

Bitlis Disteninin Flotasyon Özellikleri

S. Atak, G. Bulut & A. Öztürk

İstanbul Teknik Üniversitesi, Maden Fakültesi, İstanbul

ÖZET: Bu çalışmada, Bitlis yöresinden alınan dişten numunesinin flotasyon yöntemi ile zenginleştirilmesine yönelik çalışmalar yapılmıştır. İlk aşamada zengin dişten numunesi üzerinde Hallimond hücrelerinde, farklı kollektörlerin etkisi incelenmiştir. Ayrıca kollektörlerin adsorpsiyon mekanizmasına ışık tutmak amacıyla distenin pH'ya bağlı olarak yüzey yüklen ölçülmüş ve sıfır yük noktası pH: 5.9 olarak belirlenmiştir. Kollektör etkisinin incelendiği deneylerde, sıfır yük noktasının altındaki değerlerde sodyum dodesil sülfat ile, üstündeki değerlerde ise amin ile başarılı sonuçlar elde edilmiştir. Oleat ile yapılan deneylerde ise, bazik pH'larda başarılı sonuçlar alınmıştır. İkinci grup deneylerde yatağvtemsil eden cevher üzerinde klasik flotasyon deneyleri yapılmıştır. Sodyum dodesil sülfat kullanılarak, % 50'yi aşan Al_2O_3 içerikli konsantreler kazanılmıştır.

ABSTRACT: In this work, the beneficialioiv of kyanite sample taken from Bitlis by flotation was investigated. In the first step, the effect of collector type was examined with Hallimond tube on the rich kyanite sample. In order to get better understanding of collector adsorption mechanism, the surface charges of kyanite were measured depending on pH. Zero point of charge was determined at pH: 5.9. In experiments examining of collector effect, the results were more successful with sodium dodecyl sulfate below zero point of charge and with amine above zero point of charge. However in the tests with oleate, better results were achieved at basic pH values. In the second group of study, the classic flotation tests were carried out on the representative ore sample taken from ore body. The concentrates with over % 50 Al_2O_3 content were obtained by using sodium dodecyl sulfate.

1.GİRİŞ

Dişten, andaluzit ve silimanit ile aynı kimyasal bileşime sahip fakat farklı kristal yapıda olan susuz bir alüminyum silikat mineralidir. Kimyasal formülü $Al_2O_3 \cdot SiO_2$ veya Al_2SiO_5 şeklinde olup kristal şekli triklinikdir. Dişten saf halde kullanımı çok fazla olmayan bir mineraldir. Dişten minerali, bir çok alanda kullanılabilen ancak önemli bir kısmı refrakter hammadde olarak kullanılan ve birçok dünya ülkesi tarafından tüketilen bir endüstriyel hammadde dir. Dişten cevherleşmesi dünyanın hemen hemen her bölgesinde bulunmasına karşın, bunların çok azında yeterli düzeyde dişten bulunmaktadır. Genel olarak flotasyonla zenginleştirilmesi çok zor olmayan bu tip cevher yataklarından çok yüksek Al_2O_3 içeriğinde dişten konsantrelerini elde etmek mümkündür.

Dişten minerali için zenginleştirmede önemli olan kriterler; cevherin mineralojisi, kimyasal bileşimi, cevheri oluşturan minerallerin serbestleşme tane boyutlarıdır. Bunların dışında, kullanım alanlarının gerektirdiği bazı koşullar da yöntem seçimini etkilemektedir. Dişten cevherinin zenginleştirilmesi için gerek çeşitli tesislerde, gerekse araştırmalarda gravite ve flotasyon en çok kullanılan yöntemlerdir (Amanullah ve arkadaşları, 1990; Guanghuan, 1990; Karadeniz ve Kumru, 1992; Sarıfakıoğlu ve arkadaşları, 1997; Brandao ve Mendes, 1998). Ayrıca dişten konsantrelerini demir ve titan safsızlıklarından arındırmak için manyetik ayırma da yaygın olarak kullanılmaktadır. Araştırmacılar tarafından değişik zenginleştirme yöntemleri denenmiş olmakla birlikte uygulamalarda flotasyon ve manyetik zenginleştirme metotları cevherin içerdiği gang minerallerine ve cevherin yapışma bağlı olarak değişik varyasyonlarla tatbik edilmektedir. Dişten flotasyonunda yağ asitleri,

sülfonatlar ve aminler kolektör olarak kullanılabilir. Yapılan çalışmalar şlamın dişten flotasyonunda çok önemli sorunlar yaratılabileceğini göstermektedir. Flotasyon işlemi ister asit ister bazik ortamda yapılsın distenin şlamının önceden ayrılması oldukça faydalı olmaktadır.

