T.C. SÜLEYMAN DEMİREL ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

SERAMİK SAĞLIK GEREÇLERİ HAMMADDELERİNİN ÖĞÜTME VE PİŞİRİM ŞARTLARININ ÜRÜNLERİN KALİTESİ ÜZERİNE ETKİLERİ

SerhanHANER

Danışman Doç. Dr. Yakup UMUCU

DOKTORA TEZİ MADEN MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI ISPARTA - 2016 ©2016 [SerhanHANER]

TEZ ONAYI

HANER tarafından hazırlanan "Seramik Sağlık Gereçleri Serhan Hammaddelerinin Öğütme ve Pişirim Şartlarının Ürünlerin Kalitesi Üzerine Etkileri" adlı tez çalışması aşağıdaki jüri üyeleri önünde Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Maden Mühendisliği Anabilim Dalı'nda DOKTORA TEZİ olarak başarı ile savunulmuştur.

Danışman	Doç. Dr. Yakup UMUCU Süleyman Demirel Üniversitesi	Ane
Jüri Üyesi	Doç. Dr. Mustafa TUNCER Dumlupınar Üniversitesi	M. un
Jüri Üyesi	Doç. Dr. Selçuk SAMANLI Uşak Üniversitesi	Sator
Jüri Üyesi	Yrd. Doç. Dr. Savaş ÖZÜN Süleyman Demirel Üniversitesi	(Hund La
Jüri Üyesi	Yrd. Doç. Dr. Şemsettin CARAN Süleyman Demirel Üniversitesi	Sen

Enstitü Müdürü Doç.Dr.Yasin TUNCER

.....

ТААННÜТNАМЕ

Bu tezin akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını ve kullanılan tüm literatür bilgilerinin referans gösterilerek tezde yer aldığını beyan ederim.

SerhanHANER

İÇİNDEKİLER

Sayfa

İÇİNDEKİLER	i
ÖZET	iv
ABSTRACT	v
TEŞEKKÜR	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xviii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xxii
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ÖZETLERİ	4
2.1. Öğütme Kinetiğine Teorik Yaklaşım	8
2.1.1. Kırılma hızı parametrelerinin tasarım ve işletme şartları ile değişimi	10
2 1 1 1 Kırılma hızının tane boyutu ile değişimi	10
2.1.1.2. Kırılma hızının bilya ve malzeme miktarı ile değişimi	
2.1.1.3. Kırılma hızının bilya canı sertliği ve voğunluğu ile değişimi	
2.1.2. Kırılma dağılım parametrelerinin taşarım ve işletme şartları ile	
değişimi	18
2.1.2.1. Kırılma dağılımının tane boyutu ile değişimi	18
2.1.2.2. Kırılma dağılımının bilya çapı ile değişimi	19
2.1.2.3. Kırılma dağılımının değirmen parametreleri ile değişimi	20
2.2. Seramik Sağlık Gereçleri	20
3. MATERYAL VE YÖNTEM	24
3.1. Materyal	24
3.2. Yöntem	27
3.2.1. Petrografik analiz	27
3.2.2. X-Işını kırınımı (XRD) analizi	28
3.2.3. Mikroyapı analizi	28
3.2.4. Standart Bond öğütülebilirlik testi	29
3.2.5. Kinetik modele dayalı öğütme testleri	31
4. ARAŞTIRMA BULGULARI	33
4.1. Petrografik Özellikler	33
4.2. X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi	35

4.3. Mikroyapısal Özellikler	37
4.4. Bond Öğütülebilirlik Testi	44
4.4.1. Albit	44
4.4.2. Silis kumu	45
4.4.3. Kaolen	47
4.5. Kinetik Modele Dayalı Öğütme Testleri	48
4.5.1. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi	49
4.5.2. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi	64
4.5.3. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi	76
4.5.4. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi	88
4.5.5. Silis kumu örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi10	01
4.5.6. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi11	16
4.5.7. Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi13	31
4.5.8. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi14	44
4.5.9. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi	57
4.5.10. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi	71
4.5.11. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi18	83
4.5.12. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi19	95

4.6. Öğütme Ürünlerinin Mikroyapısal Özellikleri	208
4.7. Seramik Sağlık Gereçleri Bünyelerinin Hazırlanması	221
4.7.1. Reçete ve kullanılan hammaddeler	221
4.7.2. Hammaddelere uygulanan analizler	223
4.7.3. Çamur hazırlama	225
4.7.4. Hazırlanan çamurlara uygulanan testler	226
4.7.4.1. Tane boyut dağılımı	226
4.7.4.2. Litre ağırlığı	227
4.7.4.3. Viskozite ve tiksotropi	227
4.7.5. Döküm sonrası hazırlanan bünyelere uygulanan testler	228
4.7.5.1. Küçülme tayini	228
4.7.5.2. Mukavemet ölçümü	229
4.7.5.3. Su emme tayini	229
4.7.5.4. Porozite, yığın yoğunluğu ve por çapı ölçümü	230
4.7.5.5. Deformasyon tayini	230
4.7.5.6. Renk ölçümü	231
4.7.5.7. Isıl davranış (TG/DTA)	231
4.7.5.8. Mineralojik faz analizi	232
4.7.5.9. Mikroyapı analizi	232
4.7.6. Test ve analiz sonuçlarının yorumlanması	233
4.7.6.1. Hammaddelerin özellikleri	233
4.7.6.2. Çamur özellikleri	238
4.7.6.3. Teknolojik özellikler	240
4.7.6.4. Isıl davranış (TG/DTA)	249
4.7.6.5. Faz gelişimi	260
4.7.6.6. Mikroyapı analizi	261
4.8. Kinetik Model Parametreleri İle Seramik Sağlık Gereçleri Bünyeleri Teknolojik Özelliği (Pişmiş Mukavemet, d90) Arasındaki İlişkini	nin
Araştırııması	2/4
J. JUNUÇ	280
KAINAKLAK	285
UZGEÇMIŞ	292

ÖZET

Doktora Tezi

SERAMİK SAĞLIK GEREÇLERİ HAMMADDELERİNİN ÖĞÜTME VE PİŞİRİM ŞARTLARININ ÜRÜNLERİN KALİTESİ ÜZERİNE ETKİLERİ

Serhan HANER

Süleyman Demirel Üniversitesi Fen BilimleriEnstitüsü Maden Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Yakup UMUCU

Bu tez çalışmasında Çanakcılar Seramik San. ve Tic. A.Ş.'den temin edilmiş olan ve seramik sağlık gerecleri bünye üretiminde kullanılan albit, silis kumu ve kaolen örneklerinin kinetik modele dayalı öğütme özellikleri vemodel parametreleri değişimi araştırılmıştır. Bunun için öncelikle, 0.106-0.045 mm arası $\sqrt{2}$ elek serisine göre 4 dar tane boyutu fraksiyonu hazırlanmış, laboratuvar ölçekli değirmen ünitesinde farklı bilya türü (silpeps-alümina), bilya çapı (30-10 mm) ve yaş-kuru öğütme ortamında dört farklı malzeme yükünde (fc=0.072, 0.096, 0.120 ve 0.144) ve dört farklı bilya yükünde (% 20, % 30, % 35 ve % 40) farklı öğütme sürelerinde elde edilen tane boyutu dağılımlarından özgül kırılma hızı ve kümülatif kırılma dağılımı fonksiyonlarına ait model parametreleri (S_i, a_T , α , γ ve Φ_i) bulunmuştur. Daha sonra kinetik modele dayalı öğütme çalışmalarından en uygun öğütme koşullarına göre elde edilen ürünlerle seramik sağlık gereçleri üretilmiş ve bu bünyelerin teknolojik özellikleri ile kinetik model parametreleri arasında ilişkiler araştırılmıştır. Elde edilen sonuclardan silpeps bilva ile de seramik hammaddelerinin öğütülebileceği, kümülatif dağılım fonksiyonuna ait model parametrelerinde değişim gözlendiği tespit edilmiştir. Ayrıca öğütme verilerinden seramik sağlık gereçlerinin teknolojik özellikleri arasında ilk defa anlamlılık ilişkisi yüksek bir model gelistirilmistir.

Anahtar Kelimeler: Öğütme, kinetik model, seramik sağlık gereçleri, alümina, silpeps.

2016, 293 sayfa

ABSTRACT

Ph. D. Thesis

THE EFFECTS OF PRODUCTQUALITY GRINDING AND FIRING CONDITIONS OF RAW MATERIALS USED IN CERAMIC SANITARYWARE

Serhan HANER

Süleyman Demirel University Graduate School of Applied and Natural Sciences Department of Mining Engineering

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Yakup UMUCU

In this thesis, albite, silica sand and kaolinite samples provided from Çanakcılar Ceramic San. ve Tic. A.Ş. are used in ceramic sanityware body production and their grinding conditions based on a kinetic model and model parameters were investigated. For this purpose, firstly, four different mono-sized fractions were prepared between 0.106 and 0.045 mm formed by $\sqrt{2}$ sieve series. S_i and B_{i,i} (breakagedistribution function and related model parameter) equations were determined from the size distributions at different grinding period, and the model parameters (S_i, a_T , α , γ and Φ_I) different ball kind (alumina-cylpebs), ball diameter (30-10 mm) and dry-wet grinding medium, four different filling ratios (fc=0.072, 0.096, 0.120 and 0.144) and ball filling loads(%20, %30, % 35 and %40). Then, ceramic sanitaryware were produced from the products obtained during the must suitable grinding conditions of the grinding studies based on the kinetic model and relations between the technological properties of these bodies and kinetic model parameters were discussed. The results of this study suggest that ceramic raw materials can be grinded using cylpebs ball and variations of model parameters belonging to cumulative distribution function can be observed. In addition, between the grinding data and technological properties of ceramic sabitaryware are developed a model with a high significance level.

Keywords: Grinding, kinetic model, ceramic sanitaryware, alumina, cylpebs.

2016, 293 pages

TEŞEKKÜR

Bu araştırma için beni yönlendiren, karşılaştığım zorlukları bilgi ve tecrübesi ile aşmamda yardımcı olan değerli Danışman Hocam Doç. Dr. Yakup UMUCU'ya, seramik araştırmalarında yapmış olduğu yönlendirmeler için Doç. Dr. Mustafa TUNCER'e, ince kesitlerin ve SEM görüntülerinin yorumlanmasındaki katkılarından dolayı Yrd. Doç. Dr. Şemsettin CARAN ve Doç. Dr. Ömer ELİTOK'a teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışma için numunelerin temininde ve Çanakcılar Seramik San. ve Tic. A.Ş.'nin olanaklarını kullanımımıza açan Çanakcılar Şirketler Grubu Yönetim Kurulu Üyesi/Onursal Başkan Mithat ÇANAKCI olmak üzere tüm personeline teşekkür ederim.

Bu çalışmada kullanılan bilyaları temin eden ÇEMAŞ Döküm Sanayi A.Ş. ve Sayın Harun KOÇAK'a teşekkür ederim.

3606-D2-13 No'lu Proje ile tezimi maddi olarak destekleyen Süleyman Demirel Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Yönetim Birimi Başkanlığı'na teşekkür ederim.

Tezimin gerçekleşmesinde 114M136 numaralı proje ile maddi destek sağlayan TÜBİTAK'a teşekkür ederim.

Hayatımın her anında yolumda ışık olan annem Aynur HANER ve babam Bülent HANER'esonsuz sevgi ve saygılarımı sunarım.

Tezimin tamamlanmasını sabırla bekleyen enerji kaynağım gönlümün nurları oğlum Alphan HANER veeşim Sezgi HANER'e ithaf ediyorum.

Serhan HANER ISPARTA, 2016

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sa	yfa
ç	Şekil 2.1. Kırılma dağılım fonksiyonunun gösterimi	9
Ş	Şekil 2.2. Özgül kırılma hızının tane boyutu ile değişimi	11
(7	Şekil 2.3. Mutlak kırılma hızının kuru öğütmede bilya ve malzeme doldurma oranıyla değişimi	14
Ş	Şekil 2.4. Özgül öğütme enerjisinin bilya doldurma oranıyla değişimi	15
Ş	Şekil 2.5. Özgül kırılma hızının bilya çapı ile değişimi	16
Ş	Şekil 2.6. Kırılma dağılım fonksiyonunun gösterimi	19
Ş	Şekil 2.7. Sağlık gereçleri üretiminde izlenen aşamalar	21
Ş	Şekil 2.8. Çanakcılar Seramik San. ve Tic. A.Ş.'de uygulanan kamara tipi kurutma fırınının sıcaklık-zaman ilişkisi	22
ç	Şekil 2.9. Çanakcılar Seramik San. ve Tic. A.Ş.'de uygulanan pişirim fırını rejimi	23
C S	Şekil 4.1. Albit içeren kayaç örneği içerisinde a) iri albit kristalleri arasında küçük kuvars ve biyotit mineralleri, b) albit kristali içerisinde küçük kuvars kristallerinden oluşan kuvars damarı, c) iri biyotit mineralleri, d) iri biyotit ve kuvars minerallerinin görünümü. Plag: Plajioklas, Qtz: Kuvars, Bio: Biyotit, Ser: Serizit	33
Ş	Şekil 4.2. Albit numunesinin X-ışınları kırınımı diyagramı	35
ç	Şekil 4.3. Silis kumu numunesinin X-ışınları kırınımı diyagramı	36
ç	Şekil 4.4. Kaolen numunesinin X-ışınları kırınımı diyagramı	36
(7	Şekil 4.5. Albit numunesine (-106+90 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme	38
(7	Şekil 4.6. Albit numunesine (-90+75 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme	38
ç	Şekil 4.7. Albit numunesine (-75+63 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme	39
ç	Şekil 4.8. Albit numunesine (-63+45 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme	39
ç	Şekil 4.9. Silis kumu numunesine (-106+90 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme	40
ç	Şekil 4.10. Silis kumu numunesine (-90+75 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme	40

Şekil 4.11.	Silis kumu numunesine (-75+63 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme	41
Şekil 4.12.	Silis kumu numunesine (-63+45 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme	41
Şekil 4.13.	Kaolen numunesine (-106+90 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme	42
Şekil 4.14.	Kaolen numunesine (-90+75 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme	42
Şekil 4.15.	Kaolen numunesine (-75+63 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme	43
Şekil 4.16.	Kaolen numunesine (-63+45 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme	43
Şekil 4.17.	Bond öğütülebilirlik testi için hazırlanan örneklerin kümülatif elek altı grafikleri	45
Şekil 4.18.	Bond öğütülebilirlik testinde elde edilen ürünlerin kümülatif elek altı grafikleri	45
Şekil 4.19.	Bond öğütülebilirlik testi için hazırlanan örneklerin kümülatif elek altı grafikleri	46
Şekil 4.20.	Bond öğütülebilirlik testinde elde edilen ürünlerin kümülatif elek altı grafikleri	46
Şekil 4.21.	Bond öğütülebilirlik testi için hazırlanan örneklerin kümülatif elek altı grafikleri	47
Şekil 4.22.	Bond öğütülebilirlik testinde elde edilen ürünlerin kümülatif elek altı grafikleri	48
Şekil 4.23.	Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri	50
Şekil 4.24.	Albit örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları	53
Şekil 4.25.	Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri	55
Şekil 4.26.	Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları	56
Şekil 4.27.	Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri	58

60	Şekil 4.28. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonkciyonları
	Şekil 4.29. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu
61	ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri
63	Şekil 4.30. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
ı 65	Şekil 4.31. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri
ı 66	Şekil 4.32. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
ı 68	Şekil 4.33. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri
ı 69	Şekil 4.34. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
70	Şekil 4.35. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri
72	Şekil 4.36. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
73	Şekil 4.37. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri
75	Şekil 4.38. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
·u 77	Şekil 4.39. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri
[.] u 79	Şekil 4.40. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
[.] u 80	Şekil 4.41. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri
[.] u 81	Şekil 4.42. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
u 83	Şekil 4.43. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.44. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksivonları
Şekil 4.45. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri
Şekil 4.46. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları87
Şekil 4.47. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri89
Şekil 4.48. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları91
Şekil 4.49. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri92
Şekil 4.50. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları93
Şekil 4.51. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri95
Şekil 4.52. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları96
Şekil 4.53. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri98
Şekil 4.54. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları99
Şekil 4.55. Silis kumu örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 102
Şekil 4.56. Silis kumu örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
Şekil 4.57. Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 107
Şekil 4.58. Silis kumu örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
Şekil 4.59. Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri. 110

Şekil 4.60.	Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
Şekil 4.61.	Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 113
Şekil 4.62.	Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
Şekil 4.63.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 117
Şekil 4.64.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
Şekil 4.65.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 120
Şekil 4.66.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
Şekil 4.67.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri. 124
Şekil 4.68.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
Şekil 4.69.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 127
Şekil 4.70.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
Şekil 4.71.	Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 132
Şekil 4.72.	Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
Şekil 4.73.	Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 135
Şekil 4.74.	Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Şekil 4.75.	Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri. 13	38
Şekil 4.76.	Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları13	39
Şekil 4.77.	Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 14	41
Şekil 4.78.	Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları14	42
Şekil 4.79.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri	45
Şekil 4.80.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları14	46
Şekil 4.81.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 14	48
Şekil 4.82.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları14	49
Şekil 4.83.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri. 15	51
Şekil 4.84.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları	52
Şekil 4.85.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 15	54
Şekil 4.86.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları	55
Şekil 4.87.	Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 15	58
Şekil 4.88.	Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları	61
Şekil 4.89.	Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 16	63

Şekil 4.90.	Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları 164
Şekil 4.91.	Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 166
Şekil 4.92.	Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
Şekil 4.93.	Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri
Şekil 4.94.	Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları 169
Şekil 4.95.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 171
Şekil 4.96.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
Şekil 4.97.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri
Şekil 4.98.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları 176
Şekil 4.99.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 178
Şekil 4.100	. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
Şekil 4.101	. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri
Şekil 4.102	. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları 182
Şekil 4.103	. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri
Şekil 4.104	. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları
Şekil 4.105	. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.106.	Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları	189
Şekil 4.107.	Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri1	90
Şekil 4.108.	Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları	191
Şekil 4.109.	Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 1	93
Şekil 4.110.	Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları	194
Şekil 4.111.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri	196
Şekil 4.112.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları	198
Şekil 4.113.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 1	99
Şekil 4.114.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları	201
Şekil 4.115.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri	202
Şekil 4.116.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları	203
Şekil 4.117.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri 2	205
Şekil 4.118.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları	206
Şekil 4.119.	30S-K ve 30A-K kodlu albit örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri 2	209

Şekil 4.120.	30S-K ve 30A-K kodlu silis kumu örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri	210
Şekil 4.121.	30S-K ve 30A-K kodlu kaolen örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri	211
Şekil 4.122.	10S-K ve 10A-K kodlu albit örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri	212
Şekil 4.123.	10S-K ve 10A-K kodlu silis kumu örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri	213
Şekil 4.124.	10S-K ve 10A-K kodlu kaolen örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri	214
Şekil 4.125.	30S-S ve 30A-S kodlu albit örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri	215
Şekil 4.126.	30S-S ve 30A-S kodlu silis kumu örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri	216
Şekil 4.127.	30S-S ve 30A-S kodlu kaolen örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri	217
Şekil 4.128.	10S-S ve 10A-S kodlu albit örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri	218
Şekil 4.129.	10S-S ve 10A-S kodlu silis kumu örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri	219
Şekil 4.130.	10S-S ve 10A-S kodlu kaolen örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri	220
Şekil 4.131.	Optimum elektrolit miktarı grafiğine bir örnek	224
Şekil 4.132.	Küçülme tayini testi	229
Şekil 4.133.	Deformasyon testi	231
Şekil 4.134.	Renk sistemi	231
Şekil 4.135.	Killerin X-ışınları kırınımı grafikleri	235
Şekil 4.136.	Kaolenlerin X-ışınları kırımını grafikleri	235
Şekil 4.137.	STD bünyesinin TG-DTA termogramları	250
Şekil 4.138.	30S-S bünyesinin TG-DTA termogramları	251
Şekil 4.139.	10S-S bünyesinin TG-DTA termogramları	251
Şekil 4.140.	30S-K bünyesinin TG-DTA termogramları	252
Şekil 4.141.	30A-S bünyesinin TG-DTA termogramları	253
Şekil 4.142.	10S-K bünyesinin TG-DTA termogramları	253

Şekil 4.143.	30A-K bünyesinin TG-DTA termogramları	254
Şekil 4.144.	10A-S bünyesinin TG-DTA termogramları	255
Şekil 4.145.	10A-K bünyesinin TG-DTA termogramları	255
Şekil 4.146.	STD bünyesine ait TMA analizi ile elde edilmiş sıcaklığa karşı küçülme eğrisi	258
Şekil 4.147.	30S-K bünyesine ait TMA analizi ile elde edilmiş sıcaklığa karşı küçülme eğrisi	258
Şekil 4.148.	10S-K bünyesine ait TMA analizi ile elde edilmiş sıcaklığa karşı küçülme eğrisi	259
Şekil 4.149.	10A-S bünyesine ait TMA analizi ile elde edilmiş sıcaklığa karşı küçülme eğrisi	259
Şekil 4.150.	1220°C'de pişmiş seramik sağlık gereçleri bünyelerinin XRD analiz grafikleri	260
Şekil 4.151.	1220°C'de pişirilmiş olan STD ve 10A-K bünyelerinin işlenmiş ince kesit fotoğrafları	262
Şekil 4.152.	1220°C'de pişmiş STD bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü	264
Şekil 4.153.	1220°C'de pişmiş 30S-S bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü	264
Şekil 4.154.	1220°C'de pişmiş 10S-S bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü	265
Şekil 4.155.	1220°C'de pişmiş 30S-K bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü	265
Şekil 4.156.	1220°C'de pişmiş 30A-S bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü	266
Şekil 4.157.	1220°C'de pişmiş 10S-K bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü	266
Şekil 4.158.	1220°C'de pişmiş 30A-K bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü	267
Şekil 4.159.	1220°C'de pişmiş 10A-S bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü	267
Şekil 4.160.	1220°C'de pişmiş 10A-K bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü	268
Şekil 4.161.	1220°C'de pişmiş STD bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü ve EDX analizi	269

Şekil 4.162.	1220°C'de pişmiş 30S-S bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü ve EDX analizi	269
Şekil 4.163.	1220°C'de pişmiş 10S-S bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü ve EDX analizi	270
Şekil 4.164.	1220°C'de pişmiş 30S-K bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü ve EDX analizi	270
Şekil 4.165.	1220°C'de pişmiş 30A-S bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü ve EDX analizi	271
Şekil 4.166.	1220°C'de pişmiş 10S-K bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü ve EDX analizi	271
Şekil 4.167.	1220°C'de pişmiş 30A-K bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü ve EDX analizi	272
Şekil 4.168.	1220°C'de pişmiş 10A-S bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü ve EDX analizi	272
Şekil 4.169.	1220°C'de pişmiş 10A-K bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü ve EDX analizi	273
Şekil 4.170.	Albit için kinetik model parametreleri ile pişme mukavemeti arasındaki ilişkiler	275
Şekil 4.171.	Silis kumu için kinetik model parametreleri ile pişme mukavemeti arasındaki ilişkiler	276
Şekil 4.172.	Kaolen için kinetik model parametreleri ile pişme mukavemeti arasındaki ilişkiler	277
Şekil 4.173.	a_T , α ve PM modeline dayanan anlamlılık ilişkisi	278
Şekil 4.174.	<i>a</i> _T , d ₉₀ ve PM modeline dayanan anlamlılık ilişkisi	279

ÇİZELGELER DİZİNİ

		Sayfa
Çizelge 3.1	. Farklı tane boyut aralığındaki albit için kimyasal analiz sonuçları	24
Çizelge 3.2	. Farklı tane boyut aralığındaki silis kumu için kimyasal analiz sonuçları	25
Çizelge 3.3	. Farklı tane boyut aralığındaki kaolen için kimyasal analiz sonuçları	26
Çizelge 3.4	. Standart Bond değirmeni karakteristikleri ve deney koşulları	31
Çizelge 3.5	. Bilyalı değirmen karakteristikleri ve deney koşulları	32
Çizelge 4.1	. Albit numunesinin Bond iş indeksi ve öğütülebilirlik değerleri	44
Çizelge 4.2	. Silis kumu numunesinin Bond iş indeksi ve öğütülebilirlik değerleri	46
Çizelge 4.3	. Kaolen numunesinin Bond iş indeksi ve öğütülebilirlik değerler	i47
Çizelge 4.4	. Albit örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri	53
Çizelge 4.5	. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri	57
Çizelge 4.6	. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri	60
Çizelge 4.7	. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri	63
Çizelge 4.8	. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri	67
Çizelge 4.9	. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri	69
Çizelge 4.1	0. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sul ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri	u 72
Çizelge 4.1	1. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sul ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri	u 75
Çizelge 4.1	2. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri	79
Çizelge 4.1	3. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri	82

Çizelge 4.14.	Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri
Çizelge 4.15.	Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri
Çizelge 4.16.	Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri91
Çizelge 4.17.	Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri
Çizelge 4.18.	Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri
Çizelge 4.19.	Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri
Çizelge 4.20.	Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri 105
Çizelge 4.21.	Silis kumu örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri
Çizelge 4.22.	Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri 112
Çizelge 4.23.	Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri
Çizelge 4.24.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri 119
Çizelge 4.25.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri
Çizelge 4.26.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri 125
Çizelge 4.27.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri
Çizelge 4.28.	Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri 134
Çizelge 4.29.	Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri
Çizelge 4.30.	Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri 139
Çizelge 4.31.	Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

Çizelge 4.32.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri 146
Çizelge 4.33.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri
Çizelge 4.34.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri 152
Çizelge 4.35.	Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri
Çizelge 4.36.	Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri 161
Çizelge 4.37.	Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri
Çizelge 4.38.	Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri 167
Çizelge 4.39.	Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri
Çizelge 4.40.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri 173
Çizelge 4.41.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri
Çizelge 4.42.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri 179
Çizelge 4.43.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri
Çizelge 4.44.	Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri 186
Çizelge 4.45.	Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri
Çizelge 4.46.	Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri 192
Çizelge 4.47.	Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri
Çizelge 4.48.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri 198
Çizelge 4.49.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

XX

Çizelge 4.50.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri	204
Çizelge 4.51.	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri	206
Çizelge 4.52.	Deneysel çalışmalarda kullanılan seramik sağlık gereçleri reçetesi	222
Çizelge 4.53.	Farklı öğütme koşullardan elde edilmiş hammaddelere ait reçete kodları	222
Çizelge 4.54.	Hammaddelerin kimyasal analizleri	233
Çizelge 4.55.	Killer ve kaolenlerin döküm özellikleri	236
Çizelge 4.56.	Killer ve kaolenlerin pişme özellikleri	237
Çizelge 4.57.	Killer ve kaolenlerin tane boyut dağılımları	237
Çizelge 4.58.	Seramik sağlık gereçleri 1. faz ve döküm çamurlarının tane boyut dağılımları	239
Çizelge 4.59.	Standart seramik sağlık gereçleri reçetesine göre hazırlanmış olan döküm çamurlarının özellikleri	239
Çizelge 4.60.	1200°C'de pişirilmiş bünyelerin teknolojik özellikleri	240
Çizelge 4.61.	1220°C'de pişirilmiş bünyelerin teknolojik özellikleri	241
Çizelge 4.62.	. 1240°C'de pişirilmiş bünyelerin teknolojik özellikleri	242
Çizelge 4.63.	1200°C'de pişirilmiş sağlık gereçleri bünyelerinin kolorimetrik analiz sonuçları	247
Çizelge 4.64.	. 1220°C'de pişirilmiş sağlık gereçleri bünyelerinin kolorimetrik analiz sonuçları	248
Çizelge 4.65.	. 1240°C'de pişirilmiş sağlık gereçleri bünyelerinin kolorimetrik analiz sonuçları	249
Çizelge 4.66.	. 1220°C'de pişirilmiş olan seramik sağlık gereçleri bünyelerindeki kalıntı kuvarsın özellikleri	263

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

ат	Değirmen koşullarına bağlı parametre
BET	Brunauer Emmett Teller
Bi,j	Kırılan malzemenin kümülatif kırılma dağılım fonksiyonu
ср	santipoise
DTA	Diferansiyel termal analiz
d 50	Ortalama tane boyutu
EDX	Enerji dağıtıcı X-Işını
fc	Malzeme yükü
G	Öğütülebilirlik değeri (dv/dk)
J	Bilya yükü
Nc	Kritik hız
psi	Pound kuvvet bölü inçkare
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
S_i	Özgül kırılma hızı
TGA	Termogravimetrik analiz
TMA	Termomekanik analiz
TSE	Türk Standardları Enstitüsü
U	Doluluk oranı
W_{i}	İş indeksi (kwh/t)
X_i	İ fraksiyonundaki üst boyut (mm)
XRD	X-Işını kırınımı
XRF	X-Işını floresans
α	Özgül kırılma hızı eğrisinin eğimi
γ	Kümülatif kırılma dağılım fonksiyonu eğrisinin eğimi
Φ_{j}	Kesișme değeri
σ	Kırılma mukavemeti (kg/cm²)

1. GİRİŞ

Ülkelerin gelişmişlik seviyeleri sanayileşmenin ne oranda olduğuyla bağlantılıdır. Sanayileşmenin ileri düzeyde olması da doğal kaynakların ne kadar verimle kullanıldığıyla alakalıdır. Ülkemiz cok cesitli ve zengin doğal kaynaklara sahip olmasına rağmen, bu kaynakların verimli seviyelerde kullanılmaması ve bilinçsizce tüketilmesi, ileride çok büyük sıkıntılara sebep olabilecektir. Bilinçsizce tüketilen en önemli kaynaklardan bir tanesi öğütme işlemlerinde kullanılan enerjidir. Madencilik, seramik vs. sektörlerde kullanılan öğütme işlemleri, enerji tüketimi açısından önemli yer tutmaktadır. Öğütme işleminde verimi arttırmanın başarısı enerji sarfiyatının azalışı ile ifade edilir. Bir öğütme işleminin amacı; uygun öğütme boyutunda, öğütme miktarı azami olurken ufalanan malzemenin ton başına harcadığı enerjinin asgari olmasıdır. U.S. Department of Energy tarafından yayımlanmış olan "Communition and Energy Conservation" raporunda, yapılacak iyileştirmelerle, öğütme makineleri tasarımı ile % 3–6, sınıflandırıcıların tasarımı ile % 9–13, süreç kontrolü ile % 9, öğütmede katkı maddesi kullanımı ile % 3-6, diğer makine tasarımları ile % 3 oranında enerji tasarrufu sağlanabileceği belirtilmiştir (Herbst ve Chairman, 1981).

70'lı yılların sonunda, öğütmede 29 milyar kws/yıl, öğütme makineleri ve astarlarının üretiminde 3.7 milyar kws/yıl enerji tüketildiği hesaplanmıştır. Bu değerler cevher hazırlamada öğütmenin, araştırılması gerekli bir konu olduğunun açık ve önemli bir göstergesidir (Kawatra, 1992). Cevher hazırlama tesislerinde birinci ve ikinci kademe kırmada 0.1-2 kWs/ton, birinci kademe öğütmede 2-4 kws/ton, ince öğütmede 5-20 kws/ton, çok ince öğütmede 20-100 kws/ton, 10 mikronun altındaki öğütmelerde de 100-1000 kWs/ton civarında enerji tüketilmektedir (Yıldız, 1999). Bu değerler cevherin cinsine göre farklılıkta gösterebilir. Bu nedenle boyut küçültme ve özellikle öğütme devrelerinin iyi tasarlanmış olması çok önemlidir. Öğütme devrelerinden en verimli sonuçların alınabilmesi için, öğütme devrelerinin tasarlanması aşamasında çok dikkatli çalışılması gerekmektedir. Öğütme devrelerinde, kontrol sistemlerinin cevher hazırlama tesislerinde uygulanması klasik sistemlerle karşılaştırıldığında, verimlilikte %6–10 artışlar sağlanmıştır.

Öğütme devrelerinden elde edilmek istenilen ürünün tane boyut dağılımı, öğütme devrelerinde uygulanan süreç kontrolü ile yakından ilgilidir. Cevher hazırlama tesislerinin öğütme devrelerinin tasarımında, ele alınan bir cevher için gerekli değirmen boyut ve güç gereksiniminin belirlenmesinde ve çalışan devrelerin performansının değerlendirilmesinde en yaygın kullanılan yaklaşım Bond yöntemidir. Ancak bu yöntemin temelini oluşturan Bond İş indeksinin belirlenmesi için bu işleme özel bir değirmen gereksiniminin olması, bu işlemin uzun ve yorucu deneysel çalışmalar gerektirmesi, boyut fraksiyonların da tam olarak fikir verememesi ve hatalı yaklaşımlara neden olması nedeniyle birçok araştırmacı tarafından daha etkin modellerin geliştirilmesine neden olmuştur. Son yıllarda, matematiksel model ve simulasyon teknikleri ortaya atılmış ve özellikle bilgisayar yazılım tekniklerindeki gelişmeler, cevher hazırlamaya da önemli oranda katkıda bulunmuştur.

Gerekli testlerin laboratuvar çaplı değirmen şartlarında test edilerek, gerekli ölçümlerin, yaygın kullanılan modelleme programları ile yapılması, hem enerji hem de maliyet açısından önemli bir noktadır. Ancak modelleme ve simulasyon programları dinamik sistemler için kullanılır olmamakta ve değirmen şartları değiştiği zaman elde edeceğimiz ürün boyut dağılımının o anda ne olacağı konusunda bir fikir vermemektedir (Umucu, 2011).

Yapılan çalışmanın ilk aşamasında deneylerde kullanılan malzemelerin mineralojik ve petrografik olarak incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Ardından, malzemelerin ufalanma davranışlarını detaylı bir biçimde açıklamak için yüksek görüntü fotoğrafi çekebilen Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM) malzeme yapısı ile ilgili görüntüler elde edilmiştir. Sonraki aşamada ince tane boyut fraksiyonların da (-106+45 µm) sınıflandırılmış seramik sağlık gereçleri hammaddeleri olan albit, silis kumu ve kaolen örneklerinin laboratuvar ölçekli değirmen ünitesinde farklı bilya türü-bilya çapı ve yaş-kuru öğütme ortamında malzeme, bilya yükü değişimlerine göre kinetik modele dayalı öğütme çalışması

gerçekleştirilmiş ve kinetik model parametreleri belirlenmiştir. Daha sonra kinetik modele dayalı öğütme çalışmalarından en uygun öğütme koşullarına göre elde edilen ürünlerle seramik sağlık gereçleri bünyeleri üretilmiş ve bu bünyelerin teknolojik özellikleri ile kinetik model parametreleri arasında ilişkiler araştırılmıştır.



2. KAYNAK ÖZETLERİ

Son zamanlarda öğütme performansında öğütücü ortam değişkenlerinin rolü önem kazanmıştır. Öğütücü ortamın şekli, boyutu ve özgül ağırlığı gibi özellikleri öğütülen ürünün tane boyutu/dağılımı, öğütme maliyeti, enerji tüketimi, değirmenlerde kapasite ve verimliliği etkileyen en önemli faktördür. Öğütücü ortamın şekli ve boyutunun kullanılacak alana uygun olarak seçilmesi karşılaşılabilecek olumsuzlukların önüne geçilmesi açısından önemlidir. Küresel şekilli bilyayı ele aldığımızda, bilya çapının küçülmesi ile (değirmenin birim hacmindeki bilya sayısı 1/d³ ile orantılı olarak arttığından), birim zamandaki bilyaların birbiri ile çarpışma hızı artmaktadır. Bu durumda ince tane boyutundaki malzemenin, küçük boyutlardaki bilyalardan oluşan öğütücü ortam kullanılarak öğütülmesi durumunda kırılma hızı daha yüksek bir değere sahip olmaktadır. İri tane boyutuna sahip malzemelerin, bilya boyutu büyüdükçe öğütme veriminin arttığı zaten bilinmektedir. Malzemenin ince veya iri tane boyutuna sahip olmasının öğütme ile ilişkisini gösteren denklem ve modellerde çeşitli kaynaklarda belirtilmiştir (Kelsall vd., 1967; Austin vd., 1976; Austin vd., 1982; Prasher, 1987).

Değirmenlerde öğütücü ortam olarak kullanılan bilyalar; küresel, silindir, konik veya yarım koni şekilde olabilir. Konik ya da silindirik şekilli öğütücüler silpeps olarak isimlendirilir (Yıldız, 1999). Cloos (1983), malzemenin ince tane boyutuna öğütülmesi amacıyla sıkça kullanılan küresel bilyaya alternatif olarak silpeps bilyayı önermiştir. Bilya seçiminde ton başına öğütmede kullanılan bilya tüketimi, astar yapısı, bilyanın fiyatı ve temin edilebilirliği, cevherin yapısı önem taşımaktadır.

Kelsall vd. (1973), öğütücü ortam şeklinin etkilerini çelikten imal edilmiş olan küresel, kübik ve silindirik öğütücü türlerini kullanarak incelemiştir. Öğütücü ortam şeklinin, birinci derece öğütme hızı (S) ve kümülatif kırılma fonksiyonuna (B) önemli etkisi olduğunu belirtmiştir. İpek vd. (2005), -3350+212 µmaralığında 7 farklı tane boyutu fraksiyonuna sınıflandırılmış kuvarsın özgül kırılma hız değerini, 20×20 mm çaplı silpeps ve 20 mm çaplı küresel dökme demir bilyayı kullanarak belirlemiştir. Aynı şartlar altındaki öğütme deneyleri sonucunda silpeps ve demir bilya için a_T , α , μ , λ değerleri sırasıyla 0.82, 1.50, 1.28, 3.29 ve 0.73, 1.57, 1.27, 3.65 olarak bulmuştur. Sonuç olarak silpeps bilyanın kuvars örneği üzerinde daha yüksek özgül kırılma hızına sahip olduğu görülmüştür.

Lameck ve Moys (2006), üç farklı tane boyutuna sahip kuvarsın küresel ve küresel olmayan bilya türleri için özgül kırılma hız değerlerini belirlemiştir. Üç farklı boşluk doldurma oranı (U: %20, %50, %80) ve üç farklı tane boyutuna bağlı olarak yapılan deneylerden, küresel bilya ile biraz daha yüksek özgül kırılma hızı değerleri elde edildiği görülmüştür.

