

OTOMATİK KANTİTATİF MİNERALOGİNİN CEVHER HAZIRLAMADA KULLANILIŞI

Güven ÖNAL*

özet

Kantitatif mineralojik bilgilerin elde edilmesi için yapılan stereolojik ölçmeler ile, bu İş için kullanılan otomatik aparatlardan, Quantimet ve Geoscan'ın özelliklerinin belirtildiği tebliğde, ayrıca, otomatik mineralojik analizlerin, cevher hazırlamadaki önemine ve tatbikatına değinilmektedir.

Abstract

In this paper, stereological measurements and automatic measuring devices such as quantimet and geoscan, that can collect numbers of mineralogical data, are briefly described and examples are given of its use in mineral technology.

Giriş

Cevher hazırlamada, herhangi bir işleme başlamadan Önce, eldeki cevherin mineralojik yapısı ve kimyasal bileşimini bilmenin çok büyük önemi vardır. Proses plânlaması, tesis plânlaması ve tesis kontrolünde, mineralojik analizler, kimya analizlerine oranla çok faydalıdır. Ancak, daha hızlı ve daha az maliyetli kimya analizleri, bilhassa endüstride, daima tercih edilmektedir. Şimdiki modern mineralojik analiz metotlarının hepsi, kimyasal analizden daha hızlıdır ve kimyasal analizle kıyaslanamayacak kadar çok ve değerli bilgiler, kısa zamanda elde edilebilmektedir.

Halen, cevher hazırlamadaki kullanım alanları geniş ölçüde araştırılan otomatik mineralojik analiz metotları, elde olu-

(*) Dr Mad Y. Müh. İ.T.Ü. Maden Fak, istanbul.

nan bilgiler ve bunların cevher hazırlamada kullanılışı, tebliğin konusunu teşkil etmektedir.

Kantitatif Mineraloji

Bu güne kadar mineralojik etütlerle kahtatıf olarak bir çok veriler elde edilmiştir. Kantitatif değerlendirme söz konusu olduğunda, 2 — buutlu numunelerden yararlanarak 3 — buutlu strukturier hakkında bilgi edinmek zorunluğu ortaya çıkmakta, bu da istatistik matematiğe dayanan stereolojik kabul ve hesaplamaları gerektirmektedir (S).

Kantitatif mineralojide, stereolojik hesaplamalara el veren üç esas ölçü prensibi kullanılmaktadır (5, 9).

A — Doğrusal Analiz Prensibi

B — Nokta-Sayma

C — Alansal Analiz "

Yukarıdaki prensiplerden yararlanan çeşitli ölçü sistemleri geliştirilmiştir. Bunların başhcaları (6) :

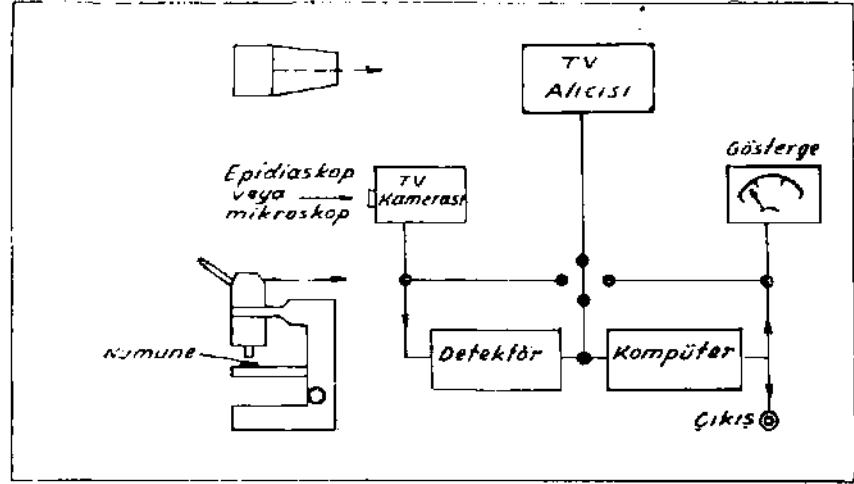
1) Otomatik Olmayan Optik Metotlar

Petrografik veya binoküler mikroskoplara mikrometrik ağ takılmak suretiyle, nokta-sayımı, doğrusal analiz ve alansal analiz prensiplerinden yararlanılarak, bu güne kadar kullanılmış ve halen geniş ölçüde tatbik edilen metotlardır. Stereolojik hesaplamalar için çok sayıda ölçü gerektiğinden, otomatik olmayan metotlar büyük zaman kayıplarına yol açmakta, Ölçü sonuçları ise, şahıstan şahısa değişik olabilmektedir.

