



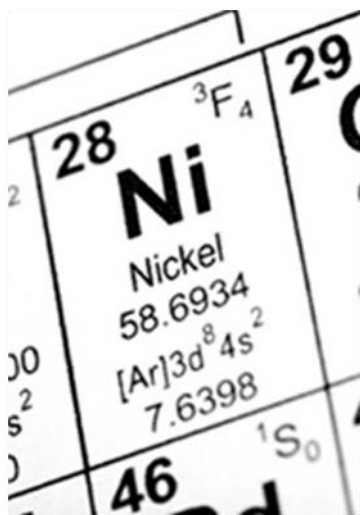
**ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ ΚΡΗΤΗΣ**

**ΤΜΗΜΑ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΟΡΥΚΤΩΝ ΠΟΡΩΝ**

**ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΟΥ ΜΕΤΑΛΛΕΥΜΑΤΩΝ**

**ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ**

**ΑΝΑΚΤΗΣΗ Ni ΑΠΟ ΦΤΩΧΟ ΛΑΤΕΡΙΤΙΚΟ ΜΕΤΑΛΛΕΥΜΑ ΜΕ ΤΗ  
ΜΕΘΟΔΟ ΤΗΣ ΕΚΧΥΛΙΣΗΣ**



**ΧΡΙΣΤΙΝΑ ANNA I. ΑΡΒΑΝΙΤΑΚΗ**

**ΕΞΕΤΑΣΤΙΚΗ ΕΠΙΤΡΟΠΗ:**

**ΣΤΑΜΠΟΛΙΑΔΗΣ Η. ΚΑΘΗΓΗΤΗΣ (ΕΠΙΒΛΕΠΩΝ)**

**ΑΛΕΒΙΖΟΣ Γ. ΕΠΙΚΟΥΡΟΣ ΚΑΘΗΓΗΤΗΣ**

**ΠΕΝΤΑΡΗ Δ. ΛΕΚΤΟΡΑΣ**

**ΧΑΝΙΑ 2015**



στην οικογένειά μου...

στον πατέρα μου που «έφυγε» νωρίς και δεν πρόλαβε να με δει απόφοιτη...



## **ΠΡΟΛΟΓΟΣ**

Η παρούσα εργασία διαπραγματεύεται την ανάκτηση νικελίου από δείγμα λατερίτη με τη μέθοδο της εκχύλισης. Η επιλογή αυτής της εργασίας έγινε με τέτοιο σκοπό ώστε, αφενός να υλοποιηθεί και στην πράξη η αρχική ιδέα του κ. Η. Σταμπολιάδη, Καθηγητή του Πολυτεχνείου Κρήτης και αφετέρου ώστε να μπορέσω μετά τη φοίτησή μου στο Πολυτεχνείο Κρήτης να αντιμετωπίσω προβλήματα που εμφανίζονται στην πράξη.

## **ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ**

Η επιτυχή ολοκλήρωση αυτής της εργασίας έγινε με την άψογη συνεργασία του Καθηγητή του Πολυτεχνείου Κρήτης Η. Σταμπολιάδη, χωρίς τη βοήθεια του οποίου δεν θα είχε επιτευχθεί το επιθυμητό αποτέλεσμα, τον οποίο και ευχαριστώ θερμά.

Επίσης, σημαντική ήταν και η βοήθεια του Γ. Αλεβίζου Επίκουρου Καθηγητή του Πολυτεχνείου Κρήτης, όπως επίσης και της Δ. Πεντάρη Λέκτορα του Πολυτεχνείου Κρήτης, οι οποίοι με βοήθησαν σημαντικά σε όλη την πορεία της εργασίας.

Τέλος, θα ήθελα να ευχαριστήσω τον Ε. Πετράκη και την Ο. Παντελάκη, Μηχανικούς Ορυκτών Πόρων του Πολυτεχνείου Κρήτης και Επιστημονικούς συνεργάτες του Εργαστηρίου Εμπλουτισμού για τη βοήθεια τους στη διεκπεραίωση του πειράματός μου καθώς και την ηθική υποστήριξη και συμπαράσταση.

## ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Το αντικείμενο της εργασίας αυτής είναι η ανάκτηση νικελίου από μετάλλευμα λατερίτη με τη μέθοδο της εκλεκτικής διαλυτοποίησης. Για το σκοπό αυτό χρησιμοποιήθηκε δείγμα λατερίτη από την εταιρία Γ.Μ..Μ.Α.Ε ΛΑΡΚΟ που βρίσκεται στα Πολιτικά Ευβοίας.

Η επίτευξη του παραπάνω σκοπού έγινε χρησιμοποιώντας σαν διαλύτη διάλυμα θειϊκού οξέος ( $H_2SO_4$ ) συγκέντρωσης 2M, ο οποίος αντιδρούσε με το δείγμα το οποίο βρισκόταν εντός στήλης. Ο παραπάνω διαλύτης διαλυτοποιούσε εκλεκτικά το νικέλιο.

Σήμερα στην Ελλάδα υπάρχει μία μεταλλουργική βιομηχανία ανάκτησης νικελίου από το λατερίτη με πυρομεταλλουργική κατεργασία και η οποία ευνοείται όταν το νικέλιο της τροφοδοσίας είναι όσο το δυνατό υψηλότερο. Για χαμηλότερης περιεκτικότητας μεταλλεύματα η μέθοδος γίνεται αντιοικονομική και προτείνεται η αντικατάστασή της με την υδρομεταλλουργική μέθοδο της εκχύλισης.

Στην παρούσα εργασία παρατηρήσαμε ότι τα λεπτότερα κλάσματα είναι πλουσιότερα από τα χονδρότερα και ερευνήσαμε ποιο από τα δύο θα ήταν καταλληλότερο για την υδρομεταλλουργία και την πυρομεταλλουργία. Στο χονδρό κλάσμα το οποίο είναι φτωχό εφαρμόσαμε μαγνητικό διαχωρισμό για να απομακρύνουμε τα ανθρακικά ορυκτά που καταναλώνουν το θειικό οξύ και το υποβάλλαμε σε δοκιμές εκχύλισης σε στήλη. Στο λεπτό κλάσμα, που λόγω της κοκκομετρίας του δεν ενδείκνυται για εκχύλιση σε στήλη, έγινε σβολοποίηση και συσσωμάτωση του σβόλου πριν την εκχύλιση.

Οι δοκιμές εκχύλισης έδειξαν ότι το μαγνητικό χονδρό κλάσμα δίνει ικανοποιητική ανάκτηση νικελίου, η οποία είναι εκλεκτική και δε διαλυτοποιεί σε μεγάλο βαθμό τα υπόλοιπα στοιχεία. Αντιθέτως, το ψιλό κλάσμα λόγω της πυροσυσσωμάτωσης την οποία υπέστη δε δίνει ικανοποιητική ανάκτηση νικελίου.

Το γενικό συμπέρασμα είναι ότι το ψιλό κλάσμα θα ήταν καταλληλότερο για την πυρομεταλλουργία μετά από σβολοποίηση ενώ το χονδρό κλάσμα θα μπορούσε να χρησιμοποιηθεί για ανάκτηση νικελίου με υδρομεταλλουργική μέθοδο.

## **Abstract**

The object of this work is the laboratory removal of nickel and other elements such as iron, magnesium, aluminum and cobalt from laterite ore by the method of selective dissolution. For this purpose we used a sample from laterite G.M..M.A.E Larco, which is located in Politika, Evia.

The achievement of this aim was succeeded using as a solvent solution of sulfuric acid ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) concentration of 2M, which reacted with the sample that was within the column. The above solvent selectively solubilized the laterite depending on the granulometry of the sample and on the reaction time. The above solvent selectively solubilized the nickel.

Today in Greece there is a metallurgical recovery of nickel from laterite industry with pyrometallurgical treatment, which is favored when the nickel feed is as high as possible. For lower sulfur ores, the method becomes uneconomic and its replacement with the hydrometallurgical extraction method is suggested. In this study we observed that the finer fractions are richer than the coarser and we investigated which of the two would be more appropriate for hydrometallurgy and pyrometallurgy. In the coarse fraction which is poor, we applied magnetic separation to remove the carbonate minerals consuming sulfuric acid and we subjected it to extraction testing in column. In the fine fraction, which due to its grain size is not indicated for extraction in column, we turned it into a pellet and then aggregated it prior to the extraction.

The extraction tests showed that the magnetic coarse fraction gives satisfactory recovery of nickel, which is selective and does not largely solubilize the remaining elements. In contrast, the fine fraction, due to the sintering it suffered, does not give satisfactory nickel recovery.

The overall conclusion is that the fine fraction would be more appropriate for the pyrometallurgy after being turned into a pellet, while the coarse fraction could be used for nickel recovery by hydrometallurgical method.

## **ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ**

ΠΡΟΛΟΓΟΣ .....	1
ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ .....	1
ΠΕΡΙΛΗΨΗ .....	2
ABSTRACT.....	3
ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ.....	4
1. ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ.....	7
1.1 Νικελιούχα λατεριτικά κοιτάσματα - Λατερίτης .....	7
1.1.2 Ορυκτολογική σύσταση λατεριτών .....	9
1.2 Τα ελληνικά κοιτάσματα νικελιούχων μεταλλευμάτων.....	11
1.2.1 Μεταλλογένεση – Ορυκτολογική σύσταση .....	11
1.3 Νικέλιο .....	12
1.3.1 Γενικά στοιχεία για το νικέλιο .....	12
1.3.2 Πηγές νικελίου .....	13
1.3.3 Οι χρήσεις του νικελίου .....	15
1.4 Μεταλλουργικά προϊόντα νικελίου.....	16
1.4.1 Καθαρό νικέλιο .....	16
1.4.2 Σιδηρονικέλιο .....	17
1.4.3 Οξείδιο νικελίου.....	18
1.5 Μέθοδοι εξαγωγής νικελίου .....	18
1.5.1 Εξαγωγική μεταλλουργία του νικελίου .....	19
1.6 Παραγωγή νικελίου στην Ελλάδα.....	20
1.6.1 Περιγραφή πυρομεταλλουργικής μεθόδου της ΛΑΡΚΟ .....	22
1.7 Πειράματα που πραγματοποιήθηκαν στο Εργαστήριο Εμπλουτισμού για την Ανάκτηση Νικελίου .....	27
1.7.1 Εμπλουτισμός αυτόχθονου λατερίτη της περιοχής Καστοριάς (Δρακάκης, 2000).....	27
1.7.2 Εμπλουτισμός λατερίτη με φυσικές και χημικές διεργασίες (Παναγιωταρά, 2008)...	28
1.7.3 Εμπλουτισμός αυτόχθονου λατερίτη της περιοχής Καστοριάς (Δρακάκης, 2000) ....	29
1.7.4 Εμπλουτισμός λατερίτη με εκλεκτική λειοτρίβηση (Chi – Wei Chen,2011) .....	32
2. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ .....	33
2.1 Περιγραφή διαδικασίας που ακολούθησα .....	33
2.2 Περιγραφή τεχνικού εξοπλισμού και μεθόδων αναλύσεων .....	33



2.2.1	Υδροαντοκαθαρισμός .....	33
2.2.2	Μαγνητικός Διαχωρισμός .....	36
2.2.3	Συσσωμάτωση – Μορφοποίηση – Δημιουργία των Pellets.....	39
2.2.4	Τιτλοδότηση Οξέος .....	40
2.2.5	Ορυκτολογικές αναλύσεις των δειγμάτων.....	41
2.2.5.1	Γενικά .....	41
2.2.5.2	Περιθλασιμετρία Ακτίων –X (XRD).....	41
2.2.6	Διαφορική Θερμική Ανάλυση .....	43
2.2.7	Χημικές αναλύσεις των δειγμάτων.....	44
2.2.7.1	Γενικά .....	44
2.2.7.2	Φασματοφωτομετρία Ατομικής Απορρόφησης (AAS) .....	45
2.2.7.3	Αρχή λειτουργίας της μεθόδου.....	46
2.2.8.	Εκχύλιση.....	48
2.2.8.1	Στάδια εκχύλισης.....	48
2.2.8.2	Τύποι αντιδράσεων.....	49
2.2.8.3	Παράγοντες που επηρεάζουν την εκχύλιση.....	49
2.2.8.4	Τεχνικές διαλυτοποίησης.....	50
2.2.8.5	Διαχωρισμός διαλύματος από τα στερεά.....	50
2.2.8.6	Ανάκτηση χρήσιμου μετάλλου.....	50
2.3	Περιγραφή πειραματικής συσκευής .....	51
2.3.1	Παρασκευή 10 L διαλύματος $H_2SO_4$ συγκέντρωσης 2M.....	54
2.4	Περιγραφή και κατεργασία αρχικού δείγματος.....	55
2.4.1	Διαδικασία υγρού αυτοκαθαρισμού λατερίτη .....	57
2.4.2	Διαδικασία μαγνητικού διαχωρισμού.....	57
2.4.3	Δημιουργία των pellets.....	60
2.4.4	Κοσκίνηση των pellets .....	60
2.4.5	Μέτρηση αντοχής των pellets.....	61
2.5	Αποτελέσματα Διαφορικής Θερμικής Ανάλυσης .....	62
2.6	Διεξαγωγή των αναλύσεων στο εργαστήριο .....	65
3.	ΕΚΧΥΛΙΣΗ.....	71
3.1	Εκχύλιση των pellets .....	71
3.1.2	Έλεγχος σταθερότητας των pellets.....	71

3.2	Εκχύλιση μαγνητικού υλικού.....	77
3.3	Αποτελέσματα – Συμπεράσματα .....	84
	ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ .....	85
	ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Ι .....	87
	ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ ΙΙ .....	100

## **1. ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ**

### **1.1 Νικελιούχα λατεριτικά κοιτάσματα - Λατερίτης**

Τα νικελιούχα κοιτάσματα συνδέονται γενικά με πλούσια σε σίδηρο και μαγνήσιο μαγματικά πετρώματα. Τα μεταλλεύματα απαντούν είτε σαν σουλφίδια, είτε σαν λατερίτες.

Τα μαγματικά νικελιούχα σουλφίδια, με περιεκτικότητα 2-5% σε Ni, σχετίζονται με διεισδύσεις μικρών ή μεγάλων θολεϊτικών σωμάτων ή κοματιϊτών πλουσίων σε μαγνήσιο. Περιέχουν πετλανδίτη – πυρροτίνη σαν κύρια ορυκτά του νικελίου, καθώς επίσης χαλκοπυρίτη και πυρίτη.

Τα νικελιούχα λατεριτικά κοιτάσματα σχετίζονται με τη χημική αποσάθρωση υπερβασικών πετρωμάτων (δουνίτες, περιδοτίτες και μεταμορφωμένων αναλόγων τους, τους σερπεντίνες) σε συνθήκες θερμού και υγρού κλίματος, με την επενέργεια κυρίως του διεισδύοντος ύδατος, οπότε προκύπτουν αποθέματα πλούσια σε οξείδια του σιδήρου και του αλουμινίου. Η περιεκτικότητά τους σε Ni κυμαίνεται από 0,8 – 3%. Ταξινομούνται σε πυριτικό υλικό (γαρνιεριτικό μετάλλευμα, σερπεντινικό μετάλλευμα) και υλικό οξειδίων (λειμωνιτικό μετάλλευμα, νικελιούχο σιδηρομετάλλευμα).

Οι αντιδράσεις που πραγματοποιούνται κατά τη λατεριτική αποσάθρωση εξαρτώνται, κατά κύριο λόγο, από το PH του περιβάλλοντος, το οξειδοαναγωγικό δυναμικό και το ιοντικό δυναμικό. Οι κυριότεροι παράγοντες που ρυθμίζουν την ένταση της αποσάθρωσης είναι το είδος του πετρώματος, η θερμοκρασία, οι βροχοπτώσεις, η γεωμορφολογία κ.α. Οι συνθήκες αυτές σε συνδυασμό με τις μεταβολές του PH και του δυναμικού, συντελούν στην απομάκρυνση υδατοδιαλυτών στοιχείων όπως καλίου, νατρίου, μαγνησίου κ.α. και στην παραμονή των αδιάλυτων σιδήρου και αλουμινίου. Έτσι, δημιουργείται επί τόπου ένα εμπλούτισμα οξειδίων σιδήρου και αλουμινίου (λατερίτες), πλούσιο είτε σε σίδηρο, οπότε καλείται λατεριτικό σιδηρομετάλλευμα, είτε σε αλουμίνιο οπότε αναφερόμαστε στους βωξίτες.

Το νικέλιο στους νικελιούχους λατερίτες βρίσκεται σε μικρά ποσά στο πλέγμα ορυκτών όπως ο ολιβίνης  $(\text{MgFe})_2\text{SiO}_4$  (0,3%) και οι πυρόξεντοι (0,03-0,06% Ni ) αντικαθιστώντας το Mg. Ένας περιδοτίτης περιέχει περίπου 0,2% Ni, ενώ ένας πυροξενίτης 0,15% Ni. Οι σερπεντινίτες περιέχουν λίγο λιγότερα ποσοστά νικελίου.

Σχετικά με τους όρους Λατερίτες – Λατεριτίωση έχουν αναφερθεί πολλά, σε αρκετά όμως υπάρχουν ασάφειες ή αντιφάσεις. Έτσι:

- Λατεριτίωση καλείται η έντονη χημική αποσάρθρωση που λαμβάνει χώρα σε θερμά και υγρά κλίματα (τροπικά και υποτροπικά) με σχηματισμό *in situ* ενός προϊόντος πλούσιου κυρίως σε σίδηρο, αλλά και σε αλουμίνιο και εμπλουτισμένου σε νικέλιο, χρώμιο, κοβάλτιο, τιτάνιο. Το προϊόν αυτό –ο λατερίτης- συνίσταται κυρίως από οξειδία και υδροξειδία του σιδήρου, συνήθως άμορφα ή σχεδόν άμορφα. Συνεπώς τα πετρώματα που μπορούν να δώσουν λατερίτες είναι τα υπερβασικά – βασικά.
- Η μετατροπή των υπερβασικών πετρωμάτων σε λατερίτες είναι μια πολύπλοκη διαδικασία με κύρια χαρακτηριστικά τη διαλυτοποίηση και την απομάκρυνση του μεγαλύτερου μέρους των  $\text{SiO}_2$  και  $\text{MgO}$ , ενώ το μεγαλύτερο μέρος του σιδήρου οξειδώνεται και παραμένει στα ανώτερα τμήματα του profile σαν  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (αιματίτης) ή  $\text{FeOOH}$  (γκαιτίτης) ή και  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ . Εκτιμάται ότι περίπου το 90% του σιδήρου συγκεντρώνεται επί τόπου.

Πρέπει να σημειωθεί ότι κατά τις οποιεσδήποτε εξαλλοιώσεις των υπερβασικών πετρωμάτων λαμβάνονται υπόψη δύο σημαντικά φαινόμενα, η σερπεντινίωση και η λατεριτίωση, που έχουν ως κοινό χαρακτηριστικό την απελευθέρωση μεγάλων ποσοτήτων  $\text{SiO}_2$ .

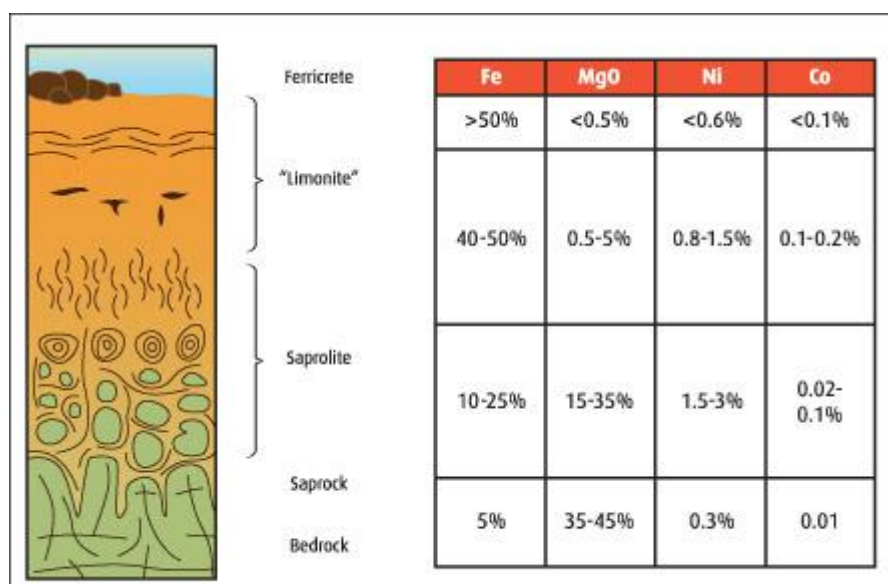
Οι νικελιούχοι λατερίτες παρουσιάζουν κατά κανόνα ομοιομορφία στην εμφάνισή τους, με ανάπτυξη χαρακτηριστικής ζώνωσης. Έτσι ένα τυπικό λατεριτικό profile μπορεί να χωριστεί σε δύο κύριες ζώνες:

- στην ανώτερη ζώνη (A), η οποία έχει υψηλή περιεκτικότητα σε  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  και χαμηλή σε  $\text{SiO}_2$  και  $\text{MgO}$  (λειμωνιτική ζώνη)
- στην κατώτερη ζώνη (B), με υψηλές περιεκτικότητες σε  $\text{SiO}_2$  και  $\text{MgO}$  και χαμηλή σε  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (σαπρολιθική ζώνη). Το νικέλιο ως επί το πλείστον συγκεντρώνεται στη ζώνη B, απορροφάται όμως και κατά το σχηματισμό των σιδηροξειδίων στη λειμωνιτική ζώνη (νικελιούχος λειμωνίτης,  $(\text{Fe},\text{Ni})\text{O}(\text{OH})\cdot n\text{H}_2\text{O}$ ). Η συνύπαρξη των δύο αυτών ζωνών δεν είναι στατική, αφού η λατεριτίωση είναι ένα δυναμικό φαινόμενο, πέραν του γεγονότος ότι αποτελεί και μία πολύ αποτελεσματική φυσική διαδικασία, αφού οδηγεί σε εμπλουτισμό σε νικέλιο που φτάνει σε 10-30 φορές την αρχική. Επομένως, οι κύριοι παράγοντες που

αναφέρθηκαν προηγουμένως (είδος μητρικού πετρώματος, γεωμορφολογία, βροχοπτώσεις κλπ) θα καθορίσουν την εξέλιξη του λατεριτικού προφίλ και θα οδηγήσουν τελικά στην επικράτηση της μιας ζώνης. Άλλωστε, η κάθε ζώνη δεν έχει τα ίδια λιθολογικά, ορυκτολογικά και γεωχημικά χαρακτηριστικά σε όλη την έκτασή της και διαφέρει από κοίτασμα σε κοίτασμα.

Συμπερασματικά λοιπόν θεωρείται ότι η ζώνη Α συνίσταται κυρίως από οξείδια – υδροξείδια σιδήρου, ενώ η Β από πυριτικές ενώσεις. [1]

Πίνακας 1.1: Λατεριτικό προφίλ, η ζώνη Α είναι η λειμωνιτική ζώνη και η ζώνη Β είναι η σαπρολιθική



### 1.1.2 Ορυκτολογική σύσταση λατεριτών

Οι γνώσεις για το είδος των ορυκτών που επικρατούν, όπως επίσης και για το είδος των ορυκτών-φορέων του Ni ή τουλάχιστον των ορυκτών που σε αυτά κυρίως καταμερίζεται το Ni, λύνει κατά ένα μεγάλο ποσοστό το πρόβλημα, τόσο της κατανόησης του τρόπου σχηματισμού των λατεριτών όσο και της επιλογής της μεταλλουργικής επεξεργασίας του μεταλλεύματος.

Γενικό χαρακτηριστικό των λατεριτικών κοιτασμάτων είναι η χαμηλού βαθμού κρυσταλλικότητα πολλών από τα νεοσχηματιζόμενα ορυκτά, γεγονός που συνεπάγεται μεγάλη κρυσταλλική αταξία και πολλές κρυσταλλικές ατέλειες. Στην εξέλιξη αυτή πολύ μεγάλη επίδραση έχει η μετανάστευση του κολλοειδούς SiO<sub>2</sub>, το οποίο έχει μεγάλη ροφητική ικανότητα και εξαιρετικά

αναπτυγμένη επιφάνεια επαφής με τα διάφορα στερεά σωματίδια. Με την παρουσία του στο διάλυμα, τα οξείδια του σιδήρου καθιζάνουν σαν άμορφα ή σχεδόν άμορφα. Η όλη εξέλιξη ευνοεί την αντικατάσταση ιόντων  $Fe^{3+}$  από  $Ni^{2+}$  με ταυτόχρονες αντισταθμιστικές αντικαταστάσεις  $Si^{4+}$  είτε  $Al^{3+}$  στο πλέγμα ορισμένων κρυστάλλων σιδηροοξειδίων. Βασικό συστατικό της λειμωνιτικής ζώνης είναι τα οξείδια σιδήρου, ένυδρα ή μη όπως ο γκαιτίτης, ο αιματίτης, ο λεπιδοκροκίτης και ένυδρα του αλουμινίου όπως ο γκιπσίτης. Συμμετέχουν επίσης ο μαγνητίτης, ο καολινίτης, ο μοντμοριλλονίτης, ο χρωμίτης, οι χρωμοσπινέλιοι και ένυδρα οξείδια του μαγγανίου. Το νικέλιο στη ζώνη αυτή σχετίζεται με το γκαιτίτη, που αποτελεί ίσως τον κύριο φορέα του.

Το κολλοειδές  $SiO_2$  σε κατώτερα τμήματα του profile συνδεδεμένο με Al και Mg-Ni θα σχηματίσει τα περισσότερα από τα νεοσχηματιζόμενα νικελιούχα πυριτικά ορυκτά, τα αναφερόμενα ως γαρνιερίτες. Στη σαπρολιθική ζώνη, συγκεντρώνεται το μεγαλύτερο ποσοστό νικελίου υπό τη μορφή αυτή, δηλαδή των νικελιούχων πυριτικών ορυκτών (έναντι των ζωνών των οξειδίων). Η περιεκτικότητα σε Ni στα διάφορα πυριτικά ορυκτά μπορεί να φτάνει σε πολύ υψηλές τιμές, ταυτόχρονα δεν μπορεί να είναι και πολύ μεγάλος ο καταμερισμός του Ni σε πυριτικές φάσεις.

Βασικό παράγοντα στο σχηματισμό του τύπου του νικελιούχου λατερίτη αποτελεί ο χρόνος. Σε πρώιμα στάδια λατεριτίωσης επέρχεται ο εμπλουτισμός σε νικέλιο της ζώνης των οξειδίων (νικελιούχος γκαιτίτης), ενώ σε προχωρημένα στάδια, της ζώνης των πυριτικών ορυκτών, στα οποία η διαλυτότητα του Ni είναι χαμηλότερη σε σχέση με εκείνη των οξειδίων. Έτσι με την πάροδο του χρόνου το Ni διαλυτοποιείται από τη ζώνη των οξειδίων και παγιδεύεται στη ζώνη των πυριτικών φάσεων, στην οποία και αυξάνονται σημαντικά οι απόλυτες τιμές του.

Τα πυριτικά ορυκτά είναι κυρίως φυλλοπυριτικά, γεγονός που οφείλεται στην ευκολία με την οποία η πυριτία ( $SiO_2$ ), αφού απελευθερωθεί από το μητρικό πέτρωμα στη ζώνη αποσάρθρωσης, πολυμερίζεται στη 'φυλλώδη' δομή των φυλλοπυριτικών ορυκτών. Τα σπουδαιότερα από τα νικελιούχα πυριτικά ορυκτά που συναντώνται σε αυτή τη ζώνη είναι ο σερπεντίνης, ο μοντμοριλλονίτης, ο τάλκης, ο σεπιόλιθος και ο χλωρίτης. Στα ορυκτά του σερπεντίνη συμμετέχουν τόσο ο λιζαρδίτης, όσο και ο χρυσοτίλης, ενώ ο αντιγορίτης είναι σπάνιος. [1]

## 1.2 Τα ελληνικά κοιτάσματα νικελιούχων μεταλλευμάτων

Στην Ελλάδα και συγκεκριμένα στην υποπελαγονική ζώνη απαντούν σχεδόν όλοι οι τύποι μεταλλευμάτων Ni, οι οποίοι βρίσκονται σε εκμετάλλευση ανά τον κόσμο. Από αυτούς όμως, μόνο τα λατεριτικής προελεύσεως σιδηρονικελιούχα μεταλλεύματα παρουσιάζουν μεταλλευτικό ενδιαφέρον, λόγω του σημαντικού όγκου των αποθεμάτων τους.

Έχουν εντοπιστεί και ερευνηθεί κατά καιρούς επαρκώς ή και ανεπαρκώς εμφανίσεις καθ' όλο το μήκος και εύρος της παραπάνω ζώνης. Από τις πραγματοποιηθείσες έρευνες συνάγεται το συμπέρασμα, ότι ο κύριος όγκος των αποθεμάτων είναι ο πιο σημαντικός- της παραπάνω μεταλλοφορίας εντοπίζεται στις περιοχές της Κεντρικής Εύβοιας, της Λοκρίδας και της Καστοριάς. [1]

### 1.2.1 Μεταλλογένεση – Ορυκτολογική σύσταση

Στον Ελλαδικό χώρο θεωρείται, ότι οι ευνοϊκές συνθήκες για το σχηματισμό των λατεριτών υπήρξαν κατά τη διάρκεια του Κατώτερου Κρητιδικού. Αυτές οι συνθήκες αφορούσαν:

- Την επικράτηση τροπικού είτε υποτροπικού κλίματος
- Την εκτεταμένη επιφανειακή εξάπλωση οφιολίθων

Τα έντονα όμως ορογενετικά φαινόμενα εκείνης της περιόδου, συμπεριλαμβανομένων και των διαφόρων επικλύσεων, οδήγησαν στην καταστροφή του μεγαλύτερου τουλάχιστον μέρους της λατεριτικής κρούστας που είχε σχηματιστεί. Έτσι, το λατεριτικό υλικό μεταφέρθηκε σε μικρό ή μεγάλο βαθμό, με διεργασίες είτε μηχανικές είτε χημικές, αναμορφώθηκε και 'αποτέθηκε' σε θέσεις που σήμερα παρατηρείται σαν σιδηρονικελιούχο ή βωξιτικό μετάλλευμα.

Τα σιδηρονικελιούχα ελληνικά μεταλλεύματα είναι, επομένως, ιζηματογενούς προέλευσης, αποτιθέμενα επί παλαιογεωγραφικών επιφανειών. Επικάθονται πάνω σε Ιουρασικούς ασβεστόλιθους ή οφιολίθους ή και στους δύο κατά περίπτωση. Καλύπτονται –εκτός από τις περιπτώσεις που οφείλονται σε τεκτονικά αίτια- από παχύ στρώμα ασβεστολίθων ανωκρητιδικής ηλικίας.

Το μετάλλευμα, στιφρό ή πισσολιθικό συνήθως, συνίσταται από μείγμα αιματίτη, υδροαιματίτη, κλαστικών κόκκων χρωμίτη και ορυκτών βωξίτη, ενώ τα

κοιτάσματα Ευβοίας, που είναι από τα ογκωδέστερα, περιέχουν σε σημαντική αναλογία (>25%) πυριτολιθικά τεμαχίδια με τη μορφή χαλαζία, χαλκηδονίου και οπαλλίου. Η έρευνα με μικροαναλυτή απέδειξε, ότι το νικέλιο συγκεντρώνεται κατά το μέγιστο ποσοστό του στη συνδετική ύλη και ελάχιστα στους πισσόλιθους, εντός του πλέγματος των οξειδίων και υδροξειδίων του σιδήρου, όπου υποκαθιστά το σίδηρο, λόγω του παραπλήσιου μεγέθους των ιοντικών ακτίνων τους ( $0.69 \text{ \AA}$  για το Ni και  $0.74 \text{ \AA}$  για το  $\text{Fe}^{2+}$ ).

Η μέση περιεκτικότητα σε νικέλιο των σιδηρονικελιούχων κοιτασμάτων κυμαίνεται από 0,8-1,5% κ.β. περίπου. Κύριος φορέας, του νικελίου είναι ο νικελιούχος χλωρίτης, ενώ έχουν εντοπιστεί μικρότερης σημασίας νικελιούχα ορυκτά, όπως οι νεπουίτης, τάλκης, μοντμοριλλονίτης, τακοβίτης κ.α. Το νικέλιο είναι τυχαίως κατανεμημένο εν γένει κατά το πάχος των κοιτασμάτων και μόνο για το κοίτασμα του Αγ. Ιωάννη (Λοκρίδα) υφίσταται η νομοτέλεια της συγκεντρώσεώς του στη βάση του κοιτάσματος, που είναι σύνηθες φαινόμενο για τα μεγάλα κοιτάσματα οξειδωμένων μεταλλευμάτων της Ν.Καληδονίας, της Κούβας κ.α. και που επιτρέπει την εκλεκτική εκμετάλλευσή τους. [1]

## 1.3 Νικέλιο

### 1.3.1 Γενικά στοιχεία για το νικέλιο

Το νικέλιο αποτελεί το 5<sup>ο</sup> πιο κοινό στοιχείο στη Γη. Είναι ένα στοιχείο το οποίο συναντάται κυρίως στη δομή θειούχων, οξειδίων και αλάτων ανόργανων ουσιών. Το νικέλιο είναι εξαιρετικά σημαντικό εμπορικό προϊόν, διαδραματίζοντας σημαντικό ρόλο στην παγκόσμια βιομηχανική ανάπτυξη παραμερίζοντας σχεδόν όλα τα υπόλοιπα βιομηχανικά μέταλλα.

Οι παράγοντες που καθιστούν το νικέλιο και τα κράματα του πολύτιμα εμπορεύσιμα αγαθά είναι η αντοχή, η αντίσταση στη διάβρωση, η ελαστικότητα, η καλή θερμική και ηλεκτρική αγωγιμότητα, τα μαγνητικά χαρακτηριστικά και οι καταλυτικές ιδιότητες που διαθέτει. [11]

Το νικέλιο (Ni) έχει ατομικό αριθμό  $Z = 28$ , ατομικό βάρος 58,71, ειδικό βάρος στους  $20 \text{ }^{\circ}\text{C}$   $8,5 \text{ gr/cm}^3$ , ειδική θερμότητα στους  $17 \text{ }^{\circ}\text{C}$   $0,1034$ , σημείο τήξεως στους  $1450 \text{ }^{\circ}\text{C}$  και σημείο ζέσεως  $2150 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . Ανακαλύφθηκε από τον Kronstedt το 1751 και παρήχθη από τον Bergman το 1775, κατά την κατεργασία σουηδικών μεταλλευμάτων κοβαλτίου. Η λεπτομερής όμως μελέτη των ιδιοτήτων του έγινε πολύ αργότερα, το 1804 από τον Richter.



Πρωτοπόροι στη Μεταλλουργία του Νικελίου υπήρξαν: ο Jules Gamier για τις πυρομεταλλουργικές μεθόδους και ο Victor Hybinette για τις υδρομεταλλουργικές μεθόδους. Στον Carl Langer οφείλεται η επινόηση της «βαπομεταλλουργικής» εξαγωγής του νικελίου. [12]

### 1.3.2 Πηγές νικελίου

Πηγές νικελίου αποτελούν τρία κυρίως μεταλλεύματα:

- Τα θειούχα
- Τα οξειδωμένα, φτωχά σε νικέλιο, οι γνωστοί λατερίτες, και
- Τα ωολιθικά, από τους θαλάσσιους βυθούς

Πέρα από αυτά, πηγές νικελίου αποτελούν τα παλαιομέταλλα (scraps), όπως και τα διάφορα νικελιούχα υπολλείματα άλλων μεταλλουργιών.

Στα θειούχα μεταλλεύματα το κυρίαρχο ορυκτό του νικελίου είναι ο πετλανδίτης ( $\text{NiS} \cdot \text{FeS}$  έως  $\text{NiS}_2 \cdot \text{FeS}$ ). Γενικά, το νικέλιο ενυπάρχει στα σουλφίδια του σιδήρου, κυρίως στον πυρροτίνη ( $\text{Fe}_{(1-x)}\text{S}$ ) και στον πυρίτη ( $\text{FeS}_2$ ), καθώς και σε σουλφίδια του χαλκού, κυρίως στον χαλκοπυρίτη ( $\text{CuFeS}_2$ ). Σχεδόν πάντοτε, συνυπάρχουν ορυκτά κοβαλτίου, καθώς και ενώσεις της ομάδας της πλατίνας (Pt, Os, Ir, Rh, Ru, Rd). Τα θειούχα μεταλλεύματα αποτελούν σήμερα τη μεγαλύτερη πηγή νικελίου, προέρχονται δε από βαθιές, δύσκολα να εξορυχθούν, αποθέσεις. Επειδή το κόστος της υπογείου εκμεταλλεύσεως αυξάνει σταθερά και η εκμετάλλευση των θειούχων γίνεται προβληματική, μεγάλη προσπάθεια έχει γίνει για την αξιοποίηση της κύριας πηγής νικελίου, τους λατερίτες.

Τα οξειδωμένα μεταλλεύματα αποτελούν το 85% από τα παγκόσμια γνωστά αποθέματα (εκτός των ωολιθικών) και από αυτά προέρχεται και το μεγαλύτερο μέρος της παγκόσμιας παραγωγής νικελίου. Όπως φαίνεται στον Πίνακα 1.2 οι σημαντικότερες εμφανίσεις λατεριτών βρίσκονται στη Νέα Καληδονία, την Ινδονησία, τις Φιλιππίνες και την Κούβα, ενώ των θειούχων βρίσκονται στον Καναδά, στη Σοβιετική Ένωση, την Αυστραλία και τη Νότια Αφρική. Ίδια σχεδόν παρατήρηση προκύπτει και από τον Πίνακα 1.3. [1]

Πίνακας 1.2: Παγκόσμια αποθέματα νικελίου (σε χιλιάδες τόνους)

ΧΩΡΑ	ΤΥΠΟΣ ΜΕΤΑΛΛΕΥΜΑΤΟΣ	ΑΠΟΘΕΜΑΤΑ
<b>ΑΦΡΙΚΗ</b>		
Botswana	θειούχα	
Νοτιοαφρικανική Ένωση	Θειούχα	
Zimbabwe	Θειούχα	
<b>ΜΕΡΙΚΟ ΣΥΝΟΛΟ</b>		2300
<b>ΒΟΡΕΙΟΣ ΑΜΕΡΙΚΗ</b>		
Η.Π.Α.	Λατερίτες	360
Καναδάς	Θειούχα	8700
<b>ΜΕΡΙΚΟ ΣΥΝΟΛΟ</b>		9060
<b>ΕΥΡΩΠΗ</b>		
Ελλάδα	Λατερίτες	
Γιουγκοσλαβία	Λατερίτες	
Ε.Σ.Σ.Δ.	Λατερίτες - Θειούχα	
Φινλανδία	Θειούχα	
<b>ΜΕΡΙΚΟ ΣΥΝΟΛΟ</b>		8100
<b>ΚΕΝΤΡΙΚΗ ΑΜΕΡΙΚΗ και ΝΗΣΙΑ ΚΑΡΑΪΒΙΚΗΣ</b>		
Γουατεμάλα	Λατερίτες	300
Δομινικανή Δημοκρατία	Λατερίτες	1100
Κούβα	Λατερίτες	3400
<b>ΜΕΡΙΚΟ ΣΥΝΟΛΟ</b>		4800
<b>ΝΟΤΙΑ ΑΜΕΡΙΚΗ</b>		
Βραζιλία	Λατερίτες	460
Κολομβία	Λατερίτες	900
<b>ΜΕΡΙΚΟ ΣΥΝΟΛΟ</b>		1360
<b>ΩΚΕΑΝΙΑ</b>		
Αυστραλία	Λατερίτες - Θειούχα	5600
Ινδονησία	Λατερίτες	7800
Νέα Καληδονία	Λατερίτες	15000
Φιλιππίνες	Λατερίτες	5700
<b>ΜΕΡΙΚΟ ΣΥΝΟΛΟ</b>		34100

Πίνακας 1.3: Επί τοις εκατό παγκόσμια αποθέματα νικελίου

Χώρα	Οξειδωμένα (%)	Θειούχα (%)
Καναδάς	-	9,3
Η.Π.Α.	0,2	-
Κούβα	4,8	-
Δομινικανή Δημοκρατία	1,0	-
Γουατεμάλα	0,6	-
Κολομβία	1,7	-
Βενεζουέλα	0,8	-
Βραζιλία	0,5	-
Ροδεσία	-	0,2
Μποτσβάνα	-	0,3
Μαδαγασκάρη	0,9	-
Γιουγκοσλαβία	0,8	-
Ελλάδα	0,1	-
Ε.Σ.Σ.Δ.	15,6	3,8
Νέα Καληδονία	43,0	-
Αυστραλία	2,1	1,2
Ινδονησία	3,3	-
Φιλιππίνες	7,5	-
Διάφορες χώρες	2,3	-
<b>ΣΥΝΟΛΟ</b>	<b>85,2</b>	<b>14,8</b>

Η τρίτη κατηγορία αποθεμάτων νικελίου έχει εντοπιστεί και βρίσκεται μαζί με μαγγάνιο σε ωολίθους των βυθών των ωκεανών. Η μέση χημική σύνθεση αυτών των ωολίθων είναι: Mn 10-40%, Ni 1 -2%, Cu 1 -2%, Co 0,1 -0,3% και άλλα μέταλλα 0,2-0,5%. Οι ωόλιθοι είναι συγκεντρωμένοι σε ορισμένες περιοχές του θαλάσσιου βυθού, ειδικότερα στην ονομαζόμενη ζώνη του Ειρηνικού Ν.Α της Χαβάης, καθώς και στον Β.Ατλαντικό.

Κύρια πηγή παλαιομετάλλων, κατάλληλων για την παραγωγή νικελίου, αποτελούν οι μεταλλουργίες παραγωγής ανοξειδωτων και άλλων νικελιούχων χαλύβων, καθώς και οι μηχανουργικές εγκαταστάσεις που τις επεξεργάζονται. Η ανάκτηση του νικελίου γίνεται συνήθως με απευθείας ανακύκλωση σε κατάλληλες μεταλλουργικές εγκαταστάσεις.

Τα νικελιούχα υπολείμματα μεταλλουργικών βιομηχανιών είναι συνήθως προϊόντα της διεργασίας καθαρισμού, κατά την κατεργασία μεταλλευμάτων που περιέχουν ποσότητα νικελίου. Χαρακτηριστικό παράδειγμα αποτελεί η μεταλλουργία χαλκού.