Ülkemizde-2000'li yıllara gelmesine rağmen çok fazla tanınmayan bu mineral, ülkemizin alüminalı refrakter hammadde ihtiyacı açısından büyük bir önem arz etmektedir. Bundan dolayı, ülkemizde bulunan dişten yatakları üzerinde ivedilikle jeolojik ve teknolojik araştırmalara hız verilmesi gerekmektedir. Çok zengin olmamakla birlikte Türkiye'de disten yatakları mevcuttur. Bu yataklar Manisa-Gördes-Demirci-Köprübaşı, Aydm-Koçarlı ve Bitlis Masifinde-bulunmaktadır. Manisa-Gördes-Demirci-Köprübaşı yöresinde bulunan dişten potansiyeli milyon tonlar cinsinden ifade edilmesine rağmen, tenorunun % 10 civarında olması nedeniyle ekonomik bir değer taşımamaktadır (Karadeniz ve Kumru, 1992). Bitlis Masifinde yer alan dişten yatakları Türkiye açısından ümit vericidir. Bu rezervler Bitlis-Bayramalan, Bingöl-Genç-Heveliyen ve Bitlis-Hürmüz-Şetek köyleri civarında bulunmaktadır. Bu cevherin Al_2O_3 içeriği % 20-32 arasında değişmekte ve görünür rezervi 165 000 ton olarak tahmin edilmektedir. Bu cevherin zenginleştirme olanaklarının araştırılması ülke ekonomisi açısından önem kazanmaktadır.

Bu çalışmada, Bitlis Masifi'nden alınan numunenin değerlendirilebilirle olanağına ışık tutmak amacıyla, mineralin flotasyon özellikleri önce mikro-flotasyon hücresinde saf numuneler üzerinde belirlenmiştir. Daha sonra elde edilen sonuçlara göre, Denver flotasyon hücresinde deneyler yapılmıştır.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. Malzeme ve Yöntem

Deneylerde biri zengin Dişten numunesi diğeri temsili cevher numunesi olmak üzere iki tip malzeme kullanılmıştır. Cevher numunesi, Bitlis ili, Hürmüz ve Arvizik-Bayramalan bölgelerinden alman temsili numunedir. Zengin Dişten ise yine aynı bölgeden zengin kısımlardan elle seçilerek alınmış bir numunedir. Her iki numunenin kimyasal analiz sonuçları Çizelge 1'de verilmektedir (Ara Rapor, 2000).

Çizelge 1. Zengin Dişten ve Cevher Numunesinin Kimyasal Analizi

İçerik, %	Zengin Dişten	Cevher, Numunesi
A1A	-	61.6
SiO_2	34.5	35.60^
Fe_2O_3	0.5	62.00
TiO_2	-	0.60
P A	0.1	0.124 -
K_2O	-	<0.1
Na_2O	-	<0.1
MgO	-	<0.1
CaO	-	<0.1
MnO	"\	<0.1
Kızdırma Kaybı	-	1.77

Kimyasal analiz sonuçlarına göre, zengin cevher % 97.83 oranında dişten içermektedir. Çizelge 1'den görülebileceği gibi cevher numunesinde demir, titan ve alkali içeriklerinin düşük olması malzemenin refrakter hammadde olarak kullanılmasına uygun olduğunu göstermektedir. Ayrıca MTA Genel Müdürlüğü laboratuvarlarında yapılan mineralojik incelemeler (Ara Rapor, 2000) cevherin ana minerallerinin dişten ve kuvars olduğunu göstermektedir. Cevherde ayrıca muskovit, epidot, rutil, zirkon ve turmalin mineralleri de bulunmuştur. Yine bu çalışmada distenin çoğunlukla yan özşekilli veya özşekilli uzun prizmatik kristaller halinde olduğu gözlenmiştir. Dişten mineralleri çoğunlukla birbirine düzgün kenarları boyunca kenetlenmiş görünürken, kuvars ve diğer mineraller ise dişten minerallerinin arasındaki boşlukları doldurmaktadır. Dişten minerallerinin uzun kenarları 1650-370 mikrometre (um), kısa kenarları ise 425-100 mikrometre (um) boyutundadır.

