

Muğla - Milas Grafit Cevherinin Flotasyon Yöntemi De Zenginleşebilirliğinin Araştırılması

U. Malayoğlu, T. Çiçek, A. Akar

Dokuz Eylül Üniversitesi Müh. Fak. Maden Müh. Bölümü Bornova-İzmir

ÖZET Grafit minerali çok yönlü kullanım alanına sahip bir cevher olup, endüstrileşmeye paralel olarak tüketimi hızla artmaktadır. Türkiye'de grafit, yurtiçi tüketimine yetmediği için ve tüketim alanına uygun özelliğe getiremediği için çoğunlukla ithal edilmektedir. İthalatın büyük bir kısmı da işlenmiş ürün şeklinde olmaktadır. Bu çalışmada Milas-Yayladere Grafit cevherinden yüksek karbon tenörlü (% 90 - % 92 C) standart konsantreler üretilmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla flotasyon yönteminin uygulanabilirliği; karbon tenöründe pazar şartlarının gerektirdiği ürün özellikleri dikkate alınarak araştırılmıştır. Laboratuvar deneylerinden elde edilen bulgular doğrultusunda 30 t/gün kapasiteli bir flotasyon tesisi dizayn edilmiş ve işletmeye alınmıştır.

ABSTRACT: Graphite has a wide range of use as well as its consumption increases rapidly parallel to the industrialisation. Since the graphite in Turkey does not meet the need of domestic consumption or is not processed according to the field of consumption, it is mostly imported. In this study, it is aimed to produce standard concentrates with high carbon grade (92 - 90 % C) of Milas - Yayladere ore. For this reason the applicability of the flotation method has been investigated by considering the product properties about which the market conditions require in the carbon grade. Depending on the data from the laboratory experiments, a flotation plant of 30 t/day capacity has been designed and taken into operation.

1. GİRİŞ

Türkiye'deki grafit oluşumlarının ancak çok az bir kısmı ekonomik önem arz etmektedir (DPT. Raporu,1996). Bu cevherler arasında zenginleştirme işlemi uygulamadan doğrudan endüstride kullanım bulan ise Muğla Milas Yayladere cevheridir (%68 - %82 C). Sözkonusu grafit cevheri amorf grafitir. Sadece mikronize öğütme yapılarak endüstriyel kullanım bulan bu amorf grafit için; gerek endüstrinin istediği yüksek karbon tenörü, gerekse de standart kalitede ürün gerekliliği nedeni ile bu cevherin zenginleştirme uygulaması zorunlu olmuştur (DPT. Raporu,1996). Bu çalışma, Muğla - Milas - Yayladere Grafit cevherinin flotasyon yöntemiyle zenginleştirilmesi ve karbon tenöründe uygun verimide bir iyileştirme çalışmalarını kapsamaktadır. Bilginer Madencilik Ltd. tarafından işletilen Muğla - Milas - Yayladere grafit madeninden alınan ortalama %70 -72 C tenörlü Grafit cevheri numunesi; yaş kimyasal analiz, elek analizine tabi tutulmuş ve cevher özellikleri tesbit edilmiştir. Cevher yapısı ve gelen numunenin özelliği dikkate alınarak, bir ön

kırma ve homojenleştirme işlemi gerçekleştirilmiş, öğütülmüş ve daha sonra numune flotasyon testlerine tabi tutularak sonuçlar irdelenmiştir.

Grafit cevherinin flotasyon yöntemindeki davranışını ve zenginleşebilirliğini saptamak amacı ile yapılan flotasyon deneylerinde % 90 - 92 C tenörlü grafit konsantresi elde edilmiştir. Daha sonraki aşamada ise endüstriyel boyutta uygulanabilecek bir akım şeması geliştirilmiştir. Ayrıca, flotasyon ürününün endüstride istenilen özellikte karbon girdisi olarak kullanılabilmesi amacı ile; flotasyon testlerinden elde edilen konsantrelerden bağlayıcı olarak % 3 oranında novalac reçinesi kullanılarak granülasyon testleri yapılmıştır.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

