



**WAEZ OKSİT (ÇİNKO OKSİT) ELEKTROLİZ
PROSESİNE ASİT İÇERİĞİNİN ETKİSİ**

**2024
YÜKSEK LİSANS TEZİ
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ**

Mehmet AKKUŞLU

**Tez Danışmanı
Prof. Dr. Hayrettin AHLATÇI**

**WELZ OKSİT (ÇİNKU OKSİT) ELEKTROLİZ PROSESİNE ASİT
İÇERİĞİNİN ETKİSİ**

Mehmet AKKUŞLU

**Tez Danışmanı
Prof. Dr. Hayrettin AHLATÇI**

**T.C.
Karabük Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında
Yüksek Lisans Tezi
Olarak Hazırlanmıştır**

**KARABÜK
Şubat 2024**

Mehmet AKKUŞLU tarafından hazırlanan “WAEŁZ OKSİT (ÇİNKO OKSİT) ELEKTROLİZ PROSESİNE ASİT İÇERİĞİNİN ETKİSİ” başlıklı bu tezin Yüksek Lisans Tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. Hayrettin AHLATÇI
Tez Danışmanı, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından Oy Birliğı ile Metalurji ve Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir. 09/02/2024

Ünvanı, Adı SOYADI (Kurumu) İmzası

Başkan : Prof. Dr. Mustafa ACARER (SÜ)

Üye : Prof. Dr. Hayrettin AHLATÇI (KBÜ)

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Güldane ATEŞOĞLU (KBÜ)

KBÜ Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Yönetim Kurulu, bu tez ile, Yüksek Lisans derecesini onamıştır.

Doç. Dr. Zeynep ÖZCAN
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

“Bu tezdeki tüm bilgilerin akademik kurallara ve etik ilkelere uygun olarak elde edildiğini ve sunulduğunu; ayrıca bu kuralların ve ilkelerin gerektirdiği şekilde, bu çalışmadan kaynaklanmayan bütün atıfları yaptığımı beyan ederim.”

Mehmet AKKUŞLU

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

WAE LZ OKSİT (ÇİNKO OKSİT) ELEKTROLİZ PROSESİNE ASİT İÇERİĞİNİN ETKİSİ

Mehmet AKKUŞLU

Karabük Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı:

Prof. Dr. Hayrettin AHLATÇI

Şubat 2024, 144 sayfa

Bu çalışmada, pirometalurjik ve hidrometalurjik yöntem ile elde edilen waelz oksitin elektrolizi esnasındaki ph dengesi için kullanılan asit içeriğinin çinko kazanımına etkisi ile ilgili çalışmalar yapılmıştır. Aynı numune üzerinden sülfirik asit (%98H₂SO₄) ilavesi ile hazırlanan, 1 ph'den 10 ph'ye kadar 0,5 ph'lık aralıklarla oluşturulan 19 farklı elektroliz liç çözeltisi üzerinde elektroliz prosesi uygulanmış olup, optimum çinko kazanımının uygun ph aralıkları belirlenmiştir.

Ayrıca elektroliz sonrası, elektroliz çözeltisinde bir süre sonra bir miktar çökelti oluştuğu gözlemlenmiş, bu çökelti ve elektroliz sonrası liç çözeltisi analizleri de çalışmaya eklenmiştir.

%67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi üzerinde yapılan elektroliz için hazırlanan liç çözeltilerindeki maksimum çinko kazanımının sağlandığı pH aralığı 5pH ile 6pH aralığı tespit edilmiştir.

Çözeltinin pH değerini 6 pH yapabilmek için 229,61gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenmiş bu liç çözeltilisinin karıştırma çöktürme ve çökeltiden ayrılmasından sonra pH değerinin 5,87pH'a düştüğü, çözeltinin elektrolizinde Al plakada %99,871 Zn tenörlü 32,84gr Zn biriktiği gözlemlenmiştir.

Çözeltinin pH değerini 5,5 pH yapabilmek için 414,95gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenmiş bu liç çözeltilisinin karıştırma çöktürme ve çökeltiden ayrılmasından sonra pH değerinin 5,64pH'a düştüğü, çözeltinin elektrolizinde Al plakada %99,888 Zn tenörlü 30,79gr Zn biriktiği gözlemlenmiştir.

Buna ek olarak, elektroliz için gerekli sülfirik asit (%98H₂SO₄) miktarı optimumda tutularak fazla asit kullanımının önüne geçilmesi ve çevreye verilen zararın azaltılması amaçlanmıştır.

Anahtar Kelime : Çinko, çinko oksit, waelz oksit, liç, elektroliz, asit içeriği.

Bilim kodu : 91530

ABSTRACT

M. Sc. Thesis

EFFECT OF ACID CONTENT ON WAELEZ OXIDE (ZINC OXIDE) ELECTROLYSIS PROCESS

Mehmet AKKUŞLU

Karabuk University

Institute of Graduate Programs

Department of Metallurgy and Material Engineering

Thesis Advisor:

Prof. Dr. Hayrettin AHLATÇI

February 2024, 144 pages

In this study, the effect of the acid content used for pH balance during the electrolysis of waelz oxide obtained by pyrometallurgical and hydrometallurgical methods on zinc recovery was studied. Electrolysis process was applied on 19 different electrolysis leaching solutions prepared with the addition of sulfuric acid (98% H_2SO_4) on the same sample, from 1 pH to 10 pH at 0.5 pH intervals, and the appropriate pH ranges for optimum zinc recovery were determined.

In addition, it was observed that some precipitate was formed in the electrolysis solution after a while after electrolysis, and the analysis of this precipitate and the post-electrolysis leaching solution were also included in the study.

The pH range in which the maximum zinc recovery was achieved in the leaching solutions prepared for electrolysis on 500 gr waelz oxide sample with 67.3589% Zn content was determined between 5pH and 6pH.

In order to make the pH value of the solution 6 pH, 229.61 g of sulfuric acid (98% H_2SO_4) was added and after mixing, precipitation and separation of this leaching solution from the precipitate, the pH value decreased to 5.87pH and it was observed that 32.84 g Zn with 99.871% Zn grade was deposited on the Al plate in the electrolysis of the solution.

In order to make the pH value of the solution 5.5 pH, 414.95 g of sulfuric acid (98% H_2SO_4) was added and after mixing, precipitation and separation of this leaching solution from the precipitate, it was observed that the pH value decreased to 5.64pH and 30.79 g Zn with 99.888% Zn grade was deposited on the Al plate in the electrolysis of the solution.

In addition, the amount of sulfuric acid (98% H_2SO_4) required for electrolysis was kept at optimum to prevent excess acid use and reduce environmental damage.

Keywords : Zinc, zinc oxide, waelz oxide, leaching, electrolysis, acid content.

Science Code : 91530

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmasında; kıymetli bilgilerini ve tecrübelerini paylaşarak, anlayışını ve samimiyetini benden esirgemeyen danışman hocam Sayın Prof. Dr. Hayrettin AHLATÇI'ya, deneylerim esnasında her türlü desteği sağlayan, tecrübelerinden çokça yararlandığım Sayın Dr. Öğr. Üyesi Güldane ATEŞOĞLU'na, deneysel çalışmalarımın tamamını eksiksiz yaabilmem için gerekli her türlü laboratuvar teçhizatını sağlayan ve destek olan çalıştığım kurum Marzinc Marmara Çinko Geri Kazanım San. Tic A.Ş.'ye, üst düzey çalışma pratiği ile ar-ge çalışmalarına sınırsız destek olan, uzun yıllardır Marzinc Marmara Çinko Geri Kazanım San. Tic A.Ş. 'de Genel Müdürlüğümü yapan Yönetim Kurulu Üyesi Sayın Metin ALTAN'a, gerek iş gerek ise özel hayatımda çok önemli yeri olan ve her daim tüm bilgi birikimini bizlere aktaran değerli Fabrika Genel Müdürüm Ceyhun TATAR'a, tecrübeleriyle mesleki gelişimime çok değerli katkıları olan, Üretim Müdürüm Sayın Aslan TİRYAKİ'ye, deneysel çalışmalarım esnasında deney sonuçlarımın analizi ve yayınlanması konusunda desteğini esirgemeyen Sayın Hakan HASANÇEBİ'ye, tezimin birçok aşamasında bilgi ve tecrübelerinden faydalandığım mesai arkadaşlarım Sayın Ömer ÖZBAKIR'a Sayın Ahmet Tarık ŞAHİN'e, Sayın Volkan CIBIR'a, Sayın Uğur ARSLAN'a, bu deneylerin tamamlanmasında desteği olan kan bağı olmasa da can bağı olan Sayın Mücahid Fatih BALLI'ya, ayrıca tez çalışmalarım boyunca her zaman sabır ve anlayış gösterip, desteğini her daim benden esirgemeyen kıymetli eşim Büşra AKKUŞLU'ya, maddi ve manevi desteklerini esirgemeyerek beni bugünlere getiren değerli aileme teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
KABUL.....	ii
ÖZET.....	iv
ABSTRACT.....	vi
TEŞEKKÜR.....	viii
İÇİNDEKİLER	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xi
ÇİZELGELER DİZİNİ	xviii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xxi
BÖLÜM 1	1
GİRİŞ	1
1.1. ÇINKO ÜRETİM VE GERİ KAZANIM YÖNTEMLERİ	3
1.1.1. Çinkonun Pirometalurjik Yöntem İle Kazanımı.....	3
1.1.2. Çinkonun Hidrometalurjik Yöntem İle Kazanımı	3
1.1.3. Çinkonun Elektrometalurjik Yöntem İle Kazanımı.....	5
BÖLÜM 2	7
WAE LZ OKSİT PROSESİ.....	7
BÖLÜM 3	9
DENEYSEL ÇALIŞMALAR	9
3.1. LİÇ ÇÖZELTİSİ HAZIRLAMA	9
3.2. ELEKTROLİZ	12
BÖLÜM 4	14
DENEYLER VE SONUÇLARI	14
4.1. LİÇ ÇÖZELTİSİ HAZIRLAMA VE ELEKTROLİZ.....	14
4.1.1. Deney 1	14
4.1.2. Deney 2.....	21

	<u>Sayfa</u>
4.1.3. Deney 3	29
4.1.4. Deney 4	36
4.1.5. Deney 5	43
4.1.6. Deney 6	49
4.1.7. Deney 7	56
4.1.8. Deney 8	63
4.1.9. Deney 9	70
4.1.10. Deney 10	76
4.1.12. Deney 12	89
4.1.13. Deney 13	95
4.1.14. Deney 14	101
4.1.15. Deney 15	107
4.1.16. Deney 16	113
4.1.17. Deney 17	119
4.1.18. Deney 18	125
4.1.19. Deney 19	12531
BÖLÜM 5	138
DENEYLERE AİT SONUÇ GRAFİKLERİ	138
5.1. WAELZ OKSİT LİÇ ÇÖZELTİSİ SONUÇ GRAFİKLERİ	138
5.2. WAELZ OKSİT ELEKTROLİZ SONUÇ GRAFİKLERİ	140
KAYNAKLAR	143
ÖZGEÇMİŞ	144

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 1.1.	Çinko.....	1
Şekil 1.2.	Zn-Fe-S-O denge diyagramı.....	4
Şekil 1.3.	Elektroliz şeması.....	6
Şekil 2.1.	Waelz oksit prosesi akış şeması.....	8
Şekil 3.1.	Lifewater international saf su makinası.....	10
Şekil 3.2.	Radwag WLC 2/A2 hassas terazi / TEM EKO+60 kg elektronik terazi.	10
Şekil 3.3.	Velp bilimsel dls tepegöz karıştırıcı 2000rpm / IKA-c-mag hs10 manyetik karıştırıcı.....	11
Şekil 3.4.	Wiggins marka laboratuvar tipi yağsız vakum pompası.....	11
Şekil 3.5.	EFLAB marka laboratuvar tipi kurutma fırını (Etüv).....	12
Şekil 3.6.	Bosch marka taşlama makinası / Power elektronik marka özel üretim güç kaynağı.....	12
Şekil 4.1.	5 L saf su , pH:6,19.....	14
Şekil 4.2.	500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.....	15
Şekil 4.3.	0,95 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:10.....	15
Şekil 4.4.	Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.....	16
Şekil 4.5.	Dinlendirilen liç çözeltisinden yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.....	17
Şekil 4.6.	Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.....	18
Şekil 4.7.	Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.....	19
Şekil 4.8.	Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.....	19
Şekil 4.9.	Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.....	20
Şekil 4.10.	Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.....	21
Şekil 4.11.	5 L saf su , pH:6,19.....	22
Şekil 4.12.	500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.....	22
Şekil 4.13.	1,32 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:9,5.....	23
Şekil 4.14.	Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.....	23
Şekil 4.15.	Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.....	25
Şekil 4.16.	Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.....	26
Şekil 4.17.	Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.....	26

Sayfa

Şekil 4.18. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.	27
Şekil 4.19. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.	27
Şekil 4.20. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.	28
Şekil 4.21. 5 L saf su , pH:6,19.	29
Şekil 4.22. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.	29
Şekil 4.23. 1,78 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:9,0.	30
Şekil 4.24. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.	30
Şekil 4.25. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.	32
Şekil 4.26. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.	33
Şekil 4.27. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.	33
Şekil 4.28. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.	34
Şekil 4.29. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.	34
Şekil 4.30. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.	35
Şekil 4.31. 5 L saf su , pH:6,19.	36
Şekil 4.32. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.	36
Şekil 4.33. 2,13 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:8,5.	37
Şekil 4.34. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.	37
Şekil 4.35. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.	39
Şekil 4.36. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.	40
Şekil 4.37. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.	40
Şekil 4.38. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.	41
Şekil 4.39. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.	41
Şekil 4.40. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.	42
Şekil 4.41. 5 L saf su , pH:6,19.	43
Şekil 4.42. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.	43
Şekil 4.43. 3,33 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:8,0.	44
Şekil 4.44. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.	44
Şekil 4.45. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.	45
Şekil 4.46. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.	46
Şekil 4.47. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.	47
Şekil 4.48. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.	47

Sayfa

Şekil 4.49. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.	48
Şekil 4.50. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.	49
Şekil 4.51. 5 L saf su, pH:6,19.	49
Şekil 4.52. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.	50
Şekil 4.53. 5,20 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:7,5.	50
Şekil 4.54. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.	51
Şekil 4.55. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.	52
Şekil 4.56. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.	53
Şekil 4.57. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.	53
Şekil 4.58. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.	54
Şekil 4.59. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.	54
Şekil 4.60. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.	55
Şekil 4.61. 5 L saf su , pH:6,19.	56
Şekil 4.62. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.	56
Şekil 4.63. 1,50 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:7,0.	57
Şekil 4.64. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.	57
Şekil 4.65. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.	59
Şekil 4.66. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.	60
Şekil 4.67. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.	60
Şekil 4.68. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.	61
Şekil 4.69. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.	61
Şekil 4.70. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.	62
Şekil 4.71. 5 L saf su , pH:6,19.	63
Şekil 4.72. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.	63
Şekil 4.73. 12,01 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:6,5.	64
Şekil 4.74. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.	64
Şekil 4.75. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.	66
Şekil 4.76. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.	67
Şekil 4.77. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.	67
Şekil 4.78. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.	68
Şekil 4.79. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.	68

Sayfa

Şekil 4.80. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.	69
Şekil 4.81. 5 L saf su , pH:6,19.	70
Şekil 4.82. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.	70
Şekil 4.83. 229,61 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:6,0.	71
Şekil 4.84. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.	71
Şekil 4.85. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.	72
Şekil 4.86. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.	73
Şekil 4.87. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.	74
Şekil 4.88. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.	74
Şekil 4.89. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.	75
Şekil 4.90. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.	76
Şekil 4.91. 5 L saf su , pH:6,19.	76
Şekil 4.92. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.	77
Şekil 4.93. 414,95 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:5,5.	77
Şekil 4.94. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.	78
Şekil 4.95. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.	79
Şekil 4.96. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.	80
Şekil 4.97. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.	80
Şekil 4.98. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.	81
Şekil 4.99. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.	81
Şekil 4.100. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.	82
Şekil 4.101. 5 L saf su , pH:6,19.	83
Şekil 4.102. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.	83
Şekil 4.103. 518,50 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:5,0.	84
Şekil 4.104. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.	84
Şekil 4.105. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.	85
Şekil 4.106. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.	86
Şekil 4.107. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.	87
Şekil 4.108. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.	87
Şekil 4.109. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.	88
Şekil 4.110. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.	89

Sayfa

Şekil 4.111. 5 L saf su , pH:6,19.....	89
Şekil 4.112. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.....	90
Şekil 4.113. 508,14 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, Ph:4,5.	90
Şekil 4.114. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.	90
Şekil 4.115. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.....	92
Şekil 4.116. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.	92
Şekil 4.117. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.	93
Şekil 4.118. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.	93
Şekil 4.119. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.	94
Şekil 4.120. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.	95
Şekil 4.121. 5 L saf su , pH:6,19.....	95
Şekil 4.122. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.....	96
Şekil 4.123. 495,43 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:4,0.....	96
Şekil 4.124. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.	96
Şekil 4.125. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.....	98
Şekil 4.126. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.	98
Şekil 4.127. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.	99
Şekil 4.128. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.	99
Şekil 4.129. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.	100
Şekil 4.130. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.	101
Şekil 4.131. 5 L saf su , pH:6,19.....	101
Şekil 4.132. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.....	102
Şekil 4.133. 518,65 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:3,5.....	102
Şekil 4.134. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.	103
Şekil 4.135. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.....	104
Şekil 4.136. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.	105
Şekil 4.137. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.	105
Şekil 4.138. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.	106
Şekil 4.139. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.	106
Şekil 4.140. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.	107
Şekil 4.141. 5 L saf su , pH:6,19.....	107

Sayfa

Şekil 4.142. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.....	108
Şekil 4.143. 532 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:3,0.....	108
Şekil 4.144. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.	108
Şekil 4.145. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.....	110
Şekil 4.146. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.	110
Şekil 4.147. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.	111
Şekil 4.148. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.	111
Şekil 4.149. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.	112
Şekil 4.150. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.	113
Şekil 4.151. 5 L saf su , pH:6,19.	113
Şekil 4.152. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.....	113
Şekil 4.153. 561,28 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:2,5.....	114
Şekil 4.154. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.	114
Şekil 4.155. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.....	115
Şekil 4.156. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.	116
Şekil 4.157. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.	117
Şekil 4.158. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.	117
Şekil 4.159. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.	117
Şekil 4.160. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.	118
Şekil 4.161. 5 L saf su , pH:6,19.	119
Şekil 4.162. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.....	119
Şekil 4.163. 734,04 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:2,0.....	120
Şekil 4.164. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.	120
Şekil 4.165. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.....	121
Şekil 4.166. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.	122
Şekil 4.167. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.	123
Şekil 4.168. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.	123
Şekil 4.169. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.	123
Şekil 4.170. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.	124
Şekil 4.171. 5 L saf su , pH:6,19.	125
Şekil 4.172. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.....	125

Sayfa

Şekil 4.173. 909,14 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:1,5.....	126
Şekil 4.174. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.	126
Şekil 4.175. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.....	127
Şekil 4.176. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.	128
Şekil 4.177. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.	129
Şekil 4.178. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.	129
Şekil 4.179. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.	129
Şekil 4.180. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.	130
Şekil 4.181. 5 L saf su , pH:6,19.....	131
Şekil 4.182. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.....	131
Şekil 4.183. 954,15 gr H ₂ SO ₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:1,0.....	132
Şekil 4.184. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.	132
Şekil 4.185. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.....	133
Şekil 4.186. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.	134
Şekil 4.187. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.	135
Şekil 4.188. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.	135
Şekil 4.189. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.	136
Şekil 4.200. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.	137
Şekil 5.1. İstenilen liç çözeltisi pH'ı ile kullanılan H ₂ SO ₄ miktarı grafiği.	138
Şekil 5.2. Liç çözeltisi pH'ı ile elektroliz çözeltisi pH'ı grafiği.	139
Şekil 5.3. Liç çözeltileri pH'ı ile liç atığı miktarı grafiği.....	139
Şekil 5.4. Liç çözeltileri pH'ı ile Al plakada biriken Zn miktarı grafiği.....	140
Şekil 5.5. Elektroliz çözeltisi pH'I ile Al plakada biriken Zn miktarı grafiği.....	140
Şekil 5.6. Liç çözeltisi ile elektroliz çözeltisi çökeltisi grafiği.	141
Şekil 5.7. Sülfirik asit (H ₂ SO ₄) miktarı ile Al plakada biriken toplam Zn miktarı grafiği.	141

