

FEKE/ADANA KUVARSİTLERİNDEN CAM KUMU ELDESİNDE ISIL İŞLEM VE SU İLE ANI SOĞUTMANIN ZENGİNLEŞTİRMEYE ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI

H. İlker PALAMUT

Trakya Cam San. A.Ş., Mersin/Türkiye

Mehmet YILDIRIM ve Suphi URAL

Ç.Ü., Maden Mühendisliği Bölümü, Adana/Türkiye

ÖZET : Bu çalışmada, ısıtma işlemi ve su ile ani soğutmanın, numunenin öğütme ve flotasyon karakteristikleri üzerine etkileri araştırılmıştır. Orijinal numune, 500 ve 600°C sıcaklıkta 30 dakika ısıtıldıktan sonra ani soğutulmuş numunelerin Bond iş indeksleri deneysel olarak elde edilmiştir. Sonuçlar 600 °C'da ısıtılarak ani soğutulmuş numunenin Bond iş indeksinin orijinal numuneye kıyasla %43 azaldığını göstermiştir. Uygulanan ısıtma işlemi, sülfonat flotasyonu Fe_2O_3 atma verimini – 500 mikron boyutlu numune için %10 artırmıştır. Isıtma işlemi ile, ilmenit mineral yüzeyindeki Fe^{2+} iyonları Fe^{3+} iyonlarına yükseltgenerek flotasyon kabiliyetinin artmasına neden olmuştur.

STUDY OF HEATING AND QUENCHING EFFECTS UPON BENEFICIATION OF FEKE / ADANA QUARTZITE IN GLASS SAND PRODUCTION

ABSTRACT : In this study, effects of heat treatment followed by water quenching on grinding characteristics of the sample were determined. The Bond work indexes of the samples heated at 500°C and 600°C for 30 minutes then quenched were experimentally obtained. It was observed from the results that the Bond work index of the sample heated then quenched decreased 43% in comparison with the unheated original sample. Heating exposure increased Fe_2O_3 recovery in the sulphonate flotation 10% for the sample sized into – 500 microns. Heating exposure, caused to oxidation of Fe^{2+} ions into Fe^{3+} ions on the ilmenite mineral surfaces that improved the floatability.

1. GİRİŞ

Kuvarsit hazırlama, genellikle konvansiyonel cevher hazırlama yöntemleri ile yapılmaktadır. Ancak safsızlıkların tamamen uzaklaştırılması istendiğinde, hidrometalurjik işlemler gerekmektedir. Kuvarsit cevherinin üretimi ve konsantrasyonu kolay ve ucuzdur. Kuvarsitler cam yapımında kullanıldığında, safsızlıkların içeriği kadar oluşumu ve dağılımı da önemlidir.

Kuvarsit hazırlamada, öğütme işlemi kuvars taneciklerini belirli boyut aralığına (-500 +106 mikron) kırarak gerçekleştirilir. Seramik ve cam yapımında en iyi tane boyu aralığı -500 +106 mikrondur. Ancak, -106 mikron boyutundaki öğütülmüş kısım genellikle hammadde kaybı olarak değerlendirilmektedir. Safsızlık taşıyan taneciklerin sertliği kuvars taneciklerinin sertliğinden daha azdır ve bu nedenle daha kolay ince boyutlara kırılabilmektedir. Cam üreticileri tarafından cam kumundaki kısıtlanmış değişkenlerin başında gelen Fe_2O_3 ve Al_2O_3 safsızlıkları ve kumda -106 mikron tane oranının talep edilen sınırlarda olmasıdır. Bunun için öğütme boyutuna göre sınıflandırma ve flotasyon işlemleri uygulanmaktadır. Cam kumu hazırlamada, zenginleştirme yöntemleri ile malzeme kaybını ve dolayısı ile maliyeti etkileyen en önemli faktörlerin başında öğütme ve flotasyon etkinliğinin artırılması gelmektedir. Öğütme süre ve enerjisinin azaltılması ile flotasyon seçimliliğinin artırılması hep istenmektedir. Kuvarsın 573 °C'deki α - β dönüşümü tanecik hacminin % 0.86 artmasına neden olmaktadır (1). Kuvars kristallerindeki hacimsel genişleme tanecik yapısındaki içsel gerilmelere neden olmaktadır. Eğer ısıtılmış kuvars taneciği ani olarak su'da soğutulursa içsel gerilmeler sonucu mikro çatlaklara neden olur. Bunun sonucu olarak, tanecik daha kolay öğütülür ve öğütmeye daha az enerji harcanır (2). Kuvars 573 °C'in üzerine ısıtıldığında ve suda ani soğutulduğunda, tanecik dayanımında, çatlak oluşum enerjisinde ve boyut küçültme için öğütme enerjisinde azalma gözlenmiştir (3). Tanecik mikrodalga ısıtıcıya tabi tutulduğunda ilmenit yüzeyindeki Fe^{2+} iyonları Fe^{3+} iyonlarına dönüşür. Bu ise oleat flotasyonu sırasında daha çok adsorblamaya ve daha iyi flotasyon koşullarına neden olur (4).

