



TÜRKİYE BİLİMSEL VE
TEKNİK ARAŞTIRMA KURUMU

THE SCIENTIFIC AND TECHNICAL
RESEARCH COUNCIL OF TURKEY

**ÜLEKSİT VE KOLEMANİT TOZLARININ,
KALSİYASYON ÜRÜNLERİNİN VE BORAKS
PENTA HİDRATIN BRİKETLENMESİ**

YDABSAG-138
1997-1308

Yer Deniz Atmosfer Bilimleri ve
Çevre Araştırma Grubu

Earth Marine Atmospheric Sciences and
Environmental Researches Grant Group

TÜRKİYE BİLİMSEL VE TEKNİK ARAŞTIRMA KURUMU
YER-DENİZ-ATMOSFER BİLİMLERİ VE ÇEVRE
ARAŞTIRMA GRUBU
YDABÇAĞ - 138 No'lu PROJE

ÜLEKSİT VE KOLEMANİT TOZLARININ,
KALSİNASYON ÜRÜNLERİNİN VE BORAKS
PENTA HİDRATIN BRİKETLENMESİ

✓ YDABSAĞ-138 ✓
1997-1308

Proje Yürütücüsü : Prof. Dr. Gülhan ÖZBAYOĞLU
Araştırmacı : Prof. Dr. Yavuz TOPKAYA
Araştırmacı : Araş. Gör. Savaş ŞENER
Araştırmacı : Araş. Gör. Zeynep ÖZDEMİR

ODTÜ Maden
M. B1.
S-42
R-25
T_v, ~~R~~

Kasım, 1997 - ANKARA

ÖNSÖZ

Bu rapor Türkiye Bilimsel ve Teknik Araştırma Kurumu tarafından desteklenmekte olan YDABÇAĞ-138 no'lu projeden elde edilen bilgi ve sonuçları içermektedir.

Raporla ilgili bütün deneyler Orta Doğu Teknik Üniversitesi, Maden Mühendisliği Bölümü Cevher Hazırlama Anabilim Dalı Laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir.

Gösterdikleri yardımdan dolayı Türkiye Bilimsel ve Teknik Araştırma Kurumu'na şükranlarımızı sunarız.

Proje Yürütücüsü
Prof. Dr. Gülhan Özbayoğlu

Ankara, Kasım - 1997

ÜLEKSİT VE KOLEMANİT TOZLARININ, KALSİNASYON ÜRÜNLERİNİN VE BORAX PENTAHİDRATIN BRİKETLENMESİ

ÖZET

Dünyanın en büyük bor minerali rezervleri yurdumuzda bulunmaktadır. Çok az bilginin yayınlandığı, çoğunlukla gizliliğin hüküm sürdüğü bor piyasasında Türkiye'nin en büyük rakibi A.B.D'dir. Türkiye'nin bor piyasasındaki payını artırabilmesi için know-kow üretmesi ve yeni bor ürünleri piyasaya sürmesi gereklidir.

Bor minerallerinin madenciliği ve zenginleştirilmesi sırasında ortaya çıkan toz değerlendirilmemekte ve biriktirmektedir. Bu tozların ekonomiye kazandırılması için zenginleştirilmesi ve daha sonra tane boyunun artırılması gerekmektedir.

Etibank tarafından üretilen boraks pentahidrat (BPH) ürünü, kurutma işlemi sırasında bir miktar tozlanmakta ve satışı mümkün olmayan bu tozlar sisteme geri döndürülerek yeniden işleme sokulmaktadır.

Bu projede, satış sorunu olan toz konsantrelerin, onların kalsinasyon ürünlerinin ve BPH'in briketlenerek, piyasanın kabul edebileceği boyutta ürünlere dönüştürülmeleri amaçlanmıştır.

Bigadiç Müessesesinde üretilen toz üleksit ve kolemanit konsantreleri yeniden aşındırma yıkama ve eleme işleminden geçirilmiş ve +35 meş'lik kısım konsantre olarak alınmıştır. Bu konsantredeki tanelerin hepsi 28meş'in altına geçirildikten sonra briketleme işlemi uygulanmıştır.

Briketleme işleminde, önce saf numuneler üzerinde çalışılarak bağlayıcı cinsi ve basınç gibi parametrelerin briketlemeye etkileri incelenmiş, daha sonra toz konsantreler üzerinde çalışılmıştır. Toz konsantreler 8 ton (637 kg/cm²) basınç altında ve %10 sıcak suyla karıştırılmış, %5 borik asit veya boraksla briketlendiğinde, 105°C'de 2 saat kurutma sonucunda 100 kg'ın üstünde basma dayanımı veren briketlere dönüştürüldüğü bulunmuştur.

Toz üleksit konsantresi 300°C'de 60 dakika, toz kolemanit konsantresi de 600°C'de 90 dakika kalsine edildikten sonra kalsinler üzerinde briketleme çalışmaları yürütülmüştür. Her iki numune briketlenecek tozun ağırlığının %5'ioranındaki sıcak suyla karıştırılmış, %5 oranındaki borik asitle, 8 ton basınç altında briketlenerek, 100 kg'ın üstünde basınç dayanımına sahip yeni bir ürün ortaya konulmuştur.

BPH tozları, bünyelerinde içerdikleri 5 mol kristal suyu nedeniyle hiçbir bağlayıcıya gereksinim göstermeden, sadece basınç uygulamak suretiyle briketlenebilmiştir. 12 ton basınç (955 kg/cm²) uygulandığında, BPH'tan elde edilen briketin 100 kg'ın üstünde basma dayanımı gösterdiği ve 1.46-1.52 gr/cm³ yoğunluğa sahip olduğu bulunmuştur.

Üretilen briketlerin hava koşullarından etkilenmemesi için torbalar içinde piyasaya sürülmesi zorunludur.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖNSÖZ.....	ii
ÖZET.....	iii
1. GİRİŞ VE AMAÇ.....	1
2. BOR MİNERALLERİNİN ZENGİNLEŞTİRİLMESİ, KALSİNASYONU VE AGLOMERASYONU ÜZERİNE YAPILMIŞ ÇALIŞMALAR.....	2
2.1. BOR MİNERALLERİNİN ZENGİNLEŞTİRİLMESİ.....	2
2.2. BOR MİNERALLERİNİN KALSİNASYONU.....	5
2.3. BOR MİNERALLERİNİN AGLOMERASYONU.....	6
3. DENEYSEL.....	8
3.1. NUMUNELERİN KİMYASAL ANALİZLERİ.....	8
3.2. NUMUNELERİN MİNERALOJİK ANALİZLERİ.....	8
3.2.1. XRD Analizleri.....	8
3.3. MİKROSKOPİK İNCELEMELER.....	9
3.3.1. Üleksit Konsantresi.....	9
3.3.2. Kolemanit Numunesi.....	12
3.4. TGA ANALİZLERİ.....	12
3.4.1. Üleksit.....	12
3.4.2. Kolemanit.....	14
3.5. KOMPOZİT NUMUNELERİN KOMPLE KİMYASAL ANALİZLERİ VE FARKLI BOYLARDAKİ B ₂ O ₃ 'ÜN DAĞILIMI.....	14
3.6. KOMPOZİT NUMUNELERİN ZENGİNLEŞTİRİLMESİ.....	17
3.6.1. Üleksit Kompozit Toz Konsantresinin Temizlenmesi.....	17
3.7. BRİKETLEME DENEYLERİ.....	18
3.7.1. Yöntem.....	18
3.7.2. Kalsine Edilmemiş Saf Üleksitin Briketlenmesi.....	19
3.7.2.1. Saf Üleksitin Sadece Su İlavesiyle Briketlenmesi.....	19
3.7.2.2. Bağlayıcısız Briketlemede Basıncın Etkisi.....	20

3.7.2.3. Bağlayıcı İlavesiyle Saf Üleksit Tozunun Briketlenmesi.....	20
3.7.3. Kalsine Edilmemiş Saf Kolemanitin Briketlenmesi.....	22
3.7.3.1. Su İlavesiyle Kolemanitin Briketlenmesi.....	22
3.7.3.2. Bağlayıcı İlavesiyle Saf Kolemanit Tozunun Briketlenmesi.....	22
3.7.3.3. Briketleme Basıncının Etkisi.....	23
3.7.4. Bigadiç Üleksit Ve Kolemanit Konsantrelerinin Briketlenmesi.....	24
3.7.5. Kalsine Saf Üleksitin Briketlenmesi.....	25
3.7.5.1. Saf Üleksitin Kalsinasyonu.....	25
3.7.5.2. Kalsine Saf Üleksitin Sadece Su İlavesiyle Briketlenmesi.....	27
3.7.5.3. Saf Kalsine Üleksitin Suyla Briketlenmesinde Basıncın Etkisi.....	29
3.7.5.4. Saf Kalsine Üleksitin Briketlenmesinde Bağlayıcı Olarak Borik Asit Kullanımı.....	29
3.7.6. Kalsine Saf Kolemanitin Briketlenmesi	
3.7.6.1. Saf Kolemanitin Kalsinasyonu.....	30
3.7.6.2. Kalsine Saf Kolemanitin Sadece Suyla Briketlenmesi.....	30
3.7.6.3. Saf Kalsine Kolemanitin Borik Asitle Briketlenmesi.....	31
3.7.7. Kompozit Üleksit Numunesinin Briketlenmesi.....	31
3.7.7.1. Kalsine Kompozit Üleksit Numunesinin Suyla Briketlenmesi.....	32
3.7.7.2. Basıncın Kalsine Kompozit Üleksitin Briketlenmesine Etkisi.....	33
3.7.7.3. Kalsine Kompozit Üleksitin Borik Asitle Briketlenmesi.....	33
3.7.8. Kompozit Kolemanit Numunesinin Kalsinasyonu.....	34
3.7.8.1. Kalsine Kompozit Kolemanit Numunesinin Suyla Briketlenmesi.....	34
3.7.8.2. Kalsine Kompozit Kolemanitin Borik Asitle Briketlenmesi.....	34
3.8. BORAKS PENTAHİDRAT İLE YAPILAN ÇALIŞMALAR.....	35
3.8.1. Boraks Pentahidratın (BPH) Briketlenmesi.....	36
3.8.1.1. BPH'nin Briketlenmesinde Basıncın Etkisi.....	37
3.8.1.2. Basıncın BPH Briketlerinin Dökme Yoğunluğuna Etkisi.....	37
4. SONUÇLAR.....	39
5. KAYNAKLAR.....	41

3.7.2.3. Bağlayıcı İlavesiyle Saf Üleksit Tozunun Briketlenmesi.....	20
3.7.3. Kalsine Edilmemiş Saf Kolemanitin Briketlenmesi.....	22
3.7.3.1. Su İlavesiyle Kolemanitin Briketlenmesi.....	22
3.7.3.2. Bağlayıcı İlavesiyle Saf Kolemanit Tozunun Briketlenmesi.....	22
3.7.3.3. Briketleme Basıncının Etkisi.....	23
3.7.4. Bigadiç Üleksit Ve Kolemanit Konsantrelerinin Briketlenmesi.....	24
3.7.5. Kalsine Saf Üleksitin Briketlenmesi.....	25
3.7.5.1. Saf Üleksitin Kalsinasyonu.....	25
3.7.5.2. Kalsine Saf Üleksitin Sadece Su İlavesiyle Briketlenmesi.....	27
3.7.5.3. Saf Kalsine Üleksitin Suyla Briketlenmesinde Basıncın Etkisi.....	29
3.7.5.4. Saf Kalsine Üleksitin Briketlenmesinde Bağlayıcı Olarak Borik Asit Kullanımı.....	29
3.7.6. Kalsine Saf Kolemanitin Briketlenmesi	
3.7.6.1. Saf Kolemanitin Kalsinasyonu.....	30
3.7.6.2. Kalsine Saf Kolemanitin Sadece Suyla Briketlenmesi.....	30
3.7.6.3. Saf Kalsine Kolemanitin Borik Asitle Briketlenmesi.....	31
3.7.7. Kompozit Üleksit Numunesinin Briketlenmesi.....	31
3.7.7.1. Kalsine Kompozit Üleksit Numunesinin Suyla Briketlenmesi.....	32
3.7.7.2. Basıncın Kalsine Kompozit Üleksitin Briketlenmesine Etkisi.....	33
3.7.7.3. Kalsine Kompozit Üleksitin Borik Asitle Briketlenmesi.....	33
3.7.8. Kompozit Kolemanit Numunesinin Kalsinasyonu.....	34
3.7.8.1. Kalsine Kompozit Kolemanit Numunesinin Suyla Briketlenmesi.....	34
3.7.8.2. Kalsine Kompozit Kolemanitin Borik Asitle Briketlenmesi.....	34
3.8. BORAKS PENTAHİDRAT İLE YAPILAN ÇALIŞMALAR.....	35
3.8.1. Boraks Pentahidratın (BPH) Briketlenmesi.....	36
3.8.1.1. BPH'in Briketlenmesinde Basıncın Etkisi.....	37
3.8.1.2. Basıncın BPH Briketlerinin Dökme Yoğunluğuna Etkisi.....	37
4. SONUÇLAR.....	39
5. KAYNAKLAR.....	41

1. GİRİŞ VE AMAÇ

İnsanların besin maddeleri dışında hemen hemen her tüketim alanına girmiş olan bor çok gelişmiş ekonomilerin önemli bir hammaddesidir. Doğada serbest halde bulunmayan bor oksijenle birleşerek bor tuzları şeklinde veya silikatlar halinde bulunur. Doğada 200'e yakın bor bileşikleri bulunmaktaysa da bunlardan ticari değere haiz bor minerallerinin sayısı azdır ve bazıları aşağıda gösterilmiştir.

Mineral	Kimyasal Formülü	B ₂ O ₃ (%)	H ₂ O (%)	Bulunduğu Yer
Tinkal	Na ₂ B ₄ O ₇ .10H ₂ O	38,5	17,2	Kırka, A. B.D. Arjantin
Kernit	Na ₂ B ₄ O ₇ .4H ₂ O	51,0	26,4	A.B.D., Arjantin
Kolemanit	Ca ₂ B ₆ O ₁₁ .5H ₂ O	50,8	21,9	Emet, Bigadiç, Kestelek, A.B.D., Meksika
Üleksit	NaCaB ₅ O ₉ .8H ₂ O	43,0	35,6	Bigadiç, A.B.D.
Probertit	NaCaB ₅ O ₈ .5H ₂ O	49,6	25,6	A.B.D.
Szaybelit	MgBO ₂ (OH)	41,4	10,7	Kazakistan, Çin
Pandermit	Ca ₄ B ₁₀ O ₁₈ .7H ₂ O	49,8	18,1	Sultançayır
Datolit	Ca ₂ B ₄ Si ₂ O ₁₂ .2H ₂ O	26,7	5,6	Doğu Rusya Kazakistan
Sasolit	H ₃ BO ₃	56,3	43,7	İtalya,
Göl Suları				A.B.D., Şili, Bolivya

Dünya görünür bor rezervlerinin 489 milyon ton B₂O₃ içeren 1140 milyon ton ham cevhere eşdeğer olduğu saptanmıştır. Bu değerlere mümkün ve muhtemel rezervler de eklendiğinde toplam rezervin 1303 milyon ton B₂O₃ içeren 3199 milyon ton cevhere ulaştığı bilinmektedir. Bu rezervlerin yaklaşık %62'si Türkiye'de, %16'sı ise A.B.D.'dir.

Dünya bor mineralleri üretiminde Türkiye birinci sırada bulunmakta ise de rafine bor bileşiklerinde ikinci sırada yer almaktadır.

Bor minerallerinin çoğu bazı uygulamalarda direkt olarak kullanılabilmesine rağmen üretilen miktarın çok büyük kısmı içerdikleri empüritelerin sınırlamaları nedeniyle zenginleştirilmekte ve tesislerde işlenerek yüksek katma değerli rafine bor bileşiklerine dönüştürülmektedir. Yaygın olarak üretilen rafine bor bileşikleri boraks dekahidrat (BDH) ve pentahidrat (BPH), susuz boraks, borik asit, susuz borik asit, sodyum perborat tetrahidrat ve sodyum perborat monohidrattır.

Bor bileşiklerinin kullanım alanları dünyada bölgelere göre değişim göstermektedir. Avrupa bor bileşikleri tüketimi en fazla deterjan sanayiinde olduğu halde, Japonya'da tekstil fiberlerinde, A.B.D.'nde ise izolasyon fiberlerindedir.

Türkiye'de bor minerallerinin madenciligi, zenginleştirilmesi ve rafine bor bileşiklerinin üretimi Etibank'a bağlı 5 müessese tarafından gerçekleştirilmektedir. Örneğin Etibank Bigadiç İşletmesinde kapalı ve açık ocak yöntemleriyle üretilen üleksit ve kolemanit cevheri aynı yıkama tesisinde değişimli olarak yıkanmaktadır. Bu amaçla tüvenan cevher 125 mm'nin altına kırılarak ayrı ayrı cevher ıslatma havuzuna gönderilmekte ve 16-24 saat bekletilerek kilin yumuşaması sağlanmaktadır. Daha sonra trommel eleklerde yıkanan cevherlerin iri kısmı ayrılmakta, ince kısım ise yeniden yıkanarak -0,2 mm'lik kısmı siklonlar yardımıyla göletlere atılmaktadır. 3-0,2 mm'lik kısım ise klasifikatörden geçirilerek stoklanmaktadır. Sonuçta yıkama tesisinden 125/100-3 mm iri ve 3-0,2 mm boyutlu ince konsantreler elde edilmektedir. İri kısmın satışında tenör ve boyut yönünden herhangi bir sorun yokken, 3 mm'nin altındaki ince konsantre hem tenör, hem de boyut açısından satışta yeterli olmamaktadır.