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 3.1. Deneyleerde kullanılan waelz oksit numune değerleri.....	9
Çizelge 4.1. Liç çözeltilisi atığı ıcp analizi.	16
Çizelge 4.2. Liç çözeltilisi atığı xrf analizi.	17
Çizelge 4.3. Liç çözeltilisi sıvısı ıcp analizi.	18
Çizelge 4.4. Elektroliz sonrası çözeltili sıvısı ıcp analizi.	20
Çizelge 4.5. Elektroliz sonrası liç çözeltilisi dibine çöken çökelti xrf analizi.	21
Çizelge 4.6. Liç çözeltilisi atığı ıcp analizi.	24
Çizelge 4.7. Liç çözeltilisi atığı xrf analizi	24
Çizelge 4.8. Liç çözeltilisi sıvısı ıcp analizi.	25
Çizelge 4.9. Elektroliz sonrası çözeltili sıvısı ıcp analizi.	28
Çizelge 4.10. Elektroliz sonrası liç çözeltilisi dibine çöken çökelti xrf analizi.	28
Çizelge 4.11. Liç çözeltilisi atığı ıcp analizi.	31
Çizelge 4.12. Liç çözeltilisi atığı xrf analizi.	31
Çizelge 4.13. Liç çözeltilisi sıvısı ıcp analizi.	32
Çizelge 4.14. Elektroliz sonrası çözeltili sıvısı ıcp analizi.	35
Çizelge 4.15. Elektroliz sonrası liç çözeltilisi dibine çöken çökelti xrf analizi.	35
Çizelge 4.16. Liç çözeltilisi atığı ıcp analizi.	38
Çizelge 4.17. Liç çözeltilisi atığı xrf analizi.	38
Çizelge 4.18. Liç çözeltilisi sıvısı ıcp analizi.	39
Çizelge 4.19. Elektroliz sonrası çözeltili sıvısı ıcp analizi.	42
Çizelge 4.20. Elektroliz sonrası liç çözeltilisi dibine çöken çökelti xrf analizi.	42
Çizelge 4.21. Liç çözeltilisi atığı ıcp analizi.	45
Çizelge 4.22. Liç çözeltilisi atığı xrf analizi.	45
Çizelge 4.23. Liç çözeltilisi sıvısı ıcp analizi.	46
Çizelge 4.24. Elektroliz sonrası çözeltili sıvısı ıcp analizi.	48
Çizelge 4.25. Elektroliz sonrası liç çözeltilisi dibine çöken çökelti xrf analizi.	49
Çizelge 4.26. Liç çözeltilisi atığı ıcp analizi.	51
Çizelge 4.27. Liç çözeltilisi atığı xrf analizi.	52
Çizelge 4.28. Liç çözeltilisi sıvısı ıcp analizi.	52
Çizelge 4.29. Elektroliz sonrası çözeltili sıvısı ıcp analizi.	55

Sayfa

Çizelge 4.30. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.	55
Çizelge 4.31. Liç çözeltisi atığı 1cp analizi.	58
Çizelge 4.32. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.	58
Çizelge 4.33. Liç çözeltisi sıvısı 1cp analizi.	59
Çizelge 4.34. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı 1cp analizi.	62
Çizelge 4.35. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.	62
Çizelge 4.36. Liç çözeltisi atığı 1cp analizi.	65
Çizelge 4.37. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.	65
Çizelge 4.38. Liç çözeltisi sıvısı 1cp analizi.	66
Çizelge 4.39. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı 1cp analizi.	69
Çizelge 4.40. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.	69
Çizelge 4.41. Liç çözeltisi atığı 1cp analizi.	72
Çizelge 4.42. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.	72
Çizelge 4.43. Liç çözeltisi sıvısı 1cp analizi.	73
Çizelge 4.44. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı 1cp analizi.	75
Çizelge 4.45. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.	75
Çizelge 4.46. Liç çözeltisi atığı 1cp analizi.	78
Çizelge 4.47. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.	79
Çizelge 4.48. Liç çözeltisi sıvısı 1cp analizi.	79
Çizelge 4.49. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı 1cp analizi.	82
Çizelge 4.50. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.	82
Çizelge 4.51. Liç çözeltisi atığı 1cp analizi.	85
Çizelge 4.52. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.	85
Çizelge 4.53. Liç çözeltisi sıvısı 1cp analizi.	86
Çizelge 4.54. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı 1cp analizi.	88
Çizelge 4.55. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.	88
Çizelge 4.56. Liç çözeltisi atığı 1cp analizi.	91
Çizelge 4.57. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.	91
Çizelge 4.58. Liç çözeltisi sıvısı 1cp analizi.	92
Çizelge 4.59. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı 1cp analizi.	94
Çizelge 4.60. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.	94
Çizelge 4.61. Liç çözeltisi atığı 1cp analizi.	97
Çizelge 4.62. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.	97

Sayfa

Çizelge 4.63. Liç çözeltilisi sıvısı ıcp analizi.....	98
Çizelge 4.64. Elektroliz sonrası çözeltili sıvısı ıcp analizi.....	100
Çizelge 4.65. Elektroliz sonrası liç çözeltilisi dibine çöken çökelti xrf analizi.	100
Çizelge 4.66. Liç çözeltilisi atığı ıcp analizi.	103
Çizelge 4.67. Liç çözeltilisi atığı xrf analizi.	104
Çizelge 4.68. Liç çözeltilisi sıvısı ıcp analizi.....	104
Çizelge 4.69. Elektroliz sonrası çözeltili sıvısı ıcp analizi.....	106
Çizelge 4.70. Elektroliz sonrası liç çözeltilisi dibine çöken çökelti xrf analizi.	107
Çizelge 4.71. Liç çözeltilisi atığı ıcp analizi.	109
Çizelge 4.72. Liç çözeltilisi atığı xrf analizi.	109
Çizelge 4.73. Liç çözeltilisi sıvısı ıcp analizi.....	110
Çizelge 4.74. Elektroliz sonrası çözeltili sıvısı ıcp analizi.....	112
Çizelge 4.75. Elektroliz sonrası liç çözeltilisi dibine çöken çökelti xrf analizi	112
Çizelge 4.76. Liç çözeltilisi atığı ıcp analizi.	115
Çizelge 4.77. Liç çözeltilisi atığı xrf analizi	115
Çizelge 4.78. Liç çözeltilisi sıvısı ıcp analizi.....	116
Çizelge 4.79. Elektroliz sonrası çözeltili sıvısı ıcp analizi.....	118
Çizelge 4.80. Elektroliz sonrası liç çözeltilisi dibine çöken çökelti xrf analizi.	118
Çizelge 4.81. Liç çözeltilisi atığı ıcp analizi.	121
Çizelge 4.82. Liç çözeltilisi atığı xrf analizi.	121
Çizelge 4.83. Liç çözeltilisi sıvısı ıcp analizi.....	122
Çizelge 4.84. Elektroliz sonrası çözeltili sıvısı ıcp analizi.....	124
Çizelge 4.85. Elektroliz sonrası liç çözeltilisi dibine çöken çökelti xrf analizi.	124
Çizelge 4.86. Liç çözeltilisi atığı ıcp analizi.	127
Çizelge 4.87. Liç çözeltilisi atığı xrf analizi.	127
Çizelge 4.88. Liç çözeltilisi sıvısı ıcp analizi.....	128
Çizelge 4.89. Elektroliz sonrası çözeltili sıvısı ıcp analizi.....	130
Çizelge 4.90. Elektroliz sonrası liç çözeltilisi dibine çöken çökelti xrf analizi.	130
Çizelge 4.91. Liç çözeltilisi atığı ıcp analizi.	133
Çizelge 4.92. Liç çözeltilisi atığı xrf analizi.	133
Çizelge 4.93. Liç çözeltilisi sıvısı ıcp analizi.....	134
Çizelge 4.94. Elektroliz sonrası çözeltili sıvısı ıcp analizi.....	136
Çizelge 4.95. Elektroliz sonrası liç çözeltilisi dibine çöken çökelti xrf analizi.	137

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

SİMGELER

gr	: gram
t	: ton
ml	: miligram
kg	: kilogram
m ³	: metreküp
kWh	: kilowatt saat
kcal	: kilokalori
%	: yüzde
cm	: santimetre
mm	: milimetre
°C	: santigrat derece
h	: saat
CO	: karbonmonoksit
CO ₂	: karbondioksit
S	: kükürt
SO ₂	: kükürt dioksit
NO ₂	: azot dioksit
N ₂	: azot
H ₂ S	: hidrojen sülfür
He	: helyum
CH ₄	: metan
C ₂ H ₆	: etan
H ₂ SO ₄	: sülfirik asit
Zn	: çinko
Cd	: kadminyum
Al	: alüminyum

Fe : demir
Pb : kurşun
ZnO : çinko oksit
ZnS : çinko sülfür
Fe₂O₃ : hematit
ZnSO₄ : çinko sülfat
C₄H₁₀ : bütan

KISALTMALAR

BOF : Bazik Oksijen Fırını
EAF : Elektrikli Ark Fırını
WO : Waelz Oksit
ICP-MS : Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometer
XRF : X Işını Floresans Spektrometresi
yy : Yüzyıl
PM : Partikül Madde
lab : Laboratuvar

BÖLÜM 1

GİRİŞ

Çinko antik çağlardan beri belkide insanoğlunun ilk kullandığı metallere biridir. Dünya üzerinde yapılan çalışmalarda bilinen en eski çinko parçası Dacia medeniyetine ait Transilvanya'daki Dortaş harabelerinde bulunmuştur (Şekil 1.1). Bu parça incelendiğinde %87,52 oranında Zn, %11,41 oranında Pb ve %1,07 oranında Fe içerdiği gözlemlenmiştir (Goodwin, 1994; İMİB, 1998a).



Şekil 1.1. Çinko.

Çinko bileşiklerinin doğada bulunma fazlarına bakacak olursak, en çok $ZnCO_3$ (çinko karbonat) ve ZnS (çinko sülfür) komplekslerinde bulunmaktadır. Civa ile sert bir amalgam oluşturabilen çinko, zengin civa yataklarında da bulunabilmektedir. (Çilingir, Y.,1996).

Metaller ve ametaller ile birçok bileşikler oluşturan çinkonun üretimi oldukça zorludur. (Addemir ve diğer.,1995).

Çinkonun izabe tekniği ilk olarak 1700'lü yıllarda Çin'den İngiltere'ye geldi ve bir kaç yıl sonra distilasyon tekniği ile ilgili ilk patent resmileşti. 1740'lı yıllarda İngilterenin Bristol kentinde bu Teknik ile yılda 200ton civarı kapasite ile üretime başlandı. Bu teknikte, odun kömürü ile 910 °C sıcaklıkta kaynamaya başlayan çinko minerali, yapısındaki kompleks bileşiklerini ve karbonatı erkenden bozarak tamamen saf hale geçer. Kaynama sıcaklığının üzerine çıkan çinko buharının kaçmaması için sızdırmaz kil pota kullanılmıştır. Çinko buharı kondanse olabilmesi için kil potanında altındaki boru ile toplama kabına, oradan da pik plakalara gönderilir. (Graf, G.G.,1996) (KBT Bilim Sitesi,2015).

18. yüzyılın sonlarına doğru gelişen teknolojilerle, reverber fırında izabe ve potada kondanse olabilmelerini kapsayan 'belçika prosesi' ortaya çıkmıştır. (Doğan, M. Z., Özbayoğlu, G. & Atalay, Ü.,1981).

19. yüzyılın başlarında 100°C-150°C sıcaklıkta çinkonun tavlanarak sac levhaya dönüştürüldüğü görülmüş ve kullanım alanını bir anda genişletmiştir (Addemir ve diğer.,1995).

Amerikada kullanılan belçika prosesinde çinko buharının kondase olup soğuması için pik plakalara gönderilirken, 18. yy sonlarında avrupadaki yakmalı ve sekonder hava ısıtmalı proseslerde, çinko buharının kondanse olabilmesi için farklı olarak ilk defa ısı değiştiriciler kullanılmıştır (Addemir ve diğer.,1995) (Abdel Basir, S. M. & Rabah, M. A.,1999).

Günümüz proseslerinin atası olan tüm üretim metodları, yeni nesil metodların keşfinde bizlere öncü olmuştur.

1.1. ÇINKO ÜRETİM VE GERİ KAZANIM YÖNTEMLERİ

1.1.1. Çinkonun Pirometalurjik Yöntem İle Kazanımı

Çinko konsantrelerindeki metal kazanımları için hem pirometalurjik hem de hidrometalurjik proseslerde öncelikle kavurma işlemi uygulanmaktadır. Bu kavurma işleminde kükürt, SO₂ fazında ortamda uzaklaştırılırken, ZnS, ZnO haline dönüşmektedir. (Addemir ve diğer., 1995) (GÜLER E.,2008).

Baca tozlarının, cürüfların ve düşük tenörlü oksitli çinko cevherlerinin, mekanik cevher hazırlama yöntemleri ve flotasyon ile zenginleştirilmesi mümkün olmadığı için bunların zenginleştirilmesinde ‘waelz’ veya ‘cüruf gazlaştırma’ prosesleri gibi termik zenginleştirme yöntemleri kullanılır. Bu proseslerde kazanılan ZnO, klinkerleştirme işleminden geçirilmekte(yüksek sıcaklıkta) zararlı elementlerin uzaklaşması ve malzeme yoğunluğunun artması sağlanmaktadır. Bu yöntem sayesinde ZnO, CO ve kok ile redüklenmekte, proste çıkan çinko buharı aynı anda hava ile tekrar oksitlenebilmektedir. (Addemir., 1982) (GÜLER E.,2008)

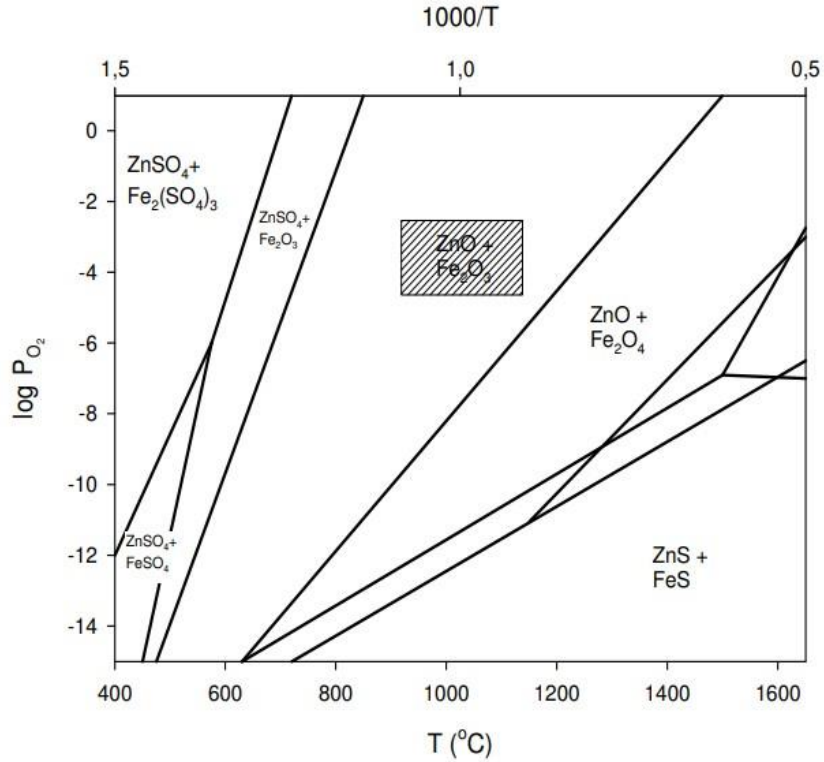
1.1.2. Çinkonun Hidrometalurjik Yöntem İle Kazanımı

Hidrometalurjik yöntem ile metalik çinko kazanımı, uygun oksitli hammaddelerin H₂SO₄(sülfirik asit) çözeltisinde çözünmesi ve sonrasında da ZnSO₄(çinko sülfat) çözeltisinden elektrolitik redüksiyon ile katot Zn üretimi şeklindedir. Distilasyon işlemi, pirometalurjik yöntemle kazanılan ham çinkoya uygulanabilmektedir. ZnO metalurjisinde kavurma proseslerinin neredeyse tamamı akışkan yatakta, döner fırınlarda ve sinter bantlarında yapılmaktadır. (Graf, G.G.,1996).

Gerek pirometalurjik gerek ise hidrometalurjik proseslerle çinko kazanımında çinkonun ZnO formunda olması gerekmektedir. Sülfürlü konsantreler, liçten veya redüksiyondan önce oksit forma dönüştürülmelidir. (Addemir ve diğer., 1995) (Amin, N. K., El-Ashtoukhy, E-S. Z. & Abdelwahab, O.,2007) (GÜLER E.,2008).

Ekstraktif metalurjik yöntemlerle elde edilen Çinko metalini günümüzdeki cevher üreticileri Avustralya, Kanada, Çin, Peru ve ABD'dir. Avrupadaki üreticiler arasında ise; İrlanda'da Tara, Belçika'da Vieille Montagne ve İsveç'te Zinkgruvan sayılabilir. (GÜLER E.,2008) (KBT Bilim Sitesi,2015).

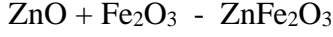
Yüksek verimle çözeltiliye alınabileceği uygun kalsine Zn ürünü üretebilmek için, sülfürlü konsantrenin yapısına ve tane boyutuna göre yatak sıcaklığı, yatak yüksekliği, sistemdeki gaz hızı, reaktördeki bekleme süresi ve soğutma için kullanılan elemanlar mutlaka optimum ayarlanmalıdır. Bu işlem sırasında proses şartlarının uygun şekilde ayarlanması, çözünmeyerek liç verimini olumsuz etkileyen $ZnFe_2O_4$ (çinko ferrit) oluşumunu engellemek için önem arz etmektedir. Sülfat, asit dengesini olumsuz etkileyeceğinden sülfat oluşumu istenmemektedir. (Addemir ve diğer.,1995) (GÜLER E.,2008).



Şekil 1.2. Zn-Fe-S-O denge diyagramı.

Zn-Fe-S-O sisteminin termodinamik denge diyagramı üzerinde gösterimi Şekil 1.2.'de sunulmaktadır (Graf,1996), (GÜLER E.,2008).

Şekilde görülen taralı alan, endüstriyel bir waelz döner fırınının çalışma koşullarını vermektedir. Bu şartlarda kararlı bileşikler ZnO ve Fe₂O₃'tür. Aşağıdaki reaksiyon gereği teorik olarak demirin tamamının ferrite dönüşmesi beklenir ancak bu reaksiyon zamanın bir fonksiyonudur.



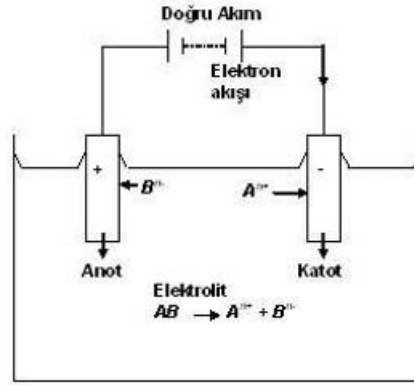
Ayrıca diyagramdan görüldüğü gibi sıcaklığın düşmesi ZnSO₄ oluşumuna neden olmaktadır (Claassen, J. O., 2002).

1.1.3. Çinkonun Elektrometalurjik Yöntem İle Kazanımı

Elektrik enerjisi kullanılarak cevher veya her çeşit madde içindeki metallerin, üretilmesi işlemine elektrometalurji diyebiliriz. Bu yöntemde elektrik enerjisinden iki şekilde yararlanılır. Elektrometalurjik uygulamaların bir kısmı, bir direnç vasıtasıyla elektrik akımının ısıya dönüştürüldüğü elektrik fırınlarında, diğer kısmı ise iyon transferinin gerçekleştiği elektroliz hücrelerindeki uygulamalardır. Birinci yöntem için, farklı şekillerde direnç kullanılarak ısıtmanın sağlandığı elektrik fırınlarının tümü örnek olarak gösterilebilir. İkincisi yöntem için ise ergimiş bir tuz banyosu içerisinde alüminyumun oksidinden indirgenmesi ile sulu bir çözelti ortamında bakırın kazanılması ve arıtılması örnek gösterilebilir. (GÜLER E.,2008) (AKDAĞ M.,1992) (CÖCEN Ü.,2019).

Elektrolizi temel kavram olarak inceleyecek olursak; dışarıdan bir elektromotor kuvveti uygulayarak bir elektrolit ile temas halinde olan elektrotlara elektrot/elektrolit ara yüzeyinde elektron transferi vasıtasıyla gerçekleşen elektrokimyasal reaksiyonlara denir. Elektrolizde elektrolit, güç kaynağı, elektrotlar (anot/katot) ve bağlantı elemanlarından oluşur. Güç kaynağının(akım kaynağı) artı(+) ucuna anot, eksi(-) ucuna bağlı elektroda katot denir. Elektrotlar anodun pozitif, katodun ise negatif yükleneceği yönde dış akım kaynağına bağlanır, yani elektrolit dışında elektronların hareket yönü anottan katoda, elektrolit içinde ise katottan anoda doğrudur. Elektroliz çözeltisine akım verildiğinde pozitif yüklü katyonlar (Me^{Z+}) elektriksel çekimin etkisiyle katoda doğru yönelirken, negatif yüklü anyonlar (Xⁿ⁻) ise anoda doğru

yönelir. Yani, anyonlar anot yüzeyinde oksitlenirken, katyonlar da katotta indirgenir. Bu bilgiler ışığında elektrolizde oluşan reaksiyonları katodik ve anodik reaksiyonlar olmak üzere iki grupta toplayabiliriz Şekil 1.3. (AKDAĞ M.,1992) (CÖCEN Ü.,2019).



Şekil 1.3. Elektroliz şeması.