Koltka vd. (2012), silpeps ve çelikten imal edilmiş küresel bilyalar ile öğütme sonuçlarının performansını karşılaştırmışlardır. Bu amaçla, Kurtşeyh-Sivrihisar bölgesinden alınan sepiyolit örneği titreşimli öğütme cihazı kullanılarak her iki türü ile ortamda öğütülmüştür. bilva kuru Çalışmada, sepivolit süspansiyonunun reolojik parametrelerini her iki bilya türünde araştırarak öğütme performansları ortaya konulmuştur. Öğütme zamanına bağlı olarak cizilen grafikte 20 dakika sonunda elde edilen BET yüzey alanı (m²/gr) değerleri celik bilyada daha yüksek çıkmıştır. Her iki bilya türü için 15. dakikaya kadar artan yüzey alanı, 15. dakikadan sonra azalmaya başlamıştır. Bunun nedenini, ince tanelerin topaklanarak iri tanelere dönüşmesi olarak yorumlamıştır.

Deniz (2012), $\sqrt{2}$ elek serisine göre altı farklı dar tane boyutu fraksiyonun da hazırlanmış barit örneğinin bilya çapı ve bilya doluluk oranı (%J) etkilerini kinetik modele dayalı öğütme çalışmalarıyla incelemiştir. J=0.35 bilya doluluk oranında en etkin kırılmanın gerçekleştiği görülmüştür.

Umucu vd. (2014) çalışmasında, $\sqrt{2}$ elek serisine göre 4 farklı dar tane boyut (-106+90, -90+75, -75+63, -63+45 µm) fraksiyonun da sınıflandırılmış barit örneğinin, üç farklı küresel bilya türü (döküm, çelik, alümina) kullanarak kinetik

modele dayalı öğütme deneylerini gerçekleştirmiştir. Kinetik modele dayalı öğütme çalışmalarından elde edilen model parametrelerinden alümina bilya kullanarak ince malzeme oranı en fazla (γ : 3.696) olan ürünün üretildiği, döküm bilya ile de daha etkin kırılmanın (a_T : 1.43, Φ : 0.631) gerçekleştiği sonucuna varılmıştır.

Yaş öğütme, kuru öğütme ile karşılaştırıldığında bilya ve astar tüketimi daha fazladır. Bu fazlalık 10 kat kadar olabilir. Tüketim fazlalığının nedeni, astar ve öğütücü ortamın su ile reaksiyona girmesi ile oluşan korozyonun etkisidir. Reaksiyon sonucu bilya civarında oluşan Cr₂O₃ veya Cr(OH)₃ tabakalarının aşınmaya karşı direnci FeO veya Fe(OH)₂ tabakalarından daha yüksektir (Kawatra, 1992; Yıldız, 1999).

Seramik sağlık gereçleri sektöründe öğütme işlemi için genellikle bilyalı değirmenler kullanılmakta ve yaş öğütme tercih edilmektedir. Çanakcılar Seramik San. ve Tic. A.Ş.'de 20 ton kuru malzeme alabilecek kapasitede bilyalı değirmende öğütücü ortam olarak kullanılan 4-12 mm arasında değişen tane boyutlarında flint taşı yerini şimdilerde alümina bilyaya bırakmıştır. Alümina bilya kullanılmasının amacı, bilya tüketimini ve bilyanın aşınmadan kaynaklanan kirliliği azaltmak ve daha etkin kırılma sağlayarak öğütme süresini düşürerek ton başına maliyeti azaltma gibi nedenlere bağlanabilir.

Seramik bünyelerin teknolojik özelliklerini değiştiren birçok etken vardır. Bu etkenlerden bünyedeki kuvars tane boyutunun, mullit faz miktarının ve gözenekliliğin etkileri birçok araştırmacı tarafından incelenmiştir.

Kuvars tane boyutunun seramik bünyelerdeki etkilerini görmek amacıyla yapılan çalışmalarda, kuvarsın optimum tane boyutunu bulmaya odaklanılmıştır. Stathis vd. (2004), dolgu (kuvars ve pişirilmiş porselen tozu) tane boyutu, dolgudaki kuvarsın miktarı ve fırınlama şartlarının (sıcaklık, süre) sağlık gereci porseleninin fiziksel ve mekanik özelliklerine etkisini incelemişlerdir. 5-20 μm tane boyut dağılımına sahip kuvars tanelerine sahip bünyede en yüksek mukavemet değerini elde etmiştir.

Amaros vd. (2010), pişmiş gözenekli duvar karosunun mekanik ve termal özelliklerine kuvars tane boyutunun etkilerini incelemiştir. Bu amaçla aynı kompozisyona sahip üç farklı tane boyutuna sahip kuvars temin edilmiştir. Kuvars tane boyutu küçüldükçe mekanik mukavemet arttığı, XRD ile tespit edilen gehlenit, anortit ve vollastonit fazlarının miktarının, kuvarsın başlangıç tane boyutundan bağımsız olduğu ve fırınlama sıcaklığı ile ilgili olduğu görülmüştür. Bünyelerdeki kalıntı kuvars miktarı kuvars tane boyutunun azalması ve pişirim sıcaklığının artması ile azalmıştır. Sıcaklığın artması ile camsı faz miktarı artmış, küçük poroziteler yok olmuştur.

Literatürde yer alan bazı çalışmalarda, mullit miktarı ve boyutunun mukavemet üzerindeki etkisi de araştırılmış ve bünyede oluşan mullit fazının miktarının mukavemet üzerinde herhangi bir etkisi olmadığı vurgulanmıştır (Kobayashi vd., 1992; Ece ve Nakagawa, 2002; Stathis vd., 2004).

Zanelli vd. (2004), stoneware (sert toprak çanak çömlek) porselen karo bünyelerinde mullit fazının miktarının mukavemet üzerindeki etkilerini incelemiştir. Sonuç olarak mukavemet değerinin mullit faz miktarından bağımsız olduğunu ve mukavemet üzerinde gözeneklilik değerinin, mikroyapısal hataların, büyük tane boyutlarında daha etkin olduğunu tespit etmişlerdir.

Sinterleme esnasında oluşan gözeneklerin şekli ve boyutunun mukavemeti etkilediği çeşitli araştırmacılar tarafından incelenmiştir. Yuvarlak şekilli kapalı gözeneklerin yapıda homojen bir dağılım göstermesi sonucunda mukavemetin denetlenebileceği görülmüştür (Kobayashi vd., 1992; Ece ve Nakagawa, 2002). Ancak Stathis vd. (2004), mukavemet değerinde, gözenek miktarının etkisi olmadığı fakat toplam gözenek değerinin birbirine bağlı gözeneklerin bulunduğu sistemlerde mukavemeti etkileyen değişken olduğunu belirtmişlerdir. Bu çalışmaların aksine Bragança ve Bergman (2003), mukavemet değeri üzerinde yığınsal yoğunluğun baskın mekanizma olduğunu ve yüksek mukavemet değerinin kristal fazların amorf faz ile tamamen sarıldığı durumlarda elde edilebileceğini önermişlerdir.

2.1. Öğütme Kinetiğine Teorik Yaklaşım

Öğütmede kinetik yaklaşım olarak tanımlanan modelde iki temel kavram kullanılmaktadır. Birincisi kümülatif kaybolma hızına dayalı model, ikincisi ise enerji tüketimine dayalı modeldir. Kümülatif kaybolma hızına bağlı modelde, kırılgan malzemelerin tane boyutuna bağlı olarak hangi hızda kırıldığı ve hangi boyutlara dağıldığı esas alınmaktadır. Enerji tüketimine bağlı modelde ise kırılma hızı değerlerinin saptanması sırasında T(zaman) değeri yerine E (özgül enerji) değeri alınmaktadır (Anaç, 1988).

Kinetik modelde, her bir malzemenin kırılma ve dağılma özelliklerini tanımlayan parametreler tespit edilerek kırılma hızını ve dağılımını tanımlayan matematiksel ifadeler geliştirilmiştir (Austin vd., 1984). Bu şekilde kırılma işlemi, matematiksel ifadelerle tanımlandığından, kırma ve öğütme işlemi sonunda elde edilecek ürünün tane boyutu dağılımı ile miktarının hesaplanması mümkün olmaktadır. Bu hesaplamanın yapılmasında benzetişim metotları ve hazır benzetim programlan kullanılmaktadır (Austin ve Yıldırım, 1988).

Öğütme devreleri tasarımında değirmen boyutu, belirli bir beslemeden, saatte istenen tonajda ve kalitede ürün alabilecek şekilde tespit edilir. Birim kapasite için sermaye yatırımı, kritik hız, bilya yükü ve bilya boyutu gibi değirmen şartları doğru seçilerek en aza indirilmelidir (Austin vd., 1984).

Bilyalı değirmenler için özgül kırılma hızı ve kümülatif kırılma dağılımı kavramlarını içeren boyut küçültme yaklaşımı kullanılmaktadır. Spesifik kırılma

hızının bir matematiksel formülü Austin vd. (1984) tarafından aşağıdaki gibi verilmiştir.

$$S_{i} = \alpha x_{i}^{\alpha} x_{i} << d$$
(2.1)

burada; X_i: i fraksiyonundaki üst boyutu (mm), ve *a* ise; öğütme şartlarına ve malzemenin özelliklerine bağlı olan model parametrelerdir. Kırılan veya öğütülen malzemenin hangi boyut fraksiyonlarına nasıl dağıldığı kümülatif kırılma dağılımı fonksiyonu olarak tanımlanmış ve aşağıda gösterilmiştir.

$$\sum_{i=n}^{j+1} b_{i,j} = 1$$
 (2.2)

Kısa öğütme süresi verilerinden elde edilen boyut dağılım eğrisini temsil eden bu fonksiyon da, söz konusu parametreler Austin vd. (1984) aşağıda verilen, BII yaklaşımından elde edilen B_{i,j}, değerlerine karşı nispi boyut grafiği çizildiğinde bulunur (Şekil 2.1).



Şekil 2.1. Kırılma dağılım fonksiyonunun gösterimi (Austin vd., 1984)

$$B_{i,j} = \Phi_j (X_{i-1}/X_j)^{\gamma} + (1 - \Phi_j) (X_{i-1}/X_j)^{\beta} \qquad 0 < \Phi_j < 1$$
(2.3)

Burada; Φ_{j} , β ve γ malzemelerin özelliklerine bağlı olan model parametrelerdir. Bu parametreler, farklı bilya oranları, değirmen çapları vb. için aynı olup farklı malzeme özelliklerinde farklıdır. γ değeri; 0.5 ile 1.5 arasında olup boyut dağılımının eğimi ile ilgili bir faktördür. γ değerinin büyük veya küçük olması ince malzeme miktarının az veya çok olduğunu belirtmektedir. β değeri 2.5 ile 5 arasında, Φ ise kesişme değeri olup 0.5 ile 1 arasında değişir. β ve Φ değerleri besleme boyutuna yakın fraksiyonların bir alt boyuta ne kadar hızda kırıldığını/öğütüldüğünü göstermektedir. Özellikle değirmenden alınan ürünün tane boyut dağılımı γ değerine oldukça duyarlıdır. Büyük tane boyutuna sahip taneler farklı kırılma dağılımı değerlerine sahiptir. Bunun nedeni ortalama kırılma hareketinde, aşındırma ve çentmenin daha etkili olmasıdır (Austin vd., 1984).

2.1.1. Kırılma hızı parametrelerinin tasarım ve işletme şartları ile değişimi

2.1.1.1. Kırılma hızınıntane boyutu ile değişimi

Bilya çapının (d) tek boyutta olması durumunda; (x_i) boyutundaki küçük taneler için taneboyutu ile tanenin kırılma hızı (S_i) arasında aşağıdaki şekilde ilişki vardır.

$$S_i = a_T (x_i/x_0)^{\alpha} x_i \ll d$$
(2.4)

Çatlak teorisine göre küçük taneler büyüklerine oranla daha dayanıklıdır. Çünkü büyük tanelerde mevcut olan Griffith çatlakları, boyut küçüldükçe azalmaktadır. Burada α , 0.5 ile 1.5 arasında değişen pozitif bir sayı olup, malzemeden malzemeye değişmektedir. *a*^{*T*} ise değirmen koşullarına bağlı bir parametredir. x₀ ise 1000 mikrondur. Büyük boyutlu taneler için birinci derece öğütme yaklaşımının geçerli olmadığı ve başlangıçta hızlı olan öğütmenin daha sonra yavaşladığı tespit edilmiştir. Bazı çok büyük ve ufalanmaya karşı dirençli taneler düşük bir kırılma hızına sahip olarak bilyalar tarafından parçalanır. Böylece
küçük tanelerin, normal olarak birinci derece kırılması, büyük tanelerin ise anormal olarak kırılması söz konusudur. Kırılma hızının tane boyutuna bağlı olarak değişimi Şekil 2.2'de gösterilmiştir. Bu grafikten özgül kırılma hızını tanımlayan α ve a_T parametre değerleri elde edilir. a_T değeri, 1 mm tane boyutundaki özgül kırılma hızı, α ise kırılma hızı eğrisinin eğimidir.



Şekil 2.2. Özgül kırılma hızının tane boyutu ile değişimi (Austin vd., 1984)

Anormal kırılma bölgesinde ortalama kırılma hızı, malzemenin % 95'nin kırılması için gerekli zaman ile tanımlanabilir. Büyük boyutların ortalama kırılma hızı belirli bir tane boyutundan sonra azalmaya başlar ve böylece S_i değeri, X_m boyutunda maksimuma ulaşır. Değirmende oluşan anormal kırılma *verimsizlik* ile tanımlanabilir. Bilyaların aktarma enerjisi ile etkili bir şekilde kırılamayan taneler öğütme için büyük kabul edilir. Bununla birlikte büyük taneler arzu edilen ürün kalitesinde ve miktarında azalmaya sebep olarak çentme ve aşındırma ile ince ürün oluşturabilirler (Austin vd., 1984).

Büyük boyutlar için Q_i duzeltme faktörü kullanılarak özgül kırılma hızı eşitliği aşağıdaki şekilde yazılabilir.

$$S_{i} = a_{T} x_{i}^{\alpha} Q_{i}$$
(2.5)

 $Q_i = 1$ (küçük taneler için), Q_i değeri deneysel olarak aşağıdaki ampirik fonksiyonla tanımlanmıştır.

μ değeri düzeltme faktörünün 1/2 olduğu tane boyutu olup öğütme şartlarıyla değişebilir. Λ ise boyut artarken kırılma hızının nasıl azaldığını gösteren pozitif bir sayı olup malzemenin karakteristiğine bağlıdır. Yüksek dönüş hızı değirmen içindeki öğütme hareketini arttıracağından büyük tanelerin kırılma hızını da arttıracaktır. Bu durumda daha yüksek J değerleri alınabilecektir. Bununla birlikte bu etkiyi sağlayacak sayısal bir bağıntı yoktur.

 X_m değeri, S değerinin maksimum olduğu malzemeden malzemeye değişen tane boyutudur. X_m , μ değeriyle ilişkili olup, her ikisi de Şekil 2.2'de gösterilen Si'e karşı X eğrisinin kıvrılmaya başladığı noktaya bağlıdır. Buradan,

$$m = (\Lambda - \alpha / \alpha)^{1/\Lambda} x_m \tag{2.7}$$

A daima α'dan daha büyüktür. Büyük taneler için $(x_i/\mu)^{\Lambda} >> 1$ olduğunda, S_i∞x_iα-Λ olur. Böylece maksimum kırılma hızı noktasından sonra kırılma hızının azalması nedeniyle, negatif eğim oluşur. Bu durumda Λ>α olur.

Sonuç olarak, belirli bir öğütme şartında, belirli bir tane boyutundan sonra kırılma hızı azalır.Bu nedenle öğütme devresine yapılacak besleme tane boyu çok iyi araştırılmalıdır.

2.1.1.2. Kırılma hızının bilya ve malzeme miktarı ile değişimi

Özgül kırılma hızı değerleri, doğrudan değirmen içerisinde bulunan malzemenin kırılma/öğütülme karakteristiği ile ilişkilidir. Bununla birlikte yapılacak testler, malzeme doluluk oranı (fc) değişimiyle değerlendirilecekse, işleme tabi tutulan malzeme miktarının bilinmesi yararlı olacaktır. Böylece mutlak kırılma hızının, S_iU, S_iW veya S_ifc ile mukayese edilmesi mümkün olacaktır. fc'nin birim zamanda ve birim değirmen hacminde kırılan malzeme in hacmi olarak tanımlanmasının fiziksel bir anlamı vardır. Az malzeme doldurulması durumunda enerjinin

büyük bir kısmı bilyaların çarpışması ile harcanır. Böylece düşük bir S_if_c değeri elde edilir. Değirmenin az veya ideal malzeme doldurulması durumunda da yaklaşım aynıdır. Böylece düşük S_if_c değerleri, m_p (değirmen gücü)/S_iW ile tanımlanan verimsizlik değerine kadar öğütme, düşük enerji verimliliğine sebep olacaktır. İlave olarak α değeri ince tanelerin aşırı öğütülmesi nedeniyle normalden daha küçük gözükecektir. Malzeme ile bilya doldurma miktarı arasındaki oran U (U=f_c/0.4J) ile tanımlanır ve normal α ve B_{ij} değerleri, U değerinin 0.6'dan büyük olduğu durumda elde edilir (Austin vd., 1984).

Diğer yandan aşırı malzeme doldurulması kırılma hareketinin azalmasına ve normale göre daha düşük bir S_if_c değerinin oluşmasına sebep olur. Bu durumda değirmen içinde oluşan birikme nedeniyle kırılma hızında yavaşlama meydana gelir ve birinci derece olmayan kırılma oluşur. Şekil 2.3'de bilya doldurma oranı (J) ve malzeme doldurma oranı (f_c)'nin fonksiyonu olarak mutlak kırılma hızının değişimi gösterilmektedir (Teke, 1998).

Bu değişimin incelenmesinden; az malzeme doldurulması düşük kırılma hızı verir. Malzeme miktarının arttırılmasıyla bilyalar arasında çarpışma boşlukları doldurulur ve yüksek kırılma hızı elde edilir. Bütün etkin boşluklar doldurulduğu zaman maksimum kırılma hızına ulaşılır. Daha fazla malzeme ilavesi çarpışma zonunun doyması ve fazla malzemenin depo olarak değirmene girmesinden dolayı kırılma hızının azalmasına neden olur. Aşırı malzeme doldurulması malzemenin ve çarpışmanın azalmasına sebep olur. Zayıf bilya çarpışması bilya-malzeme yatağını genişletir. Bu nedenle kırılma hızı azalır. Sonuç olarak; α'nın değişiminin aşağıdaki başka eşitlikle orantılı olduğu ifade edilmiştir (Austin vd., 1984).

$$\alpha \propto [l/(l+6.6J^{2.4})] \exp[-cU] \qquad 0.5 \le U \le 1.5, \ 0.2 \le J \le 0.6$$
(2.8)

c'nin değeri kuru öğütme için 1.2'dir. Maksimum kırılma hızı için optimum bilya ve malzeme doldurma oranı U=0.6 ile 1.2 arasındadır. Bununla birlikte değirmenler bu sınırların maksimum değerinde çalıştırılabilir. Bu şekilde az malzeme miktarında oluşacak bilya aşınmaları önlenmiş olacaktır. Değirmenlerde maksimum kapasite Şekil 2.4'de gösterildiği gibi bilya doldurma oranının (J) %40–45 olduğu seviyede elde edilmiştir. Yastıklama etkisi, Um değerinin azaltılmasıyla giderilebilir. Böylece yastıklama etkisi olmadığından maksimum mutlak kırılma hızı elde edilir. Kırılma hızını azaltıcı faktöre *aşırı doldurma faktörü* adı verilir ve K₀ ile gösterilir (Austin vd., 1984).



Şekil 2.3. Mutlak kırılma hızının kuru öğütmede bilya ve malzeme doldurma oranıyla değişimi (Austin vd., 1984)

$$K_{o} = \begin{cases} 1 & U \le U \\ (U/U_{m})exp\{-[(U/U_{m}) - 1]\} & U \le U \end{cases}$$
(2.9)

Örnek olarak; U_m=l için faktör 0.91, U=1.5 dir ve 0.74 için U=2'dir.

Değirmen gücü ise bilya miktarının bir fonksiyonu olarak bağlı aşağıdaki ampirik fonksiyonla tanımlanmıştır.

$$m_p \propto (1 - 0.937 J / (1 + 5.95 J^5) 0.2 \le J \le 0.6$$
 (2.10)

Bilya doldurma oranı %40–45 maksimum seviyesinde maksimum özgül öğütme enerjisi (m_p/S_iW) elde edilirken, %15–20 arasında minimum seviyede elde edilmiştir. Pratikte %25'den daha az bilya doldurma oranı uygulanmaz.



Şekil 2.4. Özgül öğütme enerjisinin bilya doldurma oranıyla değişimi(Austin vd., 1984)

2.1.1.3. Kırılma hızının bilya çapı, sertliği ve yoğunluğu ile değişimi

Birim değirmen hacmi göz önüne alındığı zaman, bilyaların birim zamandaki çarpışma sayısıbilya çapı azaldıkça artacaktır. Çünkü değirmen içindeki bilya sayısı 1/d³ oranında artmaktadır. Böylece küçük tanelerin kırılma hızı küçük çaplı bilyalar için büyük olacaktır. Şekil 2.5'de 0.6 m'lik bir değirmende bilya çapının etkisi aşağıda verilen ilişkiye bağlı olarak görülmektedir.

$$\alpha \infty (l/d^{N_0})^* (l/(l+(d^*/d)^{\lambda^*}))$$
(2.11)

Burada α , değirmen şartlarına ve bilya çapına bağlıdır. d, bilya çapıdır. İlişkideki ikinci kısım küçük çaplı bilyalar için özgül kırılma hızı eğrisinin kıvrılmasına izin veren bir düzeltmedir. Bu büyük bilyalar için 1 olan değer, d=d^{*} için 0.5 olup sıfıra kadar azalabilir (d>>0). N₀ değeri tam olarak bilinmemekle beraber 0.6 ile 1.0 arasında değişmektedir. 200 mm'lik test değirmeninde d^{*}= 10, λ^* = 3.5, N₀ ≈ 0'dır. Bazı malzemeler için B_{ij} değerleri değişebilir. Büyük bilyalar büyük çarpma kuvveti yaratırlar ve daha fazla ince malzemenin oluşmasını sağlarlar. Bu durumda γ değeri daha düşük, Φ değeri daha yüksektir. Böylece büyük çaplı bilyalardan dolayı oluşan düşük özgül kırılma hızı oluşan fazla ince ürünle telafi edilebilir (Austin vd., 1984).



Şekil 2.5. Özgül kırılma hızının bilya çapı ile değişimi (Teke, 1998)

Bilya çapı ile B_{ij} değerleri azda olsa değişmektedir. Bu durumda ortalama B_{ij}değerleri kullanılabilir.

Bilyalı değirmene çok büyük tane boyutuna sahip malzemelerin beslenmesi arzu edilmez. İri tane boyutlarının kırılma hızı düşüktür. Uzun zamandır bilinmektedir ki, büyük çaplı bilyalar büyük taneleri daha verimli kırarlar. Özgül kırılma hızını belirleyen bu gerçek aşağıdaki eşitlik ile ifade edilmektedir.

$$X_{\rm m} \propto d^{\rm N}_3 \tag{2.12}$$

Burada X_m, verilen değirmen şartlarında oluşan, maksimum S_i değeri için tane boyudur. d ise bilya çapıdır. Bilya çapı arttıkça, değirmen, besleme içindeki büyük tane boyutuna sahip parçaları daha kolay kırabilir. N₃ değeri anormal kırılma bölgesinde birinci derece olmayan kırılmadan dolayı, deneysel olarak kolay elde edilmez. Bununla birlikte son yıllarda yapılan testlerde sert ve kırılgan mineraller için N₃=1.0, olmayanlar için N₃=2 olarak Austin, Klimpel ve Luckie tarafından kullanılmıştır.

 α ve X_m değerleri, malzeme ve öğütme şartlarına bağlıdır. Bununla birlikte α 'nın değeri normal kırılma bölgesinde bilya çapı ile değişme göstermez. Ancak α yumuşak malzemeden, sert malzemeye kadar geniş bir aralıkta farklılık gösterir.

Normal kırılma bölgesinde bilya çaplarının karışma etkisi; ağırlıklarının lineer toplamı olarak alınabilir.

$$Or t. S_i = \sum_k S_{i,k} m_k \tag{2.13}$$

 m_k , k ile tanımlanmış, boyut aralığındaki bilya ağırlık oranıdır ve $S_{i,k}$ ise k boyutundaki bilyalar ile i boyundaki tanelerin özgül kırılma hızıdır.

Bu durumda,

$$Or t. S_i \propto X_i^{\alpha} \sum_k (m_k/d_k^{No})$$
(2.14)

Değirmen ortalama tek bir bilya boyutuna sahipmiş gibi davranabilir. Bu durumda ortalama bilya boyutu aşağıdaki eşitlikte tanımlanmıştır.

$$Or t. S_i \propto ort. d^{N_0} X_i^{\alpha} = X_i^{\alpha} \sum (m_k/d_k^{N_0})$$
(2.15)

N₀=1 için

$$1/ort.d = \sum_{k} m_k / d_k \tag{2.16}$$

Eğer B_{ij} değerleri bilya çaplarıyla değişiyorsa, ortalama B_{ij} değerleri alınmalıdır. Kırılma her bilya boyutundaki bilya ağırlıklarının toplamı olarak farz edildiği zaman, j boyutundaki tanelerin k bilya boyutundaki bilya miktarı, m_{j.}k'dır.

$$m_{j,k} = m_k S_{j,k} / \text{ ort.} S_j$$
(2.17)

buradan;

$$ort B_{i,j} = \sum \left(mk S_{j,k} B_{i,j,k} \right) / \sum \left(m_k S_{j,k} \right)$$
(2.18)

Rose ve Sullivan bilya sertliğinin değirmen kapasitesini etkilemediğini göstermişlerdir. Ancak Von Seebach, içi boş çelik bilyalar ile yaptığı kuru öğütme deneylerinde bilya yoğunluğunun özgül kırılma hızını lineer arttırdığını bulmuştur.

$$S_i \propto \alpha \propto \rho_b$$
 (2.19)

Burada ρ_b gerçek bilya yoğunluğudur. Değirmen gücü doğrudan ρ_b' ye bağlıdır. Böylece düşük yoğunluktaki öğütme ortamına sahip değirmen aynı özgül öğütme enerjisine sahip yüksek bilya yoğunluğundaki değirmenle mukayese edildiğinde hem düşük kapasiteye (ton/saat) ve hem de düşük işletme gücüne sahiptir.

2.1.2. Kırılma dağılımparametrelerinin tasarım ve işletme şartları ile değişimi

2.1.2.1. Kırılma dağılımınıntane boyutu ile değişimi

Kırılma dağılım değerlerinin tane boyutu ile değişimi, normalize edilebilen yani başlangıçboyutundan bağımsız kırılma dağılım değerleri aşağıda verilen Eşitlik 2.20 ile ifadeedilmektedir,

$$B_{i,j} = \Phi_j (X_{i-1}/X_j)^{\gamma} + (1 - \Phi_j) (X_{i-1}/X_j)^{\beta} \qquad i > 1$$
(2.20)

Burada Φ_{j} , β ve γ değerleri Şekil 2.6'daki kırılma dağılımının, B_{i,j}, tane boyutunu gösterengrafikten elde edilirler ve malzemenin kırılma dağılımını belirleyen karakteristiklerdir.



Şekil 2.6. Kırılma dağılım fonksiyonunun gösterimi (Austin vd., 1984)

2.1.2.2. Kırılma dağılımının bilya çapı ile değişimi

Kelsall vd. (1967, 1968) yaptıkları çalışmalar sonucunda bilya çapı ile kırılma dağılım fonksiyonu değerlerinin degişmedigi sonucuna varmışlardır. Ancak, Austin vd. (1982) tarafından yapılan ayrıntılı çalışmalar sonunda bilya çapı ile kırılma dağılım fonksiyonu değerlerinin sistematik bir şekilde değiştiği görülmüştür. Büyük çaplı bilyaların çarpışması sonucu oluşan yüksek darbe kuvveti daha fazla ince, düşük γ ve yüksek Φ değerlerinin oluşmasına neden olmaktadır. Bilya çapının büyümesi ile kırılma hızı azalırken, oluşan incemalzeme miktarı artmaktadır.

Değişik çaplı bilyalardan oluşan bilya karışımı için kırılma dağılım fonksiyonu değerleri aşağıda verilen Eşitlik 2.21 ile hesaplanabilmektedir.

Burada B_{i,j,k}, jtane boyutundaki malzemenin k çapında bilya ile kırılması sonucu i taneboyutunda oluşan malzemenin birikimli kırılma dağılım fonksiyonudur.

2.1.2.3. Kırılma dağılımının değirmen parametreleri ile değişimi

Araştırmalar sonunda kırılma dağılım fonksiyonunun aşagıdaki parametrelerden bağımsız olduğu bulunmuştur (Prasher, 1987).

- 1. Değirmen çapı
- 2. Bilya yoğunluğu
- 3. Bilya doldurma oranı
- 4. Malzeme doldurma oranı
- 5. Değirmen dönüşhızı

Herbst ve Fuerstenau (1972), kritik hızın altında olmak koşulu ile değirmen dönüşhızının artması sonucu elde edilen ürünün daha iri birincil kırılma dağılımına sahip olduğunu, Austinvd. (1984) ise maksimum güç tüketiminin sağlandığı değirmen dönüş hızlarında kırılma dağılım değerlerinin değişmediğini belirtmişlerdir (Samanlı, 2008).

2.2. Seramik Sağlık Gereçleri

Seramik sağlık gereçleri; kil, kaolen, kuvars ve feldspat gibi inorganik maddelerin belirli oranlarda karıştırılarak akışkan bir çamur haline getirilmesi ve daha sonra bu çamurun uygun yöntemlerle şekillendirilip 1200-1250°C'de pişirilerek sertleştirilmesi suretiyle elde edilen ve su emme değeri % 0.5'in altında olan metalik olmayan malzemelerdir. Seramik sağlık gereçleri banyo, tuvalet, mutfak gibi alanlarda kullanılan lavabo, eviye, klozet, rezervuar, bide, hela taşı, pisuar, duş teknesi vb. sırlı-sırsız, beyaz-renkli ürünlerin genel adıdır (Agrafiotis ve Tsoutsos, 2001; Kafalı, 2005).

Seramik sağlık gereçleri üretimi; çamur hazırlama, şekillendirme, kurutma, sırlama ve pişirim temel işlem aşamalarını oluşturmaktadır. Şekil 2.7'de ana hatlarıyla seramik sağlık gereçleri üretiminin akış şeması verilmiştir.



Şekil 2.7. Sağlık gereçleri üretiminde izlenen aşamalar (Haner ve Haner, 2014)

Çamur hazırlama bölümündeki temel işlem öğütmedir. Yaş olarak yapılan öğütmede tane boyutu küçüldükçe tane şeklinden bağımsız olarak özgül yüzey alanı artar. Dolayısıyla hem kurutma hem de pişirim aşamaları için uygun yeni yüzeyler oluşur. Bununla birlikte birçok bileşenden oluşan seramik çamurunun daha homojen karışımı sağlanır. Sonuçta etkili bir öğütme süreciyle tane boyutu küçültülen parçalar, mikroskobik seviyede daha homojen bir nihai ürün oluştururlar. Bu nedenle öğütme, üretim sürecinin en önemli basamaklarından birisidir. Seramik sağlık gereçlerinin temel yapısını kil, kuvars ve feldspat gibi inorganik hammaddeler oluşturur ve öğütme aşamasında değirmen fazına sadece kuvars, feldispat gibi özsüz hammaddeler ve değirmende çökelme olmaması için kaolen girer. Kil ve kaolenlerin (özlü hammaddeler) tane boyutu özsüzlere göre çok daha küçüktür ve standart bir vitrifiye ürününün bünyesinde toplam yüzey alanının % 95'ini oluştururlar.

Seramik sağlık gereçleri ürünlerinin şekillerinin karışık olması, cidarlarının ince ve bazı kısımlarının boşluklu olması gibi nedenlerle diğer yöntemlerle şekillendirilmeleri zordur. Bu yüzden döküm yönteminden yararlanılır. Döküm yöntemi, 24 saat işletmenin dökümhanesinde yaşlanmaya bırakılan akıcı kıvamdaki döküm çamurunun, genellikle alçıdan oluşan tek veya birden fazla parçalı kalıplara dökülmesi suretiyle yapılan şekillendirme yöntemidir. Döküm yoluyla şekillendirilen ürünlerin ihtiva ettiği nem, kontrollü kurutma ile giderilir. Şekil 2.8'de, seramik sağlık gereçleri ürünlerinin kurutulmasında kullanılan en yüksek sıcaklığı 95°C'ye ayarlanmış kamara tipi kurutma firininin sıcaklık-zaman ilişkisi görülmektedir.



Şekil 2.8. Çanakcılar Seramik San. ve Tic. A.Ş.'de uygulanan kamara tipi kurutmafırınının sıcaklık-zaman ilişkisi

Sağlık gereçleri bünyeleri sinterleme aşamasında, hammaddelerin eşzamanlı olarak çözünmesi ve birbirleriyle reaksiyona girmesi sonucunda oluşan cam ve kristal fazlar, sistemin yoğunlaşmasını sağlar. Ürüne istenilen özelliklerin kazandırılabilmesi için hammaddelerin birbirleriyle olan reaksiyonlarının, sinterleme mekanizmasının ve mekanizmayı etkileyen parametrelerin bilinmesi gerekir. Bütün bunlar göz önünde bulundurularak fırın rejimi saptanır ve hedeflenen mikroyapıya ulaşılmak istenir. Şekil 2.9'da sağlık gereçleri pişirimi için örnek fırın rejimi verilmiştir. Şekil 2.9'da fırınının orta (mavi), sağ (yeşil), sol (siyah) ve alt (kırmızı) sıcaklıkları göstermektedir. Kırmızı renkli çizginin göstermiş olduğu fırın alt sıcaklığının 50°C'yi geçmemesi istenmektedir.



Şekil 2.9. Çanakcılar Seramik San. ve Tic. A.Ş.'de uygulanan pişirim fırını rejimi

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Materyal

Deneysel çalışmalarda, Çanakcılar Seramik San. ve Tic. A.Ş. (Creavit[®])'nin seramik sağlık gereçleri yapımında kullanmakta olduğu albit (Straton Maden, Milas/Muğla), silis kumu (Ohen Maden, Ömerli/İstanbul) ve kaolen (Şişecam, Düvertepe/Balıkesir) numuneleri kullanılmıştır. Besleme ve farklı tane boyut aralığındaki numunelere ait kimyasal analiz değerleri Çizelge 3.1-3.3'de verilmiştir.

Çizelge 3.1. Farklı tane boyut aralığındaki albit için kimyasal analiz sonuçları (ağırlıkça %)

	Tüvenan	-106+90 μm	-90+75 μm	-75+63 μm	-63+45 μm
SiO ₂	70.04	66.98	66.40	66.31	66.18
Al_2O_3	18.07	20.13	20.23	20.26	20.21
Na ₂ O	10.30	10.57	10.71	10.73	10.82
Fe ₂ O ₃	0.18	0.60	0.65	0.66	0.70
TiO ₂	0.17	0.21	0.22	0.26	0.23
CaO	0.56	0.63	0.65	0.64	0.66
MgO	0.21	0.35	0.52	0.51	0.54
K20	0.26	0.29	0.38	0.39	0.42
SO ₃	-	-	-	-	-
*K.K.	0.21	0.24	0.24	0.24	0.24

*K.K. Kızdırma Kaybı

Feldispatların kimyasal içeriklerine göre bazı standartlar mevcuttur. Bunlardan birisi olan Czech Standard CSN 72 1370 standartında, kimyasal analizde görülen oksitlerin % ağırlık değerlerine göre yapılan $K_20:(K_20+Na_20)$ ve CaO:(CaO+Na₂O-K₂O) işlemlerinin sonucuna göre bir sınıflandırma yapılmıştır (Sokolar ve Vodova, 2014). Cizelge 3.1'deki veriler ile bu standart temel alınarak yapılan hesaplamada, albit olarak isimlendirdiğimiz mineralin "sodyum feldispat" sınıfına girdiği anlaşılmıştır. Ayrıca EUROFEL'in (Avrupa Feldispat Üreticileri Derneği) yayınlamış olduğu terminolojiye göre % alümina ve % alkaliiçeriğine göre bir grafik hazırlanmıştır. Çizelge 3.1'de kimyasal analiz sonucu verilen albit örneğinin % 14'den fazla Al₂O₃ ve % 6'dan fazla Na₂O+K₂O

içerdiği görülmektedir. Bu nedenle EUROFEL terminolojisine göre bu numune "feldispat" olarak da tanımlanabilir (Eurofel, 2011).

Çizelge 3.1'deki kimyasal bileşimde az miktarda K₂O, MgO ve Fe₂O₃ görülmektedir. Bu safsızlıklar, petrografik ve mineralojik incelemelerde görülen (Şekil 4.1 ve 4.2) biyotit mineralinden kaynaklanmaktadır. Yine bu incelemeler sonucunda, Na₂O ve CaO'in sadece plajiyoklaslardan geldiği tespit edilmiştir. Tüvenan cevhere göre 106 μm altındaki dört farklı tane boyutu fraksiyonuna sahip örneklerde Na₂O, Al₂O₃ ve CaO miktarının arttığı, SiO₂ miktarının da azaldığı görülmüştür. Bunun muhtemel sebebi, kayaç içerisinde bulunan kuvars mineralinin, plajiyoklaslardan daha yüksek iş indeksi değerine sahip olması ve kuvarsın bir miktarının elek üstünde kalmasıdır. Bunun sonucu olarak, 106 μm altındaki tane boyut fraksiyonlarında, plajioklas miktarı artmıştır.

Saf bir albit minerali teorik olarak %68.7 SiO₂; %19.5 Al₂O₃ ve %11.8 Na₂O içermektedir. XRD ve petrografik incelemeler sonucunda, albit içeren kayaç örneğinin, ana olarak albit, kuvars ve biyotit içerdiği tespit edilmiştir. Bu sonuca dayanılarak, SiO₂, Al₂O₃ ve Na₂O için teorik % miktarlarından giderek yapılan hesaplamada, numunenin yaklaşık %87 albit içerdiği hesaplanmıştır. Yaklaşık olarak %10 kuvars ve %3civarında diğer safsızlıkları (biyotit vs.) içerdiği bulunmuştur.