Kırka'da üretilen BDH ve BPH'nin üretim yönteminde kilinden ayrılmış tinkal konsantresi önce 98°C'deki sıcak ana çözeltide çözüldürülmektedir. Çözünmeyen taneler elekten elenerek, inceler ise tikinerlerde flokülasyon yöntemiyle çöktürülerek ayrılmakta, daha sonra doygun çözelti filtrelerden geçirilerek berrak solusyon vakum kristalizatörlerinde kontrollü olarak soğutulmaktadır. 64°C'nin üzerinde yapılan kristalizasyonda BPH, daha düşük sıcaklıklarda ise BDH elde edilmektedir. Elde edilen kristal lapası santrifüjlenerek kurutulmakta ve elenip paketlenerek pazarlanmakta veya susuz boraks eldesinde kullanılmaktadır (Özbayoğlu, Poslu 1991).

Kristal suyu içeren BDH ve BPH kurutulurken nem ve kristal suyunun bir kısmını kaybederek tozlaşmaktadır. İnce boraks tozlarının muhafazası ve satışı zordur.

Bu çalışmanın amacı satışı sorun olan ince konsantrelerin, onların kalsinasyonu sonucu elde edilen yüksek B₂O₃ tenörlü kalsine ürünlerinin ve BPH'un tozlarının briketlendirilerek yeni granül bor ürünlerine dönüştürülmesidir.

2. BOR MİNERALLERİNİN ZENGİNLEŞTİRİLMESİ, KALSİNASYONU VE AGLOMERASYONU ÜZERİNE YAPILMIŞ ÇALIŞMALAR

2.1. BOR MİNERALLERİNİN ZENGİNLEŞTİRİLMESİ

Bor minerallerinin zenginleştirilmesi çalışmaları yurtiçinde yoğun olarak ele alınmıştır. Dokuz Eylül Üniversitesinde Etibank Kırka Boraks İşletmesinden üretilen %23,30 B₂O₃ tenörlü ham cevher ve konsantratörden elde edilen 1-6 mm tane iriliğindeki kaba ve -1 mm tane boyutundaki ince konsantreler üzerinde zenginleştirme çalışmaları yürütülmüştür (Sönmez, 1994). İri ve ince konsantrelerin tenörleri sırasıyla % 32,50 B₂O₃ ve %34,21 B₂O₃'tür. İri konsantreden önce karıştırma-yıkama işlemleriyle kilin uzaklaştırılmasına çalışılmış ve bu şekilde konsantre tenörünü daha arttırmanın mümkün olup olmayacağı araştırılmıştır. Tinkalin sudaki çözünürlüğünün fazla oluşu nedeniyle, zenginleştirme işlemleri sırasında yıkama suyu olarak doygun çözelti kullanılmıştır. 600 d/d karıştırma hızında, 25 dakikalık bir

karıştırma sonucunda kilin uzaklaştırılmasıyla %83 B₂O₃ randımanı ile % 36,11 B₂O₃ içeren bir konsantre üretilmiştir.

Tinkal cevherinin zenginleştirilmesi amacıyla aynı üniversitede yapılan çalışmalar ise flotasyon, dekrepitasyon ve çözeltiye alma-flokülasyon-killerin çöktürülmesi işlemlerini kapsamaktadır.

Flotasyon deneylerinde önce numune kilinden arındırılmıştır. R-801 ve R-825 reaktiflerinin 1750'şer gram/ton kullanıldığı ve pH=9-9,5'ta yapılan flotasyon deneylerinden %35,46 B₂O₃ içeren konsantre üretmek mümkün olmuştur. Fakat randıman % 35,5 gibi düşük bir seviyede kalmıştır.

Yine aynı çalışmada tinkalin çözeltiye alınması için halen Kırka'da uygulanmakta olan konsantrenin çözündürülmesine alternatif olarak doğrudan cevherin çözünmesi denenmiştir. Yapılan çalışmalar 98°C'de, 12 dakikalık bir süre içinde cevherdeki B₂O₃'ün tamamının çözeltiye geçtiği bulunmuştur. Çözeltiden kilin üç kademeli flokülasyonla çöktürülmesi ve temiz B₂O₃ çözeltisinin kazanılmasının %92,41 randımanla mümkün olduğu gösterilmiştir. Bununla beraber, cevherin doğrudan çözündürülmesi işleminde, üç kademeli flokülasyonla kilin uzaklaştırılması için, konsantrenin işlenmesinde sarfedilen flokülant miktarının 7,4 katı civarında bir flokülant ilavesi gerekmektedir.

İ.T.Ü.'sinde yine Kırka tinkal cevheri üzerinde laboratuvar ve pilot çapta yapılan bir araştırmada, karıştırarak dağıtma ve tamburla aktararak dağıtma + karıştırarak dağıtma işlemleriyle ifade edilen zenginleştirme işlemleri uygulanmıştır. (Ünal ve ark., 1994). Karıştırarak dağıtma deneyleri sonucunda %35,27 B₂O₃ içerikli bir tinkal konsantresinin %88,12 randımanla elde edilebildiği gösterilmiştir. Aktararak dağıtma + karıştırarak dağıtma işlemleri sonucunda ise % 35,83 B₂O₃ tenörlü konsantre % 89,71 randımanla üretilmiştir.

İ.T.Ü.'sinde Kırka cevherindeki killer üzerinde yapılan diğer bir çalışmada mekanik dağılmanın dolomit içeren killere tek başına etkili olmadığı, mekanik etkinin yanında suda çözünebilir organik maddelerin ilavesinin killerin dağılmasını arttırdığı bulunmuştur. Laboratuvar çaplı deneyler, yıkama çözeltisindeki %5 aseton veya %10'luk üre konsantrasyonunun konsantre tenörünü, 15 dakika süreyle %50 katı/sıvı oranındaki karıştırmada %5 civarında artırdığını göstermiştir (Bulutçu ve ark., 1988).

Tinkal kilinin pelet flokülasyonu yöntemiyle ayrılması üzerine laboratuvar ve pilot çapta yapılan bir araştırmada laboratuvarda %98'lik teknolojik verimle gerçekleştirilen kilin uzaklaştırılması işlemi pilot çaptaki deneylerde %85 verimle yapılabilmektedir (Türkay ve ark., 1986) (Taneri, 1988). Flokülasyon işleminde Nadarfloc 9007 flokülantı kullanılmıştır.

Göletlere atılan ince malzemedeki kolemanit ve üleksitin kurtarılması amacıyla Hacettepe Üniversitesinde bir araştırma yürütülmüştür. (H.Ü., 1991). Buna göre göletteki malzemenin tenörü % 16 B₂O₃ civarında olup, mekanik dağıtma sonucu toplam malzemenin %4,6'sının + 1 mm boyutunda ve %34,79 B₂O₃ tenöründe, %32'sinin -1+0,295 mm boyutunda ve %33,71 B₂O₃ tenöründe olduğu görülmüştür. Mekanik dağıtma sonucu atılan kısım ise toplam malzemenin %63,4'ünü içermekte olup, %15,41 B₂O₃ tenörü sahiptir. 2. Göletten de benzer sonucun alındığı bu çalışmada mekanik dağıtma yönteminin tek başına bir bor konsantresi üretmede yetersiz olduğu bulunmuştur.

+0,295 mm'lik fraksiyona Permroll tipi manyetik ayırıcı veya elektrostatik ayırıcı uygulanmış, fakat her iki ayırma sisteminde de malzemenin kurutulmasına gereksinim duyulduğundan ekonomik bir zenginleştirmeye imkan bulunamamıştır.

Yine +0,295 mm'lik fraksiyondan ısı işlemler ile konsantre üretimine çalışılmış; ancak 500-600°C'de %30 gibi düşük bir verimle konsantrede yeterli tenöre ulaşılabilmektedir. Bu işlemde de yüksek enerji tüketimi nedeniyle endüstriyel bir uygulamaya imkan görülmemiştir.

Aynı çalışma kapsamında yürütülen gravite ayırma yöntemlerinden sallantılı masa ile zenginleştirme deneyleri, bor mineralleri ile gang mineralleri arasındaki özgül ağırlık farkının az olması nedeniyle başarılı sonuçlar vermemiştir. Fakat, malzeme 200°C sıcaklığı ısıtıldıktan sonra üleksit mineralinin özgül ağırlığındaki düşüğe dayanarak -1 mm + 0,295 mm tane boyutunda üleksit ile kil mineralleri ayrılabilmiştir. Fakat kolemanit mineralinde herhangi bir zenginleşme meydana gelmemiştir.

Hacettepe Üniversitesinin araştırması hiçbir yöntemin tek başına olumlu sonuç vermediğini, ama karışım halinde göletlerde bulunan üleksit ve kolemanitin kilden yıkanarak ayrılmasından sonra dekrepitasyon-gravite yöntemi ile üleksitin ayrı olarak kazanılmasının mümkün olduğunu, ancak üleksit miktarının az olması nedeniyle yöntemin ekonomik görülmediğini ortaya koymuştur.

Yine Bigadiç ve Kestelek bor artıklarından kolemanit mineralinin kazanılmasına dönük olarak İ.T.Ü.'de yapılan araştırmalarda karıştırarak dağıtma (aşındırmalı yıkama) ve yaş eleme işlemleri, jig ve sarsıntılı masa, elektrostatik ayırma, flotasyon ve ısı işlemler gibi zenginleştirme yöntemleri uygulanmıştır (Kaytaç, 1986). Araştırmaya konu teşkil eden Bigadiç bor artıkları %29,5 B₂O₃ içerikli -3+0,2 mm tane boyutlu tozlar, %22,1 B₂O₃ içerikli -0,2 mm şlam havuzu numunesi ve yine aynı boyutlu Kestelek numuneleridir. Yapılan çalışmalar, karıştırılmalı yıkama ve yaş eleme sonucunda ancak ön konsantrelerin üretilebileceğini ortaya koymuştur.

Aynı numuneler üzerinde yapılan jig ve sarsıntılı masa deneyleri olumsuz, ön konsantrelerin elektrostatik ayırıcı ile tekrar zenginleştirilmesi ise olumlu neticeler vermiştir. Bu yöntemle % 35 B₂O₃ içerikli -3+0,2 mm boyutlu ön konsantrenin tenörü %39,6 B₂O₃'e yükseltilebilmiştir. Fakat bütün bu işlemler sonucundaki B₂O₃ kazanım randımanı, başlangıç toz veya şlam numunesi bazında oldukça düşük olmaktadır.

Bor minerallerinin flotasyonla zenginleştirilmesi üzerine yapılan bilimsel çalışmalarda kolemanit-kalsit ayırımı için alkil sülfonatlar, naftanik asit ve gaz yağı emülsiyonu, dodesil amin hidroklorür gibi toplayıcılar denenmiş ve olumlu sonuçlar alınmıştır (Yarar, 1974; Çelik, 1993). Ayrıca kolemanit ve boraks minerallerinin zeta potansiyel ölçümleri yapılmış ve kolemanitin pH 10,5 ve boraksın ise 9,3'te sıfır yük noktası verdiği bulunmuştur.

Kolemanit flotasyonunda diollerin de etkilerini ortaya koyan bir çalışmada 2,3 dihidroksinaftalan kullanılmış ve olumlu neticeler alınmıştır (Ayok, 1975).

Flotasyon yönteminin Bigadiç kolemanit artıklarının zenginleştirilmesine olan uygulanabilirliğinin tesbiti için yapılan çalışmada, mekanik dağıtma sonucu alınan -1 mm'lik ürünün tamamı -0,295 mm tane boyutuna öğütülmüş ve -0,038 mm'lik fraksiyonu şlam olarak siklonla atılarak -0,295+0,038 mm'lik kısmı flotasyona tabi tutulmuştur. Bu fraksiyondan %90 verimle, %37 B₂O₃ tenörlü konsantre üretilebilmiştir. İki aşamalı yüzdürmenin uygulandığı bu deneylerde R-825, R-845 ve oleik asit kombinasyonları kullanılmıştır (H.Ü. 1991).

Yine killlerinden arındırılmış kolemanit artıkları üzerine yapılan başka bir flotasyon çalışmasında R-825, R-801 ve Hoechst F 698 reaktiflerini kullanmak suretiyle %41,4 B₂O₃ tenörlü bir konsantrenin %75,2 B₂O₃ randımanla elde edilebileceği gösterilmiştir (Kaytaç, 1986).

Tinkal cevherinin flotasyonla zenginleştirilmesi amacıyla yapılan bir çalışmada, %34,8 B₂O₃'lük bir konsantrenin elde edilebildiği, fakat randımanın %40'ın altında olduğu gösterilmiştir (Aytekin, 1988).

2.2 BOR MİNERALLERİNİN KALSİNASYONU

Bilindiği gibi tüm hidrathlı bor mineralleri belli sıcaklıklarda bünyelerindeki kristal sularının tamamını veya bir kısmını vererek, birbirinden farklı yapısal değişmelere maruz kalırlar.

Kalsinasyon sırasında, kolemanit gibi bazı mineraller bünyelerindeki kristal sularını aniden şiddetle bırakırken, kristal örgüsünde oluşan iç gerilimin etkisiyle parçalanıp, toz haline gelirler. Bu yapısal değişime **dekrepitasyon** denir.

Üleksit gibi bazı bor mineralleri ise, kalsinasyon sırasında kristal sularını bünyelerinden aşamalı olarak bırakırlar ve parçalanmadan, daha gözenekli bir yapıya dönüşürler.

Üleksit ve kolemanitin kalsinasyon özellikleri incelenmiş, bunların ışığında kalsinasyon yöntemiyle kolemanit ve üleksit minerallerinin birbirlerinden ayrılması olanakları ODTÜ Maden Mühendisliği Bölümünde araştırılmış ve iki yöntem önerilmiştir (Şener, Özbayoğlu, 1995) (Şener, Özbayoğlu, 1994).

Birinci yöntemde göre, karışık haldeki mineraller 450°C'de 30 dakika süreyle kalsine edilmektedir. Bu esnada kolemanit dekrepite olmakta, üleksit ise sert bir yapıya dönüşmektedir. 0,210 mm'lekten elenen kalsine üründen kolemanit elek altına geçerken, üleksit elek üstünden %96,63 randımanla elde edilmektedir.

İkinci yöntemde ise üleksit-kolemanit karışımı 240°C'de ve 60 dakika süreyle kalsinasyona tabi tutulmaktadır. Kalsine edilmiş karışım yarı-otojen bir ortamda öğütülerek üleksitin tane boyutu küçültülmüş ve 0,210 mm'lik elekten elenerek üleksit elek altından alınmıştır. Kalsine olmamış iri kolemanit ise %98,43 randımanla elek üstünden elde edilmiştir.

Kırkada üretilen %24,05 B₂O₃ tenörlü tinkal cevherinin kalsinasyon özelliklerinin incelendiği bir çalışmada tane boyutunun, sıcaklığın, kalsinasyon süresinin ve fırına besleme hızının kalsine ürünün tenör ve randımanına olan etkileri incelenmiştir. (Batar ve ark., 1995). Bu çalışmada, Kırkadaki yaş yöntem yerine kalsinasyon yönteminin uygulanmasının, yüzlerce ar'lık atık su göletlerine olan gereksinimi ortadan kaldıracığı, elde edilen kalsine ürünün tenör ve empürite yönünden yaş yöntemine göre daha kaliteli olduğu öne sürülmüştür.

Kırkadaki tinkal cevherinin dekrepitasyonu üzerine yapılan diğer bir çalışmada dekrepitasyon sonucunda tinkalin suyunu kaybederek, patlamış mısır görünümünde, gevrek, kolay ufalanabilir bir hal aldığı, killerin ise pişerek daha da sertleştiği görülmüştür (Sönmez, 1994). 0,210 mm'lik bir elekten elenen, 550°C'de 15 dakika süreyle dekrepitasyona uğramış tinkaldeki toplam kilin %80'i uzaklaştırılabilmektedir. Bu yöntemle üretilen kalsine ürünün

%98,8'i çözeltiye alınabilmekteyse de dekrepitasyona uğramış cevherin toz problemi yaratacağı ve nakliyede sıkıntılar doğuracağı ileri sürülmüştür.

Yine kolemanit+üleksit minerallerinin dekrepitasyonu üzerine yapılan bir çalışmada kolemanit için optimum dekrepitasyon şartları 500°C'de, 15 dakika olarak tesbit edilmiş ve 0,5-19 mm aralığında, tane boyutunun önemi olmadığı bulunmuştur. Üleksit ise dekrepitasyona uğramamakla birlikte yapısında bir çökme meydana geldiği görülmüştür. (Çelik ve ark., 1994).

Kolemanitin laboratuvar çapta kalsinasyon koşullarının saptanması üzerine yapılan bir çalışmaya göre, 500°C'de yapılan kalsinasyon işleminde, kalsinasyon süresinin kullanılan fırın tipine bağlı olduğu, akışkan yatak için süre 20 dakika iken, sabit yataklı fırınlarda 150 dakikaya uzadığı gösterilmiştir. Her iki fırında siklonlarda toplanan ürünün B₂O₃ içeriğinin %50'leri aştığı bulunmuştur (Eriç ve ark., 1987).

