

## KUYUCAK YÖRESİNE AİT BARİT CEVHERİNİN FLOTASYONLA ZENGİNLEŞTİRİLMESİ

### Beneficiation of Barite Ore From Kuyucak Region by Flotation

Geliş (received) 25 Mart (March) 2010; Kabul (accepted) 05 Temmuz (July) 2010

Hilal ÖZER TOKLU (\*)  
Emin Cafer ÇİLEK (\*\*)

### ÖZET

Kuyucak yöresinden elle toplanan saf barit numunesinin temas açısı ölçümü ve FTIR spektrometri analiz sonuçlarına bağlı olarak ham barit cevheri üzerinde mekanik flotasyon deneyleri yapılmıştır. Barit yüzeyine kimyasal adsorblandığı belirlenen anyonik tip Aero 730 toplayıcısı ile kabul edilebilir seviyede bir hidrofobiklik elde edilebildiği belirlenmiştir. Sistematik flotasyon deneyleri sonucunda, flotasyona etki eden fiziksel ve kimyasal değişkenlerin (pH, hava akış hızı, bastırıcı, toplayıcı ve köpürtücü türü ve miktarı) optimum değerleri bulunmuştur. Optimum flotasyon şartlarında yapılan flotasyon deneyinde % 92,59 BaSO<sub>4</sub> içeren bir konsantrite üretimi mümkün olmuştur. Ayrıca flotasyon verimine tane boyutunun etkisini belirlemek için 75+53 µm, -53+38 µm ve -38 µm tane boyutundaki örneklerle optimum flotasyon koşullarında flotasyon deneyleri yapılmış ve tane boyutu ile konsantrite kalitesi arasındaki ilişki incelenmiştir.

**Anahtar Sözcükler:** Flotasyon, Barit

### ABSTRACT

Depending on the results of contact angle measurements and FTIR spectra analyses of handpicked pure barite sample from Kuyucak region, the mechanical flotation experiments were carried out with raw barite ore. An acceptable floatability was obtained by using the anionic collector Aero 730, which was chemically adsorbed on barite surface. As a result of systematical flotation experiments, the optimum values of physical and chemical parameters (pH, airflow rate, types and amounts of depressant, collector and frother) affecting the flotation were determined. Flotation of the ore was produced a barite concentrate assaying 92,59% BaSO<sub>4</sub> under optimum flotation conditions. Otherwise, several flotation tests were carried out to determine the effect of particle size on flotation performance with -75+53 µm, -53+38 µm and -38 µm particle size samples under optimum flotation conditions and the relation between particle size and the quality of concentrate were investigated.

**Keywords:** Flotation, Barite

(\*) Arş. Gör., Süleyman Demirel Üni., Müh. Mim. Fak., Maden Müh. Böl., ISPARTA hilaloz@mmf.sdu.edu.tr

(\*\*) Prof. Dr., Süleyman Demirel Üniversitesi, Müh. Mim. Fak., Maden Müh. Böl., ISPARTA

## 1. GİRİŞ

Bilindiği gibi, oksitli cevherlerin flotasyonu, sülfürlü cevherlere nazaran daha zordur. Bunun en önemli sebeplerinden birisi değerli mineralin yanında bulunan gang minerallerinin de oksitli olması yani değerli ve değersiz mineralin yüzey özelliklerinin benzer olmasıdır. Bu durum doğal olarak seçimliliği zorlaştırmaktadır. Oksitli cevherlerin flotasyonu; yüzey yükü, mineralin çözünürlüğü, toplayıcı özelliği, pH, iyonik kuvvetler gibi faktörler tarafından kontrol edilir.

Bu faktörlerin etkisi, toplayıcının adsorbsiyon mekanizmasına bağlıdır. Andrews ve Collings (1989), alkil sülfat ve sülfonatların barit yüzeyine adsorblanma mekanizmasını incelemişler ve toplayıcının barit kristallerindeki katyonla Stern tabakasından geçerek, özgül adsorbsiyonun gerçekleştiği ve baritin kafes katyonları ile alkil sülfat ve sülfonatlar arasındaki çözünmez tuz oluşumu ile sonuçlanan kimyasal adsorbsiyonunun gerçekleştiğini bildirmişlerdir.