2.1. Numunelerin Hazırlanması

Muğla - Milas - Yayladere ocağından gelen ham grafit numunesi laboratuvarında iki aşamalı kırmadan geçirilerek 4.75 mm nin altına kırılmıştır. Bu işlem

gerçekleştirilirken tüvenan cevher ilk önce - 4.75 mm lik bir elekten elenmiş ve besleme malının % 65.9 unu oluşturan bu kısım ayrılmıştır. Bu tane iriliğinden daha iri olan kısım ise çeneli kırıcıda kırıcı çene açıklığı 6 mm olarak ayarlandıktan sonra birincil kırmaya tabi tutulmuş ve kırıcı çıkışı ürünler yine 4.75 mm lik elekten elenerek, elek altına geçen ve ana malzemenin % 22.4 ünü oluşturan kısım ayrılmıştır. Burada iri kalan kısma ise ikincil kırma uygulanmış ve çeneli kırıcı açıklığı 3 mm ye ayarlanarak bu işlem gerçekleştirilmiştir. Kırıcı çıkışı ürünler burada da 4.75 mm lik elekten yine elenerek malzemenin tamamının - 4.75 mm ye geçmesi sağlanmıştır. İkincil kırma ürünleri ise ana malzemenin % 11.7 sini oluşturmaktadır. Cevherin korumalı kırma yöntemi ile hazırlanması esnasında karbon oranı düşük sert cevherin ufalamaya direnç gösterip iri tane boyutlarında toplandığı gözlenmiştir. Hazırlama esnasında bu cevherin bu selektif kırılma özelliği gösterdiği saptanmıştır. Son kırma ürününün karbon tenorunun çok düşük olması ve bu ürünün genellikle sert cevherden oluşması nedeni ile ve pratikte gerek tavuklama ve gerekse kırma devresinde eleme ile bu kısmın atılabilmesi kolay olduğundan araştırmada kullanılacak cevher ilk iki ürünün karışımı olarak hazırlanmıştır.

Cevherin öğütülmesi işleminde; cevherin tamamı - 1 mm lik elekten elenip iri kısım çekiçli kırıcıyla kırılarak tüm cevher - 1 mm tane boyutuna getirilmiştir. Malzeme 0.212 ve 0.106 mm lik elek ile elenip tamamı - 0.212 ve 0.106 mm ye kadar çekiçli kırıcıdan geçirilmiştir. Flotasyon deneyleri hazırlanan bu numuneler ile gerçekleştirilmiştir.

2.2. Cevher Özellikleri

Muğla -Milas Yayladere grafit yeraltı ocaklarında yapılan incelemede grafit damarlarının sert ve yumşak olarak adlandırılan iki tür farklı yapıda olduğu saptanmıştır. Burada sert cevher olarak adlandırılan kısımda gang minerallerinin silis ve kalsitin, özellikle de kalsitin daha yoğun olarak mevcut olduğu saptanmıştır. Bu tür cevherin daha düşük karbon tenöründe ve sert yapıda olduğu görülmüştür. Bu nedenle aynadan her iki farklı cevher numunesi alınmış ve kimyasal analizleri ayrı ayrı yapılmıştır. Yapılan kimyasal analizlerde; her iki tür cevher içeriğinde grafitin yanısıra $CaCO_3$ ve SiO_2 nin varlığı da saptanmıştır. Bu nedenle analiz yapılırken, numuneler önce HCl asitte çözündürüp çözünen miktar saptandıktan sonra kül, karbon analizlerinin yapılmasının sağlıklı olacağı düşünülmüş

ve bu düşüncenin doğrultusunda analizler değerlendirilmiştir.

Ayrıca, tüvenan cevherin nem analizleri yapılmış ve % 3.8 kaba nem ve % 7.8 toplam nem içeriği saptanmıştır.

Çizelge 1 : Milas Yayladere Cevheri Kimyasal Analiz Sonuçları

Cevher Özelliği	Sabit C %	Uçucu M.%	Kül %	S %
1. Kalite (parlak cevher)	87.28	4.33	8.39	0.48
2. Kalite (mat cevher)	77.88	2.06	19.26	0.49
Test numunesi	72.98	4.79	22.23	0.48

2.3. Zenginleştirme Denemeleri

Grafitin ince tane yapılı ve doğal hidrofob özelliğe sahip olması flotasyon yönteminin uygulanabilirliğini kolaylaştırmaktadır (Atak, 1982). Yapılan flotasyon denemelerinde bazı parametreler dışındaki etkilenmeleri sabitlemek açısından aşağıda sunulan koşullarda değişik deneylerde sabit olarak alınmış ve deneyler gerçekleştirilmiştir.