Kestelek kolemanitinin dekrepitasyonu ile kimyasal oksijen ihtiyacının (KOİ) giderilmesi üzerine yapılan bir araştırmada, 500-600°C sıcaklık aralığının dekrepitasyon için uygun olduğu, kalsinasyon süresince ortamdaki oksijen miktarının yeterli tutulması gerektiği ve KOİ'nin %0,3'ün altına düşürülebilmesi için ortama çok az Ca(NO₃)₂ eklenmesinin yeterli olduğu, dekrepitasyon sonunda, değişen katı yoğunluklarından yararlanarak fırın çıkışına gravimetrik zenginleştirme uygulamasının mümkün olduğu ve dekrepite kolemanitin taşıma, stoklama yönünden kompaktlanması gerektiği vurgulanmıştır (Ayok ve ark., 1993).

Dünya'da da bor minerallerinin differensiyel termal analizleri, kalsinasyon çalışmaları üzerine yapılmış çalışmalar ve alınmış patentler mevcuttur (Allen, 1957) (Griswold, 1970) (Davies, 1991).

Bozadzhiev (1978) kolemanitin kalsinasyonu sırasında 380 ve 650°C'de iki endotermik olayın olduğunu ve bunlardan ilkinin hidrosilasyon, diğerinin ise sinterlenmeden kaynaklandığını belirtmiştir.

Bondars (1981) ise kolemanitin kalsinasyonu esnasında 400°C'de aniden bünyesindeki kristal suyunu atarak, patlayıp, toz haline geldiğinden bahsetmiştir.

Allen (1957) tarafından kolemanit ve üleksitin Differensiyel Termal Analizi (DTA) yapılmıştır. Buna göre kolemanit 270°C'de endotermik reaksiyona başlamakta ve 350 ile 400°C arasında şiddetle patlayarak dekrepite olmaktadır. Üleksit ise endotermik reaksiyona 70 ile 90°C'de başlamakta ve 190 ile 200°C'de en yüksek orana ulaşmaktadır. Allen ayrıca bu çalışmasında DTA ile üleksit-kolemanit karışımına pratik olarak yarı nicesel analiz hesaplamaları yapmıştır. Kolemanit için alınan bir patentte ise kolemanit 350°C'de kalsinasyon yoluyla zenginleştirilmiş ve hava siklonu yardımıyla kalsine kolemanit tozları diğer mevcut safsızlıklardan ayrılmıştır (Griswold, 1970).

2.3. BOR ÜRÜNLERİNİN AGLOMERASYONU

Kalsinasyon sırasında bor minerallerinden bir kısmı dekrepitasyona uğrayarak toz haline dönüşmektedirler. Benzer nedenle, kristal suyu içeren boraks dekahidrat ve boraks pentahidrat kurutulurken, nem ve kristal suyunun bir kısmını kaybederek tozlaşmaktadır. Toz halindeki bu

ürünlerin muhafazası, nakliye ve pazarlanması sorun yaratmaktadır. Briketleme, peletleme veya kompaktlaştırma yöntemleriyle gerçekleştirilen aglomerasyon işlemi toz ürünlerin tane boyutunu arttırmak amacıyla uygulanmaktadır.

Kolemanit tozlarının aglomerasyonu üzerine yapılan ilk çalışma 1972'de ODTÜ Maden Mühendisliği Bölümünde gerçekleştirilmiştir (Erten ve ark., 1972) Buna göre kolemanit tozları, kalsine edilmeden aglomerasyona tabi tutulduğunda yeterli basınç ve mukavemet göstermedikleri, bir ısısal işlemden geçirildikten sonra aglomere edilmelerinin gerekliliği ortaya çıkmıştır. Aksi halde fırına konan numuneler kristal sularını kaybettiklerinden toz haline gelmişlerdir.

Önceden 500°C'de kalsine edilmiş kolemanit tozlarından bağlayıcı ilavesiyle veya yalnızca su ilavesiyle üretilen briket ve peletlerin ise 650°C'de tekrar bir ısısal işlemden geçirildikten sonra tanelerin sinterleşmesi ve amorflaşması sonucunda yüksek basınç dayanımı gösterdikleri tesbit edilmiştir. Kalsinasyon sonrası numunenin tane boyutunun 100 meşin altına indirilmesi, briket dayanımını olumlu yönde etkilemiştir.

Ağırlığının hemen hemen yarısı su olan boraks dekahidratın (BDH) taşınım sorunu nedeniyle diğer boraks hidratlarla piyasada rekabet sorunu bulunmaktadır. Bu amaçla kalsinasyona tabi tutulan BDH'tan tozlar oluşmaktadır. Kompaktlaşma yöntemi ile istenilen tane boyutlarında, taşınması ve kullanımı kolay, tozlaşmayan, kekleşmeyen granüller üretmek amacıyla TÜBİTAK-MAM Kimya Mühendisliği Grubu tarafından yapılan bir araştırmada önce BDH ve BPH'nin dehidrasyonu 60-220°C'de 0-12 saat süreyle incelenmiştir (Kocakuşak ve ark. 1994). BDH ve BPH ile yapılan bu dehidrasyon çalışmalarında %60 B₂O₃ içeren dehidrate ürün amaçlanmıştır. Çalışmalar, her sıcaklıkta dehidrasyonunun mümkün olduğunu, 140°C'den sonra hızlandığını ve B₂O₃ yüzdesine ulaşılabilirdiğini göstermiştir. BDH ilk beş mol suyunu kolay kaybetmekte, bu kademedeyen sonra BPH gibi dehidrate olmaktadır. Ancak BDH'tan üretilen dehidrate toz ürünlerinin dökme yoğunlukları daha az olmaktadır.

Düşük dökme yoğunluklu bu toz ürünler daha sonra çok az nem veya bağlayıcı bir madde ile hidrolik briket presinde kompaktlanmıştır. Üretilen kompaktların hacimleri ve ağırlıkları tesbit edilmiştir. Kompaktlama çalışmalarında, kompaktlama süresinin kompaktlama boşluk oranına fazla etkili olmadığı, kompaktlama basınç ve süresi arttıkça kompaktın dayanıklılığının arttığı belirlenmiştir. Kompaktlama çalışmalarında boraksın içerdiği su miktarının bağlayıcı görevi yaptığı bulunmuştur. Kompaktlama çalışmalarında 1-5 ton/cm² basınç altında yürütülmüştür. Farklı B₂O₃ içerikte üretilen granüllerin 0,5-50 kg arasında yüke dayandıkları bulunmuştur.

Herhangibir yazılı bilgi olmamasına karşın Şili'de üleksit tozlarının flotasyonla zenginleştirilmesi sonucu %30 B₂O₃ içeren bir konsantrenin üretildiği ve daha sonra bu ürünün kalsine edilerek %38-39 B₂O₃ tenörlü kalsine ürünün piyasada satıldığı Etibank yetkilileri tarafından bildirilmiştir. Satılan ürünün aglomerasyonu için herhangi bir işlemin yapılmadığı, ama sinterlenmeden dolayı tanelerin belirli bir boyut kazandıkları belirtilmiştir.

3. DENEYSEL

3.1. NUMUNELERİN KİMYASAL ANALİZLERİ

Projeye esas teşkil edecek numunelerin temini için Etibank Bigadiç Bor İşletmesine gidilmiş ve çeşitli ocaklardan gelmiş ve yıkama tesisinden geçirilerek üretilmiş ve stoklanmış (3-0,2) mm boyutlu toz üleksit ve kolemanit konsantrelerinden numuneler alınmıştır.

Öncelikle üretilen toz konsantrelerin tenörlerinin tesbiti için kimyasal analizleri yapılmıştır. Çizelge-1'de toz konsantrelerin B_2O_3 içerikleri gösterilmiştir.

Çizelge-1: Tesiste Üretilmiş ve Stoklanmış 3-0,2 mm Boyutlu Toz Konsantrelerin Tenörleri

Ocak veya Stok İsmi	% B_2O_3
Üleksit-Acep-Günevi	26,71
Üleksit-Acep	23,22
Üleksit-Karışık	24,29
Üleksit-Karışık	25,00
Kolemanit-Simav	34,00
Kolemanit-Avşar	28,93
Kolemanit-Avşar-Simav	29,27
Kolemanit-Tülü	26,24

Çizelge-1'den görüldüğü gibi tesiste üretilen toz konsantrelerin tenörleri düşük olup, üleksit için tenörlerin %23 ile 26 B_2O_3 arasında değiştiği, kolemanit için ise tenörün %26 ve 34 B_2O_3 civarında olduğu görülmektedir. Projeye esas teşkil edecek numunenin seçiminde tek bir ocağa bağlı kalmak yerine, çeşitli ocakların toz konsantrelerinin karışımından oluşturulacak bir kompozit numune üzerinde çalışılmasının daha uygun olacağı düşünülmüştür. Bu amaçla hazırlanan kompozit numune üzerinde çalışmalar yürütülmüştür. Kompozit numunenin komple kimyasal analizinin yapımı devam etmektedir.

3.2. NUMUNELERİN MİNERALOGİK ANALİZLERİ

3.2.1. XRD Analizleri

Kompozit toz konsantreler üzerinde gerçekleştirilen XRD analizleri üleksit numunesinde üleksit ($NaCaB_5O_9 \cdot 8H_2O$), kolemanit ($Ca_2B_6O_{11} \cdot 5H_2O$), meyerhofferit ($Ca_2B_6O_{11} \cdot 7H_2O$), kalsit ve jips minerallerinin varlığını göstermiştir. Kolemanit toz konsantresinde ise bor mineralleri olarak kolemanit ve meyerhofferit tesbit edilmiş, safsızlık olarak ise simektit (kil mineralleri), jips, kuvars ve kalsit bulunmuştur. Her iki numunede çeşitli kil minerallerinin

varlığı bilinmekteyse de kil tiplerinin tesbiti için numunenin özel ön işlemlerden geçirilmesi gerektiğinden XRD’de tesbit edilememişlerdir.

XRD’de tesbit edilen minerallerin yaklaşık dağılımları ise şöyledir:

Üleksit Numunesi: % 40-45 üleksit, %20-25 kolemanit,
%5-10 meyerhofferit, %10-15 kalsit,
% 5 jips

Kolemanit Numunesi: % 40-50 kolemanit, %15-20 kalsit,
% 15-25 simektit, % 5 kuvars, % 5 jips,
% 5 meyerhofferit

Şekil 1 ve 2’de üleksit ve kolemanit toz konsantrelerinin XRD grafikleri gösterilmiştir.

3. 3. MİKROSKOPİK İNCELEMELER

3.3.1. Üleksit Konsantresi: Üleksit + Kolemanit + Kalsit + Meyerhofferit + Jips + ve Kil-Mineralleri

Numune içinde izlenen **üleksit** taneleri numunenin büyük kısmını oluşturmaktadır. Üleksit taneleri genelde çok ince lifli yapılı kristal demetlerinden oluşmaktadır. Üleksit liflerinin ara ve çatlakları kil-mineralleri (smektit) tarafından doldurulmuş ve üleksit taneleri kil-mineralleri tarafından sıvanmıştır. Üleksit tanelerinin boyutları birkaç yüz mikron ile birkaç mm arasında değişmektedir. Üleksitin az bir kısmı da killi-kireçtaşı (marn) parçaları ile kenetli ve bunların çatlaklarında izlenmiştir.

Kolemanit: Genelde serbest halde izlenmektedir. Kolemanit taneleri üleksite göre daha çok az oranda kil-mineralleri tarafından sıvanmış ve çatlak-dilinimleri kil-mineralleri tarafından doldurulmuştur.

Killi-Kireçtaşı (Marn): Değişik boyutlarda ve çok ufak kalsit kristalleri ile kil-minerallerinden oluşmaktadır. Mikrolitik kireçtaşı (marn) parçaları çoğunlukla serbest halde izlenmekte, ancak çok az parça ile kenetli üleksit ve kolemanit tanesi bulunmaktadır.

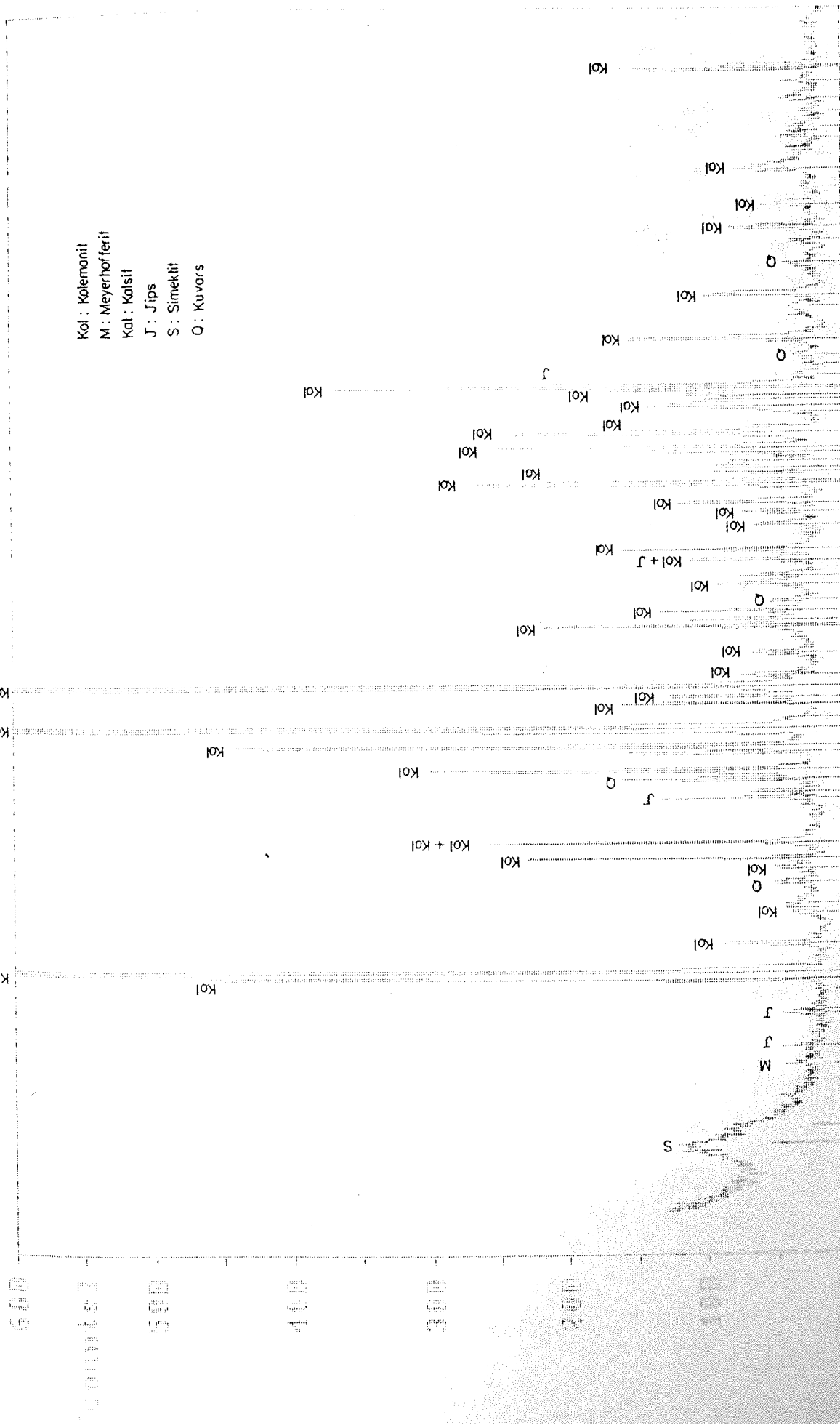
Kil-Mineralleri: Üleksit konsantresi içinde kolemanit konsantrisine göre daha çok fazla miktarda gözlenmektedir. Kil-mineralleri üleksiti hemen tamamen sıvamakta, üleksit ve diğer bor tuzlarının (kolemanit, meyerhoffenit) çatlak ve dilinimlerini doldurmaktadır. Ayrıca killi-kireçtaşı (marn) parçaları içinde de kil-mineralleri bulunmaktadır. Kil-mineralleri bor-tuzlarını sıvadıkları için, bazen bu minerallerin ince kesitte saptanması güçleşmektedir. Sıvama şeklindeki kil-mineralleri yıkanarak, bir kısmı bor-tuzlarından ayrılabilir.

Jips: Az miktarda ve serbest taneler halinde izlenmektedir. Jips levhacıklarının dilinim ve çatlaklarında da çok az kil-mineral dolguları gözlenmektedir.

Biyotit: Çok az miktarda ufak pulcuklar halinde bor-tuzları (kolemanit) ve marndan oluşan bir tane içinde gözlenmiştir.