Oksit ve silikatların flotasyonunda, çoğunlukla anyonik toplayıcılarla yapılan flotasyon başarılı olmaktadır. Bunlar karboksilatlar (yağ asitleri), sülfonatlar, alkil sülfatlar gibi yüzey aktif maddelerdir. Sülfür minerallerinin flotasyonunun aksine, oldukça uzun zincirli toplayıcılar (genellikle 10 karbondan fazla) bu grup minerallerin flotasyonu için gereklidir. Ayrıca oksitli minerallerin flotasyonu hem anyonik hem de katyonik toplayıcılarla yapılabilmektedir. Hangi tip toplayıcının kullanılacağını ortam pH'sı ve pülp içinde bulunan iyonların derişimi ve cinsi belirlemektedir (Wills, 1997; Çilek, 2006).

Bir oksit minerali olan ve endüstride birçok sektörde kullanım alanı bulunan baritin sıfır yük noktası (S.Y.N) pH 5,3 olup, Ba<sup>2+</sup> ve SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> iyonları potansiyel belirleyen iyonlardır (Fuerstenau ve Palmer, 1976; Fuerstenau, 1995). Martinez (1975), barit flotasyonunda, sülfonat ve sülfosassinat (A 845) toplayıcılarının etkin olarak kullanılabilceğini belirtmiştir. Andrews ve Collings (1989), pH 7-11,3 arasında baritin ters veya doğrudan flotasyonu yapılabildiğini ve çok sayıda temizleme gerektiğini bildirmiştir. Pülpdeki Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, Fe<sup>2+</sup> ve Al<sup>3+</sup> katyonlarının barit flotasyonunu etkilediği ve metal tuzu derişiminin artışı, baritin sıfır yük noktasını daha bazik pH'a kaydırıldığı belirlenmiştir (Zadowski ve Smith, 1988).

Bu çalışmada, düşük BaSO<sub>4</sub> içeriği nedeniyle endüstride doğrudan kullanım alanı bulamayan Kuyucak yöresi barit cevheri flotasyon yöntemiyle zenginleştirme işlemine tabi tutulmuş ve flotasyonda etkili olan kimyasal ve fiziksel parametrelere ait optimum değerlerin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bunun için, flotasyon deneylerinden önce baritin yüzey özellikleri belirlenmiş, farklı ortam şartlarında temas açısı ve FTIR ölçümleri yapılmıştır.

## 2. MALZEME VE YÖNTEM

Deneyisel çalışmalarda, Konya-Kuyucak yöresinden alınan barit (BaSO<sub>4</sub>) numunesi kullanılmıştır. Barit numunesinin piknometre ile belirlenen yoğunluğu 3,68 g/cm<sup>3</sup> olup %63,45 oranında BaSO<sub>4</sub> ile birlikte silikatlı ve kalsiyum karbonatlı (CaCO<sub>3</sub>) mineraller içermektedir.

Diğer zenginleştirme yöntemlerine alternatif olarak düşünülen flotasyon deneylerinde kendinden havalandırmalı Denver SubA tipi flotasyon makinası ve 1,5 litrelik flotasyon hücresi kullanılmıştır. Flotasyon hücresinin yan duvarına el ile köpük derinliğinin ne olduğunu belirlemek amacı ile 1'er cm aralıklı beş adet çizgi çizilmiştir.

Flotasyon işlemi sırasında, hava akış hızı ayarlanabilir bir kompresör ve kompresöre bağlı olan hortumun flotasyon hücresine bağlanması sayesinde farklı miktarlarda hava verilmiş ve aşağıda tanımlanan Reynolds Sayısının (RE) etkisi incelenmiştir.

$$R_e = \frac{\rho ND^2}{\mu} \quad (1)$$

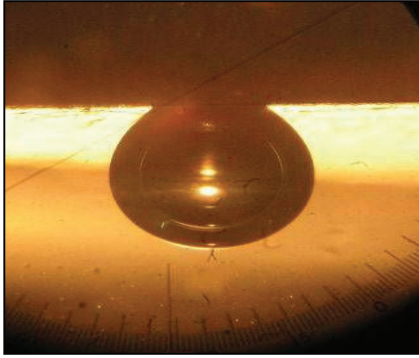
Burada; ρ, pülp yoğunluğu (g/cm<sup>3</sup>); N, karıştırma hızı (1/s); D, karıştırıcı çapı (cm); μ, pülp viskozitesidir (g/cms).