Λόγω του τρόπου σχηματισμού τους, οι λατεριτικές αποθέσεις διαφέρουν ευρύτατα σε ότι αφορά στη χημική και στην ορυκτολογική τους σύσταση. Διακρίνονται οι λειμωνιτικές αποθέσεις και οι πυριτικές. Οι λειμωνιτικές έχουν ως χαρακτηριστικό το ότι περιέχουν πολύ σίδηρο και λίγο μαγνήσιο, το δε οξείδιο του νικελίου βρίσκεται με τη μορφή στερεού διαλύματος στα οξείδια του σιδήρου. Οι πυριτικές έχουν πολύ πυρίτιο και μαγνήσιο, χαμηλό σε σίδηρο. Σε αυτές το νικέλιο, ο σίδηρος και το κοβάλτιο βρίσκονται σε διάφορες αναλογίες, αντικαθιστώντας μέρος του μαγνησίου. Γίνεται έτσι φανερό ότι το νικέλιο μπορεί να βρεθεί σε όλα τα ορυκτά που αποτελούν το λατερίτη (Πίνακας 1.4) [1]

Πίνακας 1.4: Προσεγγιστική σύνθεση των δύο τύπων λατεριτών επί τοις εκατό

	Ni	Co	Fe	MgO	SiO <sub>2</sub>	Cr
<b>Λειμωνιτικός ή οξειδωμένος τύπος</b>	0,8-1,5	0,1-0,2	44-55	5	2-12	1,5-5
<b>Πυριτικός τύπος</b>	1,0-3,0	0,02-0,1	10-40	5-30	20-45	1-2

### 1.3.3 Οι χρήσεις του νικελίου

Το νικέλιο έχει ζωτική σημασία στη σύγχρονη τεχνολογία και κυρίως στην παραγωγή του ανοξειδωτου χάλυβα μέσω του κράματος του σιδηρονικελίου, στην οποία καταναλώνεται το 66 % της παραγωγής του. Ένα ποσοστό 12%, περίπου, απορροφάται στην παραγωγή χαλύβων χαμηλής περιεκτικότητας σε Ni, ενώ η

βιομηχανία μη σιδηρούχων κραμάτων με βάση το Ni, τον χαλκό (Cu) και το κοβάλτιο (Co) καταναλώνει το 5%. Ένα 3% καταναλώνεται στην παραγωγή χυτών τεμαχίων χάλυβα και η υπόλοιπη παραγωγή αξιοποιείται στη χημική βιομηχανία, όπου η επινικελίωση απορροφά περίπου το 7%. Η ηλεκτρολυτική επικάλυψη του χάλυβα με νικέλιο καθιστά τις επιφάνειες ανθεκτικές στη διάβρωση. Καταλύτες νικελίου χρησιμοποιούνται στην αεριοποίηση του άνθρακα, στην υδρογόνωση ακόρεστων οργανικών ενώσεων και άλλες χρήσεις, όπως οι μπαταρίες Ni-Cd, τα χρώματα και τα κεραμικά. [a]



#### 1.4 Μεταλλουργικά προϊόντα νικελίου

Σήμερα το νικέλιο παράγεται και διατίθεται με τη μορφή τριών κυρίως προϊόντων: καθαρό νικέλιο, σιδηρονικέλιο και οξείδιο του νικελίου. [1]

##### 1.4.1 Καθαρό νικέλιο

Το καθαρό νικέλιο χαρακτηρίζεται από την περιεκτικότητά του σε νικέλιο και κοβάλτιο. Με βάση την ελάχιστη περιεκτικότητα σε νικέλιο και κοβάλτιο οι προδιαγραφές ASTM καθορίζουν δύο κύριους τύπους: το ηλεκτρολυτικό νικέλιο και το 'A Nickel' με περιεκτικότητες 99,95% και 99,40% Ni και Co, αντίστοιχα. Στον Πίνακα 1.5 παρουσιάζονται οι αναλύσεις του καθαρού νικελίου των κυριότερων παραγωγών.

Πίνακας 1.5 : Εμπορικές ποιότητες καθαρού νικελίου

	<b>INCO Κάθοδοι</b>	<b>INCO Ni Mond</b>	<b>FALCONBRIDGE Κάθοδοι</b>	<b>Nickel 98</b>	<b>SH. GORDON Briquettes</b>	<b>SLN Rondelles</b>
<b>(Ni + Co) %</b>	99,95	99,95	99,95	99,70	99,97	99,70
<b>Κοβάλτιο %</b>	0,01	0,0005	0,015	0,0005	0,07	0,45
<b>Θείο %</b>	ίχνη	ίχνη	ίχνη	0,0004	0,003	0,004
<b>Διάφορα %</b>	0,05	0,05	0,05		0,02	0,30
<b>Χαλκός %</b>				0,0005		
<b>Σίδηρος %</b>				0,005		
<b>Οξυγόνο %</b>				0,25		

Το ηλεκτρολυτικό νικέλιο διατίθεται στο εμπόριο υπό μορφή πλακιδίων (cathode squares), πλινθωμάτων (blocks) και στρογγυλεμένων τεμαχιδίων (shots). Αντίθετα, το καθαρό νικέλιο συναντάται υπό μορφή κυλινδρίσκων (rondelles), σφαιρών (pellets) και κόνεως (powder). [1]

#### 1.4.2 Σιδηρονικέλιο

Χαρακτηριστικό γνώρισμα, από απόψεως χημικής συστάσεως, είναι η αναπόφευκτη παρουσία σημαντικής ποσότητας κοβαλτίου. Το ποσοστό αυτό εξαρτάται από τη σχέση Co/Ni του αρχικού μεταλλεύματος, η οποία επανευρίσκεται ελαφρά μειωμένη στο προκύπτον σιδηρονικέλιο.

Η παρουσία του κοβαλτίου περιορίζει τη χρήση του σιδηρονικελίου για την παρασκευή νικελιούχων χυτοχαλύβων. Διατίθενται διάφοροι τύποι σιδηρονικελίου με σύσταση που ποικίλλει σε ευρέα όρια.

Στον Πίνακα 1.6 παρουσιάζονται αναλύσεις διαφόρων ποιοτήτων της εταιρείας Le Nickel, όπως και των εταιρειών Hanna και Larco. [1]

Πίνακας 1.6: Ποιότητες FeNi των κυριότερων παραγωγών

		SLN FN1	SLN FN2	SLN FN3	SLN FN4	SLN FN- C	HANNA	LARCO
(Ni + Co)	%	20-30	20-30	20-30	20-28	22-28	49	25-30
Co	%	0,60	0,60	0,60	0,60	0,65		
S max.	%	0,04	0,04	0,04	0,28	0,07	0,005	0,04
C	%	0,04	1,00	1,5-1,8	2,0	1,5-1,8	0,02	0,02
Si	%	0,04		1,8-3	1,8-3	1,5-2,5	0,90	0,02
As	%							0,20
Cu	%						0,10	
P	%	0,03		0,03	0,03	0,03	0,01	0,01
Cr	%			1,2-1,8	1,2-1,8	1,4-1,8	0,02	0,02
Fe	%	Υπόλ.	Υπόλ.	Υπόλ.	Υπόλ.	Υπόλ.	Υπόλ.	Υπόλ.

### 1.4.3 Οξείδιο νικελίου

Εξάγεται τόσο από τα οξειδωμένα, όσα και από τα θειούχα μεταλλεύματα, ως τελικό ή ενδιάμεσο προϊόν της μεταλλουργικής διαδικασίας. Διατίθεται υπό μορφή κοκκώδους υλικού (granules), συσσωματώματος (sinter) ή κόνεως (powder). Στον Πίνακα 1.7 δίνονται αναλύσεις των ποιοτήτων που παρασκευάζονται από τους κυριότερους παραγωγούς. [1]

Πίνακας 1.7: Εμπορικές ποιότητες νικελίου των κυριότερων παραγωγών

		INCO	INCO	ΡΩΣΣΙΚΟ	NICARO	LE NICKEL
Νικέλιο	%	77	90	76	88	78
Κοβάλτιο	%	0,15		0,5	0,7	0,35
Χαλκός max	%	0,0035	0,25	0,5	0,04	0,05
Σίδηρος max	%	0,035		0,3	0,3	0,08
Θείο max	%	0,15	0,005	0,02	0,05	0,002

### 1.5 Μέθοδοι εξαγωγής νικελίου

Η ανάκτηση του νικελίου από τους λατερίτες είναι δύσκολη λόγω της πολύπλοκης ορυκτολογικής τους σύστασης και της περιορισμένης δυνατότητας εφαρμογής γνωστών τεχνολογιών. Η ποικιλία των μεταλλευμάτων (επομένως και της χημικής τους σύστασης) και η έλλειψη του συγκεκριμένου νικελιούχου ορυκτού που να μπορεί να ανακτηθεί με τις συμβατικές φυσικές ή φυσικοχημικές μεθόδους

εμπλουτισμού, αντιπροσωπεύουν τις κύριες αιτίες της σχετικά περιορισμένης εκμετάλλευσης των λατεριτών.

Παραπέρα δυσκολίες παρουσιάζονται από το γεγονός ότι μέσα στο μέταλλευμα υπάρχουν και άλλα μέταλλα, τα οποία δεν μπορούν να εξαχθούν οικονομικά, όπως ο σίδηρος, το κοβάλτιο, το χρώμιο. Γενικά, η πολυμορφία των μεταλλευμάτων οδήγησε στην ανάπτυξη μιας ποικιλίας μεθόδων εξαγωγής του νικελίου, κάποιες από τις οποίες βρίσκονται σε εμπορική λειτουργία και είναι Πυρομεταλλουργικές, Υδρομεταλλουργικές ή συνδυασμοί Πυρό- και Υδρομεταλλουργίας.

Κάθε μία από τις μεθόδους εξαγωγής του νικελίου εφαρμόζεται και σε διαφορετικό τύπο λατερίτη, ανάλογα δηλαδή με τις ιδιαιτερότητες του μεταλλεύματος που θα υποστεί επεξεργασία κάθε φορά. [1]

### **1.5.1 Εξαγωγική μεταλλουργία του νικελίου**

#### Πυρομεταλλουργικές μέθοδοι

Οι πυρομεταλλουργικές μέθοδοι αναφέρονται στην παραγωγή σιδηρονικελίου (FeNi) και matte. Στην περίπτωση του FeNi, το νικέλιο και ο σίδηρος ανάγονται και σε ρευστή κατάσταση διαχωρίζονται από τη σκουριά. Στην περίπτωση της matte απαιτείται η προσθήκη θείου στο τηγμένο σιδηρονικέλιο. Για να αποφευχθεί η εκρηκτική έκλυση ατμού στην ηλεκτροκάμινο τήξης, αλλά και για καλύτερη εργονομία, ο τροφοδοτούμενος λατερίτης ξηραίνεται ή προθερμαίνεται μέχρι τους 900 °C, περίπου.

Όσον αφορά στα μικτά θειούχα μεταλλεύματα σιδήρου-νικελίου-χαλκού, η διαδικασία αποτελείται από τήξη και ακολουθεί η μεταλλαγή της matte που λαμβάνεται, ώστε να απομακρυνθεί ο σίδηρος. Τελικά παράγεται matte με 50% Ni και 25% Cu. Για να επιτευχθεί βέβαια ο τελικός στόχος υπάρχουν αρκετές τεχνικές όπως:

- Τήξη της matte με  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  σε κάμινο ανάτηξης και δημιουργία δύο μη αναμίξιμων φάσεων στο τήγμα,  $\text{Cu}_2\text{S}$  στην επιφάνεια και  $\text{Ni}_3\text{S}_2$  στον πυθμένα.
- Αργή ψύξη της matte για παραγωγή κρυστάλλων  $\text{Cu}_2\text{S}$  και εκφυλισμένης ευτηκτικής φάσης  $\beta - \text{Ni}_3\text{S}_2$ , η οποία σε περαιτέρω βραδεία ψύξη μετασχηματίζεται σε  $\alpha - \text{Ni}_3\text{S}_2$  αποβάλλοντας  $\text{Cu}_2\text{S}$ , που διαχέεται σε πλούσιους σε χαλκό κρυστάλλους. Ακολουθεί διαχωρισμός με θραύση, λειοτρίβηση και επίπλευση.

- Διεργασία καρβονυλίωσης, κατά την οποία η matte αφού στεροποιηθεί θραύεται, λειοτριβείται και υποβάλλεται σε οξειδωτική φρύξη, από όπου παράγεται οξείδιο του νικελίου. Ακολουθεί αναγωγική φρύξη σε περιστροφικό κλίβανο φωταερίου, στους 400 °C. Το νικέλιο εξαερώνεται με μορφή  $\text{Ni}(\text{CO})_4$  με έκθεση του σε Co στους 50 °C και υψηλή πίεση, και αποσυντίθεται σε πύργο pellets παρασκευής νικελίου στους 180 °C. [1]

### Υδρομεταλλουργικές μέθοδοι

Οι υδρομεταλλουργικές μέθοδοι κατεργασίας του λατερίτη αναφέρονται στην εκχύλιση με αμμωνία και στην εκχύλιση με θειϊκό οξύ σε υψηλή θερμοκρασία και πίεση.

Στην εκχύλιση με αμμωνία, κατά τη μέθοδο Nicaro, απαιτείται προθέρμανση και αναγωγή του μεταλλεύματος, καθώς και στην παραγωγή του  $\text{FeNi}$ . Όταν ο χαλκός και το κοβάλτιο, βρίσκονται σε αξιόλογα ποσοστά, τότε η εκχύλιση γίνεται υπό πίεση όπου η αμμωνία διαλυτοποιεί το νικέλιο, τον χαλκό και το κοβάλτιο, δίνοντας αμίνες. Ακολουθεί υδρομεταλλουργικός διαχωρισμός και η ανάκτηση του νικελίου ολοκληρώνεται με αναγωγή, σε μορφή κόνεως, με υδρογόνο (μέθοδος Sheritt-Gordon).

Η μέθοδος εκχύλισης με οξύ περιλαμβάνει τη διαλυτοποίηση του νικελίου και κοβαλτίου σε θειϊκό οξύ, σε υψηλές θερμοκρασίες και πιέσεις. Κύρια λειτουργική επιβάρυνση της μεθόδου είναι το κόστος του θειϊκού οξέος, του οποίου η κατανάλωση αυξάνει όσο αυξάνει η περιεκτικότητα του μεταλλεύματος σε μαγνήσιο. [1]

## **1.6 Παραγωγή νικελίου στην Ελλάδα**

Η εταιρεία ΛΑΡΚΟ Α.Ε. είναι ο μοναδικός φορέας αξιοποίησης των σιδηρονικελιούχων κοιτασμάτων της χώρας και ο μοναδικός παραγωγός νικελίου στην Ευρώπη από κοιτάσματα κοινοτικού χώρου. Ιδρύθηκε ως θυγατρική της εταιρείας Λιπασμάτων, το 1963. Το 1966 χάραξε έναν καινούριο δρόμο παραγωγής νικελίου (εκμετάλλευση μεταλλείων Ευβοίας και παραγωγή σιδηρονικελίου, αντί της παραγωγής ηλεκτρολυτικού νικελίου από τα μεταλλεύματα του Αγίου Ιωάννη Λοκρίδος) και κατέκτησε μια σοβαρή θέση ανάμεσα στους σημαντικούς παραγωγούς νικελίου. Η ποιότητα των προϊόντων της, αναγνωρισμένη από τους πελάτες της, ήταν αποτέλεσμα πρωτότυπης



τεχνολογίας, που εφαρμόστηκε από Έλληνες τεχνικούς (μέθοδος Μούσουλος, MLAR).

Η ΛΑΡΚΟ εκμεταλλεύεται νικελιούχους λατερίτες με υπόγειες και επιφανειακές εκμεταλλεύσεις στη Στερεά Ελλάδα στην περιοχή Λοκρίδας, στην Εύβοια και στην Καστοριά. Με τις σημερινές οικονομοτεχνικές συνθήκες, τα αποθέματα των μεταλλείων είναι ικανά να στηρίξουν τη λειτουργία του εργοστασίου για αρκετά χρόνια. Η μεταλλευτική έρευνα συνεχίζεται και μάλιστα με αρκετά γρήγορους ρυθμούς. Για σημαντικά κοιτάσματα της Ευβοίας, οι δοκιμές εμπλουτισμού που ξεκίνησαν στα μέσα της δεκαετίας 1979-1989 έδωσαν τέτοια αποτελέσματα, ώστε σήμερα να λειτουργεί εγκατάσταση με μαγνητικό διαχωρισμό και βαρέα διάμεσα.

Το νικέλιο της ΛΑΡΚΟ αποτελεί την τροφοδοσία των μεγαλύτερων Ευρωπαϊκών βιομηχανιών παραγωγής ανοξείδωτου χάλυβα. Αυτές οι βιομηχανίες όπως η Krupp, Thyssen, Nirosta Γερμανίας, η Avesta, Sheffield Αγγλίας, η Outokumpu Φιλανδίας, η Accerinox Ισπανίας κ.α., παράγουν περίπου το 45% της παραγωγής ανοξείδωτου χάλυβα στο δυτικό κόσμο και καταναλώνουν άνω των 280000 τόνων πρωτογενούς νικελίου/έτος. Η παραγωγή της ΛΑΡΚΟ ανέρχεται στο 2-3%, περίπου, της παραγωγής νικελίου του δυτικού κόσμου και αντιστοιχεί στο 6-7% της κατανάλωσης πρωτογενούς νικελίου της Ευρωπαϊκής χαλυβουργίας ανοξείδωτου χάλυβα.

Δύο στοιχεία θα πρέπει να τονιστούν για την παραγωγή σιδηρονικελίου στην Ελλάδα. Το πρώτο είναι ότι στη ΛΑΡΚΟ γίνεται κατεργασία του φτωχότερου λατερίτη στον κόσμο, με περιεκτικότητα σε νικέλιο γύρω στο 1% και το δεύτερο στοιχείο είναι η μοναδική στον κόσμο περίπτωση εκμεταλλεύσεως των υπογείων κοιτασμάτων λατερίτη.

Στον εργοστασιακό χώρο έχει δοθεί ιδιαίτερη έμφαση στη βελτίωση της μορφής του προϊόντος, στην προστασία του περιβάλλοντος, στην ανακύκλωση και στη διάθεση των παραπροϊόντων. Έτσι, σήμερα παράγεται μόνο κοκκοποιημένο σιδηρονικέλιο (ferro-nickel). Παράλληλα επιτεύχθηκε η ανακύκλωση των κόνεων των περιστροφικών καμίνων (Π/Κ) σε ποσοστό μεγαλύτερο του 90% και διάθεση στην αγορά μεγάλου μέρους των παραγόμενων σκωριών. Τέλος, στον τομέα, προστασίας του περιβάλλοντος πραγματοποιήθηκαν σημαντικά έργα, όπως η τοποθέτηση ηλεκτρόφιλτρων και σακκόφιλτρων για τη συλλογή των κόνεων και η κατασκευή κεντρικής καμινάδας για τα καπναέρια των περιστροφικών καμίνων (Π/Κ), ύψους 155 μέτρα. [11]

### 1.6.1 Περιγραφή πυρομεταλλουργικής μεθόδου της ΛΑΡΚΟ

Η πυρομεταλλουργική μέθοδος της ΛΑΡΚΟ εντάσσεται στις μεθόδους που συνδυάζουν προαναγωγική φρύξη σε περιστροφική κάμινο με αναγωγική τήξη σε ηλεκτρική κάμινο και εξευγενισμό του παραγόμενου μετάλλου σε μεταλλάκτη με εμφύσηση οξυγόνου. Ειδικότερα η πυρομεταλλουργική μέθοδος που εφαρμόζεται στο μεταλλουργικό εργοστάσιο της Λάρυμνας περιλαμβάνει τα παρακάτω στάδια επεξεργασίας:

- Θραύση και ομογενοποίηση των λατεριτικών νικελιούχων μεταλλευμάτων και ελεγχόμενη ανάμιξή τους με στερεά καύσιμα για τη δημιουργία μίγματος καθορισμένης σύστασης
- Θέρμανση μέχρι τους 870 °C περίπου και μερική αναγωγή των μεταλλευμάτων του μεταλλουργικού μίγματος σε Π/Κ
- Αναγωγική θέρμανση και τήξη μέχρι τους 1450 °C του προϊόντος εξαγωγής των περιστροφικών καμίνων σε Η/Κ εμβαπτισμένου τόξου ανοικτού λουτρού για την παραγωγή τηγμένου κράματος Fe-Ni (12-16%Ni) και θαλάσσια απόρριψη στον Ευβοϊκό Κόλπο μετά από κοκκοποίηση με θαλασσινό νερό της παραγόμενης σκωρίας
- Εξευγενισμός του τηγμένου κράματος Fe-Ni (12-16%Ni) των ηλεκτρικών καμίνων σε μεταλλάκτες OBM με εμφύσηση οξυγόνου και προσθήκη ασβέστη σε θερμοκρασίες μέχρι 1700 °C για την παραγωγή κοκκοποιημένου κράματος Fe-Ni (18-24%Ni) με χρήση θαλασσινού νερού.

Από την πιο πάνω περιγραφή προκύπτει ότι η παρούσα πυρομεταλλουργική μέθοδος επεξεργασίας εκμεταλλεύεται κατ' αρχήν τα πλεονεκτήματα της περιστροφικής καμίνου με κατ' αντιρροή κίνηση στερεού φορτίου και καπναερίων (δηλαδή υψηλή θερμική απόδοση, φθηνά αναγωγικά καύσιμα χωρίς να υπάρχει ανάγκη για συσσωμάτωση της τροφοδοσίας).

Η ανώτατη θερμοκρασία εξαγωγής του προϊόντος της περιστροφικής καμίνου, που επηρεάζει άμεσα τις ενεργειακές απαιτήσεις της αναγωγικής τήξης στην ηλεκτρική κάμινο, καθορίζεται λίγο πιο κάτω από το όριο ημίτηξής του, για την αποφυγή δημιουργίας δακτυλιδιών (χιτώνων) στη ζώνη των υψηλών θερμοκρασιών, που απορυθμίζουν τη λειτουργία και προκαλούν φθορές στην πυρίμαχη επένδυση της Π/Κ.

Η προαναγωγή τέλος του φορτίου της περιστροφικής καμίνου σε υψηλή θερμοκρασία με φθηνά καύσιμα, μειώνει σημαντικά (έως 50%) την κατανάλωση ηλεκτρικής ενέργειας, που είναι η ακριβότερη μορφή ενέργειας, για αναγωγική τήξη στην ηλεκτρική κάμινο. Παράλληλα, η χρήση της Η/Κ παρέχει στη μέθοδο

τη δυνατότητα επίτευξης ρυθμιζόμενων υψηλών θερμοκρασιών για τήξη με μεταβολή της ειδικής κατανάλωσης ηλεκτρικής ενέργειας (kWh/t τροφοδοσίας).

Το βασικό προϊόν της παραγωγικής διαδικασίας είναι το κοκκοποιημένο FeNi 22%, ενώ παραπροϊόντα αποτελούν οι παραγόμενες σκωρίες από τις H/K και τους μεταλλάκτες OBM. Η καθαρότητα του κράματος του FeNi 22% (P=0,015%, S=0,04% και C=0,02%), η αυξημένη περιεκτικότητά του σε Fe (75-80%), η περιεκτικότητά του σε Co (περίπου 1.1%) που δεν κοστολογείται (αξίας ίσης με το 30-50% της αξίας του νικελίου) και η κοκκοποιημένη μορφή στην οποία διατίθεται (που διευκολύνει τη μηχανοποίηση της διακίνησής του ως υλικού προς χαλυβοποίηση) καθιστούν το Ελληνικό σιδηρονικέλιο από τις πιο ελκυστικές πρώτες ύλες στη μεταλλουργία παραγωγής ανοξείδωτων χαλύβων, που απορροφά το 45% της παγκόσμιας παραγωγής νικελίου.

Με την παρούσα ποιότητα λατεριτικού μεταλλεύματος κατά την παραγωγή 1 t Ni με FeNi 22% παράγονται περίπου 100 t κοκκοποιημένης σκωρίας, που για μέση παραγωγή 20000 t Ni/y αντιστοιχεί σε 2000000 t/y. Από την ποσότητα αυτή περίπου 600000 t/y απορροφούνται από την Ελληνική τσιμεντοβιομηχανία κυρίως ως μετρίως ποζολανικό υλικό και δευτερευόντως ως σιδηρούχο υλικό προσθήκης, 100000 t/y διατίθενται σε εγχώριες βιοτεχνίες για παραγωγή υλικού αμμοβολής ύστερα από κατάλληλη επεξεργασία, ενώ η υπόλοιπη ποσότητα, περίπου 1200000 t/y, ποντίζεται με φορτηγίδες σε προκαθορισμένη περιοχή του Β. Ευβοϊκού κόλπου.

Η παραγόμενη ποσότητα σιδηρούχου σκωρίας (60% Fe) από τους μεταλλάκτες OBM ανέρχεται σε περίπου 86000 t/y (ή 4,3 t/t FeNi 22%). Η σκωρία αυτή θραύεται στα -5mm σε ειδική εγκατάσταση για την περισυλλογή με ηλεκτρομαγνήτες του περιεχομένου σε αυτή FeNi, που ανακυκλώνεται στους μεταλλάκτες OBM μαζί με τα άλλα scraps της παραγωγικής διαδικασίας, με σκοπό τον έλεγχο της θερμοκρασίας. Η θραυσμένη σκωρία εξαιτίας του μεγάλου ειδικού βάρους της (περίπου 4,5 g/cm<sup>3</sup>) διατίθεται καθ' ολοκληρία στο εξωτερικό για υποθαλάσσιες κατασκευές (π.χ. κατασκευή υποθαλάσσιων αγωγών πετρελαίου, πόντιση τηλεφωνικών και ηλεκτρικών καλωδίων κ.α).

Από περιβαλλοντική άποψη για την επεξεργασία 100 t φυσικού μεταλλεύματος με 1,07% Ni, υγρασία 4,5% επί φυσικού λατερίτη και συνολική μεταλλουργική απόδοση 84% απαιτείται / προκύπτει:

- Προσθήκη 18,2 t λιγνίτη, 5,4 t γαιάνθρακα, 10,0 t pellets και 1,6 t μαζούτ
- Παραγωγή 120000 Nm<sup>3</sup> καυσαερίων με 18,3% κ.ο.CO<sub>2</sub>, 0,5% κ.ο.CO και 12 kg σκόνης

- Κατανάλωση 100 m<sup>3</sup> βιομηχανικού νερού στην εγκατάσταση παραγωγής αποσκληρυνμένου νερού, για ψύξη μεγάλων κινητήρων συνεχούς ρεύματος, στην υγρή αποκονίωση των Π/Κ και σε άλλες χρήσεις
- Κατανάλωση 51,6 MWh ηλεκτρικής ενέργειας και 0,3 t πάστας ηλεκτροδίων
- Παραγωγή 19000 Nm<sup>3</sup> καυσαερίων Η/Κ με 17,5% κ.ο. CO<sub>2</sub>
- Κατανάλωση 1870 m<sup>3</sup> θαλασσινού νερού κοκκοποίησης σκωρίας Η/Κ
- Κατανάλωση 940 m<sup>3</sup> θαλασσινού νερού περιφερειακής ψύξης Η/Κ
- Παραγωγή 85,9 t κοκκοποιημένης σκωρίας Η/Κ και 16,8 t σκωρίας μεταλλακτών
- Θαλάσσια απόθεση μεγάλου ποσοστού της παραγόμενης κοκκοποιημένης σκωρίας υπό μη ελεγχόμενες συνθήκες
- Κατανάλωση 0,42 t μεταλλουργικού ασβέστη, 0,13 t πυριμάχων και 0,05t βουτανίου
- Συνολική παραγωγή 410.000 Nm<sup>3</sup> καυσαερίων και 52300 Nm<sup>3</sup> CO<sub>2</sub>.

Η παραγωγική διεργασία που ακολουθείται μπορεί να αναλυθεί στις παρακάτω επί μέρους φάσεις:

1. Παραλαβή και αποθήκευση πρώτων και βοηθητικών υλών (μεταλλεύματα, στερεά καύσιμα κ.τ.λ.), ανάμειξη με στερεά καύσιμα για τη διαμόρφωση κατάλληλου μεταλλουργικού μίγματος (M/M)

2. Προθέρμανση και μερική αναγωγή του M/M σε τέσσερις Π/Κ, συνολικής δυναμικότητας 450 t μείγματος/ ώρα

3. Αναγωγική τήξη του προϊόντος των Π/Κ σε πέντε ηλεκτρικές καμίνους εμβαπτισμένου τόξου (Η/Κ) συνολικής εγκατεστημένης ισχύος 154 kWh για παραγωγή χαμηλής περιεκτικότητας πρωτογενούς σιδηρονικελίου (~ 15% Ni)

4. Εμπλουτισμός σε νικέλιο και εξευγενισμός του παραγομένου σιδηρονικελίου σε δύο μεταλλάκτες (M/T) τύπου O.B.M δυναμικότητας 50 t έκαστος και κοκκοποίηση, διακίνηση, αποθήκευση και διάθεση του τελικού προϊόντος

Όπως προκύπτει από την παραγωγική διαδικασία κατά την 3<sup>η</sup> φάση πραγματοποιείται ο βασικός διαχωρισμός της φάσεως της σκωρίας από το μεταλλικό Ni.

Από τις ηλεκτρικές καμίνους η σκωρία εξέρχεται μέσω υδρόψυκτου αγωγού σε θερμοκρασία 1200-1500 °C και προσπίπτει σε ρεύμα θαλασσινού νερού όπου ψύχεται ακαριαία και κοκκοποιείται. Στη συνέχεια συγκεντρώνεται σε δεξαμενή προς περαιτέρω διάθεση. Λόγω της χαμηλής περιεκτικότητας του μεταλλεύματος σε Ni ο όγκος της παραγόμενης σκωρίας είναι πολύ μεγάλος.

Οι τυπικές πρώτες ύλες της μεταλλουργικής μονάδας παραγωγής σιδηρονικελίου παρατίθενται στον παρακάτω πίνακα.

Πίνακας 1.8: Τυπική σύσταση πρώτων υλών

Υλικό	Ρυθμός τροφοδοσίας (t/h)
Λατερίτης	294,0
Γαιάνθρακας	13,2
Λιγνίτης	61,8
Μαζούτ	4,7
Οξυγόνο	3,0
Άσβεστος	1,6
Πυρίμαχα	0,4

Το μεταλλουργικό μίγμα (πρώτες ύλες και καύσιμα) οδηγείται στα σιλό τροφοδοσίας και τροφοδοτείται στις Π/Κ. Ωστόσο τόσο το μέταλλευμα – λατερίτης όσο και τα καύσιμα περιέχουν σημαντικές ποσότητες λεπτόκοκκου υλικού. Στον Πίνακα παρουσιάζεται ενδεικτικά η κοκκομετρία των πρώτων υλών που τροφοδοτούνται στις Π/Κ. Τα αέρια απόβλητα των Π/Κ περιέχουν σκόνη με συγκέντρωση 50-120 gr/Nm<sup>3</sup>. Οι ποσότητες σκόνης που παράγονται ανέρχονται σε 6000 t/y και εκτιμάται ότι αποτελούν το 7% της τροφοδοσίας του φυσικού λατερίτη.

Πίνακας 1.9: Τυπική κοκκομετρία πρώτων υλών

Λατερίτης		Γαϊάνθρακας		Λιγνίτης Πολύδας		Pellets	
(mm)	Βάρος (%)	(mm)	Βάρος (%)	(mm)	Βάρος (%)	(mm)	Βάρος (%)
+13,33	9	+26,67	1,2	+3,33	1,5	+13,3	31,6
+6,68	17,9	+18,85	2,8	+1,65	17	+6,68	59,9
+3,33	17,5	+9,42	19,7	+0,83	28,6	+3,33	6,2
+1,65	19,8	+4,7	20	+0,42	23	-3,33	2,2
+0,83	18,9	+2,36	15,8	+0,15	17,2		
-0,83	16,5	+1,17	14,4	-0,15	12,7		
		+0,6	11,9				
		-0,6	14,2				

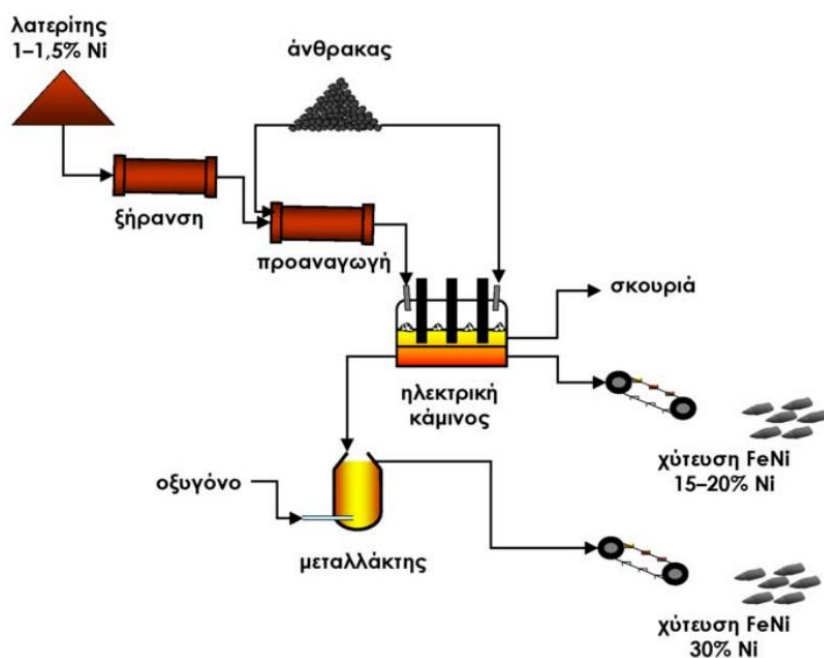
Πίνακας 1.10: Τυπική Ανάλυση αερίων Π/Κ

Συστατικό	% κατ' όγκο
CO <sub>2</sub>	20
CO	0.5
O <sub>2</sub>	1.5
N <sub>2</sub>	78.0 (από διαφορά)
SO <sub>2</sub>	0-0.3

Η τυπική διαδικασία συγκράτησης της σκόνης περιλαμβάνει συνδυασμό ξηρής και υγρής αποκονίωσης με χρήση πολυκυκλώνων και πύργων πλύσης και ξηρή αποκονίωση με ηλεκτροστατικά φίλτρα.

Μετά τους πολυκυκλώνες τα αερία οδηγούνται στους πύργους πλύσης Venturi για δέσμευση της υπόλοιπης ποσότητας σκόνης. Μετά τους πύργους πλύσης τα αέρια ελευθερώνονται στην ατμόσφαιρα με τη βοήθεια ανεμιστήρων τεχνητού ελκυσμού από την κεντρική ή από μικρότερες καπνοδόχους.

Η σκόνη που δεσμεύεται στους πύργους πλύσης οδηγείται σε πυκνωτή, η υπερχειλίση του οποίου ανακυκλώνεται, ενώ τα στερεά συγκεντρώνονται στον πυθμένα και οδηγούνται σε φίλτρα κενού προς απομάκρυνση του νερού. Ο πλακούντας των φίλτρων έχει υγρασία 50% περίπου και οδηγείται στην εγκατάσταση σφαιροποίησης ή στον υπαίθριο χώρο απόθεσης. [2]



Παραγωγή σιδηρονικελίου από σιδηρονικελιούχα μεταλλεύματα όπως γίνεται στο εργοστάσιο της Λάρκο (Λάρυμνα Φθιώτιδας)

## 1.7 Πειράματα που πραγματοποιήθηκαν στο Εργαστήριο Εμπλουτισμού για την Ανάκτηση Νικελίου

### 1.7.1 Εμπλουτισμός αυτόχθονου λατερίτη της περιοχής Καστοριάς (Δρακάκης, 2000)

Αρχικά πραγματοποιήθηκε κοσκίνιση του υλικού στα διάφορα κλάσματα. Οι δοκιμές μαγνητικού διαχωρισμού έγιναν στα κλάσματα +2,8 -5,6mm, +1,0 -2,8mm, +0,3 -1,0mm και -0,3mm από μεταλλεύματα του μεταλλείου Τριάδας της εταιρείας ΛΑΡΚΟ. Τα κλάσματα +0,3 -1,0mm και -0,3mm διαχωρίστηκαν σε μαγνητικό διαχωριστή υψηλής έντασης (High Intensity Induced Roll Magnetic Separator MIH 111-5 της Carpro) ρυθμίζοντας την ένταση του πεδίου στο μέγιστο (3,16amps), τη δόνηση στο 40% και την κρίσιμη ταχύτητα περιστροφής στα 120rpm. Πραγματοποιήθηκαν δύο περάσματα του υλικού, το πρώτο σε ταχύτητα 120 rpm και το δεύτερο σε ταχύτητα 100 rpm. Από το πρώτο πέρασμα συλλέχθηκε το πολύ μαγνητικό υλικό ενώ το μη μαγνητικό ήταν αυτό που οδηγήθηκε στο δεύτερο πέρασμα έτσι ώστε να προκύψει ένα ενδιάμεσο προϊόν και ένα μη μαγνητικό. Τα κλάσματα +2,8 -6mm και +1,0 -2,8mm οδηγήθηκαν στον ταινιοφόρο μαγνητικό διαχωριστή (Perm-Roll). Η κρίσιμη ταχύτητα περιστροφής του τυμπάνου ρυθμίστηκε αρχικά στα 160 rpm και ακολούθησε άλλο ένα

πέρασμα του υλικού στα 120 rpm. Από το πρώτο πέρασμα συλλέχθηκε το πολύ μαγνητικό υλικό ενώ το μη μαγνητικό ήταν αυτό που οδηγήθηκε στο δεύτερο πέρασμα έτσι ώστε να προκύψει ένα ενδιάμεσο προϊόν και ένα τελικό μη μαγνητικό.

Τα προϊόντα των διαχωρισμών αναλύθηκαν και τα αποτελέσματα έδειξαν ότι η περιεκτικότητα του Ni στα μη μαγνητικά μειώνεται με τη μείωση της κοκκομετρίας στα κλάσματα. Ακόμα, η περιεκτικότητα του Ni μειώνεται καθώς λαμβάνονται τα λιγότερο μαγνητικά προϊόντα και παίρνει ακόμα μικρότερες τιμές στα τελικά μη μαγνητικά προϊόντα. Καλύτερα αποτελέσματα διαχωρισμού παρουσιάζονται στα μικρότερα κοκκομετρικά κλάσματα γιατί σε αυτά η αποδέσμευση των κόκκων είναι καλύτερη καθώς και ότι το λεπτόκοκκο κλάσμα είναι πολύ πλούσιο σε Ni. Τέλος, το σύνολο του απορρίμματος είναι πολύ μικρό και δε συμφέρει να υπάρχει μονάδα μαγνητικού διαχωρισμού για να απορρίπτει τόσο μικρή ποσότητα υλικού. [3]

### **1.7.2 Εμπλουτισμός λατερίτη με φυσικές και χημικές διεργασίες (Παναγιωταρά, 2008)**

Η μέθοδος της εκχύλισης επιλέχθηκε για να ανακτηθεί Ni από το χονδρότερο υλικό +0,106 -0,710mm, το οποίο έχει μικρότερη περιεκτικότητα σε Ni σε σύγκριση με το λεπτόκοκκο -0,106mm που μορφοποιήθηκε.

Τοποθετήθηκαν 10g μεταλλεύματος λατερίτη, κοκκομετρίας +0,106 -0,710mm, σε 200ml διαλύματος  $H_2SO_4$ . Ετοιμάστηκαν τέσσερα τέτοια δείγματα έτσι ώστε να παρατηρηθεί το ποσοστό των διαλυτοποιημένων στοιχείων σε σχέση με το χρόνο εκχύλισης και κατά συνέπεια το ποσοστό της ανάκτησής τους. Για την επίτευξη της ανάδευσης του διαλύματος τοποθετήθηκαν σε τράπεζα που ρυθμίστηκε στις 200 στροφές/min. Τα τέσσερα δείγματα διηθήθηκαν τη δεύτερη, την τέταρτη, την όγδοη και τη δέκατη έκτη μέρα από την έναρξη της ανάδευσής τους. Στα επιμέρους διηθήματα πραγματοποιήθηκαν χημικές αναλύσεις των στοιχείων Ni, Fe και Al. Η μέθοδος της εκχύλισης επαναλήφθηκε για το κλάσμα +0,106mm και συγχρόνως πραγματοποιήθηκε και για το λεπτόκοκκο υλικό του μεταλλεύματος -0,106mm, με σκοπό τη σύγκριση. Δείγματα λήφθηκαν για την πέμπτη και τη δέκατη έβδομη μέρα. Κατά την επανάληψη της εκχύλισης στο κλάσμα +0,106mm επιτεύχθηκε ανάκτηση του Ni περίπου ίση με 55%, ενώ για το -0,106mm ξεπέρασε το 60%.



Από την πρώτη σειρά πειραμάτων της εκχύλισης παρατηρήθηκε ότι το Ni ανακτάται συναρτήσει του χρόνου έως και 50%, ενώ η ανάκτηση του Fe φτάνει περίπου το 5% και του Al είναι ίση με 24%. Επίσης, παρατηρείται ότι το Ni ανακτάται ευκολότερα από το Al και ακόμα περισσότερο από τον Fe. Από τη δεύτερη σειρά πειραμάτων παρατηρήθηκε ότι την πέμπτη μέρα της εκχύλισης ανακτάται Ni στα κλάσματα +0,106mm και -0,106mm κατά 30,72% και 36,45% αντίστοιχα. Τη δέκατη έβδομη μέρα, ανακτάται Ni στα +0,106mm και -0,106mm κατά 53,87% και 62,02% αντίστοιχα. Όπως προέκυψε, με το πέρασμα του χρόνου αυξάνεται το ποσοστό της ανάκτησης του Ni ενώ των Fe και Al μένει σε χαμηλά επίπεδα, επιτυγχάνοντας έτσι εκλεκτική διαλυτοποίηση καθώς καταναλώνεται το οξύ και τελειώνει το στοιχείο προς διαλυτοποίηση.

Ακόμα, η ανάκτηση των στοιχείων Ni, Fe και Al, ιδιαίτερα του νικελίου, είναι λίγο μεγαλύτερη στο κλάσμα -0,106mm από ό,τι στο +0,106mm, πρακτικά όμως είναι συγκρίσιμα. Αυτό συμβαίνει γιατί το μέγεθος των κόκκων είναι μικρότερο και επομένως οι κόκκοι του είναι καλύτερα αποδεσμευμένοι αφού έχουν σπάσει τα πλέγματα των ορυκτών που υπάρχουν στο μετάλλευμα. Έτσι, το Ni βρίσκεται ελεύθερο και όχι 'εγκλωβισμένο' σε κάποιο πλέγμα ορυκτού, κάτι το οποίο καθιστά ευκολότερη τη διαλυτοποίησή του μέσα στο διάλυμα. [4]

### **1.7.3 Εμπλουτισμός αυτόχθονου λατερίτη της περιοχής Καστοριάς (Δρακάκης, 2000)**

Το δείγμα τίθεται στο βαρύ υγρό με το μεγαλύτερο ειδικό βάρος, με αποτέλεσμα να προκύψουν δύο προϊόντα: αυτό που το ειδικό βάρος του είναι μεγαλύτερο από αυτό του υγρού και καθιζάνει, και αυτό που το ειδικό του βάρος είναι μικρότερο από αυτό του υγρού και επιπλέει. Το πρώτο αφού εκπλυθεί με κατάλληλο διαλύτη, ξηραίνεται, ζυγίζεται, και προσδιορίζονται οι περιεκτικότητες των συστατικών που μας ενδιαφέρουν. Το προϊόν που επιπλέει, οδηγείται στο βαρύ υγρό του αμέσως χαμηλότερου ειδικού βάρους, και επαναλαμβάνεται η προηγούμενη διαδικασία μέχρι να χρησιμοποιηθεί όλη η κλίμακα των βαρέων υγρών που έχει επιλεγεί για την ανάλυση.