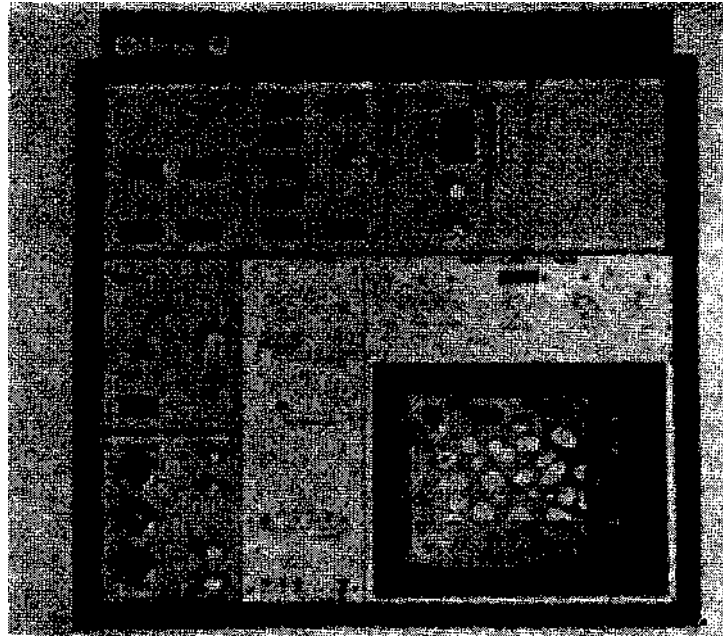
2) Otomatik Optik Metotlar

Otomatik ölçüler yapabilen optik esaslı ük başarılı aparat, "Quantimet" adı verilen, görüntü analiz komputer'idir. Nokta-sayma ve alansal analiz prensibi ile ölçme yapan Quantimet hakkında ayrıntılı bilgi, aşağıda verilmektedir:

QUANTIMET (Image Analysing Computer) (Görüntü Analiz Komputeri) : Görüntü analizi yapan ilk otomatik aparat olan Quantimet, **Metal Research Ltd.** tarafından imal edilmiştir (Şekil 1), (Şekil 2).