Barit kazanma olanakları araştırılırken en uygun flotasyon şartlarının belirlenmesi için yapılan deneylerde, pH ayarlayıcı olarak kullanılan Ca<sup>2+</sup> iyonlarını içeren CaO veya Ca(OH)<sub>2</sub>'in topaklanmaya ve silikat mineralleri için canlandırıcı etkiye neden olmasından dolayı NaOH (Kostik Soda) (Çilek, 2006), bastırıcı ve dağıtıcı olarak sodyum silikat (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) (değersiz mineral olarak silikat ve karbonat minerallerinin

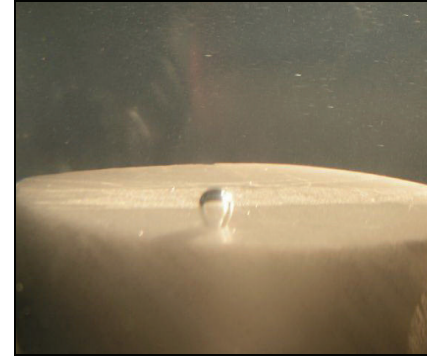
bulunduğu cevherlerin flotasyonunda bu minerallerin bastırılması için oldukça yaygın olarak kullanılır), polifosfat ( $\text{NaPO}_3$ ), dextrin ve tannik asit; toplayıcı olarak anyonik tip Aero-730, Aero-722 ve oleik asit; köpürtücü olarak ise Dow Chemicals firmasına ait DF 250, Cytec firmasına ait F 501, X 133 ve F 549 kullanılmıştır.

## 2.1. Zenginleştirme Öncesi Hazırlık İşlemleri

Flotasyon deneyleri öncesi numune, çeneli kırıcıda kırılmış ve numunelerin tamamı 2,8 mm açıklıklı elekten geçirilmiştir. Elekalıtı malzemenin tamamı, bilyalı değirmende kuru öğütme işlemine tabi tutulmuş ve baritin serbestleşme boyutu ( $150 \mu\text{m}$ ) dikkate alınarak  $180 \mu\text{m}$  altına öğütülmüştür.  $180 \mu\text{m}$  mikronun altına elenen malzeme  $-180+75 \mu\text{m}$  (%63,45  $\text{BaSO}_4$ ),  $-75+53 \mu\text{m}$  (%69,40  $\text{BaSO}_4$ ),  $-53+38 \mu\text{m}$  (%62,76  $\text{BaSO}_4$ ) ve  $-38 \mu\text{m}$ 'luk (%65,42  $\text{BaSO}_4$ ) fraksiyonlara ayrılmıştır.



(a)



(b)

Şekil 1. Temas açısı ölçümü esnasında kabarcığın görünümü(a) ve minerale yapışan kabarcığın dıştan görünümü (b).

## 2.2. Temas Açısı Ölçümü

Temas açısı ölçümü için, saf barit numunesi uygun boyutta kestirilip, toz zımparayla zımparalanmış ve ölçümlerde kullanılacak parlak kesit örneği hazırlanmıştır. Parlak kesiti hazırlanmış olan barit numunesi, pH'sı ayarlanmış ve içinde gerekli kimyasalların bulunduğu bir çözelti içine konulmuş ve temas açısı ölçümü esnasında numunenin yüzeyine şırınga yardımıyla hava verilerek kabarcık oluşturulmuştur. Böylece kabarcığın mineral yüzeyine yapışması sağlanmış (Şekil 1) ve oluşturulmuş ortam şartlarındaki temas açısı belirlenmiştir.