Η επιλογή της μεθόδου έγινε, γιατί εκμεταλλεύεται τις διαφοροποιήσεις του ειδικού βάρους μεταξύ των σιδηρούχων ορυκτών τα οποία περιέχουν οξείδια και υδροξείδια του σιδήρου με ειδικό βάρος από 3,30 και 5,10 g/cm<sup>3</sup> και στα πυριτικά ορυκτά που κατά το πλείστον περιέχουν χαλαζία, του οποίου το ειδικό βάρος είναι 2,65 g/cm<sup>3</sup> καθώς και ασβεστίτη, ο οποίος έχει ειδικό βάρος 2,71 g/cm<sup>3</sup>. Το νικέλιο έχει ειδικό βάρος 8,9g/cm<sup>3</sup> και ανάλογα με το ποσοστό συμμετοχής του στα πυριτικά ορυκτά, αυξάνει το ειδικό βάρος αυτών.

Οι πυκνότητες των βαρέων υγρών, που επιλέχθηκαν για να γίνει η βαρυτομετρική ανάλυση του δείγματος στην παρούσα εργασία, είναι:

- ♦ 2,85 g/cm<sup>3</sup>
- ♦ 2,65 g/cm<sup>3</sup>
- ♦ 2,45 g/cm<sup>3</sup>

Η βαρυτομετρική ανάλυση πραγματοποιήθηκε στα κοκκομετρικά κλάσματα (-16 +4mm), (-4 +1mm) και (-1 +0,250mm).

Από τα αποτελέσματα του εμπλουτισμού παρατηρούμε ότι το ποσοστό του βάρους του βαρυτομετρικού κλάσματος -2,65 +2,45 g/cm<sup>3</sup> είναι πολύ αυξημένο. Αυτό μπορεί να εξηγηθεί από το ότι στο συγκεκριμένο κλάσμα έχουμε μεγάλα ποσοστά κατανομής του υπάρχοντος CaO, MgO, αδιάλυτων και Ni. Επίσης, παρατηρείται ότι όλα τα κοκκομετρικά κλάσματα ακολουθούν ένα ομοιόμορφο τρόπο κατανομής για κάθε πυκνότητα και ότι το μεγαλύτερο ποσοστό του βάρους, για όλα τα κοκκομετρικά κλάσματα, εμφανίζεται στο βαρυτομετρικό κλάσμα -2,65+2,45 g/cm<sup>3</sup>. Αυτό οφείλεται στο ότι ο ασβεστίτης και τα πυριτικά ορυκτά, στο μεγαλύτερο ποσοστό τους, κατανέμονται στο συγκεκριμένο κλάσμα.

Προέκυψε λοιπόν, ότι τα βαρύτερα κλάσματα είναι πλουσιότερα σε Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ενώ το κλάσμα -2,65+2,45 g/cm<sup>3</sup> είναι το πλουσιότερο σε CaO. Το MgO και τα αδιάλυτα κατανέμονται στα ελαφρύτερα κλάσματα, ενώ το Ni παρουσιάζει τις μεγαλύτερες περιεκτικότητες στο κλάσμα -2,85+2,65 g/cm<sup>3</sup>. Αναλυτικότερα, το Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> παρουσιάζει μεγάλες τιμές περιεκτικότητας στο βαρύτερο κλάσμα (+2,85g/cm<sup>3</sup>) και στα τρία κοκκομετρικά κλάσματα. Αυτό οφείλεται στο ότι στην πυκνότητα αυτή, διαχωρίζονται τα σιδηρούχα ορυκτά γκαιίτης, αιματίτης στα οποία περιέχεται κατά μεγάλο ποσοστό ο Fe. Έτσι τα βαρύτερα κλάσματα είναι πλουσιότερα σε Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Τα αδιάλυτα φαίνεται ότι κατανέμονται στα ελαφρύτερα προϊόντα και κυρίως στο βαρυτομετρικό κλάσμα -2,65 +2,45 g/cm<sup>3</sup>. Αυτό συμβαίνει γιατί μεγάλο ποσοστό των αδιάλυτων είναι το SiO<sub>2</sub>, που βρίσκεται με τη μορφή του χαλαζία και του χρυσοτίλη, και έχει ειδικό βάρος 2,65 g/cm<sup>3</sup>.

Το CaO κατανέμεται κυρίως στο βαρυτομετρικό κλάσμα -2,65 +2,45 g/cm<sup>3</sup>. Η κατανομή του CaO στο συγκεκριμένο κλάσμα είναι ιδιαίτερα υψηλή με ποσοστά και στα τρία κοκκομετρικά κλάσματα περίπου 70%.

Το MgO εμφανίζει παρόμοια συμπεριφορά με αυτή του CaO και αδιάλυτων και κατανέμεται κυρίως στα ελαφριά προϊόντα της μεθόδου. Το Ni παρουσιάζει κάποιες ιδιαιτερότητες ως προς την περιεκτικότητα του και την κατανομή του στα διάφορα βαρυτομετρικά κλάσματα. Παρουσιάζει το μεγαλύτερο ποσοστό περιεκτικότητας στο κλάσμα  $-2,85+2,65 \text{ g/cm}^3$  αλλά κατανέμεται κυρίως στο κλάσμα  $+2,45 \text{ g/cm}^3$ . Επίσης παρατηρείται ότι η περιεκτικότητα του Ni αυξάνει στα ελαφρά προϊόντα για τα μικρότερα κοκκομετρικά κλάσματα.

Από τα αποτελέσματα της ορυκτολογικής εξέτασης διαπιστώθηκε ότι ο εμπλουτισμός με τα βαρέα υγρά δεν είναι ικανοποιητικός και αυτό λόγω της ανεπαρκούς αποδέσμευσης μεταξύ πυριτικών και σιδηρούχων ορυκτών. Επίσης παρατηρήθηκε ότι στο κλάσμα  $-2,65+2,45 \text{ g/cm}^3$ , όπου εμφανίζεται η μεγαλύτερη ανάκτηση σε νικέλιο, συγκεντρώθηκαν και όλα τα υπόλοιπα στοιχεία εκτός του  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  που κατανέμεται στα βαρύτερα κλάσματα. Αυτό εξηγεί και το μεγάλο ποσοστό βάρους του συγκεκριμένου κλάσματος.

Ένα άλλο σημαντικό στοιχείο που προέκυψε από το διαχωρισμό με τα βαρέα υγρά είναι ότι, ενώ τα μαγνησιοπυριτικά ορυκτά (σερπεντίνης) παρουσιάζουν αυξημένη συγκέντρωση στο κλάσμα  $-2,45 \text{ g/cm}^3$ , οπότε αναμενόταν στο ίδιο κλάσμα και η μεγαλύτερη συγκέντρωση νικελίου, αντίθετα παρουσιάζεται η μικρότερη περιεκτικότητα σε Ni από όλα τα άλλα κλάσματα. Τη μεγαλύτερη περιεκτικότητα σε νικέλιο έχει το κλάσμα  $-2,85+2,65 \text{ g/cm}^3$ , το οποίο περιέχει πυριτικά ορυκτά του μαγνησίου αλλά σε πολύ μικρό ποσοστό. Αυτό ίσως μπορεί να οφείλεται στο ότι στο συγκεκριμένο κλάσμα τα μαγνησιοπυριτικά ορυκτά που συγκεντρώθηκαν (π.χ. νεπούιτη), να είναι αυτά τα οποία παρουσιάζουν τη μεγαλύτερη σχέση Ni/Mg, πράγμα που τα καθιστά και βαρύτερα.

Από τις μετρήσεις του βαθμού διαχωρισμού συμπεραίνεται ότι το νικέλιο διαχωρίζεται καλύτερα στην πυκνότητα  $2,65 \text{ g/cm}^3$  και κατανέμεται στο προϊόν με χαμηλή όμως ανάκτηση, ενώ στις υπόλοιπες πυκνότητες δεν παρουσιάζεται καλός διαχωρισμός και κατανέμεται τότε στο προϊόν και τότε στο απόρριμμα. Για τα υπόλοιπα στοιχεία παρατηρούμε ότι το  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  κατανέμεται στα βαρύτερα προϊόντα ενώ το CaO, MgO και τα αδιάλυτα στα ελαφρύτερα. Επίσης από τις απόλυτες τιμές του βαθμού διαχωρισμού παρατηρείται ότι ο καλύτερος εμπλουτισμός επιτυγχάνεται σε πυκνότητα  $2,65 \text{ g/cm}^3$ .

Το συμπέρασμα που προκύπτει από τα παραπάνω, είναι ότι η μέθοδος των βαρέων υγρών δε δίνει ικανοποιητικά αποτελέσματα, αλλά ίσως αν συνδυαστεί κατάλληλα με κάποια άλλη μέθοδο εμπλουτισμού μπορεί να αποδώσει καλύτερα.[3]

#### **1.7.4 Εμπλουτισμός λατερίτη με εκλεκτική λειοτρίβηση (Chi – Wei Chen,2011)**

Στην παρούσα εργασία για τον εμπλουτισμό λατερίτη με σκοπό την ανάκτηση νικελίου, ελήφθη ένα δείγμα από την κεντρική Ελλάδα, από την Εύβοια συγκεκριμένα, το οποίο είναι μετάλλευμα χαμηλής περιεκτικότητας σε νικέλιο και περιέχει λιγότερο από 1% σε νικέλιο. Στην εργασία αυτή, στόχος ήταν να μελετηθούν τα πολύ μικρά προϊόντα, με κοκκομετρία μικρότερη από 0,053 χιλιοστά σε διάμετρο μετά από λειοτρίβηση σε σφαιρόμυλο. Το αρχικό δείγμα υπέστη θραύση σε σπαστήρα προκειμένου να μειωθεί η διάσταση του σε μικρότερη από 4mm και στη συνέχεια το θρυμματισμένο δείγμα διαχωρίστηκε σε τέσσερις σάκους ίδιου βάρους. Για τη δοκιμή προστέθηκαν 450 γραμμάρια δείγματος μαζί με 450 γραμμάρια νερό στον σφαιρόμυλο και το δείγμα λειοτριβήθηκε από σφαίρες με διαφορετικό συνολικό βάρος. Η δοκιμή αυτή πραγματοποιήθηκε τέσσερις φορές σε χρόνους 5, 10, 20 και 40 λεπτών με διαφορετική φόρτιση κάθε φορά. Στη συνέχεια ακολούθησε υγρή κοσκίνιση του υλικού σε κόσκινο 0,053mm και περισυλλέχθηκε το υλικό. Το δείγμα ξηράθηκε και ακολούθησε αναλυτικός έλεγχος του δείγματος για τον προσδιορισμό της κατανομής μεγέθους του υλικού, την ορυκτολογική του σύσταση προκειμένου να προσδιοριστούν τα ορυκτά που περιέχει, καθώς και η κατανομή του νικελίου στα διαφορετικά κλάσματα του δείγματος. Πραγματοποιήθηκε και μαγνητικός διαχωρισμός του δείγματος προκειμένου να παρατηρηθεί η αλλαγή της κατανομής του νικελίου σε κάθε προϊόν.

Η ορυκτολογική ανάλυση έδειξε ότι το δείγμα αποτελείται από τα στοιχεία  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MnO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{NiO}$ ,  $\text{TiO}_2$  και  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ . [5]

## **2. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ**

### **2.1 Περιγραφή διαδικασίας που ακολουθήθηκε**

Το δείγμα που χρησιμοποιήθηκε είναι λατερίτης της τάξης των 11 κιλών περίπου. Επιλέχθηκε μία ποσότητα δείγματος μισού κιλού και κοσκινίστηκε έτσι ώστε να υπολογιστεί η κοκκομετρία του υλικού στα κλάσματα 4.75 mm, 2.00 mm, 1.00 mm, 0.500 mm, 0.250 mm. Το υπόλοιπο δείγμα υπέστη αυτοκαθαρισμό για μισή ώρα σε εργαστηριακή μπετονιέρα έτσι ώστε να απομακρυνθούν αργιλώδη υλικά που είναι άχρηστα. Στη συνέχεια συλλέχθηκε το υλικό και ακολούθησε υγρή κοσκίνησή του σε κόσκινο των 0.500 mm. Το χονδρό υλικό που προέκυψε από την κοσκίνιση, αφού ξηράθηκε πρώτα, υπέστη μαγνητικό διαχωρισμό από τον οποίο προέκυψαν ένα χρήσιμο μαγνητικό υλικό και ένα μη μαγνητικό υλικό αποτελούμενο κυρίως από ανθρακικά ορυκτά. Το ψιλό υλικό της κοσκίνισης προκειμένου να έρθει σε μορφή κατάλληλη για χρήση, αφού ξηράθηκε πρώτα, σβολοποιήθηκε με αποτέλεσμα τη δημιουργία των pellets. Το πείραμα της εκχύλισης πραγματοποιήθηκε για το μαγνητικό υλικό και τα pellets με δοκιμές σε στήλη και χρησιμοποιώντας για διαλύτη διάλυμα  $H_2SO_4$  συγκέντρωσης 2M. Ο διαλύτης κυκλοφορούσε μέσα στη στήλη αδιάκοπα από τη μέρα έναρξης του πειράματος με αποτέλεσμα να ανακυκλώνεται και κάθε φορά λαμβανόταν ένας όγκος 10 ml διαλύματος προς ανάλυση. Σε όλα τα διαλύματα πραγματοποιήθηκαν χημικές αναλύσεις με τη μέθοδο της Φασματοφωτομετρίας Ατομικής Απορρόφησης καθώς και ορυκτολογικές αναλύσεις με τη μέθοδο Περιθλασιμέτρίας Ακτίνων – X στο μαγνητικό υλικό και στα pellets πριν αλλά και μετά την εκχύλιση.

### **2.2 Περιγραφή τεχνικού εξοπλισμού και μεθόδων αναλύσεων**

#### **2.2.1 Υδροαυτοκαθαρισμός**

Πολλά υλικά κατά την εξόρυξή τους περιέχουν ιλύ, αργιλώδη δηλαδή υλικά, κατά το πλείστον άχρηστα, που υποβαθμίζουν την ποιότητα του εξορυσσόμενου υλικού.

Τα αργιλώδη αυτά υλικά είναι συνήθως μαλακότερα του χρήσιμου πετρώματος και θρυμματίζονται εύκολα με την επίδραση δυνάμεων πολύ μικρότερων από αυτές που χρειάζονται για τη θραύση του κυρίως πετρώματος.

Η άργιλος αυτή μπορεί να αποτελεί ένα ενδιάμεσο συνδετικό υλικό μεταξύ των κόκκων του πετρώματος, να καλύπτει απλώς την επιφάνεια των κόκκων ή και να συνυπάρχει σε αυτοτελείς κόκκους αποδεσμευμένους από το κυρίως πέτρωμα.

Λόγω της φύσης τους τα αργιλικά αυτά υλικά παρουσιάζουν συνήθως ένα μεγαλύτερο ποσοστό υγρασίας από το υπόλοιπο πέτρωμα, πράγμα που τους δίδει πλαστικές ιδιότητες. Το τελικό αποτέλεσμα είναι να εμποδίζουν τη ροή του υλικού λόγω της τάσης που έχουν να συγκολλούν μεταξύ τους κόκκους του πετρώματος δημιουργώντας πλαστικά συσσωματώματα που φράσσουν κόσκινα και σπαστήρες.

Η απομάκρυνση των άχρηστων αργιλικών υλικών μπορεί να αποτελεί αυτοτελές στάδιο εμπλουτισμού, όπως συμβαίνει με πολλά αδρανή υλικά και βιομηχανικά ορυκτά που δίνουν κατ'ευθείαν τελικό προϊόν.

Υπάρχουν περιπτώσεις που το μαλακό, εύθρυπτο υλικό ενός πετρώματος αποτελεί το χρήσιμο συστατικό μέσα στο οποίο έχουν εγκλωβιστεί κροκάλες από κάποιο σκληρό άχρηστο υλικό. Με τον αυτοκαθαρισμό θρυμματίζεται το χρήσιμο υλικό και απομακρύνεται το σκληρό υλικό, που διατηρεί το αρχικό του μέγεθος. Με τον τρόπο αυτό γίνεται εμπλουτισμός σε πολλά ορυκτά, όπως οι λατερίτες, η γύψος, κλπ.

Ο αυτοκαθαρισμός μπορεί να αποτελεί και ενδιάμεση διαδικασία στον εμπλουτισμό που αποσκοπεί :

α) στην καλύτερη ροή του υλικού στα διάφορα μηχανήματα, κυρίως σπαστήρες και κόσκινα

β) στον καθαρισμό των επιφανειών των κόκκων, τόσο για να αποδεσμευτούν πλήρως όσο και για να είναι ευδιάκριτοι, ιδίως όταν ακολουθεί χειροδιαλογή ή οπτικός διαχωρισμός

γ) στην απομάκρυνση των αργιλικών ορυκτών που αναμιγνύονται με τα ψιλομερή προϊόντα από τη θραύση και λειοτρίβηση του καθ' αυτού μεταλλεύματος, και παρεμποδίζουν τις βαρυτομετρικές μεθόδους εμπλουτισμού, επηρεάζοντας κυρίως το ιξώδες στους πολφούς βαρέων διαμέσων καθώς και την επίπλευση όπου απορροφούν χρήσιμα αντιδραστήρια.

Ο αυτοκαθαρισμός μπορεί να γίνει εν ξηρώ σε υλικά με πολύ μικρό ποσοστό υγρασίας, αλλά συνήθως προτιμάται η υγρή κατεργασία. Το νερό βοηθάει στη διασπορά των συσσωματωμάτων και τον καλύτερο καθαρισμό των επιφανειών των κόκκων. [7]

## Μέθοδοι υδραυτοκαθαρισμού

Οι κυριότεροι τρόποι υδραυτοκαθαρισμού είναι:

1) Η εκτόξευση νερού υπό πίεση. Η πίεση του νερού αποκολλά τη συνδετική ύλη μεταξύ των κόκκων του μεταλλεύματος, διασπείρει τα αργιλώδη υλικά στον πολφό και παρασύρει το σύνολο του υλικού προς οχετούς που καταλήγουν σε κόσκινα για την τελική έκπλυση. Η διαδικασία αυτή αποτελεί συγχρόνως και μέθοδο εξόρυξης ψαμμιτικών υλικών.

2) Η τριβή του υλικού μέσα σε περιστρεφόμενα κυλινδρικά τύμπανα. Με την περιστροφή του τυμπάνου το υλικό αναμοχλεύεται και τρίβεται κατά την κύλιση των κόκκων μεταξύ τους καθώς και από την πτώση που επιτυγχάνεται από την ανύψωση που προκαλούν τα πτερύγια στο εσωτερικό του τυμπάνου. Τα πτερύγια αυτά είναι συνήθως υπό κλίση για να βοηθούν και την προώθηση του υλικού προς την έξοδο.

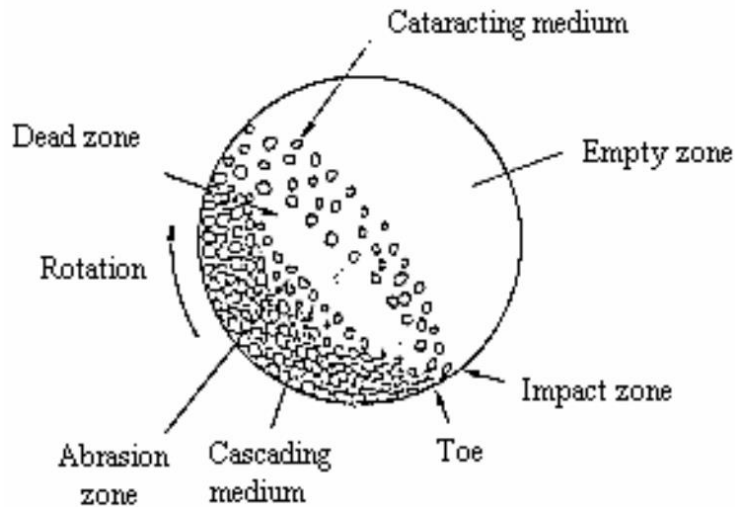
Στους κυλινδρικούς υδραυτοκαθαριστές τροφοδοτείται και νερό που μπορεί να κινείται ομόρροπα ή αντίρροπα ως προς τη ροή των στερεών αν και η ομόρροπη κίνηση είναι η πιο συνηθισμένη. Τα τύμπανα υδραυτοκαθαρισμού κυλινδρικοί και περιστρέφονται πάνω σε ελαστικούς τροχούς και μπορούν να επεξεργασθούν τεμάχια μέχρι 200mm.

3) Η δόνηση του υλικού μέσα σε κυλινδρικούς οχετούς, μικρής διαμέτρου σε σχέση με τα περιστρεφόμενα τύμπανα. Οι οχετοί αυτοί είναι τοποθετημένοι συνήθως σε ζεύγη και υποβάλλονται σε μία έκκεντρη δόνηση που αναγκάζει το υλικό να τρίβεται και να καθαρίζει με σύγχρονο καταιονισμό νερού.

4) Η προώθηση του υλικού μέσα σε μία επιμήκη κεκλιμένη σκάφη που φέρει έναν κεντρικό άξονα με πτερύγια (LOG-WASHER). Τα πτερύγια του άξονα αναμοχλεύουν και αποξαίνουν το υλικό, ενώ το προωθούν προς την έξοδο όπου ξεπλένεται με νερό πριν από την αποκένωσή του. Το νερό που περιέχει την άργιλο υπερχειλίζει στο κάτω άκρο της σκάφης και απομακρύνεται. Η διάμετρος των τεμαχίων που μπορεί να επεξεργαστεί ένας σκαφοειδής υδραυτοκαθαριστής είναι συνήθως μικρότερη των 100mm, αναλόγως του μεγέθους του.

Σε περιπτώσεις υλικών με διάμετρο κόκκου μικρότερη των 30mm μπορούν να χρησιμοποιηθούν κοχλιοφόροι υδροταξινομητές ως υδραυτοκαθαριστές.[7]

Σχήμα 2.1: Τριβή του υλικού εντός περιστρεφόμενου τυμπάνου



Στο εργαστήριο Εμπλουτισμού Μεταλλευμάτων ο αυτοκαθαρισμός του υλικού πραγματοποιήθηκε σε εργαστηριακή μπετονιέρα η οποία στηρίζεται στην ίδια αρχή λειτουργίας με το περιστρεφόμενο τύμπανο αυτοκαθαρισμού. Η κατεργασία του υλικού ήταν εν υγρώ έτσι ώστε να επιτευχθεί καλύτερη διάσπαση των συσσωματωμάτων και καλύτερος καθαρισμός των επιφανειών των κόκκων.

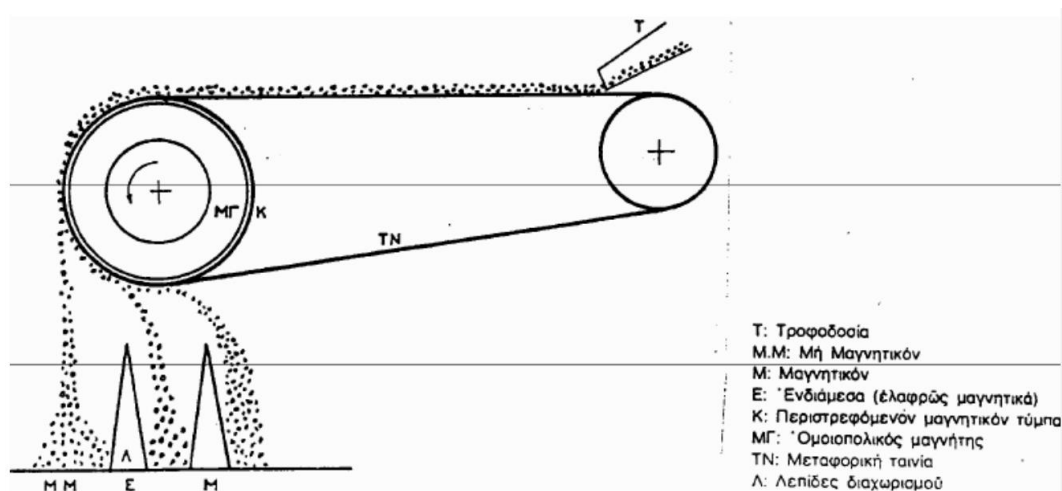
### 2.2.2 Μαγνητικός Διαχωρισμός

Ο μαγνητικός διαχωρισμός είναι η μέθοδος εμπλουτισμού που εκμεταλλεύεται τη διαφορά στις μαγνητικές ιδιότητες των ορυκτών. Εφαρμόζεται για την ανάκτηση χρήσιμων μαγνητικών ορυκτών από μη μαγνητικά, στείρα ορυκτά. Ο μαγνητικός διαχωρισμός πραγματοποιείται σε ειδικούς μαγνητικούς διαχωριστές. Υπάρχουν διάφοροι τύποι μαγνητικών διαχωριστών αλλά τα κύρια χαρακτηριστικά σχεδιάσής τους είναι κοινά για όλους. Καταρχήν, πρέπει να δημιουργείται ένα μαγνητικό πεδίο σε ένα χώρο, μέσω του οποίου να διέρχεται το υλικό. Όσο μεγαλύτερος είναι ο χώρος τους, τόσο δυσκολότερο είναι να δημιουργηθεί πεδίο υψηλής έντασης. Πολλοί διαχωριστές δημιουργούν πεδίο πάνω σε μια επιφάνεια ανοικτή προς τα έξω, όπως π.χ., η επιφάνεια ενός περιστρεφόμενου τυμπάνου ή μιας κινούμενης ταινίας. Στις περιπτώσεις αυτές η μέγιστη τιμή του πεδίου είναι ακριβώς πάνω στην επιφάνεια και μειώνεται πολύ γρήγορα όσο αυξάνει η απόσταση αυτή.



Στο Εργαστήριο Εμπλουτισμού Μεταλλευμάτων διατίθεται μια παραλλαγή του μαγνητικού τυμπάνου, ο ταινιοφόρος μαγνήτης, ο οποίος αποτελεί και την πλέον διαδεδομένη μορφή σχεδίασης μαγνητικού διαχωριστή και ο οποίος χρησιμοποιήθηκε για μαγνητικό διαχωρισμό του χονδρόκοκκου υλικού μου. Οι ταινιοφόροι μαγνήτες μοιάζουν με μεταφορικές ταινίες στις οποίες το έμπροσθεν τύμπανο κίνησης έχει αντικατασταθεί με μαγνητικό τύμπανο. Τα μαγνητικά υλικά που τροφοδοτούνται στην μεταφορική ταινία, έλκονται από το πεδίο που δημιουργεί ο μαγνήτης και κολλάνε πάνω στην ταινία, ενώ τα μη μαγνητικά υλικά ακολουθούν πορεία ελεύθερης πτώσης. [7]

Σχήμα 2.2: Ταινιοφόρος μαγνητικός διαχωριστής



Σχήμα 2.3: Ταινιοφόρος μαγνητικός διαχωριστής εργαστηρίου Εμπλουτισμού



Για το μαγνητικό διαχωρισμό που πραγματοποιήθηκε στο εργαστήριο Εμπλουτισμού η ταχύτητα περιστροφής του τυμπάνου ήταν στα 120 rpm και ρυθμίστηκε ο ρυθμός τροφοδοσίας του υλικού στο μαγνήτη καθώς και η θέση της λεπίδας διαχωρισμού έτσι ώστε να επιτυγχάνεται ο όσο το δυνατόν καλύτερος διαχωρισμός του υλικού σε μαγνητικό και μη μαγνητικό.

### 2.2.3 Συσσωμάτωση – Μορφοποίηση – Δημιουργία των Pellets

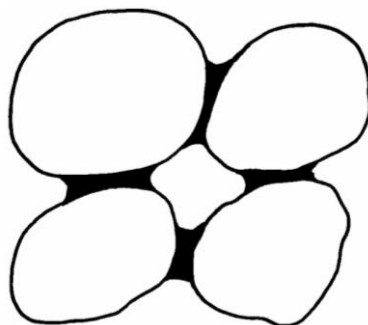
Τα προϊόντα του εμπλουτισμού που λαμβάνονται σε λεπτόκοκκα συμπυκνώματα πολλές φορές μορφοποιούνται σε συσσωματώματα ορισμένου μεγέθους. Αυτό γίνεται γιατί διευκολύνει τη διακίνηση και την αποθήκευση του υλικού, αλλά και γιατί πολλές φορές αποτελεί απαίτηση κάποιας επόμενης διεργασίας, όπως η επεξεργασία του υλικού σε κατακόρυφες καμίνους. Τέτοιο παράδειγμα είναι η επεξεργασία σε υψικάμινο σιδηρομεταλλευμάτων που εμπλουτίζονται σε μικρά μεγέθη, λόγω ανεπαρκούς αποδέσμευσης ή διότι αποτελούν τα ψιλά της κοσκίνησης. Οι κυριότερες μέθοδοι συσσωμάτωσης και μορφοποίησης είναι η σφαιροποίηση, η μπρικεττοποίηση και η σύντηξη.

Η διαδικασία που μας ενδιαφέρει εμάς και την οποία και ακολουθήσαμε στο εργαστήριο Εμπλουτισμού είναι η σβολοποίηση (pelletizing). Στη σβολοποίηση οι κόκκοι πρέπει να είναι αρκετά μικροί, <200μm και να παρουσιάζουν ευρεία κατανομή μεγέθους.

Το υλικό τροφοδοτείται συνήθως ξηρό σε ειδικές μηχανές και με καταιονισμό νερού δημιουργούνται μικρές σφαίρες του υλικού που συνεχώς κυλινδρουν πάνω σε μία επιφάνεια που περιστρέφεται. Με τη συνεχή ύγρανση της επιφάνειας της μικρής σφαίρας προσκολλάται σε αυτή νέο στρώμα σκόνης υπό μορφή φλοιού. Με τη συνεχή προσθήκη νερού και σκόνης η διάμετρος της σφαίρας μεγαλώνει, λόγω της δημιουργίας νέων φλοιών. Όταν η διάμετρος φθάσει σε ικανοποιητικό μέγεθος, οι σφαίρες απομακρύνονται από τη μηχανή σφαιροποίησης.

Οι δυνάμεις που συγκρατούν τους κόκκους του στερεού στο συσσωμάτωμα είναι οι δυνάμεις συνάφειας του νερού με τους κόκκους στα τριχοειδή αγγεία, που δημιουργούνται στην επαφή τους. Όταν η ποσότητα του νερού υπερβεί κάποιο όριο, το πάχος του νερού μεταξύ των σωματιδίων αυξάνει απομακρύνοντας τους κόκκους, τον έναν από τον άλλο και το συσσωμάτωμα αρχίζει να ρευστοποιείται. Ο έλεγχος, επομένως, της προστιθέμενης υγρασίας έχει μεγάλη σημασία για τη σφαιροποίηση.

Σχήμα 2.4: Τριχοειδή αγγεία νερού μεταξύ των κόκκων



Επίσης, για την υποβοήθησή της αλλά και για την αντοχή των σφαιρών, μετά τη ξήρανση, προστίθενται ορισμένες ουσίες, όπως μπεντονίτης, υδρύαλος,  $\text{Ca(OH)}_2$ , άλατα του Fe ή Al καθώς και οργανικές ενώσεις όπως άμυλο, λιγνίτης ή συνθετικές ουσίες. Σε ορισμένες περιπτώσεις, γίνονται αντιδράσεις του υλικού με το νερό και τα προϊόντα της αντίδρασης συμβάλλουν στη συνοχή των σφαιρών.

Πολλές φορές οι σφαίρες (pellets) χρειάζεται να υποβληθούν σε ξήρανση ή σε φρύξη σε υψηλότερη θερμοκρασία. [6]

#### 2.2.4 Τιτλοδότηση Οξέος

Μετά την παρασκευή του οξέος ακολούθησε η τιτλοδότησή του. Πάρα πολύ συχνά προκύπτει η ανάγκη να προσδιοριστεί η συγκέντρωση ενός οξέος ή μιας βάσης σε υδατικό διάλυμα. Μια μέθοδος με ευρεία εφαρμογή για τον προσδιορισμό της συγκέντρωσης οξέων και βάσεων είναι αυτή της τιτλοδότησης που αποκαλείται συχνά ογκομέτρηση.

Η αρχή της μεθόδου στηρίζεται στην αντίδραση πλήρους εξουδετέρωσης ενός οξέος από μια βάση και ο προσδιορισμός της συγκέντρωσης γίνεται με τη μέτρηση του όγκου του διαλύματος του αντιδρώντος γνωστής συγκέντρωσης (διάλυμα τιτλοδότησης) που απαιτείται για να αντιδράσει πλήρως με συγκεκριμένη ποσότητα διαλύματος του άλλου αντιδρώντος.

Κομβικό σημείο στον ανωτέρω υπολογισμό είναι ο προσδιορισμός του σημείου ισοδυναμίας (equivalence point), δηλαδή του σημείου εκείνου κατά το οποίο η ποσότητα του ενός αντιδρώντος έχει πλήρως εξουδετερώσει την ποσότητα του άλλου αντιδρώντος. Για την ανίχνευση του σημείου ισοδυναμίας χρησιμοποιούνται χημικές ουσίες, που ονομάζονται δείκτες. Οι δείκτες είναι συνήθως οργανικά μόρια, τα υδατικά διαλύματα των οποίων έχουν την ιδιότητα να αλλάζουν το χρώμα τους σε μια συγκεκριμένη περιοχή τιμών pH. Σε μια αντίδραση οξέος-βάσης, οι μεταβολές του pH είναι μικρές μέχρι το σημείο ισοδυναμίας. Από το σημείο αυτό και μετά μια πολύ μικρή προσθήκη οξέος ή βάσης προκαλεί μια μεγάλη και ταχεία μεταβολή στο pH. Η μεταβολή αυτή στο pH έχει ως συνέπεια την αλλαγή του χρώματος του δείκτη, πράγμα που σηματοδοτεί το τέλος της τιτλοδότησης, δηλαδή την πλήρη εξουδετέρωση του ενός αντιδραστήριου από το άλλο. Γι' αυτόν το λόγο η επιλογή του δείκτη είναι πολύ κρίσιμη για την τιτλοδότηση και θα πρέπει πάντα το σημείο που σηματοδοτεί το τέλος της τιτλοδότησης (endpoint) να βρίσκεται πολύ κοντά στο σημείο ισοδυναμίας. [13]

## 2.2.5 Ορυκτολογικές αναλύσεις των δειγμάτων

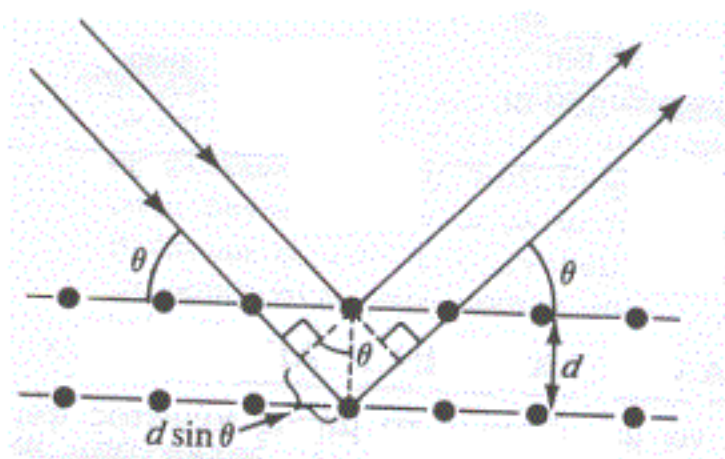
### 2.2.5.1 Γενικά

Ο ποιοτικός προσδιορισμός των δειγμάτων έγινε με τη μέθοδο της περιθλασιμετρίας ακτίνων  $-X$  (X-Ray Diffraction analysis). Η μονάδα περιθλασιμετρίας η οποία χρησιμοποιήθηκε βρίσκεται στο εργαστήριο Γενικής και Τεχνικής Ορυκτολογίας του Πολυτεχνείου Κρήτης.

Ο ποιοτικός προσδιορισμός στην παρούσα εργασία έγινε σε 7 δείγματα συνολικά, και πιο συγκεκριμένα για το μαγνητικό υλικό και τα pellets που είναι και αυτά που χρησιμοποιήθηκαν στο πείραμα ο ποιοτικός προσδιορισμός έγινε τόσο πριν όσο και μετά που επήλθε η εκχύλιση.

### 2.2.5.2 Περιθλασιμετρία Ακτίνων $-X$ (XRD)

Με την περιθλασιμετρία ακτίνων  $-X$  γίνεται ο προσδιορισμός των κύριων ορυκτολογικών συστατικών των πετρωμάτων. Σύμφωνα με τη μέθοδο αυτή προσδιορίζονται οι γωνίες ( $2\theta$ ) και οι εντάσεις των ανακλάσεων των ακτίνων  $-X$  πάνω στα πλεγματικά επίπεδα των διαφόρων ορυκτών. Οι προσπίπτουσες ακτίνες  $-X$  διαπερνούν ένα μεγάλο αριθμό πλεγματικών επιπέδων, οπότε λαμβάνεται ένας αριθμός πολλών και παράλληλων ανακλώμενων ακτίνων, όπως φαίνεται και στο σχήμα :



Η μέθοδος περιθλασιμετρίας ακτίνων –X βασίζεται στην εξίσωση του Bragg:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta$$

όπου:

α) Η απόσταση των πλεγματικών επιπέδων συμβολίζεται με **d** και μετριέται σε angstroms (Å).

Β) Η γωνία ανάκλασης συμβολίζεται με **θ** και μετριέται σε degrees. Για πρακτικούς λόγους το περιθλασίμετρο μετρά μια γωνία διπλάσια της γωνίας θ που καλείται **2-theta**.

Γ) Το μήκος κύματος της ακτινοβολίας που περιθλάται, συμβολίζεται από το ελληνικό γράμμα lambda (  $\lambda$  ) και στην περίπτωση της ισούται με 1,54 angstroms.

Δ) **n** είναι της ακέραιος αριθμός – 1,2,3 ..., κλπ [8]

Οι αναλύσεις των δειγμάτων έγιναν σε αυτοματοποιημένο σύστημα περιθλασιμετρίας ακτίνων-X (XRD) τύπου D-8 Advance της εταιρείας BrukerAXS. Οι μετρήσεις έγιναν με λυχνία Cu, με τάση 35 kV και ένταση 35 mA και καταμετρητή LynxEye με φίλτρο Ni. Η ακτινοσκόπηση των δειγμάτων έγινε με βήμα 0,02, γωνία 2θ 4-70° και χρόνο 0,2 s/βήμα. Η αξιολόγηση γίνεται με τα υπάρχοντα διεθνή πρότυπα της ICPDS.

Σχήμα 2.5: Περιθλασίμετρο ακτίνων-X του Εργαστηρίου Γενικής και Τεχνικής Ορυκτολογίας του Πολυτεχνείου Κρήτης



Για την εξέταση των δειγμάτων με το περιθλασίμετρο ακτίνων –X χρησιμοποιήθηκαν πλαστικοί υποδοχείς οι οποίοι πληρώθηκαν με σκόνη των δειγμάτων, μετά από λειοτρίβησή τους σε μικρούς μύλους λειοτρίβησης. Με αυτό τον τρόπο προκύπτουν παρασκευάσματα με κόκκους όσο το δυνατό μη προσανατολισμένους.

Τα αποτελέσματα μιας ακτινοσκόπησης παρουσιάζονται σαν πολλαπλές κορυφές που αντιστοιχούν σε ανακλάσεις. Στον άξονα των x παριστάνεται η γωνία  $2\theta$  ενώ στον άξονα y παριστάνεται η ένταση της ανακλώμενης ακτινοβολίας.

### 2.2.6 Διαφορική Θερμική Ανάλυση

Η Διαφορική Θερμική Ανάλυση είναι μία μέθοδος που ανήκει στις θερμικές μεθόδους/θερμικές τεχνικές με τις οποίες μετρείται κάποια φυσική ιδιότητα μιας ουσίας ή των προϊόντων αντίδρασής της ως συνάρτηση της θερμοκρασίας, όταν η τελευταία μεταβάλλεται κατά έναν προγραμματισμένο τρόπο. Κατά τη Διαφορική Θερμική Ανάλυση, στα Αγγλικά Differential Thermal Analysis (DTA), παρακολουθείται η διαφορά στη θερμοκρασία μεταξύ μιας ουσίας και ενός υλικού αναφοράς ως συνάρτηση της θερμοκρασίας, όταν η ουσία και το υλικό αναφοράς υπόκεινται σε προγραμματισμένη μεταβολή θερμοκρασίας. Η θέρμανση του δείγματος και του υλικού αναφοράς γίνεται έτσι, ώστε η θερμοκρασία του δείγματος  $T_s$  να αυξάνει γραμμικά με το χρόνο. Στη συνέχεια καταγράφεται η διαφορά  $\Delta T$  μεταξύ της θερμοκρασίας του δείγματος και του υλικού αναφοράς  $T_r$  ( $\Delta T = T_r - T_s$ ) και σχεδιάζεται η γραφική παράσταση ως προς τη θερμοκρασία του δείγματος.

Η Διαφορική Θερμική Ανάλυση παρακολουθεί ΜΟΝΟ μεταβολές που συνοδεύονται από μεταβολή ενθαλπίας, δηλαδή φυσικές διεργασίες ή χημικές μεταβολές και δεν ανταποκρίνεται σε μεταβολές μάζας. [14]

Από τα διαφορικά θερμογραφήματα προκύπτει ότι:

$$A = -kGm\Delta H = -k'm\Delta H, \text{ όπου}$$

A: εμβαδόν κορυφής

m: μάζα

G: παράγοντας βαθμονόμησης που εξαρτάται από τη γεωμετρία του

δείγματος

K: σταθερά, που σχετίζεται με τη θερμική αγωγιμότητα του δείγματος.

(-): εξώθερμη μεταβολή της ενθαλπίας

(+): ενδόθερμη μεταβολή

Η διαφορική θερμική ανάλυση χρησιμοποιείται ευρύτατα για:

- Τον προσδιορισμό της θερμικής συμπεριφοράς και σύνθεσης φυσικών και βιομηχανικών προϊόντων
- Το χαρακτηρισμό πολυμερών
- Τη μελέτη της θερμικής συμπεριφοράς καθαρών ανόργανων ενώσεων
- Τη μελέτη ανόργανων ουσιών (π.χ. πυριτικά ορυκτά, άργιλλοι, οξείδια, κεραμικά)
- Την καταγραφή διαγραμμάτων φάσης
- Τη μελέτη μεταπτώσεων μεταξύ φάσεων [14]

## **2.2.7 Χημικές αναλύσεις των δειγμάτων**

### **2.2.7.1 Γενικά**

Οι χημικές αναλύσεις των δειγμάτων έγιναν στο εργαστήριο Γεωχημείας του Πολυτεχνείου Κρήτης με τη μέθοδο της Φασματοφωτομετρίας Ατομικής Απορρόφησης (AAS). Προκειμένου να πραγματοποιηθούν οι απαραίτητες αυτές αναλύσεις έγιναν οι παρακάτω προκαταρκτικές προετοιμασίες για τα υλικά κάθε κοκκομετρίας:

- Λειοτρίβηση των αντιπροσωπευτικών δειγμάτων σε μέγεθος σκόνης, σε ειδικό μύλο λειοτρίβησης
- Ψήσιμο σε φούρνο στου 950 °C και
- Τέλος διαλυτοποίηση σε HCl με αναλογία 1:1

Για τα διαλύματα που λαμβάνονταν κάθε 2 μέρες από τη στήλη με το υλικό που πραγματοποιούνταν η εκχύλιση και τα οποία μετρήθηκαν και αυτά με τη μέθοδο της Ατομικής Απορρόφησης, απαιτούνταν μόνο κάποιες αραιώσεις.