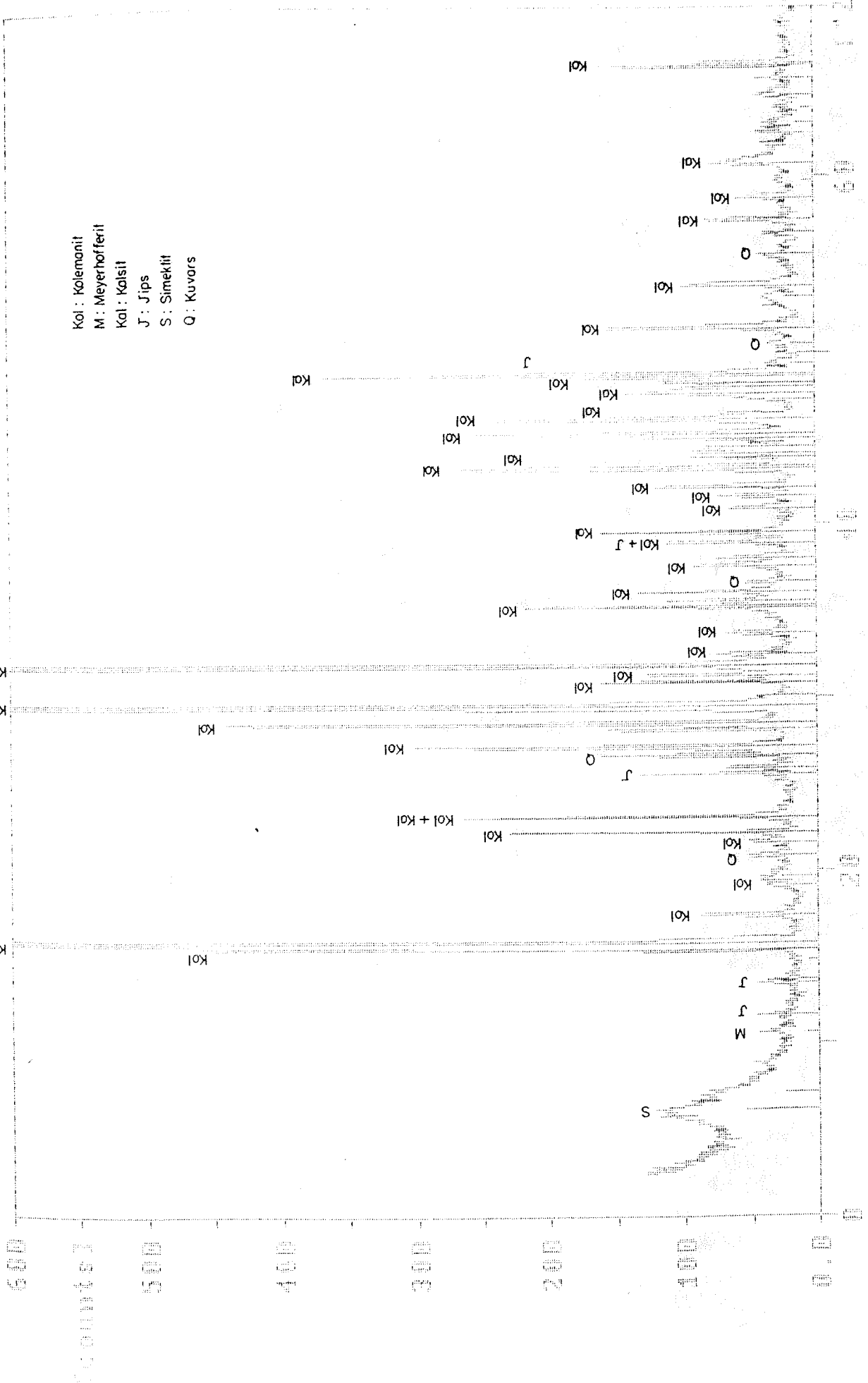
16-04-1995 9:48

Sample Identification: 2301



16-06-1995 9:10

Sample Identification: 2301



Kol : Kolemanit
 M : Meyerhofferit
 Kal : Kalsit
 J : Jips
 S : Simeklit
 Q : Kuvars

600
 500
 400
 300
 200
 100
 0

Kol

Kol

Kol

Kol + Kol

Kol

Kol

Q

Kol

Kol

J

Q

Kol + J

Kol

Q

Kol

Kol

Kol

Kol

Kol

Kol

Kol

Kol

J

Kol

Kol

Kol

Kol

Kol

Kol

Kol

Kol

Q

Q

Kol

Counts

3.3.2. Kolemanit Konsantresi (Kolemanit+Killi-Kireçtaşı (marn) + Üleksit + Jips + Kuvars + Horblend (amfibol))

Kolemanit; en fazla izlenen mineraldir. Kolemanit taneleri genelde serbest halde bulunmaktadır. Kolemanit kristallerinin ara, çatlak ve dilinimleri kil-mineralleri tarafından doldurulmuş ve bazı taneler kısmen kil-mineralleri tarafından sıvanmıştır. Kolemanit konsantresi içindeki kil-mineralleri miktarı üleksit konsantresine göre çok daha azdır. Kil-mineralleri sıvanması ince kesitte bor-tuzlarının tanınmasını ve tayininide güçlendirmektedir.

Killi-Kireçtaşı (Marn): Parçaları çok ufak boyutlardaki kalsit-kristalleri ile kil-minerallerinden oluşmaktadır. Marn parçalarının çok büyük kısmı serbest halde izlenmektedir. Bu kayaç parçalarının boyutları da birkaç yüz mikron ile birkaç mm arasında değişmektedir. Ancak bazı marn parçaları içinde bununla kenetli bor-tuzları izlenmektedir.

Üleksit: Çok az miktarda ve serbest halde izlenmektedir. Lifli kristallerden oluşan üleksit parçalarının kristalleri arasında da kil-mineralleri dolgu ve sıvamaları bulunmaktadır.

Jips-Anhidrit: Çok az miktarda ve serbest taneler halinde gözlenmektedir. Bu minerallerin kristal ara, dilinim ve çatlaklarında da yer yer çok az kil-mineralleri bulunmaktadır.

Kuvars: Çok az miktarda, kenetli haldeki çok ufak kristal topluluklarından oluşan parçalar halinde kısmen serbest halde, çok azıda bor-tuzları ve marn parçaları ile kenetli halde gözlenmektedir.

Hornblend: Çok ufak bir tane halinde ve serbest halde izlenmiştir. Hornblend belki boyatit pulcukları gibi sedimantasyon ortamına detritik malzeme halinde akarsularla taşınarak gelmiştir.

Sonuç: Kolemanit konsantresi içinde, üleksit konsantresine göre çok daha az miktarda kil-mineralleri bulunmaktadır. Buna karşılık kolemanit konsantresinde daha fazla marn (kireçtaşı) (kil) parçası bulunmaktadır. Kolemanit konsantresinde de, üleksit konsantresi gibi bor-tuzlarının çok büyük kısmı ile jips-anhidrit serbest halde bulunmaktadırlar.

3.4. TGA ANALİZLERİ

3.4.1. Üleksit

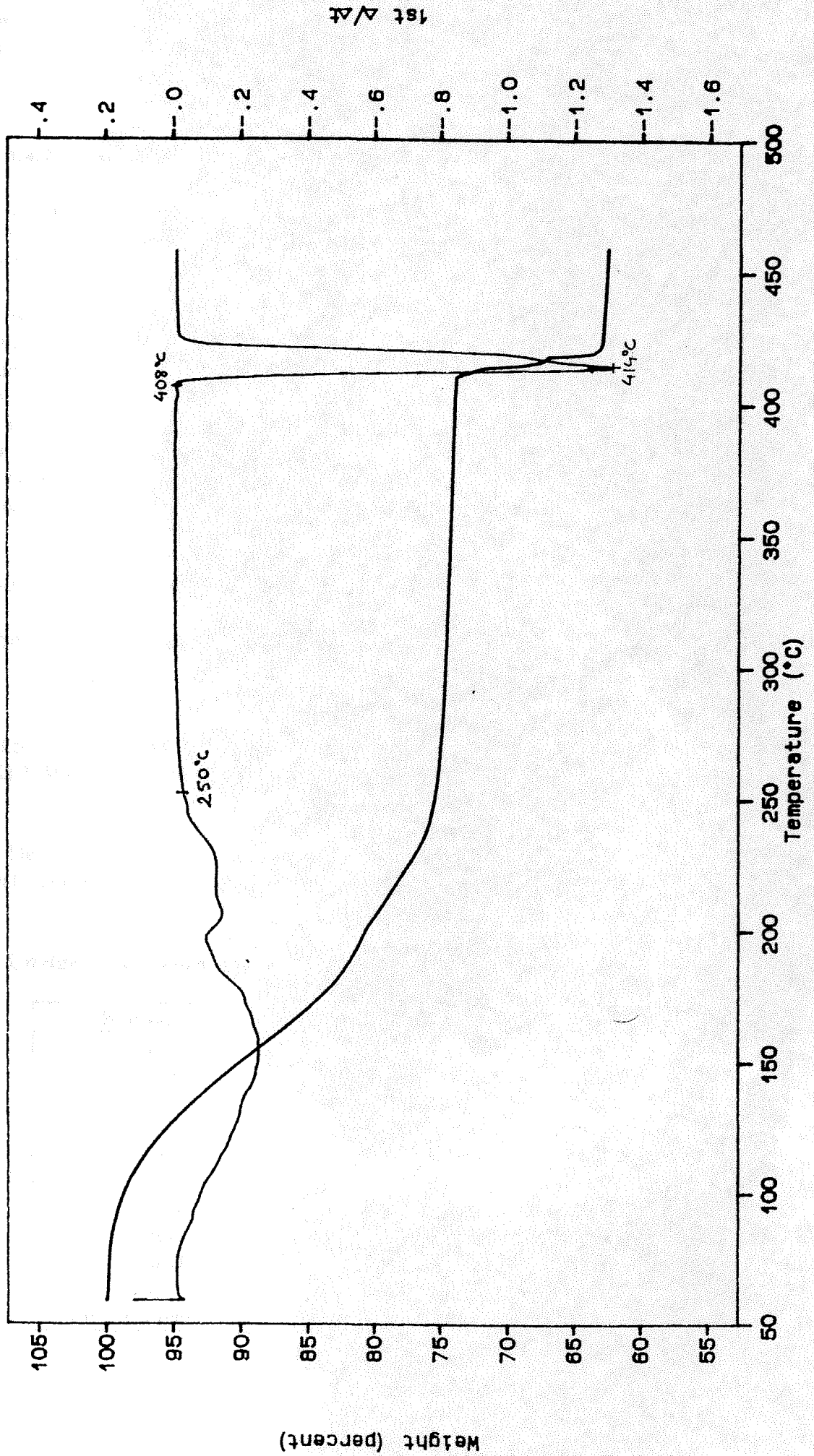
-3 mm boyutundaki orijinal kompozit üleksit numunesinde yapılan termogravimetrik (TG) ve differential termal analiz (DTA) sonuçlarına göre iki pik serisi gözlenmektedir.

Grafiğin 70°C'den başlayarak 250°C civarında son bulan ilk kısmı numunedeki %15-16 nem ve numunenin yaklaşık %50'sini oluşturan üleksit mineralinin dehidrasyonundan kaynaklanan ağırlık kaybına tekabül etmektedir. Bu işlem sonunda numuneden %25 civarında su atılmıştır. 200°C civarında görülen pik üleksitin endotermik reaksiyon derecesini göstermektedir. Grafiğin ikinci kısmında ise yaklaşık 408°C'den başlayarak 414°C'de maksimum hızına ulaşan kolemanite ait keskin bir pik gözlenmiştir. Kolemanit bu sıcaklık

TGA 1500

SMPL ID : ulexite
RUN ID : 1.2
SIZE : 90.539 MG
OPERATOR: s sener

DATE RUN: Jan/06/1996
GAS 1 : air
GAS 2 : wet sample
COMMENT : -3 mm composite



civarında dehidrasyona uğrayarak şiddetle patlayıp dekrepite olmaktadır. Bulgular literatürle uyum içerisinde. Şekil 3'te üleksitin TGA grafiği gösterilmiştir.

3.4.2. Kolemanit

-3 mm boyuttaki orijinal kompozit kolemanit numunesinde yapılan termogravimetrik (TG) ve differential termal analiz (DTA) sonuçlarına göre üç adet dehidrasyon pik serisi gözlenmiştir.

İlk seri yaklaşık 70°C den başlayıp 200°C civarında biten ve fiziksel su ve üleksitin bünye suyunun atılmasından kaynaklanan pik serisidir. Bu işlemde yaklaşık %12 ağırlık kaybı gözlenmiştir. İkinci seride ise yaklaşık 335 ve 355°C de iki pik serisi gözlenmiştir. Ani ve keskin olan bu pikler kolemanitin karakteristik pikinde gözlenen tip gibi, bu mineralin dehidrasyonu sırasında şiddetle patlayarak dekrepite olduğunu göstermektedir. Aynı numunede yapılan XRD analiz sonuçlarının ışığı altında bu pik serisinin muhtemelen meyerhofferitin dehidrasyonundan kaynaklandığı sanılmaktadır. Allen (1957) meyerhofferitin endotermik reaksiyon derecesini 265°C olarak vermiştir.

Üçüncü pik ise 403°C civarından başlayarak 430°C de maksimum dehidrasyon hızının gözlemlendiği kolemanitin dehidrasyon pikidir.

Şekil 4'te kolemanitin TGA grafiği gösterilmiştir.

3.5. KOMPOZİT NUMUNELERİN KOMPLE KİMYASAL ANALİZLERİ VE FARKLI BOYUTLARDAKİ B₂O₃'ÜN DAĞILIMI

Deneylere esas teşkil eden kompozit üleksit ve kolemanit numunelerinin komple kimyasal analizleri Çizelge-2'de verilmiştir.

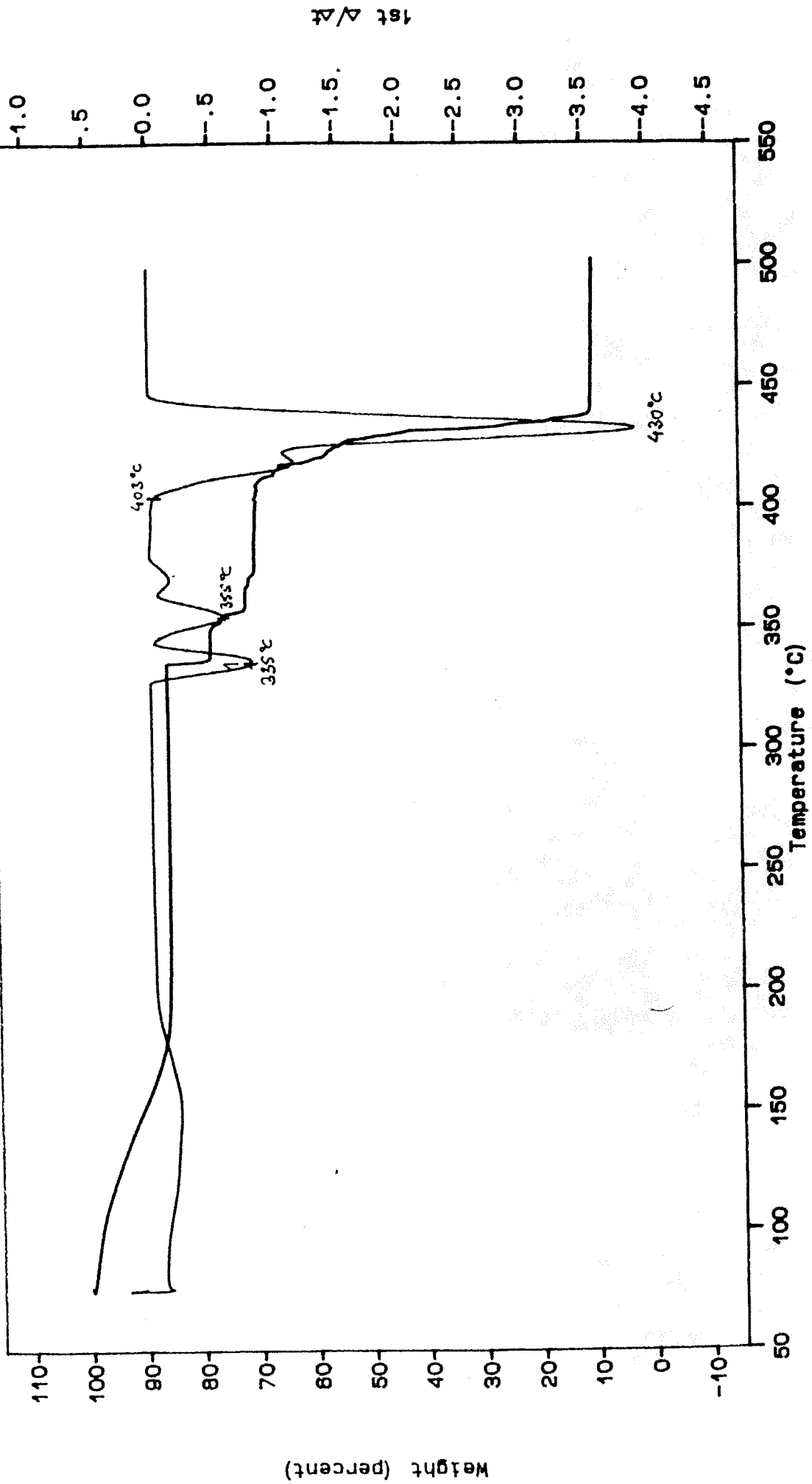
Çizelge-2: Kompozit Numunelerin Komple Kimyasal Analizleri

Bileşikler, %	Kolemanit	Üleksit
B ₂ O ₃	29,41	25,38
SiO ₂	13,36	13,70
Al ₂ O ₃	0,51	0,57
Fe ₂ O ₃	0,21	0,08
TiO ₂	-	-
SrO	1,08	1,08
CaO	26,21	16,87
MgO	3,83	6,04
Na ₂ O	0,45	5,00
K ₂ O	0,11	0,82
Kızdırma Kaybı (950°C)	25,17	29,71

TGA 1500

SMPL ID : colemanite
RUN ID : 1.5
SIZE : 34.251 MG
OPERATOR: s sener

DATE RUN: Jan/06/1996
GAS 1 : air
GAS 2 : wet sample
COMMENT : -3 mm composite



Çeşitli tane boyutlarında B_2O_3 tenörünün dağılımını görmek ve belirli bir boyutunun atılarak tenörde bir artışın olup olmayacağını tesbiti için yaş elek analizi gerçekleştirilmiştir. Çizelge -3 ve 4'te üleksit ve kolemanite ait yaş elek analizi neticeleri gösterilmiştir.