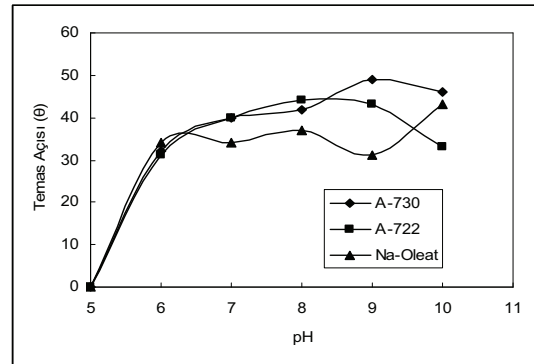
## 2.3. FTIR Spektrometrik Analizi

Toplayıcıların barit yüzeyine adsorpsiyonunun türünü belirleyebilmek için FTIR spektrometrik analiz kullanılmıştır. Bu yöntemle, toplayıcı tiplerinin barite adsorpsiyonunun etkisi araştırılmıştır.

## 3. BULGULAR

### 3.1. Optimum Flotasyon Şartlarının Belirlenmesi

Temas açısı ölçümlerinde kullanılmak üzere hazırlanmış olan saf barit numunesi üzerinde, farklı toplayıcı cinsleri ve toplayıcı miktarları için ayrı ayrı ölçümler yapılmış ve en uygun sonuçlar Şekil 2'de de görüldüğü gibi anyonik tip Aero-730 ile yapılan ölçümlerde elde edilmiştir.



Şekil 2. Farklı toplayıcılar ile temas açısı ölçümü.

Kullanılan toplayıcının (A-730) FTIR analizinde 2500-1800  $\text{cm}^{-1}$  bölgesinde karboksilat grubu pikleri görülürken, saf barit ile muameleden sonra karboksilat pikleri kaybolmuştur. Toplayıcı iyonu (monomer), mineral yüzeyine fiziksel adsorblandığında, saf toplayıcı piklerinin gözlenmesi gerekmektedir (Özer, 2007). Şekil 3'de benzer pikin görülmemesi,  $\text{RCOO}^-$  ile tane yüzeyindeki  $\text{Ba}^{2+}$  iyonları arasında kimyasal bağ oluştuğuna ve toplayıcının barit yüzeyine kimyasal adsorblandığına işaret etmektedir.

Buradan elde edilen sonuçlardan da yararlanarak katı oranı sabit tutulmak koşuluyla (%10) flotasyon deneyleri yapılmış ve değişkenlerin barit flotasyonu üzerine etkisi araştırılmıştır. Barit flotasyonunda pH'nın, toplayıcı ve köpürtücü cinsinin etkisi Şekil 4'te gösterilmiştir.

Cevher numunesi ile yapılan ve sonuçları Şekil 4' te özetlenen sistematik flotasyon deneyleri sonucunda belirlenen optimum flotasyon şartları kullanılarak yapılan deney sonucunda, elde edilen metalurjik denge tablosu Çizelge 1' de verilmiştir

### 3.2. Optimum Flotasyon Süresinin Belirlenmesi

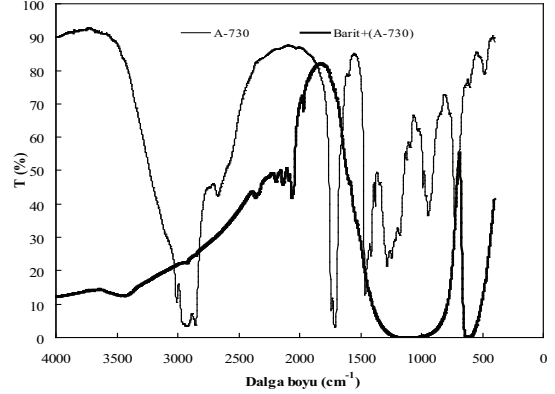
Kaba flotasyon işleminin ne kadar süreceği, flotasyon devresinden elde edilecek nihai ürünün kalitesini belirlemede önemli rol oynar. Kaba flotasyon süresinin optimizasyonunda, kaba konsantreye ne kadar değersiz mineral taşındığı oldukça önemlidir. Kaba flotasyonda, optimum flotasyon süresine ayırma etkinliğinin (SE) maksimum olduğu değerde ulaşılır. Bu değerden sonra, değersiz minerallerin konsantreye taşınma hızı değerli mineralin konsantreye taşınma hızından daha yüksek olacağı için kaba konsantre kalitesi veya tenörü olumsuz etkilenmektedir (Agar, 1987; Wills, 1997; Çilek, 2006). Ayırma etkinliği (SE) aşağıdaki Eşitlik 2'den hesaplanmaktadır.