Έτσι, με τη μέθοδο της Ατομικής Απορρόφησης έγινε ο προσδιορισμός των στοιχείων Ni, Fe, Mg, Al και Co, τα οποία οδήγησαν σε σημαντικά συμπεράσματα σχετικά με την πειραματική διαδικασία της εκχύλισης.



### 2.2.7.2 Φασματοφωτομετρία Ατομικής Απορρόφησης (AAS)

#### Εισαγωγή

Η Φασματοφωτομετρία Ατομικής Απορρόφησης αποτελεί μια μέθοδο για τον προσδιορισμό σχεδόν όλων των μετάλλων και των επαμφοτεριζόντων στοιχείων καθώς και των P, As, B, Te, Se από τα αμέταλλα.

Οι βασικές αρχές στις οποίες βασίζεται η φασματοσκοπία ατομικής απορρόφησης μπορούν να διατυπωθούν ως εξής:

α) Όλα τα άτομα μπορούν να απορροφούν ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία. Όταν συμβαίνει αυτό, τα ηλεκτρόνια τους από τη θεμελιώδη κατάσταση που βρίσκονται προσλαμβάνουν ενέργεια και διεγείρονται σε υψηλότερες ενεργειακές τροχιές.

β) Το μήκος κύματος στο οποίο απορροφάται ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία είναι χαρακτηριστικό για κάθε χημικό στοιχείο.

γ) Το ποσό της ακτινοβολίας που απορροφάται είναι ανάλογο της συγκέντρωσης των απορροφούντων ατόμων στο δείγμα. Δηλαδή ισχύει ο θεμελιώδης νόμος της απορρόφησης ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας των Beer και Lambert:

$$\log P_0/P = \epsilon bc = A$$

όπου:  $A$  = απορρόφηση

$P_0$  = ισχύς της προσπίπτουσας ακτινοβολίας

$P$  = ισχύς της εξερχόμενης ακτινοβολίας

$b$  = απόσταση, μέσα στο διάλυμα, που διανύει η δέσμη ακτινοβολίας

$\epsilon$  = μοριακή απορροφητικότητα (σταθερά αναλογίας)

$c$  = συγκέντρωση της ουσίας σε moles/L

Για την εφαρμογή της μεθόδου (AAS) χρησιμοποιούνται τα φασματοφωτόμετρα ατομικής απορρόφησης. Ένα τυπικό φασματοφωτόμετρο αποτελείται από τα ακόλουθα μέρη:

- Μία πηγή εκπομπής χαρακτηριστικής καμπύλης
- Έναν ατομοποιητή για δημιουργία ελεύθερων ατόμων με τη βοήθεια θερμότητας (φλόγα ή φούρνος γραφίτη)
- Ένα μονοχρωμάτορας για επιλογή και απομόνωση μιας στενής περιοχής από την εκπεμπόμενη Η/Μ ακτινοβολία, συνήθως απομόνωση της γραμμής συντονισμού του στοιχείου που εξετάζεται

- Ένας ανιχνευτής μέτρησης του ποσοστού ακτινοβολίας και μετατροπή του σε ηλεκτρικό σήμα σχεδόν πάντα είναι κάποιος τύπος φωτοπολλαπλασιαστή.
- Ένα ηλεκτρονικό όργανο επεξεργασίας, ψηφιοποίησης και αποθήκευσης του σήματος [9]

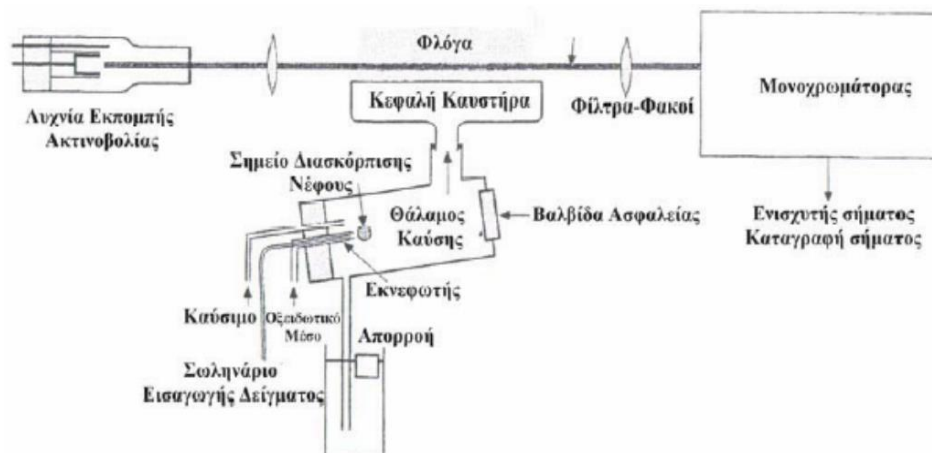
Σχήμα 2.8: Φασματοφωτόμετρο Ατομικής Απορρόφησης



### 2.2.7.3 Αρχή λειτουργίας της μεθόδου

Η αρχή της μεθόδου περιλαμβάνει τη μέτρηση της απορροφημένης ακτινοβολίας από άτομα στη θεμελιώδη κατάσταση για το στοιχείο που εξετάζεται. Η διάταξη της μεθόδου όπως προαναφέρθηκε περιλαμβάνει μία πηγή ακτινοβολίας, ένα κελί ατομοποίησης του δείγματος και έναν ανιχνευτή μονοχρωμάτορα (Σχήμα 2.9).

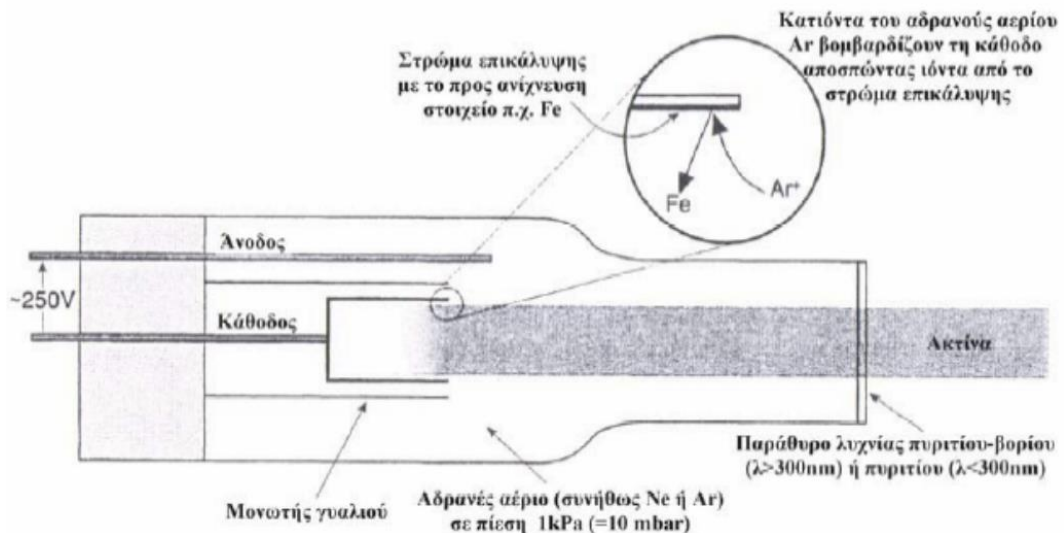
Σχήμα 2.9: Διάταξη φασματοσκοπίας ατομικής απορρόφησης



Η πηγή ακτινοβολίας αποτελείται από μία κυλινδρική λυχνία. Η κάθοδος του κυλίνδρου αποτελείται από το στοιχείο προς ανίχνευση. Εφαρμόζοντας τάση στη λυχνία ιονίζεται το αέριο που υπάρχει στο εσωτερικό της. Τα κατιόντα του αερίου

κατευθύνονται προς την κάθοδο της λυχνίας όπου συγκρούονται με τα άτομα του προς ανίχνευση στοιχείου. Τα παραπάνω έχουν σαν αποτέλεσμα τα άτομα από την κάθοδο να απομακρύνονται ιονισμένα και τελικά να εκπέμπουν ακτινοβολία η οποία είναι χαρακτηριστική για το στοιχείο που ανιχνεύουμε (Σχήμα 2.10). Για κάθε στοιχείο που ανιχνεύεται συνήθως απαιτείται διαφορετική λυχνία.

Σχήμα 2.10: Διάταξη κυλινδρικής λυχνίας



Η ακτινοβολία που εκπέμπεται από τη λυχνία είναι η ακτινοβολία που απαιτείται για να διεγείρει τα άτομα που παράγονται στο καυστήρα (ατομοποίηση). Τα άτομα απορροφούν την ακτινοβολία που απαιτείται για τη μετάπτωση από μία θεμελιώδη κατάσταση σε μία διεγερμένη.

Το ορατό φάσμα του περιβάλλοντος απομονώνεται ηλεκτρονικά. Η λυχνία εκπέμπει ακτινοβολία με ορισμένη συχνότητα (50-60 Hz) με την οποία είναι συγχρονισμένος ο ανιχνευτής ώστε να απορρίπτει τις ακτινοβολίες που δεν είναι στην ίδια συχνότητα και προέρχονται από το περιβάλλον. Το δείγμα περνάει μέσω του εκνεφωτή στο θάλαμο καύσης μαζί με το καύσιμο (ακετυλένιο) και το οξειδωτικό μέσο (αέρας ή  $\text{N}_2\text{O}$ ). Οι μεγαλύτερες σταγόνες δείγματος (πάνω από  $5\mu\text{m}$ ) πέφτουν στην απορροή, ενώ για την καλύτερη μέτρηση χρειάζονται όσο το δυνατόν λεπτότερες σταγόνες.

Τη ροή του καυσίμου και του οξειδωτικού ρυθμίζεται ανάλογα με το προς ανίχνευση στοιχείο. Μερικά στοιχεία παρουσιάζουν καλύτερη ευαισθησία στην ανίχνευση όταν η φλόγα είναι οξειδωτική και εμφανίζεται με μπλε πυρήνα, ενώ άλλα στοιχεία απαιτούν αναγωγικές συνθήκες με τη φλόγα να παρουσιάζει λευκό

φωτεινό πυρήνα. Το ύψος του καυστήρα είναι κρίσιμο και ρυθμίζεται ανιχνεύοντας ταυτόχρονα την απορρόφηση.

Για τα στοιχεία που χρειάζεται μεγαλύτερη θερμοκρασία φλόγας (Si, Al, Sr, κ.α.) χρησιμοποιείται ως οξειδωτικό μέσο το πρωτοξείδιο του αζώτου ( $\text{N}_2\text{O}$ ). Με τη χρήση μίγματος ακετυλενίου- $\text{N}_2\text{O}$  χρησιμοποιείται καυστήρας με μικρότερο άνοιγμα (50mm) σε σύγκριση με αυτόν που χρησιμοποιείται στο μίγμα του ακετυλενίου-αέρα (100mm). Τα παραπάνω συμβαίνουν διότι το μίγμα ακετυλενίου- $\text{N}_2\text{O}$  παρουσιάζει μεγάλη ταχύτητα ανάφλεξης και ο μικρότερος καυστήρας εμποδίζει περιπτώσεις ανάφλεξης.

Η υψηλή θερμοκρασία της φλόγας ιδιαίτερα όταν γίνεται χρήση του πρωτοξειδίου του αζώτου μπορεί να προκαλεί ιονισμό των ατόμων και τελικά μας οδηγεί σε υποεκτίμηση της ποσότητας του στοιχείου που μετράται. Για τον έλεγχο του ιονισμού προσθέτουμε τον κατάλληλο ιονιστή ( $\text{K}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Cs}^+$  κ.α.). Ο ιονιστής πρέπει να επιλέγεται έτσι ώστε να έχει μικρότερο δυναμικό ιονισμού από το στοιχείο για ανάλυση. Επιπλέον τα διαλύματα τα οποία εξετάζονται πρέπει να έχουν τα ίδια φυσικά χαρακτηριστικά με τα πρότυπα που χρησιμοποιήθηκαν για τη κατασκευή της καμπύλης αναφοράς.

Τα παραπάνω είναι απαραίτητα ώστε οι αλληλοεπιδράσεις άλλων ιόντων να είναι ίδια και στα προς εξέταση διαλύματα αλλά και στα πρότυπα διαλύματα. Ο έλεγχος των αλληλοεπιδράσεων μπορεί να γίνει είτε διαλέγοντας πρότυπα που ομοιάζουν τις φυσικές ιδιότητες με το προς εξέταση δείγμα, ή αραιώνοντας τα δείγματά μας ή προσθέτοντας άλλα πρότυπα ώστε να πλησιάσουμε τις φυσικές ιδιότητες του δείγματος που εξετάζουμε. [10]

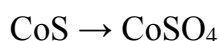
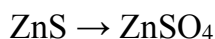
## **2.2.8. Εκχύλιση**

Εκχύλιση είναι η μέθοδος κατά την οποία διαλυτοποιούμε σε υδατικό διάλυμα το ορυκτό που περιέχει το χρήσιμο συστατικό, το οποίο στη συνέχεια ανακτούμε υπό καθαρή ή συμπυκνωμένη μορφή και περιλαμβάνει τα ακόλουθα στάδια.

### **2.2.8.1 Στάδια εκχύλισης**

- Εκχύλιση (διαλυτοποίηση) της στερεάς ένωσης στο υδατικό διάλυμα με τη βοήθεια ενός διαλύτη

- Διαχωρισμός του διαλύματος από το αδιάλυτο υπόλειμμα
- Ανάκτηση του στοιχείου ή ένωσης του από το διάλυμα
- Ανακύκλωση του διαλύτη (barren solution)
- Ενίοτε προδιεργασία για την μετατροπή αδιάλυτων ενέσεων σε διαλυτές με φρύξη



#### 2.2.8.2 Τύποι αντιδράσεων

- Απλή Διαλυτοποίηση στο νερό
- Διαλυτοποίηση Οξειδίων και Υδροξειδίων (οξείδια και υδροξείδια βασικών μετάλλων αδιάλυτα στο νερό διαλύονται με οξέα ή αλκάλια)
- Αντιδράσεις Αντικατάστασης
- Δημιουργία Συμπλόκων
- Διαλυτοποίηση με Αντιδράσεις Οξειδοαναγωγής
- Χρήση Βακτηριδίων

#### 2.2.8.3 Παράγοντες που επηρεάζουν την εκχύλιση

Αυτό που επιθυμούμε σε μια διαδικασία εκχύλισης είναι

- Εκλεκτικότητα στη διάλυση
- Γρήγορη αντίδραση
- Μεγάλη συγκέντρωση στο διάλυμα
- Ελάχιστο κόστος

Οι παράγοντες που επηρεάζουν την αντίδραση είναι:

- 1) Μέγεθος τεμαχιδίων (100 - 200μm)
- 2) Εκλογή διαλύτη

- 3) Συγκέντρωση διαλύτη (βελτίωση με δύο διαλύτες)
- 4) Διαλύτες αερίων που συμμετέχουν στην αντίδραση
- 5) θερμοκρασία
- 6) Ανάδευση
- 7) Πύκνωση πολφού

#### **2.2.8.4 Τεχνικές διαλυτοποίησης**

Οι διεισδυτικές μέθοδοι δεν απαιτούν λειοτριβήση του υλικού και η εκχύλιση γίνεται:

- Επi τόπου
- Σε σωρούς
- Σε δεξαμενές

Μέθοδοι με ανάδευση: Οι μέθοδοι αυτές απαιτούν ανάδευση του υλικού, το οποίο έχει λειοτριβηθεί λεπτομερώς και η εκχύλιση γίνεται σε αναδευόμενους αντιδραστήρες.

#### **2.2.8.5 Διαχωρισμός διαλύματος από τα στερεά**

Ο διαχωρισμός των αδιάλυτων στερεών μετά την εκχύλιση του χρήσιμου συστατικού γίνεται με διαδοχικές καθιζήσεις κατά αντιρροή στερεών και διαλύματος. Ενίοτε ακολουθεί και διήθηση των στερεών με σύγχρονη έκπλυση σε φίλτρα.

#### **2.2.8.6 Ανάκτηση χρήσιμου μετάλλου**

Μετά το διαχωρισμό των άχρηστων αδιάλυτων στερεών από το χρήσιμο διάλυμα, που κυοφορεί το πολύτιμο μέταλλο εν διαλύσει, απαιτείται ένα στάδιο ανάκτησης του μετάλλου αυτού από το διάλυμα. Οι κυριότερες μέθοδοι ανάκτησης είναι:

- 1) Κατακρήμνιση : Το εν διαλύσει μέταλλο ανάγεται και κατακρημνίζεται υπό στερεά μορφή με την προσθήκη ενός άλλου πιο ηλεκτροαρνητικού, που το αντικαθιστά στο διάλυμα.
- 2) Ιοντική καταβύθιση : Είναι ίδια περίπτωση με την προηγούμενη, μόνο που εδώ η κατακρήμνιση δεν είναι αποτέλεσμα οξειδοαναγωγής αλλά ιοντικής εναλλαγής.
- 3) Ιονεναλλαγές με ρητίνες : Υπάρχουν ορισμένες στερεές ρητίνες που έχουν τη δυνατότητα να εναλλάσσουν ιόντα με το διάλυμα και να συγκρατούν αυτά που θέλουμε. Στην ίδια κατηγορία μπορεί να καταταχθεί και η

περίπτωση χρήσεως ενεργού άνθρακα, αντί για ρητίνη, με εφαρμογή στην εκχύλιση χρυσού με κυανιόντα.

- 4) Εξαγωγή με διαλύτη : Στην περίπτωση που το χρήσιμο μέταλλο έχει διαλυθεί με τη μορφή οργανικού (χειλικού) συμπλόκου, η ανάκτησή του από το υδατικό διάλυμα μπορεί να γίνει με έναν οργανικό διαλύτη μη αναμίξιμο με το νερό. Το οργανικό σύμπλοκο, λόγω της φύσης του, είναι περισσότερο ευδιάλυτο στον οργανικό διαλύτη απ'ότι στο νερό και μεταβαίνει από την υδάτινη στην οργανική φάση.
- 5) Ηλεκτρόλυση : Η μέθοδος αυτή χρησιμοποιείται για πυκνά διαλύματα. Στο διάλυμα βυθίζονται δύο ηλεκτρόδια –άνοδος και κάθοδος.
- 6) Κρυστάλλωση με εξάτμιση : Στην περίπτωση αυτή, η ανάκτηση του διαλυμένου συστατικού γίνεται με εξάτμιση του νερού. Πολλές φορές το νερό εξατμίζεται σε ανοιχτούς χώρους, σε θερμά κλίματα, με σημαντικότερο παράδειγμα την παραγωγή άλατος από το θαλασσινό νερό σε υπαίθριες αλυκές.
- 7) Φρύξη : Η μέθοδος αυτή χρησιμοποιείται για την παραγωγή οξειδίων από υδατικά διαλύματα των μετάλλων, κυρίως του υδροχλωρικού οξέος. Η αντίδραση γίνεται σε υψηλή θερμοκρασία, γύρω στους 600-700 °C, με σύγχρονη ανάκτηση του υδροχλωρικού οξέος, που ανακυκλώνεται στο σύστημα. [7]

### 2.3 Περιγραφή πειραματικής συσκευής

Η διαλυτοποίηση σε στήλη η οποία έγινε στην παρούσα εργασία είναι μια εργαστηριακή διαδικασία που βρίσκει εφαρμογή στη βιομηχανία με την εκχύλιση σε σωρούς.

Όπως φαίνεται και από το σχήμα 2.11 η πειραματική συσκευή η οποία χρησιμοποιήθηκε στην παρούσα εργασία αποτελείται από τα εξής τμήματα :

- Μια στήλη εντός της οποίας είναι τοποθετημένο το δείγμα
- Ένα δοχείο τροφοδοσίας στο οποίο περιέχεται το οξύ αλλά και στο οποίο καταλήγει από την υπερχείλιση της στήλης και κατά τον τρόπο αυτό ανακυκλώνεται
- Μία αντλία η οποία είναι βαθμονομημένη με ρυθμιζόμενη παροχή

Σχήμα 2.11: Απεικόνιση πειραματικής διάταξης



Κατά τη διάρκεια της πειραματικής διαδικασίας, χρησιμοποιήθηκαν δύο στήλες και δύο αντλίες η Α και η Β για κάθε στήλη αντίστοιχα. Στη μία στήλη τοποθετήθηκε το μαγνητικό υλικό που προέκυψε μετά από μαγνητικό διαχωρισμό και στην άλλη τα pellets που προέκυψαν από σβολοποίηση του λεπτόκοκκου υλικού από την υγρή κοσκίνηση. Αφού έγινε βαθμονόμηση της παροχής της αντλίας, τέθηκε σε λειτουργία η αντλία η οποία απορροφούσε το διαλύτη, με αποτέλεσμα ο διαλύτης να περνά μέσα από την στήλη και να καταλήγει τελικά από την υπερχείλιση της στήλης στο δοχείο που βρίσκεται το οξύ. Αυτό είχε σαν αποτέλεσμα το θειϊκό οξύ που ήταν και ο διαλύτης, να ανακυκλώνεται και να κυκλοφορεί συνεχόμενα μέσα από τη στήλη για όσο χρονικό διάστημα πραγματοποιήθηκε το πείραμα. Κάθε δύο ημέρες λαμβανόταν διάλυμα 10 ml και από τις αναλύσεις των διαλυμάτων έβγαιναν χρήσιμα συμπεράσματα όσον αφορά την εκλεκτικότητα της διαλυτοποίησης. Ωστόσο, κάθε φορά που λαμβάνονταν 10 ml διαλύματος συμπληρώνονταν με 10 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  έτσι ώστε να υπάρχει πάντα σταθερός όγκος οξέος.



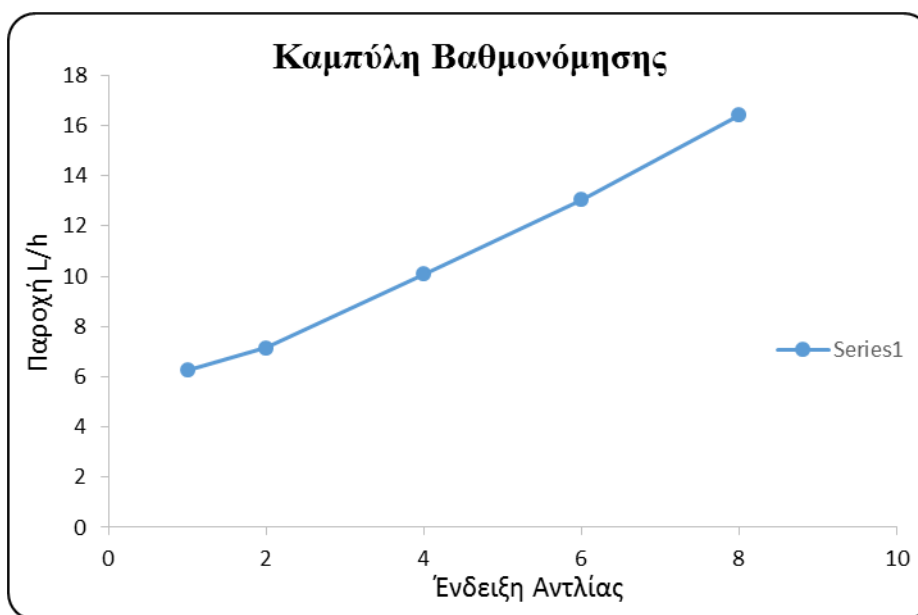
Η παροχή που θα είχε η αντλία για κάθε δοκιμή υπολογίστηκε από μια καμπύλη αναφοράς, η οποία κατασκευάστηκε από δοκιμές της παροχής στις διάφορες θέσεις του ρυθμιστή.

Η καμπύλη βαθμονόμησης που προέκυψε για τη στήλη με το μαγνητικό υλικό είναι:

Πίνακας 2.12: Παροχή της αντλίας Α

Ένδειξη αντλίας	ml/min	L/h
1	104,35	6,261
2	119,35	7,161
4	168,3	10,098
6	217,4	13,044
8	273,75	16,425

Σχήμα 2.13: Καμπύλη βαθμονόμησης αντλίας Α

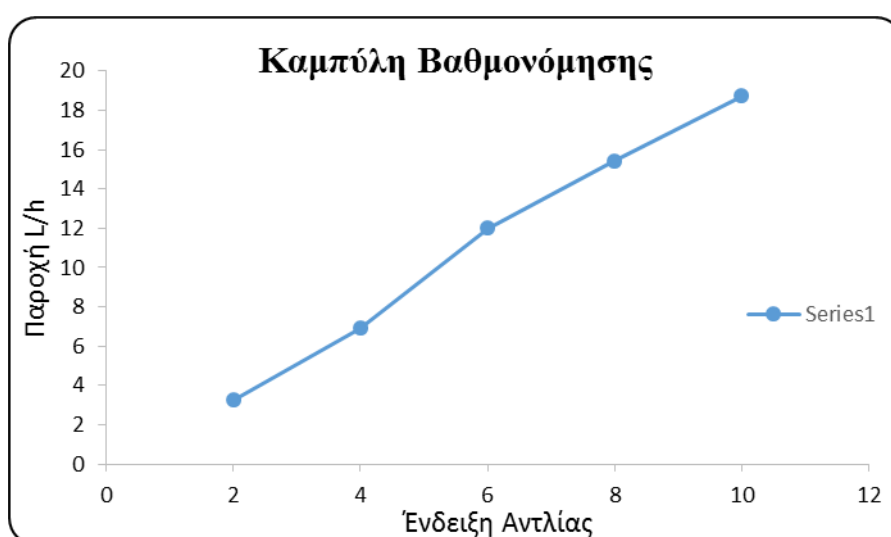


Η καμπύλη βαθμονόμησης που προέκυψε για τη στήλη με τα pellets είναι:

Πίνακας 2.14: Παροχή της αντλίας B

Ένδειξη ρυθμιστή	ml/min	L/h
2	54,45	3,267
4	115,05	6,903
6	200,15	12,009
8	257,25	15,435
10	312,55	18,753

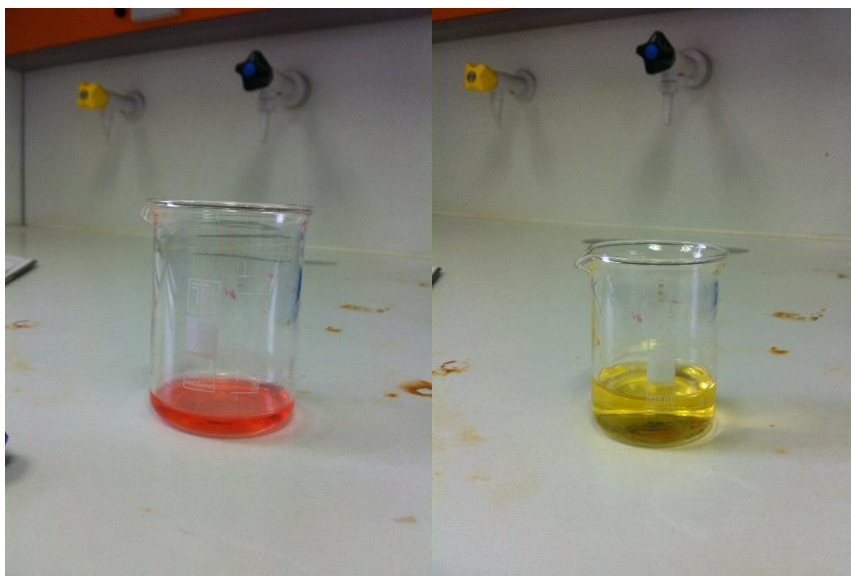
Σχήμα 2.15: Καμπύλη βαθμονόμησης αντλίας B



### 2.3.1 Παρασκευή 10 L διαλύματος $H_2SO_4$ συγκέντρωσης 2M

Το οξύ που χρησιμοποιήθηκε στο πείραμα είναι θειικό οξύ ( $H_2SO_4$ ) συγκέντρωσης 2M. Η πυκνότητα του πυκνού οξέος είναι  $1,8\text{gr/cm}^3$  και 95% και το μοριακό του βάρος είναι 98. Για την τιτλοδότηση του θειικού οξέος που παρασκευάστηκε χρησιμοποιήθηκε ο δείκτης methyl orange (πορτοκαλί του μεθυλίου) και μία βάση με γνωστή συγκέντρωση, το NaOH με συγκέντρωση 1M. Όπως φαίνεται και από τις επόμενες εικόνες είναι εμφανής η αλλαγή του χρώματος του διαλύματος στο σημείο ισοδυναμίας, το οποίο αρχικά είναι πορτοκαλί και μετά αποκτά χρώμα κίτρινο.

Σχήμα 2.16: Αλλαγή χρώματος του διαλύματος κατά τη διαδικασία της τιτλοδότησης του οξέος



#### 2.4 Περιγραφή και κατεργασία αρχικού δείγματος

Το δείγμα το οποίο χρησιμοποιήθηκε ήταν από την εταιρία Γ.Μ..Μ.Α.Ε ΛΑΡΚΟ που βρίσκεται στα Πολιτικά Ευβοίας. Το δείγμα αυτό που χρησιμοποιήθηκε βρισκόταν ήδη στο Εργαστήριο Εμπλουτισμού του Πολυτεχνείου Κρήτης και το οποίο χρησιμοποιούταν για τις ανάγκες του εργαστηρίου.

Η αρχική κατεργασία του δείγματος περιελάμβανε θραύση του δείγματος σε μέγεθος -6.00 mm, ομογενοποίηση και τεταρτοδιαίρεση σε τάξεις των 10 κιλών περίπου μέχρι να απομείνει η ποσότητα που ήταν απαραίτητη για το πείραμα.

Στη συνέχεια για τη διεξαγωγή του πειράματος επιλέχθηκε ένα σακί με ακριβές δείγμα βάρους 10,980 κιλών. Από το δείγμα αυτό, μια ποσότητα 500 g υποβλήθηκε σε υγρή κοσκίνιση σε κόσκινο 0.250 mm για να απομακρυνθούν τα ψιλά. Έπειτα τοποθετήθηκαν τα στερεά σε φούρνο για ξήρανση σε θερμοκρασία 100 °C. Το ξηρό δείγμα ζυγίστηκε και βρέθηκε 362 g. Στη συνέχεια πραγματοποιήθηκε για 10 λεπτά κοσκίνιση του δείγματος σε κόσκινα 4.75 mm, 2.00 mm, 1.00 mm, 0.500 mm, 0.250 mm. Τα κλάσματα που προέκυψαν παρουσιάζονται στον παρακάτω πίνακα:

Πίνακας 2.17: Βάρος (%) και αθροιστικώς διερχόμενο κλάσμα στις διάφορες κοκκομετρίες

Μέγεθος κοσκίνου	Βάρος (g)	Βάρος (%)	Αθροιστικώς διερχόμενο
4.75 mm	23	4,7	95,3
2.00 mm	106	21,5	73,8
1.00 mm	105	21,3	52,5
0.500 mm	83	16,9	35,6
0.250 mm	44	8,9	26,6
-0.250 mm	131	26,6	-
Σύνολο	492	100	-

Η ορυκτολογική ανάλυση στο λεπτόκοκκο κλάσμα (-0,250mm) έδειξε ότι έχει μεγάλη περιεκτικότητα σε αιματίτη και χαλαζία και μικρότερη σε νιμίτη και ασβεστίτη. Τέλος, από τη χημική ανάλυση που έγινε στα δείγματα προέκυψε ο παρακάτω πίνακας για την περιεκτικότητα των διαφόρων κοκκομετρικών κλασμάτων σε Ni, Fe, Mg και Al.

Πίνακας 2.18: Περιεκτικότητα των διαφόρων κοκκομετρικών κλασμάτων σε Ni, Fe, Mg και Al.

MP 1302	Ni %	Fe %	Mg %	Al %
4,75	0,42	14,27	1,02	1,71
2,00	0,64	25,26	1,10	2,55
1,00	0,71	30,72	1,10	2,68
0,500	0,75	30,59	1,16	2,76
0,250	0,78	27,16	1,41	3,27
-0,250	0,95	23,55	2,24	4,66

#### 2.4.1 Διαδικασία υγρού αυτοκαθαρισμού λατερίτη

Ακολούθησε αυτοκαθαρισμός του υλικού σε εργαστηριακή μπετονιέρα. Προστέθηκαν τα υπόλοιπα 10,5 κιλά λατερίτη μαζί με 10,5 κιλά νερό και αφέθηκαν να αυτοκαθαριστούν για μισή ώρα. Στη συνέχεια συλλέχθηκε το υλικό. Στο υλικό αυτό πραγματοποιήθηκε υγρή κοσκίνιση σε κόσκινο των 0.500 mm και τα στερεά που παρέμειναν στο κόσκινο τα έβαλα στο ξηραντήριο για 24 ώρες. Επίσης, στο ξηραντήριο τοποθετήθηκε και το ψιλό που πέρασε από το κόσκινο. Στη συνέχεια και αφού είχαν ξηρανθεί τα ζύγισα.

Πίνακας 2.19: Βάρος (%) του +0,500mm και του -0,500mm

Μέγεθος κόκκου	Βάρος (%)	Ni (%)	Fe (%)	Mg (%)	Al (%)	NiO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
0,500	64,43	0,68	27,61	1,11	2,59	0,86	39,55	1,84	4,89
-0,500	35,57	0,90	24,41	2,03	4,31	1,15	34,96	3,37	8,15

#### 2.4.2 Διαδικασία μαγνητικού διαχωρισμού

Στη συνέχεια πραγματοποιήθηκαν δύο περάσματα του χονδρόκοκκου υλικού (βάρος υλικού 6,900 Kg) στην ίδια ταχύτητα περιστροφής τυμπάνου και στις ίδιες συνθήκες. Από το πρώτο πέρασμα προέκυψε ένα μαγνητικό προϊόν και ένα πρώτο μη μαγνητικό προϊόν. Το πρώτο αυτό μη μαγνητικό υλικό οδηγήθηκε στο δεύτερο πέρασμα, και έτσι προέκυψε ένα νέο μαγνητικό υλικό μικρής ποσότητας και ένα δεύτερο μη μαγνητικό προϊόν. Το δεύτερο μαγνητικό προϊόν συλλέχθηκε και μαζί με το μαγνητικό του πρώτου περάσματος αποτελεί πλέον το χρήσιμο υλικό ενώ το δεύτερο μη μαγνητικό υλικό είναι στείρο και άχρηστο υλικό.

Η ορυκτολογική μελέτη XRD που έγινε στα δείγματα έδειξε ότι περιέχουν τα παρακάτω ορυκτά. Το μαγνητικό υλικό αποτελείται κυρίως από αιματίτη αλλά εμφανίζει και λίγο νιμίτη και χαλαζία. Το μη μαγνητικό υλικό αποτελείται από πολύ χαλαζία, λίγο αιματίτη και σε πιο μικρές συγκεντρώσεις νιμίτη και ασβεστίτη. Από τη χημική ανάλυση που έγινε στα δείγματα προέκυψε ο παρακάτω

πίνακας για την περιεκτικότητα του μαγνητικού και του μη μαγνητικού υλικού σε Ni, Fe, Mg και Al.

Πίνακας 2.20: Περιεκτικότητα του μαγνητικού και του μη μαγνητικού υλικού σε Ni, Fe, Mg και Al

MP 1302	Ni %	Fe %	Mg %	Al %
μη μαγνητ.	0,37	15,87	0,72	1,58
μαγνητικό	0,79	33,23	1,19	2,84

### Μετά Το Διαχωρισμό

**Βάρος Μαγνητικού:** 4,215 Kg

**Βάρος Μη Μαγνητικού:** 2,633 Kg

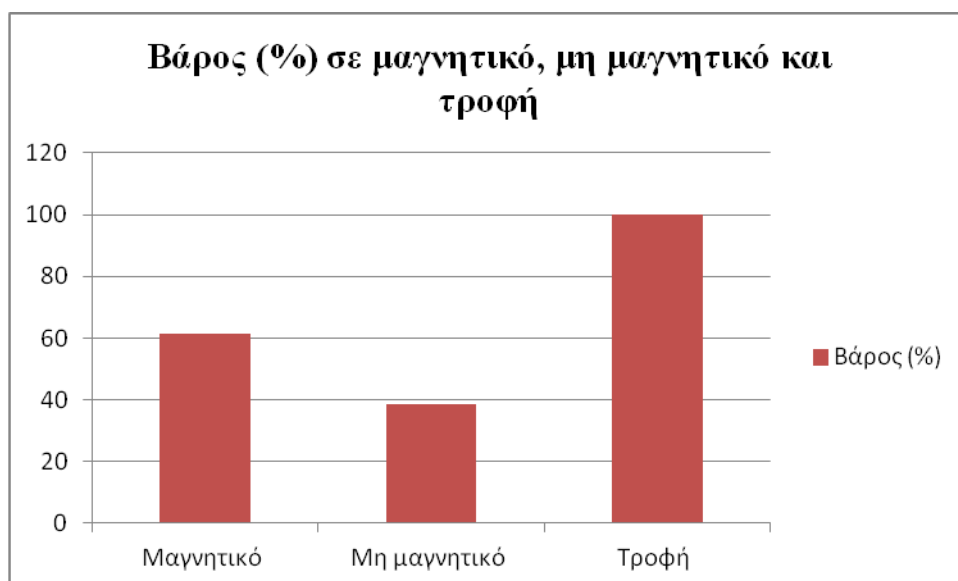
Από τις χημικές αναλύσεις του μαγνητικού και του μη μαγνητικού υλικού προέκυψαν ο επόμενος πίνακας και τα επόμενα διαγράμματα.

Πίνακας 2.21 : Περιεκτικότητα (%) σε NiO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, μεταλλομονάδες και κατανομή στο μαγνητικό – μη μαγνητικό υλικό και στο σύνολο

Δείγμα	Βάρος	Βάρος (%)	ΑΝΑΛΥΣΕΙΣ				ΜΕΤΑΛΛΟΜΟΝΑΔΕΣ				ΚΑΤΑΝΟΜΗ			
			NiO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	NiO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	NiO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Μαγνητικό	4,215	61,55	1,01	47,51	1,98	5,37	0,62	29,24	1,22	3,31	77,48	77,02	72,54	74,19
Μη μαγνητικό	2,633	38,45	0,47	22,69	1,2	2,99	0,18	8,72	0,46	1,15	22,52	22,98	27,46	25,81
Τροφή	6,848	100,00	0,80	37,97	1,68	4,45	0,80	37,97	1,68	4,45	100,00	100,00	100,00	100,00

Από τον πίνακα 2.21 προέκυψαν τα διαγράμματα:

Διάγραμμα 2.22 : Βάρος (%) σε μαγνητικό – μη μαγνητικό και τροφή



Διάγραμμα 2.23 : Περιεκτικότητα NiO (%) σε μαγνητικό – μη μαγνητικό και τροφή



### 2.4.3 Δημιουργία των pellets

Το ψιλό που είχε μείνει από την υγρή κοσκίνιση του συνολικού υλικού (-0,500mm) έπρεπε να γίνει pellets. Για τη δημιουργία των pellets χρησιμοποιήθηκε σαν συνδετικό υλικό γύψος. Ο λόγος που επιλέχθηκε η γύψος είναι διότι δε διαλύεται στο  $H_2SO_4$  που θα χρησιμοποιηθεί για την εκχύλιση. Για τη δημιουργία των pellets χρησιμοποιήθηκε 90% υλικό και 10% γύψος. Ακολούθησε η εξής διαδικασία:

- Ανάμιξη υλικού με τη γύψο
- Προσθήκη νερού σταδιακά
- Σπάσιμο συσσωματωμάτων ώστε να έχουν το επιθυμητό μέγεθος (<10mm)

Η παραπάνω διαδικασία έλαβε χώρα μέσα σε ειδική μπετονιέρα η οποία διατίθεται στο εργαστήριο Εμπλουτισμού Μεταλλευμάτων. Η υγρασία των pellets υπολογίστηκε σε 0,2%.

### 2.4.4 Κοσκίνιση των pellets

Ακολούθησε κοσκίνιση των pellets στα κόσκινα: 8.00mm, 4.75mm, 2.00mm, 1.00mm. Για την κοσκίνιση χρησιμοποιήθηκε pellets με βάρος 300 gr. Η ποσότητα που προέκυψε σε κάθε κλάσμα παρουσιάζεται στον παρακάτω πίνακα.

Πίνακας 2.24 : Βάρος (g) και βάρος (%) των pellets στις κοκκομετρίες 8.00mm, 4.75mm, 2.00mm, 1.00mm

Μέγεθος Κοσκίνου (mm)	Βάρος (g)	Βάρος (%)
8,00	48	15,9
4,75	185	61,5
2,00	68	22,6
1,00	-	-
Σύνολο	301	100



#### 2.4.5 Μέτρηση αντοχής των pellets

Στη συνέχεια ακολούθησε μέτρηση της αντοχής των pellets μετά από μία ώρα από τη δημιουργία τους και μετά από μία ημέρα. Η μέτρηση πραγματοποιήθηκε σε ένα σύνολο κόκκων (20 κόκκοι) και σε κάθε κόκκο ασκούταν δύναμη μέσω ενός σιδερένιου αντικειμένου. Την ώρα που ο κόκκος δεχόταν τη δύναμη, βρισκόταν πάνω σε ζυγό και η ένδειξη που έδειχνε ο ζυγός τη στιγμή της θραύσης του κόκκου αποτελούσε τη μέτρηση της αντοχής του και η τιμή αυτή καταγραφόταν. Έτσι προέκυψε ο επόμενος πίνακας:

#### Μέτρηση Αντοχής Κόκκων

Πίνακας 2.25: Μέτρηση Αντοχής των κόκκων (μονάδες μέτρησης δύναμη σε g)

Αριθμός κόκκων	Μετά από 1 ώρα	Μετά από 1 ημέρα
1	3,158	149,53
2	3,753	205,72
3	3,486	193,52
4	3,642	156,34
5	5,478	170,83
6	3,918	162,58
7	4,481	201,36
8	5,548	137,50
9	4,608	198,70
10	4,578	178,31
11	3,690	158,32
12	2,879	171,39
13	6,703	246,75
14	3,872	137,54
15	4,248	106,78
16	4,381	130,58
17	4,062	129,08
18	4,218	137,51
19	3,456	120,11
20	5,753	198,32
<b>M.O :</b>	4,296	164,54

**Παρατήρηση:** Αυτό που παρατηρείται με βάση τον παραπάνω πίνακα είναι ότι η αντοχή των pellets με την πάροδο του χρόνου μεταβάλλεται και συγκεκριμένα αυξάνεται. Μεγαλύτερη αντοχή λοιπόν επιδεικνύουν οι κόκκοι μετά από μία ημέρα και μικρότερη μετά από μία ώρα.