Çalışmalara, zengin Dişten numunesi üzerinde mikro-flotasyon ye yüzey elektrik yükü ölçümleri ile başlanılmıştır. Mikro flotasyon deneyleri -0.200+0.044 mm boyutunda hazırlanan numune ile Hallimond hücresinde, zeta metre ölçümleri flotasyonda kullanılan malzemenin öğütülmesi sonucu hazırlanan -0.044 rnm boyutundaki

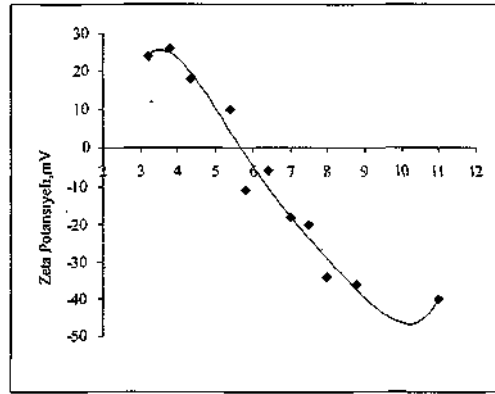
malzeme ile, Zetameter type 3 cihazında yapılmıştır. Mikro flotasyon deneylerinde kollektör olarak dodesil amin hidroklorür, sodyum dodesil sülfat (SDS) ve potasyum oleat , köpürtücü olarak metil izobütül karbinol (MIBC) kullanılmıştır. PH ayarlan ise sodyum hidrosit ve hidroklorik asit kullanılarak yapılmıştır. Mikro-flotasyon deneylerinde 1 gram numune kullanılmış olup 1 .dakika flotasyon süresi verildikten sonra yüzen ve batan ürünler kurutulup tartılarak verimler hesaplanmıştır.

İkinci aşamadaki deneyler yatağı temsil eden cevher numunesi ile klasik Denver flotasyon makinası kullanılarak yapılmıştır. Flotasyon deneyleri seramik değirmende 30 dakika -0.3 mm ve kademeli olarak 0.1 mm altına öğütülen numunelere, şlam atma işleminden sonra uygulanmıştır.

2.2. Deney Sonuçları

Bu çalışmanın sonuçları Zengin Dişten ve cevher numunesi üzerinde yapılan çalışmalar olarak sunulmaktadır.

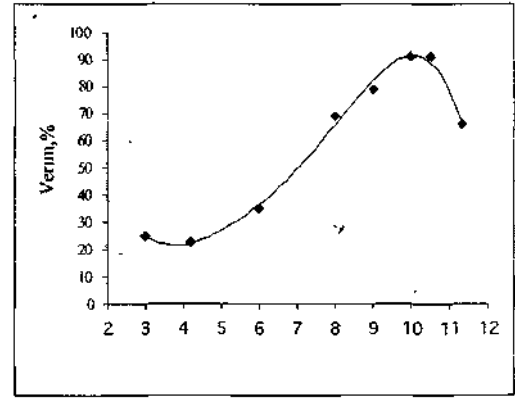
Zengin Dişten İle Yapılan Deneyler: Zengin Dişten ile ilk olarak yüzey elektrik yükü ölçümleri yapılmıştır. Dişten mineralinin pH'ya bağlı zeta potansiyel değişim eğrisi Şekil 1 'de verilmektedir.



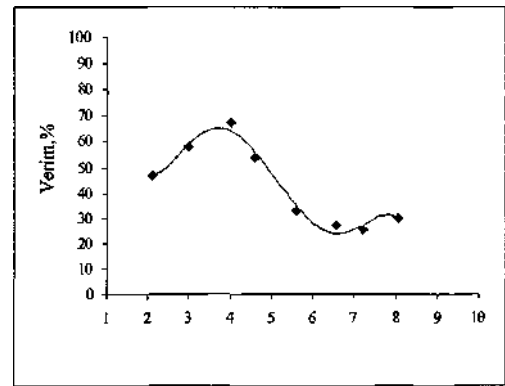
Şekil 1. Dişten Minerali Zeta Potansiyel Eğrisi.

Ölçümler sonucunda dişten mineralinin sıfır yuk noktası pH: 5.9 olarak bulunmuştur.