Karıştırma hızı	1200-1500 d/dak
Hava Miktarı	Sabit
Köpük sıyırma adedi	Sabit
Sıcaklık	Oda Sıcaklığı
PH	Doğal
Tane iriliği	-0,106 mm
Flotasyon süresi	7-10 dk.

Grafit hidrofob özelliğe sahip cevher olduğundan kolayca yüzebilme özelliğine sahip bir hammaddedir. Ancak, bunlara rağmen teorik ve ekonomik uygulama için sözkonusu olabilecek tüm reaktiflerin denemesi araştırılmıştır. Deneyler bir temel flotasyon; üç aşamalı temizleme ve tek aşamalı süpürme devresi teşkil edilerek gerçekleştirilmiştir. Deneylerde kullanılan numuneler - 0.212 mm ve - 0.106 mm olmak üzere iki farklı tane boyutunda denenmiştir. Ancak - 0.106 mm tane boyutunda yapılan denemelerin daha iyi sonuçlar verdiği saptanmış ve optimal reaktif tüketimi saptamak amacıyla yapılan testlerde bu tane iriliği baz alınmıştır.

2.3.1. Toplayıcı Tür ve Miktarı

Yapılan flotasyon denemelerinde toplayıcı olarak;

- % 95 Gazyağı + % 5 Fuel oil karışımı

- % 80 Gazyağı + % 20 Fuel oil karışımı
- Gazyağı kullanılmıştır.

Bu toplayıcı reaktifler ve farklı miktarlarda kullanılarak sonuçlar irdelenmiştir. Fuel oil karışımı toplayıcı kullanımı ile yapılan deneylerde konsantrenin tenor ve verimleri çok büyük bir değişim gözlemlenmemiş, ancak sadece gazyağı kullanılan deneylerde karbon tenor ve veriminde belirgin bir farklılık gözlemlenmiştir. En optimal sonuç % 95 Gazyağı + % 5 Fuel oil karışımının; temel flotasyon devresinde 2 lt/t, temizleme ve süpürme devrelerinde 1 lt/t miktarlarında kullanılması ile elde edilmiştir. Optimal sonuçların alındığı deneye ait sonuçlar Çizelge 2 de verilmektedir.

2.3.2 Bastına Tür ve Miktarının Tesbiti

Tüvenan grafit cevherindeki gang minerallerini bastırmak ve konsantre içindeki gang minerallerinin miktarını azaltacak bastırıcı tür ve miktarını saptamak için yapılan deneylerde bastırıcı olarak;

- Na_2SiO_3
- Mısır Nişastası

kullanılmıştır. Na_2SiO_3 (Sodyumsilikat) % 5 lik çözeltiler halinde ve temel flotasyon devresinde 3.5 kg/t, süpürme devresinde 1,5 kg/t ve temizleme devresinde 500 gr/t miktarlarında kullanılması ile en uygun sonuçlar alınmıştır. Testlerden elde edilen sonuçlardan sodyum silikat kullanımının gang minerallerini bastırmada etkin olduğu ve özellikle şoklama denilen yani ilk etapta yüksek doz kullanarak uygulanan testlerde gang minerallerinin davranışının değişme gösterdiği saptanmıştır.

2.3.3 Köpürtücü Tür ve Miktarı

Grafitin yüksek hidrofob özelliği nedeniyle, flotasyon ortamındaki oluşturulan köpük üzerine hızlı toplama davranışı selektiviteyi etkiler. Bu bakımdan normal büyüklükte stabil bir köpük oluşturma hedeflenmiş ve deneylerle gözlemlenmiştir. Arzu edilen nitelikte köpük oluşturmak için seri deneylerde çamyacı kullanılmıştır. Deneylerin tümünde çamyacı % İlik çözelti halinde kullanılmıştır. Temel ve süpürme flotasyonu devresinde 250 gr/t, I. Temizlemede 100 gr/t, n. Temizlemede 50 gr/1 olarak kullanılmıştır.