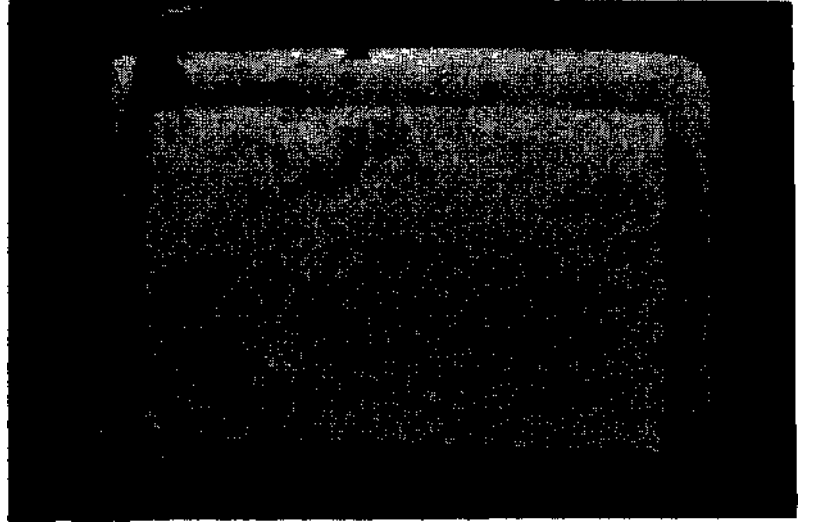


Şekil 1 — Quantimet'in yapısal seması



Şekil 2 — Metal Research Şirketi'nin yapıları olan Quantimet 720

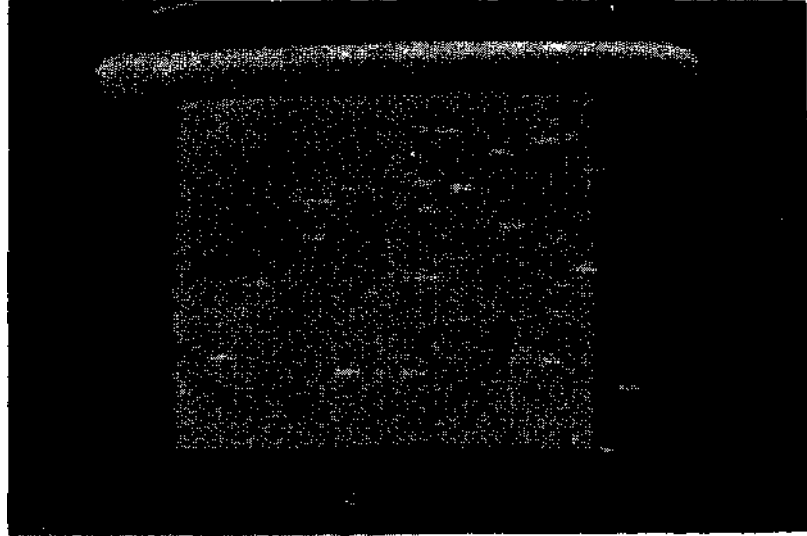
Quantimet, optik görüntüleri ya doğrudan doğruya bir mikroskoptan veya numunenin fotoğrafından, bir epidiyoskop ile alarak analizleri yapar. Görüntü ilkden bir televizyon kamerasına, oradan da kapalı devre bir televizyon alıcısına iletilir. Aynı anda, bir dedektöre gönderilen sinyaller, mineral fazlarının ölçü için ayrılmasını sağlar. Dedekte edilen sinyaller komputere gönderilir ve oradan televizyon alıcısına döner. Böylece operatör, hangi mineralin dedekte edildiğini televizyon alıcısında görebilir (Şekil 3), (Şekil 4).



Şekil 5 — Quantimet televizyon ekranında detekte edilen mineral (Bantlı kısım)

Komputer ölçmeleri, televizyondaki farklı ışık şiddetindeki noktalara dayanılarak yapılmaktadır. Bu ölçülerden, görüş alanı oranı, alandaki toplam tane sayısı ve tanelerin boyut dağılımı, otomatik olarak elde edilmektedir.

Quantimet'de minerallerin ayrılması, tamamen mineralin refleksiyon yeteneğine bağlıdır. Aynı anda, 4 farklı mineral ölçülebilmekte olup, özel numune hazırlama tekniklerinden yararlanılarak, bu sayı daha da artırılabilir (9). Quantimet'de ölçülebilen en büyük tane 0.5 mm, en küçük ise 5 mikron olabilmektedir. Görüş alanı, elle veya otomatik olarak de-



Şekil 4 — Quantimet televizyon «uranında sayılmakta ve boyutları ölçülmekte olan taneler (işaretli)

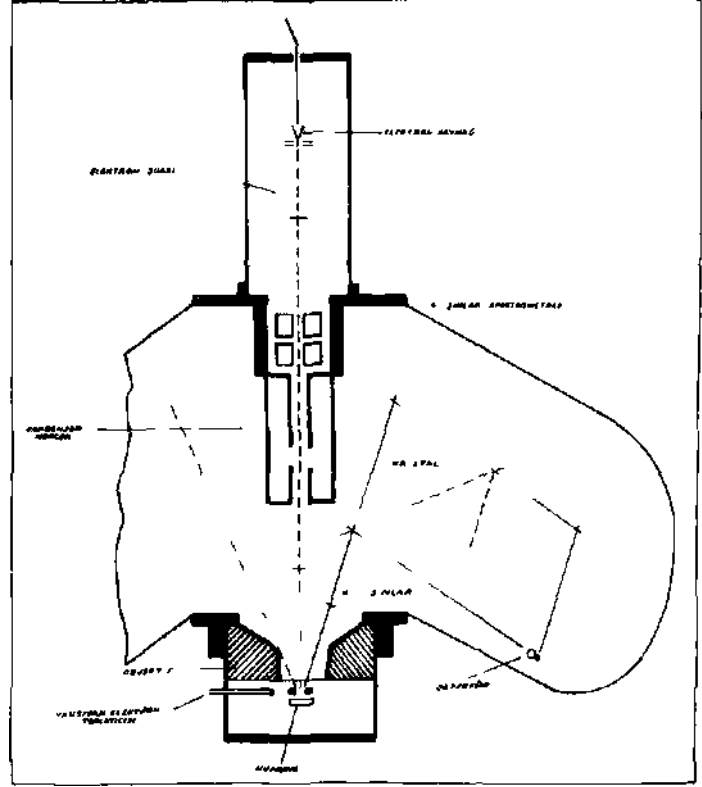
ğiştirilip, istatistik sonuçları sağlayan, yeter sayıda ölçme yapılabilir (3).