BÖLÜM 2

WAEZ OXSİT PROSESİ

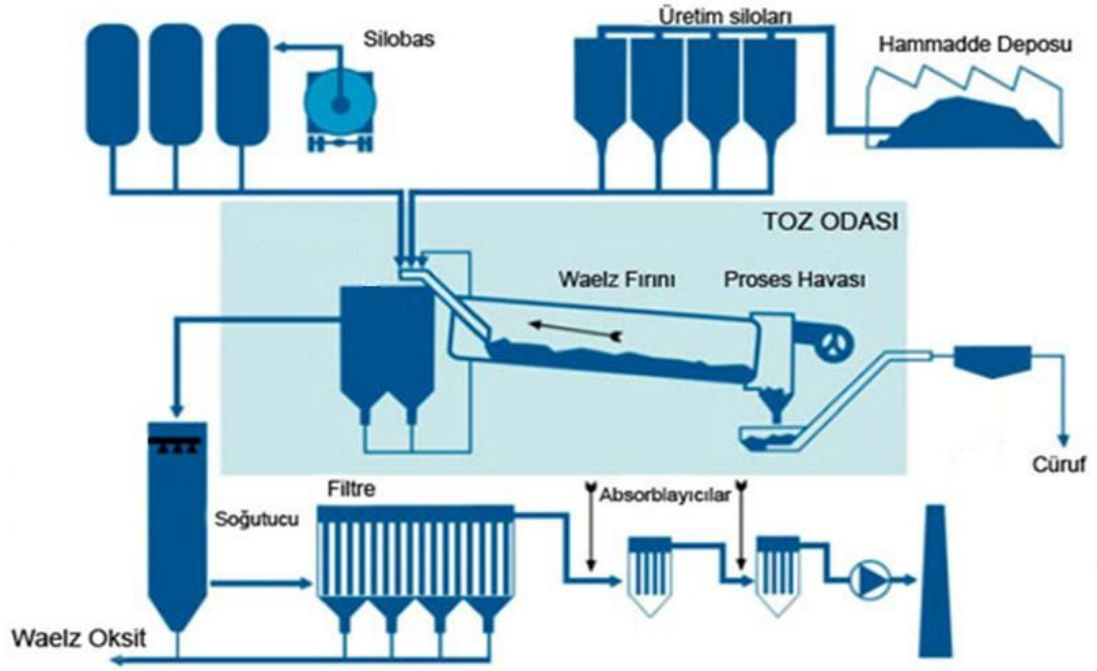
Waelz oksit, demir içeren çinko konsantrelerinden çinko üretiminde kullanılan bir prosesin yan ürünüdür. Bu proses genellikle waelz döner fırını (waelz rotary kiln) adı verilen fırınlarda gerçekleştirilir. Günümüzde Waelz Prosesi, elektrikli ark fırınlarının baca filtre torbalarında toplanan Zn'nin geri kazanımı için mevcut en efektif ticari procestir. Dünyada EAF baca tozlarının yaklaşık %75'i Waelz prosesi ile işlenmektedir. Bu proses, demir dışı metalleri uçurarak gaz fazına alma prensibine dayanmaktadır. Waelz ismi Almanca bir fiil olan "walzen" den gelmektedir ve anlamı "yuvarlamak" yada "ufak tekerlektir". Baca tozunun geri dönüşümü için Waelz fırın prosesi, pirometalurjik prosesler arasında en göze çarpan ve ticari olarak en başarılı olanıdır. Sadece avrupa ülkelerinde yıllık bazda 1.000.000 ile 1.200.000 tondan fazla baca tozu işlenmektedir. Bu proste, baca tozu(Electrical Ark Furnance Dust) döner fırına şarj edilerek, gerekli ortam koşullarının oluşmasından sonra ZnO'e dönüştürülerek bir anlamda ticari değeri olmayan atık kapsamındaki ürünü ticari değeri yüksek ürüne dönüştürülmektedir.

Elektrikli ark ocaklarındaki üretim esnasında filtrelerde biriktilen baca tozları, atık taşıma formları ile waelz oksit üretim tesislerine taşınır Zn, Pb, Cd vb. gibi demir içermeyen metallerin, sıvı bir kömür kalıntısı oluşturmadan döner fırında yüksek karbonlu kömür (antrasit/kok) ile indirgenerek oksitlenmiş katı bir karışımdan(ZnO) buharlaştırılması olayı bütününe waelz prosesi denir.. Bununla birlikte. Çinko/kurşun içeren tozların ve atıkların işlenmesi için dünya üzerinde kullanılan prosesler içerisinde mevcut en iyi teknoloji olarak waelz prosesi kabul edilmektedir.

Enerji sarfiyatında oldukça verimli ve temiz üretim prosesi olan waelz prosesi, dünya çapında bir çok tesiste uygulanmakta olup, mevcut çevre yasalarının artan tüm taleplerine karşılamaaktadır.

Bir waelz tesisi normalde iki, bazen üç bölümden oluşur;

- Hammadde hazırlama,
- Waelz döner fırını
- Halojensizleştirme için ham ZnO tozunun yıkanması şeklindedir.



Şekil 2.1. Waelz oksit prosesi akış şeması.

Şekil 2.1. de gösterilen waelz oksit prosesi akış şemasında da görüldüğü üzere elektrik ark fırınlarından kapalı silobaslar ve hazır pellet halde gelen baca tozu yüksek karbonlu antrasit kömürü ve kok kömürü ile beraber waelz döner fırınına beslenir. Proses verilen hava ile beraber oksitlenen çinko, gaz fazında çinko oksit olarak sistem fanları ile filtre grubuna çekilir. Filtre torbalarında toplanan çinko oksit yıkama ünitesine gönderilir.

BÖLÜM 3

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu tezin amacı, Sırasıyla pirometalurjik ve hidrometalurjik yöntemlerle elde edilmiş olan waelz oksitin, deney esnasında bir çok parametrenin sabit tutulup, elektroliz çözeltisi oluşumunda ph değerini belirleyen asit içeriğinin(H_2SO_4) değişken olarak hazırlandığı bir laboratuvar ortamında elektroliz ile %99,9 saflıkta çinko plaka kazanımını sağlayıp, asit içeriğinin elektroliz verimi için optimum değerlerini bulmak hedeflenmiştir.

Deneylere başlamadan önce %67,3589 Zn tenörlü waelz oksitten 12 kg paçal yapılmış ve homojen karışımı sağlanıp, farklı 7 noktadan numuneler alınarak ICP ve XRF testleri yapılmıştır. Deneylerde kullanılan tüm saf suların pH değeri sabit 6,19 pH 'dır.

1 pH'dan 10 pH'a kadar 0,5 pH aralıklarla 19 farklı pH aralığında yapmış olduğum bu deneyler Liç çözeltisi hazırlama ve Elektroliz olarak 2 aşamadan oluşmaktadır.

3.1. LİÇ ÇÖZELTİSİ HAZIRLAMA

5000 ml saf suya(pH:6,19), 500 gr waelz oksit(Zn: 67,3589) eklenmiştir. Kullanılan WO sabit olup tüm deneylerde çizelge 3. 1. 'de analiz değerleri gösterilen waelz oksit kullanılmıştır.

Al ₂ O ₃ (%)	CaO (%)	Cu (%)	Cl (%)	F (%)	Fe (%)	MgO (%)	Pb (%)	S (%)	SiO ₂ (%)	Zn (%)
	2,1371	0,0723	0,4187	0,3280	1,3467	0,3952	5,5640	0,6542	0,7143	67,3589

Çizelge 3.1. Deneylerde kullanılan waelz oksit numune değerleri.

Saf su tedariği için laboratuvar tipi saf su üretim makinesi (Şekil 3. 1.) kullanılmış pH: 6,19 sabit pH'lı saf su kullanılmıştır.



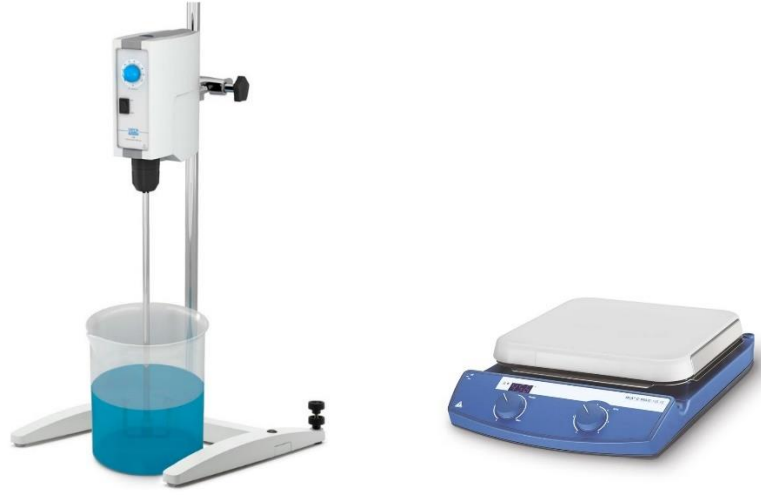
Şekil 3.1. Lifewater international saf su makinası.

Yapılan pH kontrolü sonrasında hedef pH değerleri bulunana kadar damlalık ile çözeltiliye sülfirik asit(H_2SO_4) eklemesi yapılmıştır.



Şekil 3.2. Radwag WLC 2/A2 hassas terazi / TEM EKO+60 kg elektronik terazi.

Deneylerde kullanılan hassas elektronik teraziler Şekil 3. 2. 'da gösterilmiştir. Hedeflenen pH değerine ulaşıldıktan sonra, çözeltili $60^{\circ}C$ sabit sıcaklıkta 120 dakika boyunca ısıtıcılı karıştırıcıda (Şekil 3. 3.) karıştırılır.



Şekil 3.3. Velp bilimsel dls tepegöz karıştırıcı 2000rpm / IKA-c-mag hs10 manyetik karıştırıcı.

120 dakika sonrasında çözelti 20 dakika dinlenmeye bırakılır.

Dinlendirilen liç çözeltisi içerisinde filtreli vakum pompası (Şekil 3. 4.) yardımı dipteki çökelti ile çözelti sıvısı ayrıştırılır.



Şekil 3.4. Wiggins marka laboratuvar tipi yağsız vakum pompası.

Pompa ile sıvısı çekilen çözelti atığı 36 saat boyunca 125°C sabit sıcaklıkta etüvde kurutulur (Şekil 3. 5.).



Şekil 3.5. EFLAB marka laboratuvar tipi kurutma fırını (Etüv).

Kurutma sonrası etüvden çıkarılan liç atığı tartılıp, liç çözeltisi ile beraber ICP ve XRF testleri yaptırılır.

Liç atığından ayrılan liç çözeltisi artık elektroliz için hazır haldedir.

3.2. ELEKTROLİZ

5000ml liç çözeltisi içerisine, Pb ve Al plakalar taşlama makinesi ile öncelikle taşlanır sonrasında da 500-800-1000 mesh'lik olmak üzere zımparalarla yüzeyleri pürüzsüzleştirilerek Pb (anot) ve Al (katot) olacak şekilde ağırlıkları hassas terazide tartılıp çözelti içerisine yerleştirilir (Şekil 3.6.).



Şekil 3.6. Bosch marka taşlama makinesi / Power elektronik marka özel üretim güç kaynağı.

Güç kaynağına da 3.10V - 0.25A olarak ayarlanmıştır. Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı 25°C sabit olacak şekilde ayarlanıp, elektrolize başlanır. 480 dakika boyunca her 60 dakikada bir kontrol edilerek elektroliz devam eder. Elektrolizin tamamlanmasının ardından çözelti içerisindeki plakalar alınıp çözelti 480 dakikalık beklemeye alınır. 480 dk sonunda dipte çöken çökelti filtreli vakum makinesi ile ayrıştırılarak, elektroliz sonrası çözelti ile beraber ICP ve XRF analizleri alınır.

Elektroliz sonrası Al plaka hassas terazide tartılır, Pb plaka ise taşlama ve zımparalama işlemi uygulanarak bir sonraki deneye hazır hale getirilir.

Bu deneylerdeki liç çözeltisi hazırlığı sırasında çözeltinin ilk olarak karıştırıcıda bekletilme süresi, daha sonraki 20 dk.'lık dinlenme(çökelme) süresi, elektrolizin güç kaynağında belirlenen voltaj ve amper, elektroliz süresi, elektroliz sonrası çözelti bekleme süresi gibi doneler, kişisel tecrübelerim ve de daha önceki deneme yanılgılarım esnasındaki kazanımlarımdan yola çıkarak tarafımdan optimum değerler olarak saptanmış ve bu deneylerde sabit değerler olarak uygulanmıştır.

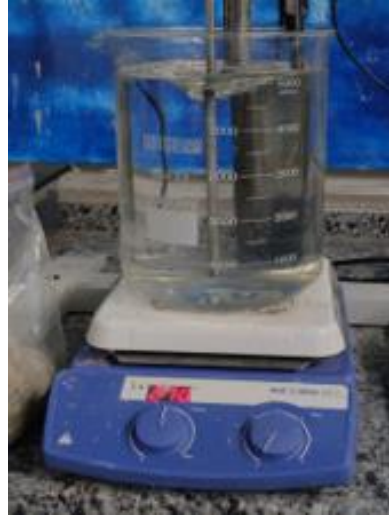
BÖLÜM 4

DENEYLER VE SONUÇLARI

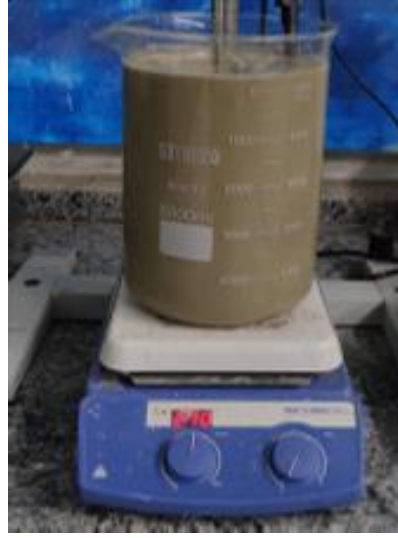
4.1. LİÇ ÇÖZELTİSİ HAZIRLAMA VE ELEKTROLİZ

4.1.1. Deney 1

5000ml saf su(pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 10 pH yapabilmek için 0,95gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.1. 5 L saf su , pH:6,19.

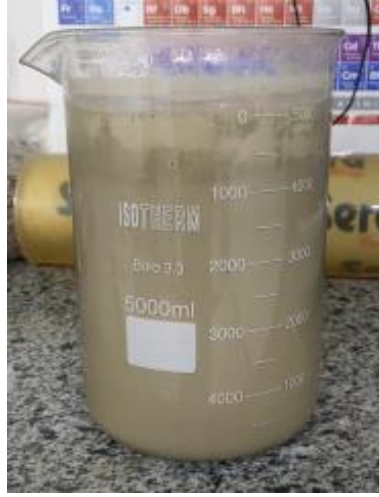


Şekil 4.2. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.3. 0,95 gr H₂SO₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:10

Isıticılı karıştırıcıda 60°C sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. beklemeye alınır ve çökelme izlenir.



Şekil 4.4. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması

20 dk. sonunda liç çözelti sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur.

Liç çözeltisi atığı 125°C sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (450gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

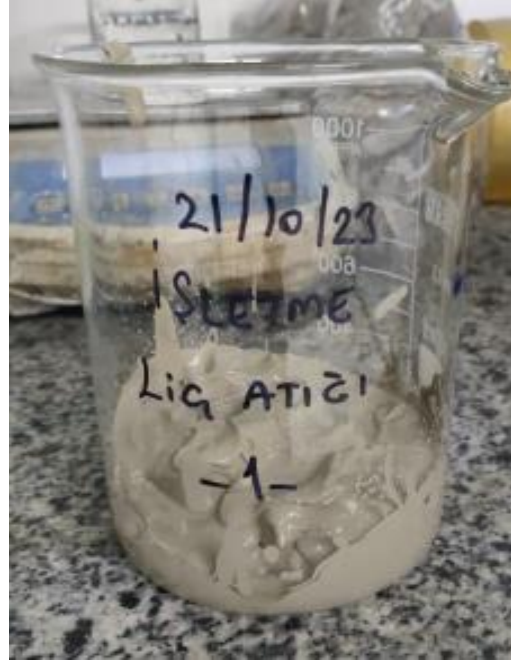
Liç çözeltisi; karıştırma, çöktürme ve çökeltiden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.1. Liç çözeltisi atığı icp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO ₄ ²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	1,49
Cr (mg/lt)	0,142
Cu (mg/lt)	0,385
Fe (mg/lt)	13,63
Pb (mg/L)	64,17
Zn (mg/L)	742,1
pH	
B (mg/l)	0,038
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	15,6
Mg (mg/l)	1,35
K (mg/l)	0,6
Na (mg/l)	0,7
Al (mg/l)	0,54
Si (mg/l)	1,16
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.2. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.

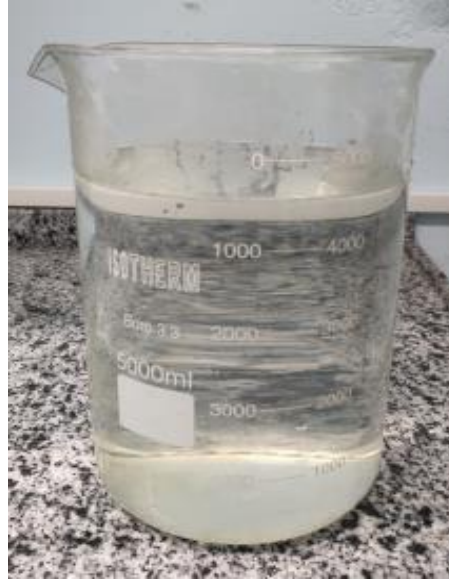
Al ₂ O ₃ (%)	
CaO (%)	1,988
Cu (%)	0,0768
Cl (%)	0,2618
F (%)	0,267
Fe (%)	1,3378
MgO (%)	0,4014
Pb (%)	5,6024
S (%)	1,1098
SiO₂ (%)	0,7871
Zn (%)	67,5776
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	304
VERİM %	10



Şekil 4.5. Dinlendirilen liç çözeltisinden yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

Çizelge 4.3. Liç çözeltisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	0
F (mg/L)	7,61
SO ₄ ²⁻ (g/L)	247,43
Cd (mg/lt)	<0,0003
Cr (mg/lt)	<0,003
Cu (mg/lt)	<0,003
Fe (mg/lt)	0,084
Pb (mg/L)	0,361
Zn (mg/L)	0,038
pH	8,56
B (mg/l)	1,515
Se (mg/l)	0,007
Ca (mg/l)	135,294
Mg (mg/l)	1,445
K (mg/l)	37
Na (mg/l)	37
Al (mg/l)	0,255
Si (mg/l)	0,081
AKM (mg/l)	-
İLETKENLİK (ms/cm)	1,2



Şekil 4.6. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.

Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:8,56) ve elektroliz işlemine geçilir.

3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas terazi ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözelti içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



Şekil 4.7. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empürük oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır (0,56gr).



Şekil 4.8. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.



Şekil 4.9. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.

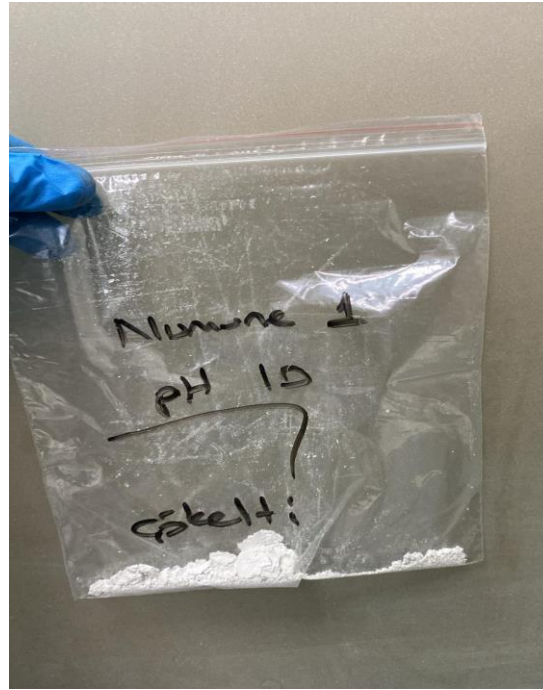
Elektroliz çözeltisi 8 saat bekletilerek dibinde oluşan çökelti(40gr.) vakum pompası ile ayrıştırılır ve çözelti numunesi ile beraber laboratuvara gönderilir.

Çizelge 4.4. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	0,2
F (mg/L)	6,32
SO ₄ ²⁻ (g/L)	0,17
Cd (mg/lt)	<0,006
Cr (mg/lt)	<0,006
Cu (mg/lt)	<0,006
Fe (mg/lt)	0,174
Pb (mg/L)	223,36
Zn (mg/L)	0,54
pH	
B (mg/l)	0,901
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	66,38
Mg (mg/l)	<0,006
K (mg/l)	37,8
Na (mg/l)	50,34
Al (mg/l)	34,57
Si (mg/l)	<0,006
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	0,73

Çizelge 4.5. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.

Al₂O₃ (%)	15,692
CaO (%)	1,6702
Cu (%)	0,0233
Cl (%)	0,224
F (%)	0,1422
Fe (%)	0,0742
MgO (%)	0,2966
Pb (%)	36,9
S (%)	1,22
SiO₂ (%)	
Zn (%)	0,2586



Şekil 4.10. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.

4.1.2. Deney 2

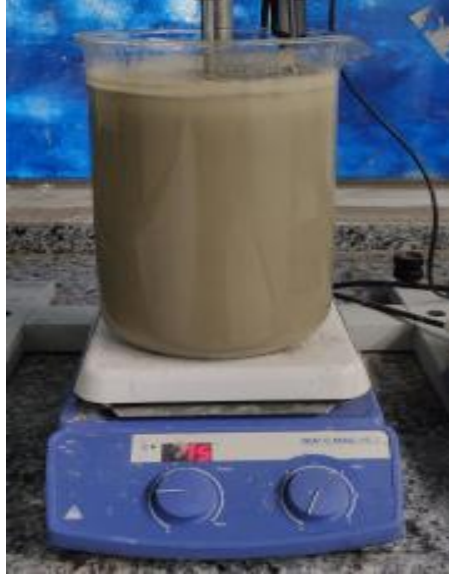
5000ml saf su(pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 9,5 pH yapabilmek için 1,32gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.11. 5 L saf su , pH:6,19.



Şekil 4.12. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.13. 1,32 gr H_2SO_4 ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:9,5.

Isıtcılı karıştırıcıda $60^\circ C$ sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. bekleme alınır ve çökeltme izlenir.



Şekil 4.14. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.

20 dk. sonunda liç çözelti sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur.

