

ÇİNKUR TESİSLERİNDE ELDE EDİLEN LİC ARTIKLARININ ZENGİNLEŞTİRİLMESİ

M. Zeki DOĞAN (*)
Gülhan ÖZBAYOĞLU ()**
Ümit ATALAY (*)**

ÖZET

Bu çalışmada Çinkur tesislerinin liç sistemi artıklarında bulunan kurşunu, gravite ve flotasyon yöntemleriyle zenginleştirme olanakları araştırılmıştır. Gravite yönteminde şlam masası ve siklondan yararlanılmıştır. Flotasyon deneyleri ise, ksantat, yağ asitleri ve sülfonat tipi ayıraçlar (reaktifler) kullanılarak yapılmıştır.

ABSTRACT

In this study, the possibility of beneficiation of lead residue of Çinkur plant was investigated by using gravity and flotation methods. In gravity separation method, the slime - table and cyclones have been used. The flotation tests were carried out by using different type of collectors such as xanthate, fatty acid and sulphonate.

- (*) Prof. Dr. Maden ve Petrol Müh. Böl., ODTÜ; ANKARA
(**) Y. Prof. Dr. Maden ve Petrol Müh. Böl., ODTÜ; ANKARA
(***) Asistan Maden Yük. Müh. Maden ve Petrol Müh. Böl., ODTÜ; ANKARA

1. GİRİŞ

Bu araştırma Çinko - Kurşun Metal Sanayii A.Ş. (ÇİNKUR)'-un Kayseri'de bulunan tesislerinde elde edilen liç artıklarındaki kurşun tenorunu yükseltmek için yapılacak konsantrasyon işlemlerini kapsamaktadır.

2. NUMUNELERİN ÖZELLİKLERİ

Yüksek tenörlü liç keki numunesinin herhangi bir işleme tabi tutulmadan çekilen difraktogramda anglezit ($PbSO_4$) ve jibs ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) mineralleri bulunmuştur. Ancak difraktogramda görülen piklerin çokluğu ve kristal suyunu kaybetmiş minerallerin bulunabileceği dikakte alınarak liç keki numunesi bazı kimyasal işlemlere tabi tutulmuştur.

1 — Liç keki saf suda kaynatılmış ve çözelti erimemiş malzemedden filtre edilerek ayrılmıştır. Suyu uçurulan çözelti $75^\circ C$ 'da yeniden kristalleştirilmiştir. Elde edilen pembe ve sarı renkli kristalin materyalin çekilen difraktogramda jibs - kalsiyum jibs-kalsiyum sülfat di-hidrat ($CaCO_3 \cdot 2H_2O$) ve kalsiyum sülfat - sub hidrat ($2CaSO_4 \cdot H_2O$) karışımı ile çinko sülfahidrat ($ZnSO_4 \cdot H_2O$) bulunmuştur.

2 — Liç keki amonyum asetat solüsyonu ile muameleye tabi tutularak anglezit ve jibs çözeltiye alınmıştır. Suyu uçurulan kalıntının çekilen difraktogramda a — kuvars (SiO_2) bulunmuştur.

3 — Liç keki önce 120-150 meş arasında elenmiş ve Franz Iso-dinamik seperatöründen geçirilmiştir. Manyetik fraksiyonun çekilen difraktogramda Maghemite a — Fe_2O_3 minerali bulunmuştur.

4 — X - ray difraktogramda spinel grubundan zink - ferrit ve manyetite ait karakteristik çizgiler görülmemiştir.

örnek numunelerin kimyasal analizleri tabip-1 de verilmiştir.

Tablo. 1 — Numunenin Kimyasal Analizi.