Από την ορυκτολογική ανάλυση που έγινε προέκυψε ότι τα pellets εμφανίζουν αιματίτη, λίγο χαλαζία και νιμίτη καθώς και γύψο αφού αυτό άλλωστε χρησιμοποιήθηκε για συνδετικό υλικό κατά τη δημιουργία τους. Τέλος, από την ανάλυση των pellets μέσω της φασματοφωτομετρίας ατομικής απορρόφησης προέκυψε ο επόμενος πίνακας για την περιεκτικότητά τους σε Ni, Fe, Mg και Al.

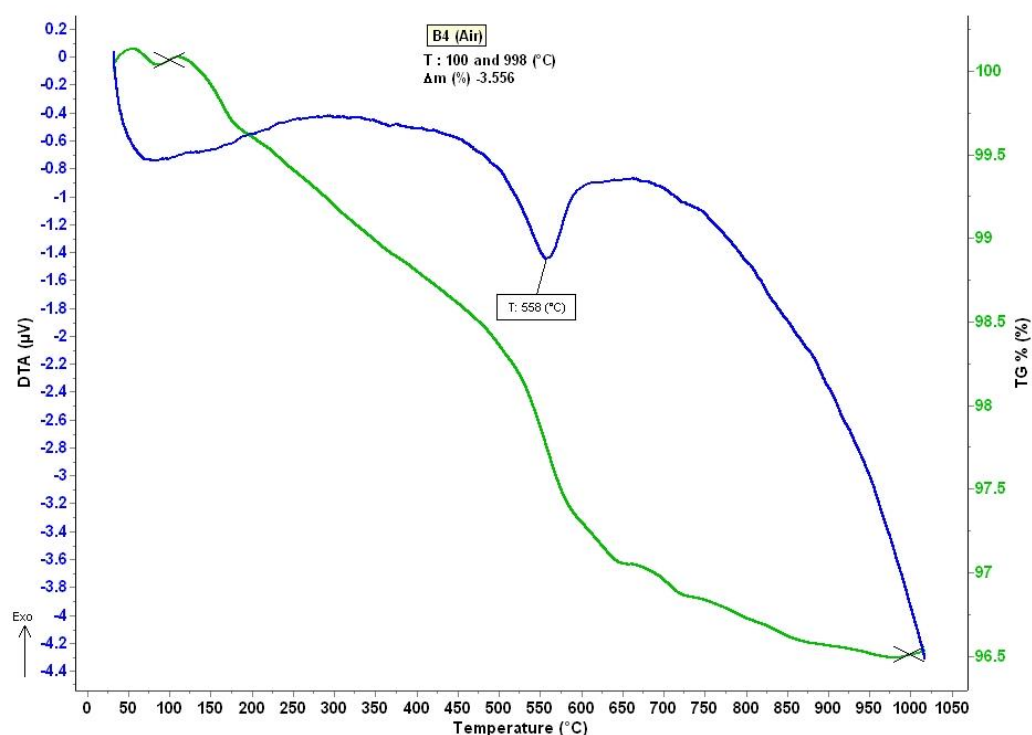
Πίνακας 2.26: Περιεκτικότητα των pellets σε Ni, Fe, Mg και Al

MP 1302	Ni %	Fe %	Mg %	Al %
pellets	0,81	21,39	1,89	3,97

## 2.5 Αποτελέσματα Διαφορικής Θερμικής Ανάλυσης

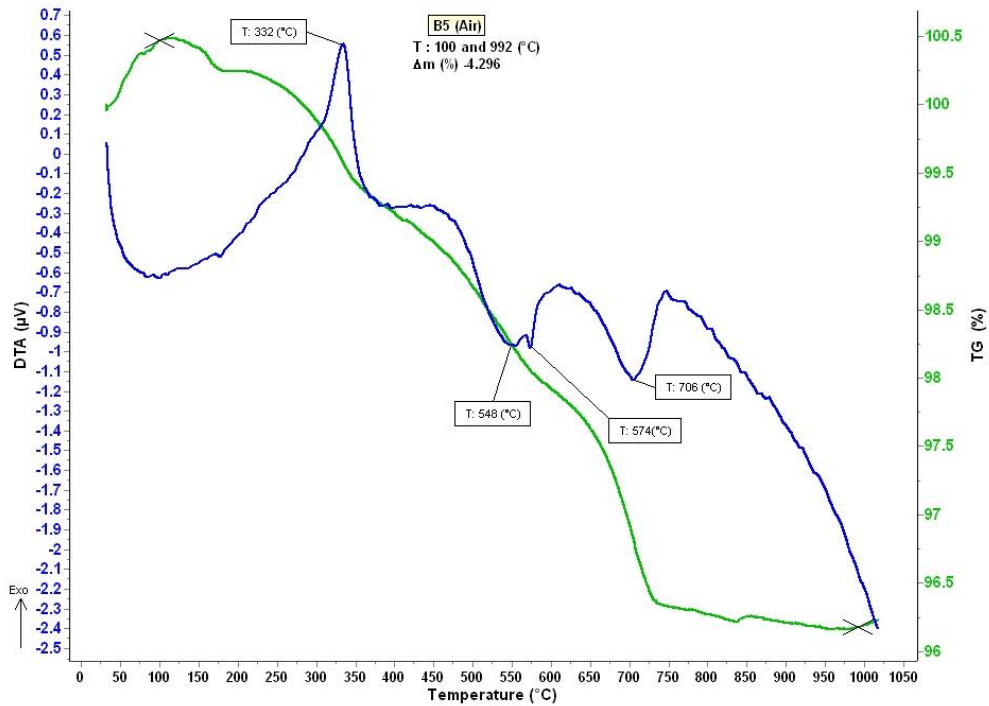
Η μέθοδος αυτή χρησιμοποιήθηκε για τρία δείγματα του υλικού, συγκεκριμένα για το μαγνητικό υλικό, το μη μαγνητικό υλικό και τα pellets. Από τη διαφορική θερμική ανάλυση προέκυψαν τα επόμενα θερμογραφήματα.

Διάγραμμα 2.27: Διαφορική θερμική ανάλυση στο μαγνητικό υλικό



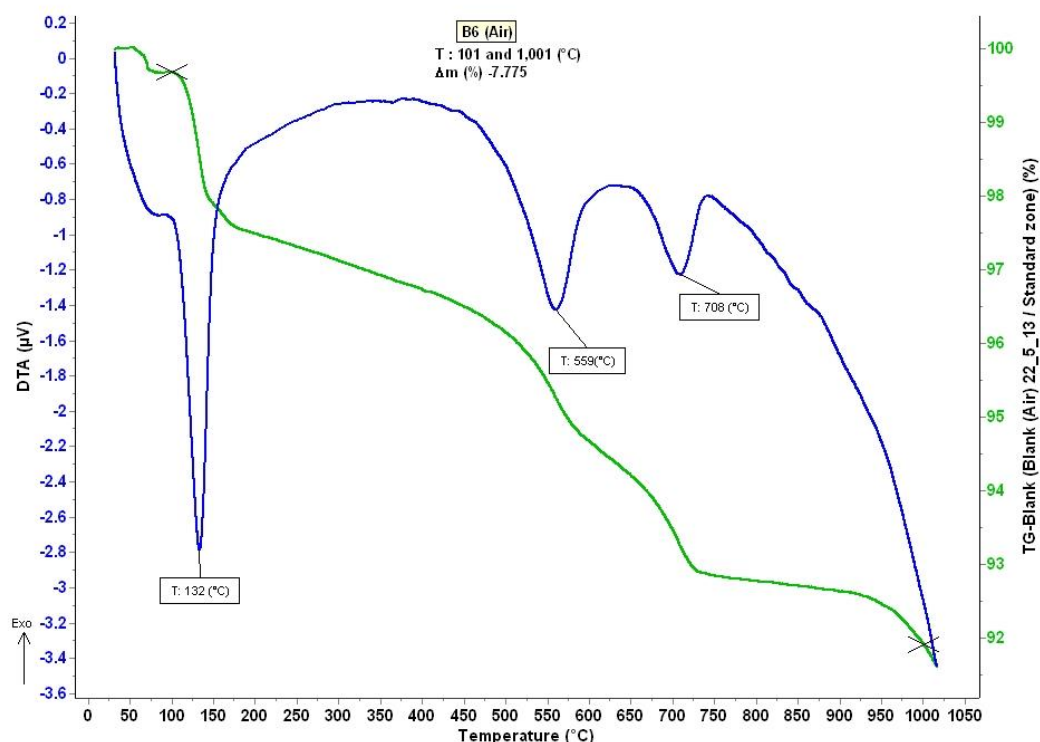
Από το θερμογράφημα που προκύπτει για το μαγνητικό υλικό παρατηρήθηκε μια μεταβολή στους 100 °C και είναι το νερό που χάνεται λόγω του φαινομένου της εξάτμισης. Η μεταβολή φάσης που παρατηρείται σε θερμοκρασία 558 °C αναφέρεται στον νιμίτη. Πρόκειται για μια ενδόθερμη αντίδραση μαγνησιοπυριτικού ορυκτού και εμφανίζεται μείωση βάρους που οφείλεται στην απώλεια κρυσταλλικού νερού.

Διάγραμμα 2.28: Διαφορική θερμική ανάλυση στο μη μαγνητικό υλικό



Ομοίως και εδώ αυτό που χάνεται στους 100 °C είναι το νερό μέσω της εξάτμισης. Η εξώθερμη αντίδραση που λαμβάνει χώρα σε θερμοκρασία 332 °C είναι πέρα από τον σκοπό της εργασίας και δεν μπορεί να προσδιοριστεί, ενώ η ενδόθερμη στους 548 °C αναφέρεται στον νιμίτη και παρουσιάζει πάλι απώλεια βάρους λόγω απομάκρυνσης του κρυσταλλικού νερού. Τέλος, η ενδόθερμη αντίδραση σε θερμοκρασία 706 °C αναφέρεται στη διάσπαση των ανθρακικών ορυκτών.

Διάγραμμα 2.29: Διαφορική θερμική ανάλυση στα pellets



Έτσι και σε αυτό το θερμογράφημα όπως και στα δύο προηγούμενα στους 100  $^{\circ}\text{C}$  παρατηρείται απομάκρυνση του νερού μέσω της εξάτμισης. Στη θερμοκρασία των 132  $^{\circ}\text{C}$  παρατηρείται μία ενδόθερμη αντίδραση και πρόκειται για τη μετατροπή της γύψου σε βασανίτη. Τέλος, ομοίως όπως και στα παραπάνω διαγράμματα η ενδοθέρμη αντίδραση στους 559  $^{\circ}\text{C}$  αναφέρεται σε μεταβολή του νιμίτη και η ενδόθερμη σε θερμοκρασία 708  $^{\circ}\text{C}$  αναφέρεται στη διάσπαση ανθρακικών ορυκτών.

## 2.6 Διεξαγωγή των αναλύσεων στο εργαστήριο

Για την πραγματοποίηση των αναλύσεων ήταν αναγκαίο να γίνουν κάποιες διαδικασίες προηγουμένως. Για τη μέτρηση των στοιχείων στα διάφορα κλάσματα κοσκίνισης καθώς και στο μαγνητικό υλικό και στα pellets, τόσο πριν όσο και μετά την εκχύλιση, ήταν αναγκαία η μετατροπή του δείγματος από στερεό σε διάλυμα. Έτσι τα στάδια που ακολούθησαν ήταν τα εξής:

- Λήψη αντιπροσωπευτικού δείγματος από το προς ανάλυση υλικό
- Λειοτρίβηση του δείγματος έως ότου γίνει σκόνη (πούδρα) σε ειδικό μύλο λειοτρίβησης
- Δημιουργία συντηκτικού από 2g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  και 0,5g τετραβορικό λίθιο

- Λήψη ποσότητας δείγματος 0.1g μαζί με 0,5g συντηκτικό και τοποθέτηση του μέσα σε ειδικά χωνευτήρια λευκοχρύσου
- Τοποθέτηση των χωνευτηρίων σε φούρνο στους 950 °C για 20 λεπτά
- Ανάδευση του υλικού στα πρώτα 15 λεπτά και προσθήκη μικρής ποσότητας τετραβορικού λιθίου
- Δημιουργία γυαλιού
- Διαλυτοποίηση του γυαλιού μέσα σε 30ml διαλύματος HCl με αναλογία 1:1 και στη συνέχεια αραίωση του διαλύματος μέχρι τα 100ml
- Επιπλέον αραίωση των διαλυμάτων (εφόσον είναι αναγκαίο) έτσι ώστε να είναι μετρήσιμα σύμφωνα με τα όρια ανίχνευσης του οργάνου
- Μέτρηση των διαλυμάτων στο φασματοφωτόμετρο της Ατομικής Απορρόφησης

Για να μπορέσει το όργανο να μετρήσει τα στοιχεία θα πρέπει να δημιουργηθεί μία καμπύλη, η οποία προκύπτει από πρότυπα διαλύματα, δηλαδή από διαλύματα με το προς εντοπισμό στοιχείο και με γνωστή συγκέντρωση. Πιο συγκεκριμένα για τη δημιουργία καμπύλης για τον προσδιορισμό των στοιχείων Ni, Fe, Mg, Al χρησιμοποιήθηκαν ένα τυφλό διάλυμα (δεν περιέχει κανένα στοιχείο) και τα πρότυπα διαλύματα με τις εξής συγκεντρώσεις:

Πίνακας 2.30: Συγκεντρώσεις πρότυπων διαλυμάτων

Στοιχεία	1 <sup>ο</sup> πρότυπο	2 <sup>ο</sup> πρότυπο	3 <sup>ο</sup> πρότυπο	4 <sup>ο</sup> πρότυπο
Ni	1	2	5	10
Fe	3	5	10	30
Mg	0,3	0,5	1	3
Al	1	5	10	50

Σε όλα τα πρότυπα διαλύματα αλλά και στο τυφλό διάλυμα προστέθηκαν 0,1% La και στη συνέχεια αραιώθηκαν στα 100ml. Αραίωση χρειάστηκαν και τα διαλύματα με το δείγμα, οπότε 10ml από τα διαλύματα αυτά αραιώθηκαν στα 100ml. Με βάση τις μετρήσεις με τη μέθοδο της Ατομικής Απορρόφησης προέκυψαν οι επόμενες τιμές.

Πίνακας 2.31: Αποτελέσματα Κοκκομετρικής Ανάλυσης

Μέγεθος Κοσκίνου (mm)	Βάρος (gr)	Βάρος (%)	ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΑ (%)						ΜΕΤΑΛΛΟΜΟΝΑΔΕΣ						ΚΑΤΑΝΟΜΗ					
			NiO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	NiO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	NiO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO
4,75	23	4,67	0,53	20,40	1,69	3,23	49,84	1,02	0,02	0,95	0,08	0,15	2,33	0,05	2,59	2,52	3,30	2,50	8,99	3,54
2,00	106	21,54	0,82	36,11	1,83	4,82	36,89	1,28	0,18	7,78	0,39	1,04	7,95	0,28	18,23	20,52	16,52	17,18	30,68	20,45
1,00	105	21,34	0,90	43,92	1,82	5,05	18,99	1,08	0,19	9,37	0,39	1,08	4,05	0,23	20,02	24,72	16,31	17,84	15,65	17,09
0,500	83	16,87	0,95	43,73	1,93	5,21	19,74	1,05	0,16	7,38	0,33	0,88	3,33	0,18	16,68	19,46	13,63	14,55	12,86	13,13
0,250	44	8,94	0,99	38,83	2,34	6,18	24,35	1,31	0,09	3,47	0,21	0,55	2,18	0,12	9,18	9,16	8,78	9,13	8,41	8,69
-0,250	131	26,63	1,21	33,66	3,72	8,81	22,78	1,88	0,32	8,96	0,99	2,35	6,07	0,50	33,30	23,64	41,46	38,79	23,42	37,11
Σύνολο	492	100,00	0,96	37,92	2,39	6,05	25,90	1,35	0,96	37,92	2,39	6,05	25,90	1,35	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Πίνακας 2.32: Μεταλλομονάδες Αθροιστικώς Διερχομένων και Αναλύσεις Αθροιστικώς Διερχομένων

Μέγεθος Κοσκίνου (mm)	Αθροιστ. Διερχ. Βάρη	Μεταλ/δες Αθροιστ. Διερχ.						Αναλ. Αθροιστ. Διερχομένων						Κατανομή Μεταλλομονάδων					
		NiO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	NiO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	NiO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO
4,75	95,33	0,94	36,97	2,31	5,89	23,57	1,30	0,98	38,78	2,42	6,18	24,73	1,36	97,41	97,48	96,70	97,50	91,01	96,46
2,00	73,78	0,76	29,19	1,91	4,86	15,63	1,03	1,03	39,56	2,59	6,58	21,18	1,39	79,18	76,97	80,18	80,32	60,32	76,02
1,00	52,44	0,57	19,81	1,52	3,78	11,57	0,79	1,09	37,78	2,91	7,20	22,07	1,52	59,16	52,25	63,87	62,47	44,68	58,93
0,500	35,57	0,41	12,44	1,20	2,90	8,24	0,62	1,15	34,96	3,37	8,15	23,17	1,74	42,48	32,80	50,24	47,93	31,82	45,80
0,250	26,63	0,32	8,96	0,99	2,35	6,07	0,50	1,21	33,66	3,72	8,81	22,78	1,88	33,30	23,64	41,46	38,79	23,42	37,11

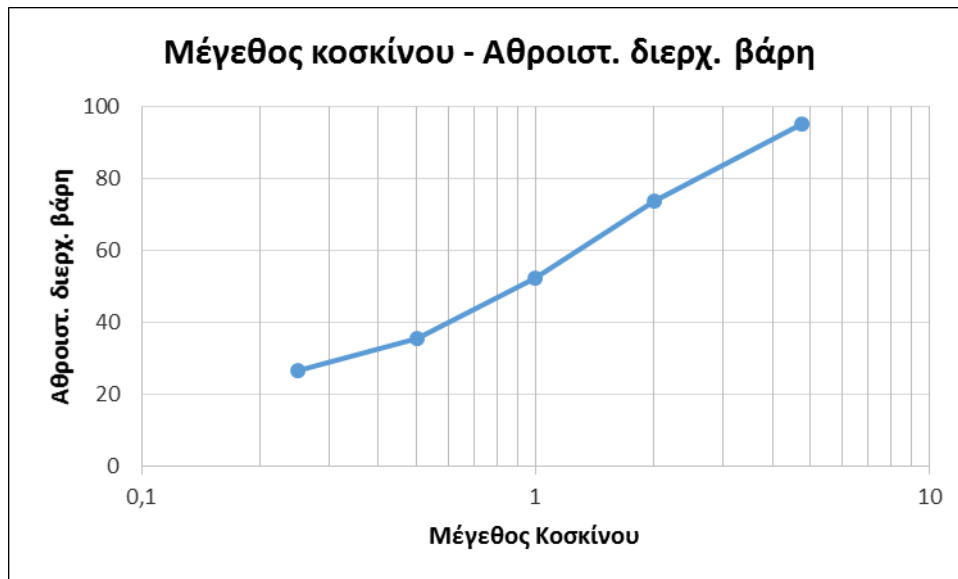
Πίνακας 2.33: Μεταλλομονάδες Αθροιστικώς Παραμένων και Αναλύσεις Αθροιστικώς Παραμένων

Μέγεθος Κοσκίνου (mm)	Αθροιστ. Παραμ. Βάρη	Μεταλ/δες Αθροιστ. Παραμ.						Αναλ. Αθροιστ. Παραμένων						Κατανομή Μεταλλομονάδων					
		NiO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	NiO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	NiO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO
4,75	4,67	0,02	0,95	0,08	0,15	2,33	0,05	0,53	20,425	1,69	3,23	49,89	1,02	2,59	2,52	3,30	2,50	8,99	3,54
2,00	21,55	0,18	7,78	0,39	1,04	7,95	0,28	0,82	36,105	1,83	4,82	36,88	1,28	18,23	20,52	16,52	17,18	30,68	20,45
1,00	21,34	0,19	9,37	0,39	1,08	4,05	0,23	0,90	43,919	1,82	5,06	18,99	1,08	20,02	24,72	16,31	17,84	15,65	17,09
0,500	16,87	0,16	7,38	0,33	0,88	3,33	0,18	0,95	43,732	1,93	5,21	19,74	1,05	16,68	19,46	13,63	14,55	12,86	13,13
0,250	8,94	0,09	3,47	0,21	0,55	2,18	0,12	0,99	38,842	2,34	6,18	24,36	1,31	9,18	9,16	8,78	9,13	8,41	8,69

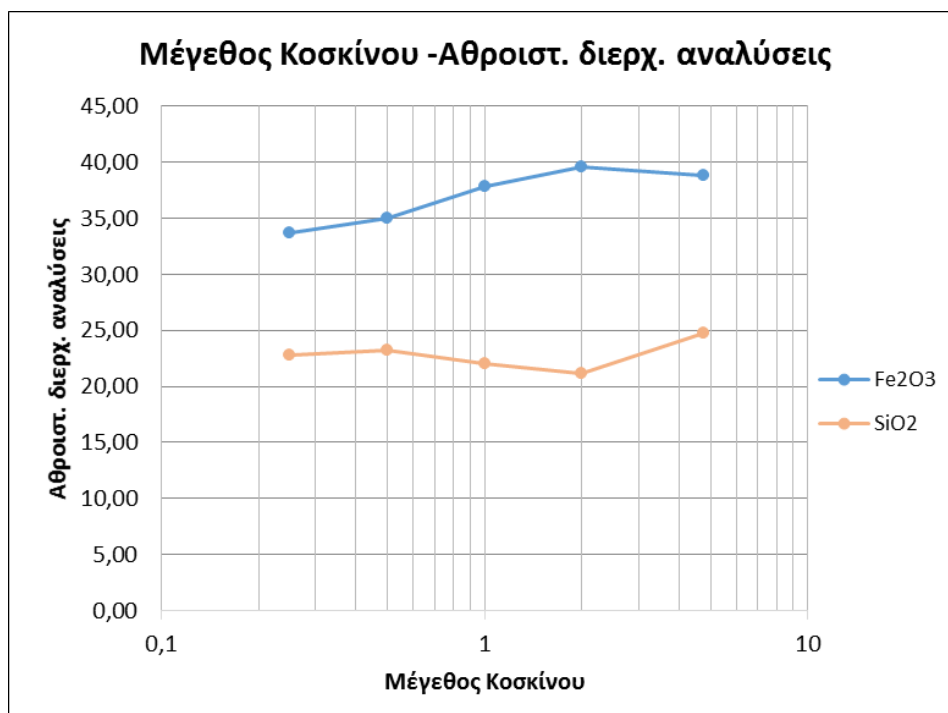


Με βάση τα παραπάνω αποτελέσματα προκύπτουν τα επόμενα διαγράμματα.

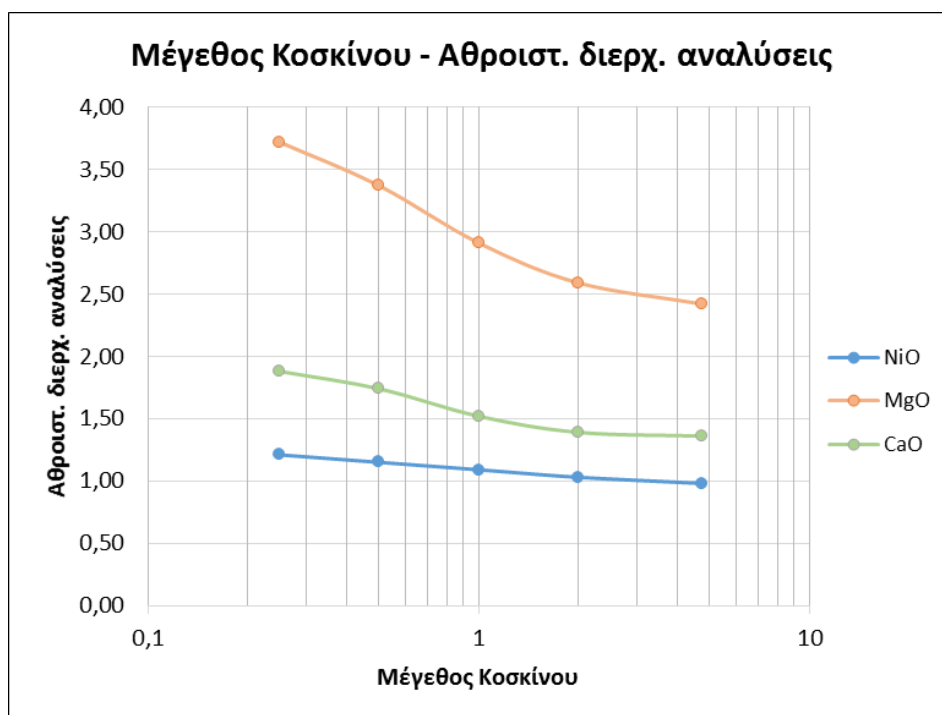
Διάγραμμα 2.34: Μέγεθος κόσκινου σε συνάρτηση με τα αθροιστικώς διερχόμενα βάρη



Διάγραμμα 2.35: Μέγεθος κόσκινου σε συνάρτηση με τις αναλύσεις για  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  και  $\text{SiO}_2$  των αθροιστικώς διερχομένων



Διάγραμμα 2.36: Μέγεθος κόσκινου σε συνάρτηση με τις αναλύσεις για NiO, MgO και CaO των αθροιστικώς διερχομένων



### **3. ΕΚΧΥΛΙΣΗ**

#### **3.1 Εκχύλιση των pellets**

Απαραίτητη προϋπόθεση για την επιτυχία του πειράματος ήταν τα pellets να επιδείξουν όσο το δυνατό πιο σταθερή συμπεριφορά. Για το λόγο αυτό τα pellets αρχικά ψήθηκαν σε τρεις διαφορετικές θερμοκρασίες, στους 650 °C, στους 800 °C και στους 950 °C. Στα pellets αυτά που ψήθηκαν στις τρεις διαφορετικές θερμοκρασίες ακολούθησε έλεγχος σταθερότητας προκειμένου να επιλεγθούν αυτά που θα δείξουν τη μεγαλύτερη αντοχή.

##### **3.1.2 Έλεγχος σταθερότητας των pellets**

Για τον έλεγχο της σταθερότητας των pellets χρησιμοποιήθηκε το ίδιο θεϊκό οξύ που θα χρησιμοποιούνταν και στην εκχύλιση, συγκέντρωσης 2M. Αρχικά τοποθετήθηκαν τα pellets που είχαν ψηθεί στις τρεις διαφορετικές θερμοκρασίες σε τρία ογκομετρικά δοχεία στα οποία στη συνέχεια τοποθετήθηκε και το οξύ έτσι ώστε να τα σκεπάζει τα pellets τελείως. Αυτό που παρατηρήθηκε κατά τη διεξαγωγή του πειράματος ήταν ότι με την πάροδο του χρόνου τα pellets των 650 °C και των 800 °C διαλύονταν σταδιακά μέσα στο οξύ σε αντίθεση με αυτά των 950 °C που επιδείκνυαν απόλυτα σταθερή συμπεριφορά. Αυτό μπορεί να γίνει αντιληπτό και από τα βάρη των δειγμάτων που προκύπτουν μετά τη διήθηση καθώς παρατηρείται πως σε όλα υπάρχει απώλεια από το αρχικό βάρος εκτός από το δείγμα των 950 °C. Για το λόγο αυτό για το πείραμα της εκχύλισης χρησιμοποιήθηκε δείγμα pellets από αυτά που ψήθηκαν στους 950 °C.

Από την ορυκτολογική ανάλυση που έγινε όσον αφορά τα pellets που ψήθηκαν σε τρεις διαφορετικές θερμοκρασίες, τα pellets που ψήθηκαν στους 650 °C αποτελούνται από χαλαζία και αιματίτη και λίγο νιμίτη και ανυδρίτη, τα pellets που ψήθηκαν στους 800 °C αποτελούνται από χαλαζία, αιματίτη και λίγο νιμίτη, ανυδρίτη καθώς και λίγο ασβεστίτη και τα pellets που ψήθηκαν στους 950°C αποτελούνται κυρίως από αιματίτη, ανυδρίτη και χαλαζία. Η ύπαρξη του ανυδρίτη στα pellets και στις τρεις θερμοκρασίες δικαιολογείται διότι εφόσον τα pellets ψήθηκαν είναι λογικό να παρατηρείται αλλαγή στις φάσεις της γύψου που ήταν το συνδετικό υλικό τους και τελικά η μετατροπή της σε ανυδρίτη.

Οι χημικές αναλύσεις με τη μέθοδο της Φασματοσκοπίας Ατομικής Απορρόφησης που πραγματοποιήθηκαν για τα pellets που ψήθηκαν στους 650 °C, 800 °C και 950 °C έδειξαν τα παρακάτω αποτελέσματα.

Πίνακας 3.1: Ανάκτηση Ni, Fe, Mg, Al σε pellets που ψήθηκαν στους 650 °C, 800 °C και 950 °C

Δείγμα	Όγκος (L)	Ni ppm	Fe ppm	Mg ppm	Al ppm	Co ppm	Ανάκτηση Ni%	Ανάκτηση Fe%	Ανάκτηση Mg%	Ανάκτηση Al%
Pellets +650	0,5	1010	2,3	82,1	1806	63,7	12,47	0	0,43	4,55
Pellets +800	0,5	567	880	52,4	1825	33,1	7	0,41	0,28	4,6
Pellets +950	0,5	228	1167,5	32,8	1265	9,6	2,81	0,55	0,17	3,19

Υλικό: pellets λατερίτη

Ημερομηνία έναρξης πειράματος: 22/1/2014

Ώρα έναρξης πειράματος: 13:30

Βάρος pellets: 500,6 g

Ποσότητα H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: 3 L

Παροχή αντλίας: 6,903 L/h.

Παρακάτω παρουσιάζεται σε πίνακα η ακριβής ημερομηνία και ώρα κάθε μέτρησης. Κάθε φορά λαμβανόταν μια ποσότητα 10 ml από το διάλυμα στη στήλη και το αραιώνα σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml. Στη συνέχεια προστίθονταν στη στήλη 10 ml θεικού οξέος έτσι ώστε να αναπληρώνεται η ποσότητα του και να παραμένει σταθερή 3 L. Όποτε παρατηρούνταν πτώση της στάθμης του οξέος απλά συμπληρωνόταν με απιονισμένο νερό.

Πίνακας 3.2 : ΠΙΝΑΚΑΣ ΜΕΤΡΗΣΕΩΝ ΓΙΑ ΤΑ PELLETS

Ημέρα	Ημερομηνία	Ωρα
1 <sup>η</sup> ημέρα	23/1/2014	14:35
3 <sup>η</sup> ημέρα	25/1/2014	13:53
5 <sup>η</sup> ημέρα	27/1/2014	13:40
7 <sup>η</sup> ημέρα	29/1/2014	13:59
9 <sup>η</sup> ημέρα	31/1/2014	13:40
12 <sup>η</sup> ημέρα	3/2/2014	13:38
14 <sup>η</sup> ημέρα	5/2/2014	13:44
16 <sup>η</sup> ημέρα	7/2/2014	13:52
19 <sup>η</sup> ημέρα	10/2/2014	13:39
21 <sup>η</sup> ημέρα	12/2/2014	13:43
23 <sup>η</sup> ημέρα	14/2/2014	14:15
26 <sup>η</sup> ημέρα	17/2/2014	13:50
28 <sup>η</sup> ημέρα	19/2/2014	13:47
30 <sup>η</sup> ημέρα	21/2/2014	14:32
33 <sup>η</sup> ημέρα	24/2/2014	13:40
35 <sup>η</sup> ημέρα	26/2/2014	14:30
37 <sup>η</sup> ημέρα	28/2/2014	13:35
41 <sup>η</sup> ημέρα	4/3/2014	13:50
43 <sup>η</sup> ημέρα	6/3/2014	14:00
45 <sup>η</sup> ημέρα	8/3/2014	14:03
47 <sup>η</sup> ημέρα	10/3/2014	13:46
49 <sup>η</sup> ημέρα	12/3/2014	14:10
51 <sup>η</sup> ημέρα	14/3/2014	13:45
54 <sup>η</sup> ημέρα	17/3/2014	13:52
56 <sup>η</sup> ημέρα	19/3/2014	13:46
58 <sup>η</sup> ημέρα	21/3/2014	13:22
61 <sup>η</sup> ημέρα	24/3/2014	14:33
68 <sup>η</sup> ημέρα	31/3/2014	15:02
75 <sup>η</sup> ημέρα	7/4/2014	13:47

## Παρουσίαση αποτελεσμάτων από τη Φασματοφωτομετρία Ατομικής Απορρόφησης

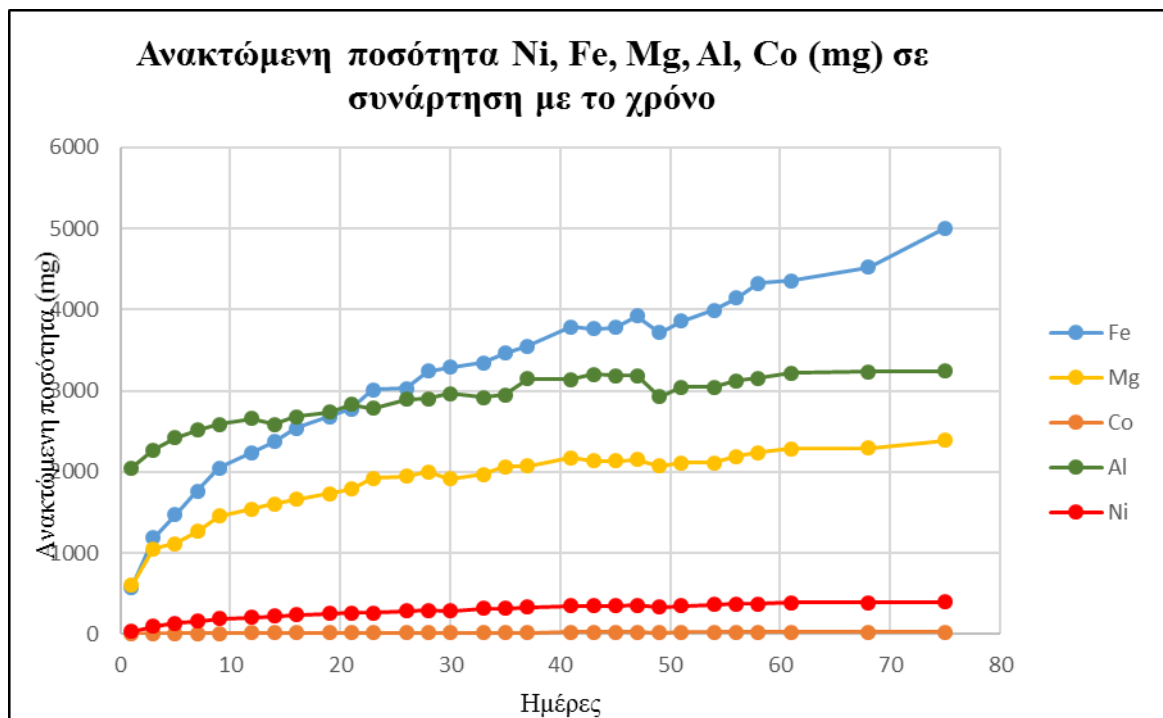
Με βάση τις χημικές αναλύσεις που πραγματοποιήθηκαν στο εργαστήριο Γεωχημείας του Πολυτεχνείου Κρήτης προέκυψαν τα παρακάτω αποτελέσματα όσον αφορά την ποσότητα της διαλυμένης ουσίας που υπήρχε κάθε ημέρα στο διάλυμα του θεικού οξέος για τα pellets καθώς και την ανάκτηση κάθε μετάλλου (Fe, Ni, Mg, Al) που επιτεύχθηκε. Προέκυψε ο επόμενος πίνακας και τα επόμενα διαγράμματα.

Πίνακας 3.3: Συγκέντρωση (ppm) Ni, Fe, Mg, Al, Co στο διάλυμα των 3L -  
Ανάκτηση Ni, Fe, Mg, Al (%)

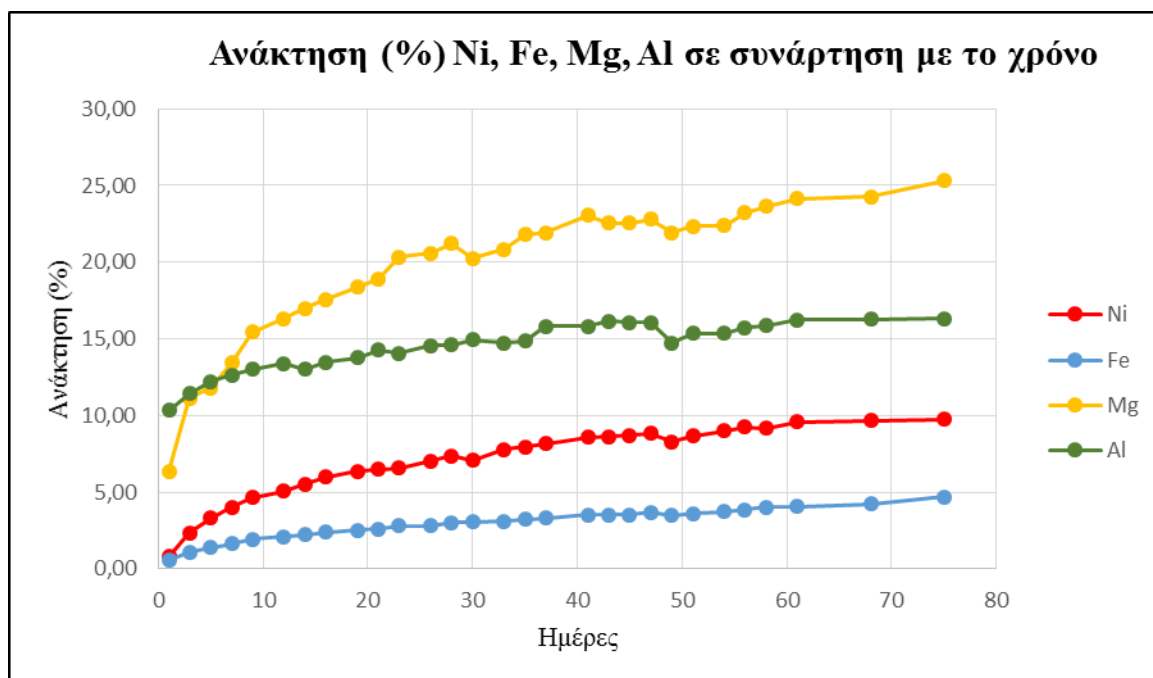
Ημέρα	Ni ppm	Fe ppm	Mg ppm	Al ppm	Co ppm	Ανάκτηση Ni%	Ανάκτηση Fe%	Ανάκτηση Mg%	Ανάκτηση Al%
1	11,07	193	201	683,40	1,69	0,82	0,54	6,38	10,33
3	31,77	396	351	756,20	3,09	2,35	1,11	11,14	11,43
5	44,65	490	372	807,60	3,74	3,31	1,37	11,81	12,21
7	54,43	589	423	837,60	4,37	4,03	1,65	13,43	12,66
9	62,98	683	486	861,00	4,87	4,67	1,92	15,43	13,01
12	68,65	747	514	887,00	5,33	5,09	2,10	16,32	13,41
14	74,52	791	535	862,20	5,47	5,52	2,22	16,98	13,03
16	80,74	846	553	892,80	5,79	5,98	2,37	17,56	13,49
19	86,13	894	579	912,40	6,08	6,38	2,51	18,38	13,79
21	87,60	926	596	944,80	6,21	6,49	2,60	18,92	14,28
23	88,92	1005	641	929,20	6,34	6,59	2,82	20,35	14,04
26	95,05	1009	649	964,80	6,72	7,04	2,83	20,60	14,58
28	99,46	1080	668	967,60	6,89	7,37	3,03	21,21	14,62
30	95,57	1097	638	988,50	6,70	7,08	3,08	20,25	14,94
33	105,40	1114	656	973,75	7,32	7,81	3,12	20,83	14,72
35	107,60	1155	687	983,00	7,22	7,97	3,24	21,81	14,86
37	110,40	1183	690	1048,00	7,36	8,18	3,32	21,90	15,84
41	115,90	1263	726	1046,00	7,58	8,59	3,54	23,05	15,81
43	116,70	1254	711	1067,50	7,80	8,64	3,52	22,57	16,13
45	117,50	1261	711	1062,25	7,76	8,70	3,54	22,57	16,05
47	119,50	1308	718	1062,00	7,88	8,85	3,67	22,79	16,05
49	111,90	1239	690	975,25	7,45	8,29	3,48	21,90	14,74
51	116,90	1285	704	1015,00	7,66	8,66	3,60	22,35	15,34
54	121,40	1331	705	1015,75	7,90	8,99	3,73	22,38	15,35
56	125,10	1381	731	1041,25	8,15	9,27	3,87	23,21	15,74
58	123,70	1442	745	1050,50	8,00	9,16	4,04	23,65	15,88
61	129,70	1453	761	1073,00	8,59	9,61	4,08	24,16	16,22
68	130,40	1508	764	1077,00	9,05	9,66	4,23	24,25	16,28
75	131,80	1669	797	1080,75	9,03	9,76	4,68	25,30	16,33

Με βάση τις παραπάνω αναλύσεις προέκυψαν τα επόμενα διαγράμματα που παρουσιάζουν την ποσότητα της ουσίας που ανακτάται από τα pellets στο οξύ σε συνάρτηση με το χρόνο, καθώς και την ανάκτηση επί τις εκατό του κάθε μετάλλου σε συνάρτηση με το χρόνο.

Διάγραμμα 3.4: Ανακτώμενη ποσότητα Ni, Fe, Mg, Al, Co σε συνάρτηση με το χρόνο



Διάγραμμα 3.5: Ανάκτηση Ni, Fe, Mg, Al (%) σε συνάρτηση με το χρόνο



Συμπεράσματα: Από τα δύο διαγράμματα παραπάνω προκύπτει ότι με την πάροδο του χρόνου η ανάκτηση κάθε μετάλλου διαρκώς αυξάνεται παρόλο που η ανάκτηση αυτή γίνεται σταδιακά με όλο και πιο χαμηλό ρυθμό.

Από την ορυκτολογική εξέταση που πραγματοποιήθηκε στα pellets μετά την εκχύλιση προέκυψε ότι τα pellets περιέχουν κυρίως αιματίτη και χαλαζία και λιγότερο νιμίτη ενώ εμφανίζονται και μικρές συγκεντρώσεις βασανίτη. Από τις χημικές αναλύσεις προέκυψε ο επόμενος πίνακας.