	Tüvenan	-106+90 μm	-90+75 μm	-75+63 μm	-63+45 μm
SiO ₂	92.42	94.55	94.32	91.79	90.81
Al ₂ O ₃	4.99	2.60	2.96	4.31	5.03
Na ₂ O	-	-	-	-	-
Fe ₂ O ₃	0.40	0.50	0.51	1.21	1.13
TiO ₂	0.38	0.25	0.23	0.41	0.43
CaO	-	-	-	-	-
MgO	-	-	-	-	-
K20	0.15	0.27	0.15	0.45	0.77
SO3	-	-	-	-	-
*K.K.	1.66	1.83	1.83	1.83	1.83

Çizelge 3.2. Farklı tane boyut aralığındaki silis kumu için kimyasal analiz sonuçları (ağırlıkça %)

*K.K. Kızdırma Kaybı

Çizelge 3.2'deki silis kumunun kimyasal analiz sonucunda, değişen miktarlarda Al₂O₃ görülmektedir. Bu oksit, Şekil 4.3'de görülen kaolinit mineralinden kaynaklanmaktadır. Al₂O₃'ün miktarının -63+45 μm malzemede yükseldiği görülmektedir. Bunun sebebi, örneğin içerisinde bulunan kuvars mineralinin, kaolinitten daha yüksek iş indeksi değerine sahip olması ve kuvarsın bir miktarının 63 μm elek altına geçememesidir. Çizelge 3.2'de, silis kumunun tane boyutu azaldıkça, içerisinde bulunan Fe₂O₃ miktarının arttığı görülmüştür. Silis kumunun lup ile incelenmesi sonucunda yaklaşık 20-30 μm tane boyutuna sahip koyu renkli demirli minerallere rastlanmıştır. Silis kumunun tane boyutu azaldıkça, demirli minerallerin tane boyut aralığına yaklaşılmış ve Fe₂O₃ miktarı artmıştır.

-					
	Tüvenan	-106+90 μm	-90+75 μm	-75+63 μm	-63+45 μm
SiO ₂	68.05	66.89	66.69	66.32	64.05
Al ₂ O ₃	21.70	20.93	21.11	21.33	22.69
Na ₂ O	0.01	0.20	0.19	0.34	0.29
Fe ₂ O ₃	0.60	1.55	1.46	1.78	2.21
TiO ₂	0.42	0.44	0.51	0.55	0.61
Ca0	0.26	0.55	0.61	0.98	0.95
MgO	0.15	-	-	0.04	0.05
K20	0.11	0.24	0.24	0.30	0.33
SO ₃	0.40	0.82	0.81	0.57	0.44
*K.K.	8.30	8.38	8.38	8.38	8.38

Çizelge 3.3. Farklı tane boyut aralığındaki kaolen için kimyasal analiz sonuçları (ağırlıkça %)

*K.K. Kızdırma Kaybı

Çizelge 3.3'deki kaolenin kimyasal analiz sonucunda, tane boyutunun azalmasına bağlı olarak, SiO₂ miktarı azalmış ve Al₂O₃ miktarı artmıştır. Bunun sebebi, örneğin içerisinde bulunan kuvars mineralinin, kaolinitten daha yüksek iş indeksi değerine sahip olması ve kuvarsın bir miktarının elek açıklığı küçüldükçe alt boyutlara geçememesidir. Bu durum, alt tane boyutu fraksiyonlarında, kaolen açısından daha zengin bir malzeme elde edildiği anlamına gelmektedir. Kimyasal analizde görülen Fe₂O₃'ün, hematit ve/veya limonit türü minerallerden kaynaklandığı düşünülmektedir. Kaolenin tane boyutu azaldıkça, bu minerallerin tane boyut aralığına yaklaşılmış ve Fe₂O₃ miktarı artmıştır.

3.2. Yöntem

Albit, silis kumu ve kaolen örneklerinin öğütme davranışları, kinetik modele dayalı olarak incelenmiş, öğütme ürünü malzemelerin seramik sağlık gereçleri bünyelerine etkileri araştırılmıştır. Birinci aşamada, kinetik modele dayalı öğütme çalışmaları sonucunda, malzemelerin kinetik model parametreleri belirlenmiştir. İkinci aşamada ise, model parametreleri baz alınarak seçilen, en etkin öğütmenin gerçekleştiği koşullardan elde edilen ürünlerden oluşturulan standart seramik sağlık gereçleri kompozisyonlarının teknolojik özelliklerine, malzeme yükü, bilya türü, çapı ve öğütücü ortamın (yaş-kuru) etkileri incelenmiştir.

3.2.1. Petrografik analiz

Petrografik analizlerin yapılması ve değerlendirilebilmesi için genellikle ince kesitlerin hazırlanması gereklidir. Öncelikle kesme makinesinde kayaç örneğini temsil etmesi için uygun yerlerden geçecek biçimde 5 mm kalınlığında bir parça kesilir, bu parça incelemeler için elverişli olan 2 mm kalınlığında ve 5x4 mm boyutunda bir cam lamı üzerine Kanada balsamı, 404 ve benzeri kuvvetli yapıştırıcı ile yapıştırılır. Daha sonra lam üzerindeki kayaç parçası aşındırılır ve 0.5 mm kadar inceltilir ve normal ışığı geçirecek biçimde olması test edilir. Bu aşamadan sonra ince kesit incelemeye hazır durumdadır. Benzer biçimde aynı örneğinin ince kesit için belirlenen yerlerden üç boyutlu amaca göre farklı kesitleri hazırlanabilmektedir. İnce kesitler yapıldıktan sonra üzerine örnek numarası yazılır ve örnek yönlü ise işareti belirtilir.

Petrografik amaçlı yapılan çalışmalar için tüm örnekler doğada bulunduğu hali ile ocaktan temin edilmiştir. Albit kayaç halinde temin edilmiş ve 3 eksenli ince kesiti hazırlanmıştır. Silis kumu ve kaolen, toz halinde olduğu için tablet halinde hazırlanarak üstten aydınlatma ile inceleme yapılabilmiştir. Örneklerin petrografik özellikleri Süleyman Demirel Üniversitesi, Jeoloji Mühendisliği Bölümü'nde gerçekleştirilmiştir.

3.2.2. X-Işını kırınımı (XRD) analizi

Albit, silis kumu ve kaolenin faz içerikleri X-Işını kırınım (XRD) yöntemi ile incelenmiştir. Bu amaçla örnekler, Philips X'Pert PRO MPD marka ve model X-Işını kırınım cihazında; 2θ =7-70°, Cu K- α , 2 derece/dakika tarama hızında çekime tabi tutulmuşlardır. Örneklerin XRD analizleri Süleyman Demirel Üniversitesi, Jeotermal Enerji, Yeraltı Suyu ve Mineral Kaynakları Araştırma ve Uygulama Merkezinde gerçekleştirilmiştir.

3.2.3. Mikroyapı analizi

-106+90, -90+75, -75+63, -63+45 μm tane boyutlarında sınıflandırılmış albit, silis kumu ve kaolen örneklerinin mikro yapısal özellikleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) yardımı ile incelenmiştir. Örneklerin genel görüntüleri Süleyman Demirel Üniversitesi Teknokent biriminde bulunan Plazma şirketinde yaptırılmıştır.

Taramalı elektron mikroskobu yüksek büyütmede mikroyapısal inceleme için çok elverişli ve çeşitli üstünlükleri olan bir araçtır. Taramalı elektron mikroskobu yönteminde saç teli kalınlığında bir W tel, bir LaB₆ uç veya bir alan salım tabancası tarafından üretilen bir elektron ışını kullanılır. Elektronlar boşlukta yüksek gerilim alanı (1-50 kV) içinde hızlandırılır. Işın, örnek üzerine elektromanyetik mercekler kullanılarak 1-2 nm büyüklüğünde bir nokta oluşturacak şekilde odaklanır ve tarama sargıları ile incelenen örnek yüzeyinde taranır. İkincil elektronlarla 1-50 nm düzeyinde bir çözünürlük elde edilir. Elektron kaynağından gelen elektronlar ya esnek olarak saçılır ve geri saçılmış elektronlar üretir veya örnek ile etkileşir. Bu etkileşimler X-ışınları ve ikincil elektronlar adı verilen yeni elektronlar üretebilir. Tüm bu salınımlar algılayıcılar tarafından toplanır. Bu veriler işlenir ve malzeme hakkında çeşitli bilgiler elde edilebilir.

3.2.4. Standart Bond öğütülebilirlik testi

Bir malzemenin öğütülmesine birçok faktör etki etmektedir. Bunlardan birisi, malzeme karakterine bağlı olan öğütülebilirliğidir. Sertliği çok yüksek olan bir malzemenin öğütülebilirliği çok kolay olabilir. Veya tersi olarak sertliği düşük bir malzemenin öğütülebilirliği daha zor olabilir. Çeşitli araştırmacılar öğütülebilirlik için çeşitli tarifler yapmışlardır. Bunların içinde en çok kullanılanı, Bond işindeksidir. Öğütülebilirlik, malzemenin öğütme işlemine karşı gösterdiği direnç olarak adlandırılır. İşindeksi, cevherin öğütülebilirlik özelliklerine bağlı olup değirmenlerin boyutlandırılmasında enerji tüketimi hesaplamalarında, ögütme devrelerinin verimliliğinin belirlenmesinde kullanılan bir üretim parametresidir (Samanlı, 2008).

Albit, silis kumu ve kaolenin Bond İş İndeksi değerleri, Standart Bond Öğütülebilirlik Testi kullanılarak belirlenmiştir. Bond İş İndeksini belirlemek amacıyla standart Bond değirmeninde kullanılmak üzere her bir örnekten numune azaltma kurallarına uygun olarak tümü -3.35 mm tane boyutunda olan yaklaşık 10 kg numune hazırlanmıştır. Bond öğütülebilirlik deneylerinde sınama boyutu 0.106 mm ve 0.063 mm olarak alınarak, deneyler denge hali sağlanıncaya kadar devam etmiştir.

Standart 700 cm³/lük hacimdeki ve kütlesi tespit edilmiş numune değirmene bilyalarla birlikte tek tabaka oluşturulacak şekilde beslenmiştir. Değirmen ilk dönüş (N_i) sayısı seçiminde benzer cevher veya maddeler için daha önce yapılmış çalışmadan faydalanılabilinir. Çalışma olmaması durumunda 100 devir ile denemeye başlanır. Değirmen, seçilen devir sayısını tamamladıktan sonra öğütme testinde numunenin tamamen öğütülmesi istenen tane boyutuna eşdeğer göz açıklıklı (P_i) referans eleğinden numune elenir. Elek üstü tartılır ve bulunan kütle değirmene konan kütleden çıkartılarak elek altının kütlesi (a) tespit edilir. Başlangıçta yapılan elek analizi ya da birikimli elek altı grafiğinden faydalanarak değirmene konan yükteki P_i referans eleğinin altına geçecek olan numunenin kütlesi (b) bulunur. Bulunan miktar, elde edilen elek altı kütlesinden çıkarılarak net kütle (a-b) bulunur. Öğütülen net kütle değirmen dönüş sayısına bölünerek bu periyottaki öğütülebilirlik (G_{bPi}, g/d) tespit edilir. İkinci periyotta değirmenden çıkan miktara (a) eşit miktarda malzeme değirmene beslenir. Değirmene uygulanacak dönüş sayısı, eklenen miktardaki (a) P_i referans eleği boyutundan ince malzeme (c) daha önce yapılan elek analizinden faydalanılarak tespit edilir. Bu periyotta değirmendeki malzemenin kütlece %28.6'sının öğütülmesi beklenir. Dolayısıyla değirmendeki numunenin %28.6'sına tekabül eden kütle (d) gram olarak tespit edilir. Bu şekilde elde edilen d ve c kütleleri arasındaki fark bulunur ve bulunan değer 1. periyotta elde edilen GbPi'e bölünerek 2. periyottaki dönüş sayısı (N2) tespit edilir. Bulunan devir sayısı uygulanarak işlem devam ettirilir. Değirmendeki yükün kütlece %28.6'sının öğütülmesi standart denge şartlarında kütlece %250 dönüş yükü verir. Bu andan itibaren yukarıdaki adımlar öğütülebilirlik değerleri (GbP) dengeye gelinceye kadar tekrar edilir. Yapılan işlem dengeye ulaştığında son üç değerin aritmetik ortalaması alınarak ortalama öğütme değeri (GbP) bulunur. Son üç periyottaki P_i referans eleği boyutundan ince malzemeler birleştirilerek elde edilen malzemenin elek analizi ile tane boyut dağılımı bulunur. Bulunan sonuçlardan numunenin kütlece %80'inin geçtiği tane boyutu (P, µm) tespit edilir. Sistemden elde edilen değerlerle Öğütme İş İndeksi (Wi) Eşitlik (3.1) ile hesaplanır.

$$W_{i} = \frac{44.5}{(P_{1})^{0.23} * (G)^{0.82} * |(10/\sqrt{P}) - (10/\sqrt{F})|} \times 1.1$$
(3.1)

Burada;

W_i = Bond iş indeksi (kwh/t)

P_i = Seçilen test eleği boyutu (μm)

G = Standart Bond öğütülebilirlik değeri (g/dev)

 P_{80} = Ürünün %80'inin geçtiği elek boyutu (µm)

 F_{80} = Beslemenin %80'inin geçtiği elek boyutunu (µm) göstermektedir.

Kullanılan standart Bond değirmeni karakteristikleri ve deney koşulları Çizelge 3.4'de verilmiştir.

Değirmen	Çap, mm		305					
	Uzunluk, mm	305						
	Hacim, cm ³		22284					
	Çalışma hızı, dev/dak	70						
Öğütücü	Malzeme	Paslar	ımaz çel	ik	-			
ortam	Çap (d), mm	38.1	31.75	25.4	19.05	12.7		
(Bilya)	Sayı	43	67	10	71	94		
	Özgül ağırlık, g/cm ³	7.8						
	Toplam ağırlık, g	20125						
	Bilya doluluk oranı, J	0.19						
Malzeme	Albit							
Malzeme miktarı, g		1409.62						
Malzeme	Silis kumu							
	Malzeme miktarı, g	1103.38						
Malzeme Kaolen								
	Malzeme miktarı, g	1174.45						

Çizelge 3.4. Standart Bond değirmeni karakteristikleri ve deney koşulları

3.2.5. Kinetik modele dayalı öğütme testleri

Örneklerin, özgül kırılma hızları ve kümülatif dağılım fonksiyonlarına bağlı kinetik model parametrelerinin belirlenmesi için $\sqrt{2}$ elek serisine göre 4 farklı tane boyut fraksiyonunda (-106+90, -90+75, -75+63, -63+45 μm) sınıflandırılmıştır. Numunelerin kinetik modele dayalı öğütme deneylerinden elde edilen model parametrelerinin tespiti için 15x15cm çap ve uzunluğunda çelikten imal edilmiş değirmen, öğütücü ortam olarak ise alümina ve silpeps bilyalar kullanılmış, kuru ve yaş ortamlarda öğütme işlemi yapılmıştır. Hazırlanan her bir tane boyutu fraksiyonu, kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi için kesikli olarak öğütülmüştür. Her bir öğütme periyodu sonrası tüm değirmen şarjı boşaltılarak numune alınmıştır. Tane boyut dağılımı Malvern marka Hydro 2000G model cihaz kullanılarak ölçülmüştür. Kullanılan bilyalı değirmen karakteristikleri ve deney koşulları Çizelge 3.5'de verilmiştir. Deneylerde bilyalı değirmenin dönüş hızı, değirmenin kritik hız değerinin %75'i alınmıştır ve değirmen dönüş hızı Eşitlik 3.2'den hesap edilmektedir.

Kritik hız (N_k) =
$$\frac{42.3}{\sqrt{(D-d)}}$$
 (3.2)

Burada; D değirmen çapı (m), d ise bilya çapıdır (m).

Malzeme Doluluk Oranı(
$$f_c$$
) = $\frac{Malzeme Miktarı/Malzeme Yoğunluğu}{Değirmen Hacmi} * $\left(\frac{1}{0.6}\right)$ (3.3)$

Bilya Doluluk Oranı(J) =
$$\frac{\text{Bilya Miktarı/Bilya Yoğunluğu}}{\text{Değirmen Hacmi}} * \left(\frac{1}{0.6}\right)$$
(3.4)

Boşluk Doldurma Oranı(U) =
$$\frac{f_c}{0.4*J}$$
 (3.5)

Çizelge 3.5. Bilyalı değirmen karakteristikleri ve deney koşulları

Değirmen	İç çap, mm	150						
0	İç uzunluk, mm	150						
	Hacim, cm ³				2650.7	2		
	Çalışma hızı, dev/dak	91.37 - 84.59						
Öğütücü	Malzeme	Si	lpeps				Alümi	na
ortam	Boyut, mm	Ø30		Ø10		Q	ð30	Ø10
(bilya)	Ortalama bilya ağırlıkları, g	166.85	11.60 71.99		3.53			
	Özgül ağırlık, g/cm³	6.75		6.75		3.70		3.70
	Hacim doluluğu (%J)			20 - 30 - 35 - 40				
Malzeme	Gerçek yoğunluk,	Tane boyutu (µm)	-106	5+90	-90+7	75	-75+63	-63+45
	g/cm ³	Albit	2.	64	2.57	7	2.54	2.58
		Silis kumu	2.	64	2.63	3	2.71	2.68
		Kaolen	2.	52	2.52	2	2.54	2.54
	Malzeme yükü (% f _c) (J=0.3-Nc=0.75)	0.072	2 0.0		096		0.120	0.144
	f _c 'ye göre boşluk doldurma oranı (% U)	0.60		0	.80		1.00	1.20

4. ARAŞTIRMA BULGULARI

4.1. Petrografik Özellikler

Albit içeren kayacın makroskobik incelemesinde, çoğunlukla mat beyaz renkli feldispat mineralleri bunun yanında yer yer camsı saydam özellikte kuvars, az miktarda siyah parlak yer yer yapraksı özelliklerde biyotit mineralleri bulunmaktadır. Bunların dağılımı genelde kayaçta heterojen özellik sunmaktadır. Kayaç içerisinde yer alan özellikle levhamsı, çubuksu mineraller belirli yönde yönlenme göstermekte ve kayaç kısmen bantlı yapı sunmaktadır.

Albit mineralinin içerisinde yer aldığı kayaca ait farklı yönlerden alınan ince kesit görüntüleri Şekil 4.1'de görülmektedir.



Şekil 4.1. Albit içeren kayaç örneği içerisinde a) iri albit kristalleri arasında küçük kuvars ve biyotit mineralleri, b) albit kristali içerisinde küçükkuvars kristallerinden oluşan kuvars damarı, c) iri biyotit mineralleri, d) iri biyotit ve kuvars minerallerinin görünümü. Plag: Plajioklas, Qtz: Kuvars, Bio: Biyotit, Ser: Serizit

Kayaç genel olarak plajioklas, kuvars ve biyotit minerallerini içermektedir (Şekil 4.1a,b,c,d). Bazı örneklerde plajiyoklas mineralleri içerisinde küçük kuvars kristallerinden meydana gelen kuvars damarları gözlenebilmektedir (Şekil 4.1b). Plajiyoklaslar içerisinde kuvars mineralleri genelde özşekilsiz olup yer yer tanesel dağılım şeklinde de görülebilmektedir. Biyotit kristalleri, bazen plajioklaslar içerisinde kapanım halinde yer almaktadır (Şekil 4.1b). Bazı plajioklas kristalinde de serizitleşme gözlenmiştir (Şekil 4.1b). Plajiyoklas kristallerinin tane boyutu genelde 250-5750 µm arasında değişirken, çatlaklar arası mesafe genelde 125-4250 µm arasında değişmektedir. Kayaçta bulunan diğer bir mineral olan kuvars, farklı boyutlardaki düzensiz çatlaklı bir yapıya sahiptir. Kuvars kristallerinin tane boyutu 25-3000 µm arasında değişirken, çatlaklar arası mesafe genelde 25-500 µm arasında değişmektedir. Az miktarda bulunan biyotit mineralinin tane boyutu ise 250-1250 µm arasında değişmektedir. Ayrıca kayaçta nadir olarak gözlenen opak mineraller mevcuttur. Bu opak minerallerin tane boyutu 25-375 µm arasındadır.

Silis kumu ve kaolen ince tane boyutuna sahip olduğu için petrografik incelemeleri yapılamamıştır.

Silis kumunun lup ile incelenmesi sonucunda yaklaşık 20-30 µm tane boyutuna sahip koyu renkli demirli minerallere rastlanmıştır.

Kaolen örneğinin makroskobik incelemesinde, kil ve opal taneleri ve bazı tanelerin kenar kısımlarında hematit, limonit türü ayrışma ürünleri gözlenmektedir. Çizelge 3.3'deki XRF analizinde gözlenen Fe₂O₃'ün kaynağı bu mineraller olabilir. Kaolenlerin riyolitik bileşimli asidik tüflerin alterasyonu sonucu oluştukları ileri sürülmektedir (Aras, 2009; Ekinci vd., 2009). Bu nedenle içerisinde bol miktarda kuvars ve kil minerali görülmektedir. Çizelge 3.3'deki XRF analizinde görülen Na₂O ve CaO muhtemelen plajioklaslardan gelmektedir. Riyolitik tüflerin yapısında kuvars ve plajioklas bulunmaktadır. Kuvarsın alterasyonu zor olmakta veya olmamaktadır. Ancak feldispatların alterasyonu sonucu kil mineralleri oluşmaktadır.

4.2. X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi

Albit, silis kumu ve kaolen örneklerine ait XRD analizi sonuçları Şekil 4.2, 4.3 ve 4.4'de verilmiştir.



Şekil 4.2. Albit numunesinin X-ışınları kırınımı diyagramı

Şekil 4.2'deki XRD analizinde kayacın ana olarak albit [ICDD (01-089-6423)] ve kuvars [ICDD (01-085-1054)] minerallerinden oluştuğu görülmektedir. Bu iki ana mineralin dışında az miktarda biyotit [ICDD (00-002-0057)] minerali saptanmıştır. Kayacın XRD analizi sonucunda tespit edilen fazlar, kimyasal analiz ve petrografik analiz ile de örtüşmektedir.



Şekil 4.3. Silis kumu numunesinin X-ışınları kırınımı diyagramı

Şekil 4.3'teki XRD analizinde, ana mineralin kuvars [ICDD (01-079-1910)] olduğu görülmektedir. Çizelge 3.2'deki kimyasal analizde görülen Al₂O₃ içeriğinin kaolinit [ICDD (01-080-0886)] türü kil mineralinden kaynaklandığı görülmüştür. Kimyasal analiz ve lup ile incelemede tespit edilen demirli minerallerin miktarları çok az olduğu için XRD analizinde görülememiştir.



Şekil 4.4. Kaolen numunesinin X-ışınları kırınımı diyagramı

Şekil 4.4'deki XRD analizinde kayacın ana olarak kuvars [ICDD (01-083-2466)] ve kaolinit [ICDD (00-029-1488)] minerallerinden oluştuğu görülmektedir. Saf bir kaolinit minerali teorik olarak % 46.3 SiO₂; % 39.8 Al₂O₃ ve % 13.9 H₂O (su) içerir. SiO₂/Al₂O₃ oranı 1.16 olmalıdır. Kaolen içindeki Al₂O₃ haricindeki diğer bileşenlerin yüksek olması demek, Al₂O₃ oranının idealden (% 39.50'den) az olması demektir. Bu da mineralin içeriğinde bulunan kaolinit oranının daha düşük olması anlamına gelir (Murray, 2007). Çizelge 3.3'deki kimyasal analiz sonuçlarına göre tüvenan kaolen örneği için SiO₂/Al₂O₃ oranı yaklaşık 3.14'tür. SiO₂ ve Al₂O₃ için teorik % miktarlarından giderek kaolen örneği için yapılan hesaplamada, numunenin yaklaşık % 55 kaolen içerdiği hesaplanmıştır. Saf kaolen için ateş zayiatının % 11 ile 13 arasında değiştiği literatürden bilinmektedir (Meunier, 2005). Yapılan hesaplamada kaolen örneğinin yaklaşık %7.66 H₂O içerdiği görülmüştür. Kalan % 0.64'lük ateş zaiyatının organik maddelerden ve/veya çok az miktardaki alünitten (% 0.40 SO₃, % 0.11 K₂O) kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Çizelge 3.3'deki kimyasal analizde görülen Fe₂O₃ (% 1.02) hematit ve/veya limonitten kaynaklanmaktadır.

4.3. Mikroyapısal Özellikler

-106+90, -90+75, -75+63, -63+45 μm boyutlara gruplandırılmış albit, silis kumu ve kaolen numunelerine ait SEM analizi sonuçları Şekil 4.5-4.16'da verilmiştir.



Şekil 4.5. Albit numunesine (-106+90 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme



Şekil 4.6. Albit numunesine (-90+75 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme



Şekil 4.7. Albit numunesine (-75+63 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme



Şekil 4.8. Albit numunesine (-63+45 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme

Şekil 4.5-4.8'de görülen dar tane boyut fraksiyonlarında sınıflandırılmış albit içeren kayaç örnekleri, genelde düzgün yüzeyler boyunca kırılma göstermektedir. Feldispatlar iki yönde dilinime sahiptir. Dilinimi olan minerallerde kırılma daha çok dilinim yüzeylerincedir. Dilinim; minerallerin belli yönlerde bir düzlem boyunca yarılma özelliğidir. Minerallerdeki bu yarılma yüzlerine dilinim yüzüdenir. Ayrılma doğrultuları ile açıları kristal kafesteki atomların birbirlerine göre dizilim ve uzaklıklarına bağlıdır (Vardar ve Bozkurtoğlu, 2009). Dilinim, kristalde zayıf bölge anlamına gelir ve kırılma esnasında kristalin ilk ayrılacağı sınırlardır.



Şekil 4.9. Silis kumu numunesine (-106+90 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme



Şekil 4.10. Silis kumu numunesine (-90+75 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme



Şekil 4.11. Silis kumu numunesine (-75+63 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme



Şekil 4.12. Silis kumu numunesine (-63+45 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme

Şekil 4.9-4.12'degörülen dar tane boyut fraksiyonlarında sınıflandırılmış silis kumu örnekleri, düzgün kırılma göstermemektedir. Kuvarsın dilinimi yoktur (Vardar ve Bozkurtoğlu, 2009). Bu nedenle kırılmanın, konkoidal (midye kabuğu) şekilde ve düzensiz olduğu gözlenmiştir. Kırılmaya etken olarak, düzensiz gelişmiş çatlaklar söylenebilir.



Şekil 4.13. Kaolen numunesine (-106+90 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme



Şekil 4.14. Kaolen numunesine (-90+75 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme



Şekil 4.15. Kaolen numunesine (-75+63 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme



Şekil 4.16. Kaolen numunesine (-63+45 μm) ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri a) ×250, b) ×600 büyütme

Şekil 4.13-4.16'da görülen dar tane boyut fraksiyonlarında sınıflandırılmış kaolen örneklerinin, karakteristik tabakalara sahip 10 μm'den küçük tane boyutlardaki tanelerin aglomerasyonu ile oluştuğu görülmektedir. Kaolinit; karmakarışık, birbirine paralel ve yelpaze şeklinde dizilen yapraksı agregatlar halinde gözlenmiştir. Mekanik etki nedeniyle, iyi şekillenmiş bu yapraksı

yüzeylerde, tane boyut fraksiyonu inceldikçe morfolojik değişiklerin oluştuğu görülmüştür.

4.4. Bond Öğütülebilirlik Testi

Standart Bond değirmeninde kullanılmak üzere albit, silis kumu ve kaolen için -3.35 mm tane iriliğine sahip numune elde edilmiştir. Bond bilyalı değirmenin de yapılan deneyler sonucunda, Bond öğütülebilirlik değerleri G (g/dv) ve hesapla bulunan Bond iş indeksi W_i (kwh/ton) değerleri tespit edilmiştir. İş indeksi, değirmenlerin boyutlandırılmasında enerji tüketimi hesaplamalarında, öğütme devrelerinin verimliliğinin belirlenmesinde kullanılan bir üretim parametresidir.

4.4.1. Albit

Albit numunesinin Bond öğütülebilirlik değerleri G (g/dv) ve hesapla bulunan Bond iş indeksi W_i (kwh/ton) değerleri Çizelge 4.1'de verilmiştir. Bond iş indeksi hesabında kullanılan besleme malzemesinin ve ürününün kümülatif elek altı grafikleri Şekil 4.17 ve Şekil 4.18' de verilmiştir.

Çizelge 4.1. Albit numunesinin Bond iş indeksi ve öğütülebilirlik değerleri

Sınama boyutu	Öğütülebilirlik değeri	İş indeksi
(µm)	G (g/dv)	W _i (kwh/ton)
106	1.66	13.27
63	0.97	16.43



Şekil 4.17. Bond öğütülebilirlik testi için hazırlanan örneklerin kümülatif elek altı grafikleri



Şekil 4.18. Bond öğütülebilirlik testinde elde edilen ürünlerin kümülatif elek altı grafikleri

4.4.2. Silis kumu

Silis kumu numunesinin Bond öğütülebilirlik değerleri G (g/dv) ve hesapla bulunan Bond iş indeksi W_i (kwh/ton) değerleri Çizelge 4.2'de verilmiştir. Bond iş indeksi hesabında kullanılan besleme malzemesinin ve ürününün kümülatif elek altı grafikleri Şekil 4.19 ve Şekil 4.20'de verilmiştir.

Sınama boyutu	Öğütülebilirlik değeri	İş indeksi		
(μm)	G (g/dv)	W _i (kwh/ton)		
106	1.78	18.74		
63	0.88	33.66		

Çizelge 4.2. Silis kumu numunesinin Bond iş indeksi ve öğütülebilirlik değerleri



Şekil 4.19. Bond öğütülebilirlik testi için hazırlanan örneklerin kümülatif elek altı grafikleri



Şekil 4.20. Bond öğütülebilirlik testinde elde edilen ürünlerin kümülatif elek altı grafikleri
4.4.3. Kaolen

Kaolen numunesinin Bond öğütülebilirlik değerleri G (g/dv) ve hesapla bulunan Bond iş indeksi W_i (kwh/ton) değerleri Çizelge 4.3'de verilmiştir. Bond iş indeksi hesabında kullanılan besleme malzemesinin ve ürününün kümülatif elek altı grafikleri Şekil 4.21 ve Şekil 4.22'de verilmiştir.

Çizelge 4.3. Kaolen numunesinin Bond iş indeksi ve öğütülebilirlik değerleri



Şekil 4.21. Bond öğütülebilirlik testi için hazırlanan örneklerin kümülatif elek altı grafikleri



Şekil 4.22. Bond öğütülebilirlik testinde elde edilen ürünlerin kümülatif elek altı grafikleri

4.5. Kinetik Modele Dayalı Öğütme Testleri

Kırılma hız fonksiyonlarını belirlemek için yapılan deneylerde örneklerin dört farklı besleme tane boyut fraksiyonu (-106+90, -90+75, -75+63, -63+45 µm) kullanılmıştır. Her bir tane boyut fraksiyonu için özgül kırılma hızları (S_i) birinci derece kırılma hız fonksiyonu grafiklerinden hesaplanmıştır. Değirmen çalışma koşullarından, farklı malzeme doluluk oranlarında ve farklı bilya türlerinde belirlenen S_i değerlerine karşı tane boyut fraksiyonu grafikleri çizilmiştir (Şekil 4.23-4.117) Bu grafiklerin doğrusal kısmından hesaplanan a_T , α , kırılma hız parametre değerleri Çizelge 4.4-4.51'de verilmiştir.

Kümülatif kırılma fonksiyonu (B_{i,j}) değerleri, en kısa öğütme sürelerinden elde edilmiş ve verilerin normalize olduğu yani boyuttan bağımsız olduğu tespit edilmiştir. Değirmen çalışma koşullarından, farklı malzeme doluluk oranlarında ve bilya doluluk oranlarında belirlenen B_{i,j} değerlerine karşılık nispi boyut (X_i/X_j) grafikleri çizilmiştir (Şekil 4.24-4.118) Bu grafiklerden hesaplanan $Φ_j$, γ ve β model parametre değerleri Çizelge 4.4-4.51'de verilmiştir. S_i değerlerinin ya da a_T değerinin büyük olması daha etkin bir kırılmanın olacağını ve orijinal parçanın daha çabuk alt boyuta indirgeneceği anlamına gelmektedir.

 γ değerinin büyük olması ince malzeme oranının az olduğunu gösterir. Φ_j değerinin artması en üst boyutların bir alt boyuta daha hızlı kırılacağını ifade etmektedir.

4.5.1. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi

Albit örneğinin Ø30 mm silpeps bilya için kuru ve sulu ortamdadört farklı malzeme yükü miktarında yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Grafiğin doğrusal olarak azaldığı bölge birinci derece kırılma bölgesini temsil etmektedir. Birinci derece kırılma bölgesindeki doğrunun eğimi bize malzemenin o tane boyut aralığındaki özgül kırılma hızını vermektedir. Bütün tane boyutu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra, bu değerlerin elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında aşağıdaki Eşitlik 4.1 kullanılarak sonuçlar bu eşitliğe uydurulmuş ve doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir malzeme yükü değeri için a_t , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.

$$S_{i} = a_{t} * \left[\frac{X_{i}}{X_{1}}\right]^{\alpha} * \frac{1}{1 + \left[\frac{X_{i}}{\mu}\right]^{\lambda}}$$

$$(4.1)$$



Şekil 4.23. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamdafarklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Sekil 4.23'te, bütün malzeme yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 30 mm silpeps bilya için kuru ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonrasında azalmaya başlamıştır. Burada, sabit değirmen koşulları altında tanelerin kırılma hızının büyük ölçüde tane boyutuna bağlı olduğu görülmektedir. Yaklaşık 90 µm tane boyutunun üzerinde görülen kırılma hızındaki azalma, öğütücü ortam olarak kullanılan bilyalar tarafından tanelerin yakalanıp kırılmasının zorlaşması nedeniyledir (Austin vd., 1984; Klimbel, 1997).Malzeme doluluk oranlarına göre çizilen kırılma hız grafiklerinden birinci derece öğütme kinetiğine uyan bir hız ile kırıldığı görülmektedir. Birinci derece öğütme kinetiğine uyan ince malzemelerin kırılması "normal kırılma bölgesi" olarak adlandırılır. Genel olarak, öğütmenin başlangıcında kırılma hızı, tane boyutu ile artarken, belirli bir tane boyutundan sonra yavaşlamaya başlar. Bu tane boyutu her malzeme için farklılık gösterir. Yavaşlamanın nedeni, oluşan ince taneler yastıklama etkisi yaparak iri boyutların kırılmasını engellemesidir.

Ayrıca dört farklı malzeme doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızı daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun nedeni tanelerin sahip olduğu ve Şekil 4.5-4.8'de görülen Griffith türü çatlaklardır. Malzemenin tane boyutu inceldikçe, Griffith türü çatlakların azalmasından dolayı kırılma hızı da azalmıştır. Çatlak teorisine göre tanelerin boyutları küçüldükçe dayanımları artmaktadır. Çünkü büyük boyutlarda görülen çatlaklar tane boyutu küçüldükçe ortadan kalkmaktadır. Aynı zamanda, geometrik etki nedeniyle, iri tanelere oranla küçük tanelerin bilyalar tarafından kavranmaları zor olmaktadır. Böylece tane boyutu küçüldükçe kırılma olayı zorlaşmaktadır. Bu durumun bir diğer nedeni de, ince kesit incelemelerinde görülen (Şekil 4.1), çatlaklar arası mesafesi minimum 25 μ m olan kuvars ve opak mineraller olabilir. Albit ve biyotitin çatlaklar arası mesafesi sırasıyla minimum ~125 μ m ve ~250 μ m olduğu için her tane boyut

Bunun yanısıra düşük malzeme doldurma oranlarında yüksek birincil kırılma hız değerleri elde edildiği görülmektedir. İdeal bir değere kadar malzeme miktarının artmasıyla bilyalar arasındaki çarpışma boşluklarını doldurulmakta ve böylece yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmektedir. Bütün etkin boşluklar doldurulduğunda en yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmiştir. Fazla malzeme doldurma oranlarında malzeme yastıklama etkisi yaparak ve değirmen içerisinde öğütmeye maruz kalacak malzeme akışının az veya hiç olmaması nedeniyle düşük S_i×f_c ve *ar*×U değerine sebep olmaktadır.

Albit örneğinin Ø30 mm silpeps bilya ile kuru ve sulu ortamda dört farklı malzeme yükü ve dört farklı bilya yükü miktarında yapılan kinetik deneylerde tek tane boyut fraksiyonunda hazırlanan malzemelerin kırılma dağılım fonksiyonlarının belirlenmesinde kinetik modele dayalı geliştirilen BII yöntemi kullanılmıştır. Bunun için hazırlanan numuneler yaklaşık olarak başlangıç boyutunun % 20-30'nun öğütüldüğü en kısa öğütme süresi olan dakikada öğütülmüşlerdir. Bu öğütme süresi sonunda ürünlerin tamamı elek analizi

yapılmış ve aşağıdaki Eşitlik 4.2 kullanılarak her bir hammaddenin kırılma dağılımları belirlenmiştir.

$$B_{i,1} = \frac{\log\left[(1 - P_i(0))/(1 - P_i(t))\right]}{\log\left[(1 - P_2(0))/(1 - P_2(t))\right]} \qquad i > 1$$
(4.2)

Kırılma dağılım değerlerinin tane boyutlarına karşılık logaritmik olarak çizilen grafiklerden ince tane boylarına karşılık gelen kısmından çizilen teğetin eğiminden γ (gamma), bu teğetin x eksenindeki en büyük tane boyutundan y eksenine dik çizilen doğrunun kestiği yerden Φ (phi) değerleri belirlenir. Eğrinin büküm yaptığı noktadan yani iri tane boyutlarına karşılık gelen eğri ile ince boyutlar için çizilen teğet arasındaki farklarla bunlara karşılık gelen tane boyutlarına karşı grafikler çizilir. Buradan elde edilen doğrunun eğiminden β (beta) değeri elde edilir.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ, Φve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri aşağıdaki eşitlikler kullanılarak tekrar hesaplatılmıştır.

$$B_{i,j} = \phi_j * \left(\frac{X_{i,1}}{X_1}\right)^{\gamma} + (1 - \phi_j) * \left(\frac{X_{i-1}}{X_1}\right)^{\beta}, \qquad 0 \le \phi_j \le 1$$
(4.3)

$$\phi_{j} = \phi_{1} * \left[\frac{X_{j}}{X_{1}}\right]^{-\delta}$$
(4.4)



Şekil 4.24. Albit örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.4. Albit örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

fc (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	1.40	1.54	0.10	0.10	0.690	3.653	10.797	0.10
0.096	0.80	1.50	1.95	0.10	0.10	0.708	3.691	11.223	0.10
0.120	1.00	1.00	1.57	0.10	0.10	0.682	3.790	13.271	0.10
0.144	1.20	0.89	1.65	0.10	0.10	0.590	3.301	9.845	0.10

Şekil 4.23, 4.24 ve Çizelge 4.4 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, a_t değerlerinin azaldığı saptanmıştır. a_T değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0.096'da en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. Φ_j değerinin de malzeme yükü artışıyla azaldığı gözlenmektedir. Bunun sebebi olarak, değirmen içerisinde oluşan yastıklama etkisidir.