Liç çözeltilisi atığı 125°C sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (455gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

Liç çözeltisi; karıştırma, çöktürme ve çökeltiden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.6. Liç çözeltilisi atığı icp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO₄²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	1,568
Cr (mg/lt)	0,149
Cu (mg/lt)	0,417
Fe (mg/lt)	12,366
Pb (mg/L)	68,237
Zn (mg/L)	200,563
pH	
B (mg/l)	0,05
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	3,136
Mg (mg/l)	1,483
K (mg/l)	3,73
Na (mg/l)	3,686
Al (mg/l)	0,578
Si (mg/l)	1,132
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.7. Liç çözeltilisi atığı xrf analizi

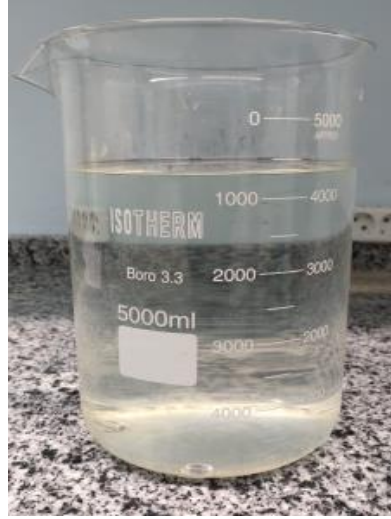
Al₂O₃ (%)	0,1153
CaO (%)	2,0516
Cu (%)	0,0867
Cl (%)	
F (%)	0,1534
Fe (%)	1,5379
MgO (%)	0,4855
Pb (%)	5,5223
S (%)	0,4131
SiO₂ (%)	0,0082
Zn (%)	60,1844
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	274
VERİM %	19



Şekil 4.15. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

Çizelge 4.8. Liç çözeltisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	183,72
F (mg/L)	8,5
SO₄²⁻ (g/L)	424,57
Cd (mg/lt)	0,098
Cr (mg/lt)	<0,003
Cu (mg/lt)	<0,003
Fe (mg/lt)	0,008
Pb (mg/L)	0,25
Zn (mg/L)	0,275
pH	7,62
B (mg/l)	1,255
Se (mg/l)	0,005
Ca (mg/l)	211,158
Mg (mg/l)	2,364
K (mg/l)	39
Na (mg/l)	28
Al (mg/l)	0,028
Si (mg/l)	0,055
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	1,5



Şekil 4.16. Elektrolize hazır liç çözeltili sıvısı.

Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:7,62) ve elektroliz işlemine geçilir.

3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas terazi ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözeltili içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



Şekil 4.17. Liç çözeltili sıvısının elektrolizi.

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empirik oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır (0,3gr).



Şekil 4.18. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.



Şekil 4.19. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.

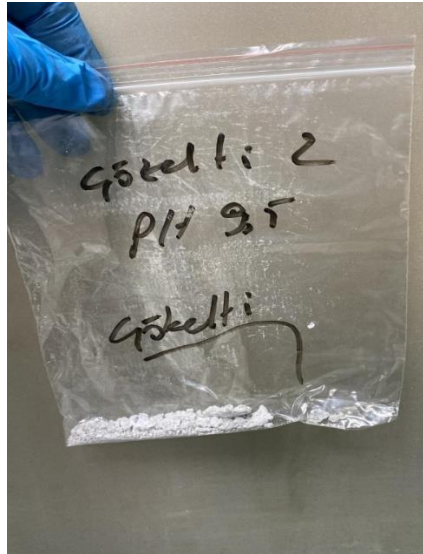
Elektroliz çözeltisi 8 saat bekletilerek dibinde oluşan çökelti(28,5gr.) vakum pompası ile ayrıştırılır ve çözelti numunesi ile beraber laboratuvara gönderilir.

Çizelge 4.9. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	0,19
F (mg/L)	3,94
SO ₄ ²⁻ (g/L)	0,12
Cd (mg/lt)	<0,006
Cr (mg/lt)	<0,006
Cu (mg/lt)	<0,006
Fe (mg/lt)	0,038
Pb (mg/L)	90,626
Zn (mg/L)	<0,006
pH	11,38
B (mg/l)	0,444
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	80,36
Mg (mg/l)	<0,006
K (mg/l)	34,05
Na (mg/l)	45,96
Al (mg/l)	50,02
Si (mg/l)	<0,006
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	0,82

Çizelge 4.10. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.

Al ₂ O ₃ (%)	7,13
CaO (%)	0,7918
Cu (%)	0,0205
Cl (%)	0,2749
F (%)	0,1749
Fe (%)	0,0096
MgO (%)	0,1867
Pb (%)	42,4986
S (%)	2,18
SiO ₂ (%)	
Zn (%)	0,2742



Şekil 4.20. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.

4.1.3. Deney 3

5000ml saf su(pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 9,0 pH yapabilmek için 1,78gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.21. 5 L saf su , pH:6,19.



Şekil 4.22. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.23. 1,78 gr H_2SO_4 ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:9,0.

Isıticılı karıştırıcıda $60^\circ C$ sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. bekleme alınır ve çökeltme izlenir.



Şekil 4.24. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.

20 dk. sonunda liç çözelti sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur.

Liç çözeltisi atığı $125^\circ C$ sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (413gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

Liç çözelisi; karıştırma, çöktürme ve çökeltiden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.11. Liç çözeltisi atığı ıcp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO ₄ ²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	1,53
Cr (mg/lt)	0,15
Cu (mg/lt)	0,406
Fe (mg/lt)	14,326
Pb (mg/L)	71,049
Zn (mg/L)	795,067
pH	
B (mg/l)	0,044
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	4,017
Mg (mg/l)	1,426
K (mg/l)	0,829
Na (mg/l)	1,187
Al (mg/l)	0,568
Si (mg/l)	1,036
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.12. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.

Al ₂ O ₃ (%)	0,0828
CaO (%)	2,0066
Cu (%)	0,0871
Cl (%)	
F (%)	0,1536
Fe (%)	1,5151
MgO (%)	0,3271
Pb (%)	5,3374
S (%)	0,4152
SiO ₂ (%)	
Zn (%)	59,7861
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	247
VERİM %	27



Şekil 4.25. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

Çizelge 4.13. Liç çözeltisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	145,3
F (mg/L)	7,23
SO₄²⁻ (g/L)	361,4
Cd (mg/lt)	2,024
Cr (mg/lt)	<0,003
Cu (mg/lt)	<0,003
Fe (mg/lt)	0,045
Pb (mg/L)	1,384
Zn (mg/L)	648,723
pH	8,24
B (mg/l)	1,359
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	168,568
Mg (mg/l)	3,189
K (mg/l)	48
Na (mg/l)	75
Al (mg/l)	0,106
Si (mg/l)	0,595
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	1,3



Şekil 4.26. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.

Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:8,24) ve elektroliz işlemine geçilir. Hazırlanan liç çözeltisinin elektroliz şeması, Çizelge 4.6. 'da detaylı gösterilmiştir. 3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas teraziye ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözelti içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



Şekil 4.27. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empürik oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır.(2,08gr)



Şekil 4.28. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.



Şekil 4.29. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.

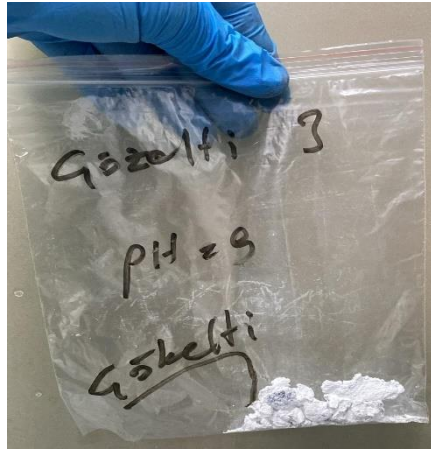
Elektroliz çözeltisi 8 saat bekletilerek dibinde oluşan çökelti(26,5gr.) vakum pompası ile ayrıştırılır ve çözelti numunesi ile beraber laboratuvara gönderilir.

Çizelge 4.14. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı icp analizi.

Cl (g/L)	0,17
F (mg/L)	4,75
SO ₄ ²⁻ (g/L)	0,13
Cd (mg/lt)	<0,006
Cr (mg/lt)	<0,006
Cu (mg/lt)	<0,006
Fe (mg/lt)	0,039
Pb (mg/L)	54,087
Zn (mg/L)	0,076
pH	11,51
B (mg/l)	0,638
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	60,1
Mg (mg/l)	<0,006
K (mg/l)	32,18
Na (mg/l)	43,36
Al (mg/l)	29,37
Si (mg/l)	<0,006
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	0,76

Çizelge 4.15. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.

Al ₂ O ₃ (%)	5,3198
CaO (%)	0,1501
Cu (%)	0,0175
Cl (%)	0,2632
F (%)	0,1757
Fe (%)	
MgO (%)	0,1591
Pb (%)	44,9057
S (%)	2,8
SiO ₂ (%)	
Zn (%)	0,3544



Şekil 4.30. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.

4.1.4. Deney 4

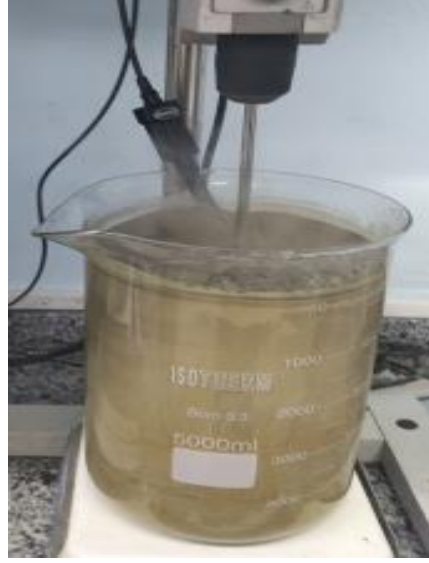
5000ml saf su(pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 8,5 pH yapabilmek için 2,13gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.31. 5 L saf su , pH:6,19.



Şekil 4.32. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.33. 2,13 gr H_2SO_4 ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:8,5.

Isıtcılı karıştırıcıda $60^\circ C$ sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. beklemeye alınır ve çökeltme izlenir.



Şekil 4.34. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması

20 dk. sonunda liç çözelti sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur.

Liç çözeltisi atığı 125°C sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (425gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

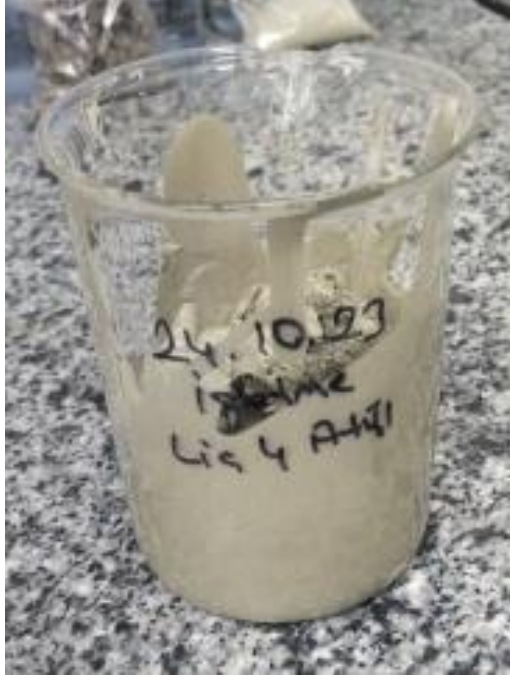
Liç çözeltisi; karıştırma, çöktürme ve çökeltiden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.16. Liç çözeltisi atığı icp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO₄²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	1,402
Cr (mg/lt)	0,136
Cu (mg/lt)	0,38
Fe (mg/lt)	13,308
Pb (mg/L)	61,82
Zn (mg/L)	679,54
pH	
B (mg/l)	0,045
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	9,79
Mg (mg/l)	1,288
K (mg/l)	0,935
Na (mg/l)	0,834
Al (mg/l)	0,55
Si (mg/l)	1,367
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.17. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.

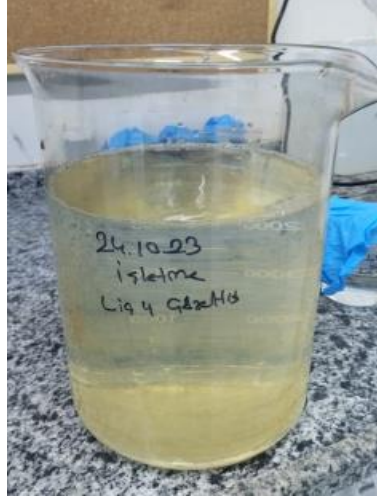
Al₂O₃ (%)	0,0999
CaO (%)	2,0504
Cu (%)	0,085
Cl (%)	
F (%)	0,1425
Fe (%)	1,5951
MgO (%)	0,4682
Pb (%)	5,4639
S (%)	0,4321
SiO₂ (%)	0,0908
Zn (%)	60,361
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	256,5
VERİM %	23,8



Şekil 4.35. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

Çizelge 4.18. Liç çözeltisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	211,5
F (mg/L)	9,23
SO ₄ ²⁻ (g/L)	651,67
Cd (mg/lt)	1,436
Cr (mg/lt)	0,047
Cu (mg/lt)	<0,003
Fe (mg/lt)	18,689
Pb (mg/L)	3,883
Zn (mg/L)	5,065
pH	6,6
B (mg/l)	1,395
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	277,165
Mg (mg/l)	6,581
K (mg/l)	64
Na (mg/l)	77
Al (mg/l)	1,037
Si (mg/l)	3,913
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	1,9



Şekil 4.36. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.

Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:6,6) ve elektroliz işlemine geçilir.

3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas teraziye ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözelti içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



Şekil 4.37. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empürik oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır.(1,43gr).



Şekil 4.38. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.



Şekil 4.39. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.

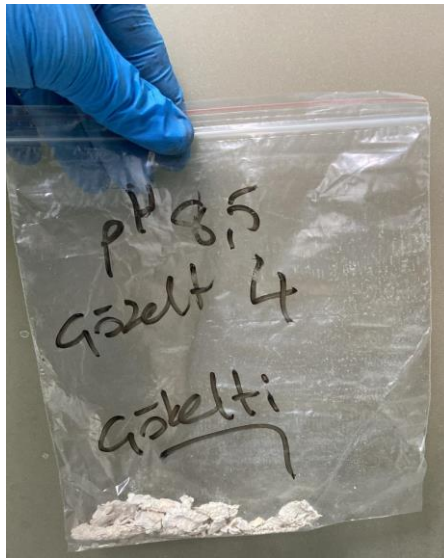
Elektroliz çözeltisi 8 saat bekletilerek dibinde oluşan çökelti(52gr.) vakum pompası ile ayrıştırılır ve çözelti numunesi ile beraber laboratuvara gönderilir.

Çizelge 4.19. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	0,17
F (mg/L)	4,75
SO ₄ ²⁻ (g/L)	0,13
Cd (mg/lt)	<0,006
Cr (mg/lt)	<0,006
Cu (mg/lt)	<0,006
Fe (mg/lt)	0,039
Pb (mg/L)	54,087
Zn (mg/L)	0,076
pH	11,51
B (mg/l)	0,638
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	60,1
Mg (mg/l)	<0,006
K (mg/l)	32,18
Na (mg/l)	43,36
Al (mg/l)	29,37
Si (mg/l)	<0,006
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	0,76

Çizelge 4.20. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.

Al ₂ O ₃ (%)	5,3198
CaO (%)	0,1501
Cu (%)	0,0175
Cl (%)	0,2632
F (%)	0,1757
Fe (%)	
MgO (%)	0,1591
Pb (%)	44,9057
S (%)	2,8
SiO ₂ (%)	
Zn (%)	0,3544



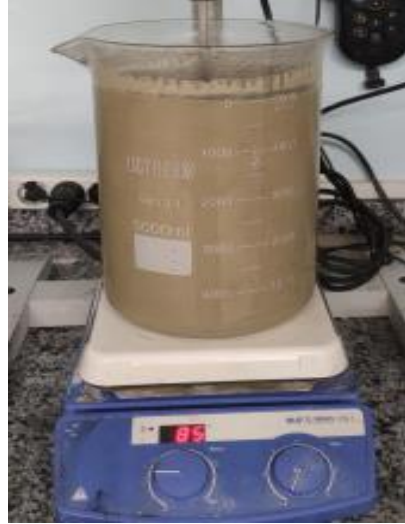
Şekil 4.40. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.

4.1.5. Deney 5

5000ml saf su(pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 8,0 pH yapabilmek için 3,33gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.41. 5 L saf su , pH:6,19.



Şekil 4.42. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.43. 3,33 gr H₂SO₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:8,0.

Isıticılı karıştırıcıda 60°C sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. beklemeye alınır ve çökelme izlenir.



Şekil 4.44. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.

20 dk. sonunda liç çözelti sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur.

Liç çözeltisi atığı 125°C sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (490gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

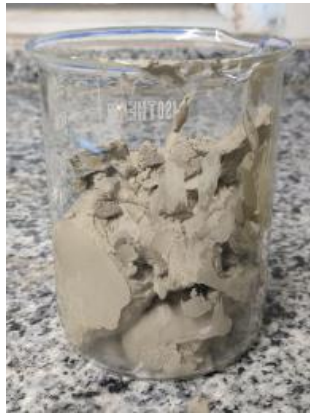
Liç çözeltisi; karıştırma, çöktürme ve çökeltiden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.21. Liç çözeltisi atığı ıcp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO ₄ ²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	1,594
Cr (mg/lt)	0,147
Cu (mg/lt)	0,432
Fe (mg/lt)	12,6
Pb (mg/L)	62,04
Zn (mg/L)	807,12
pH	
B (mg/l)	0,047
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	13,17
Mg (mg/l)	1,412
K (mg/l)	6,312
Na (mg/l)	6,534
Al (mg/l)	0,569
Si (mg/l)	1,56
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.22. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.

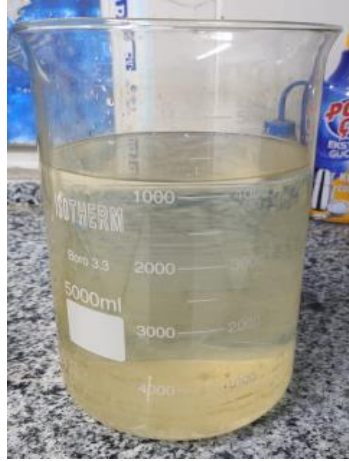
Al ₂ O ₃ (%)	0,433
CaO (%)	1,7224
Cu (%)	0,076
Cl (%)	0,1664
F (%)	0,266
Fe (%)	1,3391
MgO (%)	0,371
Pb (%)	5,5908
S (%)	0,6978
SiO ₂ (%)	0,9125
Zn (%)	67,5672
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	331,1
VERİM %	1,7



Şekil 4.45. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

Çizelge 4.23. Liç çözeltisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	0,91
F (mg/L)	15,52
SO ₄ ²⁻ (g/L)	1,05
Cd (mg/lt)	1,304
Cr (mg/lt)	<0,003
Cu (mg/lt)	<0,003
Fe (mg/lt)	0,087
Pb (mg/L)	1,187
Zn (mg/L)	0,524
pH	7,39
B (mg/l)	1,395
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	293,861
Mg (mg/l)	9,111
K (mg/l)	1593
Na (mg/l)	1410
Al (mg/l)	0,032
Si (mg/l)	0,635
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	2,19



Şekil 4.46. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.

Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:7,39) ve elektroliz işlemine geçilir.

3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas teraziye ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözelti içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



Şekil 4.47. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empürik oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır.(2,45gr).



Şekil 4.48. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.



Şekil 4.49. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.

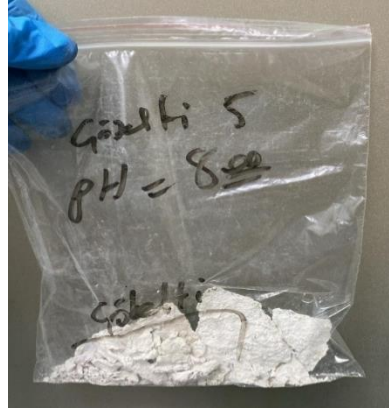
Elektroliz çözeltisi 8 saat bekletilerek dibinde oluşan çökelti(52gr.) vakum pompası ile ayrıştırılır ve çözelti numunesi ile beraber laboratuvara gönderilir.

Çizelge 4.24. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	0,23
F (mg/L)	4,05
SO ₄ ²⁻ (g/L)	0,15
Cd (mg/lt)	<0,006
Cr (mg/lt)	<0,006
Cu (mg/lt)	<0,006
Fe (mg/lt)	<0,006
Pb (mg/L)	9,783
Zn (mg/L)	<0,006
pH	11,1
B (mg/l)	0,619
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	95,4
Mg (mg/l)	<0,006
K (mg/l)	32,55
Na (mg/l)	44,35
Al (mg/l)	23,28
Si (mg/l)	<0,006
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	0,85

Çizelge 4.25. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.

Al₂O₃ (%)	4,1392
CaO (%)	1,3292
Cu (%)	0,013
Cl (%)	0,38552
F (%)	0,1702
Fe (%)	
MgO (%)	0,4371
Pb (%)	44,0516
S (%)	3,13
SiO₂ (%)	
Zn (%)	0,2274



Şekil 4.50. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.

4.1.6. Deney 6

5000ml saf su(pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 7,5 pH yapabilmek için 5,2gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.51. 5 L saf su, pH:6,19.

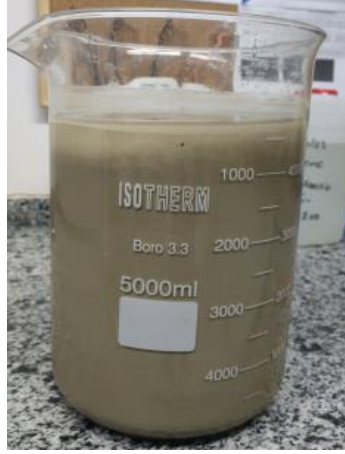


Şekil 4.52. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.53. 5,20 gr H₂SO₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:7,5.