Πίνακας 3.6: Περιεκτικότητα σε Ni, Fe, Mg, Al, Co στα pellets μετά την εκχύλιση

Δείγμα	Ni ppm	Fe ppm	Mg ppm	Al ppm	Co ppm	Ni %	Fe %	Mg %	Al %	Co %
pellets εκ.	6,323	198,3	18,7	20,52	0,838	0,63	19,81	1,87	2,05	0,08



### 3.2 Εκχύλιση μαγνητικού υλικού

Υλικό: λατερίτης

Ημερομηνία έναρξης πειράματος: 6/2/2014

Ωρα έναρξης πειράματος: 13:07

Βάρος μαγνητικού υλικού: 1001,6 g

Ποσότητα  $\text{H}_2\text{SO}_4$ : 5,5 L

Παροχή αντλίας: 6,258 L/h

Παρακάτω παρουσιάζεται σε πίνακα η ακριβής ημερομηνία και ώρα κάθε μέτρησης. Κάθε φορά λαμβανόταν μια ποσότητα 10 ml από το διάλυμα στη στήλη και το αραιωνόταν σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml. Στη συνέχεια προστίθονταν στη στήλη 10 ml θεικού οξέος έτσι ώστε να αναπληρώνεται η ποσότητα του και να παραμένει σταθερή 5,5 L. Όποτε παρατηρούνταν πτώση της στάθμης του οξέος απλά συμπλήρωνόταν με απιονισμένο νερό.

Πίνακας 3.7: ΠΙΝΑΚΑΣ ΜΕΤΡΗΣΕΩΝ ΓΙΑ ΤΟ ΜΑΓΝΗΤΙΚΟ ΥΛΙΚΟ

Ημέρα	Ημερομηνία	Ώρα
1 <sup>η</sup> ημέρα	6/2/2014	13:25
3 <sup>η</sup> ημέρα	8/2/2014	13:33
5 <sup>η</sup> ημέρα	10/2/2014	13:26
7 <sup>η</sup> ημέρα	12/2/2014	13:25
9 <sup>η</sup> ημέρα	14/2/2014	13:45
12 <sup>η</sup> ημέρα	17/2/2014	13:28
14 <sup>η</sup> ημέρα	19/2/2014	13:39
16 <sup>η</sup> ημέρα	21/2/2014	14:29
19 <sup>η</sup> ημέρα	24/2/2014	13:35
21 <sup>η</sup> ημέρα	26/2/2014	14:25
23 <sup>η</sup> ημέρα	28/2/2014	13:15
27 <sup>η</sup> ημέρα	4/3/2014	13:50
29 <sup>η</sup> ημέρα	6/3/2014	14:00
31 <sup>η</sup> ημέρα	8/3/2014	14:06
33 <sup>η</sup> ημέρα	10/3/2014	13:40
35 <sup>η</sup> ημέρα	12/3/2014	14:02
37 <sup>η</sup> ημέρα	14/3/2014	13:40
40 <sup>η</sup> ημέρα	17/3/2014	13:50
42 <sup>η</sup> ημέρα	19/3/2014	13:44
44 <sup>η</sup> ημέρα	21/3/2014	13:20
47 <sup>η</sup> ημέρα	24/3/2014	14:30
49 <sup>η</sup> ημέρα	26/3/2014	13:05
51 <sup>η</sup> ημέρα	28/3/2014	14:10
54 <sup>η</sup> ημέρα	31/3/2014	14:45
56 <sup>η</sup> ημέρα	2/4/2014	14:05
58 <sup>η</sup> ημέρα	4/4/2014	13:15
61 <sup>η</sup> ημέρα	7/4/2014	13:45

## Παρουσίαση αποτελεσμάτων από τη Φασματοφωτομετρία Ατομικής Απορρόφησης

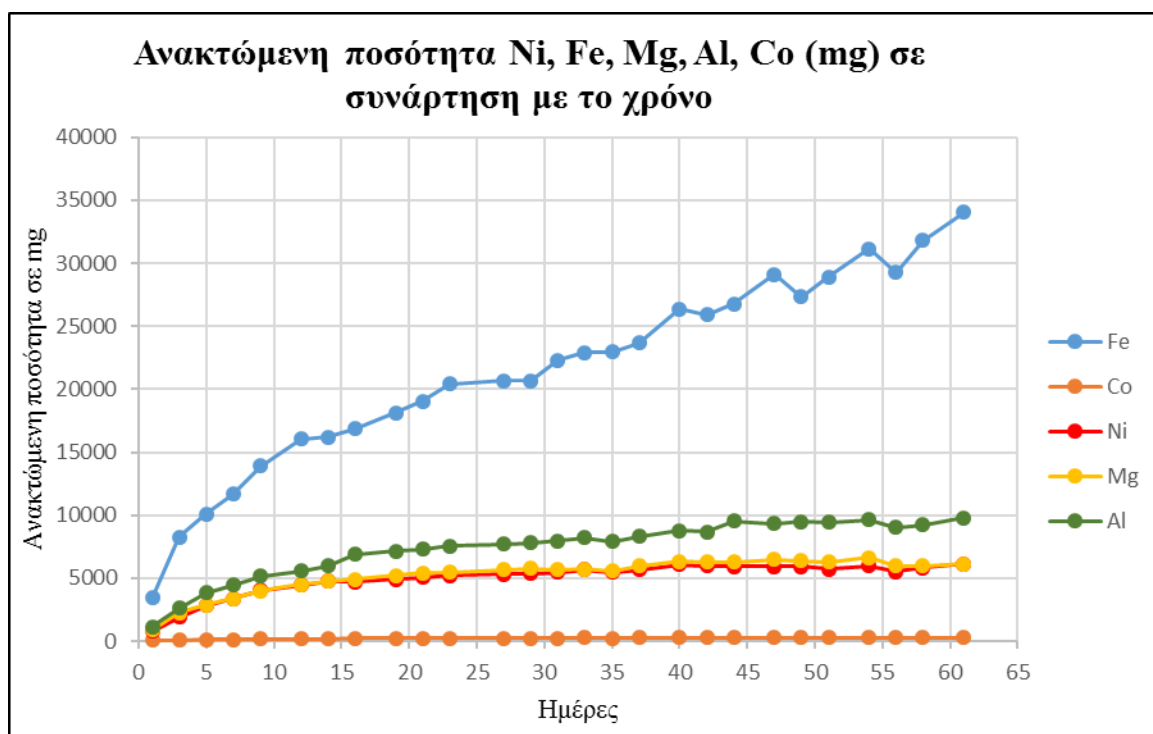
Με βάση τις χημικές αναλύσεις που πραγματοποιήθηκαν στο εργαστήριο Γεωχημείας του Πολυτεχνείου Κρήτης προέκυψαν τα παρακάτω αποτελέσματα όσον αφορά την ποσότητα της διαλυμένης ουσίας που υπήρχε κάθε ημέρα στο διάλυμα του θεικού οξέος για το μαγνητικό υλικό καθώς και την ανάκτηση κάθε μετάλλου (Fe, Ni, Mg, Al) που επιτεύχθηκε. Προέκυψε ο επόμενος πίνακας και τα επόμενα διαγράμματα.

Πίνακας 3.8: Συγκέντρωση (ppm) Ni, Fe, Mg, Al, Co στο διάλυμα των 5,5L -  
Ανάκτηση Ni, Fe, Mg, Al (%)

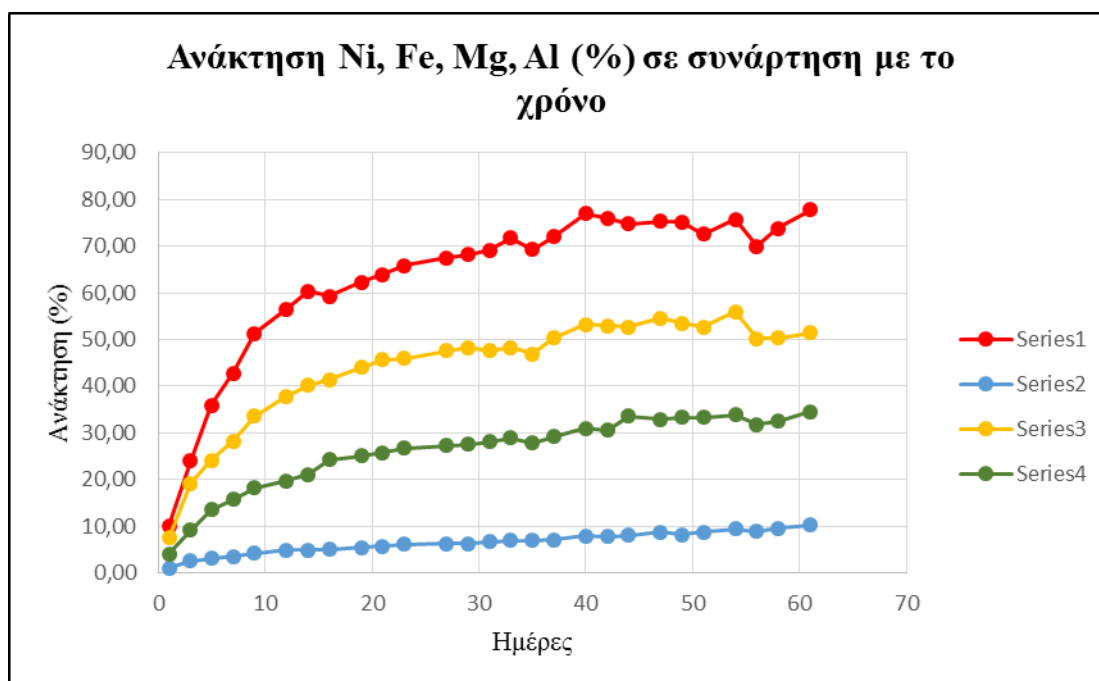
Ημέρα	Ni ppm	Fe ppm	Mg ppm	Al ppm	Co ppm	Ανάκτηση Ni%	Ανάκτηση Fe%	Ανάκτηση Mg%	Ανάκτηση Al%
1	145,20	622	163	208,80	13,31	10,11	1,03	7,53	4,04
3	344,00	1507	414	472,40	14,44	23,95	2,49	19,13	9,15
5	516,20	1834	521	698,20	21,93	35,94	3,04	24,08	13,52
7	613,60	2124	612	808,80	26,31	42,72	3,52	28,29	15,66
9	737,80	2530	727	942,00	31,44	51,37	4,19	33,60	18,24
12	811,80	2917	820	1014,60	35,12	56,52	4,83	37,90	19,65
14	867,80	2945	868	1089,60	37,66	60,42	4,87	40,12	21,10
16	852,00	3062	895	1250,50	40,15	59,32	5,07	41,37	24,22
19	894,75	3297	952	1297,25	42,21	62,29	5,46	44,00	25,12
21	917,50	3460	988	1329,75	43,95	63,88	5,73	45,66	25,75
23	945,75	3714	993	1376,50	44,02	65,84	6,15	45,89	26,66
27	968,75	3757	1031	1405,00	45,02	67,44	6,22	47,65	27,21
29	980,50	3763	1046	1420,50	45,10	68,26	6,23	48,34	27,51
31	993,25	4059	1031	1449,25	46,65	69,15	6,72	47,65	28,07
33	1031,25	4166	1045	1490,50	47,47	71,80	6,90	48,30	28,87
35	995,75	4174	1014	1435,25	45,79	69,32	6,91	46,87	27,80
37	1034,00	4303	1088	1509,25	47,62	71,99	7,12	50,29	29,23
40	1106,25	4792	1152	1597,25	50,45	77,02	7,93	53,24	30,93
42	1091,75	4712	1147	1580,50	51,09	76,01	7,80	53,01	30,61
44	1075,00	4870	1139	1735,25	49,78	74,84	8,06	52,64	33,61
47	1082,50	5291	1182	1699,50	51,44	75,36	8,76	54,63	32,91
49	1080,00	4963	1158	1723,00	50,41	75,19	8,21	53,52	33,37
51	1042,50	5261	1139	1716,75	50,17	72,58	8,71	52,64	33,25
54	1087,50	5668	1211	1751,00	51,46	75,71	9,38	55,97	33,91
56	1005,00	5322	1087	1644,25	48,34	69,97	8,81	50,24	31,84
58	1060,00	5780	1088	1676,25	49,87	73,80	9,57	50,29	32,46
61	1117,50	6193	1112	1781,75	51,13	77,80	10,25	51,39	34,51

Με βάση τις παραπάνω αναλύσεις προέκυψαν τα επόμενα διαγράμματα που παρουσιάζουν την ποσότητα της ουσίας που ανακτάται από το μαγνητικό υλικό στο οξύ σε συνάρτηση με τον χρόνο, καθώς και την ανάκτηση επί τις εκατό του κάθε μετάλλου σε συνάρτηση με το χρόνο.

Διάγραμμα 3.9: Ανακτώμενη ποσότητα Ni, Fe, Mg, Al, Co σε συνάρτηση με το χρόνο



Διάγραμμα 3.10: Ανάκτηση Ni, Fe, Mg, Al (%) σε συνάρτηση με το χρόνο



Συμπεράσματα: Από τα δύο παραπάνω διαγράμματα αυτό που προκύπτει για το μαγνητικό υλικό είναι ότι η ανάκτηση των μεταλλών αυξάνεται σταδιακά με το χρόνο. Βέβαια, όπως παρατηρείται και από τα διαγράμματα η ανάκτηση είναι μεγαλύτερη τις πρώτες ημέρες του πειράματος και ακολουθεί πιο αργό ρυθμό με την πάροδο των ημερών.

Το μαγνητικό υλικό μετά την εκχύλιση υπέστη ξήρανση και οδηγήθηκε σε μύλο έτσι ώστε να γίνει πούδρα προκειμένου να ακολουθήσει η ορυκτολογική και η χημική του εξέταση. Από την ορυκτολογική ανάλυση του μαγνητικού υλικού μετά την εκχύλιση προέκυψε ότι το μαγνητικό υλικό περιέχει αιματίτη και λίγο χαλαζία και νιμίτη. Από τις χημικές αναλύσεις που πραγματοποιήθηκαν στο Εργαστήριο Γεωχημείας προέκυψαν τα επόμενα αποτελέσματα για τη συγκέντρωση αλλά και την περιεκτικότητα κάθε μετάλλου.

Πίνακας 3.11: Περιεκτικότητα σε Ni, Fe, Mg, Al, Co στο μαγνητικό υλικό μετά την εκχύλιση

Δείγμα	Ni ppm	Fe ppm	Mg ppm	Al ppm	Co ppm	Ni %	Fe %	Mg %	Al %	Co %
μαγνητικο εκ.	2,140	283,9	1,658	13,850	0,409	0,21	27,92	0,16	1,36	0,04

Η ημερομηνία λήξης και των δύο πειραμάτων ήταν 7/4/2014. Ακολούθησε απομάκρυνση του οξέος από την κάθε στήλη και ξέπλυμα των στερεών (μαγνητικό υλικό και pellets) με απιονισμένο νερό (1,5L) για τρεις ημέρες. Κάθε μέρα λαμβανόταν ποσότητα 20 ml από το ξέπλυμα του κάθε υλικού στην οποία προστίθονταν και 10 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  συγκέντρωσης 2M και τελικά αραιώνονταν στα 100 ml. Η διαδικασία αυτή ακολουθήθηκε για τρεις μέρες με αποτέλεσμα να προκύψουν συνολικά 3 δείγματα από το ξέπλυμα των pellets. Στη συνέχεια τα pellets αφέθηκαν να ξηραθούν. Ομοίως και το μαγνητικό υλικό εφόσον βγήκε από τη στήλη αφέθηκε να ξηραθεί. Έπειτα, ακολούθησαν χημικές αναλύσεις με τη μέθοδο της Φασματοσκοπίας Ατομικής Απορρόφησης τόσο στο μαγνητικό υλικό και τα pellets μετά την εκχύλιση όσο και στα διαλύματα που προέκυψαν από το ξέπλυμα των pellets. Τα αποτελέσματα των αναλύσεων για τα στοιχεία Fe, Mg, Ni, Al και Co παρουσιάζονται στους επόμενους πίνακες. Για κάθε διάλυμα ακολουθούσε χημική ανάλυση με τη μέθοδο της Φασματοφωτομετρίας Ατομικής Απορρόφησης.

Πίνακας 3.12: Ανακτώμενη ποσότητα Ni, Fe, Mg, Al, Co σε κάθε ξέπλυμα

Δείγμα	Όγκος (L)	Ni ppm	Fe ppm	Mg ppm	Al ppm	Co ppm	Ποσότητα (mg) Ni στα 1500 ml	Ποσότητα (mg) Fe στα 1500 ml	Ποσότητα (mg) Mg στα 1500 ml	Ποσότητα (mg) Al στα 1500 ml	Ποσότητα (mg) Co στα 1500 ml
1ο ξέπλυμα	1,5	9,60	93,10	51,30	37,01	0,91	14,40	465,50	256,50	55,52	1,36
2ο ξέπλυμα	1,5	1,59	8,94	4,31	4,74	0,39	2,38	44,68	21,55	7,11	0,59
3ο ξέπλυμα	1,5	0,91	2,31	1,43	1,86	0,34	1,37	11,53	7,13	2,78	0,51

### 3.3 Αποτελέσματα – Συμπεράσματα

Με βάση τις αναλύσεις, τόσο τις χημικές όσο και τις ορυκτολογικές προκύπτουν συμπεράσματα για το πόσο επιτυχές ήταν το πείραμα της εκχύλισης που πραγματοποιήθηκε και για το αν τελικά επιτεύχθηκε η επιθυμητή ανάκτηση του Ni που ήταν άλλωστε και ο σκοπός της εργασίας αυτής. Αρχικά, αυτό που προκύπτει είναι ότι το ψιλό κλάσμα είναι πιο πλούσιο σε Ni από το χονδρό κλάσμα.

Πιο συγκεκριμένα όσον αφορά το χονδρό κλάσμα το Ni (%) είναι 0,68. Γνωρίζοντας όμως πως η πυρομεταλλουργία δέχεται μετάλλευμα με Ni τουλάχιστον 1% πραγματοποιήθηκε μαγνητικός διαχωρισμός για τη βελτίωση της τιμής αυτής και τελικά το Ni έφτασε στο 0,79%. Ο λόγος Fe/Ni στη φάση αυτή είναι με αναλογία 42:1. Ωστόσο, πάλι το ποσοστό Ni δεν είναι ικανοποιητικό για να χρησιμοποιηθεί πυρομεταλλουργική μέθοδος για την ανάκτησή του. Για το λόγο αυτό πραγματοποιήθηκε στο μαγνητικό υλικό η εκχύλιση που αποτελεί υδρομεταλλουργική μέθοδο από όπου τελικά προέκυψε ανάκτηση Ni 80% και ο λόγος Fe/Ni βελτιώθηκε σε αναλογία 7:1.

Όσον αφορά το ψιλό κλάσμα το Ni (%) είναι 0,90 και ο λόγος Fe/Ni έχει αναλογία 36:1. Το Ni θα μπορούσε οριακά να ανακτηθεί με πυρομεταλλουργική μέθοδο ωστόσο επιλέχθηκε να εξεταστεί η ανάκτησή του με υδρομεταλλουργική μέθοδο. Η ανάκτηση Ni που επιτεύχθηκε είναι μόνο 10% και ο λόγος Fe/Ni βελτιώθηκε σε αναλογία 10:1.

Παρόλο που και στο χονδρό κλάσμα αλλά και στο ψιλό όπως προκύπτει από τα διαγράμματα η ανακτώμενη ποσότητα Fe είναι περισσότερη από την ανακτώμενη ποσότητα Ni, ωστόσο η ανάκτηση (%) σε Ni είναι πολύ καλύτερη από την ανάκτηση (%) σε Fe. Για το λόγο αυτό θεωρείται πως επιτεύχθηκε ο σκοπός του πειράματος για εκλεκτική διαλυτοποίηση του Ni. Αυτό που προκύπτει όμως είναι ότι στο χονδρό κλάσμα μπορεί να χρησιμοποιηθεί η υδρομεταλλουργική μέθοδος αφού πετυχαίνει υψηλή ανάκτηση Ni, ενώ για το ψιλό κλάσμα η μέθοδος αυτή δεν είναι κατάλληλη γιατί δε δίνει ικανοποιητικά αποτελέσματα όσον αφορά την ανάκτηση Ni. Άρα το ψιλό κλάσμα προτείνεται να χρησιμοποιηθεί ως έχει για την πυρομεταλλουργία αφού η ανάλυσή του (0,90% Ni) είναι πολύ κοντά στις προδιαγραφές του υλικού που απαιτεί η πυρομεταλλουργική μέθοδος.



## **ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ**

- [1] Κουτσαυτάκης Σ. , (2011). “Προσδιορισμός βέλτιστων συνθηκών για την ποσοτική ανάκτηση σιδήρου (Fe) από σκωρία βιομηχανίας σιδηρονικελίου”, Διπλωματική εργασία, Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, Αθήνα.
- [2] Κομνίτσας Κ. , (2010). “Μεταλλουργικές Διεργασίες”, Σημειώσεις του μαθήματος, Πολυτεχνείο Κρήτης, Χανιά.
- [3] Δρακάκης Ε. Δημήτριος, (2000). “Εμπλουτισμός αυτόχθονου λατερίτη της περιοχής Καστοριάς”, Διπλωματική εργασία, Πολυτεχνείο Κρήτης, Χανιά.
- [4] Παναγιωταρά Ελένη – Μαρία Α., (2008). “Εμπλουτισμός λατερίτη με φυσικές και χημικές διεργασίες”, Διπλωματική εργασία, Πολυτεχνείο Κρήτης, Χανιά.
- [5] Chi – Wei Chen, (2011). “Upgrading of laterite by selective grinding of clay minerals”, Technical University of Crete, Chania.
- [6] Σταμπολιάδης Η., (2008). “Μηχανική των Τεμαχιδίων”, Πολυτεχνείο Κρήτης, Χανιά.
- [7] Σταμπολιάδης Η., (2008). “Εμπλουτισμός Των Μεταλλευμάτων”, Πολυτεχνείο Κρήτης, Χανιά.
- [8] Κωστάκης Γ., (2005). “Γενική Ορυκτολογία”, Σημειώσεις του μαθήματος, Πολυτεχνείο Κρήτης, Χανιά.
- [9] Πετράκης Ε., (2001). “Απομάκρυνση δολομίτη από μέταλλευμα μαγνησίτη με τη μέθοδο της εκλεκτικής διαλυτοποίησης”, Διπλωματική εργασία, Πολυτεχνείο Κρήτης, Χανιά.

[10] “Φασματοσκοπία Ατομικής Απορρόφησης”, (1993), Σημειώσεις Εργαστηρίου Ανόργανης Γεωχημείας, Οργανικής Γεωχημείας και Οργανικής Πετρογραφίας, Πολυτεχνείο Κρήτης, Χανιά.

### **Πηγές από το διαδίκτυο**

[11] <http://www.larco.gr/el.nickel.php>

[12] <http://el.wikipedia.org>

[13] <http://www.metal.ntua.gr/uploads/2202/lab4.pdf>

[14] [http://www.chem.uoa.gr/courses/analtechn/SAT\\_THERMAL.pdf](http://www.chem.uoa.gr/courses/analtechn/SAT_THERMAL.pdf)

## ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Ι

### 1. Τιτλοδότηση οξέος $\text{H}_2\text{SO}_4$

Η δοκιμή τιτλοδότησης πραγματοποιήθηκε σε 3 δείγματα του θεικού οξέος. Σε κάθε ποτήρι ζέσεως αρχικά προστέθηκαν 5 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  και 3 σταγόνες από το δείκτη methyl orange. Η ποσότητα NaOH που χρειάστηκε κάθε διάλυμα έως ότου να αλλάξει χρώμα είναι:

1<sup>ο</sup> ποτήρι : 5 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  + 3 σταγόνες από το δείκτη methyl orange

Απαιτούμενη ποσότητα NaOH : 20,7 ml

2<sup>ο</sup> ποτήρι : 5 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  + 3 σταγόνες από το δείκτη methyl orange

Απαιτούμενη ποσότητα NaOH : 20,6 ml

3<sup>ο</sup> ποτήρι : 5 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  + 3 σταγόνες από το δείκτη methyl orange

Απαιτούμενη ποσότητα NaOH : 20,5 ml

Κατά τη διαδικασία εξουδετέρωσης του οξέος και της βάσης, η αντίδραση που λαμβάνει χώρα είναι:



Ισχύει  $1\text{M NaOH} = 1\text{N NaOH}$  και  $\text{gr-eq NaOH} = \text{gr-eq H}_2\text{SO}_4$

Από το μέσο όρο των όγκων του NaOH προκύπτει ότι  $V_\beta = 20,6 \text{ ml}$

Ισχύει της  $N_\beta \cdot V_\beta = N_{\text{oξ}} \cdot V_{\text{oξ}} \Rightarrow N_{\text{oξ}} = (1 \cdot 20,6) / 5 \Rightarrow N_{\text{oξ}} = 4,12 \text{ gr-eq/L}$

Επιπλέον  $1 \text{ gr-eq} = \frac{1}{2} \text{ mol}$

Τα 4,12 gr-eq  $\chi =$  ; Άρα  $\chi = 2,06 \text{ mol/L}$

Όπως προκύπτει τελικά το θεικό οξύ έχει συγκέντρωση 2,06M.

**2. Πίνακες περιεκτικότητας σε Ni, Fe, Mg και Al των διαφόρων κοκκομετρικών κλασμάτων, του μαγνητικού και του μη μαγνητικού υλικού και των pellets**

Πίνακας 2.1: Περιεκτικότητα σε Ni των διαφόρων κοκκομετρικών κλασμάτων, του μαγνητικού και μη μαγνητικού υλικού και των pellets

MP 1302	Βάρος (g)	Όγκος (ml)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Ni ppm	Τελικό Ni ppm	Ni %	NiO %
			ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ					
4,75	0,1002	100	10	100	10	10	0,420	4,2	0,42	0,53
2,00	0,1002	100	10	100	10	10	0,642	6,42	0,64	0,82
1,00	0,1019	100	10	100	10	10	0,724	7,24	0,71	0,90
0,500	0,1003	100	10	100	10	10	0,751	7,51	0,75	0,95
0,250	0,1010	100	10	100	10	10	0,785	7,85	0,78	0,99
-0,250	0,1001	100	10	100	10	10	0,948	9,48	0,95	1,21
μη μαγνητ.	0,1008	100	10	100	10	10	0,371	3,71	0,37	0,47
μαγνητικό	0,1002	100	10	100	10	10	0,793	7,93	0,79	1,01
pellets	0,1000	100	10	100	10	10	0,814	8,14	0,81	1,04

Πίνακας 2.2: Περιεκτικότητα σε Fe των διαφόρων κοκκομετρικών κλασμάτων, του μαγνητικού και μη μαγνητικού υλικού και των pellets

MP 1302	Βάρος (g)	Όγκος (ml)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Fe ppm	Τελικό Fe ppm	Fe %	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %
			ml	δ/τος	Τελικό (ml)					
4,75	0,1002	100	10		100	10	14,30	143	14,27	20,40
2,00	0,1002	100	10		100	10	25,31	253,1	25,26	36,11
1,00	0,1019	100	10		100	10	31,30	313	30,72	43,92
0,500	0,1003	100	10		100	10	30,68	306,8	30,59	43,73
0,250	0,1010	100	10		100	10	27,43	274,3	27,16	38,83
-0,250	0,1001	100	10		100	10	23,57	235,7	23,55	33,66
μη μαγνητ.	0,1008	100	10		100	10	16,00	160	15,87	22,69
μαγνητικό	0,1002	100	10		100	10	33,30	333	33,23	47,51
pellets	0,1000	100	10		100	10	21,39	213,9	21,39	30,58

Πίνακας 2.3: Περιεκτικότητα σε Mg των διαφόρων κοκκομετρικών κλασμάτων, του μαγνητικού και μη μαγνητικού υλικού και των pellets

			ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ								
MP 1302	Βάρος (g)	Όγκος (ml)	ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ	ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Mg ppm	Τελικό Mg ppm	Mg %	MgO %	
4,75	0,1002	100	10	100	10	10	1,019	10,19	1,02	1,69	
2,00	0,1002	100	10	100	10	10	1,106	11,06	1,10	1,83	
1,00	0,1019	100	10	100	10	10	1,121	11,21	1,10	1,82	
0,500	0,1003	100	10	100	10	10	1,167	11,67	1,16	1,93	
0,250	0,1010	100	10	100	10	10	1,427	14,27	1,41	2,34	
-0,250	0,1001	100	10	100	10	10	2,244	22,44	2,24	3,72	
μη μαγνητ.	0,1008	100	10	100	10	10	0,729	7,29	0,72	1,20	
Μαγνητικό	0,1002	100	10	100	10	10	1,195	11,95	1,19	1,98	
Pellets	0,1000	100	10	100	10	10	1,892	18,92	1,89	3,14	

Πίνακας 2.4: Περιεκτικότητα σε Al των διαφόρων κοκκομετρικών κλασμάτων, του μαγνητικού και μη μαγνητικού υλικού και των pellets

MP 1302	Βάρος (g)	Όγκος (ml)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ				ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Al ppm	Τελικό Al ppm	Al %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %
			ml	δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ					
4,75	0,1002	100	10		100	10	10	1,714	17,14	1,71	3,23
2,00	0,1002	100	10		100	10	10	2,558	25,58	2,55	4,82
1,00	0,1019	100	10		100	10	10	2,727	27,27	2,68	5,05
0,500	0,1003	100	10		100	10	10	2,768	27,68	2,76	5,21
0,250	0,1010	100	10		100	10	10	3,302	33,02	3,27	6,18
-0,250	0,1001	100	10		100	10	10	4,668	46,68	4,66	8,81
μη μαγνητ.	0,1008	100	10		100	10	10	1,593	15,93	1,58	2,99
μαγνητικό	0,1002	100	10		100	10	10	2,849	28,49	2,84	5,37
Pellets	0,1000	100	10		100	10	10	3,972	39,72	3,97	7,50

**3. Υπολογισμοί για την ποσότητα του υλικού που θα τοποθετηθεί στη στήλη καθώς και τον όγκο του διαλύτη που απαιτείται**

Ύψος στήλης ανάμεσα στις δύο οπές: 24,5 cm

Για όγκο  $V = 1 \text{ L}$  και πυκνότητα  $d = 2.107 \text{ g/L}$  από τον τύπο της πυκνότητας προκύπτει:  $d = m/V \Rightarrow m = d \cdot V \Rightarrow m = 2,107 \text{ g}$

Στα 2,107 Kg αντιστοιχεί 1 L

Στα 0,500 Kg x=;

Άρα  $x = (0,500 \cdot 1) / 2,107 = 0,24 \text{ L} = 240 \text{ ml}$

Εμβαδόν βάσης στήλης = 28,26 cm όπως μετρήθηκε με χάρακα

Όγκος στήλης: προκύπτει από  $V_{\text{κυλίνδρου}} = \text{Εμβαδόν βάσης} \cdot \text{ύψος (h)} \Rightarrow$

$h = 240 / 28,26 \Rightarrow h = 8,5 \text{ cm}$

Άρα το ύψος που θα φτάσει το υλικό μου στη στήλη είναι 8,5 cm.

**Υπολογισμός ποσότητας  $\text{H}_2\text{SO}_4$  που απαιτείται για την εκχύλιση του μαγνητικού υλικού**

Αντιδράσεις και υπολογισμοί

**Για τον Fe:**

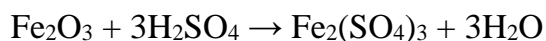
Στα 100 δείγματος έχω 47,51  $\text{Fe}_2\text{O}_3$

Στα 1000 g δείγματος έχω x = ;

$x = 475,1 \text{ g Fe}_2\text{O}_3$



Η αντίδραση που λαμβάνει χώρα είναι:



Από τα μοριακά βάρη και τη στοιχειομετρία της αντίδρασης έχουμε ότι:

Τα 160 g  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  αντιδρούν με  $(3 \cdot 98 \text{ gr}) = 294 \text{ g H}_2\text{SO}_4$

Τα 475,1 g  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  αντιδρούν με  $\psi =$  ;

Άρα  $\psi = 873 \text{ g H}_2\text{SO}_4$

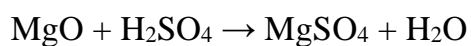
### **Για το Mg:**

Στα 100 δείγματος έχω 1,98 MgO

Στα 1000 g δείγματος έχω  $x =$  ;

$x = 19,8 \text{ g MgO}$

Η αντίδραση που λαμβάνει χώρα είναι:



Από τα μοριακά βάρη και τη στοιχειομετρία της αντίδρασης έχουμε ότι:

Τα 40 g MgO αντιδρούν με 98 g  $\text{H}_2\text{SO}_4$

Τα 19,8 g MgO αντιδρούν με  $\psi =$  ;

Άρα  $\psi = 48,51 \text{ g H}_2\text{SO}_4$

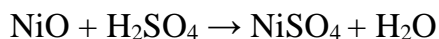
### **Για το NiO:**

Στα 100 δείγματος έχω 1,01 NiO

Στα 1000 g δείγματος έχω  $x =$  ;

$x = 10,1 \text{ g NiO}$

Η αντίδραση που λαμβάνει χώρα είναι:



Από τα μοριακά βάρη και τη στοιχειομετρία της αντίδρασης έχουμε ότι:

Τα 74,71 g NiO αντιδρούν με 98 g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Τα 10,1 g MgO αντιδρούν με ψ = ;

Άρα ψ = 13,25 g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

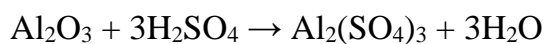
**Για το Al:**

Στα 100 δείγματος έχω 5,87 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Στα 1000 g δείγματος έχω x = ;

x = 58,7 g Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Η αντίδραση που λαμβάνει χώρα είναι:



Από τα μοριακά βάρη και τη στοιχειομετρία της αντίδρασης έχουμε ότι:

Τα 102 g Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> αντιδρούν με (3 · 98)g = 294 g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Τα 58,7 g Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> αντιδρούν με ψ = ;

Άρα ψ = 169,2 g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Άρα το συνολικό H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> που θα χρειαστεί είναι:

$$873 + 48,51 + 13,25 + 169,2 = 1104 \text{ g}$$

Τα moles του H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> είναι:  $n = m / M_r = 1104 / 98 = 11,27 \text{ moles}$

Εφόσον το H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> έχει συγκέντρωση 2,06M ισχύει:

$$c = n / V \Rightarrow V = n / c \Rightarrow V = 11,27 / 2,06 \Rightarrow V = 5,5 \text{ L}$$

Άρα για το 1 Kg μαγνητικού υλικού απαιτούνται 5,5 L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

### **Υπολογισμός ποσότητας H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> που απαιτείται για την εκχύλιση των pellets**

#### Αντιδράσεις και υπολογισμοί

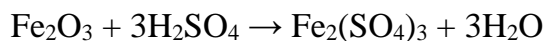
##### **Για τον Fe:**

Στα 100 δείγματος έχω 30,58 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Στα 1000 g δείγματος έχω x = ;

x = 305,8 g Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Η αντίδραση που λαμβάνει χώρα είναι:



Από τα μοριακά βάρη και τη στοιχειομετρία της αντίδρασης έχουμε ότι:

Τα 160 g Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> αντιδρούν με (3 · 98 gr) = 294 g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Τα 305,8 g Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> αντιδρούν με ψ = ;

Άρα ψ = 562 g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

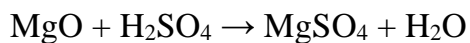
##### **Για το Mg:**

Στα 100 δείγματος έχω 3,14 MgO

Στα 1000 g δείγματος έχω x = ;

x = 31,4 g MgO

Η αντίδραση που λαμβάνει χώρα είναι:



Από τα μοριακά βάρη και τη στοιχειομετρία της αντίδρασης έχουμε ότι:

Τα 40 g MgO αντιδρούν με 98 g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Τα 31,4 g MgO αντιδρούν με ψ = ;

Άρα ψ = 76,93 g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

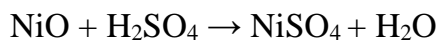
**Για το NiO:**

Στα 100 δείγματος έχω 1,04 NiO

Στα 1000 g δείγματος έχω x = ;

x = 10,4 g NiO

Η αντίδραση που λαμβάνει χώρα είναι:



Από τα μοριακά βάρη και τη στοιχειομετρία της αντίδρασης έχουμε ότι:

Τα 74,71 g NiO αντιδρούν με 98 g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Τα 10,4 g NiO αντιδρούν με ψ = ;

Άρα ψ = 13,64 g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

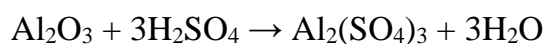
**Για το Al:**

Στα 100 δείγματος έχω 7,50 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Στα 1000 g δείγματος έχω x = ;

x = 75 g Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Η αντίδραση που λαμβάνει χώρα είναι:



Από τα μοριακά βάρη και τη στοιχειομετρία της αντίδρασης έχουμε ότι:

Τα 102 g  $\text{Al}_2\text{O}_3$  αντιδρούν με  $(3 \cdot 98)\text{g} = 294 \text{ gr } \text{H}_2\text{SO}_4$

Τα 75 g  $\text{Al}_2\text{O}_3$  αντιδρούν με  $\psi =$  ;

Άρα  $\psi = 216,2 \text{ g } \text{H}_2\text{SO}_4$

Άρα το συνολικό  $\text{H}_2\text{SO}_4$  που θα χρειαστεί είναι:

$$562 + 76,93 + 13,64 + 216,2 = 868,77 \text{ g}$$

Τα moles του  $\text{H}_2\text{SO}_4$  είναι:  $n = m / M_r = 868,77 / 98 = 8,87 \text{ moles}$

Εφόσον το  $\text{H}_2\text{SO}_4$  έχει συγκέντρωση 2,06M ισχύει:

$$c = n / V \Rightarrow V = n / c \Rightarrow V = 8,87 / 2,06 \Rightarrow V = 4,4 \text{ L}$$

Άρα για το 1 Kg pellets απαιτούνται 4,4 L  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Άρα για τα 0,500 Kg pellets απαιτούνται 2,2 L  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Παρόλα αυτά εμείς στο πείραμά μας βάλαμε 3 L.

#### **4. Προετοιμασία των pellets πριν την έναρξη του πειράματος**

##### **4.1 Ξήρανση**

Πριν την εκχύλιση των pellets έπρεπε να ξηραθούν για 4 ώρες στο ξηραντήριο στους 150 °C.

Βάρος πριν την ξήρανση: 1623 g

Βάρος μετά την ξήρανση: 1568 g

Άρα η υγρασία ήταν:

$$[(\text{υγρό} - \text{ξηρό}) / \text{υγρό}] \cdot 100 = [(1623 - 1568) / 1623] \cdot 100 = 3,39\%$$

##### **4.2 Απώλεια Πύρωσης**

Στη συνέχεια τα pellets τοποθετήθηκαν στον φούρνο για 3 ώρες στους 950 °C προκειμένου να χάσουν το κρυσταλλικό νερό.

Βάρος πριν: 1567,3 g

Βάρος μετά: 1499,4 g

Άρα η απώλεια πύρωσης είναι:

$$[(\text{υγρό} - \text{ξηρό}) / \text{υγρό}] \cdot 100 = [(1567,3 - 1499,4) / 1567,3] \cdot 100 = 4,33\%$$

##### **4.3 Έλεγχος σταθερότητας των pellets**

Ο έλεγχος σταθερότητας πραγματοποιήθηκε σε pellets ψημένα σε τρεις διαφορετικές θερμοκρασίες, στους 650 °C, στους 800 °C και στους 950 °C.

Για τα pellets στους 650 °C και στους 800 °C έχουμε:

ξηρανση για 4 ώρες στο ξηραντήριο στους 150 °C.

Βάρος πριν την ξήρανση (δείγμα στους 650 °C): 150,1 g

Βάρος μετά την ξήρανση (δείγμα στους 650 °C): 145 g

Βάρος πριν την ξήρανση (δείγμα στους 800 °C): 150 g

Βάρος μετά την ξήρανση (δείγμα στους 800 °C): 145,1 g

Άρα η υγρασία για το δείγμα στους 650 °C ήταν:

$$[(\text{υγρό} - \text{ξηρό}) / \text{υγρό}] \cdot 100 = [(150,1 - 145) / 150,1] \cdot 100 = 3,4\%$$

Άρα η υγρασία για το δείγμα στους 800 °C ήταν:

$$[(\text{υγρό} - \text{ξηρό}) / \text{υγρό}] \cdot 100 = [(150 - 145,1) / 150] \cdot 100 = 3,27\%$$

Στη συνέχεια ακολούθησε ψήσιμο του ενός δείγματος στους 650 °C και του άλλου στους 800 °C.

Για το δείγμα στους 650 °C:

Βάρος πριν: 145 g

Βάρος μετά: 141,2 g

Για το δείγμα στους 800 °C:

Βάρος πριν: 145,1 g

Βάρος μετά: 139 g

Απώλεια πύρωσης των pellets στους 650 °C:

$$[(\text{υγρό} - \text{ξηρό}) / \text{υγρό}] \cdot 100 = [(145 - 141,2) / 145] \cdot 100 = 2,62\%$$

Απώλεια πύρωσης των pellets στους 800 °C:

$$[(\text{υγρό} - \text{ξηρό}) / \text{υγρό}] \cdot 100 = [(145,1 - 139) / 145,1] \cdot 100 = 4,2\%$$

Για τον έλεγχο σταθερότητας των pellets χρησιμοποιήθηκαν τρία δείγματα ψημένα σε τρεις διαφορετικές θερμοκρασίες. Το δείγμα που ψήθηκε στους 650 °C είχε βάρος 141,2 g, το δείγμα που ψήθηκε στους 800 °C είχε βάρος 139 g και το δείγμα που ψήθηκε στους 950 °C είχε βάρος 100,1 g. Τα δείγματα αυτά τοποθετήθηκαν σε τρία κυλινδρικά δοχεία τα οποία γεμίσαμε με H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> έτσι ώστε να καλύπτουν τα pellets. Η διαδικασία αυτή για τα pellets των 950 °C ξεκίνησε στις 4/12/2013 ενώ για τα άλλα δύο δείγματα στις 20/12/2013.