Malzeme doldurma oranı artışı ile kırılma hızının düşmesi beklenen bir durumdur. f_c=0.096'da, bütün etkin boşlukların doldurulduğu anlaşılmakta ve en yüksek kırılma hızı değerleri olan a_T =1.50'nin elde edildiği görülmektedir. Bu malzeme doldurma oranı değerinden itibaren, malzeme yastıklama etkisi yaparak ve değirmen içerisinde öğütmeye maruz kalacak malzeme akışının az veya hiç olmaması nedeniyle kırılma hızı düşmeye başlamıştır.

Genel olarak; γ değeri, 0.5 ile 1.5; β değeri ise 2.5 ile 5 arasında verilmiştir (Austin vd., 1984). Tane boyut dağılımının eğimini temsil eden γ açısı, ince malzeme miktarı ile ilişkilidir. Yapılan çalışmalar sonucu, model parametreleri olan γ ve β değerlerinin, literatürde belirtilen sınırlar içerisinde olmadığı tespit edilmiştir. Ayrıca, literatürde -106 µm altındaki tane boyutuna sahip malzemeler için kırılma hızı ile ilgili yeterli düzeyde çalışma olmadığı anlaşılmıştır.

Albit örneğinin Ø30 mm silpeps bilya kullanılarak dört farklı bilya yükü için yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı bilya yüklerinde yapılan kinetik deneylerde f_c=0.096 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.25. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.25'de, bütün bilya yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. Kırılma hızının azalmaya başladığı tane boyutu her malzeme için farklılık göstermektedir. Yavaşlamanın nedeni, oluşan ince taneler yastıklama etkisi yaparak iri boyutların kırılmasını engellemesidir. 30 mm silpeps bilya için kuru ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları J=0.30-0.35-0.40 bilya yükleri için yaklaşık 90 μm tane boyutunda; J=0.20 için ise yaklaşık 75 μm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonrasında azalmaya başlamıştır. J=0.20'deki bu farklılığın nedeni, bilya yükü ve dolayısıyla birim hacimdeki bilya sayısı daha düşük olduğu için daha küçük tane boyutunda kırılma hızı azalmaya başlamasıdır.

Ayrıca tane boyutuna bağlı kırılma hızlarına bakıldığında, tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızı daha yüksektir. Yapılan araştırmalar göstermiştir ki, tek bir çaptan oluşan bilyaların öğütücü ortam olarak kullanılmasıyla kırılma hızı ve tane boyutu arasındaki ilişki $S_i=a_T(x_i/x_0)^{\alpha}$ eşitliği ile ifade edildiği, Bölüm 2.1.1.1'debahsedilmişti. Bu eşitliğe göre tane boyutu arttıkça S_i değeri de artacaktır. S_i değerinin tane boyutu ile değişimi, tanelerin sahip olduğu ve Şekil 4.5-4.8'de görülen Griffith türü çatlaklardır. Aynı zamanda, geometrik etki nedeniyle, iri tanelere oranla küçük tanelerin bilyalar tarafından kavranmaları zor olmaktadır.Böylece tane boyutu küçüldükçe kırılma olayı zorlaşmaktadır. Burada, sabit malzeme yükü altında, tanelerin kırılma hızının büyük ölçüde tane boyutuna bağlı olduğu görülmektedir. Yaklaşık 90 μm ve 75 μm tane boyutunun üzerinde görülen S_i değerindeki azalma, öğütücü ortam olarak kullanılan bilyalar tarafından tanelerin yakalanıp kırılmasının zorlaşması nedeniyledir (Austin vd., 1984; Klimbel, 1997).

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.26. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

J (%)	U (%)	a T	α	μ	Λ	Φ_{j}	γ	β	δ
0.20	0.80	0.33	1.02	0.10	0.10	0.431	4.094	10.710	0.10
0.30	0.80	1.50	1.95	0.10	0.10	0.708	3.691	11.223	0.10
0.35	0.80	1.43	1.61	0.10	0.10	0.649	4.482	10.476	0.10
0.40	0.80	0.81	1.36	0.10	0.10	0.641	4.940	11.600	0.10

Çizelge 4.5. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

Şekil 4.25, 4.26 ve Çizelge 4.5 incelendiğinde, bilya yükü arttıkça, $a_T ve \Phi_j$ değerlerinin azaldığı saptanmıştır. İnce malzeme miktarının (γ) ve a_t değerlerinin değirmen için ideal bilya yükü olan J=0.30'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. Bilya yükü arttıkça a_t değerleri, belirli bir bilya yüküne kadar bir artış göstermektedir. Bunun nedeni boşluk doldurma oranı ile ilgilidir. Çünkü kırılma hızının maksimum olduğu boşluk doldurma oranına ulaşılmıştır. γ değerinin çok düşük ve çok yüksek bilya şarjı miktarlarında arttığı görülmektedir. Sabit bir malzeme doluluk ve düşük bilya yükünde kırılma hızı, ince malzeme oranı ve üst boyutların bir alt boyutlara ufalanma hızları da düşük olacaktır. Değirmen içerisinde aynı malzeme yükünde yapılan deneyde tanebilya etkileşimi ve bilyalar arası boşlukların optimum seviye ulaşması, değirmen içerisinde boşluk doldurma oranının artması, bunun sonucu olarak da malzeme ve bilya akışının verimli gerçekleşmemesi bu artış ve azalışların nedenini açıklamaktadır.

Albit örneğinin Ø30 mm silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı malzeme yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyutu aralıkları için kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan sulu kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_t , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.27. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.27'de, bütün malzeme yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. Bu tane boyutu her malzeme için farklılık gösteren bir etkidir. 30 mm silpeps bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutundamaksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksek olduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Bu çalışmada, pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Şekil 4.27 için, dört farklı malzeme doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, malzeme doldurma oranı arttıkça birincil kırılma hızları azalmaya başlamıştır. Bunun sebebi, malzeme doldurma oranı arttıkça pülpün sahip olduğu viskozite artmakta ve öğütücü darbelerin yutulmasına bağlı olarak öğütme verimliliği azalmaktadır. Klimpel (1982), katı oranının bir fonksiyonu olarak viskozite ve net üretim arasında bir ilişki ortaya koymuştur. Bu ilişkiye göre A, B ve C olarak isimlendirilen üç farklı bölge oluşmaktadır. Düşük katı oranı değerlerindeki A bölgesinde elde edilen net üretim miktarı geniş bir katı oranı değişim aralığında sabit kalmaktadır. Orta derecede katı oranına sahip pülplere karşılık gelen B bölgesinde (psodoplastik bölge) elde edilen net üretimde açık bir şekilde artış gözlenmektedir. Yüksek katı oranı değerlerindeki C bölgesinde ise (kayma gerilmeli psodoplastik bölge) net üretim miktarı azalmaya başlamaktadır (Özkan ve Yekeler, 2001). Buna göre Şekil 4.27 incelendiğinde, B bölgesinde olduğu tahmin edilenpülplerin (fc=0.072, 0.096, 0.0120), öğütme veriminin artmasının nedeni, pülpte psodoplastik bir reolojik yapının olmasından kaynaklandığı görülmektedir. C bölgesinde (f_c=0.144) ise psodoplastiklik ile birlikte belirli bir kayma gerilmesi değerine sahip pülp davranışı baskındır ve bu açık bir şekilde öğütme veriminde hızlı bir düşüşe yol açmıştır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.28. Albit örneğinin Ø30 mmboyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.6. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

fc (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φ_{j}	γ	β	δ
0.072	0.60	1.58	1.45	0.10	0.10	0.786	3.869	14.122	0.10
0.096	0.80	2.54	1.66	0.10	0.10	0.811	3.865	13.799	0.10
0.120	1.00	1.26	1.57	0.10	0.10	0.776	3.950	11.988	0.10
0.144	1.20	0.98	1.64	0.10	0.10	0.771	3.995	11.013	0.10

Şekil 4.27, 4.28 ve Çizelge 4.6 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, a_T değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0,096'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. γ değerinin malzeme yükü arttıkça azaldığı, Φ_j değerinin de malzeme yükü artışıyla azaldığı gözlenmektedir. Kırılma hızı değerlerine bakıldığında, en düşük (f_c=0.072) ve en yüksek (f_c=0.144) malzeme doldurma oranlarında düşük kırılma hızı değerleri elde edilmiştir. f_c=0.096 daha yüksek kırılma hızı değerlerinin elde edilmesinin nedeni, pülp yoğunluğuyla alakalıdır. f_c=0.096'nın sahip olduğu pülp yoğunluğu değerine kadar, artan yoğunluk ile kırılma hızlarında görülen artış, bilya-bilya çarpışma bölgesinde daha yüksek katı içeriğinin toplanmasından ileri gelmektedir. Ancak, bu pülp yoğunluğu değerinin üzerinde ise kırılma hızında azalma görülmektedir. Bunun nedeni olarak, yüksek pülp yoğunluğu nedeniyle viskozitenin artışı sonucu değirmendeki malzeme akış koşullarının zorlaşması söylenebilir.

Albit örneğinin Ø30 mm silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı bilya yüklerinde yapılan kinetik deneylerde f_c =0.096 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_t , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.29. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Sekil 4.29'da, bütün bilya yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 30 mm silpeps bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Bilya doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksek olduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Burada. pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Bu durumun bir diğer nedeni de, daha ince tane boyutuna sahip malzemede, kuvars ve opak minerallerden (çatlaklar arası mesafe $\sim 25 \mu$ m) kaynaklı olarak öğütmenin zorlaştığıdır (Şekil 4.1).

Şekil 4.29 için, dört farklı bilya doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, düşük bilya doldurma oranlarında kırılma hızları düşük çıkmıştır. Bilya yükü arttıkça, pülpün sahip olduğu viskoziteye bağlı olarak, zayıf konumda kalan tanelerin yakalanarak, bu taneler üzerine kırılma enerjisi iletimi sağlanmıştır. Bu olay da öğütme verimini arttırmıştır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı yada bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.30. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.7. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

J (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.20	0.80	1.50	1.59	0.10	0.10	0.597	4.524	10.064	0.10
0.30	0.80	2.54	1.66	0.10	0.10	0.811	3.865	13.799	0.10
0.35	0.80	2.46	1.76	0.10	0.10	0.690	4.247	8.907	0.10
0.40	0.80	1.79	1.62	0.10	0.10	0.706	4.423	9.012	0.10

Şekil 4.29, 4.30, ve Çizelge 4.7 incelendiğinde, bilya yükü arttıkça, a_T değerlerinin arttığı saptanmıştır. γ ve Φ_j değerlerinin bilya yükü ile birlikte arttığı belirlenmiştir. Bilya yükünün artması ile birlikte üst boyuttaki malzemelerin alt boyutlara ufalanması hızı artış göstermesine rağmen çarpışma zonunun doymasından dolayı ince malzeme oranında bir artış gözlenmemiştir.

Albit içeren kayaç örneği için, 30 mm silpeps bilya kullanılarak kuru ve sulu ortamda yapılan deneylerde orijinal parçanın en hızlı alt boyuta indiği (a_T) ve en üst boyuttan bir alt boyuta en hızlı kırılmanın gerçekleştiği (Φ_j) koşul, sulu ortamda J=0.30 için elde edilmiştir (Çizelge 4.7). Yaş öğütmenin kuru öğütmeden daha etkili olduğu bilinmektedir. Çizelge 4.4 ve 4.6'da görüldüğü gibi

albit örneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, *a*^T değerleri malzeme doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.10-1.70 arasında artarak değişim göstermistir. Cizelge 4.5 ve 4.7'de ise albit örneğinin yas öğütülmesi kuru öğütülmesine değerleri bilya doluluk oranlarına göre, ат göre değerlendirildiğinde 1.69-4.54 arasında artarak değişim göstermiştir. Su, ince tanelerin aglomerasyonunu ve bilyaların kaplanmasını önleyerek, yavaşlama etkisini önlemekle beraber, bilyaların mekanik etkisinin tanelere daha iyi nakledilmesini sağlamaktadır. Böylece daha yüksek kırılma hızları elde edilmektedir (Austin vd., 1984). Ayrıca kırılma hızlarının artmasına, suda iri kalıntıların çökmesine bağlı olarak değirmende öğütme işlevinin başlıca üst boyuta uygulanması da gösterilebilir.

4.5.2. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi

Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya için kuru ve sulu ortamdadört farklı malzeme yükü miktarında yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Grafiğin doğrusal olarak azaldığı bölge birinci derece kırılma bölgesini temsil etmektedir. Bütün tane boyutu aralıkları için kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir malzeme yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.31. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.31'de, bütün malzeme doluluk oranlarında kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı görülmektedir. Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Ayrıca tane boyutuna bağlı kırılma hızlarına bakıldığında, tane boyutu büyük olan malzemenin kırılma hızı daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun nedeni tanelerin sahip olduğu ve Şekil 4.5-4.8'de görülen Griffith türü çatlaklardır. Aynı zamanda, geometrik etki nedeniyle, iri tanelere oranla küçük tanelerin bilyalar tarafından kavranmaları zor olmaktadır. Böylece tane boyu küçüldükçe kırılma dolayı zorlaşmaktadır. Bu durumun bir diğer nedeni de, ince kesit incelemelerinde görülen, çatlaklar arası mesafesi minimum 25 μm olan kuvars ve opak mineraller olabilir (Şekil 4.1).

Bunun yanısıra dört farklı malzeme doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, düşük malzeme doldurma oranlarında, yüksek birincil kırılma hızı değerleri elde edildiği görülmektedir. İdeal bir değere kadar malzeme miktarının artmasıyla bilyalar arasındaki çarpışma boşluklarını doldurulmakta ve böylece yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmektedir. Bütün etkin boşluklar doldurulduğunda en yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmiştir. Fazla malzeme doldurma oranlarında malzeme yastıklama etkisi yaparak ve değirmen içerisinde öğütmeye maruz kalacak malzeme akışının az veya hiç olmaması nedeniyle düşük Si×fc ve düşük *a*_T×U değerine sebep olmaktadır. Az malzeme doldurulması durumunda enerjinin büyük bir kısmı bilyaların çarpışması ileharcanmakta ve böylece Si'de düşmektedir. Böylece azalan Si×fc ve değeri, kullanımı a_T×U öğütmenin enerji açısından verimsizliğini göstermektedir.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.32. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

fc (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	0.80	1.50	0.10	0.10	0.777	4.400	9.925	0.10
0.096	0.80	1.24	1.61	0.10	0.10	0.827	4.021	10.050	0.10
0.120	1.00	0.90	1.58	0.10	0.10	0.796	4.085	13.234	0.10
0.144	1.20	0.57	1.52	0.10	0.10	0.750	3.723	10.868	0.10

Çizelge 4.8. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

Şekil 4.31, 4.32 ve Çizelge 4.8 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, a_{T} değerlerinin azaldığı saptanmıştır. a_{T} değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0.096'da en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. γ ve Φ_{j} değerinin de malzeme yükü artışıyla azaldığı gözlenmektedir. Bunun sebebi olarak, bilyalar arasıboşlukların malzeme ile dolmasıyla yastıklama etkisinin gözlenmeye başladığı ve belirli malzemedoldurma oranı değerinden itibaren kırılma hızı düşmeye başlamıştır. Malzeme doldurma oranı artışı ile kırılma hızının düşmesi beklenen bir durumdur. f_c=0.096'da, bütün etkin boşlukların doldurulduğu anlaşılmakta ve en yüksek kırılma hızı değeri olan a_{T} =1.24'ün elde edildiği görülmektedir. Bu malzeme doldurma oranından itibaren, malzeme yastıklama etkisi yaparak ve değirmen içerisinde öğütmeye maruz kalacak malzeme akışının az veya hiç olmaması nedeniyle düşük S_i×f_cve U× a_{T} değerine sebep olmuştur.

Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyutu aralıkları için kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.33. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.33'te, kırılma hızlarının yaklaşık 90 μm kadar arttığı daha sonra yavaşladığı görülmektedir. Tüm bilya yüklerinde maksimum kırılma hızının elde edildiği tane boyutundan sonra yastıklama etkisinin ortaya çıktığı görülmüştür. Bilya doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Dört farklı bilya doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirildiğinde, birincil kırılma hızlarındaki değişime, tanelerdeki Griffith türü çatlakların, kayaç içerisinde bulunan kuvars ve opak minerallerin etki ettiği de görülmektedir.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile

değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.34. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.9. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

J (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φ_{j}	γ	β	δ
0.20	0.80	0.29	1.23	0.10	0.10	0.755	5.806	11.313	0.10
0.30	0.80	1.24	1.61	0.10	0.10	0.827	4.021	10.050	0.10
0.35	0.80	0.93	1.37	0.10	0.10	0.766	4.657	10.785	0.10
0.40	0.80	0.61	1.33	0.10	0.10	0.684	4.151	10.537	0.10

Şekil 4.33, 4.34 ve Çizelge 4.9 incelendiğinde, *a*_Tdeğerlerinin değirmen için ideal bilya yükü olan J=0.30'da en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. Bilya yükü arttıkça *a*_Tdeğerleri, belirli bir bilya yüküne kadar bir artış göstermektedir. Bunun nedeni boşluk doldurma oranı ile ilgilidir. Çünkü kırılma hızının maksimum olduğu boşluk doldurma oranına ulaşılmıştır. Sabit bir malzeme doluluk ve düşük bilya yükünde kırılma hızı, ince malzeme oranı ve üst boyutların bir alt boyutlara ufalanma hızları da düşük olacaktır. Değirmen içerisinde aynı malzeme yükünde yapılan deneyde tane-bilya etkileşimi ve

bilyalar arası boşlukların optimum seviye ulaşması bu artış ve azalışların nedenini açıklamaktadır.

Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı malzeme yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan sulu kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.35. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.35'de, kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. Bu değer yaklaşık 90 μm tane boyutunda maksimuma ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. 90 μm tane boyutunun üzerindeki malzeme başlangıçta hızlı, daha sonra yavaşlayan bir hız ile kırılmıştır. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksek olduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Burada, pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001).

Dört farklı malzeme doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, malzeme doldurma oranı arttıkça, pülpün viskozitesi de artmakta ve kırılma hızı azalmaktadır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.36. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.10. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

fc (%)	U (%)	at	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	1.55	1.68	0.10	0.10	0.953	3.935	11.352	0.10
0.096	0.80	1.87	1.76	0.10	0.10	1.001	3.821	11.740	0.10
0.120	1.00	1.13	1.58	0.10	0.10	0.847	3.728	9.728	0.10
0.144	1.20	1.02	1.49	0.10	0.10	0.769	3.638	8.693	0.10

Şekil 4.35, 4.36 ve Çizelge 4.10 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, a_T değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0.096'da en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. y değerinin malzeme yükü arttıkça azaldığı yani ince malzeme miktarının arttığı, Φ_i değerinin de malzeme yükü artışıyla azaldığı gözlenmektedir. $f_c=0.096$ daha yüksek kırılma hızı değerlerinin (a_T) elde edilmesinin nedeni, pülp yoğunluğuyla alakalıdır. f_c=0.096'nın sahip olduğu pülp yoğunluğu değerine kadar, artan yoğunluk ile kırılma hızlarında görülen bilya-bilya çarpışma bölgesinde artış, daha yüksek katı içeriğinin toplanmasından ileri gelmektedir.

Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyutu aralıkları için kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı bilya yüklerinde yapılan kinetik deneylerde f_c=0.096 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.37. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.37'de, bütün bilya yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı

görülmektedir. 10 mm silpeps bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Bilya doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksek olduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Burada, pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Bu durumun bir diğer nedeni de, daha ince tane boyutuna sahip malzemede, kuvars ve opak minerallerden (çatlaklar arası mesafe ~25 µm) kaynaklı olarak öğütmenin zorlaştığıdır (Şekil 4.1.).

Şekil 4.37 için, dört farklı bilya doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, düşük bilya doldurma oranlarında birincil kırılma hızları düşük çıkmıştır. Bunun sebebi, tanelerin zayıf konumda kalarak kırılma enerjisine maruz kalmamasıdır. J=0.35'e kadar tane boyutuna bağlı birincil kırılma hızı yükselmiş sonrasında aşırı bilya doluluğuna bağlı olarak düşük kırılma hızı değerleri elde edilmiştir. Aşırı bilya doluluğu nedeniyle, artan öğütme yüzeyine bağlı olarak, ince malzeme oranı J=0.40'da aşırı derecede artmış ve viskozite yükselmiştir. Bu da öğütme verimliliğini azaltmıştır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı yada bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.38. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.11. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

J (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.20	0.80	1.62	1.77	0.10	0.10	0.809	3.883	10.907	0.10
0.30	0.80	1.87	1.76	0.10	0.10	1.001	3.821	11.740	0.10
0.35	0.80	1.82	1.52	0.10	0.10	0.865	5.053	9.381	0.10
0.40	0.80	1.54	1.66	0.10	0.10	0.806	2.661	7.749	0.10

Şekil 4.37, 4.38 ve Çizelge 4.11 incelendiğinde, bilya yükü arttıkça, a_{T} değerlerinin azaldığı saptanmıştır. Φ_{j} değerlerinin de bilya yükü ile birlikte azaldığı belirlenmiştir. J=0.40'da, aşırı öğütme yüzeyine bağlı olarak γ değeri azalmıştır. Yani ince malzeme miktarı artmıştır.

Albit minerali içeren kayaç örneği için, 10 mm silpeps bilya kullanılarak kuru ve sulu ortamda yapılan deneylerde orijinal parçanın en hızlı alt boyuta indiği (a_T) ve en üst boyuttan bir alt boyuta en hızlı kırılmanın gerçekleştiği (Φ_i) koşul, sulu ortamda J=0.30 için elde edilmiştir (Çizelge 4.11). Yaş öğütmenin kuru öğütmeden daha etkili olduğu bilinmektedir. Çizelge 4.8 ve Çizelge 4.10'da görüldüğü gibi albit örneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, *ar*değerleri malzeme doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.78-2.04 aralığında artırmıştır. Çizelge 4.9 ve Çizelge 4.11'de ise albit örneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, *ar* değerleri bilya doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.95-5.66 aralığında artırmıştır. Su, ince tanelerin aglomerasyonunu ve bilyaların kaplanmasını önleyerek, yavaşlama etkisini önlemekle beraber, bilyaların mekanik etkisinin tanelere daha iyi nakledilmesini sağlamaktadır. Böylece daha yüksek kırılma hızları elde edilmektedir (Austin vd., 1984). Ayrıca kırılma hızlarının artmasına, suda iri kalıntıların çökmesine bağlı olarak değirmende öğütme işlevinin başlıca üst boyuta uygulanması da gösterilebilir.

4.5.3. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi

Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya için kuru ve sulu ortamdadört farklı malzeme yükü miktarında yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Grafiğin doğrusal olarak azaldığı bölge birinci derece kırılma bölgesini temsil etmektedir. Bütün tane boyutu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler ile elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir malzeme yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.39. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

30 mm alümina bilya ile kuru ortamda gerçekleştirilen kinetik modele dayalı öğütme çalışmalarının, malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür. Tane boyutundaki artış ile kırılma hızının artması tane boyutu ile alakalıdır. Genel olarak, öğütmenin başlangıcında kırılma hızı, bilya boyutuna bağlı olarak tane boyutu ile artarken, belirli bir tane boyutundan sonra bilya çapına bağlı olarak yavaşlamaya başlar. Ancak burada küresel bilyanın şekli ile ilişkili olarak, değirmen içerisindeki farklı tane boyutuna sahip malzemeye üzerine etki eden kırılma enerjisi iletimi homojen bir etki göstermiştir.

Ayrıca dört farklı malzeme doldurma oranı kendi içinde değerlendirilirse, tane boyutu büyük olan malzemenin kırılma hızı daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun nedeni tanelerin sahip olduğu ve Şekil 4.5-4.8'de görülen Griffith türü çatlaklardır. Malzemenin tane boyutu inceldikçe, Griffith türü çatlakların azalmasından dolayı kırılma hızı da azalmıştır. Çatlak teorisine göre tanelerin boyutları küçüldükçe dayanımları artmaktadır. Çünkü büyük boyutlarda görülen çatlaklar tane boyutu küçüldükçe ortadan kalkmaktadır. Aynı zamanda, geometrik etki nedeniyle, iri tanelere oranla küçük tanelerin bilyalar tarafından kavranmaları zor olmaktadır. Böylece tane boyutu küçüldükçe kırılma zorlaşmaktadır. Bu durumun bir diğer nedeni de, ince kesit incelemelerinde görülen (Şekil 4.1), çatlaklar arası mesafesi minimum 25 μ m olan kuvars ve opak mineraller olabilir. Albit ve biyotitin çatlaklar arası mesafesi sırasıyla minimum ~125 μ m ve ~250 μ m olduğu için her boyut fraksiyonundaki kırılma hızına farklı etkileri olmuş olabilir.

Bunun yanısıra dört farklı malzeme doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, düşük malzeme doldurma oranlarında yüksek kırılma hız değerleri elde edildiği görülmektedir. İdeal bir değere kadar malzeme miktarının artmasıyla bilyalar arasındaki çarpışma boşluklarını doldurulmakta ve böylece yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmektedir. Bütün etkin boşluklar doldurulduğunda en yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmiştir. Fazla malzeme doldurma oranlarında malzeme yastıklama etkisi yaparak ve değirmen içerisinde öğütmeye maruz kalacak malzeme akışının az veya hiç olmaması nedeniyle düşük S_i×f_c ve düşük a_T ×U değerine sebep olmaktadır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.40. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.12. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

fc (%)	U (%)	a _T	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	1.35	1.67	0.10	0.10	0.515	3.566	9.228	0.10
0.096	0.80	1.38	1.90	0.10	0.10	0.525	3.232	8.598	0.10
0.120	1.00	0.95	1.80	0.10	0.10	0.421	3.263	8.885	0.10
0.144	1.20	0.78	1.89	0.10	0.10	0.411	2.512	8.282	0.10

Şekil 4.39, 4.40 ve Çizelge 4.12 incelendiğinde, malzeme oranı arttıkça, a_T değerinin azaldığı gözlenmiştir. γ ve Φ_i değerleri de benzer bir biçimde değişimgösterdiği belirlenmiştir. Malzeme doldurma oranı artışı ile kırılma hızının düşmesibeklenen bir durumdur. Bilyalar arası boşluktan fazla malzeme doldurulması nedeniyle malzeme yastıklanma göstererek öğütmeyi olumsuz yönde etkilemektedir. f_c=0.096'da, bütün etkin boşlukların doldurulduğu anlaşılmakta ve en yüksek kırılma hızı değeri olan a_T =1.38'in elde edildiği görülmektedir.

Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek

taneboyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyutu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler ile elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.41. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.41'de, kırılma hızlarının J=0.35 ve 0.40 için 90 μm'ye kadar arttığı daha sonra yavaşladığı görülmektedir. Bu bilya yüklerinde maksimum kırılma hızının elde edildiği tane boyutundan sonra yastıklama etkisinin ortaya çıktığı görülmüştür. J=0.20 ve 0.30'da yastıklama etkisi gözlenmemiştir. Bilya doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Dört farklı bilya doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirildiğinde, birincil kırılma hızlarındaki değişime, tanelerdeki Griffith türü çatlakların, kayaç içerisinde bulunan kuvars ve opak minerallerin etki ettiği de görülmektedir (Şekil 4.1, 4.5-4.8).

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.42. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

J (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.20	0.80	0.20	1.25	0.10	0.10	0.412	3.272	8.901	0.10
0.30	0.80	1.38	1.90	0.10	0.10	0.525	3.232	8.598	0.10
0.35	0.80	1.31	1.76	0.10	0.10	0.501	3.665	8.907	0.10
0.40	0.80	0.76	1.86	0.10	0.10	0.382	2.769	8.587	0.10

Çizelge 4.13. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

Şekil 4.41, 4.42 ve Çizelge 4.13 incelendiğinde, bilya yükü arttıkça, $a_T ve \Phi_j$ değerlerinin azaldığı saptanmıştır. İnce malzeme miktarının (γ) ve a_t değerlerinin değirmen için ideal bilya yükü olan J=0.30'da en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. Bilya yükü arttıkça a_T değerleri, belirli bir bilya yüküne kadar bir artış göstermektedir. Bunun nedeni boşluk doldurma oranı ile ilgilidir. Çünkü kırılma hızının maksimum olduğu boşluk doldurma oranına ulaşılmıştır. J=0.30'da, γ değeri de en düşük değeri almış yani değirmendeki ince malzeme miktarı artmıştır. Bilya yüküne bağlı γ değerindeki değişimler, değirmen içerisinde aynı malzeme yükünde yapılan deneyde tane-bilya etkileşimi ve bilyalar arası boşlukların optimum seviye ulaşması, değirmen içerisinde boşluk doldurma oranının artması, bunun sonucu olarak da malzeme ve bilya akışının verimli gerçekleşmemesi bu artış ve azalışların nedenini açıklamaktadır.

Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı malzeme yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan sulu kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.


Şekil 4.43. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.43'de, bütün malzeme yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. Bu tane boyutu her malzeme için farklılık gösteren bir etkidir. 30 mm alümina bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksek olduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Bu çalışmada, pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Şekil 4.43 için, dört farklı malzeme doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, malzeme doldurma oranı arttıkça kırılma hızları azalmaya başlamıştır. Bunun sebebi, malzeme doldurma oranı arttıkça pülpün sahip olduğu viskozite artmakta ve öğütücü darbelerin yutulmasına bağlı olarak öğütme verimliliği azalmaktadır. f_c =0.072 ve 0.096'da pülplerin öğütme veriminin artmasının nedeni, pülpte psodoplastik bir reolojik yapının olmasından kaynaklanmaktadır. f_c =0.120 ve 0.144'de ise psodoplastiklik ile birlikte belirli bir kayma gerilmesi değerine sahip pülp davranışı baskındır ve bu açık bir şekilde öğütme veriminde hızlı bir düşüşe yol açmıştır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.44. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

fc (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	1.52	1.46	0.10	0.10	0.584	3.919	8.813	0.10
0.096	0.80	1.89	1.92	0.10	0.10	0.620	3.804	8.632	0.10
0.120	1.00	1.14	1.81	0.10	0.10	0.498	3.843	9.012	0.10
0.144	1.20	0.90	1.81	0.10	0.10	0.490	3.851	9.055	0.10

Çizelge 4.14. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

Şekil 4.43, 4.44 ve Çizelge 4.14 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, $a\tau$ değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0.096'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. γ değerinin malzeme yükü arttıkça arttığı, Φ_j değerinin de malzeme yükü artışıyla azaldığı gözlenmektedir. f_c=0.096 en yüksek kırılma hızı değerlerinin elde edilmesinin nedeni, pülp yoğunluğuyla alakalıdır. f_c=0.096'nın sahip olduğu pülp yoğunluğu değerine kadar, artan yoğunluk ile kırılma hızlarında görülen artış, bilya-bilya çarpışma bölgesinde daha yüksek katı içeriğinin toplanmasından ileri gelmektedir. Ancak, bu pülp yoğunluğu değerinin üzerinde ise kırılma hızında azalma görülmektedir. Bunun nedeni olarak, yüksek pülp yoğunluğu nedeniyle viskozitenin artışı sonucu değirmendeki malzeme akış koşullarının zorlaşması söylenebilir.

Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı bilya yüklerinde yapılan kinetik deneylerde f_c=0.096 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.45. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.45'de, bütün bilya yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 30 mm alümina bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları J=0.20 ve 0.30 için yaklaşık 90 µm tane boyutunda; J=0.35 ve 0.40 için 75 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Bilya doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksek olduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Burada, pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Bu durumun bir diğer nedeni de, daha ince tane boyutuna sahip malzemede, kuvars ve opak minerallerden (çatlaklar arası mesafe ~25 µm) kaynaklı olarak öğütmenin zorlaştığıdır (Şekil 4.1).

Şekil 4.45 için, dört farklı bilya doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, düşük bilya doldurma oranlarında birincil kırılma hızları düşük çıkmıştır. Bilya yükü arttıkça, pülpün sahip olduğu viskoziteye bağlı olarak, zayıf konumda kalan tanelerin yakalanarak, bu taneler üzerine kırılma enerjisi iletimi sağlanmıştır. Bu olay da öğütme verimini arttırmıştır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı yada bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.46. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.15. Albit örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

J (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.20	0.80	1.42	1.96	0.10	0.10	0.516	4.099	12.064	0.10
0.30	0.80	1.89	1.92	0.10	0.10	0.620	3.804	12.032	0.10
0.35	0.80	2.41	1.84	0.10	0.10	0.621	4.652	12.280	0.10
0.40	0.80	1.58	1.65	0.10	0.10	0.615	4.729	12.399	0.10

Şekil 4.45, 4.46 ve Çizelge 4.15 incelendiğinde, J=0.35 bilya yükünde $a\tau$ 'nin en yüksek değerde olduğu gözlenmektedir. γ ve Φ_j değerlerinin bilya yükü ile birlikte arttığı belirlenmiştir. Bilya yükünün artması ile birlikte üst boyuttaki malzemelerin alt boyutlara ufalanması hızı artış göstermesine rağmen çarpışma zonunun doymasından dolayı ince malzeme oranında bir artış gözlenmemiştir.

Albit içeren kayaç örneği için, 30 mm alümina bilya kullanılarak kuru ve sulu ortamda yapılan deneylerde orijinal parçanın en hızlı alt boyuta indiği (a_T) ve en üst boyuttan bir alt boyuta en hızlı kırılmanın gerçekleştiği (Φ_i) koşul, sulu ortamda J=0.35 için elde edilmiştir (Cizelge 4.15). Yaş öğütmenin kuru öğütmeden daha etkili olduğu bilinmektedir. Cizelge 4.12 ve Cizelge 4.14'de görüldüğü gibi albit örneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, *a*_Tdeğerleri malzeme doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.12-1.20 arasında artarak değişim göstermiştir. Çizelge 4.13 ve Çizelge 4.15'de ise albit örneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, *a_T* değerleri bilya doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.36-7.10 arasında artarak değişim göstermiştir. Su, ince tanelerin aglomerasyonunu ve bilyaların kaplanmasını önleyerek, yavaşlama etkisini önlemekle beraber, bilyaların mekanik etkisinin tanelere daha iyi nakledilmesini sağlamaktadır. Böylece daha yüksek kırılma hızları elde edilmektedir (Austin vd., 1984). Ayrıca kırılma hızlarının artmasına, suda iri tanelerin çökmesine bağlı olarak değirmende öğütme işlevinin başlıca üst boyuta uygulanması da gösterilebilir.

4.5.4. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi

Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya için kuru ve sulu ortamdadört farklı malzeme yükü miktarında yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Grafiğin doğrusal olarak azaldığı bölge birinci derece kırılma bölgesini temsil etmektedir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir malzeme yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.47. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.47'de, bütün malzeme doluluk oranlarında kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı görülmektedir. Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür. Tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızının daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun nedeni tanelerin sahip olduğu ve Şekil 4.5-4.8'de görülen Griffith türü çatlaklardır. Aynı zamanda, geometrik etki nedeniyle, iri tanelere oranla küçük tanelerin bilyalar tarafından kavranmaları zor olmaktadır. Böylece tane boyu küçüldükçe kırılma olayı zorlaşmaktadır. Bu durumun bir diğer nedeni de, ince kesit incelemelerinde görülen, çatlaklar arası mesafesi minimum 25 µm olan kuvars ve opak mineraller olabilir (Şekil 4.1).

Bunun yanısıra dört farklı malzeme doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, malzeme doldurma oranı azaldıkça kırılma hızı değerlerinin yükseldiği görülmektedir. İdeal bir değere kadar malzeme miktarının artmasıyla bilyalar arasındaki çarpışma boşluklarını doldurulmakta ve böylece yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmektedir. Bütün etkin boşluklar doldurulduğunda en yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmiştir. Fazla malzeme doldurma oranlarında malzeme yastıklama etkisi yaparak ve değirmen içerisinde öğütmeye maruz kalacak malzeme akışının az veya hiç olmaması nedeniyle düşük S_i×f_c ve düşük a_T ×U değerine sebep olmaktadır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.48. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.16. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

fc (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	0.77	1.48	0.10	0.10	0.594	3.967	8.833	0.10
0.096	0.80	0.94	1.59	0.10	0.10	0.598	3.954	11.460	0.10
0.120	1.00	0.63	1.55	0.10	0.10	0.536	3.936	8.978	0.10
0.144	1.20	0.30	1.32	0.10	0.10	0.535	3.929	9.362	0.10

Şekil 4.47, 4.48 ve Çizelge 4.16 incelendiğinde, malzeme oranı arttıkça, a_T değerinin azaldığı gözlenmiştir. γ ve Φ_j değerleri de benzer bir biçimde değişimgösterdiği belirlenmiştir. Malzeme doldurma oranı artışı ile kırılma hızının düşmesibeklenen bir durumdur. Bunun yanında değirmen içerisinde bir birikme nedeniylekırılma hızında yavaşlama meydana gelir.

Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.49. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.49'da, kırılma hızlarının yaklaşık 90 µm'ye kadar arttığı daha sonra yavaşladığı görülmektedir. Bilya doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Dört farklı bilya doldurma oranı kendi içerisinde değerlendirildiğinde, tane boyutuna bağlı birincil kırılma hızlarındaki değişime, tanelerdeki Griffith türü çatlakların, kayaç içerisinde bulunan kuvars ve opak minerallerin etki ettiği de görülmektedir (Şekil 4.1, 4.5-4.8).

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.50. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.17. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

J (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φ_{j}	γ	β	δ
0.20	0.80	0.26	1.62	0.10	0.10	0.483	3.879	9.277	0.10
0.30	0.80	0.94	1.59	0.10	0.10	0.598	3.954	11.460	0.10
0.35	0.80	0.91	1.66	0.10	0.10	0.560	4.012	8.976	0.10
0.40	0.80	0.31	1.18	0.10	0.10	0.542	4.309	9.385	0.10

Sekil 4.49, 4.50 ve Çizelge 4.17 incelendiğinde, bilya yükü arttıkça, a_T ve Φ_j değerlerinin azaldığı saptanmıştır. a_T değerlerinin değirmen için ideal bilya yükü

olan J=0.30'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. Bilya yükü arttıkça *a*_Tdeğerleri, belirli bir bilya yüküne kadar bir artış göstermektedir. Bunun nedeni boşluk doldurma oranı ile ilgilidir. Çünkü kırılma hızının maksimum olduğu boşluk doldurma oranına ulaşılmıştır. Bilya şarjı arttıkça γ değerinin arttığı görülmektedir. Değirmen içerisinde aynı malzeme yükünde yapılan deneyde tane-bilya etkileşimi ve bilyalar arası boşlukların optimum seviye ulaşması, değirmen içerisinde boşluk doldurma oranının artışı nedenini açıklamaktadır.

Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı malzeme yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan sulu kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.51. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.51'de, bütün malzeme yüklerinde birincil kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. Bu değer yaklaşık 90 μm tane boyutunda maksimuma ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. 90 μm tane boyutunun üzerindeki malzeme başlangıçta hızlı, daha sonra yavaşlayan bir hız ile kırılmıştır. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksek olduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Burada, pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001).

Dört farklı malzeme doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, malzeme doldurma oranı arttıkça, birincil kırılma hızlarının azaldığı görülmektedir. Malzeme doldurma oranı arttıkça, pülpün viskozitesi de artmakta ve bu nedenle öğütme verimliliği azalmaktadır. İdeal yoğunluk değerinin üzerinde ise artan viskozite ile pülpün reolojik yapısının değirmendeki akışa direnç gösteren kayma gerilmeli pseodoplastik olduğu ifade edilebilir.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.52. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.18. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

fc (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φ_{j}	γ	β	δ
0.072	0.60	0.85	1.37	0.10	0.10	0.618	4.734	9.677	0.10
0.096	0.80	1.49	1.66	0.10	0.10	0.633	4.721	10.213	0.10
0.120	1.00	1.01	1.62	0.10	0.10	0.612	4.261	10.607	0.10
0.144	1.20	0.59	1.45	0.10	0.10	0.551	4.767	10.943	0.10

Şekil 4.51, 4.52 ve Çizelge 4.18 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, a_T değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0.096'da en yüksek

değere ulaştığı tespit edilmiştir. Φ_j değerinin de malzeme yükü artışıyla azaldığı gözlenmektedir. f_c=0.096 yüksek kırılma hızı değerlerinin elde edilmesinin nedeni, pülp yoğunluğuyla alakalıdır. f_c=0.096'nın sahip olduğu pülp yoğunluğu değerine kadar, artan yoğunluk ile kırılma hızlarında görülen artış, bilya-bilya çarpışma bölgesinde daha yüksek katı içeriğinin toplanmasından ileri gelmektedir. Ancak, bu pülp yoğunluğu değerinin üzerinde ise kırılma hızında azalma görülmektedir. Bunun nedeni olarak, yüksek pülp yoğunluğu nedeniyle viskozitenin artışı sonucu değirmendeki malzeme akış koşullarının zorlaşması söylenebilir.

Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı bilya yüklerinde yapılan kinetik deneylerde f_c=0.096 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.53. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.53'de, bütün bilya yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 10 mm alümina bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Bilya doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksek olduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Burada, pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Bu durumun bir diğer nedeni de, daha ince tane boyutuna sahip malzemede, kuvars ve opak minerallerden (catlaklar arası mesafe $\sim 25 \mu$ m) kaynaklı olarak öğütmenin zorlaştığıdır (Şekil 4.1).

Şekil 4.53 için, dört farklı bilya doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, düşük bilya doldurma oranlarında birincil kırılma hızları

düşük çıkmıştır. Bilya yükü arttıkça, pülpün sahip olduğu viskoziteye bağlı olarak, zayıf konumda kalan tanelerin yakalanarak, bu taneler üzerine kırılma enerjisi iletimi sağlanmıştır. Bu olay da öğütme verimini arttırmıştır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı yada bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.54. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.19. Albit örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

J (%)	U (%)	ar	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.20	0.80	0.68	1.43	0.10	0.10	0.503	3.398	9.094	0.10
0.30	0.80	1.49	1.66	0.10	0.10	0.633	4.721	10.213	0.10
0.35	0.80	1.05	1.52	0.10	0.10	0.567	2.991	11.148	0.10
0.40	0.80	0.68	1.32	0.10	0.10	0.550	3.155	8.943	0.10

Şekil 4.53, 4.54 ve Çizelge 4.19 incelendiğinde, bilya yükü arttıkça, a_T , γ ve Φ_j değerlerinindeğerlerinin azaldığı görülmüştür. Yüksek bilya doldurma oranında öğütme enerjisinin büyük kısmının bilyaların çarpışması ile harcandığı ve böylece kırılma hızı değerinin düştüğü söylenebilir.

Albit içeren kayaç örneği için, 10 mm alümina bilya kullanılarak kuru ve sulu ortamda yapılan deneylerde orijinal parçanın en hızlı alt boyuta indiği (a_T) ve en üst boyuttan bir alt boyuta en hızlı kırılmanın gerçekleştiği (Φ_i) koşul, sulu ortamda J=0.30 için elde edilmiştir (Çizelge 4.19). Yaş öğütmenin kuru öğütmeden daha etkili olduğu bilinmektedir. Çizelge 4.16 ve Çizelge 4.18'de görüldüğü gibi albit örneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, a_T değerleri malzeme doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.10-1.99 arasında artarak değişim göstermiştir. Çizelge 4.17 ve Çizelge 4.19'da ise albit örneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, *a*^T değerleri bilya doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.15-2.63 arasında artarak değişim göstermiştir. Su, ince tanelerin aglomerasyonunu ve bilyaların kaplanmasını önleyerek, yavaşlama etkisini önlemekle beraber, bilyaların mekanik etkisinin tanelere daha iyi nakledilmesini sağlamaktadır. Böylece daha yüksek kırılma hızları elde edilmektedir (Austin vd., 1984). Ayrıca kırılma hızlarının artmasına, suda iri tanelerin çökmesine bağlı olarak değirmende öğütme işlevinin başlıca üst boyuta uygulanması da gösterilebilir.

Albit içeren kayaç örneği için, 30 mm ve 10 mm boyutlarındaki silpeps ve alümina bilyalarla yapılan kinetik modele dayalı öğütme çalışmalarını kıyaslandığında; aynı bilya boyutu ve öğütme şartlarında, silpeps bilyanın malzemenin kırılmasında daha etkin olduğu sonucu çıkarılmıştır. Literatürde de bu durumu destekleyen çalışmalar mevcuttur (İpek, 2006; Bolin ve Haiyan, 2011). Silpepslerin, alümina bilyalara göre önemli bir avantajı olarak, küresel alümina bilyalar birbirleriyle tek noktadan temas sağlarken, silpepslerin yüzeysel, çizgisel ve nokta teması sağlamaları söylenebilir (Yılmaz, 2004). Çalışmalarda kullanılan silpeplerin alümina bilyalara göre geometrik özellikleri yanında daha başka avantajları da vardır. Öğütmede öğütücü ortamın birim hacme uyguladığı ağırlık değirmenlerde kapasite ve verimliliği etkileyen önemli

100

bir faktördür. Çizelge 3.5 incelendiğinde, silpeps bilyanın özgül ağırlığının, alümina bilyadan yaklaşık 1.82 kat daha fazla olduğu görülmektedir. Bu da malzemenin kırılma hızını arttıran bir durumdur. Seebach (1969), kuru öğütme koşullarında çimento klinkeri üzerinde yaptığı çalışmalarda bilya yoğunluğu ile kırılma hızı arasında doğrusal bir ilişki olduğunu bulmuştur. Değirmenin çektigi güç de bilya yoğunluğu ile doğrudan orantılıdır. Yoğunluğu düşük bilyalardan oluşan öğütücü ortam ile gerçekleştirilen öğütme koşullarında değirmenin çektigi güç düşmekte ve kapasite azalmaktadır. Silpepslerin öğütülen malzeme ile maksimum teması sağlayan, alümina bilyaya göre büyük yüzey alanına sahip olması ve cevher tanelerini kırabilmek için gerekli enerjiyi yaratabilecek ağırlığa sahip olması öğütme ortamı için yüksek performans kriterlerini yerine getirmektedir.

Kırılma hızlarına bilya sertliği açısından bakıldığında, belirli bir değerin üzerinde olmak koşuluyla bilya sertliğinin değirmen kapasitesi üzerinde etkili olmadığı bilinmektedir (Prasher, 1987).

4.5.5. Silis kumu örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi

Silis kumu örneğinin Ø30mm silpeps bilya için kuru ve sulu ortamdadört farklı malzeme yükü miktarında yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Grafiğin doğrusal olarak azaldığı bölge birinci derece kırılma bölgesini temsil etmektedir. Birinci derece kırılma bölgesindeki doğrunun eğimi bize malzemenin o tane boyut aralığındaki özgül kırılma hızını vermektedir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c =0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında aşağıdaki Eşitlik 4.5 kullanılarak sonuçlar bu eşitliğe uydurulmuş ve doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir malzeme yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.

$$S_{i} = a_{T} * \left[\frac{X_{i}}{X_{1}}\right]^{\alpha} * \frac{1}{1 + \left[\frac{X_{i}}{\mu}\right]^{\lambda}}$$

$$(4.5)$$



Şekil 4.55. Silis kumu örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.55'de, bütün malzeme yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 30 mm silpeps bilya için kuru ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları f_c=0.072 için yaklaşık 75 µm tane boyutunda, f_c=0.096, 0.120 ve 0.144 için 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonrasında azalmaya başlamıştır. Sabit değirmen koşulları altında tanelerin kırılma hızının büyük ölçüde tane boyutuna bağlı olduğu görülmektedir. Yaklaşık 75 µm ve 90 µm tane boyutunun üzerinde görülen S_i değerindeki azalma, öğütücü ortam olarak kullanılan bilyalar tarafından tanelerin yakalanıp kırılmasının zorlaşması nedeniyledir (Austin vd., 1984; Klimbel, 1997). Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür. Genel olarak, öğütmenin başlangıcında kırılma hızı, tane boyutu ile artarken, belirli bir tane boyutundan sonra yavaşlamaya başlar. Bu tane boyutu her malzeme için farklılık gösterir. Yavaşlamanın nedeni, oluşan ince taneler yastıklama etkisi yaparak iri boyutların kırılmasını engellemesidir.

Ayrıca tane boyutuna bağlı kırılma hızlarına bakıldığında, tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızının daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun sebebi, kırılmaya etken olan düzensiz gelişmiş çatlakların, tane boyutu inceldikçe azalmasıdır (Şekil 4.9-4.12). Aynı zamanda, geometrik etki nedeniyle, iri tanelere oranla küçük tanelerin bilyalar tarafından kavranmaları zor olmaktadır. Böylece tane boyutu küçüldükçe kırılma olayı zorlaşmaktadır. Çizelge 4.2'de silis kumunun 106 µm ve 63 µm sınama boyutu için Bond iş indeksi (Wi) değerlerine bakıldığında tane boyutunun iş indeksi üzerindeki etkisi açık bir şekilde görülmektedir. Diğer bir sebepte, Çizelge 3.2'de, silis kumunun tane boyutu azaldıkça, içerisinde bulunan Fe₂O₃ miktarının arttığı görülmüştür. Silis kumunun lup ile incelenmesi sonucunda yaklaşık 20-30 µm tane boyutuna sahip koyu renkli demirli minerallere rastlanmıştır. Silis kumunun tane boyutu azaldıkça, demirli minerallerin tane boyut aralığına yaklasılmış ve kırılma hızı azalmıştır. 75 ve 90 µm tane boyutlarından sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi yastıklama etkisi ve/veya bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Silis kumu örneğinin Ø30mm silpeps bilya ile kuru ve sulu ortamda dört farklı malzeme yükü ve dört farklı bilya yükü miktarında yapılan kinetik deneylerde tek tane boyut fraksiyonunda hazırlanan malzemelerin kırılma dağılım fonksiyonlarının belirlenmesinde kinetik modele dayalı geliştirilen BII yöntemi kullanılmıştır. Bunun için hazırlanan numuneler yaklaşık olarak başlangıç boyutunun % 20-30'nun öğütüldüğü en kısa öğütme süresi olan dakikada öğütülmüşlerdir. Bu öğütme süresi sonunda ürünlerin tamamı elek analizi yapılmış ve aşağıdaki eşitlik kullanılarak her bir hammaddenin kırılma dağılımları belirlenmiştir.

$$B_{i,1} = \frac{\log\left[(1-P_i(0))/(1-P_i(t))\right]}{\log\left[(1-P_2(0))/(1-P_2(t))\right]} \qquad i > 1$$
(4.6)

Kırılma dağılım değerlerinin tane boyutlarına karşılık logaritmik olarak çizilen grafiklerden ince tane boylarına karşılık gelen kısmından çizilen teğetin eğiminden γ (gamma), bu teğetin x eksenindeki en büyük tane boyutundan y eksenine dik çizilen doğrunun kestiği yerden Φ (phi) değerleri belirlenir. Eğrinin büküm yaptığı noktadan yani iri tane boyutlarına karşılık gelen eğri ile ince boyutlar için çizilen teğet arasındaki farklarla bunlara karşılık gelen tane boyutlarına karşı grafikler çizilir. Buradan elde edilen doğrunun eğiminden β (beta) değeri elde edilir.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri aşağıdaki eşitlikler kullanılarak tekrar hesaplatılmıştır.

$$B_{i,j} = \phi_j * \left(\frac{X_{i,1}}{X_1}\right)^{\gamma} + (1 - \phi_j) * \left(\frac{X_{i-1}}{X_1}\right)^{\beta}, \qquad 0 \le \phi_j \le 1$$
(4.7)

$$\phi_{j} = \phi_{1} * \left[\frac{X_{j}}{X_{1}}\right]^{-\delta}$$
(4.8)



Şekil 4.56. Silis kumu örneğinin Ø30mmboyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.20. Silis kumu örneğinin Ø30 mmboyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

f _c (%)	U (%)	a _T	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	0.25	0.99	0.10	0.10	0.292	6.206	14.272	0.10
0.096	0.80	0.37	1.32	0.10	0.10	0.294	6.177	14.289	0.10
0.120	1.00	0.79	1.48	0.10	0.10	0.551	5.968	11.947	0.10
0.144	1.20	0.77	1.55	0.10	0.10	0.485	6.091	13.037	0.10

Şekil 4.55, 4.56 ve Çizelge 4.20 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, $a\tau$ değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0.120'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. γ değerinin en yüksek a_T değerinde en düşük olduğu yani ince malzeme oranının arttığı, Φ_j değerinin de a_T değeri ile paralel olarak değiştiği görülmektedir. Değirmen içerisindeki ideal çarpışma boşluklarının doldurma oranı aşılması ile f_c=0.144'te, değirmen içerisinde birikme nedeniyle kırılma hızında yavaşlama meydana gelmiştir. Tersi durumlarda (f_c=0.096 ile 0.072) ise yani malzeme doldurma oranı azaldıkça da değirmen içerisindeki enerjinin büyük kısmı bilyaların birbiri ile çarpışmasında harcanmıştır. Bu durum bir de, aynı bilya yüküne sahip değirmendeki, malzeme miktarının az oluşundan kaynaklanan malzeme akış hızının yüksek olmasına bağlanabilinir. $f_c=0.144'$ de, tane boyutuna bağlı biricil kırılma hızı düşük olmasına rağmen öğütme verimliliği yani $a_T \times U$ açısından değerlendirildiğinde en yüksek değere sahiptir. Bu nedenle bilya yükü deneyleri $f_c=0.144$ doluluk oranına göre yapılmıştır.

Genel olarak; γ değeri, 0.5 ile 1.5; β değeri ise 2.5 ile 5 arasında verilmiştir (Austin vd., 1984). Tane boyut dağılımının eğimini temsil eden γ açısı, ince malzeme miktarı ile ilişkilidir. Yapılan çalışmalar sonucu, model parametreleri olan γ ve β değerlerinin, literatürde belirtilen sınırlar içerisinde olmadığı tespit edilmiştir. Ayrıca, literatürde -106 µm altındaki tane boyutuna sahip malzemeler için kırılma hızı ile ilgili yeterli düzeyde çalışma olmadığı anlaşılmıştır.

Silis kumu örneğinin Ø30 mm silpeps bilya kullanılarak dört farklı bilya yükü için yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı bilya yüklerinde yapılan kinetik deneylerde f_c=0.144 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.57. Silis kumu örneğinin Ø30 mmboyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.57'de, bütün bilya yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. Yavaşlamanın nedeni, oluşan ince taneler yastıklama etkisi yaparak iri boyutların kırılmasını engellemesidir. 30 mm silpeps bilya için kuru ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 μm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonrasında azalmaya başlamıştır.

Ayrıca tane boyutuna bağlı kırılma hızlarına bakıldığında, genel olarak tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızının daha yüksek olduğu görülmektedir. Yapılan araştırmalar göstermiştir ki, tek bir çaptan oluşan bilyaların öğütücü ortam olarak kullanılmasıyla özgül kırılma hızı ve tane boyutu arasındaki ilişki $S_i=a_T(x_i/x_0)^{\alpha}$ eşitliği ile ifade edildiği, Bölüm 2.1.1.1'de bahsedilmiştir. Bu eşitliğe göre tane boyutu arttıkça S_i değeri de artacaktır. Bunun sebebi, tane boyutu küçüldükçe; kırılmaya etken olan düzensiz gelişmiş çatlakların azalması (Şekil 4.9-4.12), küçük tanelerin geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından kavranmalarının zorlaşması, yaklaşık 20-30 µm tane boyutuna sahip koyu renkli demirli minerallerin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca 90 μm tane boyutlarından sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi yastıklama etkisi ve/veya bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Şekil 4.57 için, dört farklı bilya doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirildiğinde, en düşük ve en yüksek bilya doldurma oranlarında kırılma hızı düşmüştür. Düşük bilya doldurma oranında, silis kumunun öğütülebilmesi için yeterli öğütme yüzeyinin olmadığı, yüksek bilya doldurma oranında ise değirmen malzeme boşluk doldurma ideal oranından uzaklaşıldığı ve öğütme enerjisinin büyük kısmının bilyaların çarpışması ile harcandığı ve böylece S_i değerinin düştüğü söylenebilir.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.58. Silis kumu örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

J (%)	U (%)	a T	α	μ	Λ	Φ_{j}	γ	β	δ
0.20	1.20	0.31	1.43	0.10	0.10	0.385	4.969	11.544	0.10
0.30	1.20	0.77	1.55	0.10	0.10	0.485	6.091	13.037	0.10
0.35	1.20	1.34	1.81	0.10	0.10	0.624	6.117	11.961	0.10
0.40	1.20	0.59	1.53	0.10	0.10	0.617	7.136	12.823	0.10

Çizelge 4.21. Silis kumu örneğinin Ø30mmboyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

Şekil 4.57, 4.58 ve Çizelge 4.21 incelendiğinde, bilya yükü arttıkça, a_T değerinin %35 bilya yükü için en yüksek kırılma hızına ulaştığı gözlenmiştir. γ ve Φ_j değerleri de bilya yükü arttıkça yükseldiği belirlenmiştir. Bilya yükünün artması ile birlikte üst boyuttaki malzemelerin alt boyutlara ufalanması hızı artış göstermesine rağmen çarpışma zonunun doymasından dolayı ince malzeme oranında bir artış gözlenmemiştir. Çünkü zayıf bilya çarpışması bilya-malzeme yatağını genişletir.

Silis kumu örneğinin Ø30mm silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı malzeme yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan sulu kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.59. Silis kumu örneğinin Ø30 mmboyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.59'da, bütün malzeme yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 30 mm silpeps bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksek olduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Burada, pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Şekil 4.59 için, dört farklı malzeme doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, malzeme doldurma oranı arttıkça kırılma hızları azalmaya başlamıştır. Bunun sebebi, malzeme doldurma oranı arttıkça pülpün sahip olduğu viskozite artmakta ve öğütücü darbelerin yutulmasına bağlı olarak öğütme verimliliği azalmaktadır. Klimpel (1982), katı oranının bir fonksiyonu olarak viskozite ve net üretim arasında bir ilişki ortaya koymuştur. Bu ilişkiye göre A, B ve C olarak isimlendirilen üç farklı bölge oluşmaktadır. Düşük katı oranı değerlerindeki A bölgesinde elde edilen net üretim miktarı geniş bir katı oranı değişim aralığında sabit kalmaktadır. Orta derecede katı oranına sahip pülplere karşılık gelen B bölgesinde (psodoplastik bölge) elde edilen net üretimde açık bir şekilde artış gözlenmektedir. Yüksek katı oranı değerlerindeki C bölgesinde ise (kayma gerilmeli psodoplastik bölge) net üretim miktarı azalmaya başlamaktadır (Özkan ve Yekeler, 2001). Buna göre Şekil 4.59 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, pülplerin B bölgesinden (psodoplastik bölge), C bölgesine (kayma gerilmeli psodoplastik bölge) geçiş yaptığı görülmekte ve bu durum öğütme veriminde düşüşe neden olmaktadır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.60. Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.22. Silis kumu örneğinin Ø30 mmboyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

fc (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φ	γ	β	δ
0.072	0.60	0.43	1.06	0.10	0.10	0.551	5.476	11.652	0.10
0.096	0.80	0.83	1.41	0.10	0.10	0.556	6.039	11.189	0.10
0.120	1.00	0.85	1.43	0.10	0.10	0.575	6.326	12.362	0.10
0.144	1.20	0.86	1.45	0.10	0.10	0.636	4.610	9.546	0.10

Şekil 4.59, 4.60 ve Çizelge 4.22 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, a_T değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0.144'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. γ değerinin malzeme yükü arttıkça azaldığı, Φ_j değerinin de malzeme yükü artışıyla arttığı gözlenmektedir. f_c=0.144'de, tane boyutuna bağlı biricil kırılma hızı düşük olmasına rağmen öğütme verimliliği yani a_T ×U açısından değerlendirildiğinde en yüksek değere sahiptir. Bu nedenle bilya yükü deneyleri f_c=0.144 doluluk oranına göre yapılmıştır.

Silis kumu örneğinin Ø30 mm silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı bilya yüklerinde yapılan kinetik deneylerde $f_c=0.144$ ve $N_c=0.75$ olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.61. Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.61'de, bütün bilya yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 30 mm silpeps bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Tane boyutu irileştikçe, pülpün

viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Bilya doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Şekil 4.61 için, tane boyutuna bağlı birincil kırılma hızlarına bakıldığında, en düşük ve en yüksek bilya doldurma oranlarında kırılma hızları düşük çıkmıştır. Aşırı bilya doluluğu gereksiz öğütme yüzeyleri oluşması ile düşük bilya yükü de zayıf konumdaki tanelerin öğütülememesi ile sonuçlanmıştır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.62. Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

J (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.20	1.20	0.60	1.56	0.10	0.10	0.568	4.730	10.450	0.10
0.30	1.20	0.86	1.45	0.10	0.10	0.636	4.610	9.546	0.10
0.35	1.20	1.38	1.73	0.10	0.10	0.675	4.406	9.385	0.10
0.40	1.20	1.10	1.67	0.10	0.10	0.658	4.360	10.219	0.10

Çizelge 4.23. Silis kumu örneğinin Ø30 mmboyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

Şekil 4.61, 4.62 ve Çizelge 4.23 incelendiğinde, bilya yükü arttıkça, a_{T} değerlerinin J=0.35'e kadar arttığı saptanmıştır. Φ_{j} değerlerinin a_{t} değeri ile paralellik gösterdiği belirlenmiştir. γ değeri öğütme hızının en yüksek olduğu koşulda azaldığı gözlemlenmiş yani ince malzeme miktarı artmıştır. Kısacası, bilya yükünün artması ile birlikte üst boyuttaki malzemelerin alt boyutlara ufalanması hızı ve ince malzeme miktarı artmıştır.

Silis kumu örneği için, 30 mm silpeps bilya kullanılarak kuru ve sulu ortamda yapılan deneylerde orijinal parçanın en hızlı alt boyuta indiği (a_T) ve en üst boyuttan bir alt boyuta en hızlı kırılmanın gerçekleştiği (Φ_j) ve en fazla ince malzemenin elde edildiği (γ) koşul, sulu ortamda J=0.35 için elde edilmiştir (Çizelge 4.23). Yaş öğütmenin kuru öğütmeden daha etkili olduğu bilinmektedir. Çizelge 4.20 ve Çizelge 4.22'de görüldüğü gibi silis kumu örneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, a_T değerleri malzeme doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.06-2.26 arasındaki katlarda artarak değişim göstermiştir. Çizelge 4.21 ve Çizelge 4.23'de ise silis kumu örneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, a_T değerleri bilya doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.03-1.95 arasındaki katlarda artarak değişim göstermiştir. Su, ince tanelerin topaklanmasını ve bilyaların kaplanmasını önleyerek, yavaşlama etkisini önlemekle beraber, bilyaların mekanik etkisinin tanelere daha iyi nakledilmesini sağlamaktadır. Böylece daha yüksek kırılma hızları elde edilmektedir (Austin vd., 1984). Ayrıca kırılma hızlarının artmasına, suda iri kalıntıların çökmesine bağlı olarak değirmende öğütme işlevinin başlıca üst boyuta uygulanması da gösterilebilir.

4.5.6. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi

Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya için kuru ve sulu ortamdadört farklı malzeme yükü miktarında yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Grafiğin doğrusal olarak azaldığı bölge birinci derece kırılma bölgesini temsil etmektedir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir malzeme yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.63. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.63'de, bütün malzeme yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 10 mm silpeps bilya için kuru ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonrasında azalmaya başlamıştır. Sabit değirmen koşulları altında tanelerin kırılma hızının büyük ölçüde tane boyutuna bağlı olduğu görülmektedir. Yaklaşık 90 µm tane boyutunun üzerinde görülen S_i değerindeki azalma, öğütücü ortam olarak kullanılan bilyalar tarafından tanelerin yakalanıp kırılmasının zorlaşması nedeniyledir (Austin vd., 1984; Klimbel, 1997). Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Ayrıca tane boyutuna bağlı kırılma hızlarına bakıldığında, tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızı daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun sebebi, tane boyutu inceldikçe; kırılmaya etken olan düzensiz gelişmiş çatlakların azalması (Şekil 4.9-4.12), geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından tanelerin kavranmalarının zorlaşması, yaklaşık 20-30 µm tane boyutuna sahip koyu renkli demirli minerallerin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca 90 µm tane boyutlarından sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi yastıklama etkisi ve/veya bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Bunun yanısıra aynı tane boyutuna göre değerlendirildiğinde, malzeme doldurma oranı azaldıkça, yüksek birincil kırılma hızı değerleri elde edildiği görülmektedir. İdeal bir değere kadar malzeme miktarının artmasıyla bilyalar arasındaki çarpışma boşluklarını doldurulmakta ve böylece yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmektedir. Bütün etkin boşluklar doldurulduğunda en yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmiştir. f_c=0.144'te, aşırı malzeme doldurma oranı nedeniyle yastıklama etkisi oluşmuş ve değirmen içerisinde öğütmeye maruz kalacak malzeme akışının az veya hiç olmaması nedeniyle düşük S_i×f_c ve *ar*×U değeri ortaya çıkmıştır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.


Şekil 4.64. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.24. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

fc (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	0.79	1.59	0.10	0.10	0.735	7.109	11.376	0.10
0.096	0.80	0.80	1.64	0.10	0.10	0.739	7.107	11.908	0.10
0.120	1.00	0.89	1.69	0.10	0.10	0.784	6.681	12.228	0.10
0.144	1.20	0.55	1.80	0.10	0.10	0.714	7.503	12.987	0.10

Şekil 4.63, 4.64 ve Çizelge 4.24 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, a_T değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0.120'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. γ değerinin en yüksek *at* değerinde en düşük olduğu yani ince malzeme oranının arttığı, Φ_j değerinin de a_T değeri ile paralel olarak değiştiği görülmektedir. Değirmen içerisindeki ideal çarpışma boşluklarının doldurma oranının aşılması ile f_c=0.144'te, değirmen içerisinde birikme nedeniyle kırılma hızında yavaşlama meydana gelmiştir. Tersi durumlarda (f_c=0.096 ile 0.072) ise yani malzeme doldurma oranı azaldıkça da değirmen içerisindeki enerjinin büyük kısmı bilyaların birbiri ile çarpışmasında harcanmıştır. Bu durumu değirmen içerisinde aynı bilya yükünde malzeme

miktarının az oluşundan kaynaklanan malzeme akış hızının yüksek olmasına bağlanabilinir.

Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir.



Şekil 4.65. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.65'de, bilya yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 10 mm silpeps bilya için kuru ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 μm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonrasında azalmaya başlamıştır.

Tane boyutuna bağlı kırılma hızlarına bakıldığında, tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızı daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun sebebi, tane boyutu inceldikçe; kırılmaya etken olan düzensiz gelişmiş çatlakların azalması (Şekil 4.9-4.12), geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından tanelerin kavranmalarının zorlaşması, yaklaşık 20-30 µm tane boyutuna sahip koyu renkli demirli minerallerin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca 90 µm tane boyutlarından sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi yastıklama etkisi ve/veya bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Şekil 4.65 için, tane boyutuna bağlı kırılma hızlarına bakıldığında, bilya yükü arttıkça, birincil kırılma hızının arttığı gözlenmiştir. Bilya miktarı arttıkça bilyalar arasında çarpışma boşlukları doldurulmuş ve yüksek birincil kırılma hızı elde edilmiştir.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.66. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.25. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

J (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.20	1.00	0.18	1.28	0.10	0.10	0.740	6.181	11.376	0.10
0.30	1.00	0.89	1.69	0.10	0.10	0.784	6.681	12.228	0.10
0.35	1.00	0.85	1.66	0.10	0.10	0.758	6.525	12.261	0.10
0.40	1.00	0.59	1.31	0.10	0.10	0.653	6.497	11.074	0.10

Şekil 4.65, 4.66 ve Çizelge 4.25 incelendiğinde, bilya yükü arttıkça, a_{T} değerleri değirmen için ideal bilya yükü olan J=0.30'da en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. Φ_{j} değerinin de a_{T} ile paralellik gösterdiği gözlenmektedir. Değirmen içerisinde malzeme miktarına bağlı olarak uygun bir bilya yükü seçiminde kırılma hızlarına bağlı olarak boşluk doldurma oranları da önemlidir. Değirmen içerisinde aynı malzeme yükünde yapılan deneyde tane-bilya etkileşimi ve bilyalar arası boşlukların en ideal seviye ulaşması bu artış ve azalışların nedenini açıklamaktadır. %30 bilya doluluk oranına kadar üst boyuttaki malzemelerin alt boyutlara ufalanması hızı artış göstermesine rağmen çarpışma zonunun doymasından dolayı, bu doluluk oranında ince malzeme oranında bir artış gözlenmemiştir. Çünkü zayıf bilya çarpışması bilya-malzeme yatağını genişletir.

Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı malzeme yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyutu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler ile elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan sulu kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.



Şekil 4.67. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.67'de, malzeme yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. Bu değer yaklaşık 90 μm tane boyutunda maksimuma ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. 90 μm tane boyutunun üzerindeki malzeme başlangıçta hızlı, daha sonra yavaşlayan bir hız ile kırılmıştır. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksek olduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Burada, pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Tane boyutuna bağlı kırılma hızlarına bakıldığında, tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızı daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun sebebi, tane boyutu inceldikçe; kırılmaya etken olan düzensiz gelişmiş çatlakların azalması (Şekil 4.9-4.12), geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından tanelerin kavranmalarının zorlaşması, yaklaşık 20-30 µm tane boyutuna sahip koyu renkli demirli minerallerin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca 90 µm tane boyutlarından sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi, bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.68. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.26. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

fc (%)	U (%)	a T	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	1.40	1.69	0.10	0.10	0.818	6.763	12.260	0.10
0.096	0.80	1.52	1.70	0.10	0.10	0.858	6.773	12.237	0.10
0.120	1.00	1.78	2.13	0.10	0.10	0.900	6.670	12.107	0.10
0.144	1.20	0.73	1.48	0.10	0.10	0.732	6.603	12.574	0.10

Şekil 4.67, 4.68 ve Çizelge 4.26 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, *ar*değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0.120'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. γ değeri f_c=0.120'de azalmış yani ince malzeme miktarı artmıştır. Φ_i değerinin de *a*_Tdeğeri ile paralel olarak değiştiği gözlenmektedir. Kırılma hızı değerlerine bakıldığında, en düşük (fc=0.072) ve en yüksek (fc=0.144) malzeme doldurma oranlarında düşük kırılma hızı değerleri elde edilmiştir. f_c=0.120'de daha yüksek kırılma hızı değerlerinin elde edilmesinin nedeni, pülp yoğunluğuyla alakalıdır. f_c=0.120'nin sahip olduğu pülp voğunluğu değerine kadar, artan voğunluk ile kırılma hızlarında görülen çarpışma bölgesinde daha yüksek katı artış, bilya-bilya içeriğinin toplanmasından ileri gelmektedir. Ancak, bu pülp yoğunluğu değerinin üzerinde ve altında ise kırılma hızında azalma görülmektedir. Bunların nedeni olarak, yüksek pülp yoğunluğu nedeniyle viskozitenin artışı sonucu değirmendeki malzeme akış koşullarının zorlaşması ve düşük pülp yoğunluğunda ise enerji iletiminin sağlanamamasından olduğu söylenebilir.

Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyutu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler ile elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı bilya yüklerinde yapılan kinetik deneylerde f_c=0.120 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.



Şekil 4.69. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.69'da, bütün bilya yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 30 mm silpeps bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Bilya doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Tane boyutuna bağlı kırılma hızlarına bakıldığında, tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızı daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun sebebi, tane boyutu inceldikçe; kırılmaya etken olan düzensiz gelişmiş çatlakların azalması (Şekil 4.9-4.12), geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından tanelerin kavranmalarının zorlaşması, yaklaşık 20-30 µm tane boyutuna sahip koyu renkli demirli minerallerin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca 90 μm tane boyutlarından sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi, bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Şekil 4.69 için, tane boyutuna bağlı kırılma hızlarına bakıldığında, bilya yükü azaldıkça, birincil kırılma hızının düştüğü gözlenmiştir. Pülpün sahip olduğu viskoziteye bağlı olarak, bilya yükü azaldıkça, zayıf konumdaki tanelerin üzerine etki eden kırılma enerjisi iletimi azalmış ve dolayısıyla öğütme verimi azalmıştır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı yada bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.70. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

J (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.20	1.00	1.59	2.37	0.10	0.10	0.756	5.093	12.227	0.10
0.30	1.00	1.78	2.13	0.10	0.10	0.900	6.670	12.107	0.10
0.35	1.00	1.74	1.81	0.10	0.10	0.827	5.703	10.128	0.10
0.40	1.00	1.07	1.59	0.10	0.10	0.805	4.809	11.081	0.10

Çizelge 4.27. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

Şekil 70, 71 ve Çizelge 29 incelendiğinde, J=0.30 bilya yükünde a_T 'nin en yüksek değerde olduğu gözlenmektedir. İdeal bilya yükündeüst boyuttaki malzemelerin alt boyutlara ufalanması hızı artış göstermesine rağmen çarpışma zonunun doymasından dolayı ince malzeme oranında fazla bir artış gözlenmemiştir.

Silis kumu örneği için, 10 mm silpeps bilya kullanılarak kuru ve sulu ortamda yapılan deneylerde orijinal parçanın en hızlı alt boyuta indiği (a_T) ve en üst boyuttan bir alt boyuta en hızlı kırılmanın gerçekleştiği (Φ_i) koşul, sulu ortamda J=0.30 için elde edilmiştir (Çizelge 4.27). Yaş öğütmenin kuru öğütmeden daha etkili olduğu bilinmektedir. Çizelge 4.24 ve Çizelge 4.26'da görüldüğü gibi silis kumu örneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, *a*^T değerleri malzeme doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.33-2.00 arasında artarak değişim göstermiştir. Çizelge 4.25 ve Çizelge 4.27'de ise silis kumu örneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, *a*t değerleri bilya doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.80-9.00 arasında artarak değişim göstermiştir. Su, ince tanelerin topaklanmasını ve bilyaların kaplanmasını önleyerek, yavaşlama etkisini önlemekle beraber, bilyaların mekanik etkisinin tanelere daha iyi nakledilmesini sağlamaktadır. Böylece daha yüksek kırılma hızları elde edilmektedir (Austin vd., 1984). Ayrıca kırılma hızlarının artmasına, suda iri tanelerin çökmesine bağlı olarak değirmende öğütme işlevinin başlıca üst boyuta uygulanması da gösterilebilir.

Silis kumu örneği için, kuru ortamda 30 mm ve 10 mm silpeps bilya ile yapılan öğütme çalışmalarında, kırılma hızının maksimum olduğu a_T değeri için, 30 mm silpeps bilya ile kırılma hızı 1.50 kat daha yüksektir. Ayrıca genel olarak, 30 mm silpeps bilya ile yapılan öğütme çalışmalarında, daha fazla ince malzeme de elde edildiği görülmektedir (γ daha düşük). Burada, silis kumu örneği için, 30 mm silpeps bilya ile kuru ortamda yapılan öğütme çalışmalarının, yüksek kırılma hızı ile gerçekleştiği ve daha fazla ince malzeme üretildiği anlaşılmaktadır. Genel olarak, değirmenin birim hacmindeki bilya sayısı 1/d³ ile orantılı olarak artığından, birim zamandaki bilya-bilya çarpışma hızı bilya çapının küçülmesi ile artmakta ve böylece ince tane boyunda malzemenin, küçük çapta bilyalardan oluşan öğütücü ortam kullanılarak öğütülmesi durumunda kırılma hızı daha yüksek bir değere sahip olmaktadır. Ancak burada 30 mm silpeps bilya ile yapılan öğütmenin daha yüksek kırılma hızına sahip olduğu görülmektedir. Bunun sebebi, silpeps bilyanın sahip olduğu yüksek öğütme yüzeyinin, bilya boyutu küçüldükçe daha da artması ve kırılma enerjisinin büyük kısmının bilyaların çarpışmasına harcandığı olarak açıklanabilir.

Silis kumu örneği için, sulu ortamda 30 ve 10 mm silpeps bilya ile yapılan öğütmelerde, kırılma hızının maksimum olduğu a_t değeri için, 10 mm silpeps bilya ile kırılma hızı 1.29 kat daha yüksektir. Ayrıca genel olarak, 10 mm silpeps bilya ile daha az ince malzeme de elde edildiği görülmektedir (γ daha yüksek). Burada, silis kumu örneği için, 10 mm silpeps bilya ile kuru ortamda yapılan öğütme çalışmalarının, yüksek kırılma hızı ile gerçekleştiği ve daha az ince malzeme üretildiği anlaşılmaktadır. Bilya boyutu azaldıkça, artan öğütme yüzeyine bağlı olarak, pülp içindeki zayıf konumda kalan tanelerin yakalanarak, bu taneler üzerine kırılma enerjisi iletimi sağlanmıştır. Bu olay da 10 mm silpeps bilya ile sulu ortamda daha verimli öğütme yapılmasını sağlamıştır.