Quantimet mikroskobu çeşitli aydınlatma olanakları ile donatılmıştır. Örneğin, polarize, infra-red veya ultra-viyole ışık kullanılabilir, ince kesit ve parlatmalardan başka, elektron mikroyrafları, elektron-yansıma fotoğrafları ve X-ışınları fotoğrafları üzerinden de istenilen ölçmeler kolaylıkla yapılabilir. Hatasının ortalama olarak $\sim 5\%$ olup, en fazla $+ 20\%$ ye ulaşmaktadır (9).

3) Tadil Edilmiş Electron Probe Microanalyser Kullanılarak Gerçekleştirilen Otomatik Metot:

Bu metotta doğrusal analiz tekniği kullanılmakta olup, ayrıntılar aşağıdadır:

Tadil Edilmiş Electron Probe Microanalyser: Electron probe microanalyser, elektron mikroskopi ve x-ışınları spektroskopinin bazı kolaylıklarını bünyesinde birleştirmektedir (Şekil 5), (Şekil 6).



Şekil 5 — Geogean Electron Probe Microanalyher'in yapısal şeması

Bu aparata, bir elektron kaynağından sağlanan elektron şırası, uygun şekilde hazırlanmış bir numunenin yüzeyinde, takriben 1 mikron karelik bir alana fokus ettirilmekte ve e^- -ron bombardımanı sonucu meydana gelen değişiklikler tespit edilerek, numune hakkında bilgi edinilmektedir (4). Bu değişiklikler :

1 — Yansıyan Elektronlar (reflected electrons) : Bir kısım elektron numune yüzeyinde yansıyarak, yansıyan elektronları meydana getirir ki, bunların miktarı, bombardıman edilen cismin ortalama atom numarasının fonksiyonudur.

$$\text{Yansıyan Elektron Akımı} = \frac{1}{Z}$$

(Reflected Electron Current)



Şekil 6 — Geoscan Electron Probe Microanalyser (Cambridge Ins. Ltd.)

- I — Numune kumanda ünitesi
- II — Emniyet ünitesi
- III — Faz ayırıcı ve klasifiye edici unite
- IV — X-ujinlari Bpektrometrelerinin bulunduğu ve sinyallerin toplandığı unite
- V — Çok-kalemlı kayıt ünitesi.

2 — Karakteristik x-ışınları (characteristic x-rays): Bir kısım elektronlar, 1 mikron derinliğe kadar numune içine girek atomları tahrik edip, x-ışım vermelerini sağlar. Bu x-ışınları her element için karakteristiktir.

3 — Numune Akımı (Specimen Current): Bazı serbest elektronlar numuneyi geçerek toprağa iletilirler. Buradan numune akımı Ölçülebilir.