Çizelge 3- Üleksit Numunesi Yaş Elek Analizi

Elek Açıklığı (meş)	Ağırlık		% B_2O_3	B_2O_3 Dağılımı	
	%	$\Sigma\%$		%	$\Sigma\%$
+14	42,44	42,44	31,31	55,7	55,7
-14+20	12,05	54,49	27,31	13,8	69,5
-20+28	7,92	62,41	24,64	8,2	77,7
-28+35	6,59	69,00	22,28	6,2	83,9
-35+48	2,99	71,99	19,87	2,5	86,4
-48+65	1,84	73,83	19,39	1,5	87,9
-65+100	1,43	75,26	17,68	1,0	88,9
-100+150	1,33	76,59	16,97	0,9	89,8
-150+200	2,72	79,31	12,09	1,4	91,2
-200	20,69	100,00	10,19	8,8	100,0
Toplam (Hesapla)	100,0	-	23,87	100,0	-

Çizelge 4- Kolemanit Numunesi Yaş Elek Analizi

Elek Açıklığı (meş)	Ağırlık		% B_2O_3	B_2O_3 Dağılımı	
	%	$\Sigma\%$		%	$\Sigma\%$
+14	26,1	26,1	35,76	34,5	34,5
-14+20	14,3	40,4	35,43	18,7	53,2
-20+28	14,2	54,6	32,27	16,9	70,1
-28+35	7,8	62,4	32,60	9,4	79,5
-35+48	7,4	69,8	30,19	8,3	87,8
-48+65	4,4	74,2	28,65	4,7	92,5
-65+100	2,5	76,7	26,56	2,5	95,0
-100+150	3,5	80,2	17,92	2,3	97,3
-150+200	4,4	84,6	4,12	0,7	98,0
-200	15,4	100,0	3,67	2,0	100,0
Toplam (Hesapla)	100,0	-	27,06	100,0	-

Çizelge 3 ve 4'te görüldüğü gibi iri tanelerde B_2O_3 yüzdesi %30'un üstüne çıkmakta ve tane boyutu düştükçe B_2O_3 tenörü azalmaktadır. Bunun nedeni tesiste atılmayan killerin yıkanarak ince fraksiyonlara gitmesinden kaynaklanmaktadır.

Elek analizinden hesap yoluyla şu neticelere varmak mümkündür.

Eğer üleksit toz konsantresi 28 meşlik elekten elenerek, elek altına geçen kısım atılırsa %62,41 ağırlık verimiyle ve %77,7 B₂O₃ randımanı ile, %29,69 B₂O₃ tenörlü bir ürün elde edilebilecektir. Bu ayırımın 35 meş'ten yapılması halinde ise tenör %28,98 B₂O₃'e düşecek, ağırlık verimi ve B₂O₃ randımanı sırasıyla %69 ve %83,9 olacaktır.

Kolemanit toz konsantresinde ise durum aşağıdaki gibi özetlenebilir.

Ayırım 35 meş'ten yapıldığı takdirde, %62,4 ağırlık verimiyle, %79,5 B₂O₃ randımanlı bir ürün %34,5 B₂O₃ tenörü ile üretilen olacaktır.

Ayırım 48 meş'ten yapıldığında ise ağırlık verimi ve randıman sırasıyla %69,8 ve %87,8 olacak ve tenör ise %34 B₂O₃ 'te kalacaktır.

Elek analizinden çıkarılan bu neticeler toz konsantrelerde yapılacak bir aşındırma yıkama işleminin briketlemeye baz teşkil edecek konsantrelerin üretimine imkan vereceğini göstermektedir.

3.6.KOMPOZİT NUMUNELERİN ZENGİNLEŞTİRİLMESİ

3.6.1. Üleksit Kompozit Toz Konsantresinin Temizlenmesi

Toz üleksit konsantresinde hedef % 30 B₂O₃ civarında bir tenöre erişmek olduğu için, kompozit üleksit toz numunesi aşındırma yıkama işlemiyle temizlenmiştir. Yıkama işlemi 28 ve 35 meş'lik elekler kullanılarak yapılmış ve +35 meş'lik elek fraksiyonu konsantre olarak alınmıştır.

Çizelge 5. Üleksit Kompozit Numunesi Aşındırma-Yıkama Sonuçları

Elek Açıklığı (meş)	% Ağırlık	% B ₂ O ₃	% Randıman
+28	51,89	30,28	65,82
-28+35	7,36	24,33	7,50
-35	40,75	15,62*	26,68
Toplam	100,00	23,87	100,00

* Hesap yoluyla bulunmuştur

Görüldüğü gibi +35 meş'lik fraksiyon üleksit konsantresi olarak alındığında %29,54 B₂O₃ tenörlü ürün %73,32 randımanla üretilmektedir. Bu netice yaş elek analizi sonucuna göre beklenenden randıman bakımından düşük, ama tenör yönünden ise daha iyi sonuç vermiştir.

Kolemanit toz konsantresinden yapılan aşındırma-yıkama işlemi sonuçları da Çizelge-6'da verilmiştir.

Eğer üleksit toz konsantresi 28 meşlik elekten elenerek, elek altına geçen kısım atılırsa %62,41 ağırlık verimiyle ve %77,7 B₂O₃ randımanı, %29,69 B₂O₃ tenörlü bir ürün elde edilebilecektir. Bu ayırımın 35 meş'ten yapılması halinde ise tenör %28,98 B₂O₃'e düşecek, ağırlık verimi ve B₂O₃ randımanı sırasıyla %69 ve %83,9 olacaktır.

Kolemanit toz konsantresinde ise durum aşağıdaki gibi özetlenebilir.

Ayırım 35 meşten yapıldığı takdirde, %62,4 ağırlık verimiyle, %79,5 B₂O₃ randımanlı bir ürün %34,5 B₂O₃ tenörüyle üretilebilecektir.

Ayırım 48 meşten yapıldığında ise ağırlık verimi ve randıman sırasıyla %69,8 ve %87,8 olacak ve tenör ise %34 B₂O₃ 'te kalacaktır.

Elek analizinden çıkarılan bu neticeler toz konsantrelerde yapılacak bir aşındırma yıkama işleminin briketlemeye baz teşkil edecek konsantrelerin üretimine imkan vereceğini göstermektedir.

3.6.KOMPOZİT NUMUNELERİN ZENGİNLEŞTİRİLMESİ

3.6.1. Üleksit Kompozit Toz Konsantresinin Temizlenmesi

Toz üleksit konsantresinde hedef % 30 B₂O₃ civarında bir tenöre erişmek olduğu için, kompozit üleksit toz numunesi aşındırma yıkama işlemiyle temizlenmiştir. Yıkama işlemi 28 ve 35 meş'lik elekler kullanılarak yapılmış ve +35 meş'lik elek fraksiyonu konsantre olarak alınmıştır.

Çizelge 5. Üleksit Kompozit Numunesi Aşındırma-Yıkama Sonuçları

Elek Açıklığı (meş)	% Ağırlık	% B ₂ O ₃	% Randıman
+28	51,89	30,28	65,82
-28+35	7,36	24,33	7,50
-35	40,75	15,62*	26,68
Toplam	100,00	23,87	100,00

* Hesap yoluyla bulunmuştur

Görüldüğü gibi +35 meş'lik fraksiyon üleksit konsantresi olarak alındığında %29,54 B₂O₃ tenörlü ürün %73,32 randımanla üretilebilmektedir. Bu netice yaş elek analizi sonucuna göre beklenenden randıman bakımından düşük, ama tenör yönünden ise daha iyi sonuç vermiştir.

Kolemanit toz konsantresinden yapılan aşındırma-yıkama işlemi sonuçları da Çizelge-6'da verilmiştir.

Çizelge-6: Kolemanit Kompozit Numunesi Aşındırmalı-Yıkama Sonuçları

Elek Açıklığı (meş)	% Ağırlık	% B ₂ O ₃	% Randıman
+28	50,99	34,66	65,31
-28+35	10,48	31,91	12,73
-35	38,53	15,42	21,96
Toplam	100,00	27,06	100,00

Çizelgeden görüldüğü gibi aşındırmalı-yıkama işlemi sonucu +35 meş'lik farksiyonda % 78,04 randımanla, % 34,36 B₂O₃ tenörlü kolemanit konsantresi elde edilmektedir. Bu sonuçlar, yaş elek analizi sonucu elde edilen neticenin hem tenör hem de randıman yönünden benzeridir.

3.7. BRİKETLEME DENEYLERİ

3.7.1. Yöntem

Briketleme deneyleri öncelikle kalsine edilmemiş ve -28meş'e öğütülmüş saf üleksit ve kolemanit numuneleri üzerinde yürütülmüştür. 28 meş'in altına öğütülmesinden amaç, daha iri kısmın briketlenmeden pazarlanabileceği, flotasyon vb. işlemlerden çıkan konsantrelerin de ince boyutu olacağından böyle seçilmiştir. Öğütülen numunelerin tane dağılımı Çizelge-7'de verilmiştir.

Çizelge-7: Toz (saf) Kolemanit ve Üleksit Numunelerinin Elek Analizi

Elek Açıklığı (meş)	Üleksit		Kolemanit	
	% Ağırlık	Σ % Ağırlık	% Ağırlık	Σ % Ağırlık
-28+35	31,57	31,57	20,96	20,96
-35+48	10,08	41,65	8,24	29,20
-48+65	13,44	55,09	12,75	41,95
-65+100	11,74	66,83	12,73	54,68
-100+150	13,39	80,22	25,83	80,51
-150+200	11,77	91,99	15,69	96,20
-200	8,01	100,00	3,80	100,00
Toplam	100,00	--	100,00	--

Briketleme çalışmalarında önce hiçbir bağlayıcı kullanmadan sadece numuneyi nemiyle birlikte briketler yapılmıştır; daha sonra bağlayıcı ilavesiyle deneylere devam edilmiştir.

Briketleme işlemlerinde aşağıdaki parametrelerin briket dayanımına olan etkileri incelenmiştir.

1. Bağlayıcısız briket üretimi
2. Nem (su) miktarının etkisi
3. Bağlayıcı cinsi ve miktarının etkisi
4. Briketleme basıncının etkisi
5. Kurutma derecesinin ve süresinin etkisi

Briketleme işlemlerinde 4 cm çapında, paslanmaz çelikten yapılmış silindir şeklindeki kalıplar kullanılmıştır. Deneylerde numunenin tipine ve kalsine olup olmamasına bağlı olarak yaklaşık 50-100 gr civarında numune kullanılmıştır. Belirli miktarda su ile nemlendirilen, bağlayıcı ilavesiyle veya bağlayıcısız iyice karıştırılan numune kalıplara doldurularak 200 ton kapasiteli Tinius Olsen Standard Super L tipindeki bir hidrolik preste istenilen basınçta briketlenmiştir. Ham briketler açık havada veya etüvde belirli bir süre kurutulmuş, daha sonra basma dayanımları ölçülmüştür. Bu ölçümde silindir şeklindeki briketler, eğik yani yan yüzeylerinden yüklenmişlerdir. Radyal yöndeki bu kırma yükü, silindir briketin çekme (tensile) kuvveti olarak ifade edilmiştir.

$$\sigma = 2P/DL$$

σ : Çekme Kuvveti (kg/cm²)

P: Kırma Yükü (kg)

D: Briketin Çapı (cm)

L: Briketin Yüksekliği (cm)

D (4 cm) ve L (\approx 3 cm) sabit oldukları için çekme kuvveti yerine kırma yükü basınç dayanım karşılaştırmalarında esas olarak alınmıştır. 100 kg'ın üstündeki dayanım yeterli kabul edilmiştir.

Briketleme deneylerinde optimum koşullar tesbit edildikten sonra üretilen briketlerin üzerinde aşınma indisinin tayini için tambur testi ve hava koşullarına dayanımı için suya dayanım testi uygulanmıştır. Aşınma indisinde istenen % 5'in altında bir aşınmadır. Suya dayanımda istenen 1 saatlik suyla temastan sonra bozulmadan şeklini koruma ve belirli bir dayanım göstermedir.

3.7.2. Kalsine Edilmemiş Saf Üleksitin Briketlenmesi

3.7.2.1. Saf Üleksitin Sadece Su İlavesiyle Briketlenmesi

Saf üleksit tozları sadece su ilavesiyle, 8 ton basınç altında briketlenmiş, daha sonra ham briketler 1 gün oda sıcaklığında bekletildikten sonra 105°C'deki etüvde 2 saat kurutulmuşlardır. Çizelge-8'de su ilavesinin briket basma dayanımına olan etkisi gösterilmiştir. (Burada ilave edilen su miktarı, üleksitin miktarına göre hesaplanmaktadır.)

Çizelge-8: Su İlavesiyle Saf Üleksitin Briketlenmesi

Su miktarı, % Ağırlık	Basma Dayanımı* (kg)
1,0	35
5,0	148
7,5	186
10,0	236
12,5	224
15,0	248

* En az 4 briketin basma dayanımı ortalamasıdır

Yukarıdaki neticeler saf üleksit tozunun sadece su ile karıştırılarak, basınç altında, 100 kg'ın üstünde basma dayanımına sahip briketlere dönüştürülmesinin mümkün olduğunu göstermektedir.

3.7.2.2. Bağlayıcısız Briketlemede Basıncın Etkisi

8 ton basınç altında sadece su ilavesiyle saf üleksitten yapılan briketlerde % 5 ve üstünde su içeriklerinin 100 kg'ın üstünde dayanımı olan briketlerin üretimine imkan verdikleri görülmüştür. Bu nedenle % 5 su ilavesiyle çeşitli basınçlarda yapılan briketleme işlemiyle basıncın dayanımına etkisi araştırılmıştır.

Çizelge-9: Basıncın Bağlayıcısız Saf Üleksitin Briketlenmesine Etkisi

Basınç		Basma Dayanımı (kg)
ton/briket	kg/cm ²	
4	318	112
6	478	130
8	637	148
10	796	159

Bağlayıcısız üleksit briketlerinin suya dayanımının tesbiti için briketler 1 saat ve 2 saat suda bırakılmış ve hemen sonra basma dayanımları ölçülmüştür. 1 saat suda kalan üleksit briketlerinin hemen dağıldığı ve dayanım göstermedikleri görülmüştür. Bu nedenle briketleme işlemi bağlayıcı ilavesiyle devam edilmiştir.

3.7.2.3. Bağlayıcı İlavesiyle Saf Üleksit Tozunun Briketlenmesi

Üleksit tozunun briketlenmesinde organik ve inorganik kökenli çeşitli bağlayıcılar kullanılmış ve aynı şartlarda yapılan briketler basma dayanımları açısından karşılaştırılmıştır. Yüksek basma dayanımı veren bağlayıcılar ilerideki deneyler için bağlayıcı olarak seçilmişlerdir.

Çizelge-10: Briketlemede Bağlayıcı Tipinin Seçimi

Bağlayıcı Tipi	Kurutma Sıcaklığı ve Süresi		
	50°C, 5 saat	20°C, 24 Saat + 50°C, 2 Saat	20°C, 24 Saat + 105°C, 2 Saat
H ₂ BO ₃	29	100	99
Melas	14		
Nişasta	17		
Boraks	43	103	95
Kireç	39	89	70
Na ₂ SiO ₃	28		
CMC	26		
Na ₂ CO ₃	44		
Peridür XC3	42	88	183
Fuel Oil (No 6)	19		

Briketleme Şartları: %5 Su, %5 Bağlayıcı, Basınç = 8 ton (Su ve bağlayıcının miktarı kullanılan üleksitin miktarının %5'i kadardır)

Çizelge-10'dan görüldüğü gibi bor ürünlerinden borik asit ve boraks (tinkal) diğer bağlayıcıların yanında hem basma dayanımı açısından olumlu neticeler verdiklerinden hem de üleksit ve kolemanit için safsızlık yaratmayacaklarından uygun bağlayıcı olarak seçilmişlerdir.

Diğer taraftan demir tozları için kullanılan Peridür XC3 de çok yüksek basma dayanımı vermesine rağmen, yukarıda belirtilen nedenlerle ilerideki deneylerde kullanılmamıştır.

Çizelge-11'de %5 oranındaki soğuk suyla karıştırılan borik asitin ve %5-10 oranındaki sıcak suyla karıştırılan boraks miktarının, 8 ton basınç altında yapılan briketlerin basma dayanımına etkisi verilmiştir.

Çizelge-11: Bağlayıcı Miktarının Briketlemeye Etkisi

Borik Asit %	Basma Dayanımı* (kg)	Boraks %	Basma Dayanımı** (kg)	
			%5 Su	%10 Su
5	120	2	106	91
10	172	3	103	109
15	179	4	118	122
30	Çatladı	5	122	142
		6	133	166
		7	164	190
		10	142	248

* 105 °C'de 2 saat kurutma

** 20 °C'de 24 saat + 50°C'de 2 saat kurutma

Yukarıda görüldüğü gibi borik asit miktarı %15'e kadar yükseltildiğinde basma dayanımı yüksek briketler elde edilebilmekte, %30 borik asit ilavesinde ise dayanıklılık düşmektedir. Boraks ilavesinde ise %2'den itibaren bütün oranlarda 100 kg'ın üstünde basma dayanımı vermektedir.