4.5.7. Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi

Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya için kuru ve sulu ortamdadört farklı malzeme yükü miktarında yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Grafiğin doğrusal olarak azaldığı bölge birinci derece kırılma bölgesini temsil etmektedir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.



Şekil 4.71. Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.71'de, kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 30 mm alümina bilya için kuru ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonrasında azalmaya başlamıştır. Yavaşlamanın nedeni, oluşan ince taneler yastıklama etkisi yaparak iri boyutların kırılmasını engellemesidir. Birincil kırılma hızı değerindeki bu azalma, öğütücü ortam olarak kullanılan bilyalar tarafından tanelerin yakalanıp kırılmasının zorlaşması nedeniyledir (Austin vd., 1984; Klimbel, 1997).Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Ayrıca tane boyutuna bağlı kırılma hızlarına bakıldığında, tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızı daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun sebebi, tane boyutu inceldikçe; kırılmaya etken olan düzensiz gelişmiş çatlakların azalması (Şekil 4.9-4.12), geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından tanelerin kavranmalarının zorlaşması, yaklaşık 20-30 µm tane boyutuna sahip koyu renkli demirli minerallerin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca 90 μm tane boyutlarından sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi yastıklama etkisi ve/veya bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Bunun yanısıra aynı tane boyutuna göre değerlendirildiğinde, malzeme doldurma oranı azaldıkça, birincil kırılma hızı değeri azalmaktadır. Az malzeme doldurulması durumunda enerjinin büyük bir kısmı bilyaların çarpışması ile harcanmakta ve böylece birincil kırılma hızı değeri düşmektedir. Böylece azalan $S_i \times f_c$ ve $a_T \times U$ değeri, öğütmenin enerji kullanımı açısından verimsizliğini göstermektedir. Ayrıca bu durum, bilyalarda aşınmaya neden olabilir.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.72. Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

fc (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	0.19	1.39	0.10	0.10	0.242	5.038	11.140	0.10
0.096	0.80	0.30	1.52	0.10	0.10	0.282	4.394	10.958	0.10
0.120	1.00	0.41	1.64	0.10	0.10	0.330	4.968	11.351	0.10
0.144	1.20	0.54	1.62	0.10	0.10	0.367	3.010	8.334	0.10

Çizelge 4.28. Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

Şekil 4.71, 4.72 ve Çizelge 4.28incelendiğinde, malzeme oranı arttıkça, *ar*değerinin arttığı gözlenmiştir. Φ_j değeri de benzer bir biçimde değişimgösterdiği γ değerinin de azaldığı yani ince malzeme miktarının arttığı belirlenmiştir. Malzeme yükü arttıkça, değirmen içerisindeki ideal çarpışma boşluklarına, hem kırılma hızı hem de ince malzeme miktarı açısından f_c=0.144'te ulaşıldığı görülmektedir. İdeal bir değere kadar malzeme miktarının artmasıyla bilyalar arasındaki çarpışma boşluklarını doldurulmakta ve böylece yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmektedir. Bütün etkin boşluklar doldurulduğunda en yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmiştir. Ayrıca yüksek malzeme doldurma oranında ince malzeme miktarının fazla olmasının nedeni, kuvars mineralinin aşındırıcı özellikte olmasından dolayı malzeme-malzeme aşınmasının gerçekleşmiş olmasıdır.

Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir.



Şekil 4.73. Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.73'de, J=0.30, 0.35 ve 0.40'da kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 30 mm alümina bilya için kuru ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 μm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonrasında azalmaya başlamıştır. Yavaşlamanın nedeni, oluşan ince tanelerin yastıklama etkisi yaparak iri boyutların kırılmasını engellemesidir. J=0.20'de genel olarak yavaş bir kırılma hızı gözlenmiştir. Ayrıca, kırılma hızının azalmaya başladığı tane boyutu her malzeme için farklılık göstermektedir.

Ayrıca tane boyutuna bağlı kırılma hızlarına bakıldığında, tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızı daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun sebebi, tane boyutu inceldikçe; kırılmaya etken olan düzensiz gelişmiş çatlakların azalması (Şekil 4.9-4.12), geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından tanelerin kavranmalarının zorlaşması, yaklaşık 20-30 µm tane boyutuna sahip koyu renkli demirli minerallerin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca 90 µm tane boyutlarından sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi yastıklama etkisi ve/veya bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Şekil 4.73 için, aynı tane boyutuna göre değerlendirildiğinde, en düşük ve en yüksek bilya doldurma oranlarında birincil kırılma hızı düşüktür. Düşük bilya doldurma oranında, silis kumunun öğütülebilmesi için yeterli öğütme yüzeyinin olmadığı, yüksek bilya doldurma oranında ise öğütme enerjisinin büyük kısmının bilyaların çarpışması ile harcandığı ve böylece birincil kırılma hızı değerinin düştüğü söylenebilir.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.74. Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

J (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.20	1.20	0.16	1.36	0.10	0.10	0.350	4.936	11.467	0.10
0.30	1.20	0.54	1.62	0.10	0.10	0.367	3.010	8.334	0.10
0.35	1.20	0.86	1.74	0.10	0.10	0.484	3.461	10.032	0.10
0.40	1.20	0.33	1.54	0.10	0.10	0.332	2.936	8.485	0.10

Çizelge 4.29. Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

Şekil 4.73, 4.74 ve Çizelge 4.29 incelendiğinde, bilya yükü arttıkça, a_T değerleri değirmen için ideal bilya yükü olan J=0.35'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. Φ_j değerlerinin de a_T değerleri ile paralelolarak değiştiği gözlenmektedir. Değirmen içerisinde aynı malzeme yükünde yapılan deneyde tane-bilya etkileşimi ve bilyalar arası boşlukların en ideal seviye ulaşması bu artış ve azalışların nedenini açıklamaktadır.En yüksek bilya yük miktarında ise ince malzeme miktarının fazla olmasını kuvars tanelerinin malzeme-malzeme aşınmasından dolayı ince ürün vermesine bağlanabilir.

Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı malzeme yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan sulu kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.



Şekil 4.75. Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.75'de, bütün malzeme yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 30 mm alümina bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksek olduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Burada, pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Şekil 4.75, aynı tane boyutuna göre değerlendirildiğinde, malzeme doldurma oranı arttıkça, birincil kırılma hızı azalmaya başlamıştır. Bunun sebebi, malzeme doldurma oranı arttıkça, pülpün sahip olduğu viskozite artmakta ve öğütücü darbelerin yutulmasına bağlı olarak öğütme verimliliği azalmaktadır. Düşük malzeme doluluk oranlarında pülpte psodoplastik bir reolojik yapının olması, malzeme doluluk oranları yükseldikçe psodoplastiklik ile birlikte belirli bir kayma gerilmesi değerine sahip pülp davranışı oluşması nedeniyle, öğütme veriminde düşüş gözlenmiştir.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.76. Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.30.	Silis kumu	örneğinin	Ø30 mr	n boyutlu	alümina	bilya	kullanıla	arak
	sulu ortam	da farklı m	alzeme	yükü için 🛛	model pa	ramet	releri	

f _c (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	0.34	1.12	0.10	0.10	0.416	5.572	10.864	0.10
0.096	0.80	0.80	1.47	0.10	0.10	0.479	5.367	10.194	0.10
0.120	1.00	0.61	1.57	0.10	0.10	0.446	6.018	11.587	0.10
0.144	1.20	0.56	1.64	0.10	0.10	0.431	5.945	10.528	0.10

Şekil 4.75, 4.76 ve Çizelge 4.30 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, a_T değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0.096'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. γ değerinin en yüksek a_T değerinde en düşük olduğu yani ince malzeme oranının arttığı, Φ_j değerinin de a_t değeri ile paralel olarak değiştiği görülmektedir. f_c=0.120 ve 0.144'de, değirmen içerisindeki ideal çarpışma boşluklarının doldurma oranının aşılması ve değirmen içerisinde birikme nedeniyle kırılma hızında yavaşlama meydana gelmiştir. Tersi durumlarda (f_c=0.072) ise yani malzeme doldurma oranı azaldıkça da değirmen içerisindeki enerjinin büyük kısmı bilyaların birbiri ile çarpışmasında harcanmıştır.

Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı bilya yüklerinde yapılan kinetik deneylerde f_c=0.096 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.



Şekil 4.77. Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.77'de, bütün bilya yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 30 mm alümina bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Bilya doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksek olduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Burada. pülpün viskozitesini boyutu tane etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Tane boyutuna bağlı kırılma hızlarına bakıldığında, tane boyutu büyük olan malzemenin kırılma hızı daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun sebebi, tane boyutu inceldikçe; kırılmaya etken olan düzensiz gelişmiş çatlakların azalması (Şekil 4.9-4.12), geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından tanelerin kavranmalarının zorlaşması, yaklaşık 20-30 µm tane boyutuna sahip koyu renkli demirli minerallerin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca yaklaşık 90 µm tane boyutlarından sonra

141

kırılma hızındaki düşüşün sebebi, bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Şekil 4.77 için, tane boyutuna göre değerlendirildiğinde, en düşük bilya doldurma oranında (J=0.20), kırılma hızı düşük çıkmıştır. Bilya yükü azaldıkça, pülpün sahip olduğu viskoziteye bağlı olarak, zayıf konumda kalan tanelerin yakalanarak, bu taneler üzerine kırılma enerjisi iletimi sağlanması zor olmaktadır. Bilya yükü arttıkça, özellikle J=0.35 ve =0.40'da, üretilen ince malzeme miktarının artmasına bağlı olarak (Çizelge 4.31), artan viskozite tane boyutuna bağlı birincil kırılma hızının azalmasına sebep olmuştur. Ayrıca tane üzerine etki eden birim zamandaki bilya kaynaklı basınç, darbe vb. kuvvetlerin sayısı da bu durum için gerekçe gösterilebilir.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.78. Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

J (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.20	0.80	0.17	1.18	0.10	0.10	0.456	3.377	9.703	0.10
0.30	0.80	0.80	1.47	0.10	0.10	0.479	5.367	10.194	0.10
0.35	0.80	0.87	1.68	0.10	0.10	0.582	4.104	9.434	0.10
0.40	0.80	1.03	1.78	0.10	0.10	0.598	4.190	8.927	0.10

Çizelge 4.31. Silis kumu örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

Şekil 4.77, 4.78 ve Çizelge 4.31 incelendiğinde, J=0.40 bilya yükünde a_T nin en yüksek değerde olduğu gözlenmektedir. Φ_j değerlerinin bilya yükü ile birlikte arttığı, γ değerinin de azaldığı yani ince malzeme miktarının arttığı belirlenmiştir. J=0.40 bilya yükünde, çarpışma zonu ideal sınıra gelmiştir.

Silis kumu örneği için, 30 mm alümina bilya kullanılarak kuru ve sulu ortamda yapılan deneylerde orijinal parçanın en hızlı alt boyuta indiği (a_T) ve en üst boyuttan bir alt boyuta en hızlı kırılmanın gerçekleştiği (Φ_i) koşul, sulu ortamda J=0.40 için elde edilmiştir (Çizelge 4.31). Yaş öğütmenin kuru öğütmeden daha etkili olduğu bilinmektedir. Çizelge 4.28 ve Çizelge 4.30'da görüldüğü gibi silis kumu örneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, *a*^T değerleri malzeme doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.03-2.68 arasındaki katlarda artarak değişim göstermiştir. Çizelge 4.29 ve Çizelge 4.31'de ise silis kumu örneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, *a*^T değerleri bilya doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.01-3.09 arasındaki katlarda artarak değişim göstermiştir. Su, ince tanelerin topaklanmasını ve bilyaların kaplanmasını önleyerek, yavaşlama etkisini önlemekle beraber, bilyaların mekanik etkisinin tanelere daha iyi nakledilmesini sağlamaktadır. Böylece daha yüksek kırılma hızları elde edilmektedir (Austin vd., 1984). Ayrıca kırılma hızlarının artmasına, suda iri kalıntıların çökmesine bağlı olarak değirmende öğütme işlevinin başlıca üst boyuta uygulanması da gösterilebilir.

4.5.8. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi

Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya için kuru ve sulu ortamdadört farklı malzeme yükü miktarında yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Grafiğin doğrusal olarak azaldığı bölge birinci derece kırılma bölgesini temsil etmektedir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.



Şekil 4.79. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.79'da, f_c=0.072, 0.096 ve 0.120 malzeme yüklerinde, kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. Yavaşlamanın nedeni, oluşan ince taneler yastıklama etkisi yaparak iri boyutların kırılmasını engellemesidir. 10 mm alümina bilya için kuru ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonrasında azalmaya başlamıştır. Yaklaşık 90 µm tane boyutunun üzerinde görülen birincil kırılma hızı değerindeki azalma, öğütücü ortam olarak kullanılan bilyalar tarafından tanelerin yakalanıp kırılmasının zorlaşması nedeniyledir (Austin vd., 1984; Klimbel, 1997).Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Ayrıca tane boyutuna bağlı kırılma hızlarına bakıldığında, tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızı daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun sebebi, tane boyutu inceldikçe; kırılmaya etken olan düzensiz gelişmiş çatlakların azalması (Şekil 4.9-4.12), geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından tanelerin kavranmalarının zorlaşması, yaklaşık 20-30 µm tane boyutuna sahip koyu renkli demirli minerallerin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca 90 µm tane boyutlarından sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi yastıklama etkisi ve/veya bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.80. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.	.32. S	Silis l	kumu	örneğinin	Ø10	mm	boyutlu	alümina	a bilya	kullanı	larak
	ŀ	kuru	ortam	ıda farklı n	nalze	me y	ükü için	model p	arame	treleri	

fc (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φ	γ	β	δ
0.072	0.60	0.47	1.51	0.10	0.10	0.489	6.313	11.575	0.10
0.096	0.80	0.74	1.79	0.10	0.10	0.550	6.292	13.612	0.10
0.120	1.00	0.36	1.56	0.10	0.10	0.447	7.508	11.428	0.10
0.144	1.20	0.10	1.20	0.10	0.10	0.415	7.586	11.257	0.10

Şekil 4.80, 4.81 ve Çizelge 4.32 incelendiğinde, malzeme oranı arttıkça, *ar*değerinin azaldığı gözlenmiştir. Φ_j değerleri de benzer bir biçimde değişimgösterdiği belirlenmiştir. Malzeme doldurma oranı artışı ile kırılma hızının düşmesibeklenen bir durumdur. Düşük malzeme doldurma oranlarında yüksek kırılma hız değerleri elde edildiği görülmektedir. İdeal bir değere kadar malzeme miktarının artmasıyla bilyalar arasındaki çarpışma boşluklarını doldurulmakta ve böylece yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmektedir. Bütün etkin boşluklar doldurulduğunda en yüksek kırılma hızı değeri elde edilmiştir. Değirmene fazla malzeme ilavesi, çarpışma zonunun doymasına ve fazla malzemenin depo olarak değirmene girmesine neden olmaktadır. Dolayısıyla malzeme miktarının artmasına bağlı olarak zayıf bilya çarpışması, bilya-malzeme yatağını genişletir. Bu nedenle S_i×f_c veya a_T ×U değeri azalmaktadır.

Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyutu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler ile elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir.



Şekil 4.81. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.81'de, kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 10 mm alümina bilya için kuru ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonrasında azalmaya başlamıştır. Yavaşlamanın nedeni, oluşan ince tanelerin yastıklama etkisi yaparak iri boyutların kırılmasını engellemesidir.

Ayrıca tane boyutuna bağlı kırılma hızlarına bakıldığında, tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızı daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun sebebi, tane boyutu inceldikçe; kırılmaya etken olan düzensiz gelişmiş çatlakların azalması (Şekil 4.9-4.12), geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından tanelerin kavranmalarının zorlaşması, yaklaşık 20-30 µm tane boyutuna sahip koyu renkli demirli minerallerin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca 90 µm tane boyutlarından sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi yastıklama etkisi ve/veya bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

148

Şekil 4.81, aynı tane boyutuna göre değerlendirildiğinde, bilya doldurma oranı azaldıkça birincil kırılma hızı düşmüştür. Bilya doldurma oranı azaldıkça, silis kumunun öğütülebilmesi için gerekli olan öğütme yüzeyinin azalmasından dolayı kırılma hızı da azalmıştır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.82. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.33.	Silis kumu	örneğinin	Ø10 mm	boyutlu	alümina	bilya	kullanılar	ak
	kuru ortan	ıda farklı b	ilya yükü	için mod	lel param	etrele	ri	

J (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.20	0.80	0.12	1.48	0.10	0.10	0.426	5.723	12.233	0.10
0.30	0.80	0.74	1.79	0.10	0.10	0.549	6.819	11.816	0.10
0.35	0.80	0.83	1.70	0.10	0.10	0.550	5.372	11.497	0.10
0.40	0.80	0.24	1.01	0.10	0.10	0.514	6.129	11.272	0.10

Şekil 4.81, 4.82 ve Çizelge 4.33 incelendiğinde, bilya yükü arttıkça, a_T değerleri değirmen için ideal bilya yükü olan J=0.35'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. γ ve Φ_j değerlerinin J=0.35'de en ideal değere ulaştığı görülmektedir. Değirmen içerisinde aynı bilya yükünde yapılan deneylerde tane-bilya etkileşimi ve bilyalar arası boşlukların en ideal seviye ulaşması bu artış ve azalışların nedenini açıklamaktadır.

Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı malzeme yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan sulu kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.



Şekil 4.83. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.83'de, bütün malzeme yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 10 mm alümina bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksek olduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Burada, pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Şekil 4.83, aynı tane boyutuna göre değerlendirildiğinde, malzeme doldurma oranı arttıkça birincil kırılma hızları azalmaya başlamıştır. Bunun sebebi, malzeme doldurma oranı arttıkça pülpün sahip olduğu viskozite artmakta ve öğütücü darbelerin yutulmasına bağlı olarak öğütme verimliliği azalmaktadır. Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.84. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.34. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

fc (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	0.77	1.46	0.10	0.10	0.570	4.303	9.236	0.10
0.096	0.80	0.78	1.50	0.10	0.10	0.584	4.426	8.399	0.10
0.120	1.00	0.80	1.55	0.10	0.10	0.597	4.385	8.249	0.10
0.144	1.20	0.33	1.26	0.10	0.10	0.507	4.472	8.919	0.10

Şekil 4.83, 4.84 ve Çizelge 4.34 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, a_T değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0.120'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. Φ_j değerinin de a_T değeri ile paralel olarak değiştiği görülmektedir. Kırılma hızı değerlerine bakıldığında, en düşük ve en yüksek malzeme doldurma oranlarında düşük kırılma hızı değerleri elde

edilmiştir. f_c =0.120'nin sahip olduğu pülp yoğunluğu değerine kadar, artan yoğunluk ile kırılma hızlarında görülen artış, bilya-bilya çarpışma bölgesinde daha yüksek katı içeriğinin toplanmasından ileri gelmektedir. Ancak, bu pülp yoğunluğu değerinin üzerinde ise kırılma hızında azalma görülmektedir. Bunun nedeni olarak, yüksek pülp yoğunluğu nedeniyle viskozitenin artışı sonucu değirmendeki malzeme akış koşullarının zorlaşması söylenebilir.

Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyutu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler ile elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı bilya yüklerinde yapılan kinetik deneylerde f_c=0.120 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.



Şekil 4.85. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.85'de, bütün bilya yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 10 mm alümina bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya vüksek olduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Burada. pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Ayrıca tane boyutuna bağlı kırılma hızlarına bakıldığında, tane boyutu büyük olan malzemenin genel olarak birincil kırılma hızı daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun sebebi, tane boyutu inceldikçe; kırılmaya etken olan düzensiz gelişmiş çatlakların azalması (Sekil 4.9-4.12), geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından tanelerin kavranmalarının zorlaşması, yaklaşık 20-30 µm tane boyutuna sahip koyu renkli demirli minerallerin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca 90 µm tane boyutlarından sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi, bu tane boyut

154
aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Şekil 4.85 için, tane boyutuna bağlı kırılma hızlarına bakıldığında, düşük bilya doldurma oranlarında kırılma hızları düşük çıkmıştır. Bunun sebebi, tanelerin zayıf konumda kalarak kırılma enerjisine maruz kalmamasıdır. %30 bilya doluluk oranında birincil kırılma hızı yükselmiş, daha düşük bilya doluluğuna bağlı olarak birincil kırılma hızı değerleri düşmeye başlamıştır. Bilya doluluğunun azalması ile azalan öğütme yüzeyine bağlı olarak, malzemeye yeterli öğütme enerjisinakledilememiştir. Bu da öğütme verimliliğini azaltmıştır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı yada bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.86. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

J (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.20	1.00	0.43	1.61	0.10	0.10	0.468	6.354	10.733	0.10
0.30	1.00	0.80	1.55	0.10	0.10	0.597	6.385	8.249	0.10
0.35	1.00	0.97	1.59	0.10	0.10	0.611	6.005	9.701	0.10
0.40	1.00	0.59	1.45	0.10	0.10	0.510	6.248	10.618	0.10

Çizelge 4.35. Silis kumu örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

Şekil 4.85, 4.86 ve Çizelge 4.35 incelendiğinde, J=0.35 bilya yükünde, a_T ile Φ_j değerinin ve ince malzeme miktarının en yüksek değerde olduğu görülmektedir. Bilya yükü arttıkça a_T değeri, belirli bir bilya yüküne kadar bir artış göstermektedir. Bunun nedeni boşluk doldurma oranı ile ilgilidir. Çünkü kırılma hızının maksimum olduğu boşluk doldurma oranına ulaşılmıştır. Sabit bir malzeme doluluk ve düşük bilya yükünde kırılma hızı, ince malzeme oranı ve üst boyutların bir alt boyutlara ufalanma hızları da düşük olacaktır. Değirmen içerisinde aynı malzeme yükünde yapılan deneyde tane-bilya etkileşimi ve bilyalar arası boşlukların optimum seviye ulaşması bu artış ve azalışların nedenini açıklamaktadır.

Silis kumu örneği için, 10 mm alümina bilya kullanılarak kuru ve sulu ortamda yapılan deneylerde orijinal parçanın en hızlı alt boyuta indiği ($a\tau$) ve en üst boyuttan bir alt boyuta en hızlı kırılmanın gerçekleştiği (Φ_i) koşul, sulu ortamda J=0.35 için elde edilmiştir (Çizelge 4.35). Yaş öğütmenin kuru öğütmeden daha etkili olduğu bilinmektedir. Çizelge 4.32 ve Çizelge 4.34'de görüldüğü gibi silis kumu örneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, $a\tau$ değerleri malzeme doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.02-3.25 arasındaki katlarda artarak değişim göstermiştir. Çizelge 4.33 ve Çizelge 4.35'de ise silis kumu örneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, a_t değerleri bilya doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.08-3.58 arasındaki katlarda artarak değişim göstermiştir. Su, ince tanelerin topaklanmasını ve bilyaların kaplanmasını önleyerek, yavaşlama etkisini önlemekle beraber, bilyaların mekanik etkisinin tanelere daha iyi nakledilmesini sağlamaktadır. Böylece daha yüksek kırılma hızları elde edilmektedir (Austin vd., 1984). Ayrıca kırılma

hızlarının artmasına, suda iri kalıntıların çökmesine bağlı olarak değirmende öğütme işlevinin başlıca üst boyuta uygulanması da gösterilebilir.

Silis kumu için, 30 mm ve 10 mm boyutlarındaki silpeps ve alümina bilyalarla yapılan kinetik modele dayalı öğütme çalışmalarını kıyaslandığında; aynı bilya boyutu ve öğütme şartlarında, silpeps bilyanın malzemenin kırılmasında daha etkin olduğu sonucu çıkarılmıştır. Literatürde de bu durumu destekleyen çalışmalar mevcuttur (İpek, 2006; Bolin ve Haiyan, 2011). Silpepslerin, alümina bilyalara göre önemli bir avantajı olarak, küresel alümina bilyalarbirbirleriyle tek noktadan temas sağlarken, silpepslerinyüzeysel, çizgisel ve nokta teması sağlamaları söylenebilir (Yılmaz, 2004).Çalışmalarda kullanılan silpeplerin alümina bilyalara göre geometrik özellikleri yanında daha başka avantajları da vardır. Öğütmede öğütücü ortamın birim hacme uyguladığı ağırlık değirmenlerde kapasite ve verimliliği etkileyen önemli bir faktördür. Çizelge 3.5 incelendiğinde, silpeps bilyanın özgül ağırlığının, alümina bilyadan yaklaşık 1.82 kat daha fazla olduğu görülmektedir. Bu da malzemenin kırılma hızını arttıran bir durumdur. Seebach (1969), kuru öğütme koşullarında çimento klinkeri üzerinde yaptığı çalışmalarda bilya yoğunluğu ile kırılma hızı arasında doğrusal bir ilişki olduğunu bulmuştur. Değirmenin çektigi güç de bilya yoğunluğu ile doğrudan orantılıdır. Yoğunluğu düşük bilyalardan oluşan öğütücü ortam ile gerçekleştirilen öğütme koşullarında değirmenin çektigi güç düşmekte ve kapasite azalmaktadır. Silpepslerin öğütülen malzeme ile maksimum teması sağlayan, alümina bilyaya göre büyük yüzey alanına sahip olması ve cevher tanelerini kırabilmek için gerekli enerjiyi yaratabilecek ağırlığa sahip olması öğütme ortamı için yüksek performans kriterlerini yerine getirmektedir.

4.5.9. Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi

Kaolen örneğinin Ø30mm silpeps bilya için kuru ve sulu ortamdadört farklı malzeme yükü miktarında yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Grafiğin doğrusal olarak azaldığı bölge birinci derece kırılma bölgesini temsil etmektedir. Birinci derece kırılma bölgesindeki doğrunun eğimi bize malzemenin o tane boyut aralığındaki özgül kırılma hızını vermektedir. Bütün tane boyutu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler ile elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında aşağıdaki Eşitlik 4.9 kullanılarak sonuçlar bu eşitliğe uydurulmuş ve doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir malzeme yükü değeri için a_{T} , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.87. Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.87'de, bütün malzeme yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 30 mm silpeps bilya için kuru ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonrasında azalmaya başlamıştır. Sabit değirmen koşulları altında tanelerin kırılma hızının büyük ölçüde tane boyutuna bağlı olduğu görülmektedir. Yaklaşık 90 µm tane boyutunun üzerinde görülen birincil kırılma hızı değerindeki azalma, öğütücü ortam olarak kullanılan bilyalar arasındaki boşlukların sadece iri taneler tarafından doldurulmaması ve oluşan ince taneler yastıklama etkisi yaparak iri boyutların kırılmasını engellemesidir (Austin vd., 1984; Klimbel, 1997). Ayrıca kırılma hızının belirli bir tane boyutundan sonra azalmasının diğer bir nedeni olarak da, kullanılan bilyalar arası boşluk mesafesinin etkin olmasından dolayıdır. Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Ayrıca, belirli bir tane boyutuna kadar malzemenin birincil kırılma hızının daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun sebebi, tabakalara sahip 10 µm'den küçük tane boyutlardaki tanelerin topaklanması ile oluşan yapının, iri tane boyutlarında bilyalar arası boşlukların doldurularak kaskad ve katarakt etkinin her ikisinin de aktif olmasından dolayı daha kolay ufalanmasıdır(Şekil 4.13-4.16).Aynı zamanda, geometrik etki nedeniyle, iri tanelere oranla küçük tanelerin bilyalar tarafından kavranmaları zor olmaktadır. Böylece tane boyutu küçüldükçe kırılma olayı zorlasmaktadır. Diğer bir sebepte, Cizelge 3.3'de, kaolenin tane boyutu azaldıkça, içerisinde bulunan Fe₂O₃ miktarının arttığı görülmüştür. Kaolenin tane boyutu azaldıkça, hematit ve/veya limonit türüminerallerinfaz tane boyut aralığına yaklaşılmış ve kırılma hızı azalmıştır.Ayrıca Çizelge 4.3'dekaolenin 106 µm ve 63 µm sınama boyutu için Bond iş indeksi (Wi) değerlerine bakıldığında tane boyutunun iş indeksi üzerindeki etkisi açık bir şekilde görülmektedir. 90 µm tane boyutlarından sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi ise yastıklama etkisi ve/veya bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

159

Bunun yanısıra, dört farklı malzeme doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, düşük malzeme doldurma oranlarında yüksek kırılma hız değerleri elde edildiği görülmektedir. İdeal bir değere kadar malzeme miktarının artmasıyla bilyalar arasındaki çarpışma boşluklarını doldurulmakta ve böylece yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmektedir. Bütün etkin boşluklar doldurulduğunda en yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmektedir. Bütün etkin Fazla malzeme doldurma oranlarında malzeme yastıklama etkisi yaparak ve değirmen içerisinde öğütmeye maruz kalacak malzeme akışının az veya hiç olmaması nedeniyle düşük S_i×f_cve düşük *ar*×U değerine sebep olmaktadır.

Kaolen örneğinin Ø30mm silpeps bilya ile kuru ve sulu ortamda dört farklı malzeme yükü ve dört farklı bilya yükü miktarında yapılan kinetik deneylerde tek tane boyut fraksiyonunda hazırlanan malzemelerin kırılma dağılım fonksiyonlarının belirlenmesinde kinetik modele dayalı geliştirilen BII yöntemi kullanılmıştır. Bunun için hazırlanan numuneler yaklaşık olarak başlangıç boyutunun % 20-30'nun öğütüldüğü en kısa öğütme süresi olan dakikada öğütülmüşlerdir. Bu öğütme süresi sonunda ürünlerin tamamı elek analizi yapılmış ve aşağıdaki eşitlik kullanılarak her bir hammaddenin kırılma dağılımları belirlenmiştir.

$$B_{i,1} = \frac{\log\left[(1 - P_i(0))/(1 - P_i(t))\right]}{\log\left[(1 - P_2(0))/(1 - P_2(t))\right]} \qquad i > 1$$
(4.10)

Kırılma dağılım değerlerinin tane boyutlarına karşılık logaritmik olarak çizilen grafiklerden ince tane boylarına karşılık gelen kısmından çizilen teğetin eğiminden γ (gamma), bu teğetin x eksenindeki en büyük tane boyutundan y eksenine dik çizilen doğrunun kestiği yerden Φ (phi) değerleri belirlenir. Eğrinin büküm yaptığı noktadan yani iri tane boyutlarına karşılık gelen eğri ile ince boyutlar için çizilen teğet arasındaki farklarla bunlara karşılık gelen tane boyutlarına karşı grafikler çizilir. Buradan elde edilen doğrunun eğiminden β (beta) değeri elde edilir.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri aşağıdaki eşitlikler kullanılarak tekrar hesaplatılmıştır.

$$B_{i,j} = \phi_j * \left(\frac{X_{i,1}}{X_1}\right)^{\gamma} + (1 - \phi_j) * \left(\frac{X_{i-1}}{X_1}\right)^{\beta}, \qquad 0 \le \phi_j \le 1$$
(4.11)



Şekil 4.88. Kaolen örneğinin Ø30mmboyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.36. Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

fc (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	1.98	1.89	0.10	0.10	0.773	5.232	11.850	0.10
0.096	0.80	2.46	1.76	0.10	0.10	0.802	6.196	11.150	0.10
0.120	1.00	3.38	1.80	0.10	0.10	0.840	5.430	10.371	0.10
0.144	1.20	2.50	1.81	0.10	0.10	0.821	6.148	10.363	0.10

Şekil 4.87, 4.88 ve Çizelge 4.36 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, a_{T} değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0.120'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. Φ_{j} ve γ değerinin malzeme yükü ile birlikte arttığı görülmektedir. Malzeme yükünün artması ile birlikte üst boyuttaki malzemelerin alt boyutlara ufalanması hızı ve ince malzeme oranında artış gözlenmiştir.

Genel olarak; γ değeri, 0.5 ile 1.5; β değeri ise 2.5 ile 5 arasında verilmiştir (Austin vd., 1984). Tane boyut dağılımının eğimini temsil eden γ açısı, ince malzeme miktarı ile ilişkilidir. Yapılan çalışmalar sonucu, model parametreleri olan γ ve β değerlerinin, literatürde belirtilen sınırlar içerisinde olmadığı tespit edilmiştir. Ayrıca, literatürde -106 µm altındaki tane boyutuna sahip malzemeler için kırılma hızı ile ilgili yeterli düzeyde çalışma olmadığı anlaşılmıştır.

Kaolen örneğinin Ø30mm silpeps bilya kullanılarak dört farklı bilya yükü için yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyutu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler ile elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı bilya yüklerinde yapılan kinetik deneylerde f_c=0.120 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.89. Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.89'da, bütün bilya yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. Yavaşlamanın nedeni, oluşan ince taneler yastıklama etkisi yaparak iri boyutların kırılmasını engellemesidir. 30 mm silpeps bilya için kuru ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızlarıyaklaşık 90 μm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonrasında azalmaya başlamıştır. Yaklaşık 90 μm tane boyutunun üzerinde görülen birincil kırılma hızı değerindeki azalma, öğütücü ortam olarak kullanılan bilyalar arasındaki boşlukların sadece iri taneler tarafından doldurulmaması ve oluşan ince taneler yastıklama etkisi yaparak iri boyutların kırılmasını engellemesidir. (Austin vd., 1984; Klimbel, 1997). Ayrıca kırılma hızının belirli bir tane boyutundan sonra azalmasının diğer bir nedeni olarak da, kullanılan bilyalar arası boşluk mesafesinin etkin olması söylenebilir.

Dört farklı bilya doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızının daha yüksek olduğu görülmektedir. Yapılan araştırmalar göstermiştir ki, tek bir çaptan oluşan bilyaların öğütücü ortam olarak kullanılmasıyla özgül kırılma hızı ve tane boyutu arasındaki ilişki $S_i=a_T(x_i/x_o)^{\alpha}$ eşitliği ile ifade edildiği, Bölüm 2.1.1.1'de bahsedilmişti. Bu eşitliğe göre tane boyutu arttıkça S_i değeri de artacaktır. Bunun sebebi, yaklaşık 10 µm'deki tanelerin topaklanması ile oluşan yapının azalması (Şekil 4.13-4.16), küçük tanelerin geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından kavranmalarının zorlaşması, hematit, limonit minerallerinin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca 90 µm tane boyutlarından sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi ise yastıklama etkisi ve/veya bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.90. Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

J (%)	U (%)	a T	α	μ	Λ	Φ_{j}	γ	β	δ
0.20	1.00	2.97	1.77	0.10	0.10	0.615	5.517	11.480	0.10
0.30	1.00	3.38	1.80	0.10	0.10	0.840	5.430	10.371	0.10
0.35	1.00	3.56	1.90	0.10	0.10	0.850	5.403	11.982	0.10
0.40	1.00	3.84	1.89	0.10	0.10	0.860	5.277	11.151	0.10

Çizelge 4.37. Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

Şekil 4.89, 4.90 ve Çizelge 4.37 incelendiğinde, bilya yükü arttıkça, a_T değerleri değirmen için ideal bilya yükü olan J=0.40'da en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. Φ_j değerlerinin bilya yükü arttıkça arttığı gözlenmektedir. Değirmen içerisinde aynı malzeme yükünde yapılan deneyde tane-bilya etkileşimi ve bilyalar arası boşlukların en ideal seviye ulaşması bu artış ve azalışların nedenini açıklamaktadır. Malzeme yükünün artması ile birlikte üst boyuttaki malzemelerin alt boyutlara ufalanması hızı ve ince malzeme miktarı artış göstermiştir.

Kaolen örneğinin Ø30mm silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı malzeme yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyutu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler ile elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan sulu kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c =0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.91. Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.91'de, bütün malzeme yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 30 mm silpeps bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksekolduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Burada, pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.92. Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.38. Kaolen örneğinin Ø30mmboyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

fc (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	2.52	1.67	0.10	0.10	0.785	4.151	9.300	0.10
0.096	0.80	2.68	1.67	0.10	0.10	0.818	4.124	9.379	0.10
0.120	1.00	3.42	1.73	0.10	0.10	0.842	4.086	12.077	0.10
0.144	1.20	3.73	1.80	0.10	0.10	0.864	4.081	14.715	0.10

Şekil 4.91, 4.92 ve Çizelge 4.38 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, a_T değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0.144'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. γ değerinin malzeme yükü arttıkça azaldığı, Φ_j değerinin de malzeme yükü artışıyla arttığı gözlenmektedir. Bunun nedeni, optimum malzeme doluluk oranlarında değirmen içerisinde bilyalar arasında boşlukların iri ve ince taneler tarafından doldurulduğu için sadece bilyamalzeme değilmalzeme-malzeme çarpışması ve aşındırmasına dayalı öğütme gerçekleştiğinden ve yaş öğütmeye bağlı yastıklama etkisi olmamasından kaynaklanan aktif bir malzeme, bilya akışı olduğu için yüksek kırılma hızları elde edilmiştir.

Kaolen örneğinin Ø30mm silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyutu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler ile elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı bilya yüklerinde yapılan kinetik deneylerde f_c=0.144 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.93. Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.93'de, bütün bilya yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 30 mm silpeps bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya öğütme verimliliği azalmaktadır. yüksek olduğunda Burada, pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Bu durumun bir diğer nedeni de, yaklaşık 10 µm'dekitanelerin topaklanması ile oluşan yapının azalması (Şekil 4.13-4.16), küçük tanelerin geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından kavranmalarının zorlaşması, hematit, limonit minerallerinin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca yaklaşık 90 µm tane boyutundan sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi ise yastıklama etkisi ve/veya bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.94. Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

J (%)	U (%)	a T	α	μ	Λ	Φ_{j}	γ	β	δ
0.20	1.20	3.34	1.77	0.10	0.10	0.701	4.475	14.222	0.10
0.30	1.20	3.73	1.80	0.10	0.10	0.864	4.081	14.715	0.10
0.35	1.20	4.37	1.90	0.10	0.10	0.901	4.071	13.518	0.10
0.40	1.20	3.90	1.84	0.10	0.10	0.869	4.616	11.109	0.10

Çizelge 4.39. Kaolen örneğinin Ø30mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

Şekil 4.93, 4.94 ve Çizelge 4.39 incelendiğinde, bilya yükü arttıkça, a_{T} değerlerinin belirli bir bilya yüküne kadar arttığı saptanmıştır. Bunun nedeni boşluk doldurma oranı ile ilgilidir. Çünkü kırılma hızının maksimum olduğu boşluk doldurma oranına ulaşmıştır. J=0.35'te en düşük γ değeri elde edildiği yani ince malzeme miktarının en çok olduğu görülmektedir.