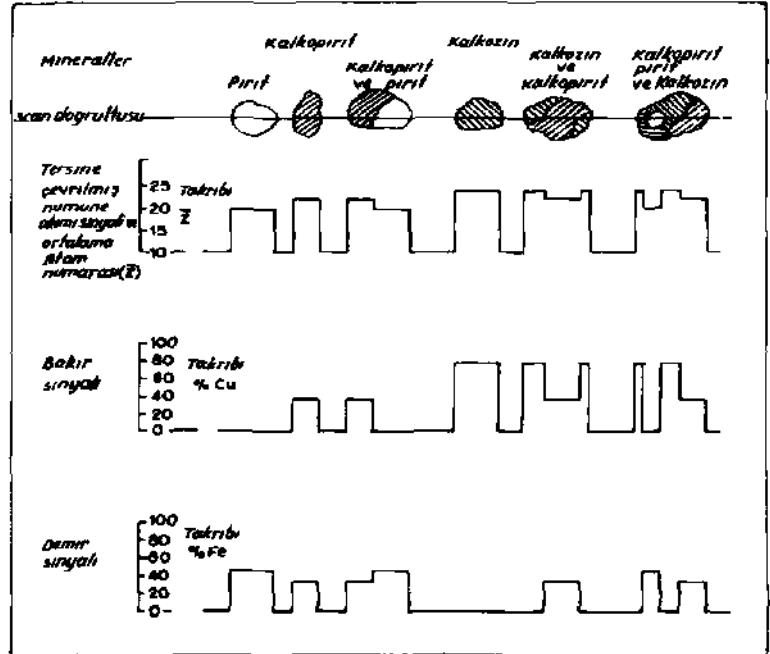
$$\text{Numune Akımı} = \text{Elektron Şuası Akımı} - \text{Yansıyan Elektron Akımı}$$

(Specimen current) (Beam current) (Reflected current)

Electron probe microanalyserler genellikle, elektronik scanning olanağı ile teçhiz edilmişlerdir. Scanning alanı, 2 mm X 2 mm boyutundadır. Imperial College, Minéral Technology bölümündeki Geoscan Electron Probe Microanalyseri, mekanik bir ünitenin ilâvesi ile 8 cm X 4-5 cm boyutundaki bir numune-

den, mineralojik verileri otomatik olarak toplayabilecek şekilde tadil edilmiştir. Elle veya komputer ile kontrol edilen numune kumanda ünitesi, numuneyi düzgün bir hızla, sabit elektron şuası altında, Önceden tespit edilip plânlanan şekilde hareket ettirmektedir. Bu şekilde istatistik olarak uygun miktarda numune alam taranmakta ve gerekli ölçüler yapılmaktadır (doğrusal-analiz prensibi). Geoscan'da Mineral teşhisi ise, diğer metotlarla karşılaştırılmayacak kadar doğru ve kesindir (2). Ayrıca, Geoscan'a ilâve edilen "faz ayırma ve boyutlandırma" ünitesine herhangi bir sinyal verildiğinde, bu ünite, elektron şuasının keserek geçtiği mineral tanelerini tespit edip, bunların ışının geçtiği kısma rastlayan boyutlarını (Random Intercept) ölçerek klasifiye etmektedir (5), (6).

Geoscan'da en kesin sonuçlar, çeşitli sinyallerin aynı anda ölçülmesi üe elde edilmektedir. Sonuçlar ya çok-kalemli bir kayıt ünitesinde (multi-pen recorder) değerlendirilmekte veya bil-

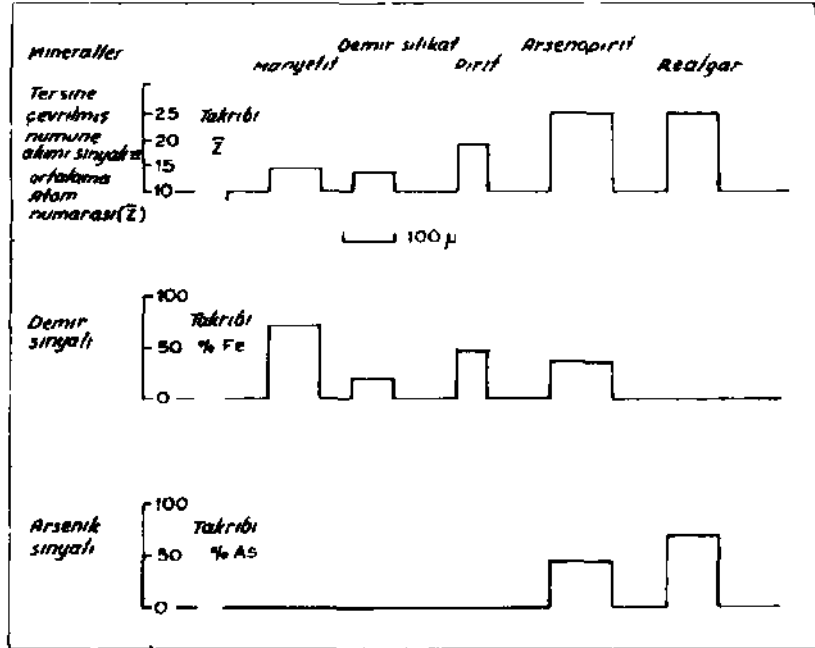


Şekil 7 — Kalkoprit, Pirit ve Kalkozin için Geoscan'ın çok-kalemli kayıt ünitesinden elde olunan diyagram

hasa boyut analizi işlemlerinde komputer aracılığı ile elde edil mektedir.