Kurutmanın, briketin dayanımı üzerindeki etkisi önemlidir. Kurutma derecesi ve süresi, kullanılan bağlayıcı tipine bağlı olarak da değişmektedir. Briketin oda sıcaklığında bir müddet bekletildikten sonra etüvde kurutulması, briket dayanımını olumlu yönde etkilemektedir. Örneğin %5 H₃BO₃ ve %5 su ile 8 ton basınç altında yapılan briketler 20°C'de 3 saat bekletildikten ve 105°C'de 2 saat etüvde kurutulduktan sonra 165 kg'lık bir basma dayanımı gösterirken, 20°C'de bir gün bekletilip 105°C'de 2 saat kurutulmuş briket dayanımı 205 kg'a çıkmaktadır. Bu briket 2 saat kadar suda bırakıldığında 1 saat sonunda 127 kg, 2saat sonunda ise 124 kg'lık basma dayanımı göstermektedir.

3.7.3. Kalsine Edilmemiş Saf Kolemanitin Briketlenmesi

3.7.3.1. Su İlavesiyle Kolemanitin Briketlenmesi

Kolemanit tozunu sadece nemlendirerek 8 tonluk basınç (640 kg/cm²) altında üretilen briketler önce 20°C'de (oda sıcaklığında) 24 saat bekletilmiş, daha sonra 50°C veya 105°C'de 2 saat kurutulmuştur. Çizelge-12'de briketlerin basma dayanımları karşılaştırılmıştır.

Çizelge-12: Su İlavesiyle Saf Kolemanitin Briketlenmesi

Su Miktarı (Ağırlık) %	Basma Dayanımı, kg	
	50 °C	105 °C
2,5	47	60
5,0	65	76
7,5	72	79
10,0	99	104

Çizelge'den görüldüğü gibi,-kalsine edilmemiş saf kolemanit tozu %10 oranında suyla nemlendirildiği takdirde, 100 kg'lık basınç dayanımına sahip briket üretmek mümkün olmaktadır. Yalnız nemin miktarı %10'un üstüne çıkarıldığında briket hamuru çok akışkan bir yapı göstermekte ve briketin kalıptan çıkarılışı sorun yaratmaktadır. Diğer taraftan bu briketlerin hiçbirisi suya konulduklarında dayanım göstermemektedirler. Bu nedenle briketleme deneylerine bağlayıcı ilavesiyle devam edilmiştir.

3.7.3.2. Bağlayıcı İlavesiyle Saf Kolemanit Tozunun Briketlenmesi

Bağlayıcı olarak, ön çalışmalarda olumlu neticeler veren ve bor için safsızlık yaratmayan borik asit (H₃BO₃) ve boraks (tinkal Na₂B₄O₇.10H₂O) kullanılmıştır. Bütün deneylerde her iki bağlayıcı sıcak suda eritilerek briket hamuruna ilave edilmiştir.

Briktleme işlemi 8 ton basınç (640 kg/cm²) uygulanarak ve %5-10 sıcak su ilavesiyle yapılmıştır. Ham briktler 1 gün oda sıcaklığında bekletildikten sonra borik asitli briktler 105 °C'de 2 saat, borakslılar ise 50°C'de 2 saat etüvde kurutulmuşlardır. Borakslı briktler 50°C'nin üstünde çatlamaktadır.

Çizelge-13: Bağlayıcı İlavesiyle Kolemanit Tozunun Briktlenmesi

Bağlayıcı Miktarı, %	Borik Asit		Boraks	
	% 5 Su	% 10 Su	%5 Su	%10 Su
2	102	140	56	138
3	161	156	60	142
4	193	185	69	145
5	217	231	81	158
6	216	241	77	168
7	227	242	64	170
10	245	259	66	173

Çizelge'den görüldüğü gibi borik asit %5 veya 10 sıcak su ve boraks % 10 sıcak su ile nemlendirilip brikt hamuruna ilave edildiği takdirde 100 kg'ın üstünde basınç dayanımına sahip kolemanit brikti üretmek mümkün olmaktadır.

3.7.3.3. Briktleme Basıncının Etkisi

Önceden 8 ton (640 kg/cm²) basınç altında üretilen briktler sabit bağlayıcı miktarlarında çeşitli basınçlarda briktlenerek basıncın basma dayanımına olan etkisi araştırılmıştır.

Çizelge-14: Basıncın Saf Kolemanit Briktlerine Etkisi

Σ Basınç ton/brikt	Basınç kg/cm ²	%5 Su + %5 H ₃ BO ₃	%10 Su + %5 Boraks	%15 Su + %5 Boraks
1	80	161	86	27
2	159	180	111	33
3	239	215	139	52
4	318	201	159	74
5	398	204	158	90
6	478	207	170	112
8	640	217	158	
10	796	236	219	
12	955	258	201	
Kurutma		20°C'de 1 gün + 105°C'de 2saat	20°C'de 1 gün + 50°C'de 2saat	20°C'de 1 gün + 50°C'de 2saat

Görüldüğü gibi toplam 2 ton'luk bir briketleme basıncıyla ve %10 sıcak suyla her iki bağlayıcı için basma dayanımı yüksek briketler üretilebilmektedir. %15 su ilavesinin ise briket basma dayanımının düşürdüğü görülmektedir. Her iki bağlayıcı ile yapılan briketlerin suya karşı dayanımlarını ve aşınmaya karşı dirençlerini tespit etmek için iki ayrı koşulda deney yapılmıştır. %5 su ve %5 H₃BO₃ karışımının ilavesiyle, 2 ton basınç altında yapılan kolemanit briketi 20°C'de 1 gün bekletildikten sonra 105°C'de 2 saat kurutulmuştur. Bu briketler %4,84 aşınma indisine sahip olmalarına rağmen suya karşı dayanıklılık göstermemişler ve hemen dağılmışlardır.

% 10 su ve % 5 boraks'la 5 ton basınç altında üretilen ve 20°C'de 1 gün + 50°C'de 2 saat kurutulan kolemanit briketleri %5'in biraz üstünde (%7,06) aşınma indisi göstermişler; fakat diğerleri gibi 15 dakika içinde suda dağılmışlardır. Bu nedenle basıncın 8 ton civarında tutulması gerekli görülmüştür. Briketler 8 ton'luk basınç altında üretildiklerinde yine suya karşı fazla bir dayanıklılık göstermeseler de, aşınma indisleri bekleneni sağlamaktadır.

3.7.4. Bigadiç Üleksit ve Kolemanit Konsantrelerinin Briketlenmesi

Bölüm 3.6.1'deki koşullarda aşındırma-yıkama işlemiyle temizlenen Bigadiç üleksit ve kolemanit toz numunelerinin +35 meş'lik kısmı konsantre olarak alınmış ve sonra bütün iri taneler 28 meş'in altına öğütülerek, saf numunelerin briketlenmelerinde tespit edilen optimum koşullarda briketleme yapılmıştır. Bigadiç toz konsantrelerinin briketleme sonuçları Çizelge-15'te verilmiştir.

Çizelge-15: Temizlenmiş Bigadiç Toz Üleksit ve Kolemanit Konsantrelerinin Briketlenmesi

Bağlayıcı Oranı %	Basma Dayanımı, kg			
	Üleksit		Kolemanit	
	H ₃ BO ₃	Boraks	H ₃ BO ₃	Boraks
5	136	158	155	152
10	164	156	221	149

Briketleme Şartları: Basınç = 8 ton, Su = %10

Kurutma Şartları: H₃BO₃ için = 20°C'de 24 saat + 105°C'de 2 saat

Boraks için = 20°C'de 24 saat + 50°C'de 2 saat

Yukarıda görüldüğü gibi Bigadiç toz üleksit ve kolemanit konsantrelerinden 100 kg'ın üstünde basma dayanımına sahip briketler üretmek mümkün olmuştur. Netice saf numunelere yakın basma dayanımları vermişlerdir.

3.7.5. Kalsine Saf Üleksitin Briketlenmesi

3.7.5.1. Saf Üleksitin Kalsinasyonu

-28 meş tane boyutundaki saf üleksitin optimum kalsinasyon süresinin tesbitiyle ilgili sonuçlar Çizelge-16'da gösterilmiştir.

Çizelge-16: Saf Üleksitin Kalsinasyon Süresinin Tesbiti

Kalsinasyon Süresi (dak)	% Ağırlık Kaybı
30	28,22
60	30,12
90	30,70
120	31,32
150	31,59
180	31,69

Şartlar: 300°C'de kalsinasyon
Tane boyutu: -28 meş

Çizelgeden görüldüğü gibi saf üleksit 300°C'de 60 dakika kalsine edildiğinde %30'luk bir ağırlık kaybına uğramaktadır.

Kalsinasyon zamanını 3 saate çıkarmak suretiyle yaklaşık % 30'luk ağırlık kaybına daha düşük derecelerde ulaşıp, ulaşılamayacağını tesbiti için yeniden kalsinasyon deneyleri yapılmış ve elde edilen kalsine üleksitlerden benzer şartlarda briketler yapılmış ve 105°C'de 2 saat kurutulduktan sonra basınç dayanımları karşılaştırılmıştır. Neticeler aşağıda verilmiştir.

Çizelge 17. Sıcaklığın Saf Üleksitin Kalsinasyonuna Etkisi

Sıcaklık, °C	Zaman, saat	Ağırlık kaybı, %	Basınç Dayanımı, kg
150	3	16,23	129
200	3	28,03	133
250	3	29,85	148
300	3	31,56	163

Briketleme şartları: Bağlayıcı: %5 H₃BO₃
% 5 Su

Basınç = 8 ton (640 kg/cm²)

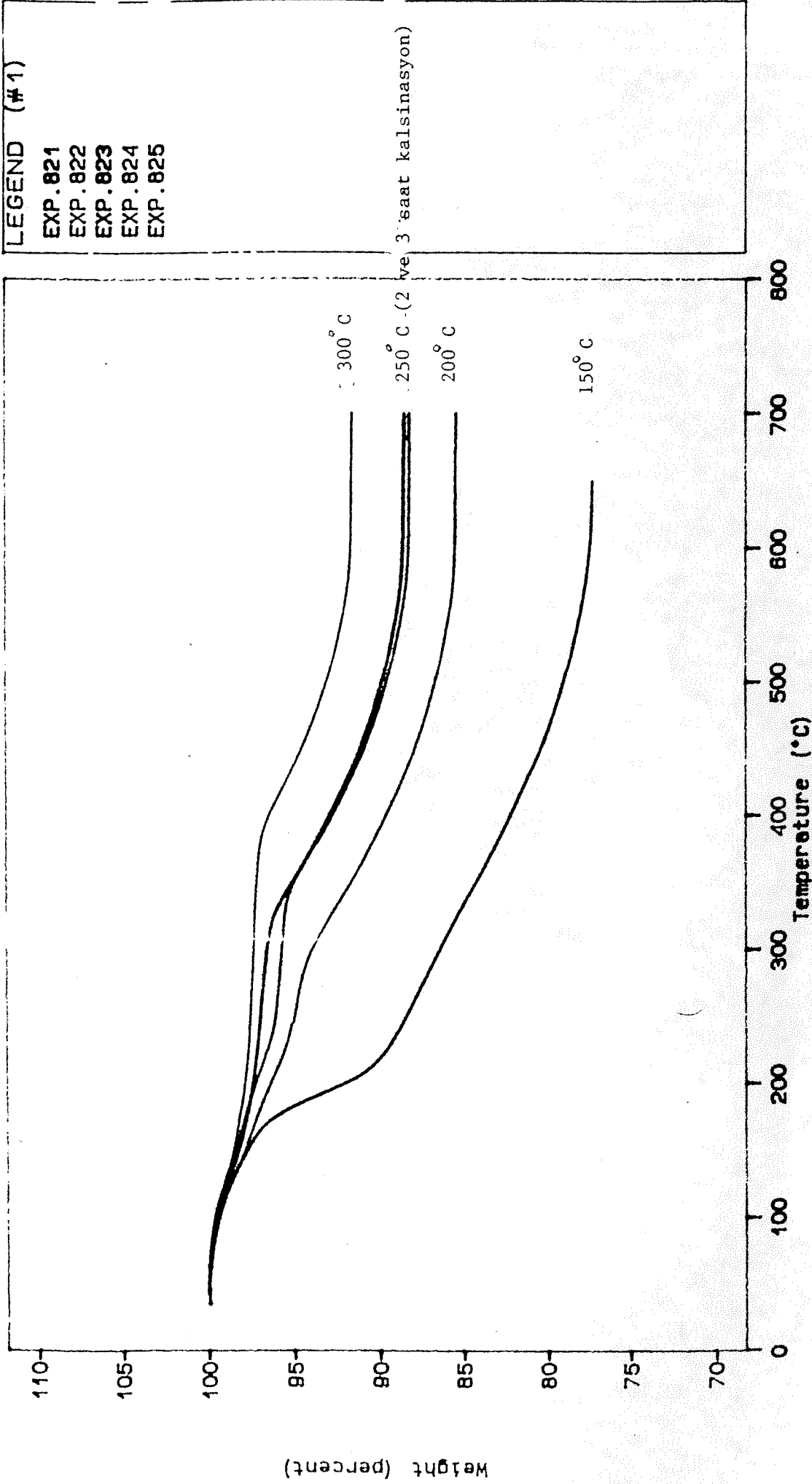
Kurutma = 105°C'de 2 saat

Yukarıda görüldüğü gibi üleksitte ≈% 30'luk ağırlık kaybına, numune ancak 250°C'nin üstündeki sıcaklıklarda kalsine edildiğinde ulaşabilmektedir. Bu durum TGA deneyleriyle de kontrol edilmiştir. Şekil 5'de verilen grafikler değişik sıcaklıklarda 3 saat sürede kalsine edilmiş üleksit numunelerinden çekilen TGA grafiklerini göstermektedir. Grafiklerden görüldüğü gibi önceden 300°C'de kalsine edilmiş üleksitin TGA grafiğinde ağırlık kaybı çok düşükken

TGA 1500

SMPL ID : ULEX.BRIG.
RUN ID : 1.4
SIZE : 14.705 MG
OPERATOR: S SENER

DATE RUN: Jan/21/1997
GAS 1 : AIR
GAS 2 :
COMMENT : EXP.821



VERSION: V5.40

Şekil- 5 : Değişik sıcaklıklarda kalsine edilmiş ulöksitin TGA grafikleri

150°C'de kalsine edilmiş bu oran çok artmaktadır. Bu da 300°C'nin altında di-hidrasyon + di-hidroksilasyon olayının tam olarak tamamlanamadığını göstermektedir. Grafiklerdeki yüksek derecelerdeki ağırlık kayıpları ise devam eden di-hidroksilasyondan kaynaklanmaktadır.

Kalsine edilmiş saf üleksit açık havada bırakıldığında zamana bağlı olarak nem kapıp kapmayacağı, diğer bir deyişle kalsine durumunda bir değişiklik olup olmayacağı, ayrıca kalsine üleksite su ilave edildiği zaman bunun 105°C'ye ısıtıldığında kaybolup olmayacağı tesbiti için TGA grafiklerinden yararlanıldı. Bu amaçla 300°C'de kalsine edilmiş saf üleksit numuneleri açık havada 0, 1, 3 gün bırakılıp sonra TGA grafikleri çekildi. Şekil 6'da gösterilen grafiklerden görüldüğü gibi ilk 3 günde kalsine saf üleksitte herhangi bir değişim izlenmemiştir.

Kalsine saf üleksite %10 su ilave edildikten sonra çekilen TGA grafiği ise, Şekil 6'da görüldüğü gibi, 105°C civarında ilave edilen suyun kaybedildiğini ve sonraki sıcaklıklarda herhangi bir ağırlık kaybının olmadığını göstermiştir. Kalsine üleksite, briketleme işlemi sırasında ilave edilen suyun 105°C'de kaybedilmesi, suyun üleksite fiziksel şekilde bağlandığını ve kalsine durumunu kısa sürede bozmadığını göstermektedir.

3.7.5.2. Kalsine Saf Üleksitin Sadece Su İlavesiyle Briketlenmesi

Kalsine saf üleksite farklı oranlarda su ilave etmek suretiyle briket yapılmasına çalışılmış ve suyun kalsine üleksitin briketlenmesindeki bağlayıcı etkisi yeniden araştırılmıştır. Sonuçlar Çizelge-18'de verilmiştir.