Kaolen örneği için, 30 mm silpeps bilya kullanılarak kuru ve sulu ortamda yapılan deneylerde orijinal parçanın en hızlı alt boyuta indiği (a_T) ve en üst boyuttan bir alt boyuta en hızlı kırılmanın gerçekleştiği (Φ_i) ve en fazla ince malzemenin elde edildiği (γ) koşul, sulu ortamda J=0.35 için elde edilmiştir (Cizelge 4.39). Yaş öğütmenin kuru öğütmeden daha etkili olduğu bilinmektedir. Çizelge 4.36 ve 4.38'de görüldüğü gibi kaolen örneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, *a*^T değerleri malzeme doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.01-1.49 arasındaki katlarda artarak değişim göstermiştir. Çizelge 4.37 ve Çizelge 4.39'da isekaolenörneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, aт değerleribilya doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.01-1.23 arasındaki katlarda artarak değişim göstermiştir. Su, ince tanelerin topaklanmasını ve bilyaların kaplanmasını önleyerek, yavaşlama etkisini önlemekle beraber, bilyaların mekanik etkisinin tanelere daha iyi nakledilmesini sağlamaktadır. Böylece daha yüksek kırılma hızları elde edilmektedir (Austin vd., 1984). Ayrıca kırılma hızlarının artmasına, suda iri kalıntıların çökmesine bağlı olarak değirmende öğütme işlevinin başlıca üst boyuta uygulanması da gösterilebilir.

4.5.10. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi

Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya için kuru ve sulu ortamdadört farklı malzeme yükü miktarında yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Grafiğin doğrusal olarak azaldığı bölge birinci derece kırılma bölgesini temsil etmektedir. Bütün tane boyutu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler ile elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir malzeme yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.95. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.95'de, bütün malzeme yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 10 mm silpeps bilya için kuru ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonrasında azalmaya başlamıştır. Sabit değirmen koşulları altında tanelerin kırılma hızının büyük ölçüde tane boyutuna bağlı olduğu görülmektedir. Yaklaşık 90 µm tane boyutunun üzerinde görülen birincil kırılma hızı değerindeki azalma, öğütücü ortam olarak kullanılan bilyalar arasındaki boşlukların sadece iri taneler tarafından doldurulmaması ve oluşan ince taneler yastıklama etkisi yaparak iri boyutların kırılmasını engellemesidir. (Austin vd., 1984; Klimbel, 1997). Ayrıca kırılma hızının belirli bir tane boyutundan sonra azalmasının diğer bir nedeni olarak da kullanılan bilyalar arası boşluk mesafesinin etkin olmasından dolayıdır. Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Ayrıca, belirli bir tane boyutuna kadar malzemenin birincil kırılma hızının daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun sebebi, yaklaşık 10 μm'dekitanelerin topaklanması ile oluşan yapının azalması (Şekil 4.13-4.16), küçük tanelerin geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından kavranmalarının zorlaşması, hematit, limonit minerallerininfaz tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca yaklaşık 90 μm tane boyutundan sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi ise yastıklama etkisi ve/veya bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Bunun yanısıra, dört farklı malzeme doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, düşük malzeme doldurma oranlarında yüksek kırılma hız değerleri elde edildiği görülmektedir. İdeal bir değere kadar malzeme miktarının artmasıyla bilyalar arasındaki çarpışma boşluklarını doldurulmakta ve böylece yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmektedir. Bütün etkin boşluklar doldurulduğunda en yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmiştir. Fazla malzeme doldurma oranlarında malzeme yastıklama etkisi yaparak ve değirmen içerisinde öğütmeye maruz kalacak malzeme akışının az veya hiç olmaması nedeniyle düşük Si×fcve düşük *at*×U değerine sebep olmaktadır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.96. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.40. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

f _c (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	1.31	1.65	0.10	0.10	0.818	3.295	10.034	0.10
0.096	0.80	1.42	1.72	0.10	0.10	0.843	3.257	11.907	0.10
0.120	1.00	2.09	1.72	0.10	0.10	0.906	3.767	10.380	0.10
0.144	1.20	0.85	1.58	0.10	0.10	0.795	3.497	11.070	0.10

Şekil 4.95, 4.96 ve Çizelge 4.40 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, a_T değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0.120'de en yüksek

değere ulaştığı tespit edilmiştir. Φ_j ve γ değerinin malzeme yükü ile birlikte arttığı görülmektedir. Değirmen içerisinde aynı malzeme yükünde yapılan deneyde tane-bilya etkileşimi ve bilyalar arası boşlukların en ideal seviye ulaşması bu artış ve azalışların nedenini açıklamaktadır. Malzeme yükünün artması, hızlı bir kırılma, üst boyuttaki malzemelerin alt boyutlara ufalanması hızı artış göstermesine rağmen boşluk doldurma oranının doymasından dolayı bilyaların serbest hareket kabiliyetini, kısacası değirmen içerisindeki akışı azalttığından dolayı ince malzeme oranında bir artış gözlenmemiştir.

Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyutu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler ile elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.97. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.97'de, bütün bilya yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. Yavaşlamanın nedeni, oluşan ince taneler yastıklama etkisi yaparak iri boyutların kırılmasını engellemesidir. 10 mm silpeps bilya için kuru ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızlarıyaklaşık 90 μm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonrasında azalmaya başlamıştır.

Tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızının daha yüksek olduğu görülmektedir. Bunun sebebi, yaklaşık 10 µm'dekitanelerin topaklanması ile oluşan yapının azalması (Şekil 4.13-4.16), küçük tanelerin geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından kavranmalarının zorlaşması, hematit, limonit minerallerinin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca yaklaşık 90 µm tane boyutundan sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi ise yastıklama etkisi ve/veya bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.98. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.41. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

J (%)	U (%)	a _T	α	μ	Λ	Φ	γ	β	δ
0.20	1.00	3.13	1.66	0.10	0.10	0.982	5.319	10.360	0.10
0.30	1.00	2.09	1.72	0.10	0.10	0.906	3.767	10.380	0.10
0.35	1.00	1.50	1.53	0.10	0.10	0.798	4.530	10.261	0.10
0.40	1.00	0.91	1.47	0.10	0.10	0.779	4.771	11.293	0.10

Şekil 4.97, 4.98 ve Çizelge 4.41 incelendiğinde, bilya yükü arttıkça, a_T değerleri değirmen için ideal bilya yükü olan J=0.20'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. Φ_j değerinin de a_t ile paralellik gösterdiği gözlenmektedir. Değirmen içerisinde malzeme miktarına bağlı olarak uygun bir bilya yükü seçiminde kırılma hızlarına bağlı olarak boşluk doldurma oranları da önemlidir. γ değerinin

çok düşük ve çok yüksek bilya şarjımiktarlarında arttığı görülmektedir. Sabit bir malzeme doluluk ve düşük bilya yükünde ince malzeme oranı ve üst boyutların bir alt boyutlara ufalanma hızları da düşük olacaktır. Değirmen içerisinde aynı malzeme yükünde yapılan deneyde tane-bilya etkileşimi ve bilyalar arası boşlukların optimum seviye ulaşması, değirmen içerisinde boşluk doldurma oranının artması, bunun sonucu olarak da malzeme ve bilya akışının verimli gerçekleşmemesi bu artış ve azalışların nedenini açıklamaktadır. Ayrıca Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak kuru ortamda en düşük bilya yükü için en yüksek kırılma hızı elde edilmesinin temel sebebi katarakt hareketinin bilya çapına bağlı olarak fazla gerçekleşmesinden dolayı darbe ve basınç kuvvetleri ile malzemenin fazlaca kırılmasıdır.

Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı malzeme yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan sulu kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.99. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.99'da, bütün malzeme yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 10 mm silpeps bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksekolduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Burada, pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Şekil 4.99 için, dört farklı malzeme doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, malzeme doldurma oranı f_c=0.120'den uzaklaştıkça, birincil kırılma hızları azalmaya başlamıştır. Malzeme doldurma oranı arttıkça pülpün sahip olduğu viskozite artmakta ve öğütücü darbelerin yutulmasına bağlı olarak öğütme verimliliği azalmakta; malzeme doldurma oranı azaldıkça ise pülpün viskozitesi azalmakta ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmaktadır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.100. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.42. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

f _c (%)	U (%)	a T	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	2.54	1.78	0.10	0.10	0.877	3.724	9.080	0.10
0.096	0.80	2.79	1.80	0.10	0.10	1.054	3.781	9.480	0.10
0.120	1.00	4.17	1.74	0.10	0.10	1.116	3.656	9.845	0.10
0.144	1.20	1.18	1.51	0.10	0.10	0.806	3.722	11.650	0.10

Şekil 4.99, 4.100 ve Çizelge 4.42 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, a_{T} değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0.120'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. Φ_{j} değerinin de malzeme yükü artışıyla bu malzeme doluluk değerine kadar arttığı gözlenmektedir. Bunu nedeni, optimum malzeme doluluk oranlarında değirmen içerisinde bilyalar arasında boşlukların iri ve ince taneler tarafından doldurulduğu için sadece bilya-malzeme değil malzeme-malzeme çarpışması ve aşındırmasına dayalı öğütme gerçekleştiğinden ve yaş öğütmeye bağlı yastıklama etkisinin olmamasından kaynaklanan aktif bir malzeme, bilya akışı olduğu için yüksek kırılma hızları elde edilmiştir.

Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı bilya yüklerinde yapılan kinetik deneylerde $f_c=0.120$ ve $N_c=0.75$ olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.101. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.101'de, bilya yüklerinde genel olarak kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 10 mm silpeps bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksek olduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Burada. pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Bu durumun bir diğer nedeni de, yaklaşık 10 µm'dekitanelerin topaklanması ile oluşan yapının azalması (Şekil 4.13-4.16), küçük tanelerin geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından kavranmalarının zorlaşması, hematit, limonit minerallerinin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca yaklaşık 90 µm tane boyutundan sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi ise yastıklama etkisi ve/veya bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı yada bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.102. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.43. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

J (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.20	1.00	3.51	1.68	0.10	0.10	1.052	4.489	11.000	0.10
0.30	1.00	4.17	1.88	0.10	0.10	1.116	3.656	9.845	0.10
0.35	1.00	2.82	1.62	0.10	0.10	0.896	3.965	12.506	0.10
0.40	1.00	1.72	1.46	0.10	0.10	0.841	3.971	9.734	0.10

Şekil 4.101, 4.102 ve Çizelge 4.43 incelendiğinde, J=0.30 bilya yükünde a_{T} 'nin en yüksek değerde olduğu gözlenmektedir. Bunun nedeni boşluk doldurma oranı ile ilgilidir. Çünkü kırılma hızının maksimum olduğu boşluk doldurma oranına ulaşmıştır. % 30 bilya doluluğunda en düşük γ değeri elde edildiği yani ince malzeme miktarının en çok olduğu görülmektedir. Ayrıca değirmen içerisinde

aşırı yük olmadan ideal bilya-malzeme akışı sağlanarak kaskad ve katarakt etki maksimum düzeyde kullanılmıştır.

Kaolen örneği için,10 mm silpeps bilya kullanılarak kuru ve sulu ortamda yapılan deneylerde orijinal parçanın en hızlı alt boyuta indiği (a_T) ve en üst boyuttan bir alt boyuta en hızlı kırılmanın gerçekleştiği (Φ_i) koşul, sulu ortamda J=0.30 için elde edilmiştir (Çizelge 4.43). Yaş öğütmenin kuru öğütmeden daha etkili olduğu bilinmektedir. Çizelge 4.40 ve Çizelge 4.42'de görüldüğü gibi kaolenörneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, *a*^T değerleri malzeme doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.38-2.00 arasındaki katlarda artarak değişim göstermiştir. Çizelge 4.41 ve Çizelge 4.43'de ise kaolen örneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, *a*^{*T*} değerleri bilya doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.11-2.00 arasındaki katlarda artarak değişim göstermiştir. Su, ince tanelerin topaklanmasını ve bilyaların kaplanmasını önleyerek, yavaşlama etkisini önlemekle beraber, bilyaların mekanik etkisinin tanelere daha iyi nakledilmesini sağlamaktadır. Böylece daha yüksek kırılma hızları elde edilmektedir (Austin vd., 1984). Ayrıca kırılma hızlarının artmasına, suda iri kalıntıların çökmesine bağlı olarak değirmende öğütme işlevinin başlıca üst boyuta uygulanması da gösterilebilir.

4.5.11. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi

Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya için kuru ve sulu ortamdadört farklı malzeme yükü miktarında yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Grafiğin doğrusal olarak azaldığı bölge birinci derece kırılma bölgesini temsil etmektedir. Bütün tane boyutu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler ile elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir malzeme yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.103. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.103'de, bütün malzeme yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 30 mm alümina bilya için kuru ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonrasında azalmaya başlamıştır. Sabit değirmen koşulları altında tanelerin kırılma hızının büyük ölçüde tane boyutuna bağlı olduğu görülmektedir. Yaklaşık 90 µm tane boyutunun üzerinde görülen birincil kırılma hızı değerindeki azalma, öğütücü ortam olarak kullanılan bilyalar tarafından tanelerin yakalanıp kavranmasının zorlaşması nedeniyledir (Austin vd., 1984; Klimbel, 1997). Bu yavaşlamanın diğer bir nedeni de, oluşan ince taneler yastıklama etkisi yaparak iri boyutların kırılmasını engellemesidir. Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Ayrıca, tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızının daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun sebebi, yaklaşık 10 μ m'dekitanelerin topaklanması ile oluşan yapının azalması (Şekil 4.13-4.16), küçük tanelerin geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından kavranmalarının zorlaşması, hematit, limonit minerallerinin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca yaklaşık 90 μ m tane boyutundan sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi ise yastıklama etkisi ve/veya bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Bunun yanısıra, dört farklı malzeme doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, yüksek malzeme doldurma oranlarında yüksek kırılma hız değerleri elde edildiği görülmektedir. İdeal bir değere kadar malzeme miktarının artmasıyla bilyalar arasındaki çarpışma boşluklarını doldurulmakta ve böylece yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmektedir. Bütün etkin boşluklar doldurulduğunda en yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmiştir. Az malzeme doldurma oranlarında öğütme enerjisinin büyük kısmı bilyaların çarpışmasına harcandığı içinS_i×f_cve düşük *at*×U değerine sebep olmaktadır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.104. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.44. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

f _c (%)	U (%)	a _T	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	1.79	1.65	0.10	0.10	0.549	4.689	8.822	0.10
0.096	0.80	1.85	1.64	0.10	0.10	0.638	4.286	7.624	0.10
0.120	1.00	2.06	1.68	0.10	0.10	0.676	4.233	8.656	0.10
0.144	1.20	2.11	1.64	0.10	0.10	0.714	4.130	8.508	0.10

Şekil 4.103, 4.104 ve Çizelge 4.44 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, $a\tau$ değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0.144'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. Φ_j değerinin malzeme yükü ile birlikte arttığı görülmektedir. γ değerinin malzeme yükü arttıkça azaldığı yani incemalzeme oranının fazla olduğu anlaşılmaktadır. Bunun anlamı, optimum malzemedoluluk oranlarında değirmen içerisinde bilyalar arasında çarpışma boşlukları doldurulduğu için yüksek kırılma hızları elde edilmiştir. Ayrıca malzeme miktarı arttıkça, yoğunluğu kaolene göre yüksek ve aşındırıcı bir mineral olan kuvarsın (Şekil 4.4, Çizelge 3.5), değirmendeki miktarının artmasından dolayı, kaolen üzerindeki aşındırıcı etkisinin artması sonucu ince malzeme miktarında da artış gözlenmiştir. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.105. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.105'de, bütün bilya yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. Yavaşlamanın nedeni, oluşan ince taneler yastıklama etkisi yaparak iri boyutların kırılmasını engellemesidir. 30 mm alümina bilya için kuru ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızlarıyaklaşık 90 μm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonrasında azalmaya başlamıştır.

Tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızının daha yüksek olduğu görülmektedir. Bunun sebebi, yaklaşık 10 µm'dekitanelerin topaklanması ile oluşan yapının azalması (Şekil 4.13-4.16), küçük tanelerin geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından kavranmalarının zorlaşması, hematit, limonit minerallerinin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca yaklaşık 90 µm tane boyutundan sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi ise yastıklama etkisi ve/veya bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Şekil 4.105 için, dört farklı bilya doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, en düşük ve en yüksek bilya doldurma oranlarında kırılma hızı düşmüştür. Düşük bilya doldurma oranında, kaolenin öğütülebilmesi için yeterli öğütme yüzeyinin olmadığı, yüksek bilya doldurma oranında ise öğütme enerjisinin büyük kısmının bilyaların çarpışması ile harcandığı ve böylece $a_t \times U$ değerinin düştüğü söylenebilir.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.106. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.45. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

J (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.20	1.20	1.26	1.65	0.10	0.10	0.588	4.473	8.687	0.10
0.30	1.20	2.11	1.64	0.10	0.10	0.714	4.130	8.508	0.10
0.35	1.20	1.61	1.69	0.10	0.10	0.684	4.604	9.540	0.10
0.40	1.20	1.12	1.63	0.10	0.10	0.637	4.631	9.390	0.10

Şekil 4.105, 4.106 ve Çizelge 4.45 incelendiğinde, bilya yükü arttıkça, *a*_Tdeğerleri değirmen için ideal bilya yükü olan J=0.30'da en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. Değirmen içerisinde malzeme miktarına bağlı olarak uygun bir bilya yükü seçiminde kırılma hızlarına bağlı olarak boşluk doldurma oranları da önemlidir. Değirmen içerisinde aynı malzeme yükünde yapılan deneyde tanebilya etkileşimi ve bilyalar arası boşlukların en ideal seviye ulaşması bu artış ve azalışların nedenini açıklamaktadır.

Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı malzeme yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan sulu kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c =0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.107. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.107'de, bütün malzeme yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 30 mm alümina bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksekolduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Burada, pülpün viskozitesini
tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Şekil 4.107 için, dört farklı malzeme doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, malzeme doldurma oranı arttıkça, birincil kırılma hızları azalmaya başlamıştır. Malzeme doldurma oranı arttıkça pülpün sahip olduğu viskozite artmakta ve öğütücü darbelerin yutulmasına bağlı olarak öğütme verimliliği azalmaktadır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.108. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

fc (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	2.00	1.56	0.10	0.10	0.602	2.811	10.230	0.10
0.096	0.80	2.07	1.55	0.10	0.10	0.669	2.552	9.871	0.10
0.120	1.00	2.21	1.72	0.10	0.10	0.710	2.469	9.755	0.10
0.144	1.20	2.76	1.76	0.10	0.10	0.719	2.461	9.657	0.10

Çizelge 4.46. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

Şekil 4.107, 4.108 ve Çizelge 4.46 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, *ar*değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0.144'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. γ değerinin malzeme yükü arttıkça azaldığı, Φ_j değerinin de malzeme yükü artışıyla arttığı gözlenmektedir. Bunun nedeni, optimum malzeme doluluk oranlarında değirmen içerisinde bilyalar arasında çarpışma boşlukları doldurulduğu için yüksek kırılma hızları elde edilmiştir. Ayrıca malzeme miktarı arttıkça, yoğunluğu kaolene göre yüksek ve aşındırıcı bir mineral olan kuvarsın (Şekil 4.4, Çizelge 3.5), değirmendeki miktarının artmasından dolayı, kaolen üzerindeki aşındırıcı özelliği ve değirmenin dibine çöken büyük kaolen taneleri üzerindeki etkisinin artması sonucu ince malzeme miktarında da artış gözlenmiştir.

Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyutu aralıkları için kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı bilya yüklerinde yapılan kinetik deneylerde $f_c=0.144$ ve $N_c=0.75$ olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.109. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil4.109'da, bütün bilya yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 30 mm alümina bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya öğütme verimliliği azalmaktadır. yüksek olduğunda Burada, pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Bu durumun bir diğer nedeni de, yaklaşık 10 µm'dekitanelerin topaklanması ile oluşan yapının azalması (Şekil 4.13-4.16), küçük tanelerin geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından kavranmalarının zorlaşması, hematit, limonit minerallerinin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca yaklaşık 90 µm tane boyutundan sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi ise bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Şekil 4.109 için, dört farklı bilya doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, bilya doldurma oranı azaldıkça kırılma hızı düşmüştür. Burada, düşük bilya doldurma oranında, malzeme doluluk oranı f_c=0.144 olan kaolenin öğütülebilmesi için yeterli öğütme yüzeyinin olmadığı anlaşılmaktadır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.110. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.47. Kaolen örneğinin Ø30 mm boyu	ıtlu alümina bilya kullanılarak sulu
ortamda farklı bilya yükü için m	iodel parametreleri

J (%)	U (%)	a _T	α	μ	Λ	Φ	γ	β	δ
0.20	1.20	1.58	1.70	0.10	0.10	0.676	2.475	7.408	0.10
0.30	1.20	2.76	1.76	0.10	0.10	0.719	2.461	9.657	0.10
0.35	1.20	2.61	1.80	0.10	0.10	0.688	2.495	9.782	0.10
0.40	1.20	1.91	1.61	0.10	0.10	0.659	3.048	9.677	0.10

Şekil 4.109, 4.110 ve Çizelge 4.47 incelendiğinde, J=0.30 bilya yükünde a_T 'nin en yüksek değerde olduğu gözlenmektedir. Bunun nedeni boşluk doldurma oranı ile ilgilidir. Çünkü kırılma hızının maksimum olduğu boşluk doldurma oranına ulaşmıştır. Aynı zamanda, J=0.30'da en düşük γ değeri elde edildiği yani en fazla miktarda ince malzeme elde edildiği görülmektedir.

Kaolen örneği için, 30 mm alümina bilya kullanılarak kuru ve sulu ortamda yapılan deneylerde orijinal parçanın en hızlı alt boyuta indiği (a_T) ve en üst boyuttan bir alt boyuta en hızlı kırılmanın gerçeklestiği (Φ_i) kosul, sulu ortamda J=0.30 için elde edilmiştir (Çizelge 4.47). Yaş öğütmenin kuru öğütmeden daha etkili olduğu bilinmektedir. Çizelge 4.44 ve Çizelge 4.46'da görüldüğü gibi kaolenörneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, *a*^T değerlerimalzeme doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.07-1.31 arasındaki katlarda artarak değişim göstermiştir. Çizelge 4.45 ve Çizelge 4.47'de ise kaolen örneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, a_T değerleribilya doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.25-1.71 arasındaki katlarda artarak değişim göstermiştir. Su, ince tanelerin topaklanmasını ve bilyaların kaplanmasını önleyerek, yavaşlama etkisini önlemekle beraber, bilyaların mekanik etkisinin tanelere daha iyi nakledilmesini sağlamaktadır. Böylece daha yüksek kırılma hızları elde edilmektedir (Austin vd., 1984). Ayrıca kırılma hızlarının artmasına, suda iri kalıntıların çökmesine bağlı olarak değirmende öğütme işlevinin başlıca üst boyuta uygulanması da gösterilebilir.

4.5.12. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya için özgül kırılma hız fonksiyonlarının ve kümülatif kırılma fonksiyonlarının belirlenmesi

Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya için kuru ve sulu ortamdadört farklı malzeme yükü miktarında yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Grafiğin doğrusal olarak azaldığı bölge birinci derece kırılma bölgesini temsil etmektedir. Bütün tane boyutu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler ile elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan kinetik deneylerde J=0.30 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir malzeme yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.111. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.111'de, bütün malzeme yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 10 mm alümina bilya için kuru ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonrasında azalmaya başlamıştır. Sabit değirmen koşulları altında tanelerin kırılma hızının büyük ölçüde tane boyutuna bağlı olduğu görülmektedir. Yaklaşık 90 µm tane boyutunun üzerinde görülen birincil kırılma hızı değerindeki azalma, öğütücü ortam olarak kullanılan bilyalar tarafından tanelerin yakalanıp kırılmasının zorlaşması nedeniyledir (Austin vd., 1984; Klimbel, 1997). Bu yavaşlamanın diğer bir nedeni de, oluşan ince taneler yastıklama etkisi yaparak iri boyutların kırılmasını engellemesidir. Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Ayrıca, tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızının daha yüksek olduğu da görülmüştür. Bunun sebebi, yaklaşık 10 μ m'dekitanelerin topaklanması ile oluşan yapının azalması (Şekil 4.13-4.16), küçük tanelerin geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından kavranmalarının zorlaşması, hematit, limonit minerallerinin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca yaklaşık 90 μ m tane boyutundan sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi ise yastıklama etkisi ve/veya bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Bunun yanısıra, dört farklı malzeme doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, düşük malzeme doldurma oranlarında yüksek kırılma hız değerleri elde edildiği görülmektedir. İdeal bir değere kadar malzeme miktarının artmasıyla bilyalar arasındaki çarpışma boşluklarını doldurulmakta ve böylece yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmektedir. Bütün etkin boşluklar doldurulduğunda en yüksek kırılma hızı değerleri elde edilmektedir. Fazla malzeme doldurma oranlarında malzeme yastıklama etkisi yaparak ve değirmen içerisinde öğütmeye maruz kalacak malzeme akışının az veya hiç olmaması nedeniyle düşük Si×fcve düşük *ar*×U değerine sebep olmaktadır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.

197



Şekil 4.112. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.48. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

fc (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	0.85	1.43	0.10	0.10	0.628	4.665	10.583	0.10
0.096	0.80	1.01	1.52	0.10	0.10	0.646	4.686	12.800	0.10
0.120	1.00	1.14	1.67	0.10	0.10	0.666	4.720	11.341	0.10
0.144	1.20	0.52	1.58	0.10	0.10	0.597	5.097	11.665	0.10

Şekil 4.111, 4.112 ve Çizelge 4.48 incelendiğinde, malzeme oranı arttıkça, a_T değerinin f_c=0.120'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. γ ve Φ j değerleri de benzer bir biçimde değişimgösterdiği belirlenmiştir. γ değerinin malzeme yükü ile birlikte arttığı görülmektedir. Değirmen içerisinde aynı malzeme yükünde yapılan deneyde tane-bilya etkileşimi ve bilyalar arası boşlukların en ideal seviye ulaşması bu artış ve azalışların nedenini açıklamaktadır. Malzeme yükünün ideal doluluk oranına kadar artması ile hızlı bir kırılma, üst boyuttaki malzemelerin alt boyutlara ufalanması hızı artış göstermesine rağmen boşluk doldurma oranının doymasından dolayı bilyaların serbest hareket kabiliyetini, kısacası değirmen içerisindeki akışı azalttığından dolayı ince malzeme oranında bir artış gözlenmemiştir. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyutu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler ile elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.113. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.113'de, bütün bilya yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. Yavaşlamanın nedeni, oluşan ince taneler yastıklama etkisi yaparak iri boyutların kırılmasını engellemesidir. 10 mm alümina bilya için kuru ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızlarıyaklaşık 90 μm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonrasında azalmaya başlamıştır.

Tane boyutu büyük olan malzemenin birincil kırılma hızının daha yüksek olduğu görülmektedir. Bunun sebebi, yaklaşık 10 µm'dek itanelerin topaklanması ile oluşan yapının azalması (Şekil 4.13-4.16), küçük tanelerin geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından kavranmalarının zorlaşması, hematit, limonit minerallerinin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca yaklaşık 90 µm tane boyutundan sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi ise yastıklama etkisi ve/veya bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Şekil 4.113 için, dört farklı bilya doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, bilya doldurma oranı azaldıkça kırılma hızı düşmüştür. Düşük bilya doldurma oranında, malzeme doluluk oranı f_c=0.120 olan kaolenin öğütülebilmesi için yeterli öğütme yüzeyinin olmadığı ve zaten düşük özgül ağırlığa sahip olan 10 mm alümina bilyaların, değirmen içerisindeki miktarının azalması ile de, kaolen üzerine öğütme için yeterince enerjisi uygulayamadığı anlaşılmaktadır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.114. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.49. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak kuru ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

J (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.20	1.00	0.56	1.46	0.10	0.10	0.583	4.727	11.926	0.10
0.30	1.00	1.14	1.67	0.10	0.10	0.666	4.720	11.341	0.10
0.35	1.00	1.05	1.61	0.10	0.10	0.654	5.432	12.984	0.10
0.40	1.00	0.68	1.41	0.10	0.10	0.601	5.442	11.326	0.10

Şekil 4.113, 4.114 ve Çizelge 4.49 incelendiğinde, bilya yükü arttıkça, *ar*değerleri değirmen için ideal bilya yükü olan J=0.30'da en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. Değirmen içerisinde malzeme miktarına bağlı olarak uygun bir bilya yükü seçiminde kırılma hızlarına bağlı olarak boşluk doldurma oranları da önemlidir.

Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı malzeme yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyutu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler ile elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı malzeme yüklerinde yapılan sulu kinetik deneylerde J=0.30 ve N $_{c}$ =0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.115. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Şekil 4.115'de, bütün malzeme yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 10 mm alümina bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksekolduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Burada, pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Malzeme doluluk oranlarına göre değişik dar besleme tane boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiğine uyduğu görülmüştür.

Şekil 4.115 için, dört farklı malzeme doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, malzeme doldurma oranı arttıkça, birincil kırılma hızları azalmaya başlamıştır. Malzeme doldurma oranı arttıkça pülpün sahip olduğu viskozite artmakta ve öğütücü darbelerin yutulmasına bağlı olarak öğütme verimliliği azalmaktadır. Ayrıca düşük özgül ağırlığa ve yüzey alanına sahip olan 10 mm alümina bilyaların, değirmen içerisindeki malzeme miktarının artması ile bütün taneler üzerine yeterince öğütme enerjisi uygulayamadığı anlaşılmaktadır.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı ya da bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.116. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

fc (%)	U (%)	ат	α	μ	Λ	Φj	γ	β	δ
0.072	0.60	1.12	1.32	0.10	0.10	0.756	3.207	8.587	0.10
0.096	0.80	1.54	1.41	0.10	0.10	0.771	3.139	9.023	0.10
0.120	1.00	1.78	1.67	0.10	0.10	0.790	3.106	9.542	0.10
0.144	1.20	1.02	1.66	0.10	0.10	0.731	3.670	9.201	0.10

Çizelge 4.50. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı malzeme yükü için model parametreleri

Şekil 4.115, 4.116 ve Çizelge 4.50 incelendiğinde, malzeme yükü arttıkça, a_{T} değerleri değirmen için ideal malzeme yükü olan f_c=0.120'de en yüksek değere ulaştığı tespit edilmiştir. γ değerinin ideal malzeme yükündeen düşük değere sahip olduğu belirlenmiştir. Bunun nedeni, optimum malzeme doluluk oranlarında değirmen içerisinde bilyalar arasında çarpışma boşlukları doldurulduğu için yüksek kırılma hızları ve ince malzeme elde edilmiştir.

Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda dört farklı bilya yükü değerlerinde yapılan kinetik deneylerde hazırlanan tek tane boyut fraksiyonundaki malzemeler lineer olarak artan öğütme sürelerinde öğütülmüşlerdir. Zamana karşılık her bir öğütme sonucu en üst tane boyutu aralığında kalan malzeme fraksiyonlarının öğütme sürelerine karşı yarı logaritmik grafikleri çizilmiştir. Bütün tane boyutu aralıkları için özgül kırılma hızları tespit edildikten sonra bu değerler ile elek aralıklarının en üst değerlerine göre logaritmik olarak grafikleri çizilir. Farklı bilya yüklerinde yapılan kinetik deneylerde f_c=0.120 ve N_c=0.75 olarak sabit alınmıştır.

Bu sonuçlar ışığında doğrusal olmayan regresyon teknikleriyle ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkları en aza indirecek şekilde her bir bilya yükü değeri için a_T , α (alfa), μ (mu), λ (lamda) parametreleri belirlenmiştir.



Şekil 4.117. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için özgül kırılma hızı eğrileri

Sekil 4.117'de, bütün bilya yüklerinde kırılma hızlarının belirli bir tane boyutuna kadar arttığı ve bir maksimum değere ulaştıktan sonra azalmaya başladığı görülmektedir. 10 mm alümina bilya ile sulu ortamda gerçekleştirilen deneylerde, kırılma hızları yaklaşık 90 µm tane boyutunda maksimum değere ulaşmış ve sonra azalmaya başlamıştır. Pülpün viskozitesi, çok düşük veya yüksek olduğunda öğütme verimliliği azalmaktadır. Burada, pülpün viskozitesini tane boyutu etkilemektedir. Tane boyutu irileştikçe, pülpün viskozitesi azalmış ve şarj içerisindeki enerji iletiminin ve öğütme bölgesindeki tanelerin zayıf konumda kalmasına neden olarak değirmenin etkinliği azalmıştır (Özkan ve Yekeler, 2001). Bu durumun bir diğer nedeni de, yaklaşık 10 µm'dekitanelerin topaklanması ile oluşan yapının azalması (Şekil 4.13-4.16), küçük tanelerin geometrik etki nedeniyle bilyalar tarafından kavranmalarının zorlaşması, hematit, limonit minerallerinin tane boyut aralığına yaklaşılmış olması söylenebilir. Ayrıca yaklaşık 90 µm tane boyutundan sonra kırılma hızındaki düşüşün sebebi ise, bu tane boyut aralıkları için kaolen miktarının daha düşük ve kuvars miktarının daha yüksek olmasıdır.

Şekil 4.117 için, dört farklı bilya doldurma oranı aynı tane boyutuna göre değerlendirilirse, bilya doldurma oranı yükseldikçe kırılma hızı düşmüştür. Yüksek bilya doldurma oranında öğütme enerjisinin büyük kısmının bilyaların çarpışması ile harcandığı ve böylece kırılma hızı değerinin düştüğü söylenebilir.

Doğrusal olmayan regresyon tekniği kullanılarak ölçülen ile hesaplanan değerler arasındaki farkların kareleri toplamı minimum olacak şekilde γ , Φ ve β parametreleri belirlenmiştir. Kırılma dağılım parametrelerinin tane boyutu ile değişimleri incelenmiş, başlangıç boyutlarına bağlı yada bağlı olmadıkları tespit edilerek kırılma dağılım parametreleri tekrar hesaplatılmıştır.



Şekil 4.118. Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu ortamda farklı bilya yükü için kümülatif dağılım fonksiyonları

Çizelge 4.51. I	Kaolen örneğinin Ø10 mm boyutlu alümina bilya kullanılarak sulu
(ortamda farklı bilya yükü için model parametreleri

J (%)	U (%)	a T	α	μ	Λ	Фј	γ	β	δ
0.20	1.00	2.81	1.92	0.10	0.10	0.795	3.159	8.514	0.10
0.30	1.00	1.78	1.67	0.10	0.10	0.790	3.206	9.542	0.10
0.35	1.00	1.51	1.62	0.10	0.10	0.575	3.761	10.260	0.10
0.40	1.00	0.86	1.45	0.10	0.10	0.550	4.402	10.020	0.10

Şekil 4.117, 4.118 ve Çizelge 4.51 incelendiğinde, J=0.20 bilya yükünde $a\tau$ 'nin en yüksek değerde olduğu gözlenmektedir. Φ_j değerinin de $a\tau$ ile paralellik gösterdiği gözlenmektedir. Değirmen içerisinde malzeme miktarına bağlı olarak uygun bir bilya yükü seçiminde kırılma hızlarına bağlı olarak boşluk doldurma oranları da önemlidir. Ayrıca Ø10 mm boyutlu silpeps bilya kullanılarak sulu ortamda en düşük bilya yükü için en yüksek kırılma hızı elde edilmesinin temel sebebi katarakt hareketinin bilya çapına bağlı olarak fazla gerçekleşmesinden dolayı darbe ve basınç kuvvetleri ile malzemenin fazlaca kırılmasıdır.

Kaolen örneği için,10 mm alümina bilya kullanılarak kuru ve sulu ortamda yapılan deneylerde orijinal parçanın en hızlı alt boyuta indiği (a_T) ve en üst boyuttan bir alt boyuta en hızlı kırılmanın gerçekleştiği (Φ_i) ve en fazla ince malzemenin elde edildiği (γ) koşul, sulu ortamda I=0.20 için elde edilmiştir (Çizelge 4.51). Yaş öğütmenin kuru öğütmeden daha etkili olduğu bilinmektedir. Çizelge 4.48 ve Çizelge 4.50'de görüldüğü gibi kaolenörneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesinegöre, a_T değerleri malzeme doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.31-1.94 arasındaki katlarda artarak değişim göstermiştir. Çizelge 4.49 ve Çizelge 4.51'de isekaolenörneğinin yaş öğütülmesi kuru öğütülmesine göre, aт değerleri bilya doluluk oranlarına göre değerlendirildiğinde 1.26-5.05 arasındaki katlarda artarak değişim göstermiştir. Su, ince tanelerin topaklanmasını ve bilyaların kaplanmasını önleyerek, yavaşlama etkisini önlemekle beraber, bilyaların mekanik etkisinin tanelere daha iyi nakledilmesini sağlamaktadır. Böylece daha yüksek kırılma hızları elde edilmektedir (Austin vd., 1984). Ayrıca kırılma hızlarının artmasına, suda iri kalıntıların çökmesine bağlı olarak değirmende öğütme işlevinin başlıca üst boyuta uygulanması da gösterilebilir.

Kaolen için, 30 mm ve 10 mm boyutlarındaki silpeps ve alümina bilyalarla yapılan kinetik modele dayalı öğütme çalışmalarını kıyaslandığında; aynı bilya boyutu ve öğütme şartlarında, silpeps bilyanın malzemenin kırılmasında daha etkin olduğu sonucu çıkarılmıştır. Literatürde de bu durumu destekleyen çalışmalar mevcuttur (İpek, 2006; Bolin ve Haiyan, 2011). Silpepslerin, alümina bilyalara göre önemli bir avantajı olarak, küresel alümina bilyalarbirbirleriyle tek noktadan temas sağlarken, silpepslerinyüzeysel, çizgisel ve nokta teması sağlamaları söylenebilir (Yılmaz, 2004). Çalışmalarda kullanılan silpeplerin alümina bilyalara göre geometrik özellikleri yanında daha başka avantajları da vardır. Öğütmede öğütücü ortamın birim hacme uyguladığı ağırlık değirmenlerde kapasite ve verimliliği etkileyen önemli bir faktördür. Çizelge 3.5 incelendiğinde, silpeps bilyanın özgül ağırlığının, alümina bilyadan yaklaşık 1.82 kat daha fazla olduğu görülmektedir. Bu da malzemenin kırılma hızını arttıran bir durumdur. Seebach (1969), kuru öğütme koşullarında cimento klinkeri üzerinde yaptığı çalışmalarda bilya yoğunluğu ile kırılma hızı arasında doğrusal bir ilişki olduğunu bulmuştur. Değirmenin çektigi güç de bilya yoğunluğu ile doğrudan orantılıdır. Yoğunluğu düşük bilyalardan oluşanöğütücü ortam ile gerçekleştirilen öğütme koşullarında değirmenin çektigi güç düşmekte vekapasite azalmaktadır. Silpepslerin öğütülen malzeme ile maksimum teması sağlayan, alümina bilyaya göre büyük yüzey alanınasahip olması ve cevher tanelerini kırabilmek için gereklienerjiyi yaratabilecek ağırlığa sahip olması öğütme ortamı için yüksek performans kriterlerini yerine getirmektedir.