Flotasyon testlerinin tüm sonuçları dikkate alındığında optimal sonuçları veren şartların sağlandığı deneye flotasyon tenor ve verim değerleri Çizelge 2 de verildiği gib elde edilmiştir.

Bu deneyde aşağıdaki flotasyon şartları sağlanmış ve Çizelge 2 de verilen sonuçlar elde edilmiştir.

Tane İriliği	: % 100 ü - 106 u.
Katı Oranı	: % 17
pH	: Doğal pH
Bastırıcı	: Na_2SiO_3
Köpürtücü	: Çamyacı
Kollektor	: %95Gazyağı + %5 Fuel oil

Reaktif Besleme :

I. Temizleme Devresi	: % 5 Na_2SiO_3 1 kg/t % 1 Çamyacı 100 gr/t
II. Temizleme Devresi	: % 5 Na_2SiO_3 500 gr/t % 1 Çamyacı 50 gr/t
Süpürme Devresi	: % 5 Na_2SiO_3 1.5kg/t % 1 Çamyacı 250 gr/t % 95 Gazyağı + % 5 Fuel oil karışımından 1 İt/1

Flotasyon testleri gerçekleştirilirken yukarıda bahsi geçen sabit flotasyon koşulları ile sözkonusu cevhere uygun reaktif kullanımı amaçlanmış ve mümkün olduğu kadar endüstriyel uygulamaya esas olabilecek yöntem denenmiştir.

3. FLOTASYON TESTLERİ VE SONUÇLARININ İRDELENMESİ

Yapılan flotasyon testlerinde yukarıda sunulan flotasyon şartlarında aşağıdaki sonuçlar alınmıştır.

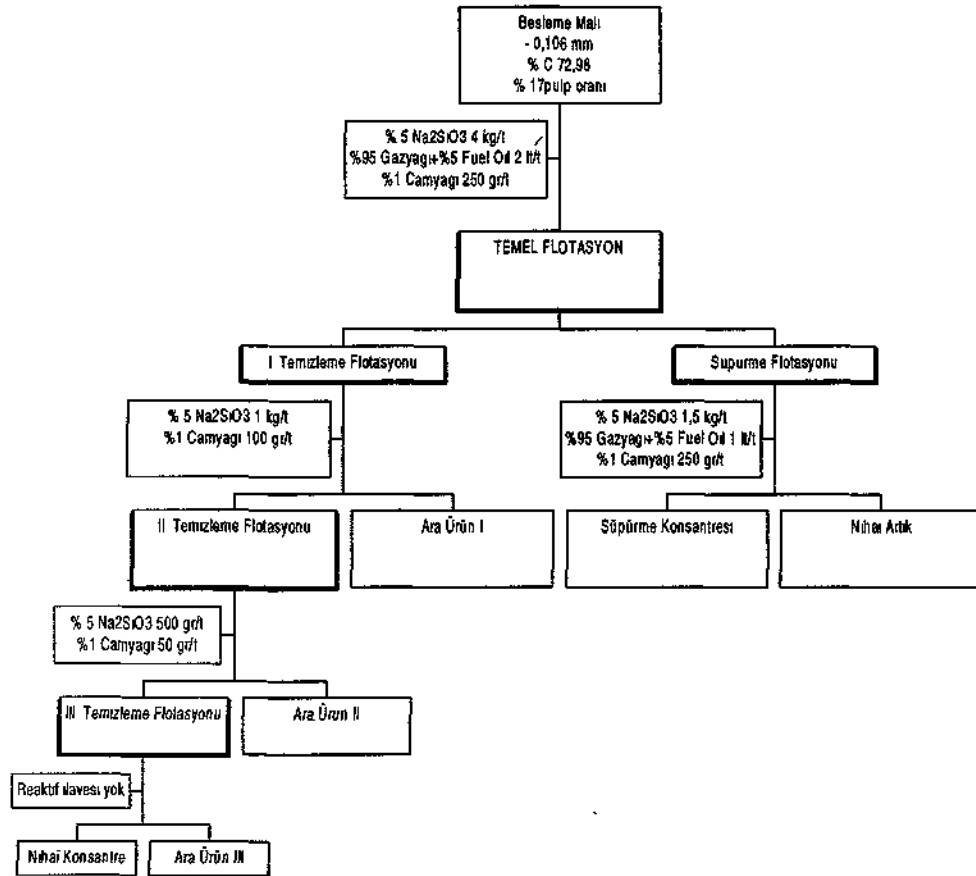
- Testlerde kullanılan numunede bulunan grafitin ve gang minerallerinin serbestleşmesi için numunenin 0.2 mm den daha ince bir boyuta öğütülmesi yeterli olabilmektedir. Ancak, endüstriyel uygulamada gerek atığın ve gerekse konsantrenin susuzlaştırılması ve öğütme, reaktif masrafları açısından cevherin 0.1 mm nin altına öğütülmesi bir alt sınır olarak kabul edilmesi gerekmektedir.
- Bastırıcı olarak cam suyunun 3.5 kg/t civarında kullanılması ve üç aşamalı bir temizleme devresi ile % 94 C ihtiva eden bir konsantrenin % 95 a varan bir karbon verimi ile kazanılması olarak dahilindedir. Bastırıcı oranının artırılması 5 kg/t cam suyu ve kalsit bastırıcısı olarak 1 kg/t civarında mısır nişastası kullanılması halinde konsantre karbon oranında çok az bir artış sağlanırken karbon veriminde önemli ölçüde düşüş kaydedilmiştir Bu da konsantre tenorunu arttırmak için mısır nişastasının kalsit bastırıcı