$$SE = R_{Td} - R_{Tg} \quad (2)$$

Burada;  $R_{Td}$ , elde edilen değerli mineral verimi (%);  $R_{Tg}$  ise değersiz mineral verimidir (%).

Bu nedenlerden dolayı, optimum flotasyon süresinin belirlenmesi için optimum flotasyon şartlarında deney yapılmış ve optimum flotasyon

süresi ( $t_{opt}$ ) (kaba flotasyon süresi) Şekil 5'ten de görüldüğü gibi 2.33 dakika olarak bulunmuştur. Optimum flotasyon şartları ve kaba ve süpürme flotasyonu aşamaları, Şekil 6'da gösterilmiştir.



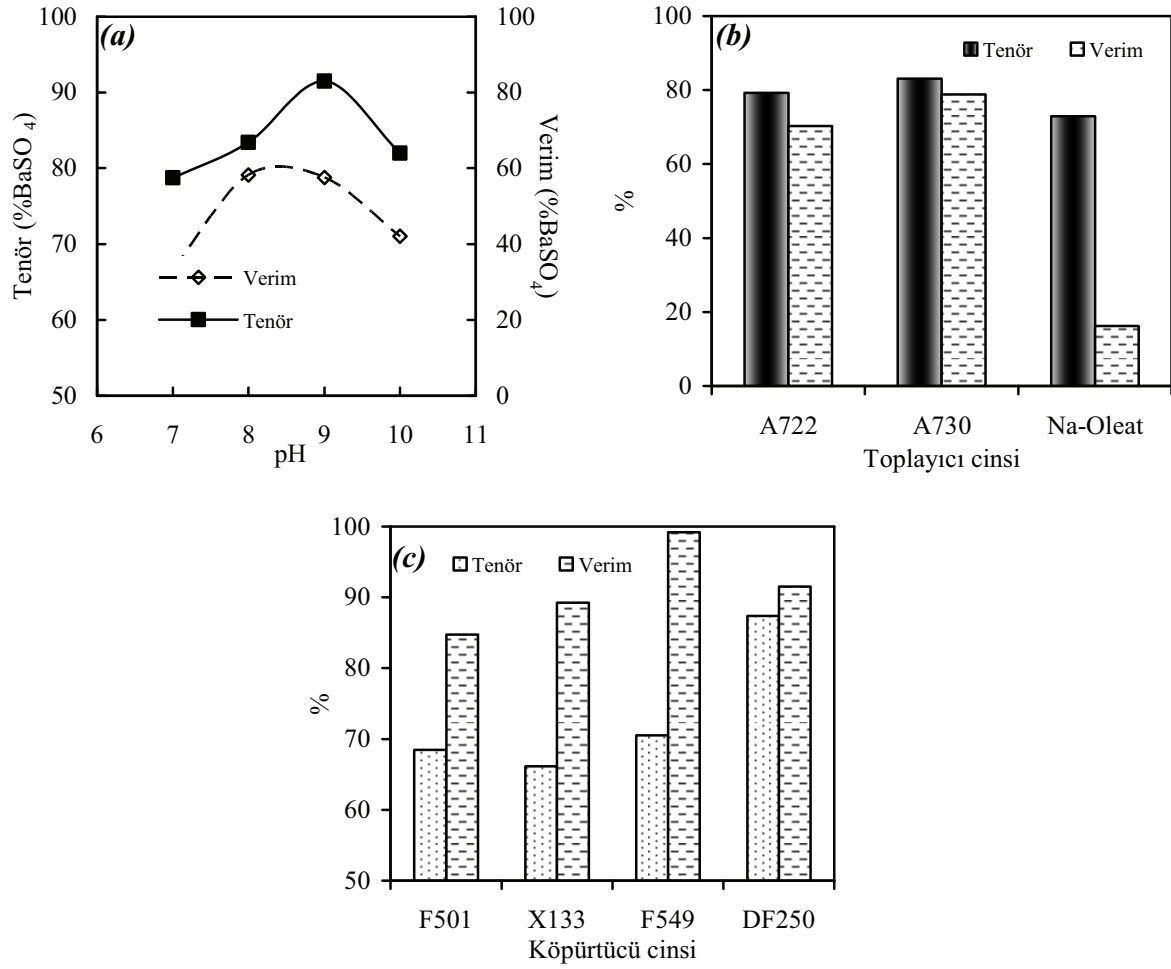
Şekil 3. A 730 ve A 730 + saf barit ile yapılan FTIR Spektrometri Analizi