Isıticılı karıştırıcıda 60°C sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. beklemeye alınır ve çökelme izlenir.



Şekil 4.54. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.

20 dk. sonunda liç çözelti sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur.

Liç çözeltisi atığı 125°C sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (472gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

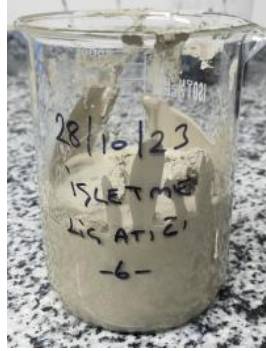
Liç çözelisi; karıştırma, çöktürme ve çökeltiden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.26. Liç çözeltisi atığı icp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO₄²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	1,117
Cr (mg/lt)	0,147
Cu (mg/lt)	0,43
Fe (mg/lt)	14,348
Pb (mg/L)	62,286
Zn (mg/L)	782,62
pH	
B (mg/l)	0,039
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	12,77
Mg (mg/l)	1,425
K (mg/l)	3,983
Na (mg/l)	4,314
Al (mg/l)	0,566
Si (mg/l)	1,247
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.27. Liç çözeltilisi atığı xrf analizi.

Al₂O₃ (%)	0,1274
CaO (%)	1,6669
Cu (%)	0,0816
Cl (%)	0,1479
F (%)	0,246
Fe (%)	1,3089
MgO (%)	0,3664
Pb (%)	5,6316
S (%)	0,838
SiO₂ (%)	0,6724
Zn (%)	67,7
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	319,5
VERİM %	5,1



Şekil 4.55. Dinlendirilen liç çözeltilisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

Çizelge 4.28. Liç çözeltilisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	0,92
F (mg/L)	12,56
SO₄²⁻ (g/L)	1,17
Cd (mg/lt)	21,191
Cr (mg/lt)	<0,003
Cu (mg/lt)	<0,003
Fe (mg/lt)	<0,003
Pb (mg/L)	2,938
Zn (mg/L)	21,764
pH	7,07
B (mg/l)	1,942
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	317,7
Mg (mg/l)	8,357
K (mg/l)	1107
Na (mg/l)	940
Al (mg/l)	0,032
Si (mg/l)	1,688
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	2,37



Şekil 4.56. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.

Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:7,07) ve elektroliz işlemine geçilir.

3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas teraziye ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözelti içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



Şekil 4.57. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empürik oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır (2,79gr).



Şekil 4.58. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.



Şekil 4.59. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.

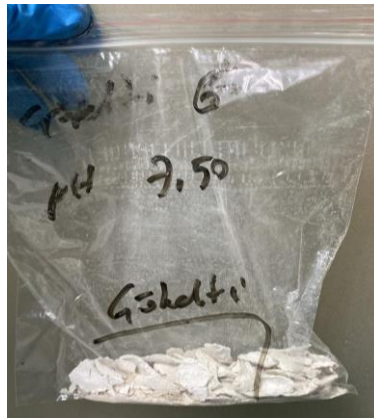
Elektroliz çözeltisi 8 saat bekletilerek dibinde oluşan çökelti (86gr.) vakum pompası ile ayrıştırılır ve çözelti numunesi ile beraber laboratuvara gönderilir.

Çizelge 4.29. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı icp analizi.

Cl (g/L)	0,15
F (mg/L)	3,02
SO ₄ ²⁻ (g/L)	0,14
Cd (mg/lt)	0,083
Cr (mg/lt)	<0,006
Cu (mg/lt)	<0,006
Fe (mg/lt)	0,049
Pb (mg/L)	2,832
Zn (mg/L)	0,288
pH	8,71
B (mg/l)	1,252
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	102,4
Mg (mg/l)	0,025
K (mg/l)	34,17
Na (mg/l)	46,35
Al (mg/l)	7,691
Si (mg/l)	<0,006
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	0,78

Çizelge 4.30. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.

Al ₂ O ₃ (%)	5,6451
CaO (%)	1,8992
Cu (%)	0,0101
Cl (%)	0,3256
F (%)	0,1627
Fe (%)	
MgO (%)	0,2652
Pb (%)	41,2604
S (%)	3,23
SiO ₂ (%)	
Zn (%)	1,1542



Şekil 4.60. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti

4.1.7. Deney 7

5000ml saf su(pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 7,0 pH yapabilmek için 10,5gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.61. 5 L saf su , pH:6,19.



Şekil 4.62. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.63. 1,50 gr H₂SO₄ ilavesi sonrası liç çözeltilisi, pH:7,0.

Isıticılı karıştırıcıda 60°C sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltilisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. bekleme alınır ve çökeltme izlenir.



Şekil 4.64. Liç çözeltilisi dinlenmeye alınma uygulaması.

20 dk. sonunda liç çözeltili sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur.

Liç çözeltilisi atığı 125°C sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (411gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

Liç çözelisi; karıştırma, çöktürme ve çökeltiden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.31. Liç çözeltisi atığı ıcp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO ₄ ²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	1,02
Cr (mg/lt)	0,153
Cu (mg/lt)	0,43
Fe (mg/lt)	12,783
Pb (mg/L)	704,39
Zn (mg/L)	782,62
pH	
B (mg/l)	0,035
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	12,65
Mg (mg/l)	1,3111
K (mg/l)	2,897
Na (mg/l)	3,228
Al (mg/l)	0,574
Si (mg/l)	1,473
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.32. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.

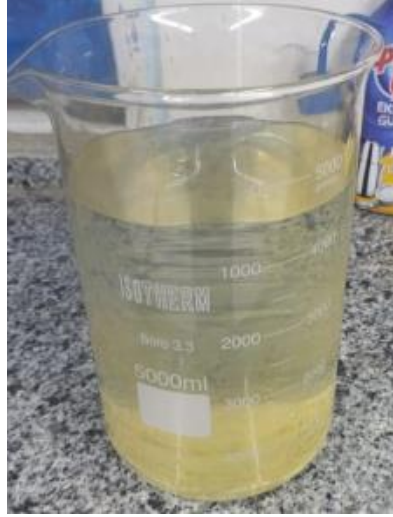
Al ₂ O ₃ (%)	0,0825
CaO (%)	1,624
Cu (%)	0,073
Cl (%)	0,1245
F (%)	0,243
Fe (%)	1,3155
MgO (%)	0,3111
Pb (%)	5,6193
S (%)	1,2145
SiO ₂ (%)	0,6859
Zn (%)	67,1199
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	275,9
VERİM %	18,1



Şekil 4.65. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

Çizelge 4.33. Liç çözeltisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	0
F (mg/L)	7,61
SO₄²⁻ (g/L)	247,43
Cd (mg/lt)	<0,0003
Cr (mg/lt)	<0,003
Cu (mg/lt)	<0,003
Fe (mg/lt)	0,084
Pb (mg/L)	0,361
Zn (mg/L)	0,038
pH	8,56
B (mg/l)	1,515
Se (mg/l)	0,007
Ca (mg/l)	135,294
Mg (mg/l)	1,445
K (mg/l)	37
Na (mg/l)	37
Al (mg/l)	0,255
Si (mg/l)	0,081
AKM (mg/l)	-
İLETKENLİK (ms/cm)	1,2



Şekil 4.66. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.

Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:6,98) ve elektroliz işlemine geçilir.

3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas teraziye ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözelti içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



Şekil 4.67. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empürük oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır (2,56gr).



Şekil 4.68. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.



Şekil 4.69. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.

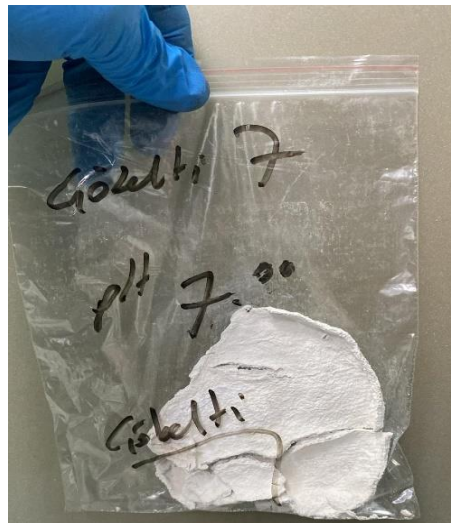
Elektroliz çözeltisi 8 saat bekletilerek dibinde oluşan çökelti (146gr.) vakum pompası ile ayrıştırılır ve çözelti numunesi ile beraber laboratuvara gönderilir.

Çizelge 4.34. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	0,15
F (mg/L)	3,02
SO ₄ ²⁻ (g/L)	0,14
Cd (mg/lt)	0,083
Cr (mg/lt)	<0,006
Cu (mg/lt)	<0,006
Fe (mg/lt)	0,049
Pb (mg/L)	2,832
Zn (mg/L)	0,288
pH	8,71
B (mg/l)	1,252
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	102,4
Mg (mg/l)	0,025
K (mg/l)	34,17
Na (mg/l)	46,35
Al (mg/l)	7,691
Si (mg/l)	<0,006
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	0,78

Çizelge 4.35. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.

Al ₂ O ₃ (%)	5,6451
CaO (%)	1,8992
Cu (%)	0,0101
Cl (%)	0,3256
F (%)	0,1627
Fe (%)	
MgO (%)	0,2652
Pb (%)	41,2604
S (%)	3,23
SiO ₂ (%)	
Zn (%)	1,1542



Şekil 4.70. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.

4.1.8. Deney 8

5000ml saf su(pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 6,5 pH yapabilmek için 12,01gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.71. 5 L saf su , pH:6,19.



Şekil 4.72. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.73. 12,01 gr H_2SO_4 ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:6,5.

Isıtcılı karıştırıcıda $60^\circ C$ sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. beklemeye alınır ve çökeltme izlenir.



Şekil 4.74. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması

20 dk. sonunda liç çözelti sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur.

Liç çözeltisi atığı $125^\circ C$ sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (393gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

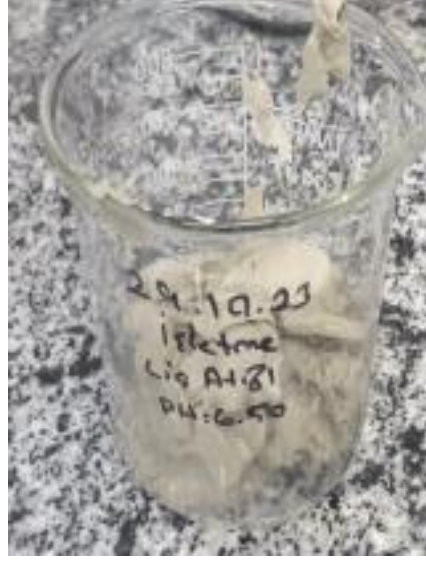
Liç çözelisi; karıştırma, çöktürme ve çökeltiden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.36. Liç çözeltisi atığı ıcp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO₄²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	0,922
Cr (mg/lt)	0,135
Cu (mg/lt)	0,402
Fe (mg/lt)	13,324
Pb (mg/L)	69,438
Zn (mg/L)	793,573
pH	
B (mg/l)	0,021
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	8,401
Mg (mg/l)	1,099
K (mg/l)	3,7
Na (mg/l)	3,9
Al (mg/l)	0,535
Si (mg/l)	1,42
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.37. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.

Al₂O₃ (%)	0,0883
CaO (%)	1,5619
Cu (%)	0,0786
Cl (%)	0,1244
F (%)	0,291
Fe (%)	1,3015
MgO (%)	0,3491
Pb (%)	5,6045
S (%)	1,4716
SiO₂ (%)	0,6656
Zn (%)	67,7393
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	266,2
VERİM %	21



Şekil 4.75. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

Çizelge 4.38. Liç çözeltisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	0,93
F (mg/L)	8,33
SO ₄ ²⁻ (g/L)	1,2
Cd (mg/lt)	40,231
Cr (mg/lt)	0,004
Cu (mg/lt)	<0,003
Fe (mg/lt)	0,358
Pb (mg/L)	3,317
Zn (mg/L)	61,235
pH	7,01
B (mg/l)	2,59
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	287,151
Mg (mg/l)	22,102
K (mg/l)	795
Na (mg/l)	611
Al (mg/l)	0,084
Si (mg/l)	6,072
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	2,45



Şekil 4.76. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.

Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:7,01) ve elektroliz işlemine geçilir. Hazırlanan liç çözeltisinin elektroliz şeması, Çizelge 4.16. 'da detaylı gösterilmiştir. 3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas teraziye ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözelti içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



Şekil 4.77. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empürik oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır (3,39gr).



Şekil 4.78. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.



Şekil 4.79. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.

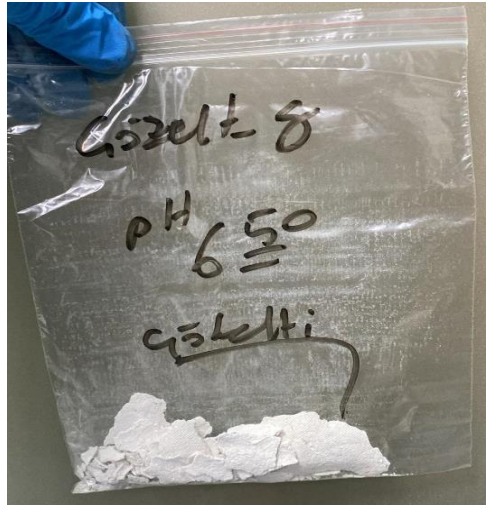
Elektroliz çözeltisi 8 saat bekletilerek dibinde oluşan çökelti(76gr.) vakum pompası ile ayrıştırılır ve çözelti numunesi ile beraber laboratuvara gönderilir.

Çizelge 4.39. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı icp analizi.

Cl (g/L)	0,18
F (mg/L)	2,45
SO ₄ ²⁻ (g/L)	0,19
Cd (mg/lt)	2,322
Cr (mg/lt)	<0,006
Cu (mg/lt)	<0,006
Fe (mg/lt)	0,037
Pb (mg/L)	41,74
Zn (mg/L)	5,142
pH	10,07
B (mg/l)	1,349
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	166,9
Mg (mg/l)	1,072
K (mg/l)	38,1
Na (mg/l)	50,3
Al (mg/l)	23,27
Si (mg/l)	<0,006
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	1,04

Çizelge 4.40. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.

Al ₂ O ₃ (%)	2,3872
CaO (%)	1,2438
Cu (%)	0,0107
Cl (%)	0,4858
F (%)	0,5818
Fe (%)	
MgO (%)	0,3716
Pb (%)	43,8043
S (%)	4,71
SiO ₂ (%)	0,0038
Zn (%)	0,6929



Şekil 4.80. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.

4.1.9. Deney 9

5000ml saf su(pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 6,0 pH yapabilmek için 229,61gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.81. 5 L saf su , pH:6,19.



Şekil 4.82. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.83. 229,61 gr H₂SO₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:6,0.

Isıtıcılı karıştırıcıda 60°C sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. bekleme alınır ve çökeltme izlenir.



Şekil 4.84. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.

20 dk. sonunda liç çözelti sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur.

Liç çözeltisi atığı 125°C sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (214gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

Liç çözeltisi; karıştırma, çöktürme ve çökeltiden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.41. Liç çözeltisi atığı ıcp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO ₄ ²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	1,167
Cr (mg/lt)	0,14
Cu (mg/lt)	0,389
Fe (mg/lt)	13,833
Pb (mg/L)	63,829
Zn (mg/L)	610,283
pH	
B (mg/l)	<0,003
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	12,34
Mg (mg/l)	0,865
K (mg/l)	<0,048
Na (mg/l)	<0,144
Al (mg/l)	0,486
Si (mg/l)	0,913
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.42. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.

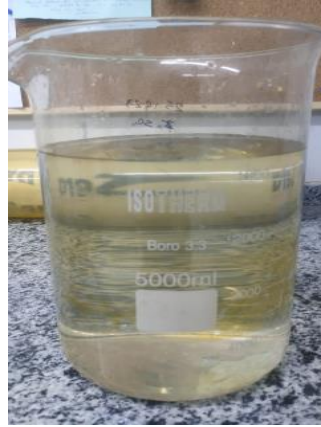
Al ₂ O ₃ (%)	0,1466
CaO (%)	1,6596
Cu (%)	0,0832
Cl (%)	0,1691
F (%)	0,2307
Fe (%)	1,6739
MgO (%)	0,3022
Pb (%)	6,3948
S (%)	6,3221
SiO ₂ (%)	0,7678
Zn (%)	60,7631
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	244,3
VERİM %	27,5



Şekil 4.85. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

Çizelge 4.43. Liç çözeltisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	0,94
F (mg/L)	34,21
SO ₄ ²⁻ (g/L)	43,15
Cd (mg/lt)	32,44
Cr (mg/lt)	<0,003
Cu (mg/lt)	<0,003
Fe (mg/lt)	20,51
Pb (mg/L)	7,024
Zn (mg/L)	26915
pH	5,87
B (mg/l)	2,984
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	527
Mg (mg/l)	42,99
K (mg/l)	46
Na (mg/l)	62
Al (mg/l)	0,309
Si (mg/l)	<0,003
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	22,7



Şekil 4.86. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.

Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:5,87) ve elektroliz işlemine geçilir. 3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas teraziye ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözelti içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



Şekil 4.87. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empürik oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır (32,84gr).



Şekil 4.88. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.



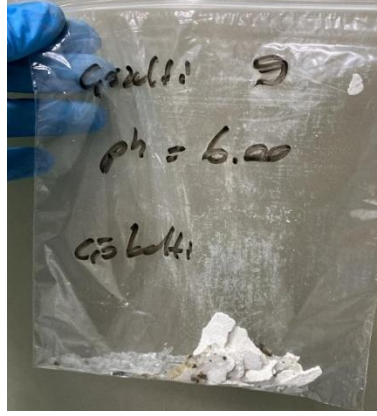
Şekil 4.89. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.

Çizelge 4.44. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	0,82
F (mg/L)	28,99
SO ₄ ²⁻ (g/L)	35,63
Cd (mg/lt)	10,021
Cr (mg/lt)	<0,006
Cu (mg/lt)	0,484
Fe (mg/lt)	14,081
Pb (mg/L)	7,458
Zn (mg/L)	15413,7
pH	<2 asidik
B (mg/l)	2,635
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	467,4
Mg (mg/l)	48,72
K (mg/l)	38,9
Na (mg/l)	57,7
Al (mg/l)	11,293
Si (mg/l)	30,48
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	39

Çizelge 4.45. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.

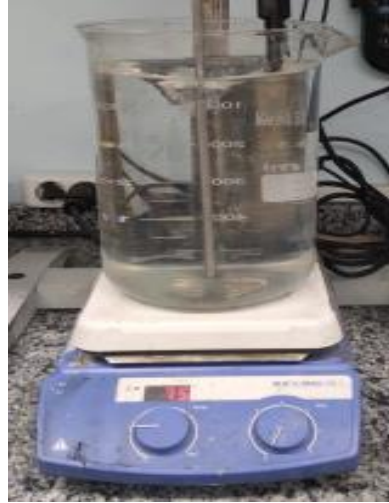
Al ₂ O ₃ (%)	1,5868
CaO (%)	1,2785
Cu (%)	0,0298
Cl (%)	0,4228
F (%)	0,4057
Fe (%)	0,1026
MgO (%)	0,6078
Pb (%)	44,1303
S (%)	8,9201
SiO ₂ (%)	
Zn (%)	14,0063



Şekil 4.90. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.

4.1.10. Deney 10

5000ml saf su(pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 5,5 pH yapabilmek için 414,95gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.91. 5 L saf su , pH:6,19.



Şekil 4.92. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.93. 414,95 gr H₂SO₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:5,5.

Isıticılı karıştırıcıda 60°C sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. beklemeye alınır ve çökelme izlenir.



Şekil 4.94. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması

20 dk. sonunda liç çözelti sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur.

Liç çözeltisi atığı 125° C sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (200gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

Liç çözelisi; karıştırma, çöktürme ve çökeltiden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.46. Liç çözeltisi atığı icp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO ₄ ²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	1,869
Cr (mg/lt)	0,331
Cu (mg/lt)	1,11
Fe (mg/lt)	31,08
Pb (mg/L)	190,99
Zn (mg/L)	402,74
pH	
B (mg/l)	<0,003
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	30,37
Mg (mg/l)	1,225
K (mg/l)	<0,048
Na (mg/l)	<0,144
Al (mg/l)	0,899
Si (mg/l)	2,169
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.47. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.

Al₂O₃ (%)	0,3474
CaO (%)	4,1978
Cu (%)	0,1631
Cl (%)	
F (%)	0,1855
Fe (%)	4,3235
MgO (%)	0,4995
Pb (%)	19,2969
S (%)	6,3423
SiO₂ (%)	0,4055
Zn (%)	33,8885
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	67,8
VERİM %	79,9



Şekil 4.95. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

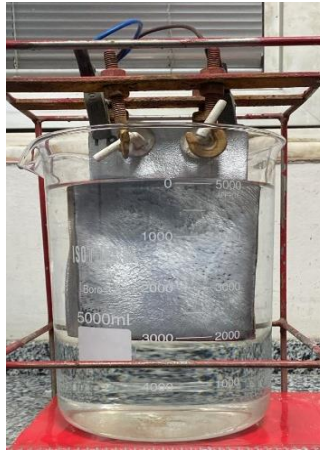
Çizelge 4.48. Liç çözeltisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	0,97
F (mg/L)	59,32
SO₄²⁻ (g/L)	85,79
Cd (mg/lt)	94,7
Cr (mg/lt)	<0,003
Cu (mg/lt)	<0,003
Fe (mg/lt)	206,8
Pb (mg/L)	7,324
Zn (mg/L)	62919
pH	5,64
B (mg/l)	3,294
Se (mg/l)	0,263
Ca (mg/l)	683,3
Mg (mg/l)	71,9
K (mg/l)	50
Na (mg/l)	68
Al (mg/l)	2,888
Si (mg/l)	53,5
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	36,5



Şekil 4.96. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.

Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:5,64) ve elektroliz işlemine geçilir. Hazırlanan liç çözeltisinin elektroliz şeması, Çizelge 4.20. 'de detaylı gösterilmiştir. 3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas teraziye ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözelti içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



Şekil 4.97. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empürik oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır (30,79gr).



Şekil 4.98. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.



Şekil 4.99. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.

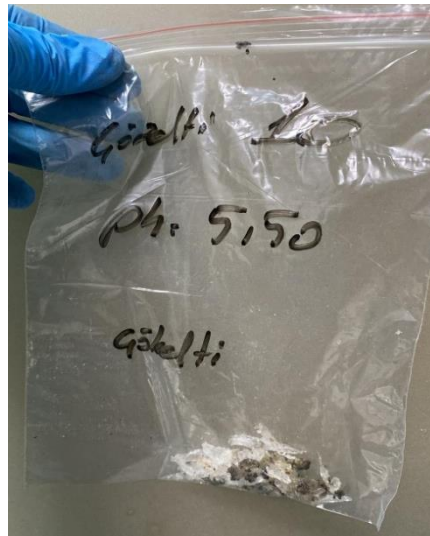
Elektroliz çözeltisi 8 saat bekletilerek dibinde oluşan çökelti(21,5gr.) vakum pompası ile ayrıştırılır ve çözelti numunesi ile beraber laboratuvara gönderilir.

Çizelge 4.49. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı ıcp analizi

Cl (g/L)	0,88
F (mg/L)	48,71
SO ₄ ²⁻ (g/L)	77,39
Cd (mg/lt)	41,24
Cr (mg/lt)	<0,006
Cu (mg/lt)	0,432
Fe (mg/lt)	136,04
Pb (mg/L)	13,888
Zn (mg/L)	51360
pH	<2 asidik
B (mg/l)	3,098
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	510,4
Mg (mg/l)	75,33
K (mg/l)	41,6
Na (mg/l)	67,4
Al (mg/l)	13,207
Si (mg/l)	53,43
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	47,8

Çizelge 4.50. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.

Al ₂ O ₃ (%)	0,0025
CaO (%)	1,0001
Cu (%)	0,0411
Cl (%)	0,0977
F (%)	
Fe (%)	0,1924
MgO (%)	0,348
Pb (%)	1,1457
S (%)	14,76
SiO ₂ (%)	
Zn (%)	33,1601



Şekil 4.100. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.

4.1.11. Deney 11

5000ml saf su(pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 5,0 pH yapabilmek için 518,5gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.101. 5 L saf su , pH:6,19.



Şekil 4.102. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.103. 518,50 gr H₂SO₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:5,0.

Isıticılı karıştırıcıda 60°C sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. bekleme alınır ve çökeltme izlenir.



Şekil 4.104. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.

20 dk. sonunda liç çözelti sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur.

Liç çözeltisi atığı 125°C sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (41gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

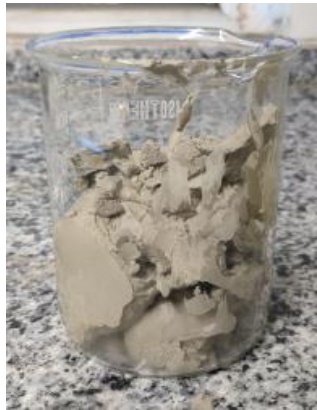
Liç çözeltisi; karıştırma, çöktürme ve çökeltiden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.51. Liç çözeltilisi atığı ıcp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO ₄ ²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	3,719
Cr (mg/lt)	0,648
Cu (mg/lt)	2,325
Fe (mg/lt)	55,799
Pb (mg/L)	323,481
Zn (mg/L)	130,502
pH	
B (mg/l)	0,046
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	61,2
Mg (mg/l)	1,437
K (mg/l)	2,2
Na (mg/l)	2,3
Al (mg/l)	1,31
Si (mg/l)	2,054
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.52. Liç çözeltilisi atığı xrf analizi.

Al ₂ O ₃ (%)	0,2531
CaO (%)	7,6132
Cu (%)	0,2576
Cl (%)	
F (%)	0,2323
Fe (%)	5,7105
MgO (%)	0,3935
Pb (%)	36,2146
S (%)	9,3176
SiO ₂ (%)	0,1968
Zn (%)	10,1078
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	4,1
VERİM %	98,8



Şekil 4.105. Dinlendirilen liç çözeltilisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

Çizelge 4.53. Liç çözeltisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	1,02
F (mg/L)	94,65
SO₄²⁻ (g/L)	109,09
Cd (mg/lt)	84,7
Cr (mg/lt)	<0,003
Cu (mg/lt)	<0,003
Fe (mg/lt)	237,8
Pb (mg/L)	10,586
Zn (mg/L)	69737
pH	5,38
B (mg/l)	3,694
Se (mg/l)	0,006
Ca (mg/l)	701,4
Mg (mg/l)	103,8
K (mg/l)	42
Na (mg/l)	75
Al (mg/l)	19,3
Si (mg/l)	77,7
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	42,8



Şekil 4.106. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.

Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:5,38) ve elektroliz işlemine geçilir.

Hazırlanan liç çözeltisinin elektroliz şeması, Çizelge 4.22. 'de detaylı gösterilmiştir. 3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas teraziye ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözelti içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



Şekil 4.107. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empürük oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır (16,69gr).



Şekil 4.108. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.



Şekil 4.109. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.

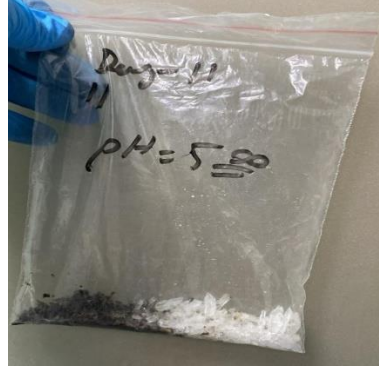
Elektroliz çözeltisi 8 saat bekletilerek dibinde oluşan çökelti(24,5gr.) vakum pompası ile ayrıştırılır ve çözelti numunesi ile beraber laboratuvara gönderilir.

Çizelge 4.54. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	0,93
F (mg/L)	83,87
SO ₄ ²⁻ (g/L)	90,27
Cd (mg/lt)	20,763
Cr (mg/lt)	<0,006
Cu (mg/lt)	0,446
Fe (mg/lt)	158,54
Pb (mg/L)	8,311
Zn (mg/L)	51301,5
pH	<2 asidik
B (mg/l)	3,183
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	355,4
Mg (mg/l)	77,09
K (mg/l)	38,9
Na (mg/l)	61,6
Al (mg/l)	32,925
Si (mg/l)	49,11
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	44,9

Çizelge 4.55. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.

Al ₂ O ₃ (%)	0,0224
CaO (%)	4,7316
Cu (%)	0,0313
Cl (%)	0,107
F (%)	
Fe (%)	0,5867
MgO (%)	0,3426
Pb (%)	18,0157
S (%)	12
SiO ₂ (%)	
Zn (%)	22,9551



Şekil 4.110. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.

4.1.12. Deney 12

5000ml saf su(pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 4,5 pH yapabilmek için 508,14gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.111. 5 L saf su , pH:6,19.



Şekil 4.112. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.113. 508,14 gr H₂SO₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, Ph:4,5.

Isıticılı karıştırıcıda 60°C sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. beklemeye alınır ve çökelme izlenir.



Şekil 4.114. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.

20 dk. sonunda liç çözelti sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur.

Liç çözeltisi atığı 125°C sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (129gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

Liç çözelisi; karıştırma, çöktürme ve çökeltiden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.56. Liç çözeltisi atığı icp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO ₄ ²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	1,828
Cr (mg/lt)	0,511
Cu (mg/lt)	1,412
Fe (mg/lt)	41,603
Pb (mg/L)	222,077
Zn (mg/L)	318,647
pH	
B (mg/l)	0,085
Se (mg/l)	0,004
Ca (mg/l)	37,188
Mg (mg/l)	1,228
K (mg/l)	3,223
Na (mg/l)	3,164
Al (mg/l)	1,054
Si (mg/l)	1,645
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.57. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.

Al ₂ O ₃ (%)	0,2714
CaO (%)	5,0708
Cu (%)	0,1877
Cl (%)	0,0364
F (%)	0,1913
Fe (%)	4,1665
MgO (%)	0,5999
Pb (%)	22,2092
S (%)	8,055
SiO ₂ (%)	0,3415
Zn (%)	26,1946
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	33,8
VERİM %	90



Şekil 4.115. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

Çizelge 4.58. Liç çözeltisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	1,73
F (mg/L)	122,04
SO ₄ ²⁻ (g/L)	107,4
Cd (mg/lt)	100,615
Cr (mg/lt)	0,051
Cu (mg/lt)	<0,003
Fe (mg/lt)	357,494
Pb (mg/L)	7,628
Zn (mg/L)	65471
pH	4,8
B (mg/l)	3,469
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	585,297
Mg (mg/l)	100,11
K (mg/l)	42
Na (mg/l)	65
Al (mg/l)	24,076
Si (mg/l)	44,67
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	48,4



Şekil 4.116. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.

Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:4,8) ve elektroliz işlemine geçilir. Hazırlanan liç çözeltilisinin elektroliz şeması, Çizelge 4.24. 'te detaylı gösterilmiştir. 3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas teraziye ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözeltili içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



Şekil 4.117. Liç çözeltilisi sıvısının elektrolizi.

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empürik oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır (17,35gr).



Şekil 4.118. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.



Şekil 4.119. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.

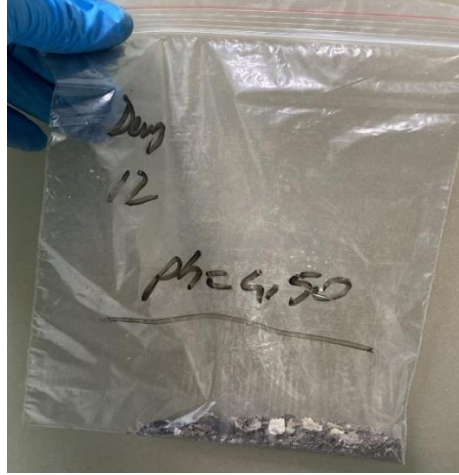
Elektroliz çözeltisi 8 saat bekletilerek dibinde oluşan çökelti(13,5gr.) vakum pompası ile ayrıştırılır ve çözelti numunesi ile beraber laboratuvara gönderilir.

Çizelge 4.59. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	0,96
F (mg/L)	103,92
SO₄²⁻ (g/L)	100,82
Cd (mg/lt)	49,64
Cr (mg/lt)	<0,006
Cu (mg/lt)	0,587
Fe (mg/lt)	270,6
Pb (mg/L)	7,204
Zn (mg/L)	61437,6
pH	<2 asidik
B (mg/l)	3,667
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	462,3
Mg (mg/l)	101,18
K (mg/l)	44,8
Na (mg/l)	80,5
Al (mg/l)	44,9
Si (mg/l)	80,42
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	46,6

Çizelge 4.60. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.

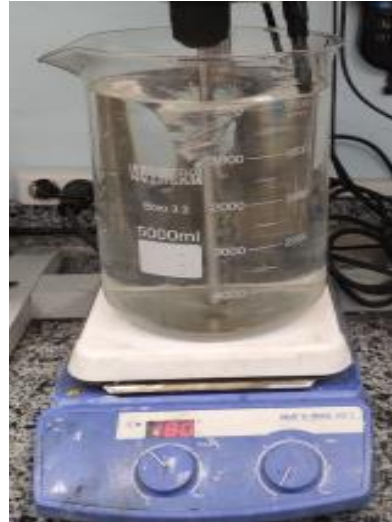
Al₂O₃ (%)	0,0213
CaO (%)	0,6387
Cu (%)	0,0141
Cl (%)	0,0904
F (%)	0,1067
Fe (%)	0,6766
MgO (%)	0,1094
Pb (%)	44,8973
S (%)	7,35
SiO₂ (%)	0,1789
Zn (%)	2,6598



Şekil 4.120. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.

4.1.13. Deney 13

5000ml saf su(pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 4,0 pH yapabilmek için 495,43gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.121. 5 L saf su , pH:6,19.



Şekil 4.122. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.123. 495,43 gr H_2SO_4 ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:4,0.

Isıticılı karıştırıcıda $60^\circ C$ sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. beklemeye alınır ve çökelme izlenir.



Şekil 4.124. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.

20 dk. sonunda liç çözelti sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur. Liç çözeltisi atığı 125°C sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (135gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

Liç çözeltisi; karıştırma, çöktürme ve çökeltiden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.61. Liç çözeltisi atığı icp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO ₄ ²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	1,735
Cr (mg/lt)	0,419
Cu (mg/lt)	1,283
Fe (mg/lt)	35,486
Pb (mg/L)	204,183
Zn (mg/L)	412,732
pH	
B (mg/l)	0,0544
Se (mg/l)	0,007
Ca (mg/l)	31,321
Mg (mg/l)	1,071
K (mg/l)	0,589
Na (mg/l)	0,737
Al (mg/l)	0,919
Si (mg/l)	0,886
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.62. Liç çözeltisi atığı xrf analizi

Al ₂ O ₃ (%)	0,1777
CaO (%)	4,1592
Cu (%)	0,1698
Cl (%)	
F (%)	0,1782
Fe (%)	3,3785
MgO (%)	0,5295
Pb (%)	19,5122
S (%)	7,2188
SiO ₂ (%)	0,1106
Zn (%)	32,0152
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	43,2
VERİM %	87,2



Şekil 4.125. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

Çizelge 4.63. Liç çözeltisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	1,74
F (mg/L)	137,1
SO ₄ ²⁻ (g/L)	110,4
Cd (mg/lt)	101,896
Cr (mg/lt)	1,537
Cu (mg/lt)	<0,003
Fe (mg/lt)	378,704
Pb (mg/L)	6,95
Zn (mg/L)	65514
pH	2,55
B (mg/l)	3,401
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	644,29
Mg (mg/l)	98,553
K (mg/l)	41
Na (mg/l)	63
Al (mg/l)	28,294
Si (mg/l)	65,826
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	49,3



Şekil 4.126. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.

Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:2,55) ve elektroliz işlemine geçilir. Hazırlanan liç çözeltisinin elektroliz şeması, Çizelge 4.26. 'da detaylı gösterilmiştir. 3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas teraziye ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözelti içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



Şekil 4.127. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empirik oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır (15,4gr).



Şekil 4.128. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüzü.



Şekil 4.129. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.

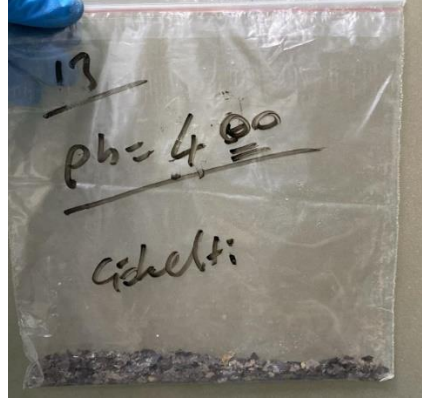
Elektroliz çözeltisi 8 saat bekletilerek dibinde oluşan çökelti(13,9gr.) vakum pompası ile ayrıştırılır ve çözelti numunesi ile beraber laboratuvara gönderilir.

Çizelge 4.64. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	0,94
F (mg/L)	91,38
SO ₄ ²⁻ (g/L)	97,04
Cd (mg/lt)	51,25
Cr (mg/lt)	1,43
Cu (mg/lt)	0,585
Fe (mg/lt)	288,19
Pb (mg/L)	7,586
Zn (mg/L)	59028,3
pH	<2 asidik
B (mg/l)	3,486
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	474,8
Mg (mg/l)	95,55
K (mg/l)	43,1
Na (mg/l)	75,5
Al (mg/l)	41,23
Si (mg/l)	89,94
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	43,8

Çizelge 4.65. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.

Al ₂ O ₃ (%)	0,0287
CaO (%)	3,9653
Cu (%)	0,0157
Cl (%)	0,0953
F (%)	0,1118
Fe (%)	1,0162
MgO (%)	0,0569
Pb (%)	39,4979
S (%)	6,75
SiO ₂ (%)	0,1731
Zn (%)	1,588



Şekil 4.130. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.

4.1.14. Deney 14

5000ml saf su(pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 3,5 pH yapabilmek için 518,65gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.131. 5 L saf su , pH:6,19.



Şekil 4.132. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.133. 518,65 gr H_2SO_4 ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:3,5.

Isıticılı karıştırıcıda $60^\circ C$ sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. beklemeye alınır ve çökelme izlenir.



Şekil 4.134. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.

20 dk. sonunda liç çözelti sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur.

Liç çözeltisi atığı 125°C sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (146gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

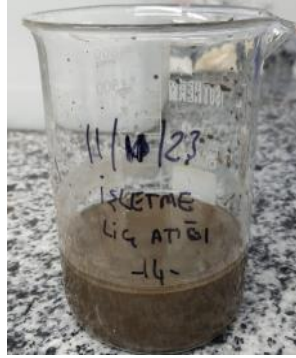
Liç çözeltisi; karıştırma, çöktürme ve çökeltiden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.66. Liç çözeltisi atığı icp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO₄²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	1,404
Cr (mg/lt)	0,297
Cu (mg/lt)	0,872
Fe (mg/lt)	26,374
Pb (mg/L)	142,558
Zn (mg/L)	553,777
pH	
B (mg/l)	0,054
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	18,245
Mg (mg/l)	1,016
K (mg/l)	0,381
Na (mg/l)	0,662
Al (mg/l)	0,744
Si (mg/l)	0,916
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.67. Liç çözeltilisi atığı xrf analizi.

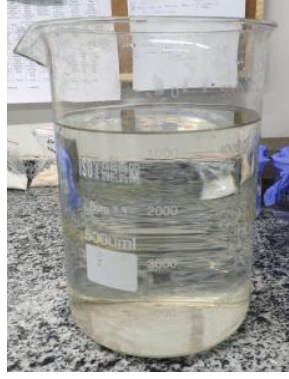
Al₂O₃ (%)	0,1178
CaO (%)	2,9645
Cu (%)	0,1292
Cl (%)	
F (%)	0,1645
Fe (%)	2,4845
MgO (%)	0,3532
Pb (%)	12,8217
S (%)	5,292
SiO₂ (%)	0,0347
Zn (%)	42,6457
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	62,3
VERİM %	81,5



Şekil 4.135. Dinlendirilen liç çözeltilisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

Çizelge 4.68. Liç çözeltilisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	1,73
F (mg/L)	103,5
SO₄²⁻ (g/L)	103,1
Cd (mg/lt)	97,213
Cr (mg/lt)	1,478
Cu (mg/lt)	<0,003
Fe (mg/lt)	352,069
Pb (mg/L)	7,191
Zn (mg/L)	62460
pH	2,93
B (mg/l)	3,322
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	646,351
Mg (mg/l)	91,856
K (mg/l)	40
Na (mg/l)	62
Al (mg/l)	24,083
Si (mg/l)	56,975
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	47,8



Şekil 4.136. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.

Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:8,24) ve elektroliz işlemine geçilir. Hazırlanan liç çözeltisinin elektroliz şeması, Çizelge 4.28. 'de detaylı gösterilmiştir. 3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas teraziye ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözelti içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



Şekil 4.137. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empürik oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır.(16,02gr)



Şekil 4.138. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüzü.



Şekil 4.139. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüzü.

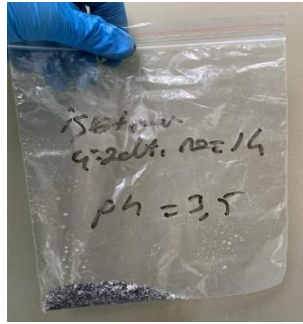
Elektroliz çözeltisi 8 saat bekletilerek dibinde oluşan çökelti(12,1 gr.) vakum pompası ile ayrıştırılır ve çözelti numunesi ile beraber laboratuvara gönderilir.

Çizelge 4.69. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	0,95
F (mg/L)	100,13
SO ₄ ²⁻ (g/L)	96,33
Cd (mg/lt)	53,68
Cr (mg/lt)	1,554
Cu (mg/lt)	0,232
Fe (mg/lt)	282,7
Pb (mg/L)	6,631
Zn (mg/L)	56306,6
pH	<2 asidik
B (mg/l)	3,393
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	465,12
Mg (mg/l)	92,68
K (mg/l)	40,7
Na (mg/l)	70,27
Al (mg/l)	38,2
Si (mg/l)	89,83
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	44,5

Çizelge 4.70. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.

Al₂O₃ (%)	0,0007
CaO (%)	7,5177
Cu (%)	0,0701
Cl (%)	
F (%)	
Fe (%)	0,4311
MgO (%)	0,0943
Pb (%)	32,4019
S (%)	9,7027
SiO₂ (%)	0,2331
Zn (%)	3,0739



Şekil 4.140. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.

4.1.15. Deney 15

5000ml saf su (pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 3 pH yapabilmek için 532gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.141. 5 L saf su , pH:6,19.



Şekil 4.142. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.143. 532 gr H_2SO_4 ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:3,0.

Isıtcılı karıştırıcıda $60^\circ C$ sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. beklemeye alınır ve çökelme izlenir.