olarak kullanılmasının flotasyonu olumsuz yönde etkileyeceğim açıkça göstermektedir. Nişastanın bastıncı olarak kullanıldığı ve cam suyunun bir kısmının temizleme devrelerinde flotasyona ilavesinde, süpürme devresi ile çalışılan deneylerde dahi bu olumsuz etkinin gözlemlendiği

tespit edilmiştir. Temel flotasyonda 5 kg/t cam suyu ve 500 g/t mısır nişastasının kullanıldığı deney de karbon veriminde bir artış elde edilmiştir, ancak optial sonucun aldığı deneyeye nazaran daha düşük tenörlü bir konsantre elde edilmiştir.

Çizelge 2 Optimal Sonuçların Alındığı Flotasyon Deney Sonuçları

Ürünler	Ağırlık [%]	C Tenörü [%]	HCl'de Çözünen Madde [%]	Kül	C Verimi [%]	Uçucu Madde [%]
Konsantre	65.04	92.22	3.14	2.80	83.28	1.84
Ara Ürün	11.81	52.02	29.31	14.91	8.53	3.76
Süpürme U	7.72	39.79	32.16	23.34	4.27	4.71
Artık	15.43	18.30	45.23	31.35	3.92	5.12
Besleme M.	100.0	72.02	15.27	10.77	100.0	4.65



Şekil 1 Flotasyon Devresi Akım Şeması

4. FLOTASYON KONSANTRELERİNE ASİT LİÇİ

Bu işlem, flotasyonda elde edilen konsantrelerin hidroklorik asit kullanılarak ihtiva ettikleri kalsit ve diğer asitte çözünebilir gang minerallerinden çözüldürülmesi ile saflaştırılmasıdır. Örneğin, uygulanan asit liçi ile % 92.22 karbon ve % 3.14 kalsit ihtiva eden bir konsantreden % 95.36 karbon tenörlü bir liç ürünü elde edilmiştir. Flotasyonda öncelikle hidroklorik asitte çözünmeyen gang minerallerinin bastırılması liç ürününün kalitesi açısından önemli bir husustur. Yapılan hesaplamalarda % 1 puan kalsit çözüldürülmesi için gerekli olan asit sarfiyatı 3 \$/t ürün civarındadır.

5. GRANÜLASYON TESTLERİ

Flotasyonla veya Flotasyon + asit liçi ile elde edilen yüksek karbon tenörlü konsantrelerin döküm sanayiinde karbon katkısı olarak kullanılabilmesi için granül hale getirilmeleri gerekmektedir. Laboratuvar tipi bir hidrolik preste - 0.2 mm incelikte konsantrenin bağlayıcı kullanmaksızın kompaksiyon metodu ile granül hale getirilmesi çok yüksek basınçlarda dahi (3-5 t/cm²) mümkün olmamıştır. % 5 Mısır nişastası katkısı ile yapılan bir çalışmada ise sağlam granulier elde edilebilmiştir. Ancak, bu granulier 500-600 °C de kolayca dağılıp toz haline geldiklerinden döküm sanayiinde kullanılamıyacak kalitededirler.