Bu çalışmanın amacı, Feke/Adana kuvarsitlerinin ısıtma ve suda ani soğutulması sonucu, öğütme özelliklerinin ve flotasyon ile demir içeriğinin azaltılması olanaklarının araştırılmasıdır.

2. MATERYAL VE METOD

2.1. Materyal

Deneyel çalışmalarda kullanılan numune, Feke/Adana Bölgesi Buruşukpınar Mevkii'nde Camiş Madencilik A.Ş.adına ruhsatlı ve işletilmekte olan sahadan açık işletme yöntemi ile üretilmiş cevherdir. Temsili olarak alınan orjinal cevher numunesi, boyut küçültme ve eleme işlemlerinden sonra analizler ve deneyel çalışmalar için hazırlanmıştır. Yapılan polarizan mikroskop analizi ile, ana mineralleri kuvars ve ortoklas olan cevherin, tane çevrelerinde serisit dağınık olarak rutil, turmalin, zirkon, kalsit ve limonit içerdiği gözlenmiştir. Aynı cevherin daha önce yapılan mineralojik analizlerinde titanyum elementinin kaynağının rutil ve ilmenit olduğu ve alterasyon sonucu limonitleşme ve serisitleşme gözlenmiştir (5). Sersitli limonit bileşimlerinin HCl asit ile uzaklaştırılabildiği ancak konsantre kumda kalan toplam Fe_2O_3 'ün yaklaşık 1/3'ünü oluşturan kısmının HCl asit ile çözülemediği ve uzaklaştırılmadığı tesbit

edilmiştir (6). Temsili örneğin kimyasal analizi, RIX 3000 Rigaku X-ray spektrometre ve SRS 3000 Siemens X-ray floresans spektrometre ile yapılmıştır. Sonuçlar Çizelge 1'de görülmektedir.

Çizelge 1. Orijinal temsili örneğin kimyasal analizi

Element :	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
(%) :	94,80	1,96	0,21	0,13	0,86	0,54	0,02	0,87

2.2. METOD

DeneySEL çalışmalar üç ayrı aşamada yapılmıştır. İlk aşamada optimum öğütme süresi belirlenerek farklı sıcaklıklarda ısıtılma uygulanmış ve aniden su ile soğutulmuş numunelere belirlenen optimum öğütme süresi ile yaş öğütme uygulanarak öğütülmüş ürünlerde – 106 mikron boyutlu fraksiyondaki ağırlıkça değişimler belirlenmiştir. İkinci aşamada 500 ve 600°C sıcaklıklarda ısıtılma ile ani soğutma uygulanmış numuneler ile ısıtılma uygulanmamış numunelerin öğütülebilirlik Bond iş indeksi'leri bulunmuştur. Üçüncü aşamada – 500 + 106 mikron boyut aralığındaki örneğin 600°C'de ısıtıldıktan sonra demir içeriğini uzaklaştırmak amacıyla flotasyon deneyleri yapılmıştır.

Numunelerin ısıtılmasında Griffin marka 6000 mL hacimli rezistanslı kül fırını kullanılmıştır. Fırın içi sıcaklığı belirlenen sıcaklığa (500 ve 600°C) ulaştıktan sonra numune fırına konularak belirlenen sürede tutulmuştur. Bu süre sonunda ısıtılmış numune ani olarak su ile soğutulduktan sonra ıslak numune yeniden 100°C'de kurutuldu ve tartıldı.

Öğütme işleminde, 5000 mL hacimli bilyalı değirmen kullanılmıştır. Öğütme ortamı olarak seçilen bilyaların çap ve miktarı 2.5 cm (1500 g), 1.9 cm (1500 g) ve 1.3 cm (1200 g) aralığında seçilmiştir. Beslenen numunenin pulp yoğunluğu % 66 katı ve kritik hızın %65'i dönüş hızı olarak seçilmiştir. Elde edilen öğütülmüş örneklerin tane boyut dağılımları ASTM E 11 (1987) spesifikasyonlarındaki elek seti ile belirlenmiştir.