Örneğin, iki x-ışınları spektrometresi ve numune akımı (specimen current) kullanılarak, kalkopirit, pirit ve kalkozinden meydana gelen bir numune etüd edildiğinde, (Şekil 7) demir ve bakır sinyalleri, kalkopirit mevcudiyetini, sadece bakır sinyali kalkozini, sadece demir sinyali de piriti gösterecektir. Numune akımı sinyalleri ise, birleşik tanelerin belirlenmesi ve boyutlarının ölçülmesi yönünden yararlıdır.

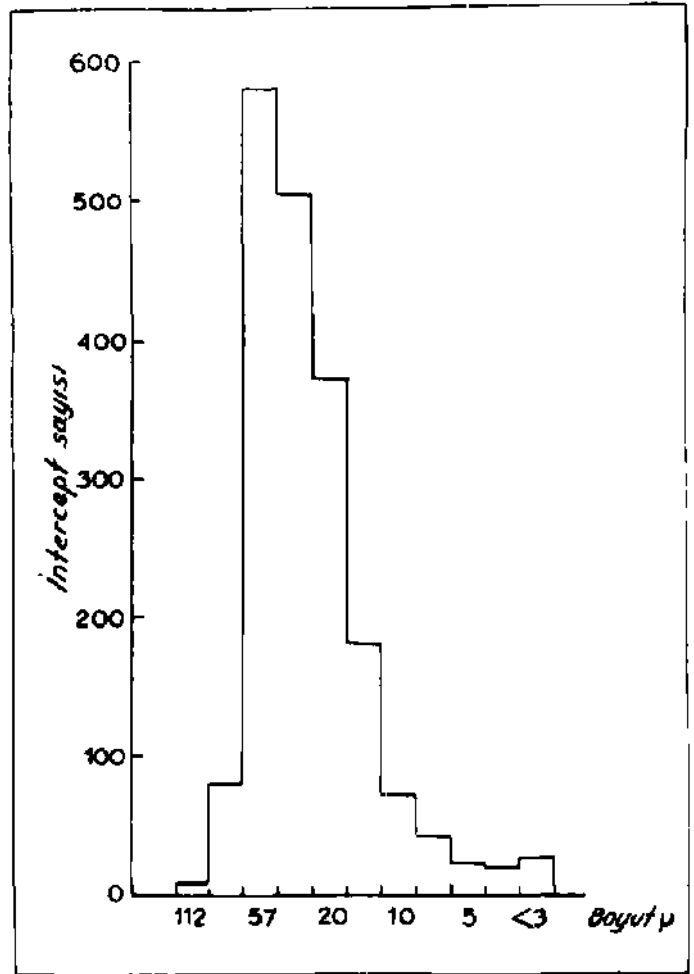
Aynı şekilde, manyetit, pirit, demir silikat, arsenopirit ve realgar ihtiva eden bir malzemede ise, (Şekil 8) arsenik sinyali bulunmayan kuvvetli bir demir sinyali manyetiti, daha zayıf bir demir sinyali piriti, çok zayıf bir demir sinyali demir silikatı, sadece arsenik sinyali realgarı ve demir ile arsenik sinyali birlikte ise, bu da arsenopiriti gösterecektir.



Şekil 8 — Manyetit, Pirit, Arsenopirit, Realgar ve Demir Silikat taşıyan numunenin Geoscan kayıt ünitesinden elde olunan diyagramı

Herhangi bir sinyal "faz ayırma ve boyutlandırma" ünitesine verildiğinde, ölçülen intercept'ler boyutlarına göre klasifiye edilerek (Şekil 9) da gösterildiği gibi, her mineral için boyut dağılım histogramları çizilebilmektedir.

Geoscan'da ölçülebilen en küçük tane 1 mikron boyutundadır.