%	Yüksek Tenörlü
Zn	12.58 — 12.28
Pb	19.73 — 18.99
Cd	0.025 — 0.02
Fe	9.54 — 8.62
SiO ₂	10.32 — 9.72
Ag	0.018
CaO	6.65 — 4.29
Mg	0.16
Co	< 0.005
Ni	0.005
Mn	0.35
Cu	0.02
SÖ ₄	28.13
S	0.08
CÖ ₃	<0.1
Ateş kaybı (850°C)	12.45

3. NUMUNENİN SUDAKİ ÇÖZÜNÜRLÜĞÜ

ön deneme, döner filtre kekinin ağırlıkça %15'nin suda çözüldüğünü göstermiştir. Yıkama suyu 4.11 gr/lt Zn, 5.70 mg/lt Pb, 1.18 g/lt Fe içermektedir.

Tablo. 2 — Döner Filtre Kekinin Sudaki Çözünürlüğü.

Ürünler	Ağırlık %	Zn %	Pb %	Fe %	DAĞILIM		% Fe
					Zn	Pb	
Katı kısım	85.00	9.82	22.53	10.46	73.69	99.98	91.22
Yıkama suyu	15.00	19.87	0.0276	5.70	26.31	0.02	8.78
Toplam (hesapla)	100.00	11.33	19.15	9.74	100.00	100.00	100.00

Tablo. 2'den izlenebileceği gibi toplam çinko içeriğinin %26.31 i, suda eriyerek katıyı bırakmaktadır. Diğer bir deyişle, yaş yöntemlerle yapılacak her türlü zenginleştirme işleminde çinkonun % 26.31'i suya geçecektir. Bu da giren numunenin ağırlıkça bir kayba uğramasına neden olmaktadır. Kurşunun ise sudaki çözünürlüğü ancak 5.7 mg/lt olduğu için %0.02 lik bir kayıp meydana gelmektedir.

4. NUMUNENİN ELEK ANALİZİ

örnek numune üzerinde sedimantasyon yöntemiyle yapılan yaş elek analizinde Tablo. 3'de gösterilen sonuçlar elde edilmiştir.

Tablo. 3 — Döner Filtre Kekinin Yaş. Elek AnalM.

Tane Boyutu	% Ağırlık	% Küm. Ağırlık	% Zn	% Pb	% Fe	Dağılım, %		
						Zn	Pb	Fe
+ 74 Mikron	7.63	7.63	10.49	10.94	5.40	6.67	4.08	4.11
- 74 + 53 Mikron	1.06	8.69	13.07	8.18	9.12	1.16	0.42	0.97
- 53 + 37 Mikron	6.36	15.05	14.36	22.91	14.86	7.61	7.12	9.44
- 37 + 20 Mikron	13.14	28.19	11.29	22.69	12.38	12.37	17.13	16.24
- 20 Mikron	56.81	85.00	10.00	25.67	10.70	47.35	71.23	60.70
Suda Çözünürlük	15.00	100.00	19.87	0.0276	5.70	24.84	0.02	8.54
Toplam (Hesapla)	100.00	—	11.99	20.47	10.01	100.00	100.00	100.00

Yüksek tenörlü filtre kekinin yaş elek analizi numunedeki tanelerin genellikle çok küçük boyuta sahip olduklarını göstermiştir. Tane boyu küçüldükçe, fraksiyonların kurşun içeriği artmak-

tadır. 53 mikronun (270 meş) üstündeki tanelerin ortalama kurşun içeriği % 10.60 Pb olduğu halde, 37 mikronun altındaki tanelerin ise ortalama kurşun içeriği % 25.86 Pb dir.

5. GRAVİTE ZENGİNLEŞTİRME YÖNTEMİ

Döner filtre kekinin gravite yöntemi ile zenginleştirilme olanakları araştırılmış ve bu amaçla numunenin sılam masasında konsantrasyonuna çalışılmıştır.

Gravimetrik zenginleştirme yönteminde, kurşunun masanın ağır yoğunluklu fraksiyonu yerine hafif yoğunluklu kısmında ve şlamda zenginleştiği görülmüştür. Değişik koşullarda yapılan sallantılı masa deneylerinde hem miktar, hem de kurşun içeriği yönünden yüksek bir şlam elde edilmesine çalışılmıştır. Tablo. 4'de görüldüğü gibi şlamdaki kurşun tenörü %27.21'e kadar yükselebilmektedir. Hafif yoğunluklu kısım ile şlam tek bir ürün olarak birleştirildiğinde %77.27 randımanlı ve %26.92 Pb içerikli bir ürün elde edilebilmektedir.