Bond iş indeksi deneylerinde, 30.5 x 30.5 cm boyutlarında 70 devir/dakika dönüş hızı olan değirmen kullanılmıştır. Kuru ortamda öğütücü olarak 20,125 g bilya ve 2.00 – 0.075 mm aralığındaki elek seti kullanılmıştır. Isıtılma uygulanmamış ve 500 ile 600°C sıcaklıklarda ısıtılma tabii tutulmuş –4 mm boyutlu numunelere ayrı ayrı uygulanan kapalı devre kuru öğütme deneylerinde elde edilen sonuçlardan her numune için iş indeksi (Wi) hesaplanmıştır (7).

Çizelge 2. Bond kapalı devre öğütme testlerinde kullanılan bilyalar.

Bilya Adedi	Bilya Çapı (mm)	Ağırlık (g)
43	36.8	9094
67	29.7	7444
10	25.4	694
71	19.1	2078
94	12.7	815
Toplam :	285	-
		20125

$$W_i = \frac{44,5}{(P_1)^{0,23} \times (G_{bp})^{0,82} \times \left(\frac{10}{P^{0,5}} - \frac{10}{F^{0,5}} \right)} \quad (\text{Bergstrom, 1985}) \quad (1)$$

W_i : İş indeksi (kwh/ton)

G_{bp} : 106 μm bazında öğünebilirlik; (-106 μm ürün, g/öğütme devir sayısı)

P₁ : Öğütülebilirlik testi elek boyutu (106 μm)

P : Net üründen % 80'inin geçtiği elek boyutu (D₈₀, μm)

F : Beslenen numunenin % 80'inin geçtiği elek boyutu (D₈₀, μm)

SEY : [(N – B_{ort}) / B_{ort}] x 100 (2)

SEY : (Sirküle eden yük; B_{ort}: öğütülmüş üründe -106 μm miktarı, g)

N : 700 mL'lik numunenin ağırlığı (1117.2 gr)

IPP : (Ideal Period Product) N gr numune için sirküle eden yük miktarı % 250 kabul edilerek IPP = N / 3.5 = 319.2 gr

Demir içeriğini uzaklaştırmak amacı ile yapılan flotasyon deneylerinde bir laboratuvar ölçekteki flotasyon hücresi (Denver D12 model) kullanılmıştır. Deneysel koşullar Çizelge 3'de görülmektedir.

Çizelge 3. Flotasyon deney koşulları.

Flotasyon Aşamaları	Kondisyon Süresi (dakika)	Flotasyon Süresi (dakika)	AP801 Tüketimi (g/t)	AP825 Tüketimi (g/t)	pH (H ₂ SO ₄)
1. Flotasyon	3	2	300	500	2.5
2. Flotasyon	3	2	200	400	2.5
3. Flotasyon	2	1	100	300	2.5

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. Yaş Öğütme Süresinin Belirlenmesi

Isıl işlem görmemiş -25 mm boyutundaki orijinal cevher numunesi farklı sürelerde yaş olarak öğütüldükten sonra elde edilen ürünün elek analizi yapılmıştır. Sonuçlar Çizelge 4'de görülmektedir.

Çizelge 4. Öğütme süresinin tane boyut dağılımına etkisi

Elek Boyutu (μm)	Yaş Öğütme Süresi (dakika)					
	Orijinal %	15 %	30 %	45 %	60 %	75 %
+600	36.4	0.3	0	0	0	0
-600 +500	1.8	0.1	0	0	0	0
-500 +425	1.8	0.1	0	0	0	0
-425 +300	8.6	3.8	0.5	0.1	0.1	0
-300 + 106	35.7	62.3	57.6	50.5	42.9	41.9
-106 + 75	7.0	14.0	24.5	22.5	23.0	24.3
-75	8.7	19.4	17.4	26.9	33.8	34.0

Görüldüğü gibi, öğütme süresi 15 dakika olduğunda -106 mikron boyutlu fraksiyonun ağırlığı % 33.4'dür. Halbuki 30 dakika öğütme süresinde bu miktar % 31.9 olup, aynı süredeki (30 dakika) -500 + 106 mikron ağırlığındaki kısmı ise % 58.1 dir. Diğer taraftan süre arttırıldığında -106 mikron boyutlu fraksiyonun ağırlığı artmasına karşın -500 + 106 mikron aralığındaki fraksiyonun ağırlığı fazla değişmemiştir. Bu nedenle 30 dakika öğütme süresi en uygun süre olarak alınmıştır.