Şekil 9 — "faz ayırıcı ve hıslıyıcı ünite ölçülen Intercept uzunluklarının dağılım histogramı"

Otomatik Aparatlarda Kullanılan Numune ve Hazırlanışı

Otomatik aparatlarda analiz için kullanılacak numuneler, büyük bir dikkatle ve tam temsili olarak alınmalıdır. Gerek Quantimet ve gerekse Geoscan'da, parlatılmış veya ince kesit haline getirilmiş numuneler kullanılmaktadır. Tane halindeki malzemeden hazırlanan numuneler ise, pelet haline getirilmektedir. Bu iş için, **araldit** sıvısı kullanılmakta ve taneler araldit içinde rastgele dağıtılmaktadır. Pelet içindeki tane dansitesi '410-20 arasında olmalıdır. Geoscan için hazırlanan numunelerde araldit içine bir miktar grafit katılmakta, parlatılmış numunelerle ince kesitlerin yüzeyi ince bir karbon tabakasıyla kaplanmaktadır (1), (9).

Her iki aparat için de, çok iyi parlatılmış ve üzerinde parlatma çukurları ve çizgileri bulunmayan numuneler gerekmektedir. Quantimet için hazırlanan numunelerde, boyama ve dağıtma teknikleri kullanılarak, mineral ayırımının daha kolay olması sağlanmaktadır.

Otomatik Ölçme Sonuçlarının Değerlendirilmesi ile Elde Edilen Bilgiler

Yapılan Ölçüler sonucu, (bilhassa Geoscan'da) bir numune içindeki çeşitli mineraller büyük bir doğrulukla teşhis edilmektedir. Ayrıca ölçülerden yararlanılarak ve stereolojik formülleri kullanarak, aşağıdaki bilgiler elde edilmektedir (5), (6), (7), (9), (10):

- 1 — Numune içindeki çeşitli minerallerin miktarları (V ve hacim olarak).
- 2 — Numune içindeki minerallerin taşıdığı elementlerin miktarları.
- 3 — Numune içindeki her mineralin tane boyutu dağılımı.
- 4 — Trace elemanların cinsi, bulunuş yeri, miktarı ve tane boyut dağılımları.
- 5 — Numune içindeki her mineralin ortalama tane boyutu.
- 6 — Numune içindeki minerallerin birim hacimdeki yüzey alanları.

Tane halindeki malzemede ise; (bilhassa, cevher hazırlama deney ve tesis mahsulleri)

- 1 — Bütün numunenin tane boyutu dağılımı.
- 2 — Numune içindeki her mineralin tane boyutu dağılımı.
- 3 — Numune içindeki her mineralin ortalama tane boyutu
- 4 — Birleşik tanelerin yapısı ve miktarları.
- 5 — Serbest tanelerin yapısı ve miktarları.
- 6 — Numune içindeki bütün minerallerin miktarları.

Elde Olunan Bilgilerin Cevher Hazırlamada Kullanılışı

Otomatik aparatlardan elde edilen bğiler, cevher hazırlama arařtırmalarında, proses planlamasında, tesis planlamasında ve tesis kontrollerinde, büyük hız sağlamakta, boyut dağılımları, tane serbestleşme boyutları, cevher içindeki minerallerin dağılım ve yerleri, ayrıca, tesis ve deney mahsulleri hakkında, güvenilir bilgiler elde edilebilmektedir.

Otomatik olmayan mineralojik etütler, çok uzun zamana ihtiyaç gösterdiğinden, cevher hazırlama tesislerinde sonuçların kontrolü, hızlı sonuç veren kimyasal analiz ile yapılmaktadır. Örneğın, bakır flotasyon devrelerinin kontrolünde daima kimyasal analiz kullanılmaktadır. Ancak bu analiz, sadece, numune içindeki çözünebilir bakır miktarı hakkında bilgi verecektir. Kısa sürede yapılacak kalitatif mikroskop etütleri ise, ancak, görülebilir ve tanımlanabilir mineraller hakkında bilgi edinilmesini sağlayacaktır.

Aynı numunenin Geoscan'da yapılacak analizi sonucunda ise, bakır mineralleri hakkında tam kantitatif bilgiler, her mineraldeki toplam bakır miktarları, bakır taşıyan minerallerin serbest ve birleşik tanelerinin miktarı, numunenin toplam bakır miktarı, serbest ve birleşik her bakır mineralinin boyut dağılımı, bulunacaktır. Ayrıca, numunedeki herhangi başka bir mineralin de, bütün ayrıntıları, elde edilebilecektir.