Çizelge-18: Su İlavesiyle Kalsine Saf Üleksitin Briketlenmesi

Su Oranı, %	Basınç Dayanımı, kg
2,5	59,0
5,0	67,0
7,5	70,0
10,0	72,5
12,5	83,5
15,0	88,0
17,5	87,0

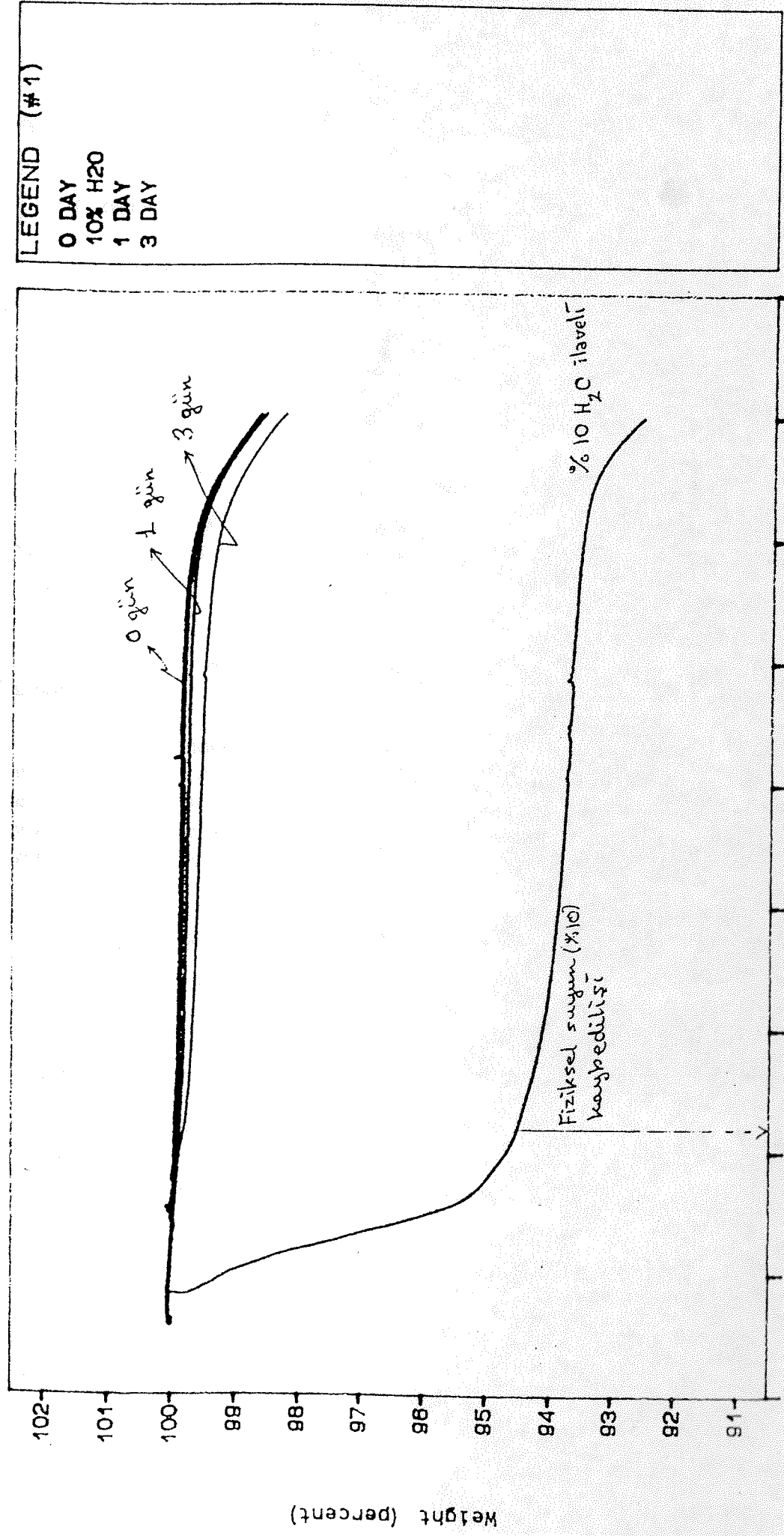
Basınç: 8 ton

Kurutma: 105°C'de 2 saat

Görüldüğü gibi yalnızca su ilavesiyle kalsine saf üleksitten sağlam briket üretmek mümkün olmaktadır. İlave edilen su miktarı, üleksitin ağırlığının %15'ine ulaşıncaya kadar briketin basma dayanımı artmakta, bunun üstündeki oranlarda ise düşmektedir.

TGA 1500

SMP ID : U.300.3 HRS
RUN ID : 1.1
SIZE : 6.908 MG
OPERATOR: S SENER
DATE RUN: Jan/20/1997
GAS 1 : AIR
GAS 2 :
COMMENT : 0 DAY



VERSION: V5.40

Sekil-6 : Üleksitin (kalsine) havadan ve sudan etkileşimi

3.7.5.3. Saf Kalsine Üleksitin Suyla Briketlenmesinde Basıncın Etkisi

Yalnızca su ilavesiyle yapılan briketleme işleminde basınç 6 ile 16 ton arasında değiştirilerek, optimum değerin tesbitine çalışılmıştır. Basınçla ilgili değerler aşağıda verilmiştir.

Çizelge-19: Saf Kalsine Üleksitin Suyla Briketlenmesinde Basıncın Etkisi

Σ Basınç, ton	Basınç, kg/cm ²	Basma Dayanımı, kg
6	478	61
8	637	88
10	796	111
12	955	127
14	1115	142
16	1274	165

Briketleme şartları: %15 su ilavesi, Kurutma: 105°C'de 2 saat

Görüldüğü gibi, briket yüzeyine toplam 8 tonun üzerinde basınç uygulandığı zaman 100 kg'ın üstünde basma dayanımı veren briketler üretilebilmektedir.

3.7.5.4. Saf Kalsine Üleksitin Briketlenmesinde Bağlayıcı Olarak Borik Asit Kullanımı

Kalsine edilmemiş üleksitin briketlenmesinde optimum olarak seçilen ve bor ürünleri için safsızlık yaratmayan H₃BO₃ kalsine saf üleksitin briketlenmesinde de kullanılmıştır. H₃BO₃ kalsine saf üleksite önce kuru olarak, daha sonra da sıcak suyla karıştırılarak ilave edilmiştir. Borik asitli briketler 105°C'de 2 saat kurutulmuşlardır. Deneyler bu sıcaklık ve süredeki kurutmanın yeterli olduğunu göstermiştir. Sonuçlar aşağıda gösterilmiştir.

Çizelge-20: Kalsine Saf Üleksitin Borik Asit İlavesiyle Briketlenmesi

% Su	% Borik Asit	Basma Dayanımı, kg
0	5	25
	10	25
5	5	163
	10	203
7,5	5	241
	10	208
10,0	5	211
	10	245

Briketleme şartları: Basınç= 8 ton, Kurutma: 105°C'de 2 saat

Kuru borik asitin yine kuru kalsine saf üleksite doğrudan ilavesiyle yapılan briketlerin basma dayanımları düşük çıkmıştır. Kalsine saf üleksite, ağırlığının % 5-10'u kadar sıcak suyun

borik asite karıştırılarak ilave edilmesi sonucu elde edilen briketlerin ise basma dayanımları çok yüksek çıkmıştır.

Önceden de gösterildiği gibi sadece su ilavesiyle de kalsine saf üleksitten sağlam briketler üretilebildiği için borik asitli deneyler burada kesilmiştir.

3.7.6. Kalsine Saf Kolemanitin Briketlenmesi

3.7.6.1. Saf Kolemanitin Kalsinasyonu

Saf kolemanitin kalsinasyon sıcaklığı ve süresini optimize etmek amacıyla yapılan kalsinasyon deneylerinin sonuçları Çizelge-21 ve 22'de verilmiştir. Çizelgeden görüldüğü gibi 600°C'de 60 dakikanın üzerinde numune tamamen kalsine olmaktadır.

Çizelge-21: Saf Kolemanitin Kalsinasyon Süresinin Tespiti

Kalsinasyon Süresi (dakika)	% Ağırlık Kaybı
30	20,93
60	22,10
90	22,47

Sıcaklık: 600°C

Çizelge-22: Saf Kolemanitin Kalsinasyon Derecesinin Tespiti

Sıcaklık, °C	% Ağırlık Kaybı
350	2,58
400	4,15
450	15,90
500	19,70
550	22,35
600	22,47

Çizelge-22'den görüldüğü gibi 90 dakikalık sürede 550°C'de numunenin hepsi kalsine olmaktadır. Fakat yine de diğer deneylerde 600°C'de kalsine edilmiş numuneler kullanılacaktır.

3.7.6.2. Kalsine Saf Kolemanitin Sadece Suyu Briketlenmesi

600°C'de 90 dakika süreyle kalsine edilmiş saf kolemanit 8 ton basınç (640 kg/cm²) altında farklı su ilavesiyle briketlendirilmiştir. Çizelge-23'te kalsine saf kolemanit için suyun bağlayıcı olarak kullanıldığı deney sonuçları verilmektedir. Basma dayanımları, yaş briketlerin 105°C'de 2 saat kurutma sonucunda ölçülmüştür.

Çizelge-23: Su İlavesiyle Kalsine Saf Kolemanitin Briketlenmesi

Su Oranı, %	Basma Dayanımı, kg
2,5	29
5,0	37
7,5	28
10,0	24
12,5	24
15,0	32
17,5	24

Çizelge-23'ten görüldüğü gibi sadece suyun bağlayıcı olarak kullanılması kalsine saf kolemanitin briketlenmesinde yeterli basma dayanımı sağlamamaktadır. Bu da başka bağlayıcı kullanımını zorunlu kılmaktadır.

3.7.6.3. Saf Kalsine Kolemanitin Borik Asitle Briketlenmesi

600°C'de, 90 dakika süreyle kalsine edilmiş saf kolemanit numunesi 8 ton basınç altında sıcak suda eritilmiş borik asit ilavesiyle briketlendirilmiş, yaş briketler 105°C'de 2 saat kurutulduktan sonra basma dayanımları ölçülmüştür. Çizelge-24'te bu deneyin sonuçları verilmiştir.

Çizelge-24: Borik Asit İlavesiyle Saf Kolemanitin Briketlenmesi

Su Oranı, %	Borik Asit, %	Basma Dayanımı, kg
5	5	259
10	5	269
15	5	177
5	10	344
10	10	366
15	10	359

Çizelge-24'ten kalsine saf kolemanite farklı oranlarda sıcak su ile karıştırılan borik asitin ilavesiyle yapılan briketlerin hepsinin yüksek basma dayanımı verdiği görülmüştür. Bu da borik asitin iyi bir bağlayıcı olduğunu göstermiştir.

3.7.7. Kompozit Üleksit Numunesinin Kalsinasyonu

3.7.4.'te açıklandığı şekilde hazırlanan kompozit üleksit numunesi 150°C ile 350°C arasında sabit süreyle kalsinasyona tabi tutulmuştur. Bu deneyin sonuçları Çizelge-25'te verilmiştir.

Çizelge-25: Kompozit Üleksit Numunesinin Kalsiasyon Sıcaklığının Tespiti

Kalsinasyon Sıcaklığı, °C	% Ağırlık Kaybı
150	7,68
200	10,67
250	11,84
300	13,60
350	13,62

Kalsinasyon Süresi: 180 dakika

Görüldüğü gibi kompozit üleksit numunesi 300°C'de kalsine edildiğinde %13,60'lık bir ağırlık kaybına uğramaktadır. Saf üleksit numunesinde olduğu gibi 300°C'de kalsine olan kompozit üleksit numunesinde kalsinasyon süresinin tespiti için yapılan deney sonuçları da Çizelge-26'da gösterilmiştir.

Çizelge-26: Kompozit Üleksit Numunesinin Kalsinasyon Süresinin Tespiti

Kalsinasyon Süresi, dakika	% Ağırlık Kaybı
30	12,92
60	13,23
90	13,38
120	13,53
150	13,60
180	13,60

Kalsinasyon Sıcaklığı: 300°C

Görüldüğü gibi, kompozit üleksit numunesinin kalsinasyonunda 300°C'de sıcaklık için 60 dakikalık süre yeterli olmaktadır.

3.7.7.1. Kalsine Kompozit Üleksit Numunesinin Su İle Briketlenmesi

300°C'de 60 dakika süreyle kalsine edilen kompozit üleksit numunesi 8 ton basınç altında briketlenmiş ve 100°C'de 2 saat kurutulduktan sonra basma dayanımları ölçülmüştür. Çizelge-27'de verilen deney sonuçları sadece suyun bağlayıcı olarak kalsine kompozit üleksite dayanıklılık kazandırmadığını göstermiştir.

Çizelge-27: Kalsine Kompozit Üleksitin Suyu Briketlenmesi

Su Oranı, %	Basma Dayanımı, kg
10,0	32
12,5	32
15,0	28

3.7.7.2. Basıncın Kalsine Kompozit Üleksitin Briketlenmesine Etkisi

Sadece suyla 8 ton basınç altında briketlenen kalsine kompozit üleksite basıncın etkisini belirlemek amacıyla yapılan deney sonuçları Çizelge-28'de gösterilmiştir.

Çizelge-28: Basıncın Kompozit Kalsine Üleksitin Briketlenmesine Etkisi

Basıncı, ton	Basıncı, kg/cm ²	Basıncı Dayanımı, kg
8	637	28
10	796	28
14	1115	31
16	1274	37

Su: %15, Kurutma 105°C 2 saat

Yukarıdaki deneyler sadece suyun katkısıyla yüksek basınçlar altında bile kalsine kompozit üleksitten sağlam briketler üretilmediğini göstermiştir.

3.7.7.3. Kalsine Kompozit Üleksitin Borik Asit ile Briketlenmesi

300°C'de 60 dakika süreyle kalsine edilen -28 meşlik kompozit üleksit numunesi farklı sıcak su ve borik asit ilavesiyle 8 ton basınç altında briketlenmiştir. Çizelge-29'da bu sonuçlar gösterilmiştir.

Çizelge-29: Kalsine Kompozit Üleksit Numunesinin Borik Asitle Briketlenmesi

Su Oranı, %	Borik Asit, %	Basma Dayanımı, kg
5	5	141
	10	167
10	5	125
	10	250
15	5	101
	10	256

Basıncı: 8 ton, Kurutma: 105°C 2 saat

Saf kalsine üleksite farklı oranlarda suyla karıştırılan borik asitin bağlayıcı olarak ilave edilmesiyle yüksek basınç dayanımlı briket üretmek mümkün olabilmektedir. % 5 su ve % 5 borik asitin kalsine kompozit üleksite ilavesi, 100 kg'ın üstünde basınç dayanımı için yeterli olmuştur.

3.7.8. Kompozit Kolemanit Numunesinin Kalsinasyonu

Yine 3.7.4.'te izah edildiği şekilde hazırlanan kompozit kolemanit numunesi değişik sıcaklıklarda ve değişik sürelerde kalsine edilmiştir. Çizelge-30 ve 31'de kompozit kolemanit numunesinin kalsinasyonu sonuçları verilmektedir.

Çizelge-30: Kompozit Kolemanit Numunesinin Kalsinasyon Sıcaklığının Tespiti

Kalsinasyon Sıcaklığı, °C	% Ağırlık Kaybı
400	2,10
450	7,76
500	14,01
550	17,17
600	17,36

Kalsinasyon Süresi: 90 dakika

Çizelge-31: Kompozit Kolemanit Numunesinin Kalsinasyon Süresinin Tespiti

Kalsinasyon Süresi, dakika	% Ağırlık Kaybı
30	9,48
60	16,98
90	17,36

Kalsinasyon Sıcaklığı: 600°C

Kalsinasyon deneyleri 600°C'de 90 dakika süreyle kalsine edilen kompozit kolemanit numunesinin %17,36'lık bir ağırlık kaybına uğradığını göstermiştir.

3.7.8.1. Kalsine Kompozit Kolemanit Numunesinin Suyla Briketlenmesi

Kalsine kompozit kolemanitin sadece suyla briketlenmesine çalışılmıştır. 600°C'de 90 dakika süreyle kalsine edilen kompozit kolemanit %10-17,5 arası su ilavesiyle briketlendiğinde 20-32 kg arası basma dayanımı göstermiştir. Bunun üzerine kompozit kalsine kolemanit borik asitle briketlenmiştir.

3.7.8.2. Kalsine Kompozit Kolemanitin Borik Asitle Briketlenmesi

Kalsine kompozit kolemanit % 5-15 oranında sıcak su ve % 5-10 borik asit ilavesiyle 8 ton basınç altında briketlenmiştir. Sonuçlar Çizelge-32'de gösterilmiştir.

Çizelge-32: Kalsine Kompozit Kolemanitin Borik Asitle Briketlenmesi

Borik Asit, %	Su Oranı, %	Basma Dayanımı, kg
5	5	196
	10	200
	15	199
10	5	248
	10	295
	15	268

Basınç: 8 ton, Kurutma: 105°C 2 saat

Borik asitin bağlayıcı olarak kullanılmasıyla, kalsine kompozit kolemanit için de yüksek basma dayanımlı briketler üretilmiştir. %5 su ve % 5 borik asit ilavesinde bile 100 kg'ın çok üstünde basma dayanımı elde edilmiştir.

3.8. BORAKS PENTAHİDRAT İLE YAPILAN ÇALIŞMALAR

Kimyasal adı sodyum diborat pentahidrat olan ve $\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ formülüne sahip boraks pentahidrat (BPH) Etibank tarafından Kırka Boraks İşletmesinden temin edilmiştir.

Kristal suyu içeren BPH ve BDH (boraks deka hidrat) gibi ürünler kurutulurken nem ve kristal sularının bir kısmın kaybederek tozlaşmaktadırlar. Belirli tane aralığındaki ürünler satışa sunulurken ince tane boyutunda siklonlar vasıtasıyla ayrılarak sisteme geri gönderilmektedir. Aşağıda hem satışa sunulan BPH'in, hem de sisteme geri gönderilen toz BPH'in elek analizleri verilmiştir.

Etibank'ın BPH satış spesifikasyonuna göre belirli elek açıklıklarının üstünde bulunacak azami tane oranı şu şekildedir.

- +1,20 mm (14 meş) - %2
- +1,00 mm (16 meş) - %5
- 1,00+0,075 mm (-16+200 meş) - %89
- 0,075 mm (-200 meş) - %5

Satılabilir ve toz BPH'lar karşılaştırıldıklarında tozun tane dağılımının en çok 100 meşin altında yoğunlaştığı görülmektedir (-100 meş Çizelge-33'te %6,72 iken, aynı elek için miktar Çizelge-34'te %52,70'tir.).

Nakliye ve satış problemleri olan bu toz briketleme çalışmalarına esas teşkil etmiştir.

Tipik bir BPH'da %47,8-48,7 B_2O_3 , max 10ppm Fe, max 50 ppm Cl, max 50 ppm SO_4 bulunmaktadır. Suda çözünmeyen madde miktarı ise %0,02'nin altında olmalıdır.

BPH'in spesifik ağırlığı $1,815 \text{ gr/cm}^3$, dökme yoğunluğu ise $1-1,1 \text{ gr/cm}^3$ 'tür.