3.2. Isıl İşlem ve Ani Soğutmanın Yaş Öğütmeye Etkisi

Isıl işlem uygulanmış ve uygulanmamış numunelerin 30 dakikalık sürede öğütülmesi sonucu elde edilen ürünlerdeki fraksiyonel boyut dağılımı Çizelge 5'de görülmektedir.

Çizelge 5. Isıl işlemlerin, 30 dakika yaş öğütülen numunelerde boyut dağılımına etkisi.

Isıl İşlem Sıcaklığı	Fraksiyonel Ağırlık (%)				
	+500	-500+300	-300+106	-106+75	-75
25°C	0.0	0.5	57.6	24.5	17.4
100°C	0.0	0.5	57.0	23.7	18.8
200°C	0.0	0.3	57.2	25.0	17.5
300°C	0.0	0.4	56.6	25.0	18.0
400°C	0.0	0.4	56.1	26.8	16.7
500°C	0.0	0.2	51.1	24.4	24.3
600°C	0.0	0.2	50.3	23.6	25.9

Görüldüğü gibi, 400°C'a kadar olan sıcaklıklarda -106 mikron boyutlu fraksiyonun ağırlığında dikkate değer bir değişiklik gözlenmemiştir. Ancak 500 °C'den sonra cevherin öğütme karakteristiği değişmiştir. Isıl işlem görmemiş örnekte (25°C) ağırlıkça % 41.9 olan -106 mikron boyutlu fraksiyon, ısıl işlem ve ani soğutma uygulanan örneklerde 500°C'ta % 48,7 ve 600°C'ta % 49.5'e yükselmiştir. Bu demektir ki, safsızlık taşıyan parçacıkların serbestleşme oranında artış gözlenebilecektir.

3.3. Isıl İşlemlerin Bond Öğütülebilirlik İş İndeksine Etkisi

Isıl işlem uygulanmamış, 500 ve 600 °C sıcaklıklarda 30 dakika ısıl işlem uygulandıktan sonra su ile ani soğutulmuş -4 mm boyutlu numunelerde standart koşullarda uygulanan öğütme sonrası ısıl işlemin öğütülebilirliğe etkisi, iş indekslerindeki değişimler baz alınarak değerlendirilmiştir. Çizelge 6'da Bond kapalı devre test bulguları görülmektedir. Şekil 1 ve Çizelge 7'den görüldüğü gibi ısıl işlem görmüş örnekler için öğütülmüş ürünlerin % 80'i 85 mikronun altındadır. Çizelge 8'den görüldüğü gibi ısıl işlem uygulanmamış numunede 25.27 kwh/ton olan iş indeksi, 500 °C sıcaklıkta uygulanan ısıl işlem ve ani soğutma sonunda 17.08 kwh/ton değerine; 600 °C sıcaklık uygulandıktan sonra 14.37 kwh/ton seviyesine düşmüştür. Görülmektedir ki 600 °C'de 30 dakika ısıl işlem ile Bond iş indeksinde % 43 oranında bir azalma gözlenmiştir.

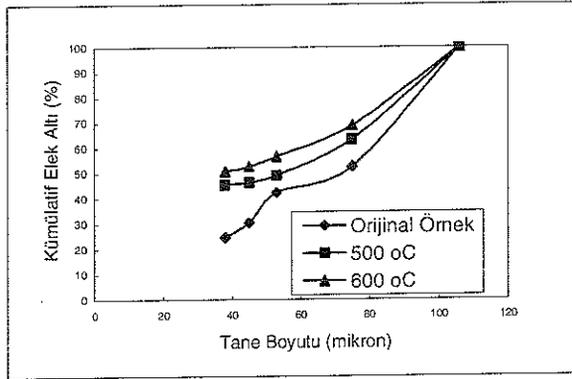
Çizelge 6. Bond kapalı devre öğütme test bulguları.