Şekil 4.144. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.

20 dk. sonunda liç çözelti sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur. Liç çözeltisi atığı 125°C sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (119gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

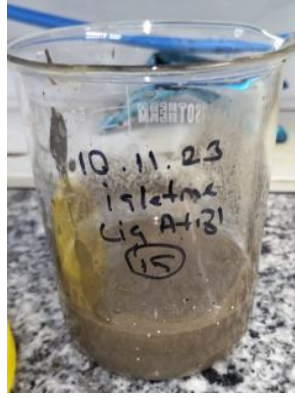
Liç çözelisi; karıştırma, çöktürme ve çökeltiden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.71. Liç çözeltisi atığı icp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO ₄ ²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	1,749
Cr (mg/lt)	0,401
Cu (mg/lt)	1,146
Fe (mg/lt)	35,265
Pb (mg/L)	233,662
Zn (mg/L)	402,294
pH	
B (mg/l)	0,061
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	31,241
Mg (mg/l)	1,097
K (mg/l)	0,77
Na (mg/l)	0,969
Al (mg/l)	0,879
Si (mg/l)	1,05
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.72. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.

Al ₂ O ₃ (%)	0,1561
CaO (%)	4,0296
Cu (%)	0,1536
Cl (%)	
F (%)	0,1843
Fe (%)	3,3168
MgO (%)	0,4444
Pb (%)	22,0941
S (%)	7,2483
SiO ₂ (%)	0,0239
Zn (%)	30,6641
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	36,5
VERİM %	89,2



Şekil 4.145. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

Çizelge 4.73. Liç çözeltisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	1,72
F (mg/L)	202,3
SO ₄ ²⁻ (g/L)	108,2
Cd (mg/lt)	107,117
Cr (mg/lt)	2,817
Cu (mg/lt)	7,541
Fe (mg/lt)	532,615
Pb (mg/L)	7,604
Zn (mg/L)	65969
pH	asidik
B (mg/l)	3,397
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	725,202
Mg (mg/l)	103,641
K (mg/l)	43
Na (mg/l)	65
Al (mg/l)	34,962
Si (mg/l)	63,309
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	57,3



Şekil 4.146. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.

Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:2) ve elektroliz işlemine geçilir. 3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas teraziye ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözelti içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



Şekil 4.147. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empürük oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır (14,13gr).



Şekil 4.148. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.



Şekil 4.149. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.

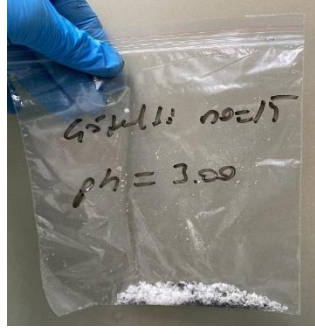
Elektroliz çözeltisi 8 saat bekletilerek dibinde oluşan çökelti(11,5gr.) vakum pompası ile ayrıştırılır ve çözelti numunesi ile beraber laboratuvara gönderilir.

Çizelge 4.74. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı icp analizi.

Cl (g/L)	0,92
F (mg/L)	165,58
SO ₄ ²⁻ (g/L)	97,85
Cd (mg/lt)	56,57
Cr (mg/lt)	2,768
Cu (mg/lt)	3,464
Fe (mg/lt)	391,64
Pb (mg/L)	7,025
Zn (mg/L)	53712,5
pH	<2 asidik
B (mg/l)	3,373
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	376,8
Mg (mg/l)	93,32
K (mg/l)	40,3
Na (mg/l)	68,44
Al (mg/l)	71,48
Si (mg/l)	89,99
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	54,5

Çizelge 4.75. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi

Al ₂ O ₃ (%)	0,0148
CaO (%)	20,4145
Cu (%)	0,0378
Cl (%)	
F (%)	
Fe (%)	0,2949
MgO (%)	0,0884
Pb (%)	8,5278
S (%)	19,9132
SiO ₂ (%)	0,6538
Zn (%)	8,4174



Şekil 4.150. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.

4.1.16. Deney 16

5000ml saf su(pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 2,5 pH yapabilmek için 561,28gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.151. 5 L saf su , pH:6,19.



Şekil 4.152. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.153. 561,28 gr H₂SO₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:2,5.

Isıticılı karıştırıcıda 60°C sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. beklemeye alınır ve çökeltme izlenir.



Şekil 4.154. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.

20 dk. sonunda liç çözelti sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur.

Liç çözeltisi atığı 125°C sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (109gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

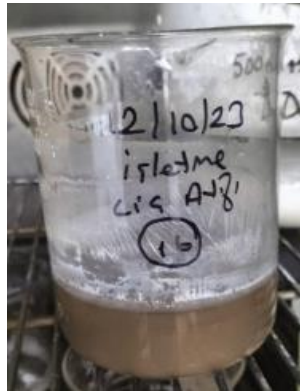
Liç çözeltisi; karıştırma, çöktürme ve çökeltiden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.76. Liç çözeltisi atığı ıcp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO ₄ ²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	1,938
Cr (mg/lt)	0,519
Cu (mg/lt)	1,531
Fe (mg/lt)	43,8
Pb (mg/L)	306,2
Zn (mg/L)	247,8
pH	
B (mg/l)	0,07
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	48,8
Mg (mg/l)	1,009
K (mg/l)	4
Na (mg/l)	4
Al (mg/l)	1,042
Si (mg/l)	0,814
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.77. Liç çözeltisi atığı xrf analizi

Al ₂ O ₃ (%)	0,1938
CaO (%)	5,9574
Cu (%)	0,1759
Cl (%)	
F (%)	0,1727
Fe (%)	3,8867
MgO (%)	0,3506
Pb (%)	28,3716
S (%)	10,2262
SiO ₂ (%)	0,0677
Zn (%)	17,5796
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	19,2
VERİM %	94,3



Şekil 4.155. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

Çizelge 4.78. Liç çözeltisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	1,72
F (mg/L)	217,98
SO ₄ ²⁻ (g/L)	246,1
Cd (mg/lt)	115,581
Cr (mg/lt)	3,418
Cu (mg/lt)	7,722
Fe (mg/lt)	540,467
Pb (mg/L)	8,573
Zn (mg/L)	68581
pH	asidik
B (mg/l)	4,463
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	644977
Mg (mg/l)	114,405
K (mg/l)	59
Na (mg/l)	84
Al (mg/l)	31,672
Si (mg/l)	162,543
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	54,6



Şekil 4.156. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.

Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:1,29) ve elektroliz işlemine geçilir. Hazırlanan liç çözeltisinin elektroliz şeması, Çizelge 4.32. 'de detaylı gösterilmiştir. 3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas teraziye ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözelti içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



Şekil 4.157. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empürik oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır (5,36gr).



Şekil 4.158. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.



Şekil 4.159. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.

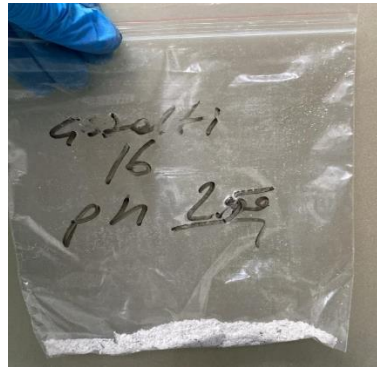
Elektroliz çözeltisi 8 saat bekletilerek dibinde oluşan çökelti(11,2gr.) vakum pompası ile ayrıştırılır ve çözelti numunesi ile beraber laboratuvara gönderilir.

Çizelge 4.79. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	0,96
F (mg/L)	173,31
SO ₄ ²⁻ (g/L)	103,44
Cd (mg/lt)	64,28
Cr (mg/lt)	2,895
Cu (mg/lt)	3,366
Fe (mg/lt)	470,57
Pb (mg/L)	3,936
Zn (mg/L)	62232
pH	<2 asidik
B (mg/l)	3,512
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	351,9
Mg (mg/l)	102,39
K (mg/l)	47,3
Na (mg/l)	78,1
Al (mg/l)	69,28
Si (mg/l)	109,33
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	44,5

Çizelge 4.80. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.

Al ₂ O ₃ (%)	0,0198
CaO (%)	27,2255
Cu (%)	0,0174
Cl (%)	
F (%)	
Fe (%)	0,2492
MgO (%)	0,0964
Pb (%)	8,281
S (%)	21,1165
SiO ₂ (%)	0,3928
Zn (%)	1,0416



Şekil 4.160. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.

4.1.17. Deney 17

5000ml saf su(pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 2 pH yapabilmek için 734,04gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.161. 5 L saf su , pH:6,19.



Şekil 4.162. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.163. 734,04 gr H₂SO₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:2,0.

Isıticılı karıştırıcıda 60°C sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. beklemeye alınır ve çökelme izlenir.



Şekil 4.164. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.

20 dk. sonunda liç çözelti sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur.

Liç çözeltisi atığı 125°C sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (104gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

Liç çözeltisi; karıştırma, çöktürme ve çökelmeden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.81. Liç çözeltilisi atığı ıcp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO ₄ ²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	1,84
Cr (mg/lt)	0,49
Cu (mg/lt)	1,424
Fe (mg/lt)	38,9
Pb (mg/L)	329,2
Zn (mg/L)	239,6
pH	
B (mg/l)	0,075
Se (mg/l)	0,005
Ca (mg/l)	45,8
Mg (mg/l)	0,856
K (mg/l)	8
Na (mg/l)	9
Al (mg/l)	0,941
Si (mg/l)	0,818
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.82. Liç çözeltilisi atığı xrf analizi.

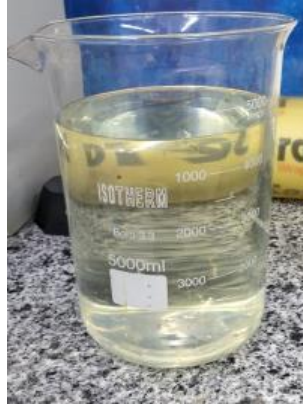
Al ₂ O ₃ (%)	0,1871
CaO (%)	5,5485
Cu (%)	0,1684
Cl (%)	
F (%)	0,1398
Fe (%)	3,4138
MgO (%)	0,4105
Pb (%)	30,2235
S (%)	11,0715
SiO ₂ (%)	0,053
Zn (%)	14,6446
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	15,6
VERİM %	95,4



Şekil 4.165. Dinlendirilen liç çözeltilisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

Çizelge 4.83. Liç çözeltisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	1,76
F (mg/L)	346,5
SO ₄ ²⁻ (g/L)	304,3
Cd (mg/lt)	103,97
Cr (mg/lt)	4,193
Cu (mg/lt)	9,565
Fe (mg/lt)	631,763
Pb (mg/L)	7,844
Zn (mg/L)	62214
pH	asidik
B (mg/l)	4,07
Se (mg/l)	<0,003
Ca (mg/l)	688,79
Mg (mg/l)	104,634
K (mg/l)	46
Na (mg/l)	70
Al (mg/l)	31,291
Si (mg/l)	176,745
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	127,1



Şekil 4.166. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.

Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:1,8) ve elektroliz işlemine geçilir. Hazırlanan liç çözeltisinin elektroliz şeması, Çizelge 4.34. 'te detaylı gösterilmiştir. 3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas teraziye ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözelti içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



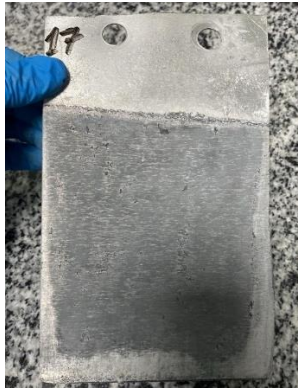
Şekil 4.167. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empürik oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır (1,36gr).



Şekil 4.168. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.



Şekil 4.169. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.

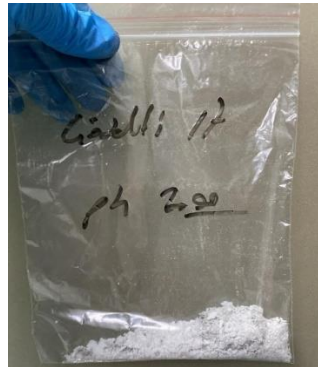
Elektroliz çözeltisi 8 saat bekletilerek dibinde oluşan çökelti(19gr.) vakum pompası ile ayrıştırılır ve çözelti numunesi ile beraber laboratuvara gönderilir.

Çizelge 4.84. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	1,7
F (mg/L)	314,58
SO₄²⁻ (g/L)	131,78
Cd (mg/lt)	75,04
Cr (mg/lt)	3,64
Cu (mg/lt)	4,056
Fe (mg/lt)	583,3
Pb (mg/L)	6,126
Zn (mg/L)	64110,4
pH	<2 asidik
B (mg/l)	3,345
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	468,4
Mg (mg/l)	105,65
K (mg/l)	129,6
Na (mg/l)	161,8
Al (mg/l)	94,11
Si (mg/l)	59,69
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	94,3

Çizelge 4.85. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.

Al₂O₃ (%)	
CaO (%)	26,5401
Cu (%)	0,2348
Cl (%)	
F (%)	
Fe (%)	0,1241
MgO (%)	0,1141
Pb (%)	6,6524
S (%)	22,1944
SiO₂ (%)	0,1716
Zn (%)	3,8222



Şekil 4.170. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.

4.1.18. Deney 18

5000ml saf su(pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 1,5 pH yapabilmek için 909,14gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.171. 5 L saf su , pH:6,19.



Şekil 4.172. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.173. 909,14 gr H_2SO_4 ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:1,5.

Isıticılı karıştırıcıda $60^\circ C$ sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. bekleme alınır ve çökeltme izlenir.



Şekil 4.174. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.

20 dk. sonunda liç çözelti sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur.

Liç çözeltisi atığı $125^\circ C$ sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (108gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

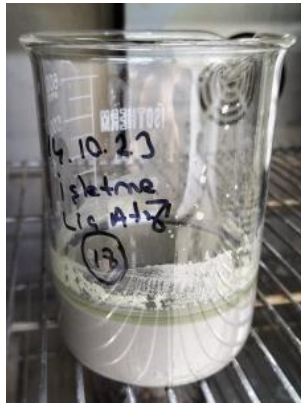
Liç çözeltisi; karıştırma, çöktürme ve çökeltiden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.86. Liç çözeltisi atığı ıcp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO ₄ ²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	1,79
Cr (mg/lt)	0,366
Cu (mg/lt)	0,693
Fe (mg/lt)	26,1
Pb (mg/L)	294,9
Zn (mg/L)	188,7
pH	
B (mg/l)	0,046
Se (mg/l)	0,008
Ca (mg/l)	40,5
Mg (mg/l)	0,588
K (mg/l)	1,8
Na (mg/l)	1,9
Al (mg/l)	0,739
Si (mg/l)	0,352
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.87. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.

Al ₂ O ₃ (%)	0,1257
CaO (%)	5,0261
Cu (%)	0,0993
Cl (%)	
F (%)	0,113
Fe (%)	2,2306
MgO (%)	0,4876
Pb (%)	27,0796
S (%)	12,8304
SiO ₂ (%)	
Zn (%)	13,7195
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	14,8
VERİM %	95,6



Şekil 4.175. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

Çizelge 4.88. Liç çözeltisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	1,05
F (mg/L)	334,4
SO ₄ ²⁻ (g/L)	189,9
Cd (mg/lt)	115,73
Cr (mg/lt)	5,976
Cu (mg/lt)	19,008
Fe (mg/lt)	853,055
Pb (mg/L)	7,831
Zn (mg/L)	57854
pH	asidik
B (mg/l)	3,645
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	633,288
Mg (mg/l)	102,812
K (mg/l)	433
Na (mg/l)	592
Al (mg/l)	33,205
Si (mg/l)	87,998
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	163,7



Şekil 4.176. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.

Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:1,49) ve elektroliz işlemine geçilir. Hazırlanan liç çözeltisinin elektroliz şeması, Çizelge 4.36. 'da detaylı gösterilmiştir. 3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas teraziye ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözelti içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



Şekil 4.177. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empürik oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır.(0,31gr)



Şekil 4.178. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.



Şekil 4.179. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.

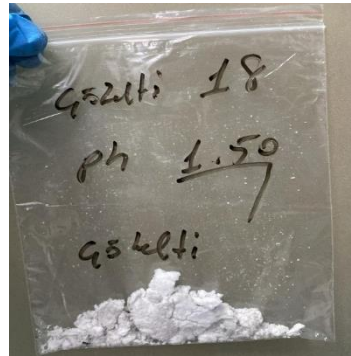
Elektroliz çözeltisi 8 saat bekletilerek dibinde oluşan çökelti(44gr.) vakum pompası ile ayrıştırılır ve çözelti numunesi ile beraber laboratuvara gönderilir.

Çizelge 4.89. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	1,71
F (mg/L)	327,37
SO ₄ ²⁻ (g/L)	171,3
Cd (mg/lt)	86,44
Cr (mg/lt)	5,55
Cu (mg/lt)	9,82
Fe (mg/lt)	877,55
Pb (mg/L)	4,807
Zn (mg/L)	66792,9
pH	<2 asidik
B (mg/l)	3,447
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	460,99
Mg (mg/l)	112,75
K (mg/l)	116,5
Na (mg/l)	145,9
Al (mg/l)	137,77
Si (mg/l)	56,62
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	156,8

Çizelge 4.90. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.

Al ₂ O ₃ (%)	0,0133
CaO (%)	25,0713
Cu (%)	0,1793
Cl (%)	
F (%)	
Fe (%)	0,1459
MgO (%)	0,1215
Pb (%)	5,5622
S (%)	22,3107
SiO ₂ (%)	0,5556
Zn (%)	5,4872



Şekil 4.180. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.

4.1.19. Deney 19

5000ml saf su(pH:6,19) üzerine daha önceden paçal yapıp hazırlanan %67,3589 Zn tenörlü 500gr waelz oksit numunesi eklenir. Tekrar pH kontrolü yapılır. (pH:10,36) Çözeltinin pH değerini 1,0 pH yapabilmek için 954,15 gr sülfirik asit (%98H₂SO₄) eklenir.



Şekil 4.181. 5 L saf su , pH:6,19.



Şekil 4.182. 500 gr ürün ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH: 10,36.



Şekil 4.183. 954,15 gr H₂SO₄ ilavesi sonrası liç çözeltisi, pH:1,0.

Isıtıcıli karıştırıcıda 60°C sabit sıcaklıkta 120 dk. karıştırılır. Liç çözeltisi karıştırıcıdan alındıktan sonra 20 dk. beklemeye alınır ve çökelme izlenir.



Şekil 4.184. Liç çözeltisi dinlenmeye alınma uygulaması.

20 dk. sonunda liç çözelti sıvısı laboratuvar tipi yağsız vakum pompası ile çekilerek çökelti ayrıştırılmış olur.

Liç çözeltisi atığı 125°C sabit sıcaklıkta 36 saat boyunca kurutucu fırında kurutulduktan sonra hassas terazide tartılıp (110gr), ICP ve XRF testi alınmak üzere laboratuvara gönderilir.

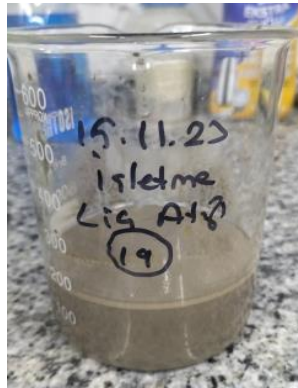
Liç çözeltisi; karıştırma, çöktürme ve çökeltiden ayrıştırılmasından sonra elektroliz için artık hazır haldedir.

Çizelge 4.91. Liç çözeltisi atığı ıcp analizi.

Cl (g/L)	
F (mg/L)	
SO ₄ ²⁻ (g/L)	
Cd (mg/lt)	1,096
Cr (mg/lt)	0,316
Cu (mg/lt)	0,529
Fe (mg/lt)	18,024
Pb (mg/L)	248,068
Zn (mg/L)	171,726
pH	
B (mg/l)	0,038
Se (mg/l)	0,04
Ca (mg/l)	37,038
Mg (mg/l)	0,461
K (mg/l)	0,6
Na (mg/l)	7,9
Al (mg/l)	0,618
Si (mg/l)	0,057
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	

Çizelge 4.92. Liç çözeltisi atığı xrf analizi.

Al ₂ O ₃ (%)	0,0999
CaO (%)	5,2423
Cu (%)	0,1019
Cl (%)	
F (%)	0,1119
Fe (%)	1,6283
MgO (%)	0,3181
Pb (%)	27,4101
S (%)	12,6442
SiO ₂ (%)	
Zn (%)	13,1116
ÇİNKO MİKTARI	337
ATIK MİKTARI	14,4
VERİM %	96



Şekil 4.185. Dinlendirilen liç çözeltisi yağsız vakum pompası yardımı ile süzülen liç atığı.

Çizelge 4.93. Liç çözeltisi sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	3,28
F (mg/L)	367
SO ₄ ²⁻ (g/L)	185,5
Cd (mg/lt)	126,288
Cr (mg/lt)	8,308
Cu (mg/lt)	28,579
Fe (mg/lt)	1124
Pb (mg/L)	7,307
Zn (mg/L)	74164
pH	asidik
B (mg/l)	5,291
Se (mg/l)	<0,015
Ca (mg/l)	635,984
Mg (mg/l)	133,038
K (mg/l)	77
Na (mg/l)	77
Al (mg/l)	41,817
Si (mg/l)	176,55
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	211,1



Şekil 4.186. Elektrolize hazır liç çözeltisi sıvısı.