Στις 6/2/2014 που είναι και η ημερομηνία λήξης του πειράματος για τον έλεγχο της σταθερότητας των pellets πραγματοποιήθηκε διήθηση έτσι ώστε να διαχωριστούν τα στερεά από το οξύ. Το υγρό που προέκυψε από τη διήθηση αραιώθηκε στα 500 ml και τα διαλύματα τοποθετήθηκαν σε ογκομετρικές φιάλες των 500 ml. Τα στερεά που διαχωρίστηκαν κατά τη διήθηση τοποθετήθηκαν στο ξηραντήριο για 7 ώρες και στους 150 °C. Τα βάρη τους μετά το ξηραντήριο ήταν:

Βάρος για το δείγμα των 650 °C: 138,6 g

Βάρος για το δείγμα των 800 °C: 97,2 g

Βάρος για το δείγμα των 950 °C: 100,1 g

## ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ II

**1. Αποτελέσματα χημικών αναλύσεων των pellets που ψήθηκαν στους 650 °C, 800 °C και 950 °C μετά τη δοκιμή σταθερότητας που έγινε σε κάθε δείγμα από αυτά σε διάλυμα οξέος H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, συγκέντρωσης 2M και όγκο 0,5L.**

Πίνακας 1.1: Ποσότητα των pellets που ψήθηκαν στους 650 °C, 800 °C και 950 °C διαλυμένη στα 0,5L διαλύματος – Ανάκτηση Fe%

Δείγμα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΔΕΥΤΕΡΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Fe ppm	Τελικό Fe ppm	Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 500 ml	Ποσότητα (gr) διαλ. ουσίας στα 500 mL	Ανάκτηση Fe%
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ	ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ						
Pellets +650	0,5	-	-	-	-	-	-	-	2,280	2,3	1,14	0,001	0,00
Pellets +800	0,5	2	100	50	2	100	50	2500	0,352	880,0	440	0,440	0,41
Pellets +950	0,5	2	100	50	2	100	50	2500	0,467	1167,5	583,75	0,584	0,55



Πίνακας 1.2: Ποσότητα Mg των pellets που ψήθηκαν στους 650 °C, 800 °C και 950 °C διαλυμένη στα 0,5L διαλύματος – Ανάκτηση Mg%

Δείγμα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Mg ppm	Τελικό Mg ppm	Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 500 ml	Ποσότητα (gr) διαλ. ουσίας στα 500 mL	Ανάκτηση Mg%
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ						
Pellets +650	0,5	1	100	100	100	0,821	82,1	41,05	0,04	0,43
Pellets +800	0,5	1	100	100	100	0,524	52,4	26,20	0,03	0,28
Pellets +950	0,5	1	100	100	100	0,328	32,8	16,40	0,02	0,17

Πίνακας 1.3: Ποσότητα Ni των pellets που ψήθηκαν στους 650 °C, 800 °C και 950 °C διαλυμένη στα 0,5L διαλύματος – Ανάκτηση Ni%

Δείγμα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Ni ppm	Τελικό Ni ppm	Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 500 ml	Ποσότητα (gr) διαλ. ουσίας στα 500 mL	Ανάκτηση Ni%
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ						
Pellets +650	0,5	1	100	100	100	10,10	1010	505,00	0,51	12,47
Pellets +800	0,5	1	100	100	100	5,67	567	283,50	0,28	7,00
Pellets +950	0,5	1	100	100	100	2,28	228	114,00	0,11	2,81

Πίνακας 1.4: Ποσότητα Al των pellets που ψήθηκαν στους 650 °C, 800 °C και 950 °C διαλυμένη στα 0,5L διαλύματος – Ανάκτηση Al%

Δείγμα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ						Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 500 ml	Ποσότητα (gr) διαλ. ουσίας στα 500 mL	Ανάκτηση Al%
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ	ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Al ppm	Τελικό Al ppm			
Pellets +650	0,5	1	100	100	100	18,06	1806	903,00	0,90	4,55
Pellets +800	0,5	1	100	100	100	18,25	1825	912,50	0,91	4,60
Pellets +950	0,5	1	100	100	100	12,65	1265	632,50	0,63	3,19

Πίνακας 1.5: Ποσότητα Co των pellets που ψήθηκαν στους 650 °C, 800 °C και 950 °C διαλυμένη στα 0,5L διαλύματος – Ανάκτηση Co%

Δείγμα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ						Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 500 ml	Ποσότητα (gr) διαλ. ουσίας στα 500 mL
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ	ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Co ppm	Τελικό Co ppm		
Pellets +650	0,5	1	100	100	100	0,637	63,7	31,85	0,03
Pellets +800	0,5	1	100	100	100	0,331	33,1	16,55	0,02
Pellets +950	0,5	1	100	100	100	0,096	9,6	4,80	0,00

**2. Πίνακες αποτελεσμάτων των αναλύσεων που αφορούν τα pellets. Τα αποτελέσματα αναφέρονται στην ποσότητα της κάθε ουσίας που διαλύεται στο οξύ καθώς και στην ανάκτηση του κάθε μετάλλου (Fe, Mg, Ni, Al)**

**Πίνακας 2.1: Ποσότητα Fe των pellets διαλυμένη στα 3L οξέος – Ανάκτηση Fe%**

Ημέρα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΔΕΥΤΕΡΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Fe ppm	Fe ppm τελικό	Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 3L	Ποσότητα (gr) διαλ. ουσίας στα 3L	Ανάκτηση Fe%
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ	ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ						
1	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,193	193	579	0,579	0,54
3	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,396	396	1188	1,188	1,11
5	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,49	490	1470	1,470	1,37
7	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,589	589	1767	1,767	1,65
9	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,683	683	2049	2,049	1,92
12	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,747	747	2241	2,241	2,10
14	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,791	791	2373	2,373	2,22
16	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,846	846	2538	2,538	2,37
19	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,894	894	2682	2,682	2,51
21	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,926	926	2778	2,778	2,60
23	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,005	1005	3015	3,015	2,82
26	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,009	1009	3027	3,027	2,83
28	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,08	1080	3240	3,240	3,03
30	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,097	1097	3291	3,291	3,08
33	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,114	1114	3342	3,342	3,12
35	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,155	1155	3465	3,465	3,24
37	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,183	1183	3549	3,549	3,32
41	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,263	1263	3789	3,789	3,54
43	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,254	1254	3762	3,762	3,52
45	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,261	1261	3783	3,783	3,54
47	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,308	1308	3924	3,924	3,67
49	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,239	1239	3717	3,717	3,48
51	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,285	1285	3855	3,855	3,60
54	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,331	1331	3993	3,993	3,73
56	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,381	1381	4143	4,143	3,87
58	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,442	1442	4326	4,326	4,04
61	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,453	1453	4359	4,359	4,08
68	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,508	1508	4524	4,524	4,23
75	3	10	100	10	1	100	100	1000	1,669	1669	5007	5,007	4,68

Πίνακας 2.2: Ποσότητα Mg των pellets διαλυμένη στα 3L οξέος – Ανάκτηση Mg%

Ημέρα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΔΕΥΤΕΡΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Mg ppm	Mg ppm τελικό	Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 3L	Ποσότητα (gr) διαλ. ουσίας στα 3L	Ανάκτηση Mg%
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ	ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ						
1η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,201	201	603	0,603	6,38
3η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,351	351	1053	1,053	11,14
5η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,372	372	1116	1,116	11,81
7η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,423	423	1269	1,269	13,43
9η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,486	486	1458	1,458	15,43
12η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,514	514	1542	1,542	16,32
14η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,535	535	1605	1,605	16,98
16η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,553	553	1659	1,659	17,56
19η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,579	579	1737	1,737	18,38
21η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,596	596	1788	1,788	18,92
23η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,641	641	1923	1,923	20,35
26η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,649	649	1947	1,947	20,60
28η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,668	668	2004	2,004	21,21
30η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,638	638	1914	1,914	20,25
33η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,656	656	1968	1,968	20,83
35η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,687	687	2061	2,061	21,81
37η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,69	690	2070	2,070	21,90
41η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,726	726	2178	2,178	23,05
43η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,711	711	2133	2,133	22,57
45η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,711	711	2133	2,133	22,57
47η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,718	718	2154	2,154	22,79
49η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,69	690	2070	2,070	21,90
51η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,704	704	2112	2,112	22,35
54η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,705	705	2115	2,115	22,38
56η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,731	731	2193	2,193	23,21
58η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,745	745	2235	2,235	23,65
61η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,761	761	2283	2,283	24,16
68η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,764	764	2292	2,292	24,25
75η ημέρα	3	10	100	10	1	100	100	1000	0,797	797	2391	2,391	25,30

Πίνακας 2.3: Ποσότητα Ni των pellets διαλυμένη στα 3L οξέος – Ανάκτηση Ni%

Ημέρα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			Ni ppm	Ni ppm τελικό	Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 3L	Ποσότητα (gr) διαλ. ουσίας στα 3L	Ανάκτηση Ni%
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ					
1η ημέρα	3	10	100	10	1,107	11,07	33,21	0,033	0,82
3η ημέρα	3	10	100	10	3,177	31,77	95,31	0,095	2,35
5η ημέρα	3	10	100	10	4,465	44,65	133,95	0,134	3,31
7η ημέρα	3	10	100	10	5,443	54,43	163,29	0,163	4,03
9η ημέρα	3	10	100	10	6,298	62,98	188,94	0,189	4,67
12η ημέρα	3	10	100	10	6,865	68,65	205,95	0,206	5,09
14η ημέρα	3	10	100	10	7,452	74,52	223,56	0,224	5,52
16η ημέρα	3	10	100	10	8,074	80,74	242,22	0,242	5,98
19η ημέρα	3	10	100	10	8,613	86,13	258,39	0,258	6,38
21η ημέρα	3	10	100	10	8,760	87,60	262,80	0,263	6,49
23η ημέρα	3	10	100	10	8,892	88,92	266,76	0,267	6,59
26η ημέρα	3	10	100	10	9,505	95,05	285,15	0,285	7,04
28η ημέρα	3	10	100	10	9,946	99,46	298,38	0,298	7,37
30η ημέρα	3	10	100	10	9,557	95,57	286,71	0,287	7,08
33η ημέρα	3	10	100	10	10,540	105,40	316,20	0,316	7,81
35η ημέρα	3	10	100	10	10,760	107,60	322,80	0,323	7,97
37η ημέρα	3	10	100	10	11,040	110,40	331,20	0,331	8,18
41η ημέρα	3	10	100	10	11,590	115,90	347,70	0,348	8,59
43η ημέρα	3	10	100	10	11,670	116,70	350,10	0,350	8,64
45η ημέρα	3	10	100	10	11,750	117,50	352,50	0,353	8,70
47η ημέρα	3	10	100	10	11,950	119,50	358,50	0,359	8,85
49η ημέρα	3	10	100	10	11,190	111,90	335,70	0,336	8,29
51η ημέρα	3	10	100	10	11,690	116,90	350,70	0,351	8,66
54η ημέρα	3	10	100	10	12,140	121,40	364,20	0,364	8,99
56η ημέρα	3	10	100	10	12,510	125,10	375,30	0,375	9,27
58η ημέρα	3	10	100	10	12,370	123,70	371,10	0,371	9,16
61η ημέρα	3	10	100	10	12,970	129,70	389,10	0,389	9,61
68η ημέρα	3	10	100	10	13,040	130,40	391,20	0,391	9,66
75η ημέρα	3	10	100	10	13,180	131,80	395,40	0,395	9,76

Πίνακας 2.4: Ποσότητα Al των pellets διαλυμένη στα 3L οξέος – Ανάκτηση Al%

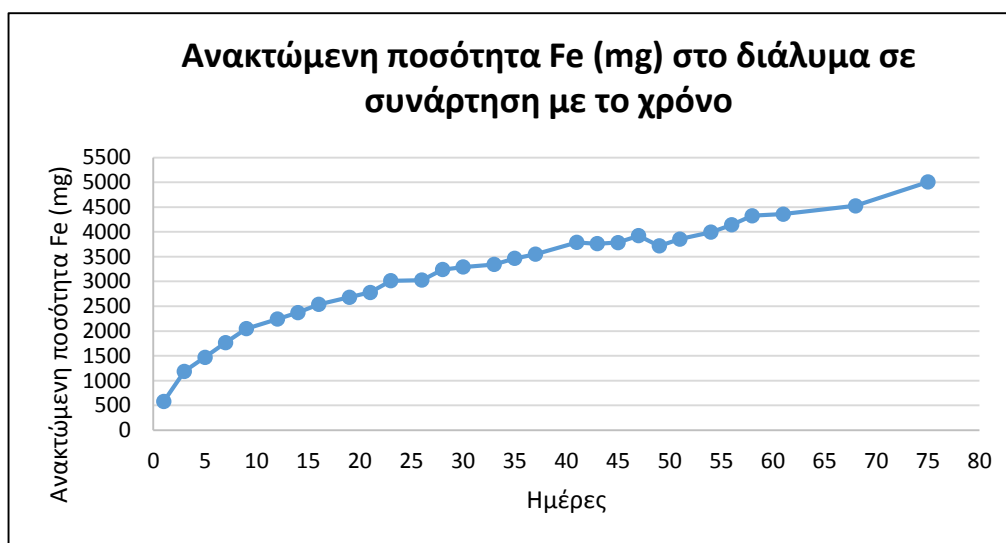
Ημέρα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΔΕΥΤΕΡΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Al ppm	Al ppm τελικό	Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 3L	Ποσότητα (gr) διαλ. ουσίας στα 3L	Ανάκτηση Al%
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ	ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ						
1η ημέρα	3	10	100	10	5	100	20	200	3,417	683,40	2050,20	2,050	10,33
3η ημέρα	3	10	100	10	5	100	20	200	3,781	756,20	2268,60	2,269	11,43
5η ημέρα	3	10	100	10	5	100	20	200	4,038	807,60	2422,80	2,423	12,21
7η ημέρα	3	10	100	10	5	100	20	200	4,188	837,60	2512,80	2,513	12,66
9η ημέρα	3	10	100	10	5	100	20	200	4,305	861,00	2583,00	2,583	13,01
12η ημέρα	3	10	100	10	5	100	20	200	4,435	887,00	2661,00	2,661	13,41
14η ημέρα	3	10	100	10	5	100	20	200	4,311	862,20	2586,60	2,587	13,03
16η ημέρα	3	10	100	10	5	100	20	200	4,464	892,80	2678,40	2,678	13,49
19η ημέρα	3	10	100	10	5	100	20	200	4,562	912,40	2737,20	2,737	13,79
21η ημέρα	3	10	100	10	5	100	20	200	4,724	944,80	2834,40	2,834	14,28
23η ημέρα	3	10	100	10	5	100	20	200	4,646	929,20	2787,60	2,788	14,04
26η ημέρα	3	10	100	10	5	100	20	200	4,824	964,80	2894,40	2,894	14,58
28η ημέρα	3	10	100	10	5	100	20	200	4,838	967,60	2902,80	2,903	14,62
30η ημέρα	3	10	100	10	4	100	25	250	3,954	988,50	2965,50	2,966	14,94
33η ημέρα	3	10	100	10	4	100	25	250	3,895	973,75	2921,25	2,921	14,72
35η ημέρα	3	10	100	10	4	100	25	250	3,932	983,00	2949,00	2,949	14,86
37η ημέρα	3	10	100	10	4	100	25	250	4,192	1048,00	3144,00	3,144	15,84
41η ημέρα	3	10	100	10	4	100	25	250	4,184	1046,00	3138,00	3,138	15,81
43η ημέρα	3	10	100	10	4	100	25	250	4,270	1067,50	3202,50	3,203	16,13
45η ημέρα	3	10	100	10	4	100	25	250	4,249	1062,25	3186,75	3,187	16,05
47η ημέρα	3	10	100	10	4	100	25	250	4,248	1062,00	3186,00	3,186	16,05
49η ημέρα	3	10	100	10	4	100	25	250	3,901	975,25	2925,75	2,926	14,74
51η ημέρα	3	10	100	10	4	100	25	250	4,060	1015,00	3045,00	3,045	15,34
54η ημέρα	3	10	100	10	4	100	25	250	4,063	1015,75	3047,25	3,047	15,35
56η ημέρα	3	10	100	10	4	100	25	250	4,165	1041,25	3123,75	3,124	15,74
58η ημέρα	3	10	100	10	4	100	25	250	4,202	1050,50	3151,50	3,152	15,88
61η ημέρα	3	10	100	10	4	100	25	250	4,292	1073,00	3219,00	3,219	16,22
68η ημέρα	3	10	100	10	4	100	25	250	4,308	1077,00	3231,00	3,231	16,28
75η ημέρα	3	10	100	10	4	100	25	250	4,323	1080,75	3242,25	3,242	16,33

Πίνακας 2.5: Ποσότητα Co των pellets διαλυμένη στα 3L οξέος

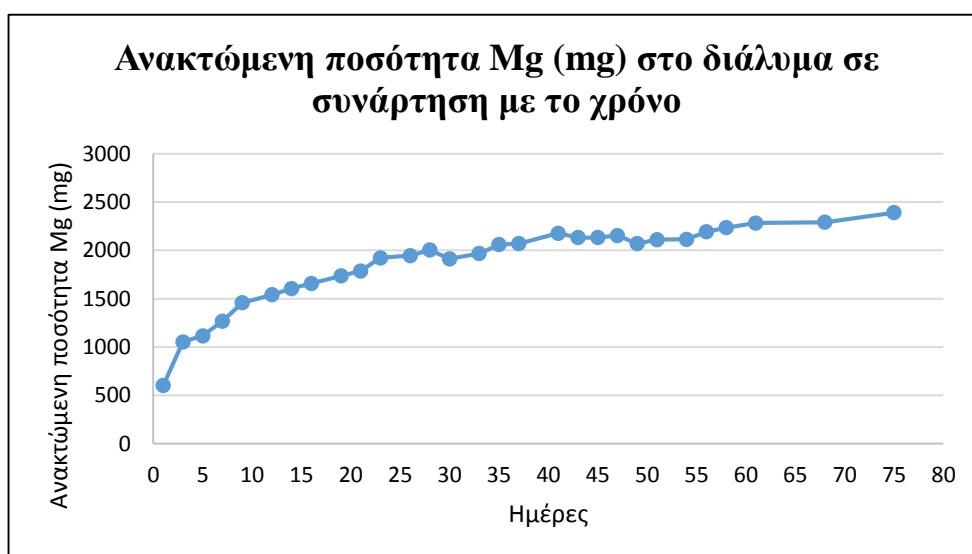
Ημέρα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			Co ppm	Co ppm τελικό	Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 3L
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			
1η ημέρα	3	10	100	10	0,169	1,69	5,07
3η ημέρα	3	10	100	10	0,309	3,09	9,27
5η ημέρα	3	10	100	10	0,374	3,74	11,22
7η ημέρα	3	10	100	10	0,437	4,37	13,11
9η ημέρα	3	10	100	10	0,487	4,87	14,61
12η ημέρα	3	10	100	10	0,533	5,33	15,99
14η ημέρα	3	10	100	10	0,547	5,47	16,41
16η ημέρα	3	10	100	10	0,579	5,79	17,37
19η ημέρα	3	10	100	10	0,608	6,08	18,24
21η ημέρα	3	10	100	10	0,621	6,21	18,63
23η ημέρα	3	10	100	10	0,634	6,34	19,02
26η ημερα	3	10	100	10	0,672	6,72	20,16
28η ημέρα	3	10	100	10	0,689	6,89	20,67
30η ημέρα	3	10	100	10	0,670	6,70	20,10
33η ημέρα	3	10	100	10	0,732	7,32	21,96
35η ημέρα	3	10	100	10	0,722	7,22	21,66
37η ημέρα	3	10	100	10	0,736	7,36	22,08
41η ημέρα	3	10	100	10	0,758	7,58	22,74
43η ημέρα	3	10	100	10	0,780	7,80	23,40
45η ημέρα	3	10	100	10	0,776	7,76	23,28
47η ημέρα	3	10	100	10	0,788	7,88	23,64
49η ημέρα	3	10	100	10	0,745	7,45	22,35
51η ημέρα	3	10	100	10	0,766	7,66	22,98
54η ημέρα	3	10	100	10	0,790	7,90	23,70
56η ημέρα	3	10	100	10	0,815	8,15	24,45
58η ημέρα	3	10	100	10	0,800	8,00	24,00
61η ημέρα	3	10	100	10	0,859	8,59	25,77
68η ημέρα	3	10	100	10	0,905	9,05	27,15
75η ημέρα	3	10	100	10	0,903	9,03	27,09

3. Με βάση τις παραπάνω αναλύσεις προέκυψαν τα επόμενα διαγράμματα που παρουσιάζουν την ποσότητα της ουσίας που ανακτάται από τα pellets στο οξύ καθώς και την ανάκτηση (%) του κάθε μετάλλου σε συνάρτηση με το χρόνο.

Διάγραμμα 3.1: Ανακτώμενη ποσότητα Fe από τα pellets σε συνάρτηση με το χρόνο

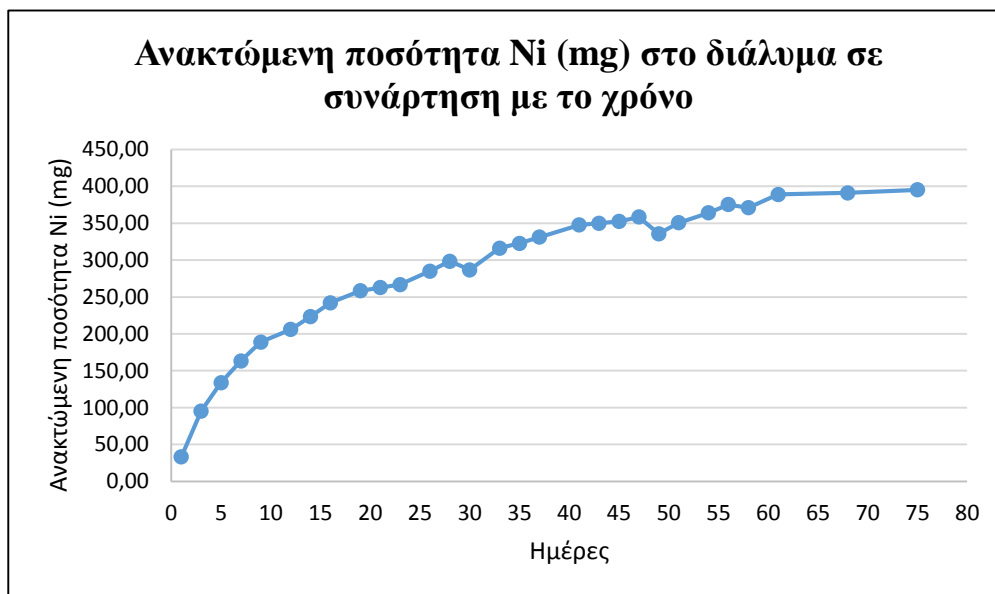


Διάγραμμα 3.2: Ανακτώμενη ποσότητα Mg από τα pellets σε συνάρτηση με το χρόνο

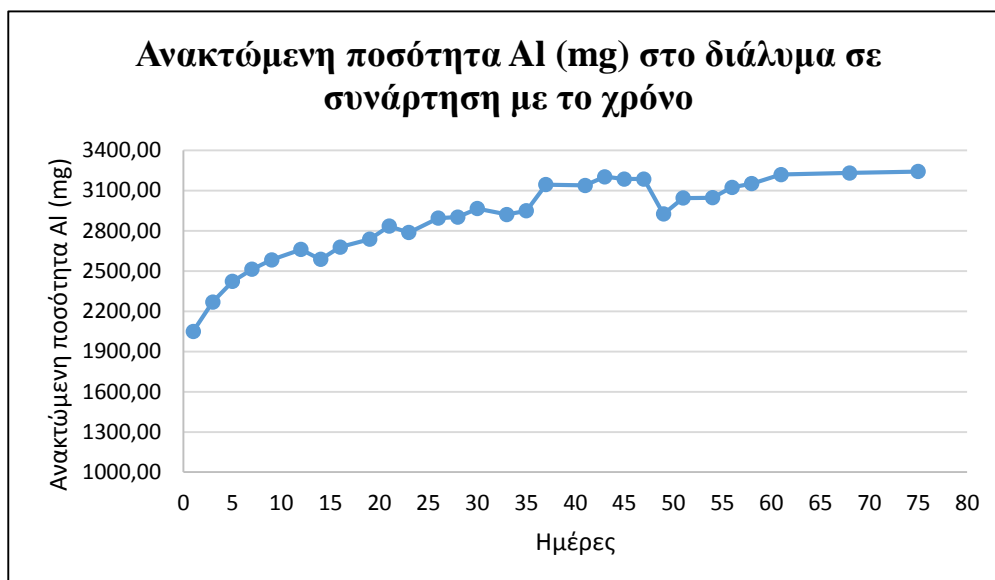




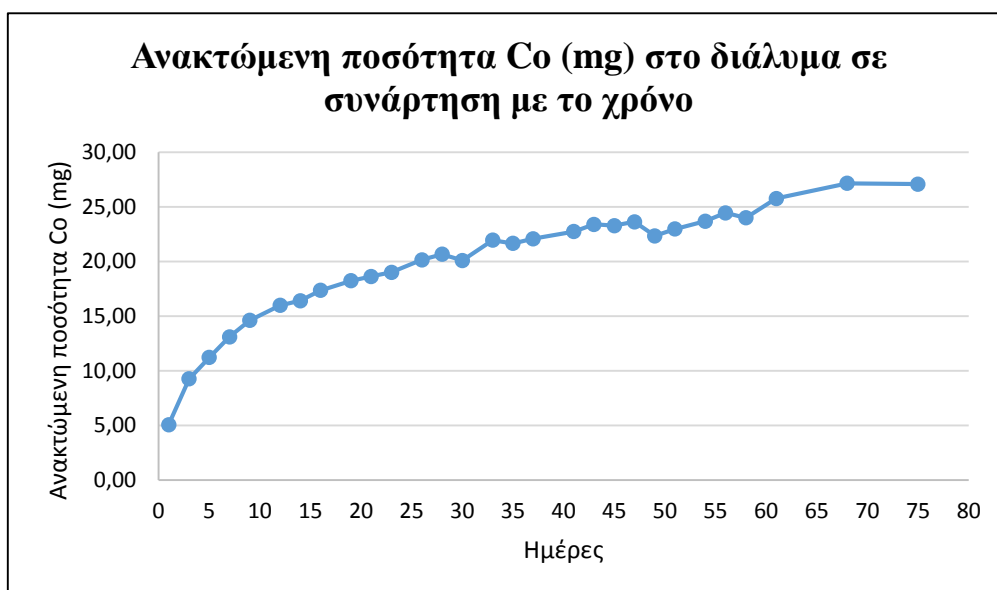
Διάγραμμα 3.3: Ανακτώμενη ποσότητα Ni από τα pellets σε συνάρτηση με το χρόνο



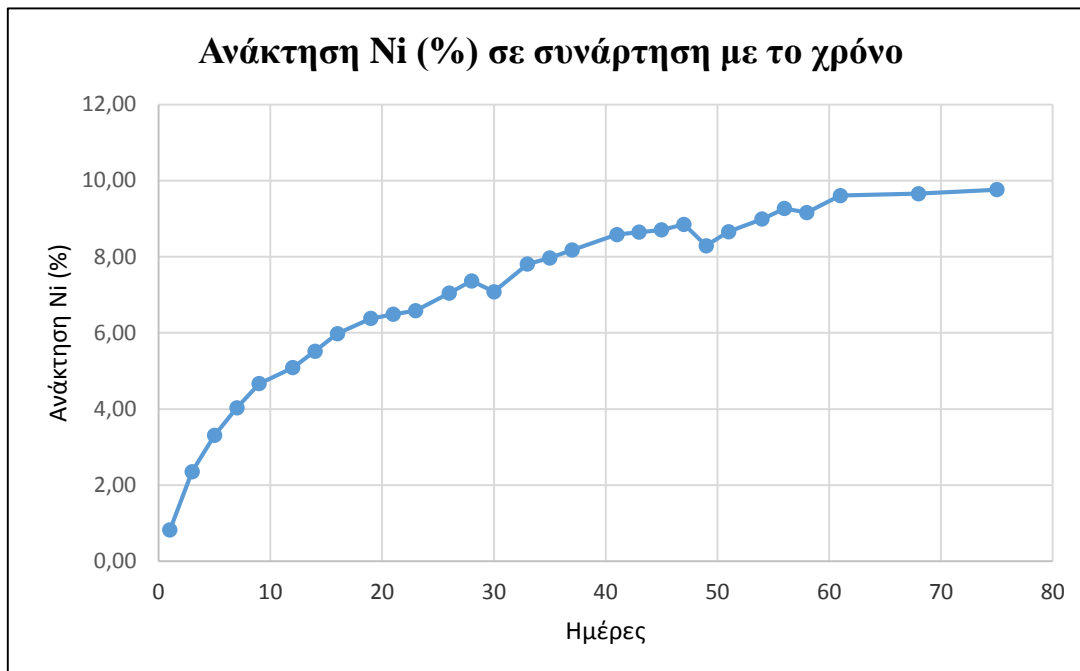
Διάγραμμα 3.4: Ανακτώμενη ποσότητα Al από τα pellets σε συνάρτηση με το χρόνο



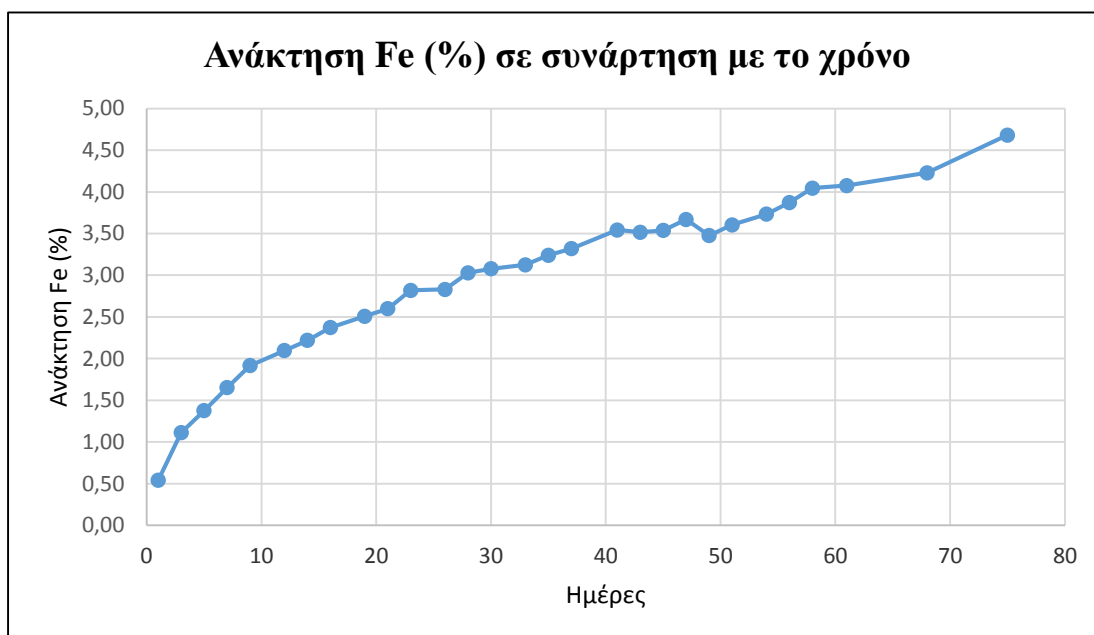
Διάγραμμα 3.5: Ανακτώμενη ποσότητα Co από τα pellets σε συνάρτηση με το χρόνο



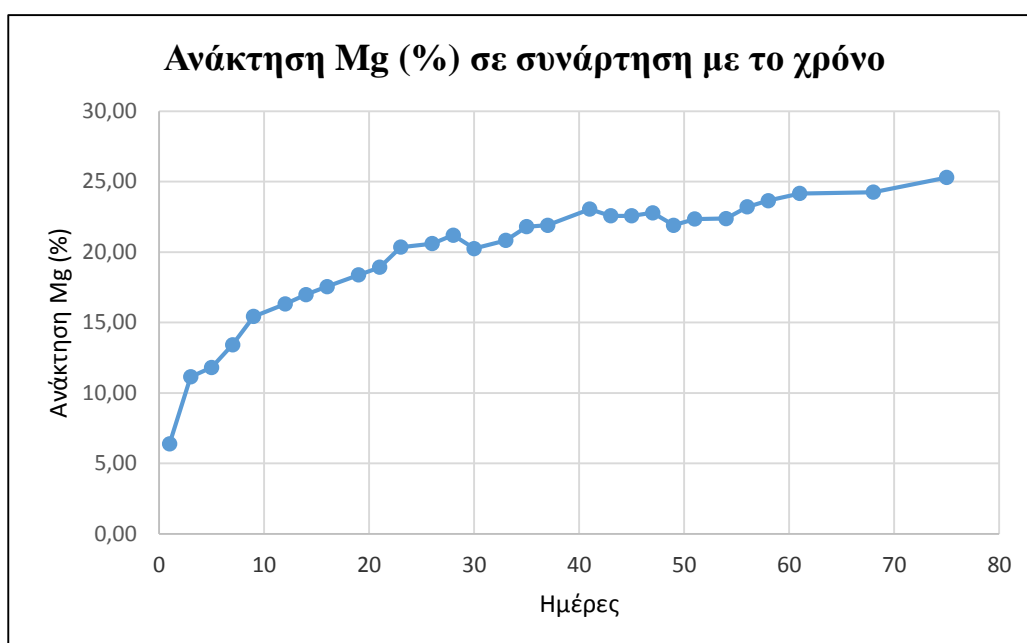
Διάγραμμα 3.6: Ανάκτηση Ni (%) από τα pellets σε συνάρτηση με το χρόνο



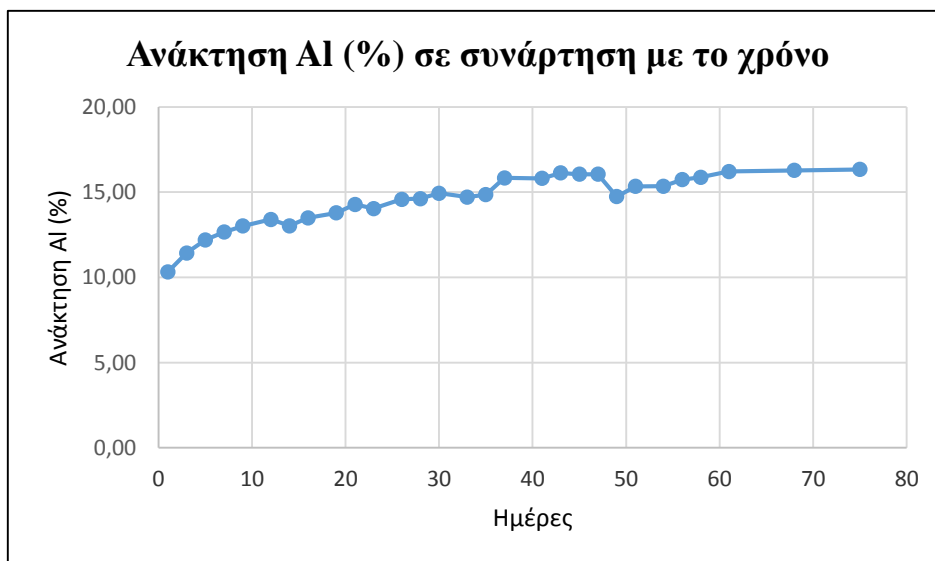
Διάγραμμα 3.7: Ανάκτηση Fe (%) από τα pellets σε συνάρτηση με το χρόνο



Διάγραμμα 3.8: Ανάκτηση Mg (%) από τα pellets σε συνάρτηση με το χρόνο



Διάγραμμα 3.9: Ανάκτηση Al (%) από τα pellets σε συνάρτηση με το χρόνο



4. Παρουσίαση σε μορφή πινάκων των αποτελεσμάτων των αναλύσεων όπως αυτά προέκυψαν από τη μέθοδο της Φασματοφωτομετρίας Ατομικής Απορρόφησης και αφορούν το μαγνητικό υλικό. Τα αποτελέσματα αναφέρονται στην ποσότητα της κάθε ουσίας που διαλύεται στο οξύ καθώς και στην ανάκτηση του κάθε μετάλλου (Fe, Mg, Ni, Al).

Πίνακας 4.1: Ποσότητα Fe του μαγνητικού υλικού διαλυμένη στα 5,5L οξέος – Ανάκτηση Fe%

Ημέρα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΔΕΥΤΕΡΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Fe ppm	Fe ppm τελικό	Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 5,5L	Ποσότητα (gr) διαλ. ουσίας στα 5,5L	Ανάκτηση Fe%
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ	ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ						
1	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	0,622	622	3421	3,421	1,03
3	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	1,507	1507	8289	8,289	2,49
5	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	1,834	1834	10087	10,087	3,04
7	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	2,124	2124	11682	11,682	3,52
9	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	2,53	2530	13915	13,915	4,19
12	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	2,917	2917	16044	16,044	4,83
14	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	2,945	2945	16198	16,198	4,87
16	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	3,062	3062	16841	16,841	5,07
19	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	3,297	3297	18134	18,134	5,46
21	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	3,46	3460	19030	19,030	5,73
23	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	3,714	3714	20427	20,427	6,15
27	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	3,757	3757	20664	20,664	6,22
29	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	3,763	3763	20697	20,697	6,23
31	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	4,059	4059	22325	22,325	6,72
33	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	4,166	4166	22913	22,913	6,90
35	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	4,174	4174	22957	22,957	6,91
37	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	4,303	4303	23667	23,667	7,12
40	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	4,792	4792	26356	26,356	7,93
42	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	4,712	4712	25916	25,916	7,80
44	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	4,87	4870	26785	26,785	8,06
47	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	5,291	5291	29101	29,101	8,76
49	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	4,963	4963	27297	27,297	8,21
51	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	5,261	5261	28936	28,936	8,71
54	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	5,668	5668	31174	31,174	9,38
56	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	5,322	5322	29271	29,271	8,81
58	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	5,78	5780	31790	31,790	9,57
61	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	6,193	6193	34062	34,062	10,25

Πίνακας 4.2: Ποσότητα Mg του μαγνητικού υλικού διαλυμένη στα 5,5L οξέος – Ανάκτηση Mg%

Ημέρα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΔΕΥΤΕΡΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Mg ppm	Mg ppm τελικό	Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 5,5L	Ποσότητα (gr) διαλ. ουσίας στα 5,5L	Ανάκτηση Mg%
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ	ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ						
1η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	0,163	163	897	0,897	7,53
3η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	0,414	414	2277	2,277	19,13
5η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	0,521	521	2866	2,866	24,08
7η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	0,612	612	3366	3,366	28,29
9η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	0,727	727	3999	3,999	33,60
12η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	0,82	820	4510	4,510	37,90
14η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	0,868	868	4774	4,774	40,12
16η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	0,895	895	4923	4,923	41,37
19η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	0,952	952	5236	5,236	44,00
21η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	0,988	988	5434	5,434	45,66
23η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	0,993	993	5462	5,462	45,89
27η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	1,031	1031	5671	5,671	47,65
29η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	1,046	1046	5753	5,753	48,34
31η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	1,031	1031	5671	5,671	47,65
33η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	1,045	1045	5748	5,748	48,30
35η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	1,014	1014	5577	5,577	46,87
37η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	1,088	1088	5984	5,984	50,29
40η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	1,152	1152	6336	6,336	53,24
42η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	1,147	1147	6309	6,309	53,01
44η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	1,139	1139	6265	6,265	52,64
47η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	1,182	1182	6501	6,501	54,63
49η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	1,158	1158	6369	6,369	53,52
51η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	1,139	1139	6265	6,265	52,64
54η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	1,211	1211	6661	6,661	55,97
56η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	1,087	1087	5979	5,979	50,24
58η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	1,088	1088	5984	5,984	50,29
61η ημέρα	5,5	10	100	10	1	100	100	1000	1,112	1112	6116	6,116	51,39

Πίνακας 4.3: Ποσότητα Ni του μαγνητικού υλικού διαλυμένη στα 5,5L οξέος – Ανάκτηση Ni%

Ημέρα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΔΕΥΤΕΡΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Ni ppm	Ni ppm τελικό	Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 5,5L	Ποσότητα (gr) διαλ. ουσίας στα 5,5L	Ανάκτηση Ni%
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ	ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ						
1η ημέρα	5,5	10	100	10	5	100	20	200	0,726	145,20	798,60	0,799	10,11
3η ημέρα	5,5	10	100	10	5	100	20	200	1,72	344,00	1892,00	1,892	23,95
5η ημέρα	5,5	10	100	10	5	100	20	200	2,581	516,20	2839,10	2,839	35,94
7η ημέρα	5,5	10	100	10	5	100	20	200	3,068	613,60	3374,80	3,375	42,72
9η ημέρα	5,5	10	100	10	5	100	20	200	3,689	737,80	4057,90	4,058	51,37
12η ημέρα	5,5	10	100	10	5	100	20	200	4,059	811,80	4464,90	4,465	56,52
14η ημέρα	5,5	10	100	10	5	100	20	200	4,339	867,80	4772,90	4,773	60,42
16η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	3,408	852,00	4686,00	4,686	59,32
19η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	3,579	894,75	4921,13	4,921	62,29
21η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	3,67	917,50	5046,25	5,046	63,88
23η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	3,783	945,75	5201,63	5,202	65,84
27η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	3,875	968,75	5328,13	5,328	67,44
29η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	3,922	980,50	5392,75	5,393	68,26
31η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	3,973	993,25	5462,88	5,463	69,15
33η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	4,125	1031,25	5671,88	5,672	71,80
35η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	3,983	995,75	5476,63	5,477	69,32
37η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	4,136	1034,00	5687,00	5,687	71,99
40η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	4,425	1106,25	6084,38	6,084	77,02
42η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	4,367	1091,75	6004,63	6,005	76,01
44η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	4,3	1075,00	5912,50	5,913	74,84
47η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	4,33	1082,50	5953,75	5,954	75,36
49η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	4,32	1080,00	5940,00	5,940	75,19
51η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	4,17	1042,50	5733,75	5,734	72,58
54η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	4,35	1087,50	5981,25	5,981	75,71
56η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	4,02	1005,00	5527,50	5,528	69,97
58η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	4,24	1060,00	5830,00	5,830	73,80
61η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	4,47	1117,50	6146,25	6,146	77,80

Πίνακας 4.4: Ποσότητα ΑΙ του μαγνητικού υλικού διαλυμένη στα 5,5L οξέος – Ανάκτηση ΑΙ%

Ημέρα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΔΕΥΤΕΡΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	ΑΙ ppm	ΑΙ ppm τελικό	Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 5,5L	Ποσότητα (gr) διαλ. ουσίας στα 5,5L	Ανάκτηση ΑΙ%
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ	ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ						
1η ημέρα	5,5	10	100	10	5	100	20	200	1,044	208,8	1148,4	1,148	4,0
3η ημέρα	5,5	10	100	10	5	100	20	200	2,362	472,4	2598,2	2,598	9,1
5η ημέρα	5,5	10	100	10	5	100	20	200	3,491	698,2	3840,1	3,840	13,5
7η ημέρα	5,5	10	100	10	5	100	20	200	4,044	808,8	4448,4	4,448	15,7
9η ημέρα	5,5	10	100	10	5	100	20	200	4,71	942,0	5181,0	5,181	18,2
12η ημέρα	5,5	10	100	10	5	100	20	200	5,073	1014,6	5580,3	5,580	19,6
14η ημέρα	5,5	10	100	10	5	100	20	200	5,448	1089,6	5992,8	5,993	21,1
16η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	5,002	1250,5	6877,8	6,878	24,2
19η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	5,189	1297,3	7134,9	7,135	25,1
21η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	5,319	1329,8	7313,6	7,314	25,8
23η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	5,506	1376,5	7570,8	7,571	26,7
27η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	5,62	1405,0	7727,5	7,728	27,2
29η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	5,682	1420,5	7812,8	7,813	27,5
31η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	5,797	1449,3	7970,9	7,971	28,1
33η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	5,962	1490,5	8197,8	8,198	28,9
35η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	5,741	1435,3	7893,9	7,894	27,8
37η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	6,037	1509,3	8300,9	8,301	29,2
40η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	6,389	1597,3	8784,9	8,785	30,9
42η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	6,322	1580,5	8692,8	8,693	30,6
44η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	6,941	1735,3	9543,9	9,544	33,6
47η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	6,798	1699,5	9347,3	9,347	32,9
49η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	6,892	1723,0	9476,5	9,477	33,4
51η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	6,867	1716,8	9442,1	9,442	33,2
54η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	7,004	1751,0	9630,5	9,631	33,9
56η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	6,577	1644,3	9043,4	9,043	31,8
58η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	6,705	1676,3	9219,4	9,219	32,5
61η ημέρα	5,5	10	100	10	4	100	25	250	7,127	1781,8	9799,6	9,800	34,5