Numune : -4 mm. kuvarsit					
Bulk Yoğunluğu : 1596 g/L.					
700 cc Numune : 1117.2 g					
IPP : 700 mL numune g/3.5 = 319.2 g					
Sıcaklık (°C)	Değirmen Devir Sayısı	Üründe -106 µm Miktarı (g)	Beslenende -106 µm Miktarı (g)	Net Ürün IPP (g)	Gbp (g/dev)
25 °C	273.5	B _{ort.} = 327.8	8.6	319.2	1.1673
500 °C	181.6	B _{ort.} = 327.7	8.5	319.2	1.7578
600 °C	147.0	B _{ort.} = 327.7	8.5	319.2	2.1710

Çizelge 7. Bond kapalı devre öğütme test ürünlerinde boyut dağılımları.

Ürün Boyut (mikron)	Orijinal Örnek (25 °C)		500 °C'de Isıtılmış Örnek		600 °C'de Isıtılmış Örnek	
	Ağ. %	Küm. E.A. %	Ağ. %	Küm. E.A. %	Ağ. %	Küm. E.A. %
+106	0.0	-	0.0	-	0.0	-
-106+75	47.4	100	36.6	100	31.1	100
-75+53	10.2	52.6	14.2	63.4	12.2	68.9
-53+45	12	42.4	2.3	49.2	4.0	56.7
-45+38	5.7	30.4	1.5	46.4	1.8	52.7
-38	24.7	24.7	45.4	45.4	50.9	50.9

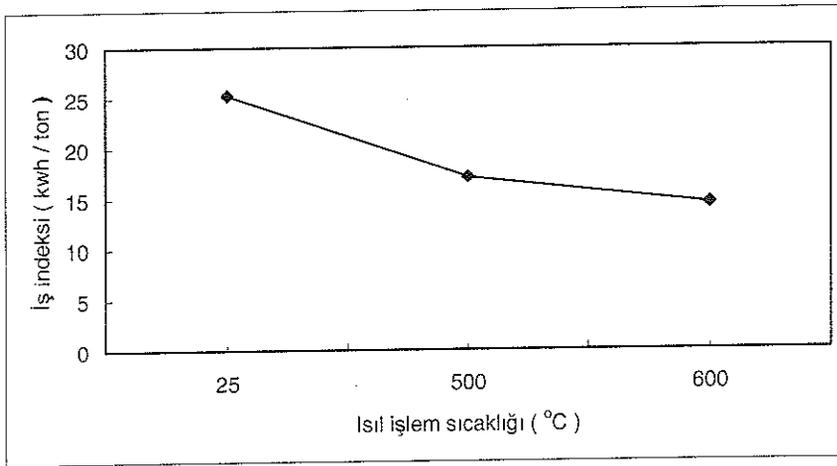
FEKE/ADANA KUVARSİTLERİNDEN CAM KUMU ELDESİNDE ISIL İŞLEM VE SU İLE ANİ SOĞUTMANIN ZENGİNLEŞTİRMEYE ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI



Şekil 1. Orijinal, 500 ve 600 °C sıcaklıklarda ısıtılmış örneklerin Bond kapalı devre öğütülmesi sonucu elde edilen ürünlerin tane boyut dağılımları.

Çizelge 8. Isıl işlem sıcaklığının Bond öğütülebilirlik iş indekslerine etkisi.

Eşitlik 1'deki Parametreler	Birim	Isıl İşlem Sıcaklığı (°C)		
		Orijinal (25)	500	600
PI	µm	106	106	106
Gbp	g/dev	1.1673	1.7578	2.1710
P	µm	90	85	85
F	µm	365	365	365
Wi	kwh/ton	25.27	17.08	14.37



Şekil 2. Isıl işlem sıcaklığının Bond öğütülebilirlik iş indeksine etkisi

3.4. Isıl İşlemlerin Kuvarsit Flotasyonuna Etkisi.

Isıl işleme tabi tutulmamış -11 mm mikron boyutlu orijinal örnekte %14 Fe^{2+} varken, ısıl işlem sonucu (600°C) Fe^{2+} iyonlarının oranı %10.7'ye düşmüştür. Fe^{2+} iyonları %23.31 oranında Fe^{3+} iyonlarına dönüşmüştür. Bu sonuç önceki araştırmacıların elde ettiği sonuçlarla teorik bazda uyum içindedir [3,4]. Öğütme öncesi ısıl işlem uygulanmış örneklerin flotasyon konsantre ürünlerinin kimyasal analizleri ve toplam Fe_2O_3 giderim verimleri Çizelge 9'da görülmektedir.