Şekil 7'de verilen sonuçlar, bir bakır artığına ait olup, belirtilen sülfür mineralleri haricinde yan taş olarak, demirsilikat tespit edilmiştir. Bu numunede, bakırın %80'ninin pirit içinde

birleşik kalkozin ve kalkopirit halinde, $\frac{1}{t}$ 15'inin demir silikat iğinde dağılmış olduğu, %5'inin ise, serbest kalkopirit ve kalkozin tanelerinden meydana geldiği tespit edilmiştir. Birleşik tane halindeki kalkopiritin, %80'i 5-10 mikron arasındaki tanelerden, geri kalan %20'si de 5 mikrondan küçük tanelerden meydana gelmiştir. Serbest kalkopirit tanelerinin boyutları ise 1 ilâ 5 mikron arasında değişmektedir.

Yukarıdaki analizi gerçekleştirmek için gerekli süre 2 saat olup, maliyeti de 1.500 TL. civarındadır.

Otomatik mineralojik analizlerde, cevher içinde ppm mertebesindeki, uranyum, altın, gümüş v.s. gibi minerallerin mineralojik yapılan, boyutları ve miktarları kolaylıkla tespit edilebilmektedir (bir altın artışımda, 2 ppm altın geoscan ile bulunmuştur).

Proses deneyleri safhasında otomatik mineralojik analizin kullanılışı, elek analizi, ağır sıvı ayırması ve tane serbestleşme etütlerini ortadan kaldırmakta, zaman yönünden büyük kazanç sağlamaktadır.

Sonuç

İki boyutlu numuneler üzerinde yapılan ölçmelerin üç boyutlu değerlendirmelerde kullanılışı ve ölçmelerde yararlanılan otomatik aparatlar üzerinde geniş çapta araştırmalar devam etmektedir. Bazı bilim dallarında bu aparatlar tatbikat alanına girmiştir, örneğin; Quantimet, metalürji endüstrisinde ve tıpta geniş ölçüde kullanılmaktadır. Araştırma merkezlerinde, cevher hazırlama problemlerinin çözümünde, gerek Quantimet ve gerekse Geoscan'dan geniş ölçüde yararlanılmakta olup, önümüzdeki yıllarda bu aparatların cevher hazırlama tesislerine de girmesi beklenmektedir.

Bibliyografik Tanıtım

1. De Hoff, R.T . "Sampling of Material and Statistical Analysts in Quantitative Stereology". Proc. 2nd. Int. Cong. (Lit. No. 8), s 119-130

1. Dörfler, G.: "Quantitative Evaluation Methods For Alloy Micro-structure by Microprobe Analysis". Quantitative Electron Probe Microanalysis National Bur. Stand., USA. 1968 Ed K.F.S. Heinrich, s. 214-267.
3. Fischer, C. and Cole, M.. "The Metals Research Image Analysing Computer". The microscope 16, 2, 81, 1968.
4. Jones, M.P.: "Quantitative Determination of Phase and Stereological Parameters by Electron Microscope". Mikron 1970, s. 125-138.
5. Jones, M.P., Gavrilovic, J.: "Automatic Quantitative Mineralogy In Mineral Technology". 9th Int. Min. Proc. Cong. (Prag) 1970
6. Önal, G. "Stereological Sizing of Minerals with a Modified Electron Probe X-ray Microanalyser". Research Prog. Report No. 48 Imperial College 1972, s. 64-68.
7. Saltikov, S.A.: "A Stereological Method for Measuring the Specific Surface Area of Metallic Powders". Proc. 2nd. Int. Cong. (Lit No. 8), s. 63-64.
8. Stereology Proc. 2nd. Int. Cong, for Stereology, Chicago Ed H. Elias Springer Verlag, Newyork, 1967.
9. Timcak, G.M.: "Quantitative Stereology in Applied Mineralogy" 1970. Basılmamış tez.
10. Underwood, E.E.- "Quantitative Evaluation of Sectional Material" Proc. 2nd Int. Cong for Stereology. (Lit no. 8).