Yüksek sıcaklıklara dayanıklı NOVALAC reçinesi ile yapılan bir çalışmada % 3 reçine katkısı ve 200 °C de uygulanan termik sertleştirme ile çok dayanıklı granulier elde edilmiş ve bu granüllerin yüksek sıcaklıklardan etkilenmedikleri ve sağlamlıklarını korudukları gözlenmiştir.

6. 30 T/ GÜN KAPASİTELİ FLOTASYON TESİSİ

Bu çalışmanın amacı Muğla - Milas - Yayladere grafit cevherinin flotasyon ile zenginleşme şartlarını ve zenginleşebilirliğini araştırmaktır. Bu nedenle çalışmada başka alternatif zenginleştirme yöntemleri arayışına girilmemiştir. Laboratuvar araştırmalarında; grafit numunesi üzerinde kırma, öğütme, sınıflandırma analizleri, optimal flotasyon şartlarının tesbiti amacı ile de tane iriliği, toplayıcı xiins ve miktarı, köpürtücü cins ve miktan, bastıncı cins ve miktarı, ortam pH ı, flotasyon, koşullandırma süresi, katı oranı ve flotasyon aşamalarında optimal değer

saptamaya yönelik seri deneyler uygulanmıştır. Yapılan flotasyon testleri sonucu Milas Yayladere cevherinin flotasyon yöntemi ile zenginleştirilebilirliği ortaya konmuştur. Yapılan tüm testlerde endüstriyel uygulamaya geçme olanakları dikkate alınmış, açık ve kapalı devre uygulamalarında ve parametre saptamalarında endüstriyel boyuta yönelik hedefler düşünülmüştür. Bu saptamalara dayanarak 30 t/gün kapasiteli bir flotasyon tesisi kurulması- öngörülmüş ve 20 adet (2x10) 600 litrelik flotasyon selüllü bir tesis işletmeye alınmıştır. Bu tesisin temsili akım şeması şekil 2 de verilmektedir.

Söz konusu tesiste % 90 C - % 92 C tenöründe flotasyon konsantreleri üretilerek endüstrinin bu konudaki talebi karşılanmaktadır.

Böylece amaçlanan standart tenörde bir üretime geçilmiş ve özellikle ithalat yolu ile karşılanan bu hammaddenin talebi flotasyon ürünü olarak karşılanmıştır. Granülasyon ve Asit liçi uygulama araştırmaları ise devam etmektedir.

Muğla - Milas - Yayladere amorf tip grafit cevheri için yapılan bu araştırmada grafit oluşumu ve grafitleşme derecesi ve cevher içindeki materyal içeriği hakkında yorum yapılmamıştır. Ancak, yatak içinde grafitleşmenin zaman zaman değiştiği saptanmıştır. Genel kullanım açısından bu değişim bir problem teşkil etmemektedir.

7. KAYNAKLAR

Akar, A., Çilingir, Y., Köktürk, U., Aytakin, Y., Grafit Zenginleşmesinin Dünyadaki ve Türkiye'deki Önemi, I. Uluslararası Cevher Hazırlama Sempozyumu, 1986, İzmir.

Atak, S., Flotasyon, İ.T.Ü. Yayını, 1982, İstanbul.

Aytakin, Y., Kemal, M., Çilingir, Y., Akar, A., Köktürk, U., Kütahya - Altıntaş - Oysun Grafit Zenginleştirme Etüdü, Dokuz Eylül Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, 1986, İzmir.

Çiçek, T., Akar, A., Malayoğlu, U., Bilginer Madencilik Ltd. Şti. Milas Yayladere Grafit Zenginleştirme Etüdüleri, Dokuz Eylül Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Maden Müh. Böl., Döner Sermaye Araştırma Projesi, 1997, İzmir.

D.P.T. Yedinci Beş Yıllık Kalkınma Planı Özel İhtisas Komisyonu Raporu, 1996, Ankara.