### 3.3. Tane Boyutunun Barit Flotasyonuna Etkisinin Belirlenmesi

Mekanik taşıma ile tane boyutu, köpük derinliği arasındaki ilişkinin belirlenmesi amacıyla flotasyon deneyleri yapılmıştır. Farklı köpük derinlikleri ve tane boyutunda numuneler kullanılarak yapılan deneylerde, köpük derinliği arttıkça mekanik taşımanın etkisinin azaldığı, katı oranı arttıkça ise arttığı belirlenmiştir. Baritin serbestleşme boyutu 150  $\mu\text{m}$  olarak belirlenmiş ve -75+53  $\mu\text{m}$ , -53+38  $\mu\text{m}$  ve -38  $\mu\text{m}$  tane boyutları ile yapılan deneylerde Şekil 7'de görüldüğü gibi boyut küçüldükçe konsantre tenörünün düştüğü gözlenmiştir. Bunun muhtemel nedeninin, aynı miktarda kullanılan toplayıcının (200 g/t), boyut küçüldükçe artan yüzey alanını kaplamakta yeterli olmadığından dolayı olduğu düşünülmektedir (Subrahmanyam ve Forssberg, 1988).

### 3.4. Fiziksel Değişkenlerin Barit Flotasyonuna Etkisinin Belirlenmesi

Fiziksel değişkenler ile yapılan deneylerde, hava akış hızının Reynolds sayısı üzerine etkisi belirlenirken, karıştırma hızı da değiştirilmiş ve aynı zamanda pülpteki katı oranı da pülp yoğunluğunu ve pülp viskozitesini etkilemiştir. Bu durum göz önüne alınarak bahsi geçen değişken değerleri ile Eşitlik 2'den Reynolds sayısı ( $R_e$ ) hesaplanmıştır. Şekil 8'de de görüldüğü gibi Reynolds sayısı arttıkça pülp – köpük



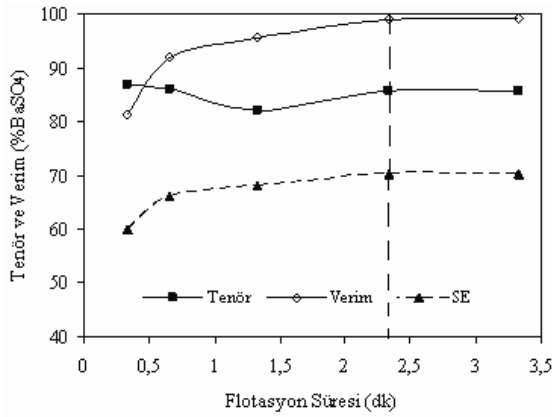
Şekil 4. pH'nın (a), toplayıcı cinsinin (b), köpürtücü cinsinin (c) barit flotasyonu üzerine etkisi.