Çinko minerali ise gravimetrik yöntemle herhangi bir zenginleşme göstermemektedir.

Tablo. 4 — Döner Filtre Kekinin Şlam Masasında Zenginleştirilmesi.

Ürünler	%	%	%	Randıman, %	
	Ağırlık	Zn	Pb	Zn	Pb
Ağır yoğunluklu kısım	6.80	12.48	11.15	6.96	3.57
Mikst	17.29	11.30	23.48	16.02	19.14
Hafif yoğunluklu kısım	24.23	11.30	26.47	21.85	30.23
Şlam	36.68	10.22	27.21	30.73	47.04
Suda çözünürlük	15.00	19.87	0.0276	24.44	0.02
Toplam (Hesaplama)	100.00	12.19	21.21	100.00	100.00

Gravite yöntemindeki diğer deneylere siklon kullanmak sureti ile devam edilmiştir. Kurşunun şlam içinde zenginleşmesi, hidrosiklonun zenginleştirme yöntemi olarak kullanılabileceği ümidi-

ni artırmıştır. Yapılan bir seri deneyde 1-2 kg/cm² basınç ve %12 - 20 katı yoğunluğu kullanmak yoluyla ve değişik ağız açıklığında, siklondan yüksek kurşun tenörlü şlamın elde edilmesine çalışılmıştır. Tablo. 5'de hidrosiklonla yapılan bir seri deneyin sonuçları karşılaştırılmıştır.

Tablo. 5 — Çeşitli Siklon Üstü ürünlerinin Karşılaştırılması.

Deney No.	%				
	Ağırlık	Zn	Pb	Fe	Pb-Randımanı
Deney 1 - Siklon üstü	44.04	8.39	25.36	8.15	57.88
Deney 2 - Siklon üstü	48.33	8.17	25.78	8.46	62.39
Deney 3 - Siklon üstü	27.55	7.13	27.25	7.02	37.48
Deney 4 - Siklon üstü	41.31	8.67	29.20	9.43	56.68
Deney 5 - Siklon üstü	24.70	8.26	30.43	8.62	35.98

* Siklon üstü, 3 kere siklondan geçirilmiştir.

Tablo. 5 göstermiştir ki, yalnızca siklon kullanmak yolu ile kurşunun tenorunu % 30.43 Pb'e kadar yükseltmek mümkün olabilmektedir. Randıman - Tenor ilişkisi gözönüne alındığında, % 56.68 randımanla, %29.20 Pb'lu bir şlam en çekici sonuç olarak gözükmektedir.

6. FLOTASYON DENEYLERİ

Mineralojik analiz neticesi, döner filtre kekindeki kurşun ve çinko minerallerinin sülfat şeklinde olduğunu göstermiştir. O durumda oksit tipi anyonik toplayıcılarla bu minerallerin flotasyonu mümkün olacaktır. Bu amaçla, döner filtre kekindeki kurşun, çinko içeriğinin flotasyonla zenginleştirilmesi olanakları araştırılmıştır.

ön flotasyon deneylerine pH-ölçüm çalışmaları ile başlanılmıştır. Numunenin saf suyla karışımı asit özellik göstermiş ve pH 5.9 olarak bulunmuştur. Flotasyon selülüne pH'yı yükseltmek amacıyla eklenen 10 kg/ton CaO bile pH'nın nötr değere ulaşmasını sağlayamamıştır. Bu nedenle flotasyon deneylerinde pH ayarlayıcı kullanılmamıştır.

Na₂S ile sülfürleştirmeden sonra ksantat flotasyonu ile kurşunun yüzdürülmesi işlemi olumlu sonuç vermemiştir. Yağ asitleri sulfonatlarla yapılan doğrudan flotasyonda ise benzer sonuçlar elde edilmiştir. Konsantrenin tenörü ancak %62 randımanla, %0,2b Pb'ye kadar çıkabilmiştir.