Çizelge-33: Satılabilir BPH'nin elek analizi

Elek Açıklığı (meş)	% Ağırlık	Σ Elek üstü, % Ağırlık	Σ Elek altı, % Ağırlık
-14+20	0,27	0,27	99,73
-20+28	9,85	10,12	89,88
-28+35	24,49	34,61	65,39
-35+48	22,02	56,63	43,37
-48+65	21,42	78,05	21,95
-65+100	15,23	93,28	6,72
-100+150	3,00	96,28	3,72
-150+200	1,53	97,81	2,19
-200+270	1,02	98,83	1,17
-270+325	0,09	98,92	1,08
-325	1,08	100,00	-
Toplam	100,00		

Çizelge-34: Toz BPH'nin Elek Analizi

Elek Açıklığı (meş)	% Ağırlık	Σ Elek üstü, % Ağırlık	Σ Elek altı, % Ağırlık
-20+28	0,09	0,09	99,91
-28+35	0,31	0,40	99,60
-35+48	2,09	2,49	97,51
-48+65	9,33	11,82	88,18
-65+100	35,48	47,30	52,70
-100+150	31,37	78,67	21,33
-150+200	18,74	97,41	2,59
-200+270	2,08	99,49	0,51
-270+325	0,15	99,64	0,36
-325	0,36	100,00	-
Toplam	100,00		

3.8.1. BPH'nin Briketlenmesi

BPH bir nihai ürün olduğu için briketleme esnasında katkı maddesi olarak herhangi bir bağlayıcının ilave edilmemesi gerekmektedir. Bu nedenle briketleme deneyleri bağlayıcısız ve sadece basınç faktörü değişken olarak uygulamak suretiyle gerçekleştirilmiştir. Zaten BPH'nin bünyesinde 5 mol kristal suyu bulunduğundan, basınç altında bu su plastik deformasyonu arttırmakta, böylece taneler arasında bağlayıcı kuvvetlerin oluşmasına ve kompaktlaşmasının artmasına neden olmaktadır.

3.8.1.1. BPH'ın Briketlenmesinde Basıncın Etkisi

40 mm çaplı kalıplara doldurulan BPH 4 ile 20 ton basınç altında briketlenirilmiş ve basınç dayanımları ölçülmüştür. Çizelge-35 BPH'ın sadece basınç yardımıyla briketlenmesini göstermektedir.

Çizelge-35: BPH'ın Briketlenmesinde Basıncın Etkisi

Σ Basınç (ton)	Basınç (kg/cm ²)	Basınç Dayanımı
4	318	42
6	478	60
8	637	78
10	796	84
12	955	109
16	1274	127
20	1592	159

Yukarıda görüldüğü gibi, basınç arttıkça daha dayanıklı BPH briketleri elde edilmektedir. Toplam 10 tondan daha fazla yüklerde, 100 kg'ın üstünde basınç dayanımı veren briketler elde edilmiştir.

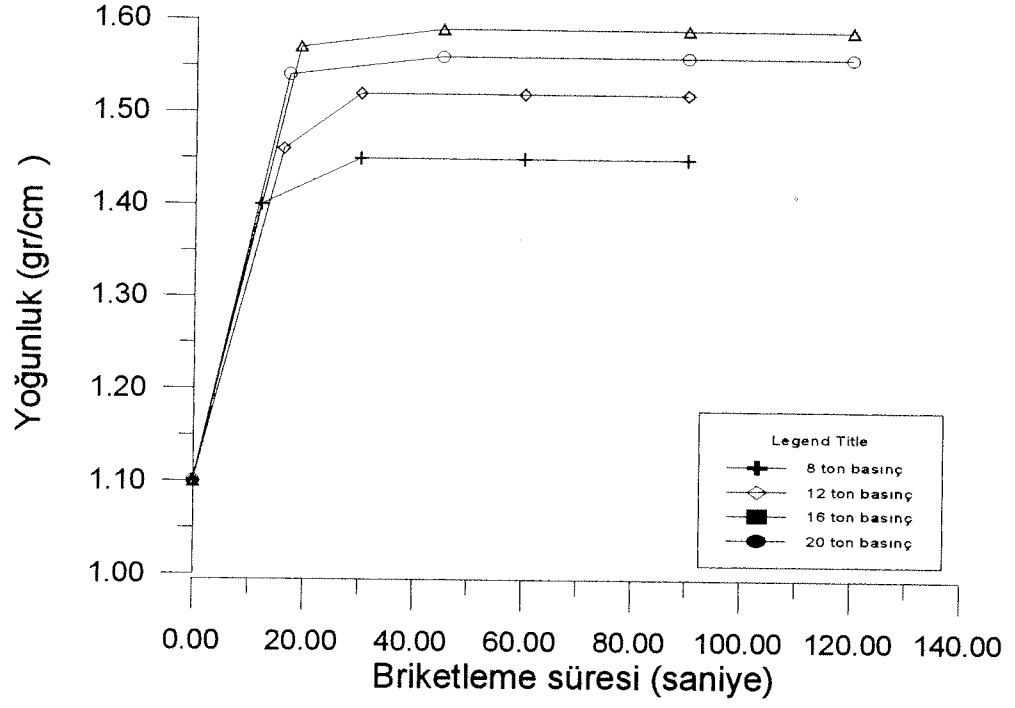
3.8.1.2. Basıncın BPH Briketlerinin Dökme Yoğunluğuna Etkisi

BPH'ın dökme yoğunluğu 1.0-1.1 gr/cm³ arasında değişmektedir. Basınç altında taneler sıkıştığından, boşluk oranı azalmakta ve yoğunluk artmaktadır. Çizelge-36'da bu ilişki verilmiştir.

Çizelge-36: Basıncın Briketin Yoğunluğuna Etkisi

Σ Basınç (ton)	Briket Yoğunluğu (gr/cm ³)
8	1,40-1,45
12	1,46-1,52
16	1,54-1,56
20	1,57-1,59

Görüldüğü gibi, basınç arttıkça briketin yoğunluğu artmaktadır. Yoğunluk aynı zamanda, basıncın uygulama süresine bağlı olarak da değişmektedir. Basınç, briket kalıbına çok kısa sürede ani olarak uygulandığında elde edilen briketler az yoğun olmakta, basınç yavaş olarak uzun sürede uygulandığında ise daha yoğun bir briket elde edilmektedir. Belirli bir sürenin üstünde ise yoğunluk sabit kalmaktadır. Şekil 7'de basınç X yoğunluk X zaman ilişkisi gösterilmiştir.



Şekil-7: BPH-briktlerinin yoğunluğunun değişimi

4. SONUÇLAR

Üleksit ve kolemanit tozları, kalsinasyon ürünleri ve boraks pentahidrat tozlarını briketlemek suretiyle tane boyutunu arttırmak ve piyasanın istediği boyutlara çıkarmak mümkündür.

Üleksit ve kolemanit tozlarının briketlenem koşullarının saptanması için önce saf numunelerle çalışılarak koşulların saptanması sağlanmıştır; daha sonra Bigadiç'te üretilen konsantrelerin tozlarıyla briketleme işlemine devam edilmiştir.

28 meşin altına öğütülmüş saf üleksit numunesi sadece % 5 su ilavesiyle ve 4 ton basınç altında 100 kg'ın üstünde basınç dayanımı veren briquete dönüştürülebilmektedir, fakat briketin suya dayanımı bulunmamaktadır.

Saf üleksite uygulanan çeşitli bağlayıcılar içinde boraks ve borik asitin iyi neticeler verdikleri saptanmıştır. %5 sıcak suyla karıştırılan % 5 borik asitin ve % 10 sıcak suyla karıştırılan % 3 boraksın bağlayıcı olarak kullanıldığı durumlarda, 8 ton basınç altında yapılan briketlerin 100 kg'ın üstünde basma dayanımı gösterdikleri bulunmuştur.

-28 meşlik saf kolemanit numunesinde ise sadece % 10 su ilave edilmesiyle, 8 ton basınç altında briketlerin basma dayanımları 100 kg'ın üstüne çıkmaktadır. -28 meşlik saf kolemanitte, % 5 sıcak suyla karıştırılan % 2 borik asit bağlayıcı olarak kullanıldığında 100 kg'ın üstünde basma dayanımı gösteren briket üretilebilmektedir. Su ve borik asit oranlarının % 10'a kadar çıkarılması briketlerin basınç dayanımını arttırmıştır. Boraksta ise yüksek dayanımlı briketler % 10 suyla karıştırılan en az % 2 oranındaki boraks ilavelerinde üretilebilmiştir.

Basıncın artması genelde briketlerin basma dayanımını olumlu yönde arttırmıştır.

Aşındırılmalı-yıkama işlemiyle yeniden temizlenmiş üleksit ve kolemanit tozları da suyla karıştırılmış borik asit veya boraksla briketlenebilmekte ve 100 kg'ın çok üstünde basınç dayanımı veren briketler üretilebilmektedir.

Saf üleksit ve kolemanit numuneleri üzerinde yürütülen kalsinasyon deneyleri saf üleksitin 300°C'de 60 dakika süreyle kalsine edilmesi gerektiğini ve böylece % 30,12'lik bir ağırlık kaybına uğradığını, saf kolemanitin ise 600°C'de ve 90 dakika süreyle kalsine edileceğini ve böylece %22,47'lik bir ağırlık kaybına uğrayacağını göstermiştir.

Kalsine saf üleksit toplam 10 tonun üstündeki basınçlarda (>796 kg/cm²) sadece su ilavesiyle briketlendiğinde 100 kg'ın üstünde basınç dayanımına ulaşmaktadır. Kalsine saf kolemanitte ise dayanıklı briket üretmek mümkün olmamıştır. Buna karşı her iki kalsine numunede sıcak suyla karıştırılmış borik asit bağlayıcı olarak kullanıldığında yüksek basma dayanımlı briketler üretilebilmektedir. Bunun için % 5 sıcak su ve % 5 borik asit ilavesi ve 8 ton basınç yeterlidir.

-28 meşlik kompozit üleksit toz numunesi 300°C'de 60 dakika süreyle kalsine edildiğinde % 13,23 ağırlık kaybına uğramıştır. -28 meşlik kompozit kolemanit numunesi ise 600°C'de 90 dakika süreyle kalsine edildiğinde % 17,36 ağırlık kaybı göstermiştir. Her iki kalsine kompozit numunesini sadece suyla ve yüksek basınç altında briketlemek mümkün olamamıştır. Diğer taraftan, % 5 sıcak suyla karıştırılmış % 5 borik asit ilavesiyle, 8 ton basınç

altında briketlenen, her iki numune 100 kg'ın üstünde basınç dayanımı göstermiştir. Borik asit oranının artması, briketlerin basma dayanımlarını arttırmıştır.

Boraks penta hidrat (BPH) numunesi, içerisinde bulunan 5 mol kristal suyu nedeniyle hiçbir bağlayıcıya gereksinim duyulmadan, yalnızca basınç uygulamak suretiyle briketlenebilmiştir. 4-20 ton basınç altında briketlenen BPH, 12 tonun üzerindeki basınçlarda ($>955 \text{ kg/cm}^2$), 100 kg'ın üstünde basma dayanımı veren briketlere dönüştürülebilmştir. 12 ton basınçta üretilen briketin yoğunluğu $1,46-1,52 \text{ gr/cm}^3$ arasında değişmiştir. Basıncın artması, briket yoğunluğunu arttırmıştır.

Sonuç olarak kolemanit ve üleksit tozlarını briketlemek suretiyle, satılabilir boyutta bir ürüne dönüştürmek mümkündür. Aynı şekilde BPH tozları da briketlenerek satışa uygun boyut kazandırılabilir. Üretilen briketlerin hava koşullarından etkilenmemesi için torbalar içinde satılması gerekmektedir.

Tozların kalsine edilerek briketlenmesi, piyasaya yeni bir ürün olarak sürülme imkanı sağlamaktadır.

5. KAYNAKLAR

- Allen, R.D., "Differential Thermal Analysis of Selected Borate Minerals", U.S. Geol. Survey Bulletin, 1038-K, 1957.
- Ayok, T., Tolun, R., "Effect of polyols on colemanite flotation", TÜBİTAK, V. Bilim Kongresi, MAG Tebligleri, Ekim 1975, s. 189-199.
- Ayok, T., Örs, N., Tolun, R., Ekinci, E., "Kolemanitin dekrepitasyonu ile kimyasal oksijen ihtiyacının giderilmesi", Kimya-93, IX. Kimya ve Kimya Mühendisliği Sempozyumu, 1993, Trabzon.
- Aytekin, Y., Lübiç, C., Yamık, A., "Kırka Tinkal Cevherinin Flotasyonla Zenginleştirilebilirliğinin Araştırılması", 2. Uluslararası Cevher Haz. Semp., 4-6 Ekim, 1988, İzmir, s.268-279.
- Batar, T., Akdağ, M., Kahraman, F., Çelik, M.S., "Dry processing of boron minerals for the abatement of environmental pollution", 6th Balkan Conference on Mineral Processing", 18-21 Sept. 1995, Ohrid, Macedonia.
- Bulutçu, A.N., Türkay, S., Gürbüz, H., Yavaşoğlu, N., "Tinkal Cevherinin Zenginleştirilmesinde Organik Maddelerin Etkisi", 2. Uluslararası Cevher Hazırlama Sempozyumu, 4-6 Ekim, 1988, İzmir, s.530-539.
- Çelik, M.S., Uzunoğlu, H.A., Arslan F. "Decrepitation properties of some boron minerals" Powder Technology, 79(1994), s.167-172.
- Çelik, M.S., Atak, S., Önal, G., "Flotation of Boron Minerals", Minerals and Metallurgical Processing, August 1993, p.149-153.
- Davies, T.W., Çolak, S., Hooper, R.M., "Boric acid production by the calcination and leaching of powdered colemanite, Powder Technology, 65, 1991, s.433-440.
- Eric, R.H., Topkaya, Y.A., "Laboratory-scale calcination parameters of colemanite concentrate", Pyrometallurgy-87, IMM, London, 1987, s.363-386.
- Erten, M.H., Özbayoğlu, G., "Metalik olmayan minerallerin aglomerasyonu (Kolemanit-Fluorit ve benzeri), TÜBİTAK, MAG Proje No: 288, 1972 Ankara.
- Griswold, W.T., "Method of calcining and classifying of borates", U.S. Patent, 3309170 (1970).
- H.Ü., "Etibank Genel Müdürlüğü Bigadiç Yıkama tesisi Artıklarından Üleksit ve Kolemanitin Zenginleştirilmesi", Hacettepe Üniversitesi, Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi, Proje Kod: 90.B.05.0010, Mayıs 1991.
- Kaytaş, Y., "Bigadiç ve Kestelek Bor Artıklarından Kolemanit Mineralinin Kazanılma İmkanlarının Araştırılması", TÜBİTAK MAG-Proje no:693, İ.T.Ü. Maden Fakültesi.
- Kaytaş, Y., Önal, G., Güney, A., "Bigadiç kolemanit artıklarının değerlendirilmesi", 1. Uluslararası Cevher Hazırlama Sempozyumu, Ekim 1996, İzmir, s.237-249.
- Karakuşak, S. Köroğlu, J., Ayok, T., Tolun R., "Kalsine ince toz boraks hidratların kompaktanması", V. Uluslararası Cevher Hazırlama Sempozyumu, Ekim 1994, Kapadokya, s. 911-923.
- Önal, G., Öztürk, N., Kaytaş, Y., "Kırka Bor Zenginleştirme Tesisinde konsantre B₂O₃ içeriğinin yükseltilmesi", Bor Mineralleri Zenginleştirme Semineri Bildirileri", Bornova-22 Nisan 1994.
- Özbayoğlu, G., Poslu, K., "Mining and Processing of Borates in Turkey", Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review, vol.9, Nm 1-4 (1992) pp.245-254.
- Sönmez, E., "Kırka tinkal cevherinin zenginleştirme olanaklarının araştırılması", Bor Mineralleri Zenginleştirme Semineri Bildirileri", Bornova-22 Nisan 1994, s.17-35.

- Şener, S., Özbayoğlu, G., "Determination of calcination parameters of ulexite and possibility of separation from colemanite", IV. Uluslararası Cevher Hazırlama Sempozyumu" Bildiri Kitabı (ed. G. Özbayoğlu); 20-22 Ekim, 1992, s.539-548.
- Şener S., Özbayoğlu, G., "Separation of ulexite from colemanite by calcination", Minerals Engineering, vol.8, No:6, pp.697-704, 1995.
- Şener, S., Özbayoğlu G. "Üleksitin kalsinasyon özelliklerinin tesbiti ve üleksit-kolemanit ayrılmasında kalsinasyonun kullanımı", bor Mineralleri Zenginleştirme Semineri Bildirileri, Bornova-İzmir 22 Nisan 1994, s.47-57.
- Taneri, A., "Tinkal kilinin pelet flokülasyonu yöntemiyle ayrılması, pilot tesis çalışması", 2.Uluslararası Cevher Hazırlama Sempozyumu, 4-6 Ekim, 1988, İzmir, s.541-550.
- Türkay, S., Bulutçu, A.N., Tolun, R., "Tinkal şlamının çift flokulanlı sistemde pelet flokülasyonu", 1. Uluslararası Cevher Hazırlama Sempozyumu, Ekim 1986, İzmir, s.539-546.
- Yarar, B., "Düşük tenörlü kolemanit cevherinin flotasyonla zenginleştirilmesi", 3. Türkiye Madencilik Bilimsel ve Teknik Kongresi, 1974, Ankara, s.571-588.