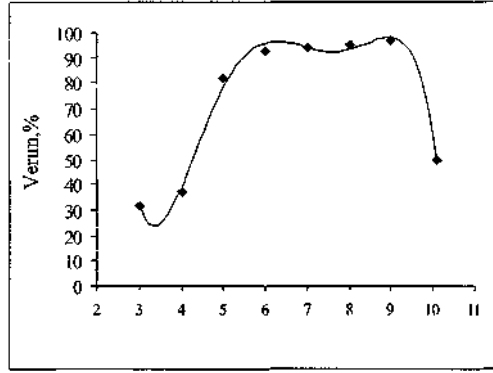
Zengin dişten numunesinde yapılan mikro-flotasyon deneylerinde dodesil amin hidroklorür, sodyum dodesil sülfat (SDS) ve potasyum oleat kollektörlerinin pH'ya bağlı olarak distenin yüzebilirliğini nasıl etkiledikleri bulunmuştur. Gerekli kollektör konsantrasyonları pH sabit tutularak ön deneylerle tespit edilmiştir. 5×10^{-5} mol/l sabit dodesil amin konsantrasyonunda, pH'ya bağlı olarak distenin yüzebilirlik eğrisi Şekil 2'de, 10^{-4} mol/l dodesil sülfat (SDS) ile yapılan flotasyon deney sonuçları Şekil 3'te, 10^{-3} mol/l oleat ile yapılan deney sonuçları ise Şekil 4'te verilmektedir.



Şekil 2. Distenin 5×10^{-5} mol/l Dodesil Aminle pH'ya Bağlı Olarak Flotasyonu.



Şekil 3. Distenin 10^{-4} mol/l SDS İle pH'ya Bağlı Olarak Flotasyonu.



Şekil 4. Distenin 10^4 mol/l Oleat İle pH'ya Bağlı Olarak Flotasyonu.

Cevher Numunesi İle Yapılan Deneyler: Klasik Denver flotasyon hücresi kullanılarak, mikro-flotasyon hücresinden elde edilen sonuçlara uygun olarak flotasyon deneyleri yapılmıştır. Amin ile kuvarsın da kolayca yüzebileceği dikkate alınarak, kuvarsın yüzdürülmesi, distenin ise artıkta bırakılması amaçlanmıştır. Şekil 2'den görülebileceği gibi distenin amin ile yüzmediği asidik pH'larda çalışılmıştır. Distenin iri boyutta kalması hedeflenerek malzeme 0.3 mm altına öğütüldükten sonra 500 g/t dodesil amin hidroklorür, 20 g/t köpürtücü (MIBC) kullanılarak, pH: 3, 4 ve 5'de, şlamı alınan numunelerle deneyler yapılmıştır. Bu deneylerin sonuçları Çizelge 2'de verilmektedir.

Çizelge 2. Amin İle Değişik pH'larda Yapılan Flotasyon Deney Sonuçları.

pH	Ürünler	Miktar (%)	A1A (%)	Verim (%)
3	Konsantre	41.1	43.0	49.3
	~ Artık	44.1	26.4	32.6
	Şlam	14.9	43.5	18.1
	Toplam	100.0	35.9	100.0
4	Konsantre	40.5	43.1	48.5
	Artık	43.7	26.7	32.4
	Şlam	15.8	43.5	19.1
	Toplam	100.0	36.0	100.0
5	Konsantre	48.8	36.5	45.5
	Artık	31.6	40.5	32.7
	Şlam	19.6	43.5	21.8
	Toplam	100.0	39.1	100.0

Çizelge 2'den de anlaşılacağı üzere seçimlilik sağlanamamış, dişten minerali de bir miktar kuvarsla birlikte yüzmüştür.

Sodyum dodesil sülfat (SDS) ile yapılan deneylerde ise, yine mikro-flotasyon deneyleri esas alınarak, asidik ortamda bu kez kademeli olarak 0.1 mm altına öğütülen numuneden dişten yüzdürülmeye çalışılmıştır. Bu deney grubunda kollektör miktarı değiştirilmiş, ayrıca köpürtücü kullanmaya gerek kalmamış ve pH: 4 olarak sabit tutulmuştur. Konsantrelere iki kademe halinde hiçbir reaktif ilavesi olmaksızın temizlenmiştir. Bu deneylerin sonuçları Çizelge 3'te verilmektedir.