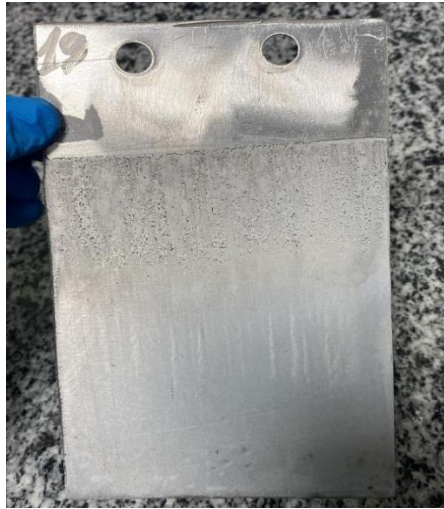
Elektroliz öncesi son kez pH kontrolü yapılır (pH:1,05) ve elektroliz işlemine geçilir. Hazırlanan liç çözeltisinin elektroliz şeması, Çizelge 4.38. 'de detaylı gösterilmiştir. 3.10V - 0.25A olarak ayarlanan güç kaynağına; Daha önceden hassas teraziye ağırlıkları alınan Pb plaka(anot), Al plaka(katot) olacak şekilde çözelti içerisine yerleştirilip elektrolize başlanır.



Şekil 4.187. Liç çözeltisi sıvısının elektrolizi.

Çözelti sıcaklığı 27°C sabit, deneyin yapıldığı oda sıcaklığı ise 25°C sabit olacak şekilde ayarlanır ve 480dk boyunca (her 1 saatte bir empürük oluşum olmaması için kontrol edilerek) elektrolizde Al plakaya Zn toplamaya devam edilir.

480 dk. sonunda plakalar dışarı alınıp hassas terazide tartılır ve Al plakada ne kadar Zn toplandığı hesaplanır (0,08gr).



Şekil 4.188. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka ön yüz.



Şekil 4.189. Elektroliz sonrası Al (katot) plaka arka yüz.

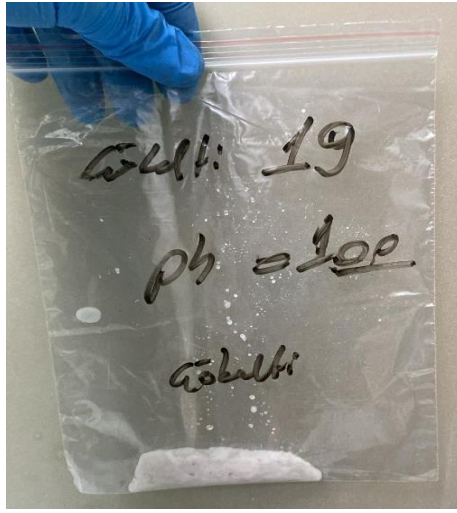
Elektroliz çözeltisi 8 saat bekletilerek dibinde oluşan çökelti(12gr.) vakum pompası ile ayrıştırılır ve çözelti numunesi ile beraber laboratuvara gönderilir.

Çizelge 4.94. Elektroliz sonrası çözelti sıvısı ıcp analizi.

Cl (g/L)	1,76
F (mg/L)	328,96
SO ₄ ²⁻ (g/L)	177,1
Cd (mg/lt)	116,7
Cr (mg/lt)	6,481
Cu (mg/lt)	19,99
Fe (mg/lt)	1005,9
Pb (mg/L)	3,741
Zn (mg/L)	67243,6
pH	<2 asidik
B (mg/l)	3,544
Se (mg/l)	<0,006
Ca (mg/l)	438,1
Mg (mg/l)	116,29
K (mg/l)	104,7
Na (mg/l)	134,6
Al (mg/l)	97,67
Si (mg/l)	43,14
AKM (mg/l)	
İLETKENLİK (ms/cm)	169,2

Çizelge 4.95. Elektroliz sonrası liç çözeltisi dibine çöken çökelti xrf analizi.

Al₂O₃ (%)	
CaO (%)	21,8297
Cu (%)	0,0681
Cl (%)	
F (%)	
Fe (%)	0,2962
MgO (%)	0,1924
Pb (%)	0,5444
S (%)	15,2913
SiO₂ (%)	1,4276
Zn (%)	8,6987

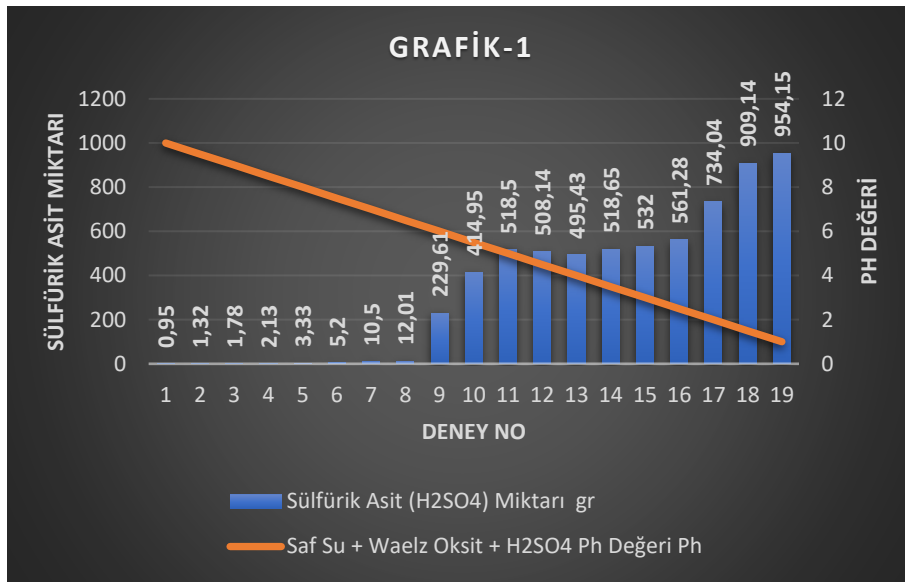


Şekil 4.200. Elektroliz sonrasında liç çözeltisi dibine çöken çökelti.

BÖLÜM 5

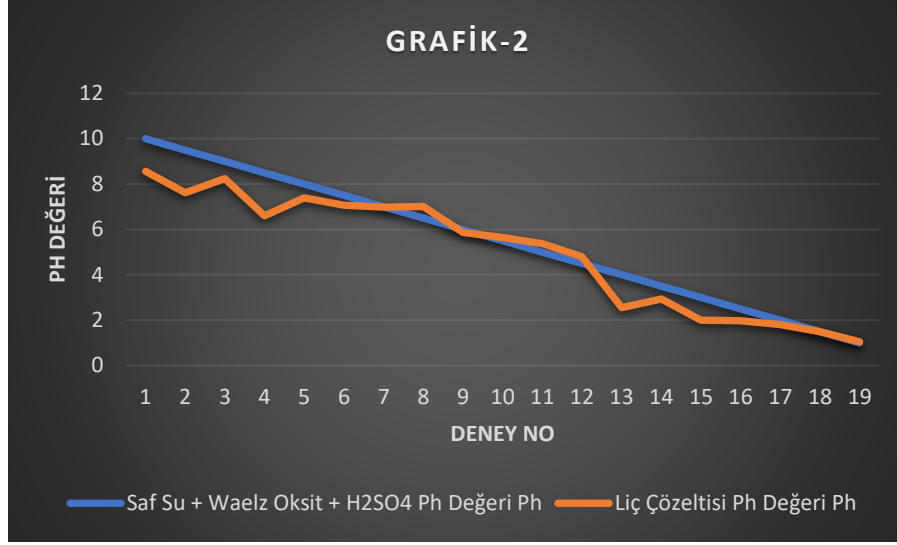
DENEYLERE AİT SONUÇ GRAFİKLERİ

5.1. WAEZ OKSİT LİÇ ÇÖZELTİSİ SONUÇ GRAFİKLERİ



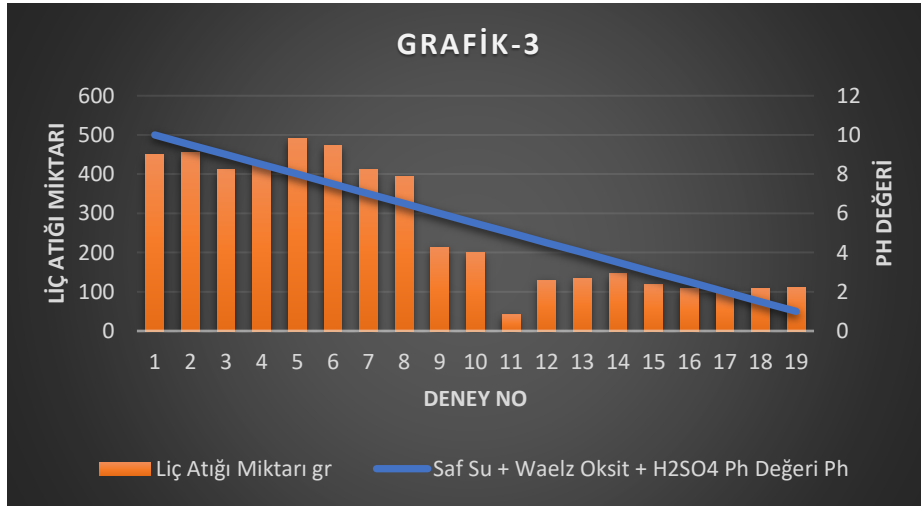
Şekil 5.1. İstenilen liç çözeltisi pH'ı ile kullanılan H₂SO₄ miktarı grafiği.

Şekil 5.1. 'de yer alan grafikte, 1,0pH'dan 10,0pH'a kadar 0,5pH aralıklarla oluşturulan liç çözeltilerinde istenilen pH yakalanması için kullanılan Sülfirik Asit (H₂SO₄) miktarı ile çözelti pH'ı arasındaki karşılaştırma gösterilmiştir.



Şekil 5.2. Liç çözeltisi ph'ı ile elektroliz çözeltilisi ph'ı grafiği.

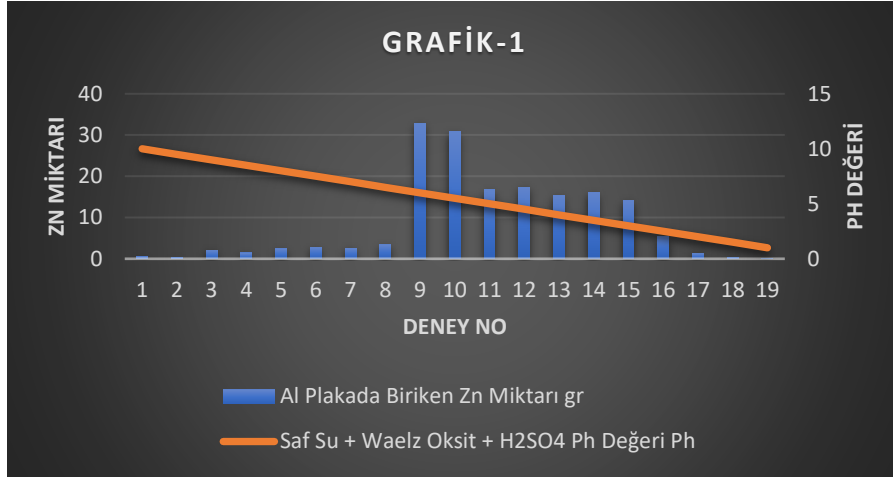
Şekil 5.2. 'de yer alan grafikte, 1,0pH'dan 10,0pH'a kadar 0,5pH aralıklarla oluşturulan liç çözeltilerindeki Ph'nın, karıştırma ve dinlendirme(çöktürme) sonrasında çökelti ile ayrıştırılarak elektrolize hazır hale gelen elektroliz çözeltisinin ph grafiğini göstermektedir.



Şekil 5.3. Liç çözeltileri ph'ı ile liç atığı miktarı grafiği.

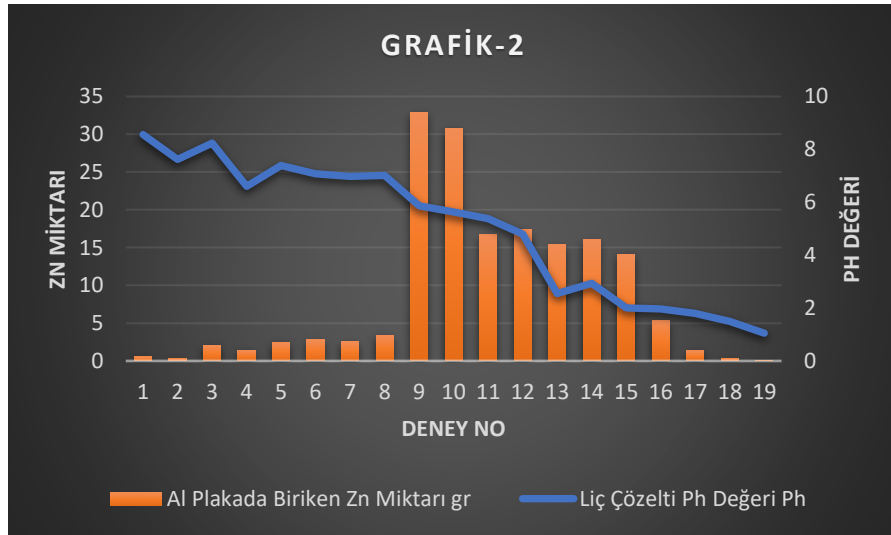
Şekil 5.3. 'te yer alan grafikte, 1,0pH'dan 10,0pH'a kadar 0,5pH aralıklarla oluşturulan liç çözeltilerindeki Ph ile karıştırma ve dinlendirme(çöktürme) sonrasında vakum pompası ile çözelti sıvısı çekilen çözelti atığı(çökelti) miktarı arasındaki bağlantıyı göstermektedir.

5.2. WAE LZ OKSİT ELEKTROLİZ SONUÇ GRAFİKLERİ



Şekil 5.4. Liç çözeltileri pH'ı ile Al plakada biriken Zn miktarı grafiği.

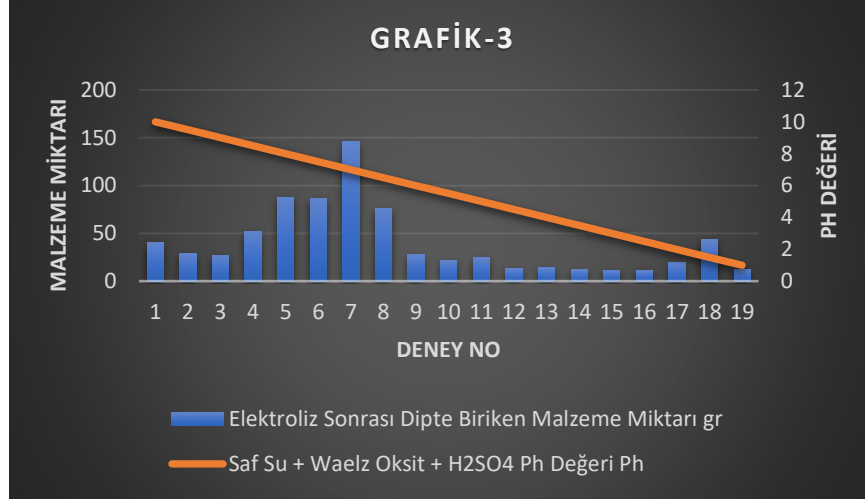
Şekil 5.4. 'te yer alan grafikte, 1.0pH'dan 10,0pH'a kadar 0,5pH aralıklarla oluşturulan liç çözeltilerindeki Ph'n, karıştırma ve dinlendirme(çöktürme) sonrasında çökelti ile ayrıştırılarak elektroliz edilmesinin ardından Al plakalarda biriken toplam Zn miktarı arasındaki bağlantıyı göstermektedir.



Şekil 5.5. Elektroliz çözeltisi pH'I ile Al plakada biriken Zn miktarı grafiği.

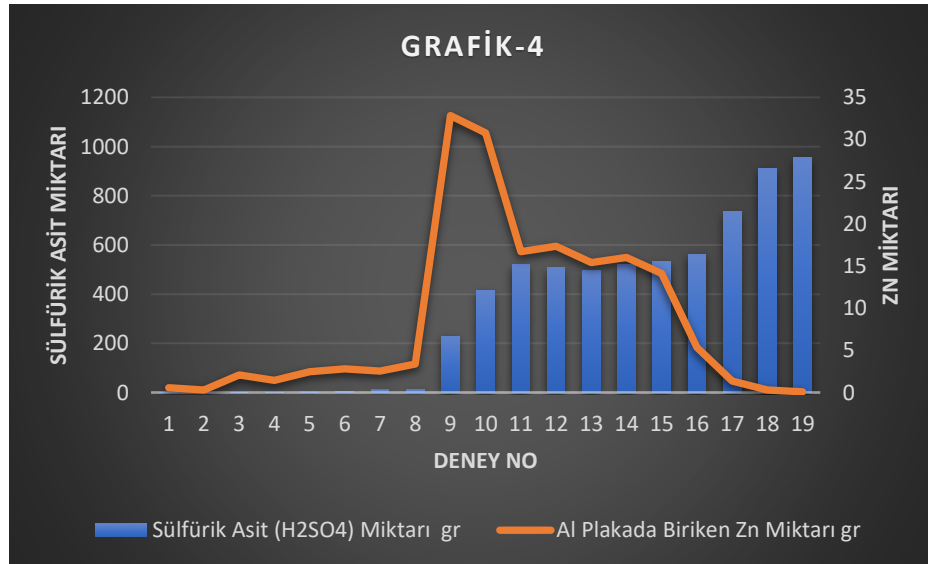
Şekil 5.5.'de yer alan grafikte, 1.0pH'dan 10,0pH'a kadar 0,5pH aralıklarla oluşturulan liç çözeltilerinin; karıştırma ve dinlendirme(çöktürme) sonrasında çökelti ile ayrıştırılmasından ardından elektroliz edilmeden önceki elektroliz çözeltisi pH'ı ile,

Elektroliz sonrası Al plakada biriken toplam Zn miktarı arasındaki bağlantıyı göstermektedir.



Şekil 5.6. Liç çözeltisi ile elektroliz çözeltisi çökeltisi grafiği.

Şekil 5.6. 'da yer alan grafikte, 1,0pH'dan 10,0pH'a kadar 0,5pH aralıklarla oluşturulan liç çözeltilerinin pH'ı ile karıştırma ve dinlendirme(çöktürme) sonrasında çökelti ile ayrıştırılmasından ardından elektroliz sonrası oluşan elektroliz çökeltisi miktarı arasındaki bağlantıyı göstermektedir.



Şekil 5.7. Sülfirik asit (H₂SO₄) miktarı ile Al plakada biriken toplam Zn miktarı grafiği.

Şekil 5.7. 'de yer alan grafikte, tüm bu deneeylerde 1.0pH'dan 10,0pH'a kadar 0,5pH aralıklarla oluşturulan liç çözeltilerinin pH'larını istediğimiz pH seviyelerine getirmek için kullanılan toplam Sülfirik Asit (H_2SO_4) miktarı ile, Oluşturulan Elektroliz çözeltilerinin elektrolizi sonrası Al plakalarda biriken toplam Zn miktarları arasındaki bağlantıyı göstermektedir.

KAYNAKLAR

Abdel Basir, S. M. & Rabah, M. A., **Hydrometallurgical recovery of metal values from brass melting slag. Hydrometallurgy, (53), (1999).**

Açma, E., **Çinko sülfat çözeltilerinden demirin jarosit halinde çöktürülmesi. İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul. (1984).**

Açma, E., Bor, F. Y., Addemir, O., Duman, İ., **Çinkur nötr çözümlendirme artığının metalurjik değerlendirilmesi. Proje Çalışması, İTÜ Metalurji Fakültesi, İstanbul. (1981).**

Addemir, O., **Çinko Kurşun Metal Sanayi A.Ş. nötr çözümlendirme artığının konsantre sülfürik asitte politermik pişirme yöntemi ile metalurjik değerlendirilmesi. Doçentlik Tezi, İTÜ Metalurji Fakültesi, İstanbul, (1982).**

Addemir, O., Açma, E. & Arslan, C., **Çinko. Sistem Yayıncılık, İstanbul. (1995).**

Claassen, J. O., Meyer, E. H. O., Rennie, J. & Sandenbergh, R. F., **Iron precipitation from zinc-rich solutions: defining the Zincor Process. Hydrometallurgy, (67), (2002).**

Çilingir, Y., **Metalik cevherler ve zenginleştirme yöntemleri. D.E.Ü. Mühendislik Fakültesi Basım Ünitesi, İzmir. (1996).**

Demirkıran, N., Ekmekyapar, A., Künkül, A. & Baysar, A., **A kinetic study of copper cementation with zinc in aqueous solutions. International Journal of Mineral Processing, (2007).**

Doğan, M. Z., Özbayoğlu, G. & Atalay, Ü., **Çinkur tesislerinde elde edilen liç artıklarının zenginleştirilmesi. Türkiye Madencilik Bilimsel ve Teknik 7. Kongresi, s.231-238, Ankara. (1981).**

Goodwin, F.E., **Zinc and zinc alloys. Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, John Wiley & Sons, New York. (1994).**

Graf, G.G., **Zinc. B. Elvers, S. Hawkins, (Ed.) Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. VCH: Weinheim, Germany. Hydrometallurgy, (1996).**

ÖZGEÇMİŞ

Mehmet AKKUŞLU ilk, orta ve lise öğrenimini Denizli’de tamamladı. 2011 yılında Karabük Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü’nü kazandı. 2015 yılında lisans eğitimini tamamladıktan sonra 2016’da Karabük Üniversitesi Lisans Üstü Eğitim Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim dalında yüksek lisans eğitimine başladı. 2015 mezuniyetinin hemen ardından Metalurji ve Malzeme Mühendisi ünvanı ile iş başı yaptığı Marzinc Marmara Çinko Geri Kazanım San. Tic. A.Ş. firmasında Waelz Proses Mühendisi olarak çalışmaya devam etmektedir.