Çizelge 1. Optimum Flotasyon Şartlarında Yapılan Flotasyon Deneyinden Elde Edilen Sonuçlar

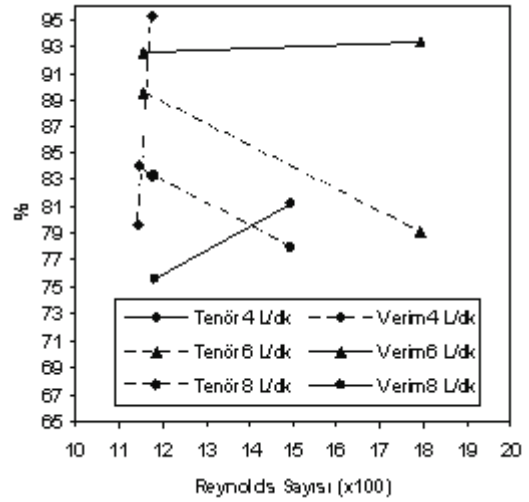
Ürünler	Ağırlık (%)	Tenör (% BaSO <sub>4</sub> )	Verim (% BaSO <sub>4</sub> )	Deney Şartları
Konsantre	67,87	92,59	99,04	pH 9 (NaOH); 5 dk
Artık	32,13	1,89	0,96	Dextrin, 20 g/t; 20 dk
Besleme	100,00	63,45	100,00	A 730, 200 g/t; 3 dk
				DF 250, 50 g/t; 1 dk
				%10 Katı oranı

arayüzeyinde oluşan dalgalanma artacağından, bu durumun mekanik olarak taşınan değersiz minerallerin artmasına ve buna bağlı olarak konsantre tenörünün düşmesine, viskozite arttıkça ise Reynolds sayısı küçüleceğinden

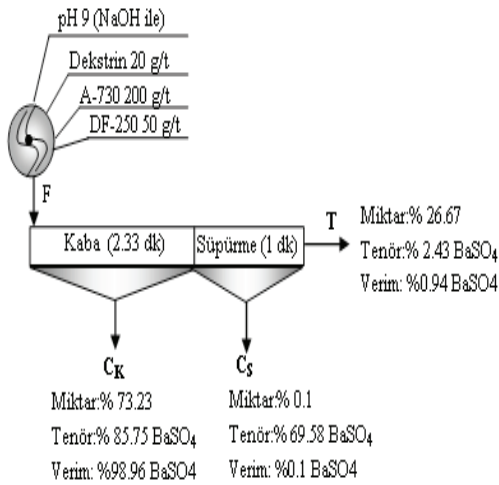
konsantreye gelmesi beklenen değerli mineral miktarının azalmasına ve konsantre veriminin düşmesine sebep olduğu görülmüştür (Çilek, 2006).



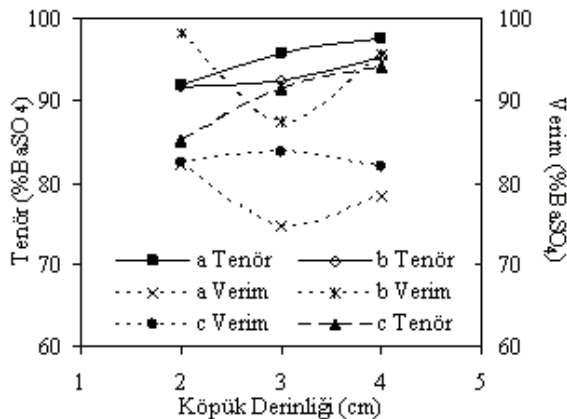
Şekil 5. Kinetik flotasyon deney sonuçları.



Şekil 8. Farklı hava akış hızı (Q<sub>a</sub>) ve 1,5 cm. köpük derinliğinde (T<sub>f</sub>) Reynolds sayısının flotasyon başarısına etkisi.



Şekil 6. Optimum flotasyon koşulları.



Şekil 7. -75+53 µm (a), -53+38 µm (b) ve -38 µm (c) tane boyutunda elde edilen köpük derinliği-tenör-verim ilişkisi.