Çizelge 3. Değişik Dodesil Sülfat Konsantrasyonlarında Yapılan Flotasyon Deney Sonuçları

Kollektör Miktarı (g/t)	Ürünler	Miktar (%)	A1,0 ₃ (%)	Verim
600	Konsantre	13.6	50.2	17.2
	AraÜrün 1	15.4	37.7	14.7
	Ara Ürün 2	14.7	47.4	17.6
	Artık	40.3	31.7	32.3
	Şlam	16.0	45.2	18.2
Toplam	100.0	39.6	100.0	
1500	Konsantre	43.9	54.4	62.4
	AraÜrün 1	9.5	30.2	7.5
	Ara Ürün 2	6.4	22.1	3.7
	Artık	27.8	21.8	15.8
	Şlam	12.4	33.1	10.6
Toplam	100.0	38.3	100.0	

Yukarıdaki Çizelgeden de görülebileceği gibi kollektör miktarının artması ile birlikte verimde, bir artış meydana gelmekte, artığın alüminyum oksit içeriği azalmaktadır.

Zengin Dişten potasyum oleat ile (Şekil 4) nötr ve bazik pH'larda çok iyi yüzebilmektedir. Bu yüzden de 0.1 mm altına öğütülen cevherle ortamın doğal pH'sı 8.4'de, oleat konsantrasyonu değiştirilerek deneyler yapılmıştır. Sonuçlar Çizelge 4'te verilmektedir.

Çizelge 4. Değişik Oleat Konsantrasyonlarında Yapılan Flotasyon Deney Sonuçları.

Kollektör Miktar, g/t	Ürünler	Miktar (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Verim (%)
160Ö	Konsantre	44.0	43.3	46.8
	Artık	37.1	35.3	32.2
	Şlam	18.9	45.2	21.0
	Toplam	100.0	40.7	100.0
3000	Konsantre	73.6	40.8	77.7
	Artık	6.5	31.2	5.2
	Şlam	19.9	33.1	17.1
	Toplam	100.0	38.7	100.0

Yukarıdaki Çizelgeden de anlaşılacağı gibi oleat konsantrasyonu artırıldığında verim de % 46.8'den % 77.7'ye çıkmaktadır. Oleat miktarının artırılması ile elde edilen kaba konsantre iki kez temizlendiğinde, ancak % 45.3 Al₂O₃ tenörlü bir konsantre % 64.1 verimle alınabilmektedir.

2.3. Deney Sonuçlarının İrdelenmesi

Saf veya zengin dişten numunesi üzerinde yürütülen çalışmalar üç tip kollektörün *pWy*a bağlı olarak dişten mineralinin yüzebilirliği hakkında bilgi vermektedir. Yüzeylektirik yükü ölçümleri ise bu* kollektörlerin etki mekanizması hakkında açıklık getirmemize yardımcı olmuştur. Diştenin sıfır yük noktası pH: 5.9 olarak ölçülmüştür. Bu noktanın altındaki pH'larda dişten yüzeyinin pozitif, yüksek pH'larda ise negatif olduğu anlaşılmıştır. Amin tipi kollektör kullanılarak yapılan deneylerde en iyi verime pH: 10-10.5 değerlerinde % 91 olarak ulaşılmıştır. Bu pH'larda maksimum verime ulaşılmasının sebebi, bu pH değerinde diştenin yüzey elektrik yükünün -40 mV gibi yüksek bir değere sahip olmasıdır. Böylece bu noktada negatif yüklü mineral yüzeyi pozitif yüklü amin ile en yüksek elektrostatik çekimi yapabilmektedir. Daha yüksek 'pH'larda flotasyon veriminin düşmesi ise zayıf bir baz olan amin kollektörünün hidroliz olmasıdır. Anyonik bir kollektör olan sodyum dodesil sülfat ile en iyi verime (yaklaşık % 70) pH:4'te ulaşılmıştır. Dişten yüzeyinin pozitif olduğu bu bölgede böyle bir sonuca ulaşılması beklenmektedir. Aksine, yine anyonik bir kollektör olan potasyum oleat ile nötr ve bazik pH'larda en iyi verimler elde edilmiştir. Bu da oleat ile dişten yüzeyi arasındaki etkileşimin kimyasal reaksiyonla olduğuna işaret etmektedir.