Çizelge 9. Öğütme öncesi ısıl işlem uygulanmış örnekten (-11 mm) öğütme – sınıflandırma işleminden elde edilen -500 +106 mikron boyutlu fraksiyon ile kazanılan konsantrinin Fe_2O_3 %'si ve Fe_2O_3 giderim verimi.

Isıl İşlem (°C)	Fe_2O_3 (%)	Fe_2O_3 Giderim Verimi (%)
Orijinal Örnek (25 °C)	0.211	66.68
500	0.055	73.93
600	0.057	72.98

Çizelge 9'da, orijinal örnek için Fe_2O_3 giderim verimi % 66.68 iken, 500 °C'de ısıtıldığında verimin % 73.93'e yükseldiği görülmektedir. Elde edilen sonuçlardan, öğütme öncesi ısıtma işlemi sonucu elde edilen örneğin flotasyonu ile demirin uzaklaştırılmasında, ısıtma işleminin çok etken olmadığı görülmüştür.

3.5. Öğütme Sonrası Uygulanan Isıl İşlemlerin Flotasyona Etkisi

Çizelge 10. -500 mikron boyutuna kuru öğütme sonrası ısıl işlem uygulanmış numunelerde flotasyon konsantrisi Fe_2O_3 %'leri ve Fe_2O_3 giderim verimleri (Isıtma süresi 30 dakika).

Isıl İşlem (°C)	Fe_2O_3 (%)	Fe_2O_3 Atma Verimi (%)
Orijinal Örnek (25 °C)	0.211	66.82
500	0.41	80.57
600	0.038	81.99

Çizelge 10'dan görüldüğü gibi, kuru öğütme sonrası elde edilen ürünün ısıl işlemi ile hazırlanan örneğin flotasyonu sonucu sırası ile 500°C 'de % 80.57 ve 600°C'de % 81.99 Fe_2O_3 atma verimlerine ulaşılmıştır. Buradan, sıcaklık artışı ile açık yüzeylerdeki demir içeriğindeki Fe^{2+}/Fe^{3+} dönüşümünün kapanımlardaki demir içeriğinden daha etken olduğu sonucuna varılmıştır.

4. SONUÇLAR

I. Orijinal örneğin 600°C sıcaklıkta 30 dakika uygulanan ısıl işlem ile üründeki -106 mikron fraksiyon %7.6 artmıştır (Çizelge 5).

II. Belirlenen koşullarda -4 mm boyutlu örneğe uygulanan Bond öğütülebilirlik testlerinde, ısıl işlem ve ani soğutma ile iş indeksi 25.3 kwh/ton'dan 500°C sonunda 17.1 kwh/ton'a, 600°C sonunda ise 14.4 kwh/ton'a düşmüştür (Şekil 2; Çizelge 8).

III. Öğütme öncesi ısıl işlemin, cevherdeki Fe_2O_3 içeriğinin uzaklaştırılmasında çok etken olmadığı gözlenmiştir.

IV. Öğütme sonrası ısıl işlem ile cevherin Fe_2O_3 içeriği %0.211'den %0.038'e düşürülebilmektedir (Çizelge 10).

5. KAYNAKLAR

1. Frondel, C., "The System of Mineralogy; Silica Minerals", Vol. 3, Wiley, New York 7th. end., p.119, 1962.

2. Kanellopoulos, A., Balla, A "The Fracture and Thermal Weakening of Quartzite in Relation to Comminution", J. S. Afr. Inst. Min. Metall., 76, p45, 1975.

3. Pocock, J., Veasey, T.J., Tavares, L.M., King, R.P., "The Effect of Heating and Quenching on Grinding Characteristics of Quartzite", Powder Technology, (95):137-142, 1997.

4. Fan, X., Kelly, R.M., Rowson, N.A., "Effect of Microwave Radiation on Ilmenite Flotation", Canadian Metallurgical Quarterly, Vol., 39, 247-254, 1999.

5. Arman, B., "Kuvars, Kumtaşı Mineralojik İncelenmesi", TŞCF A.Ş. Teknik Rapor İstanbul, 10s, 1992.

6. Akarsu, H., Ateş, M.Z., "Feke Yöresinde Bulunan Kuvarsitik Kumtaşı Yataklarının Züccaciye Kumı Açısından İncelenmesi", Ön Rapor, Camış Madencilik A.Ş. Mersin, 16s., 1995.

7. Bergstrom, B.H, "Bond Close Circuit Grindability Test", Int. J.Min. Proc. Handbook, 1985.

—