#### 4. TARTIŞMA VE SONUÇ

Bu çalışma kapsamında, Kuyucak yöresinden alınan barit cevheri numunesi üzerinde bazik ortamda anyonik tip toplayıcı ile flotasyon deneyleri yapılmıştır. Bu deneylerden önce, FTIR spektrometri analizleri yapılarak toplayıcı cinsi ve hidrofobiklik derecesi arasındaki ilişki incelenmiş, buna göre hangi toplayıcının barit flotasyonu başarısı açısından daha etkin olduğu hakkında bir ön bilgi edinilmiştir. Bu ön bilgiyi destekleyici nitelikte olarak en uygun toplayıcı cinsi temas açısı ölçümleri ile elde edilen sonuçlarla da belirlenmiştir. Temas açısı ölçümleri deneylerinde baritin sıfır yük noktası dikkate alınarak çözeltiler hazırlanmıştır.

DeneySEL çalışmalarından elde edilen veriler ışığında, barit için %10 katı oranında optimum flotasyon şartları ve bu verilerden yararlanarak tane boyutu – köpük derinliği – mekanik taşıma arasındaki ilişki değerlendirilmiştir. Tane boyutu küçüldükçe mekanik taşımanın arttığı ve buna bağlı olarak konsantre tenörünün azaldığı, köpük derinliği arttıkça ise mekanik taşımanın azaldığı, konsantreye istenmeyen değersiz minerallerin taşınmasının engellendiği ve konsantre tenörünün arttığı belirlenmiştir. Geçmişte yapılan çalışmalarda tane boyutu, köpük derinliği, mekanik taşıma ayrı ayrı çalışma konusu olarak alınmış, söz konusu parametrelerin oksit flotasyonundaki etkisi bu çalışma kapsamında araştırılmıştır.



Optimum flotasyon şartlarında yapılacak bir deneyde birkaç aşama temizleme flotasyonu ya da doğrudan kolon flotasyonu yapılarak daha temiz bir konsantre elde edilebileceği düşünülmüştür. Bu deneyler laboratuvar ölçeğinde yapılmış olup, endüstriyel ölçeğe uygun olması için deneylerin yaklaşık % 30 – 35 katı oranında yapılması ve birkaç temizleme aşaması uygulanarak katı oranının mekanik taşıma üzerindeki etkisinin azaltılmasının daha uygun olacağı düşünülmektedir.

## TEŞEKKÜR

Bu çalışmada 05 YL 1152 nolu projeden maddi destek sağlayan SDU Bilimsel Araştırma Projeleri Yönetim Birimine teşekkür ederiz.

## KAYNAKLAR

Agar, G.E., 1987; "Simulation in mineral processing, Mineral processing design", NATO ASI Series E, No: 122, Martinus Nijhoff Pub., Dordrecht, 269-287.

Andrews, P. R. A. ve Collings, R. K., 1989; "Canadian silica resources for glass and foundry sand production: Processing studies at CANMET", International Journal of Mineral Processing, **25**, 311-317.

Çilek, E. C., 2006; "Mineral Flotasyonu", SDÜ Basımevi, Süleyman Demirel Üniversitesi Yayını, Isparta, 158.

Fuerstenau, M.C. ve Palmer, B.R., 1976; "Anionic flotation of oxides and silicates", Flotation A.M. Gaudin memorial, AIMME, New York, **1**,148-196.

Fuerstenau, M.C., 1995; "Oxide and silicate flotation", Flotation science and engineering, Marcel Dekker Inc., New York, 89-126 .

Martinez, E., 1975; "Application of new techniques in developing a barite flotation process", Transactions of the Society of Mining Engineers of AIME; **258(1)**, 27-30 .

Özer, H., 2007; "Oksit Flotasyonunda Tane boyutu, Hidrofobiklik, Köpük Yapısı ve Mekanik Taşıma Arasındaki İlişki", Yüksek Lisans Tezi,

SDÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta, 105.

Subrahmanyam, T.V. ve Forsberg, E., 1988; "Froth stability, particles entrainment and drainage in flotation", A review, International Journal of Mineral Processing, **23(1-2)**, 33-53 .

Zadowski, S. ve Smith, R. W., 1988; "Canadian Institute of Mining and Metallurgy", International Symposium on the Production and Processing of Fine Particles. Montreal, Quebec; 289-295.

Wills, B.A., 1997; "Mineral Processing Technology", 6<sup>th</sup> edn., Butterworth-Heinemann, Oxford, 284-316.