Zengin Dişten numunesi ile yapılan deneylerde kollektörlerin flotasyon karakteristikleri belirlendikten sonra, elde edilen sonuçlar daha karmaşık yapıda olan cevher numunesine uygulanmıştır. Böylece, uygun pH değerleri ve deney şartları tespit edilmiştir. Amin ile yapılan flotasyonda diştenin yüzmediği, yantaş kuvarın yüzebileceği düşünülen asidik pH değerleri seçilmiştir. Fakat herhangi bir seçicilik sağlanamamıştır. Bunun nedeni, iri boyutlu öğütme sonucunda yeterli tane serbestletmesine erişilememesi olabilir. Dodesil sülfat ile asidik pH'da yapılan deneyde dişten yüzdürülmüştür. Bu deneylerde % 54.4'lük bir konsantre iki kademe temizleme sonunda % 62.4 verimle alınabilmektedir. Ara ürünleri'n işleme sokulması ile, verimlerin yükseltilmesi mümkün görülmektedir. Bu sonuçlar mikro-flotasyon sonuçları ile uyumludur. Oleat kullanarak doğal pH'da yapılan deneylerde istenilen tenörlerde bir konsantre üretilmemektedir. Oleat ile elde edilen kaba konsantre iki kademe halinde temizlendiğinde % 45.3 Al₂O₃ tenörlü bir konsantre % 64.1 verimle alınabilmektedir. Oleat flotasyonunda kontrol reaktiflerinin kullanılması uygun olacaktır.

3.SONUÇLAR

-Yüzeylektirik ölçümleri sonunda dişten mineralinin sıfır yük noktası pH:5.9 bulunmuştur.

-Mikro-flotasyon deneylerinde; Amin ile yapılan deneylerde en yüksek verim pH:10-10.5 arasında elde edilmiştir. SDS ile yapılan deneylerde en iyi verime pH:4 değerinde ulaşılmaktadır. Oleat deneylerinde ise pH: 6-9 değerinde yüksek verimle dişten yüzdürülmektedir.

-Denver hücrelerinde yapılan flotasyonlarda; Amin kullanarak kuvar ve "dişten mineralleri arasında seçimli bir flotasyon sağlanamamaktadır. Potasyum oleat ile yapılan flotasyonda, oleat miktarı arttıkça flotasyon verimi yükselmektedir. Fakat seçicilik zayıf olmaktadır. Sodyum dodesil sülfat ile oldukça yüksek verimle dişten ' konsantreleri alınabilmektedir.

-Sonuç olarak değişik pH değerlerinde ve kollektör konsantrasyonlarında yapılan deneylerde sodyum dodesil sülfatla ve oleatla kontrol reaktifleri kullanarak ileriye dönük çalışmalar yapılmalıdır. Amin ile yapılacak deneylerde ise, tane boyutunun, amin türünün ve pH değerlerinin flotasyona etkisi ayrıntılı olarak incelenmelidir.

KAYNAKLAR

- Amanullah, S., Rao, G.M., Satyanarayana, K., 1990, *Benefication of mica-quartz-bearing kyanite*, *Industrial Minerals*, April, 24-29.
- Ara Rapor, *Bitlis distenlerinin değerlendirilmesi*, 2000, İ.T.Ü Maden Fakültesi Geliştirme Vakıf Projesi, Haziran, İstanbul
- Biandao, P.R.G. and Mendes, S.I.C, 1998, *Kyanite from Minas Gerais, Brasil: Characterization for use in ceramic. Innovations in Mineral and Coal Processing*, 7th International Mineral Processing Symposium, 15-17 September, 295-301.
- Guanghuan, W.,- 1990, *Chinese resources and processing technology for kyanite minerals*, *Industrial Minerals*, March, 95-98.
- Karadeniz, M. ve Kumru, C, 1992, *Dişten cevheri ve zenginleştirme üzerine literatür araştırması, MTA Maden Analizleri ve Teknolojisi Dairesi Başkanlığı, Cevher Zenginleştirme Birim Yöneticiliği Raporu*, Aralık, Ankara.
- Sarıfakıoğlu, E., Türkbileği, H., Akar, A., Malayoğlu, U., 1997, *Demirci-Gördes Asmasifinde üşümüş köyü civarındaki distenli şistlerden distenin zenginleştirilmesi*, 2. Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu,, 16-17 Ekim, 247-252.