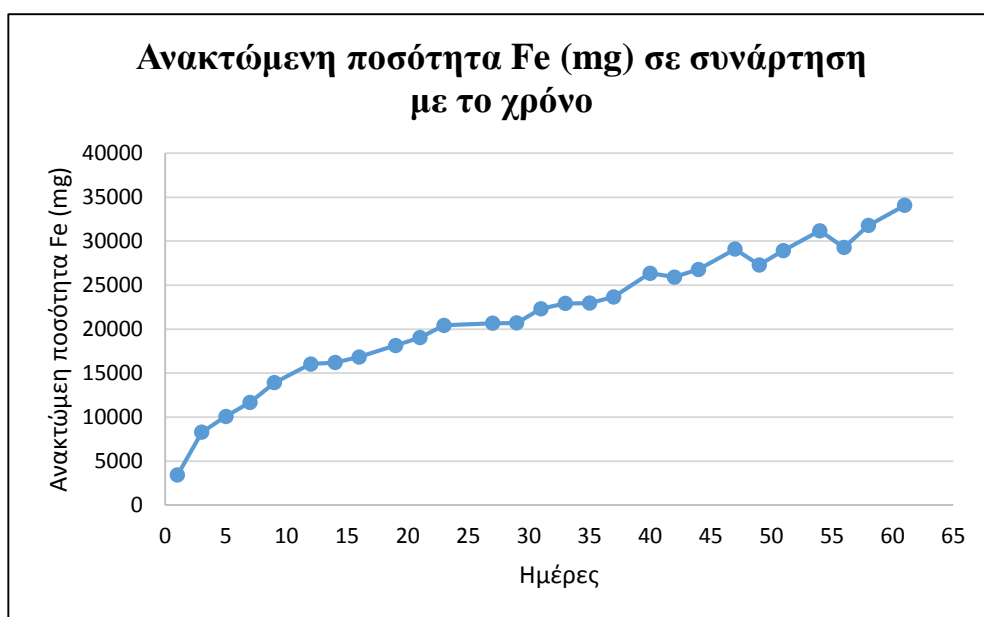


Πίνακας 4.5: Ποσότητα Co του μαγνητικού υλικού διαλυμένη στα 5,5L οξέος

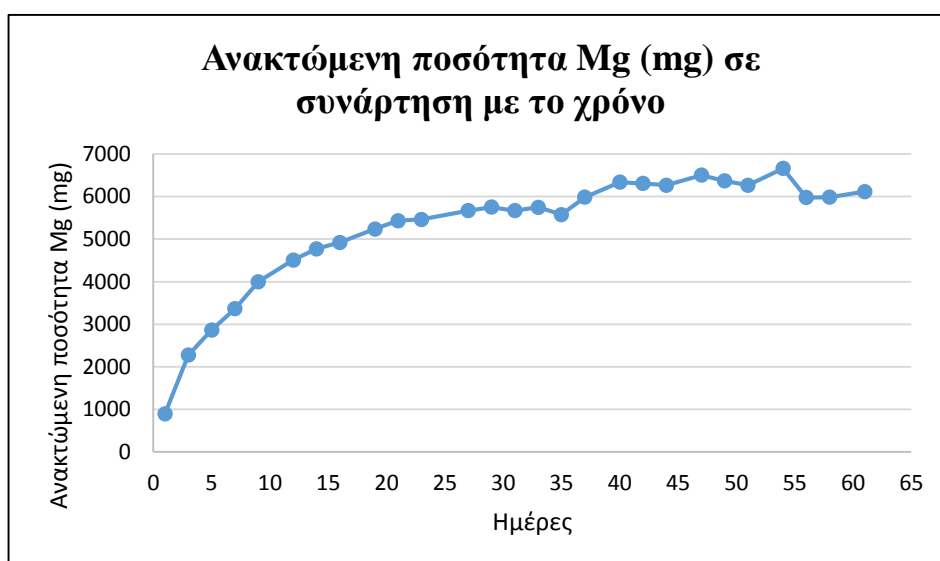
Ημέρα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			Co ppm	Co ppm τελικό	Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 5,5L
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			
1η ημέρα	5,5	10	100	10	1,331	13,31	73,21
3η ημέρα	5,5	10	100	10	1,444	14,44	79,42
5η ημέρα	5,5	10	100	10	2,193	21,93	120,62
7η ημέρα	5,5	10	100	10	2,631	26,31	144,71
9η ημέρα	5,5	10	100	10	3,144	31,44	172,92
12η ημέρα	5,5	10	100	10	3,512	35,12	193,16
14η ημέρα	5,5	10	100	10	3,766	37,66	207,13
16η ημέρα	5,5	10	100	10	4,015	40,15	220,83
19η ημέρα	5,5	10	100	10	4,221	42,21	232,16
21η ημέρα	5,5	10	100	10	4,395	43,95	241,73
23η ημέρα	5,5	10	100	10	4,402	44,02	242,11
27η ημέρα	5,5	10	100	10	4,502	45,02	247,61
29η ημέρα	5,5	10	100	10	4,51	45,10	248,05
31η ημέρα	5,5	10	100	10	4,665	46,65	256,58
33η ημέρα	5,5	10	100	10	4,747	47,47	261,09
35η ημέρα	5,5	10	100	10	4,579	45,79	251,85
37η ημέρα	5,5	10	100	10	4,762	47,62	261,91
40η ημέρα	5,5	10	100	10	5,045	50,45	277,48
42η ημέρα	5,5	10	100	10	5,109	51,09	281,00
44η ημέρα	5,5	10	100	10	4,978	49,78	273,79
47η ημέρα	5,5	10	100	10	5,144	51,44	282,92
49η ημέρα	5,5	10	100	10	5,041	50,41	277,26
51η ημέρα	5,5	10	100	10	5,017	50,17	275,94
54η ημέρα	5,5	10	100	10	5,146	51,46	283,03
56η ημέρα	5,5	10	100	10	4,834	48,34	265,87
58η ημέρα	5,5	10	100	10	4,987	49,87	274,29
61η ημέρα	5,5	10	100	10	5,113	51,13	281,22

5. Με βάση τα παραπάνω αποτελέσματα προέκυψαν τα επόμενα διαγράμματα τα οποία παρουσιάζουν την ποσότητα κάθε διαλυμένης ουσίας (Fe, Mg, Ni, Al, Co) του μαγνητικού υλικού που μετέβη στο οξύ καθώς και την ανάκτηση (%) του κάθε μετάλλου σε συνάρτηση με το χρόνο.

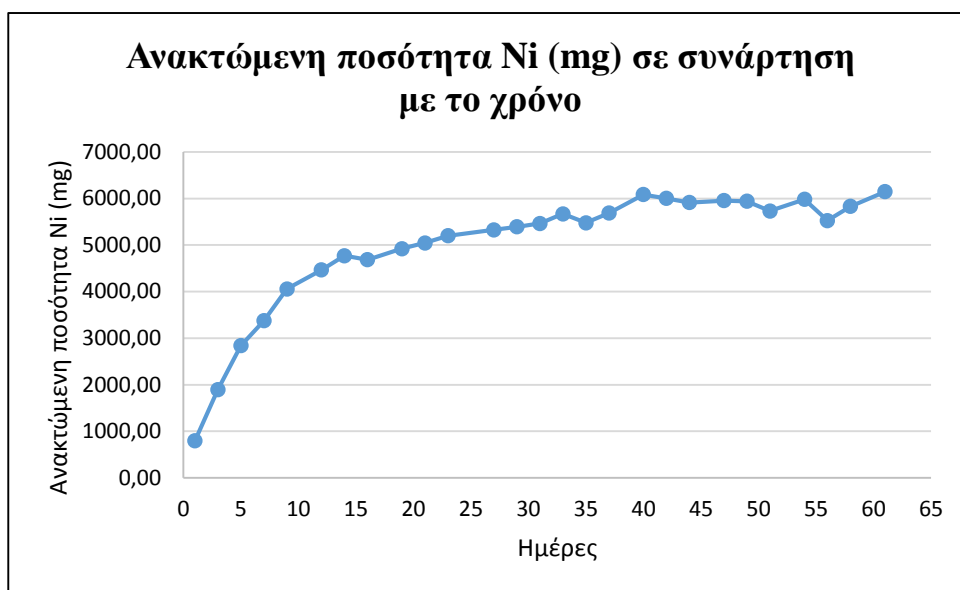
Διάγραμμα 5.1: Ανακτώμενη ποσότητα Fe από τα pellets σε συνάρτηση με το χρόνο



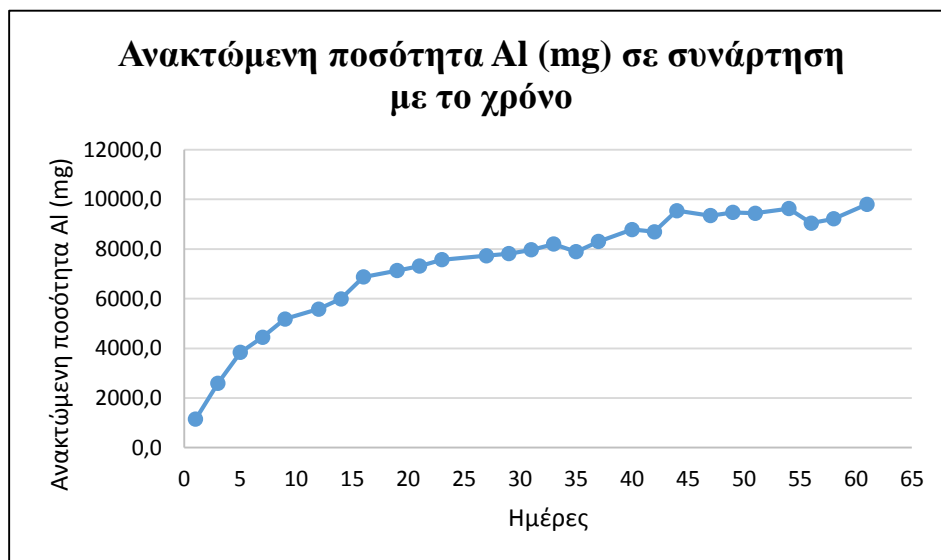
Διάγραμμα 5.2: Ανακτώμενη ποσότητα Mg από τα pellets σε συνάρτηση με το χρόνο



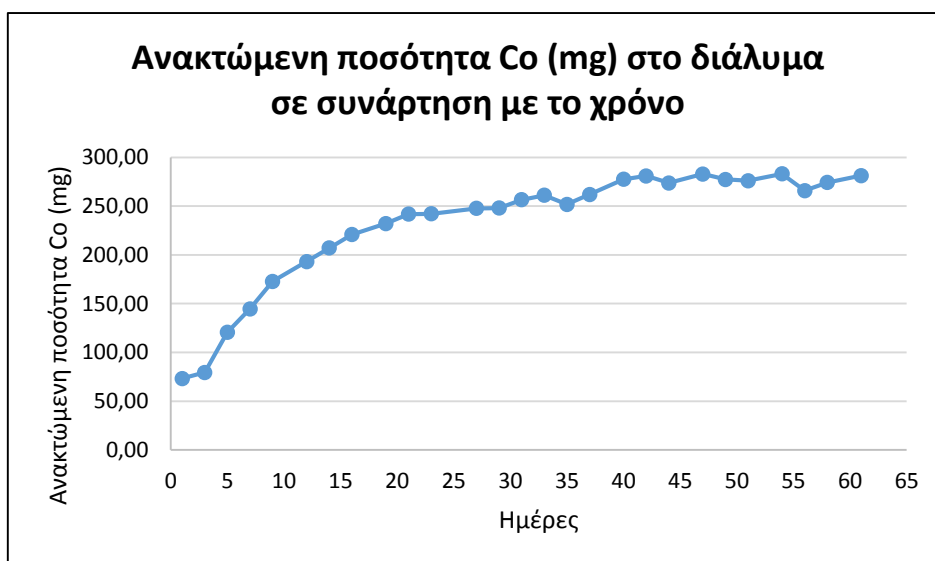
Διάγραμμα 5.3: Ανακτώμενη ποσότητα Ni από τα pellets σε συνάρτηση με το χρόνο



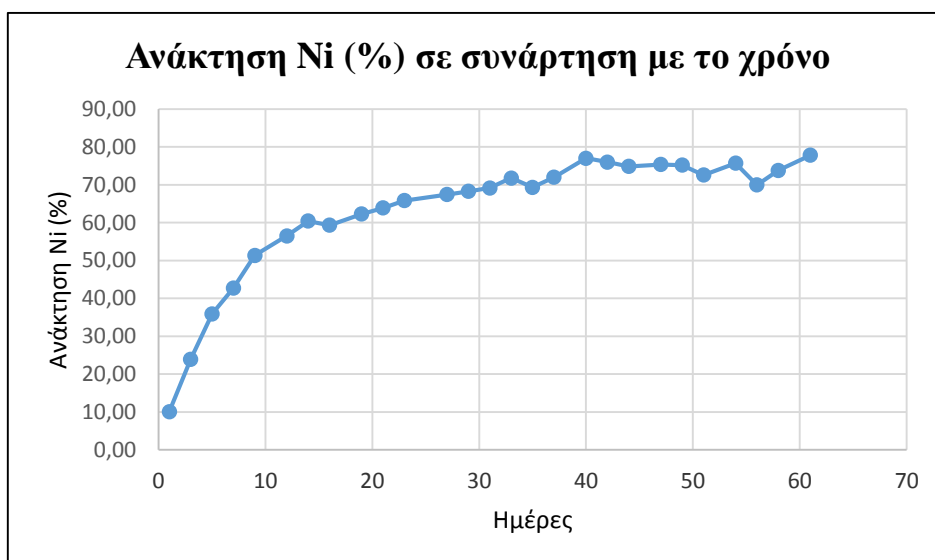
Διάγραμμα 5.4: Ανακτώμενη ποσότητα Al από τα pellets σε συνάρτηση με το χρόνο



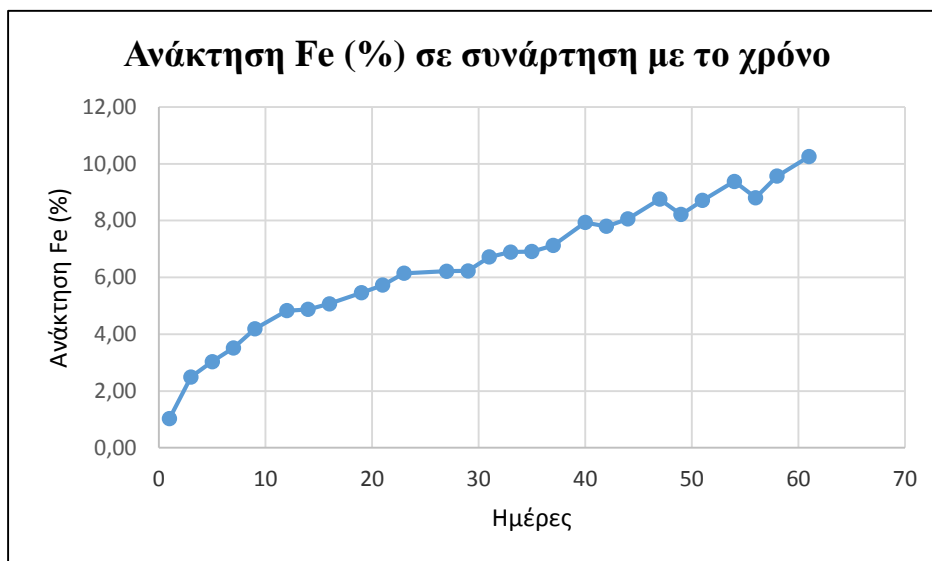
Διάγραμμα 5.5: Ανακτώμενη ποσότητα Co από τα pellets σε συνάρτηση με το χρόνο



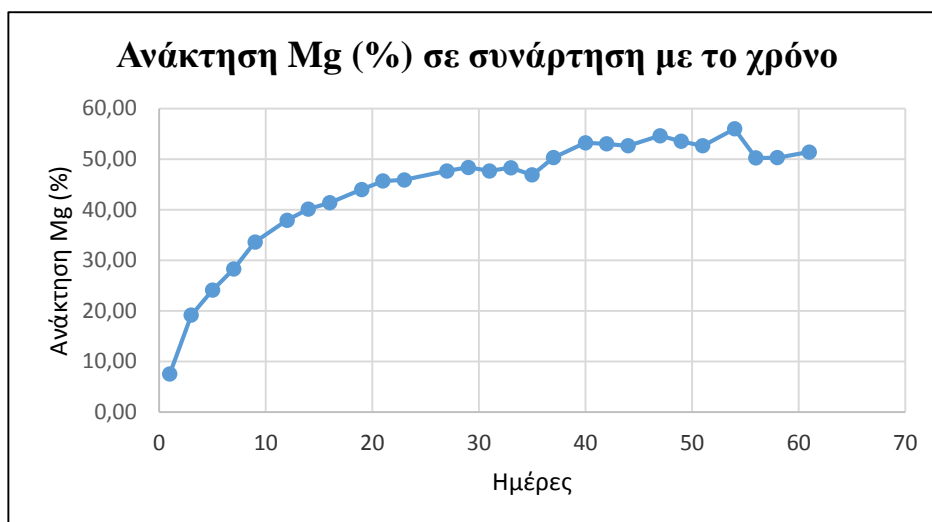
Διάγραμμα 5.6: Ανάκτηση Ni (%) από τα pellets σε συνάρτηση με το χρόνο



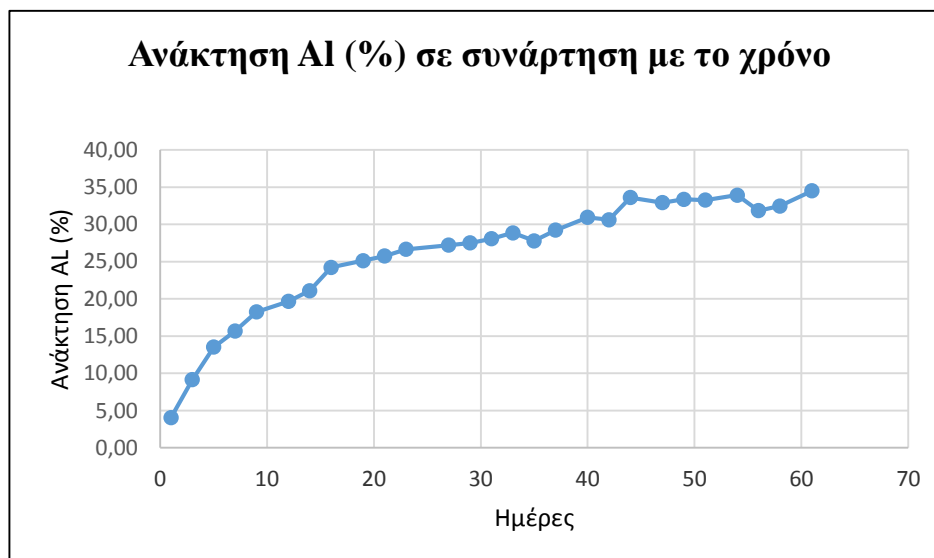
Διάγραμμα 5.7: Ανάκτηση Fe (%) από τα pellets σε συνάρτηση με το χρόνο



Διάγραμμα 5.8: Ανάκτηση Mg (%) από τα pellets σε συνάρτηση με το χρόνο



Διάγραμμα 5.9: Ανάκτηση Al (%) από τα pellets σε συνάρτηση με το χρόνο



**6. Οι επόμενοι πίνακες παρουσιάζουν την περιεκτικότητα κάθε μετάλλου (Ni, Fe, Mg, Al, Co) στο μαγνητικό υλικό και στα pellets μετά την εκχύλιση**

Πίνακας 6.1: Περιεκτικότητα σε Fe του μαγνητικού υλικού και των pellets μετά την εκχύλιση

Δείγμα	Βάρος (g)	Όγκος (ml)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Fe ppm	Τελικό Fe ppm	Fe %	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %
			ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ					
μαγνητικο εκ.	0,1017	100	2	100	50	50	5,678	283,9	27,92	39,91
pellets εκ.	0,1001	100	1	100	100	100	1,983	198,3	19,81	28,32

Πίνακας 6.2: Περιεκτικότητα σε Mg του μαγνητικού υλικού και των pellets μετά την εκχύλιση

Δείγμα	Βάρος (g)	Όγκος (ml)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Mg ppm	Τελικό Mg ppm	Mg %	MgO %
			ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ					
μαγνητικο εκ.	0,1017	100	-	-	-	-	1,658	1,658	0,16	0,27
pellets εκ.	0,1001	100	1	100	100	100	0,187	18,7	1,87	3,10

Πίνακας 6.3: Περιεκτικότητα σε Ni του μαγνητικού υλικού και των pellets μετά την εκχύλιση

Δείγμα	Βάρος (g)	Όγκος (ml)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Ni ppm	Τελικό Ni ppm	Ni %	NiO %
			ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ					
μαγνητικο εκ.	0,1017	100	-	-	-	-	2,140	2,140	0,21	0,27
pellets εκ.	0,1001	100	-	-	-	-	6,323	6,323	0,63	0,80

Πίνακας 6.4: Περιεκτικότητα σε Al του μαγνητικού υλικού και των pellets μετά την εκχύλιση

Δείγμα	Βάρος (g)	Όγκος (ml)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Al ppm	Τελικό Al ppm	Al %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %
			ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ					
μαγνητικο εκ.	0,1017	100	-	-	-	-	13,850	13,850	1,36	2,57
pellets εκ.	0,1001	100	-	-	-	-	20,520	20,52	2,05	3,87

Πίνακας 6.5: Περιεκτικότητα σε Co του μαγνητικού υλικού και των pellets μετά την εκχύλιση

Δείγμα	Βάρος (g)	Όγκος (ml)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Co ppm	Τελικό Co ppm	Co %	Co <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %
			ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ					
μαγνητικο εκ.	0,1017	100	-	-	-	-	0,409	0,409	0,04	0,06
pellets εκ.	0,1001	100	-	-	-	-	0,838	0,838	0,08	0,12



**7. Στους επόμενους πίνακες παρουσιάζονται οι ανακτώμενες ποσότητες κάθε μετάλλου σε κάθε ξέπλυμα**

Πίνακας 7.1: Ανακτώμενη ποσότητα Fe σε κάθε ξέπλυμα

Δείγμα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΔΕΥΤΕΡΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Fe ppm	Τελικό Fe ppm	Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 1500 ml	Ποσότητα (gr) διαλ. ουσίας στα 1500 mL
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ	ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ					
1ο ξέπλυμα	1,5	20	100	5	10	100	10	50	1,862	93,100	465,50	0,47
2ο ξέπλυμα	1,5	20	100	5	-	-	-	5	1,787	8,935	44,68	0,04
3ο ξέπλυμα	1,5	20	100	5	-	-	-	5	0,461	2,305	11,53	0,01

Πίνακας 7.2: Ανακτώμενη ποσότητα Mg σε κάθε ξέπλυμα

Δείγμα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΔΕΥΤΕΡΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Mg ppm	Τελικό Mg ppm	Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 1500 ml	Ποσότητα (gr) διαλ. ουσίας στα 1500 mL
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ	ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ					
1ο ξέπλυμα	1,5	20	100	5	10	100	10	50	1,026	51,30	256,50	0,26
2ο ξέπλυμα	1,5	20	100	5	-	-	-	5	0,862	4,31	21,55	0,02
3ο ξέπλυμα	1,5	20	100	5	-	-	-	5	0,285	1,43	7,13	0,01

Πίνακας 7.3: Ανακτώμενη ποσότητα Ni σε κάθε ξέπλυμα

Δείγμα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Al ppm	Τελικό Al ppm	Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 1500 ml	Ποσότητα (gr) διαλ. ουσίας στα 1500 mL
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ					
1ο ξέπλυμα	1,5	20	100	5	5	7,402	37,01	55,515	0,06
2ο ξέπλυμα	1,5	20	100	5	5	0,948	4,74	7,110	0,01
3ο ξέπλυμα	1,5	20	100	5	5	0,371	1,86	2,783	0,00

Πίνακας 7.4: Ανακτώμενη ποσότητα Al σε κάθε ξέπλυμα

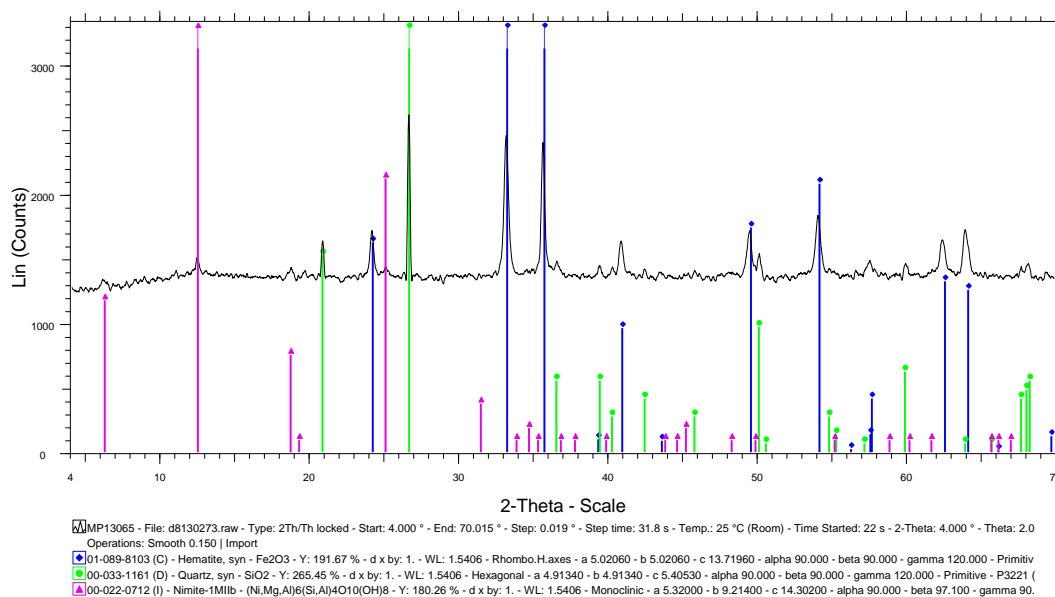
Δείγμα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Ni ppm	Τελικό Ni ppm	Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 1500 ml	Ποσότητα (gr) διαλ. ουσίας στα 1500 mL
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ					
1ο ξέπλυμα	1,5	20	100	5	5	1,92	9,60	14,400	0,01
2ο ξέπλυμα	1,5	20	100	5	5	0,32	1,59	2,378	0,00
3ο ξέπλυμα	1,5	20	100	5	5	0,18	0,91	1,365	0,00

Πίνακας 7.5: Ανακτώμενη ποσότητα Co σε κάθε ξέπλυμα

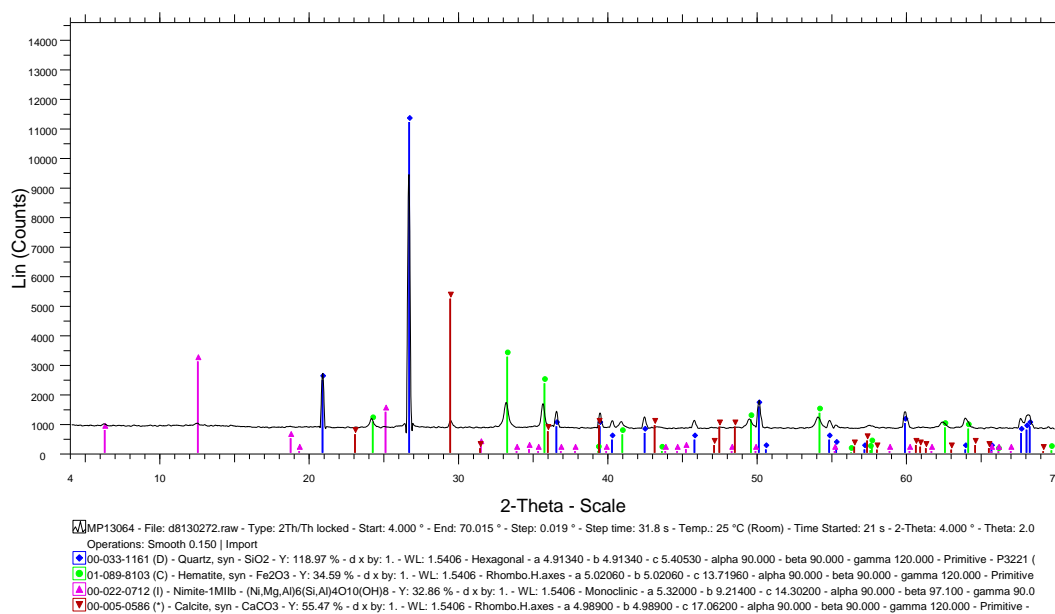
Δείγμα	Όγκος (L)	ΠΡΩΤΗ ΑΡΑΙΩΣΗ			ΤΕΛΙΚΗ ΑΡΑΙΩΣΗ	Co ppm	Τελικό Co ppm	Ποσότητα (mg) διαλ. ουσίας στα 1500 ml	Ποσότητα (gr) διαλ. ουσίας στα 1500 mL
		ml δ/τος	Τελικό (ml)	ΑΡΑΙΩΣΗ					
1ο ξέπλυμα	1,5	20	100	5	5	0,181	0,905	1,358	0,00
2ο ξέπλυμα	1,5	20	100	5	5	0,078	0,390	0,585	0,00
3ο ξέπλυμα	1,5	20	100	5	5	0,068	0,340	0,510	0,00

## 8. Ακτινοδιαγράμματα από το περιθλασίμετρο (XRD)

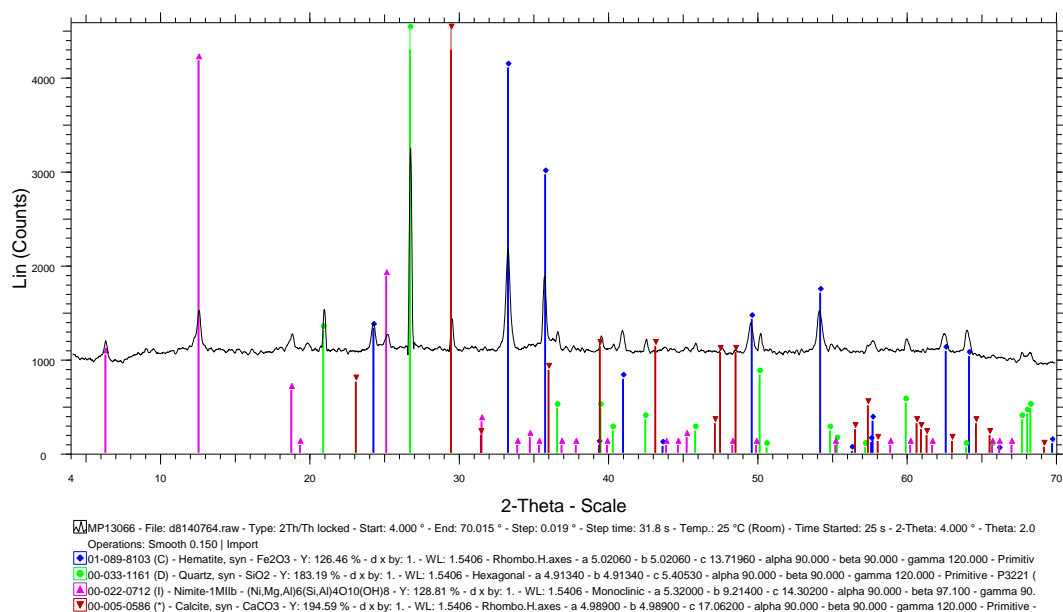
Σχήμα 8.1: Ακτινοδιάγραμμα του μαγνητικού υλικού πριν την εκχυλιση



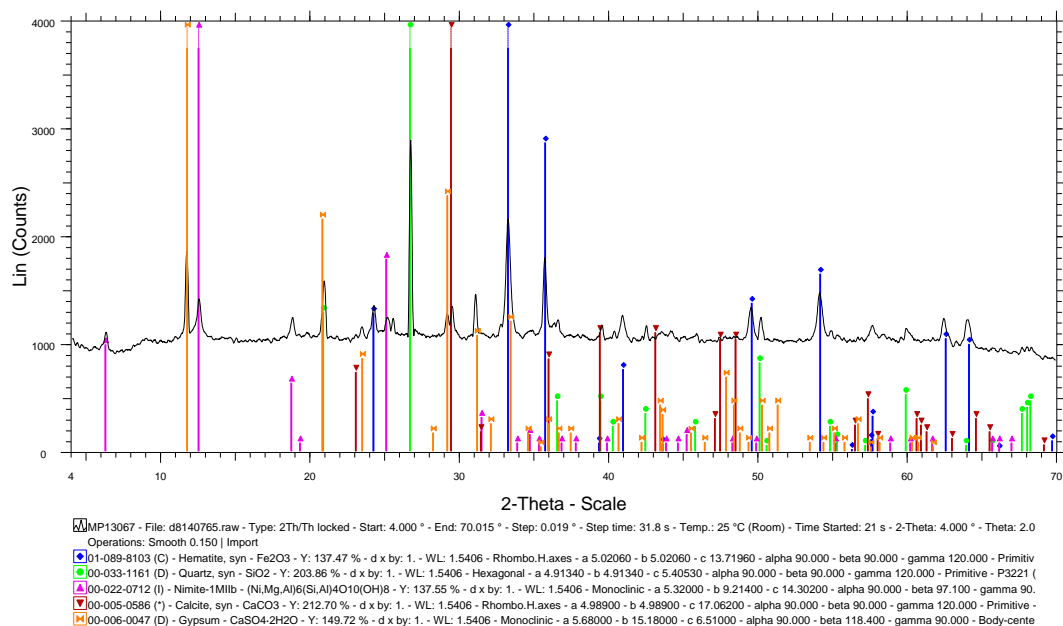
Σχήμα 8.2: Ακτινοδιάγραμμα του μη μαγνητικού υλικού



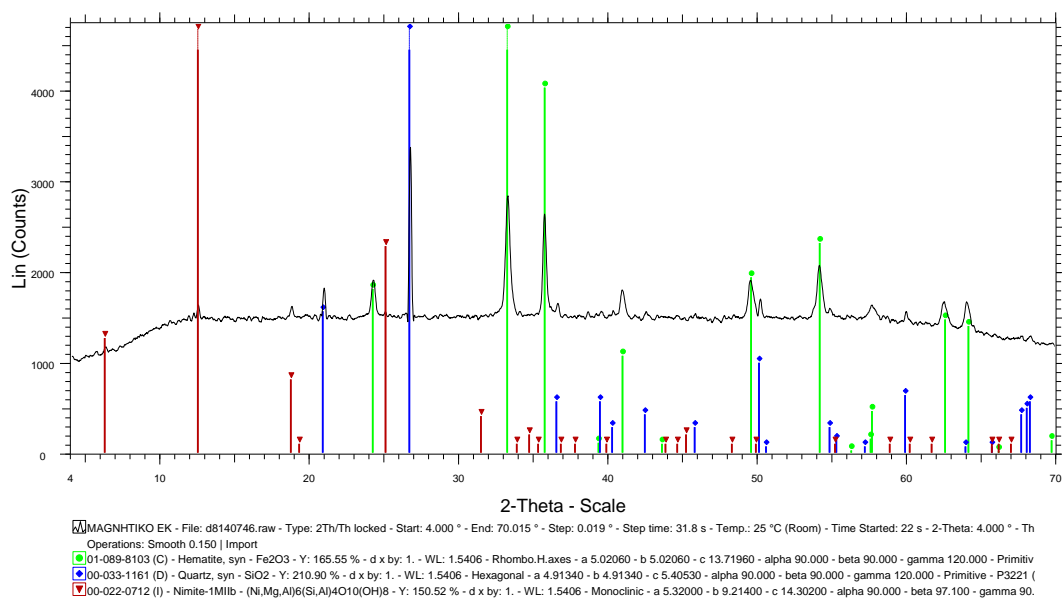
Σχήμα 8.3: Ακτινοδιάγραμμα του κλάσματος (-0,250 mm)



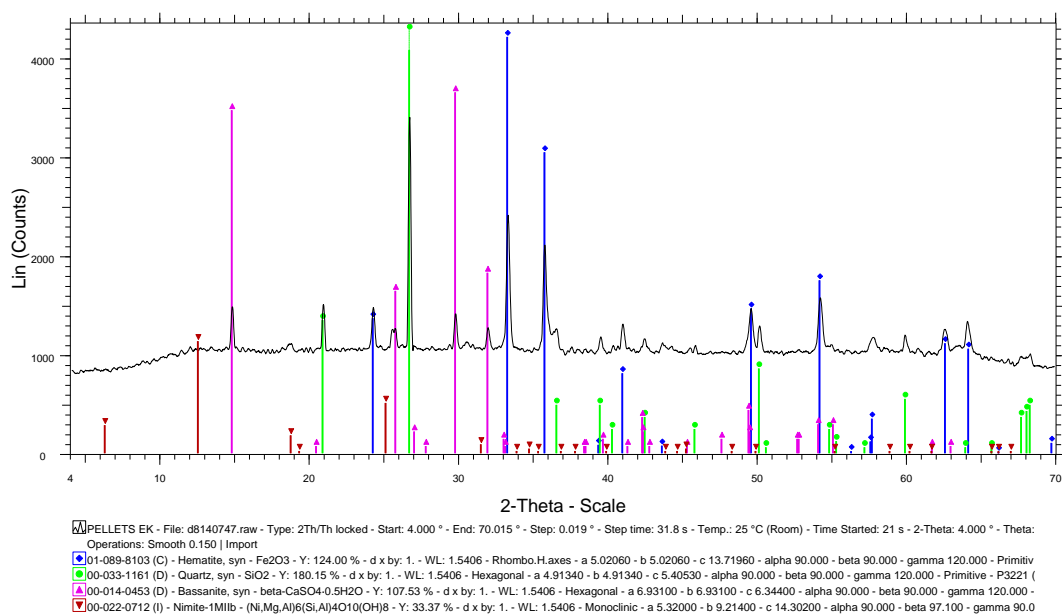
Σχήμα 8.4: Ακτινοδιάγραμμα των pellets πριν την εκχύλιση



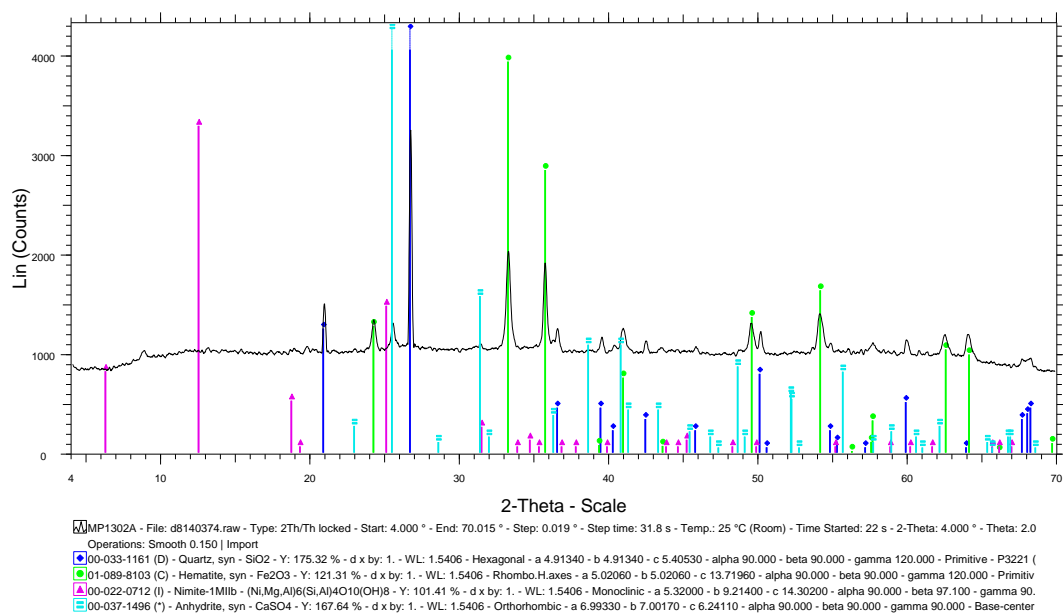
Σχήμα 8.5: Ακτινοδιάγραμμα του μαγνητικού υλικού μετά την εκχύλιση



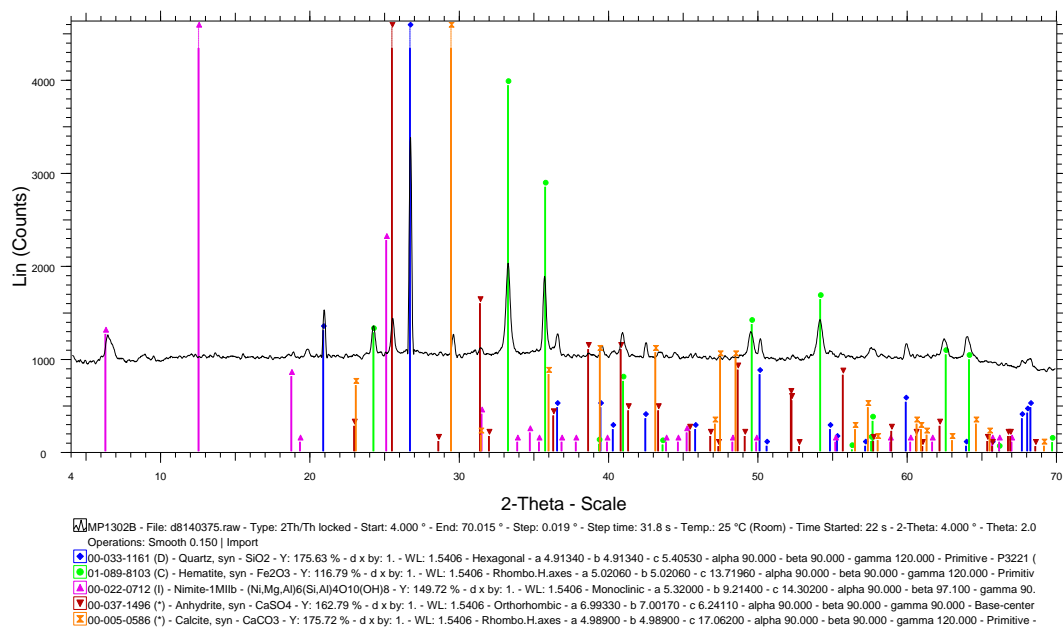
Σχήμα 8.6: Ακτινοδιάγραμμα των pellets μετά την εκχύλιση



Σχήμα 8.7: Ακτινοδιάγραμμα των pellets ψημένα στους 650 °C



Σχήμα 8.8: Ακτινοδιάγραμμα των pellets ψημένα στους 800 °C



Σχήμα 8.9: Ακτινοδιάγραμμα των pellets ψημένα στους 950 °C