Siklondan bir kere geçirilen numunenin üst akım ürünü sodyum oleat ile yüzdürüldüğünde, %29.51 tenörlü, %54 randımanlı kaba konsantre elde edilmektedir. Bir yıkama işlemi sonunda konsantrenin tenörü %31.4 Pb'ye yükselmekte, randıman ise %40'a düşmektedir. Tablo. 6 bu sonuçları göstermektedir.

Tablo. 6 — Ön Zenginleştirme Uygulanmış Yüksek Tenörlü Döner Filtre Kekinin Flotasyonu

Flotasyon Koşulları	Ayıraç Gideri, kg/ton				
	Kondisyon zamanı (dakika)	Kaba Siklon üstü	Konsantre Siklon Altı	1. Yıkama Siklon üstü	Devresi Siklon Altı
Ayıraçlar					
EDTA	10	0.500	0.500	0.250	0.250
Sodyum - Fluo					
Silikat	10	0.500	0.500	0.250	0.250
Sodyum Oleat	10	0.700	0.800		
Flotasyon zamanı (dakika)		15	15	5	5

Flotasyon Sonucu.

ÜRÜNLER	%				Randıman, %		
	Ağırlık	Zn	Pb	Fe	Zn	Pb	Fe
S.Ü.F.* Konst.	27.11	8.69	31.41	9.49	19.13	40.00	24.86
S.Ü.F. 1. Yk. Ar.	11.96	9.49	25.22	8.69	8.44	14.18	10.97
S.Ü.F. Artık	2.24	8.36	23.80	8.54	1.52	2.50	1.85
S.A.F.** Konst.	28.03	14.26	24.11	15.19	32.45	31.76	41.11
S.A.F. 1. Yk. Ar.	7.46	11.66	22.87	11.78	7.06	8.02	0.49
S.A.F. Artık	8.20	10.82	9.15	5.59	7.20	3.52	4.43
Suda çözünürlük	15.00	19.87	0.0276	5.70	24.20	0.02	8.28
Toplam (hesapla)	100.00	12.31	21.28	10.34	100.00	100.00	100.00

S.Ü.F. = Siklon üstünün flotasyonu
S.A.F. = Siklon altının flotasyonu
Yk.Ar. = Yıkama Artık.

Siklon altının flotasyonundan ise yüksek tenörlü konsantre elde etmek mümkün olamamıştır. Oldukça temiz bir artık (%9.15 Pb içeren) atılmasına karşın, konsantrenin kurşun tenörü ancak %24.11'e yükseltilebilmiştir.

7. SONUÇLAR

1 — Yüksek tenörlü filtre kekindeki kurşun sülfat mineralinden gravite ve flotasyon yöntemleriyle %30 Pb içeren konsantre elde etmek mümkün olmuş, ancak numunenin çinko içeriğinde herhangi bir zenginleşme görülmemiştir.

2 — Yalnızca seri halde bağlanmış çok sayılı siklon kullanarak, %29.20 Pb tenörlü bir konsantreyi %56.68 randımanla kazanmak mümkündür. Konsantre tenörü %30.43 Pb'na çıkarıldığında, kurşun randımanı %35.98'e düşmektedir.

3 — Siklonla ön zenginleştirmeye bağımlı tutulmuş numunenin flotasyonunda %29.51 Pb tenörlü ve %54.18 randımanlı konsantre elde edilebilmektedir. Konsantreye temizleme işlemi uygulandığında, konsantre tenörü %31.4 Pb'ye yükselmekte buna karşılık randıman %40'a düşmektedir.

4 — Deneysel bulguların ışığında, Çinkur döner filtre kekinin zenginleştirilmesinde, sistemin basitliği ve ucuzluğu nedeniyle, seri olarak bağlanmış çok sayılı siklon önerilmektedir.