Albit, silis kumu ve kaolen için yapılan öğütme çalışmalarına bakıldığında en etkin kırılmanın kaolen için gerçekleştiği, bunun sebebi de SEM fotoğraflarında görüldüğü gibi aglomere olmuş yaklaşık 10 µm boyutundaki tanelerin, öğütme işlemi ile hızlı bir biçimde alt boyutlara indiği şeklinde açıklanabilir. Sonuçların Bond İş İndeksi değerlerini de doğruladığı görülmektedir.

4.6. Öğütme Ürünlerinin Mikroyapısal Özellikleri

Şekil 4.119-4.130'da ideal öğütme koşullarından elde edilen albit, silis kumu ve kaolenin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri (SEM) ve ayrıca enerji saçınımlı elektron (EDX) analizi sonuçları verilmiştir. SEM analizi LEO 1430 VP model cihaz kullanılarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.119. 30S-K ve 30A-K kodlu albit örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri

Şekil 4.119'da görülen albit örnekleri, genelde düzgün yüzeyler boyunca kırılma göstermektedir. Albit örneğini silpeps bilya ile öğütmenin alümina bilyaya göre daha çubuksu şekil verdiği görülmüştür. Ayrıca silpeps bilya ile daha fazla ince malzeme elde edilmiştir. Albit örneği için, 30 mm boyutlu silpeps (30S-K) ve alümina (30A-K) bilya ile yapılmış olan öğütme çalışmalarından elde edilen ürünlerin EDX analizi sonuçlarında sırasıyla % 0.45 ve % 0.22 Fe tespit edilmiştir.



Şekil 4.120. 30S-K ve 30A-K kodlu silis kumu örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri

Şekil 4.120'de görülen silis kumu örnekleri, düzgün kırılma göstermemektedir. Kuvarsın dilinimi olmadığından kırılmanın, konkoidal (midye kabuğu) şekilde ve düzensiz olduğu gözlenmiştir. Kırılmaya etken olarak, düzensiz gelişmiş çatlaklar söylenebilir. Her iki bilya türünde, silis kumunun ufalanmasında belirgin bir fark gözlenmemiştir. Silpeps bilya kullanılarak elde edilen ürün, daha ince bir boyut dağılımı sağlamışfakat dar bir boyut dağılımı sergilemiştir. Silis kumu örneği için, 30 mm boyutlu silpeps (30S-K) ve alümina (30A-K) bilya ile yapılmış olan öğütme çalışmalarından elde edilen ürünlerin EDX analizi sonuçlarında sırasıyla % 0.47 ve % 0.00 Fe tespit edilmiştir.



Şekil 4.121. 30S-K ve 30A-K kodlu kaolen örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri

Şekil 4.121'deki genel görünüm, kaolinit kristalleri karmaşık yığışımlar halindedir. İnce tane boyutuna sahip kaolinit partiküllerinin bir araya gelerek düzensiz şekilli ve iri toz topakları oluşturduğu gözlenmiştir. Mekanik etki nedeniyle, yapraksı yüzeylerde, tane boyutu inceldikçe morfolojik değişiklerin oluştuğu görülmüştür. Her iki bilya türü için ince ve iri tane boyutlarındaki ufalanmaların benzer olduğu görülmüştür. Kaolen örneği için, 30 mm boyutlu silpeps (30S-K) ve alümina (30A-K) bilya ile yapılmış olan öğütme çalışmalarından elde edilen ürünlerin EDX analizi sonuçlarında sırasıyla % 0.31 ve % 0.80 Fe tespit edilmiştir.



Şekil 4.122. 10S-K ve 10A-K kodlu albit örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri

Şekil 4.122'de görülen albit örnekleri, genelde düzgün yüzeyler boyunca kırılma göstermektedir. Albit örneği için, 10 mm boyutlu silpeps (10S-K) ve alümina (10A-K) bilya ile yapılmış olan öğütme çalışmalarından elde edilen ürünlerin EDX analizi sonuçlarında sırasıyla % 0.52 ve % 0.30 Fe tespit edilmiştir.



Şekil 4.123. 10S-K ve 10A-K kodlu silis kumu örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri

Şekil 4.123'de görülen silis kumu örnekleri, düzgün kırılma göstermemektedir. Kuvarsın dilinimi olmadığından kırılmanın, konkoidal (midye kabuğu) şekilde ve düzensiz olduğu gözlenmiştir. Kırılmaya etken olarak, düzensiz gelişmiş çatlaklar söylenebilir. Silis kumu örneği için, 10 mm boyutlu silpeps (10S-K) ve alümina (10A-K) bilya ile yapılmış olan öğütme çalışmalarından elde edilen ürünlerin EDX analizi sonuçlarında sırasıyla % 0.45 ve % 0.10 Fe tespit edilmiştir.



Şekil 4.124. 10S-K ve 10A-K kodlu kaolen örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri

Şekil 4.124'deki genel görünüm, kaolinit kristalleri karmaşık yığışımlar halindedir. İnce tane boyutuna sahip kaolinit partiküllerinin bir araya gelerek düzensiz şekilli ve iri toz topakları oluşturduğu gözlenmiştir. Mekanik etki nedeniyle, yapraksı yüzeylerde, tane boyutu inceldikçe morfolojik değişiklerin oluştuğu görülmüştür. Kaolen örneği için, 10 mm boyutlu silpeps (10S-K) ve alümina (10A-K) bilya ile yapılmış olan öğütme çalışmalarından elde edilen ürünlerin EDX analizi sonuçlarında sırasıyla % 0.35 ve % 0.70 Fe tespit edilmiştir.



Şekil 4.125. 30S-S ve 30A-S kodlu albit örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri

Şekil 4.125'de görülen albit örnekleri, genelde düzgün yüzeyler boyunca kırılma göstermektedir. Albit örneği için, 30 mm boyutlu silpeps (30S-S) ve alümina (30A-S) bilya ile yapılmış olan öğütme çalışmalarından elde edilen ürünlerin EDX analizi sonuçlarında sırasıyla % 0.17 ve % 0.00 Fe tespit edilmiştir.



Şekil 4.126. 30S-S ve 30A-S kodlu silis kumu örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri

Şekil 4.126'da görülen silis kumu örnekleri, düzgün kırılma göstermemektedir. Kuvarsın dilinimi olmadığından kırılmanın, konkoidal (midye kabuğu) şekilde ve düzensiz olduğu gözlenmiştir. Kırılmaya etken olarak, düzensiz gelişmiş çatlaklar söylenebilir. Silis kumu örneği için, 30 mm boyutlu silpeps (30S-S) ve alümina (30A-S) bilya ile yapılmış olan öğütme çalışmalarından elde edilen ürünlerin EDX analizi sonuçlarında sırasıyla % 0.44 ve % 0.39 Fe tespit edilmiştir.



Şekil 4.127. 30S-S ve 30A-S kodlu kaolen örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri

Şekil 4.127'deki genel görünüm, kaolinit kristalleri karmaşık yığışımlar halindedir. İnce tane boyutuna sahip kaolinit partiküllerinin bir araya gelerek düzensiz şekilli ve iri toz topakları oluşturduğu gözlenmiştir. Mekanik etki nedeniyle, yapraksı yüzeylerde, tane boyutu inceldikçe morfolojik değişiklerin oluştuğu görülmüştür. Kaolen örneği için, 30 mm boyutlu silpeps (30S-S) ve alümina (30A-S) bilya ile yapılmış olan öğütme çalışmalarından elde edilen ürünlerin EDX analizi sonuçlarında sırasıyla % 0.62 ve % 0.33 Fe tespit edilmiştir.



Şekil 4.128. 10S-S ve 10A-S kodlu albit örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri

Şekil 4.128'de görülen albit örnekleri, genelde düzgün yüzeyler boyunca kırılma göstermektedir. Albit örneği için, 10 mm boyutlu silpeps (10S-S) ve alümina (10A-S) bilya ile yapılmış olan öğütme çalışmalarından elde edilen ürünlerin EDX analizi sonuçlarında sırasıyla % 0.41 ve % 0.20 Fe tespit edilmiştir.



Şekil 4.129. 10S-S ve 10A-S kodlu silis kumu örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri

Şekil 4.129'da görülen silis kumu örnekleri, düzgün kırılma göstermemektedir. Kuvarsın dilinimi olmadığından kırılmanın, konkoidal (midye kabuğu) şekilde ve düzensiz olduğu gözlenmiştir. Kırılmaya etken olarak, düzensiz gelişmiş çatlaklar söylenebilir. Silis kumu örneği için, 10 mm boyutlu silpeps (10S-S) ve alümina (10A-S) bilya ile yapılmış olan öğütme çalışmalarından elde edilen ürünlerin EDX analizi sonuçlarında sırasıyla % 0.16 ve % 0.18 Fe tespit edilmiştir.



Şekil 4.130. 10S-S ve 10A-S kodlu kaolen örneklerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri

Şekil 4.130'daki genel görünüm, kaolinit kristalleri karmaşık yığışımlar halindedir. İnce tane boyutuna sahip kaolinit partiküllerinin bir araya gelerek düzensiz şekilli ve iri toz topakları oluşturduğu gözlenmiştir. Mekanik etki nedeniyle, yapraksı yüzeylerde, tane boyutu inceldikçe morfolojik değişiklerin oluştuğu görülmüştür. Silpeps bilyanın daha çok dağıtıcı etkisi olduğu da gözlenmiştir. Kaolen örneği için, 10 mm boyutlu silpeps (10S-S) ve alümina (10A-S) bilya ile yapılmış olan öğütme çalışmalarından elde edilen ürünlerin EDX analizi sonuçlarında sırasıyla % 0.81 ve % 0.58 Fe tespit edilmiştir. Genel olarak, silpeps bilya ve alümina bilya ile yapılan öğütme çalışmalarında, Fe miktarının % 1'in altında olduğu görülmüştür. Ayrıca 30 mm bilyalar ile 10 mm bilyalara göre daha fazla ince malzeme elde edilmiştir.

4.7. Seramik Sağlık Gereçleri Bünyelerinin Hazırlanması

Bu bölümde, kinetik modele dayalı öğütme koşullarından elde edilen albit, silis kumu ve kaolen kullanılarak, seramik sağlık gereçleri deneme bünyeleri üretimine değinilmiştir. Buradaki amaç, demir içerikli bilya türlerinin seramik sektöründe kullanılamayacağı düşüncesinin aksine kuru ve sulu ortamda silpeps bilya ile öğütülmüş 1. faz hammaddelerin seramik sağlık gereçleri bünye kompozisyonunda kullanımını sağlamaktır. Ayrıca kinetik modele dayalı öğütme koşullarından elde edilmiş olan farklı tane boyutuna sahip hammaddelerin, seramik sağlık gereçleri bünyelerinin teknolojik özelliklerine etkileri araştırılmıştır.

4.7.1. Reçete ve kullanılan hammaddeler

Araştırmanın bu bölümünde, değirmende, kuru ve sulu ortamda, silpeps bilya (Ø10 ve Ø30 mm) ve alümina bilya (Ø10 ve Ø30 mm) kullanılarak gerçekleştirilen kinetik modele dayalı öğütme çalışmalarından elde edilen albit, silis kumu ve kaolenin (1. faz hammaddeler), tane boyutunun etkileri, standart seramik sağlık gereçleri kompozisyonu üretilerek test edilmiştir. Seramik sağlık gereçleri üretim süreçleri Çanakcılar Seramik San. ve Tic. A.Ş. firmasında gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla yapılan testlerde, işletmenin kullanmış olduğu standart reçete değiştirilmemiştir. Standart reçete Çizelge 4.52'de verilmiştir. Çalışma süresince firma bünyesinde gerçekleştirilemeyen test ve analizler Süleyman Demirel Üniversitesi, Jeotermal Enerji, Yeraltısuyu ve Mineral Kaynakları Araştırma ve Uygulama Merkezi ve Afyon Kocatepe Üniversitesi, Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde gerçekleştirilmiştir.

	Hammaddeler (% ağırlıkça)								
	1. fa	ız hamma	ıddeler		Kil		Kaol	en	
	Albit	Silis kumu	Kaolen	ESB AKAS	MASK-6	ETİ	K-2 BULGAR	CC-31	
Standart reçete	30	15	5	12	11	8	12	7	

Çizelge 4.52. Deneysel çalışmalarda kullanılan seramik sağlık gereçleri reçetesi

Kinetik modele dayalı öğütme çalışmalarda, en ideal malzeme ve bilya doluluk oranları koşullarının sağlandığı öğütme ürünleri; bilya türü, bilya boyutu ve değirmen içindeki ortam koşulları göz önüne alınarak sınıflandırılmış ve her bir sınıflandırma içindeki albit, silis kumu ve kaolen işletme reçetesine göre birleştirilerek 1. faz bileşimi elde edilmiştir. Uygulanan prosedürün daha iyi anlaşılabilmesi için Çizelge 4.52'deki standart reçeteyi oluşturan 1. faz hammaddelerin kinetik çalışmalardaki hangi U ve J koşullarından elde edildiği ve reçetelere ait kodlama Çizelge 4.53'de verilmiştir.

Çizelge 4.53. Farklı öğütme koşullardan elde edilmiş hammaddelere ait reçete kodları

Değirmen Ortamı Kuru Sulu	Bilya Türü	Bilya Çapı	Reçete	Al	bit	Silis I	Kumu	Kaolen	
		(mm)	Kodu	U (%)	J (%)	U (%)	J (%)	U (%)	J (%)
	Silpeps	30	30S-K	0.80	0.30	1.00	0.35	1.20	0.30
Kuru		10	10S-K	0.80	0.30	1.00	0.30	1.00	0.20
	Alümina	30	30A-K	0.80	0.30	1.20	0.35	1.20	0.30
		10	10A-K	0.80	0.30	0.80	0.35	1.00	0.30
	Silpeps	30	30S-S	0.80	0.30	1.20	0.35	1.20	0.35
Sulu		10	10S-S	0.80	0.30	1.00	0.30	1.00	0.30
	Alümina	30	30A-S	0.80	0.35	0.80	0.40	1.20	0.30
		10	10A-S	0.80	0.30	1.00	0.35	1.00	0.20

4.7.2. Hammaddelere uygulanan analizler

Çamur hazırlama işleminde, Çanakcılar Seramik San. ve Tic. A.Ş.'den temin edilmiş olan hammaddeler kullanılmıştır. Hammaddelerin kimyasal analizleri, X-ışınlarıfloresans spektroskopisi (XRF) cihazı ile Seramik Araştırma Merkezi'nde yaptırılmıştır. Kil ve kaolen grubu hammaddelerin mineralojik faz içerikleri, Philips marka X'Pert Pro MPD model X-ışınları kırınımı (XRD) cihazı kullanılarak, 2-70° aralığında ve 2°/dk tarama hızında belirlenmiştir. Ayrıca kil ve kaolen grubu hammaddelerin tane boyutu, döküm ve pişirme özellikleri belirlenmiştir. Tane boyutu ölçümleri Malvern marka Hydro 2000G model lazerli tane boyut dağılım cihazı ile ölçülmüştür.

Kil ve kaolenlerin döküm özelliklerinden olan maksimum katı konsantrasyonu tayini için öncelikle 200 gr su tartılmıştır. Bu su 700 devir/dakika hıza ayarlı mikser altına yerleştirilerek rutubetsiz 500 gr numune yavaşça ilave edilmiştir. Bu esnada homojen bir karışım elde edilene kadar 0.2 ml silikat ilave edilmiştir. Hammaddenin tamamı suya ilave edildikten sonra 700 devir/dakika sabit hızda 45 dakika boyunca hammaddenin tamamen açılması sağlanmıştır. Brookfield viskozimetresi (DV-I Prime) ile ölçüm yapmadan önce 900 devir/dakika hızda 2 dakika karıştırma uygulanmıştır. Daha sonra numunenin ilk viskozite değeri Brookfield cihazı ile ölçülüp, değer not edilmiştir. Maksimum katı konsantrasyonu tayininde viskozite değerinin 450-550 cp arasında olması gereklidir. Bu nedenle, numunenin viskozite değerini bu aralığa çekmek için bir miktar daha su ve sodyum silikat ilavesi yapılmıştır. Yapılan her ilaveden sonra viskozite ölçümü yapılarak, eğer sodyum silikat ilavesinden sonra viskozite değeri bir önceki değere nazaran düşmemişse, sodyum silikat katkısı viskoziteyi düşürmeye yetmiyordur ve numune su istiyor demektir. Bu işlemler uygulanarak numunenin viskozite değeri 450-550 cp değerine getirilir. Eğer yapılan su ve sodyum silikat ilaveleri sonucunda viskozite değeri 450 cp'nin altına düşmüşse karışıma katı (tayinini yaptığın numune) ilavesi yapılır. Bu ilavenin miktarı viskozitenin ne kadar düşük olduğuna bağlıdır. Viskozite değeri 450-550 cp arasındaki değere geldiğinde, ilave edilen toplam su, sodyum silikat ve katı madde miktarını bulunur ve aşağıdaki formül ile maksimum katı konsantrasyonu hesaplanır.

Kil ve kaolenlerin diğer döküm özelliklerinden olan optimum elektrolit tayini için ise, maksimum katı konsantrasyonu tayininde yapılan prosedürler uygulanmıştır. Daha sonra numunenin ilk viskozite değeri Brookfield cihazı ile ölçülüp, değer not edilmiştir. Bir X-Y grafiği çizilmiştir. Örnek bir X-Y grafiği Şekil 4.131'de verilmiştir. Bu grafikte X ekseni sodyum silikat miktarını, Y ekseni ise viskozite değerini göstermektedir. A ve B değerlerinin kesişim yeri optimum elektrolit noktasıdır. Optimum elektrolit miktarı belirlenirken sarf edilen sodyum silikat miktarına karşılık, cihazdan okunan viskozite (poise) değerleri, X-Y grafiği şeklinde milimetrik kağıda çizilmiştir. Viskozite 4.5-5.5 poise arasında olana kadar sarf edilen sodyum silikat miktarı 100 gram hammadde için hesaplanıp, optimum elektrolit miktarı bulunmuştur.

```
% Optimum elektrolit miktarı =
[100 × Na silikat sarfiyatı (ml)]/katı madde miktarı (4.14)
```



Şekil 4.131.Optimum elektrolit miktarı grafiğine bir örnek

Kil ve kaolenlerin kalınlık alma ölçümleri, çanak biçimindeki kalıplarda bir saat boyunca bekletilme sonrasında alınan kalınlık miktarlarından elde edilmiştir.

4.7.3. Çamur hazırlama

Tez çalışmasının bu bölümünde kinetik modele dayalı öğütme çalışmalarından elde edilen hammaddelerin tane boyutunun, seramik sağlık gereçleri bünyelerine etkileri araştırılmıştır. Bu amaç doğrultusunda 4000 gr'lık deneme çamurları hazırlanmıştır. Sağlık gereçleri denemelerinin tamamı Zonguldak'ın Gökçebey ilçesinde bulunan Çanakcılar Seramik San. ve Tic. A.Ş.'nin Ar-Ge biriminde yapılmıştır.

Standart sağlık gereçleri bünyesinin (STD) hazırlanmasında, öncelikle sağlık gereci çamurunun 1. faz bileşimini oluşturan hammaddeler (albit, silis kumu, kaolen) reçeteye uygun olarak porselen bilyalı değirmene konulmuş ve 7 saat 30 dakika gerekli su ilavesi yapılarak öğütülmüştür. Çizelge 4.53'de görülen sekiz adet deneme bünyesinin hazırlanmasında ise albit, silis kumu ve kaolen numunelerine tekrar öğütme işlemi uygulanmadan standart reçeteye uygun olarak gerekli su ilavesi yapıldıktan sonra laboratuvar tipi karıştırıcı kullanılarak 750 d/d hızla karıştırılmıştır.

1. faz camuru ile özlü bileşimi oluşturan 3 farklı kil ve 2 farklı kaolen laboratuvar tipi karıştırıcı kullanılarak 750 d/d hızla 2 saat boyunca karıştırılmıştır. Karıştırma işlemi sırasında çamurun reolojik özelliklerine olumsuz etkisi olan sülfatlar, katyonlar ve çözünür tuzların meydana getirebileceği etkilerden korunmak için çamura silikat (Na₂SiO₃) ve BaCO₃ ilave edilmiştir. Kontrollü bir şekilde deflokulant (Na₂SiO₃), BaCO₃ ve su ilavesiyle killerin karışım içerisinde tamamen açılması sağlanmış ve böylelikle döküm hazırlanma işlemi tamamlanmıştır. Camurdaki çamurunun manyetik safsızlıkları uzaklaştırmak için belirli bir süre manyetik tutucu uygulanmış ve son olarak döküm çamuru 150 µm elekten süzülmüştür. İstenilen döküm özelliklerinin kazandırılabilmesi için litre ağırlığı, viskozite, tiksotropi değerleri uygun aralığa gelinceye kadar çamura deflokulant (Na₂SiO₃) ilavesi yapılmıştır. Çamurun litre ağırlığı ölçümü paslanmaz çelik piknometre (TQC marka 100 ml), viskozite ölçümü Brookfield viskozimetresi, tiksotropi değeri Torsion viskozimetresi (Gallenkamp tip) kullanılarak ölçülmüştür. Döküm çamurunun

225

tane boyut dağılımı ölçümleri de lazerli tane boyut analizi cihazı kullanılarak (Malvern marka Hydro 2000G model) gerçekleştirilmiştir.

Üretilen deneme çamurları, Ar-Ge birimine ait alçı kalıplarda deformasyon, mukavemet, küçülme ve su emme testleri için şekillendirilmiştir. Bu deneme çubuklarına, işletmenin diğer denemeleriyle karışmaması için tarih ve numara basılmıştır. 24 saat laboratuvar ortamında bekletilen şekillendirilmiş numuneler 105±2°C sıcaklığındaki etüvde tamamen kurutulmuştur. Kurutulmuş olan deneme çubukları ve plakaların pişirim işlemi 1200, 1220 ve 1240°C'ye ayarlanmış laboratuvar tipi fırında gerçekleştirilmiştir.

4.7.4. Hazırlanan çamurlara uygulanan testler

Bir önceki bölümde belirtilen yöntem kullanılarak hazırlanan seramik sağlık gereçleri bünye çamurlarının tane boyut dağılımı, litre ağırlığı, viskozite ve tiksotropi değerleri ölçülmüştür.

4.7.4.1. Tane boyut dağılımı

Seramik sağlık gereçleri çamur denemelerinin 1. faz çamuru ve döküm çamuruna ait tane boyut dağılımları Malvern Mastersizer Hydro 2000G (lazer difraktometresi) cihazı ile ölçülmüştür. Tane boyutu ve tanelerin morfolojisi kimyasal reaksiyonların kinetiğinde başrolü oynar. Tane boyutu ölçülecek partiküllerin moleküler yapısı, homojenliği, hangi fazda bulunduğu, izotropisi, şekli ve kullanılan dağıtıcı ortam seçilecek teknikte ve elde edilecek sonuçta son derece önemlidir. Lazer kırınım tekniğinde, su içerinde hareket halinde bulunan tanelerin üzerine lazer ışınları gönderilmekte ve bu tanelere çarparak belli bir açıyla kırılan ışınlar bir detektör aracılığıyla toplanmaktadır. Detektörün üzerine düşen ışınları bilgisayara bağlı analog-dijital dönüştürücü vasıtasıyla sayısallaştırılarak, ışınların kırılma açısından tane büyüklüğü, yoğunluğundan ise hacimce tane yüzdeleri ilgili bilgisayar yazılımı tarafından hesaplanmaktadır.
Lazer difraksiyon yöntemiyle tane boyut ve dağılımı ölçülen çamurların d₅₀ değeri verilmiştir. Burada, d₅₀; çamur içerisindeki partiküllerin hacimce % 50'sinin küçük olduğu tane boyut değerini temsil etmektedir.

4.7.4.2. Litre ağırlığı

4000 gr'lık çamur denemelerinin litre ağırlığı ölçümü, kullanılan çamurun yoğunluğunu belirlemek için yapılmıştır. Hazırlanan çamurların litre ağırlığı TSE tarafından kalibrasyonu yapılmış darası 200 gram olan TQC marka 100 ml'lik metal piknometre kullanılarak ölçülmüştür. Piknometrenin darası alındıktan sonra, çamur doldurulup tartılmıştır. Tartımda görülen değer 10 ile çarpıldıktan sonra çamurun yoğunluğu gram/litre cinsinden elde edilmiştir.

4.7.4.3. Viskozite ve tiksotropi

Viskozite ve tiksotropi ölçümleri Brookfield viskozimetresi ve Torsion viskozimetresi kullanılarak (Gallenkamp tipi) yapılmıştır. Brookfield viskozimetresinde bir disk bir silindir etrafında dönerken, harekete karşı koyan viskoz direnci venecek tork ölçülür. Torsion (Gallenkamp tipi) viskozimetresinde de prensip, sıvı içindeki silindirin saat yönünün tersine 360° döndürülmesi esasına dayanır. Akıskanlık, göstergenin bir tur (360°) döndükten sonra durduğu pozisyondaki derecenin ölçüsüdür. Viskozite arttıkça dönmeye karşı direnç artacak ve dönme daha az olacağından okunan değer azalacaktır. Dolayısıyla viskozite ile Torsion değeri ters orantılı olarak değişir. Tiksotropi ise aynı çamurun ilk Torsion ölçümünden sonra 6 dakika bekletilmesi sonucunda yeniden Torsion ölçülmesiyle elde edilen ikinci değer ve ilk değer arasındaki fark olarak belirlenmiştir. Döküm kalınlığı ve döküm hızı çamurun viskozitesi ile kontrol edilir. Bu nedenle işletmelerde döküm çamurunun viskozitesinin sabit tutulması istenir. Döküm çamurunun viskozitesine, karışımı oluşturan hammaddelerin türü, tane irilikleri ve tane şekli, ortamın pH değeri, sıcaklığı, karıştırma şekli ve zamanı yanında kullanılan suyun saflığının büyük etkisi vardır. Ayrıca döküm çamurunun sıcaklık ve pH ölçümleri WTW pH 330i marka ve model cihazla yapılmıştır.

4.7.5. Döküm sonrası hazırlanan bünyelere uygulanan testler

Bu aşamadaki analizler, hem ham bünyelere hem de pişmiş bünyelere yapılan testleri içermektedir. Bu aşamada bünyelerin; küçülme, pişme mukavemeti, su emme, porozite, deformasyon, renk, ısıl davranış, faz ve mikroyapı analizleri gerçekleştirilmiştir.

4.7.5.1. Küçülme tayini

Küçülme tayini için, döküm yoluyla alçı kalıplarda şekillendirilen küçülme plakaları henüz yaş iken, 100 mm'ye ayarlanmış kumpas ile plaka üzerinde çapraz olarak iki taraftan çentikler oluşturulmuştur (L₁) (Şekil 4.132). 24 saat laboratuvar ortamında, daha sonra değişmez kütle elde edilinceye kadar etüvde 105±2°C'de kurutulmuştur. Etüvden çıkartılan plakalar kumpasla işaretlenen yerlerden tekrar ölçülmüştür (L₂) ve bu iki ölçüm arasındaki farktan kuru küçülme hesaplanmıştır (Eşitlik 4.15).

Kuru küçülme (%) =
$$\frac{L_1 - L_2}{L_1} \times 100$$
 (4.15)

Plaka işletme fırınında pişirildikten sonra işaretli noktalardan tekrar ölçüm yapılmıştır (L₃) pişme küçülmesi (Eşitlik 4.16) ve toplu küçülme (Eşitlik 4.17) değeri hesaplanmıştır.

Pişme küçülmesi (%) =
$$\frac{L_2 - L_3}{L_4} \times 100$$
 (4.16)

Toplu küçülme (%) =
$$\frac{L_1 - L_3}{L_1} \times 100$$
 (4.17)



Şekil 4.132. Küçülme tayini testi

4.7.5.2. Mukavemet ölçümü

Pişirim sonrası mukavemet değerlerinin belirlenmesi amacıyla; çubuk şekilli numuneler mukavemet cihazında üç nokta eğme mukavemeti testine tabi tutulmuştur. Bünyeler cihazdaki alt mesnetler üzerine iki tarafta eşit pay kalacak şekilde yerleştirilmistir. Kırılma esnasında üst mesnedin uygulamış olduğu kuvvet değeri (P) tespit edilmiştir. Budeğer ve gerekli olan diğer değerler Eşitlik4.18'de yerine konularak pişmiş bünyelerin kırılma mukavemet değerleri hesaplanmıştır.

$$\sigma = \frac{3 \times P \times L}{2 \times b \times d^2} \tag{4.18}$$

s: Kırılma mukavemeti (kg/cm²)

- P: Kırılma kuvveti (kg)
- L: Mesnetler arası mesafe (cm)
- b: Numunenin kırılan yüzeyini uzunlugu (cm)
- d: Numunenin kırılan bölgesini kalınlıgı (cm)

4.7.5.3. Su emme tayini

Su emme tayini TS 800 EN 997 standardına göre yapılmıştır. Su emme tayini için işletme fırınında pişirilmiş sırlı küçülme plakaları etüvde 105±2°C'de 180 dakika kurutulduktan sonra desikatörde soğutulmuştur. Numune soğutulduktan sonra hassas terazide (0.05 gr doğrulukla tartabilen) tartılmıştır (m₀). Daha sonra bu plakalar ince uçlu bir maşa yardımıyla içi demineralize su dolu olan su emme cihazının içine yerleştirilmiştir. Cihazın dijital göstergesindeki sıcaklık 100°C'ye geldiğinde 2 saat bekletilmiş ve cihaz kapatılmış, plakalar 20 saat suda bekletilmiştir. Su emme cihazından ince uçlu maşa yardımıyla çıkartılan plakalar güderi ile hafifçe silindikten sonra hassas terazide tartılmışlardır (m1). Her numune için % olarak su emme katsayısı Eşitlik 4.19 kullanılarak ayrı ayrı hesaplanmıştır.

Su emme (%) =
$$\frac{m_1 - m_0}{m_0} \times 100$$
 (4.19)

4.7.5.4. Porozite, yığın yoğunluğu ve por çapı ölçümü

Micromeritics marka civa porozimetresi, pişirilmiş seramik sağlık gereçleri bünyelerinin ortalama por çapı (nm), % porozite miktarı ve yığın yoğunluğu (gr/ml) tayininde kullanılmıştır. Ölçüm, civa gibi reaktif ve ıslatıcı olmayan bir sıvının, yeterli basınç uygulanmadığı takdirde ince porlara giremeyeceği prensibi üzerine kuruludur. Cihaz, uygulanan basınca karşı hücrede azalan civa miktarını, hücre uçları arasındaki kapasitans değişiminden tayin eder. Por boyutu ise basıncın fonksiyonu olarak hesaplanır. Porozimetre, düşük basınç (50 psi'a kadar) ve yüksek basınç (60.000 psi'a kadar) olmak üzere iki örnek haznesine sahiptir. Cihazda sadece katı malzemeler ölçüme alınmakta ve numunelerin 360 mikron ile 0.003 mikron arasındaki makro-mezo gözenek çapları ölçülebilmektedir.

4.7.5.5. Deformasyon tayini

Deformasyon tayinininde, mukavemet çubuğu kalıbında şekillendirilen çubukların (25 cm) tam ortası (12.5 cm) işaretlenmiştir. Çubuklar ilk olarak oda sıcaklığında, daha sonra etüvde 105±2°C'de değişmez kütle elde edilinceye kadar kurutulmuştur. Deformasyon çubuklarının işletme fırınında pişirim işlemi Şekil 4.133'de görüldüğü gibi gerçekleştirilmiştir. Fırından çıkan çubukların deformasyon miktarı milimetrik A-4 kağıdından mm cinsinden okunmuştur.



Şekil 4.133. Deformasyon testi

4.7.5.6. Renk ölçümü

Pişirim işlemi tamamlanmış bünyelerin sırlı ve sırsız yüzeylerinin renk (L a b) ölçümleri Konica Minolta marka spektrofotometre cihazı ile yapılmıştır. Pişme rengi tayininde, Şekil 4.134'de görüldüğü gibi, L değeri rengin parlaklığını gösterirken a ve b koordinatları algılanan rengin kromatik bileşenleridir. L değeri cismin siyah-beyazlığı/açıklık-koyuluğu ile ilgilidir; saf siyah sıfır L değerine sahipken saf beyazın değeri 100'dür. a kırmızı-yeşil eksenindeki rengi tanımlar; pozitif a rengin kırmızı bileşeninin, negatif a ise yeşil bileşeninin daha fazla olduğunu gösterir. b değeri sarı-mavi eksenindeki rengi belirler; pozitif b sarı bileşenin, negatif b ise mavi bileşenin daha yoğun olduğunu gösterir. a ve b koordinatları beyaz ve gri gibi nötral renklerde sıfıra yaklaşırken, daha doygun ya da yoğun renklerde ise artmaktadır (Ersoy ve Kesim, 2011).



Şekil 4.134. Renk sistemi

4.7.5.7. Isıl davranış (TG/DTA)

Örneklerin termogravimetrik ve diferansiyel termal analizi (TG/DTA) hava atmosferde 10°C/dk ısıtma hızında 1300°C sıcakta gerçekleştirilmiştir. TG/DTA incelemeleri Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde Linseis marka cihazla gerçekleştirilmiştir. Termal analiz özellikle seramik tozlarında ısıl işlem karşısında meydana gelen dekompozisyon ve kristalizasyon davranışlarını karakterize etmekte faydalı bir yöntemdir. Maksimum kalsinasyon sıcaklığını da tanımlamak mümkündür. Termogravimetrik analiz (TG veya TGA) ısıtma esnasındaki kütle kaybını, diferansiyel termal analiz de (DTA) ısıtma esnasındaki örnek sıcaklığındaki değişimleri ölçmektedir (Carter ve Norton, 2007).

Bünyelerde pişirim sırasında oluşan camsı fazın viskozite değerini belirlemede SETARAM marka SETSYS model termomekanik analiz cihazı kullanılmıştır. Termomekanik analiz cihazı (TMA) yük uygulama yeteneğine sahip bir çeşit dilatometredir. Sinterlenen bir kompaktın, elastisite modülü ve viskozitesi gibi özelliklerinin ölçülmesi açısından TMA oldukça önemlidir. Bu cihazın avantajı; tek bir deneyle deneyi bölmeksizin, verilen bir ısıtma programında ve sıcaklığında sinterlenen malzemenin viskoz ve elastik özelliklerinin ölçülebilmesidir. Ölçümler hava ortamında, 10°C/dk hız ile 1300°C'ye çıkılarak gerçekleştirilmiştir. Numune üzerine birinci aşamada hiç yük uygulanmamıştır ve ikinci aşamada ise 10gr'lık yük uygulanmıştır.

4.7.5.8. Mineralojik faz analizi

Bünyelerde meydana gelen faz içerikleri X-Işınları kırınımı (XRD) yöntemi ile incelenmiştir. Bu amaçla örnekler, Philips X'Pert PRO MPD marka ve model Xışınları kırınımı cihazında; 2θ =2-70° tarama aralığında, Cu-K_a (45kV, 40mA) radyasyonda, 2°/dk tarama hızında çekime tabi tutulmuşlardır.

4.7.5.9. Mikroyapı analizi

İnce kesiti hazırlanmış ve polarizan mikroskop ile görüntüleri çekilmiş olan bünyelerdeki kalıntı kuvars miktarı (%), Gwyddion 2.22 programı kullanılarak belirlenmiştir. Ayrıca taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile de bünyelerin mikro yapısal özellikleri incelenmiştir. Kullanılan SEM cihazı üzerinde, ikincil elektron (secondary electron) ve Xışınları (EDX- Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) detektörü bulunmaktadır. Cihaz görüntü üzerinde nokta, çizgi, alan ve haritalama yöntemleri ile kalitatif ve yarı-kantitatif olarak elementer analizleri yapabilmektedir. Bütün numunelerin yüzeyleri iletkenliği sağlamak ve böylece elektronların yüzeye şarj olmasını engellemek amacıyla kaplama cihazında altın-paladyum kaplama işlemine tabi tutulmuştur.

Polarizan mikroskop incelemelerinde Nikon Eclipse 2V100POL marka polarizan mikroskop, SEM incelemelerinde ise LEO 1430 VP marka SEM cihazı kullanılmıştır.

4.7.6. Test ve analiz sonuçlarının yorumlanması

4.7.6.1. Hammaddelerin özellikleri

Reçeteyi oluşturan hammaddelere ait kimyasal analiz sonucu Çizelge 4.54'de verilmiştir.

Oksit	Albit	Silis Kumu	Kaolen	ESB AKAS	MASK-6	ETİ	K-2 BULGAR	CC-31
SiO ₂	69.84	92.22	68.05	55.40	56.83	56.65	48.93	48.91
Al_2O_3	18.07	4.99	21.70	29.06	27.20	27.62	36.26	35.54
Na ₂ O	10.30		0.01	0.21	0.19	0.44	0.28	
MgO	0.21		0.15	0.48	0.57	0.61	0.12	0.33
K ₂ O	0.36	0.15	0.11	1.56	1.61	1.63	0.47	2.90
CaO	0.56		0.14	0.26	0.19	0.20	0.23	0.09
Fe_2O_3	0.18	0.40	0.72	1.82	1.97	1.81	0.91	0.97
TiO ₂	0.17	0.39	0.42	1.11	1.20	1.13	0.43	0.06
SO ₃			0.40		0.06	0.12		
P_2O_5						0.04		0.07
*K.K.	0.31	1.85	8.30	10.10	10.17	9.75	12.37	11.13

Çizelge 4.54. Hammaddelerin kimyasal analizleri (% ağırlıkça)

*K.K. Kızdırma Kaybı

Bir feldispattan azami beyazlık elde edilebilmesi için $Fe_2O_3+TiO_2 < \% 0.30$ olması lazımdır (Fortuna, 2000). Çizelge 4.54'de $Fe_2O_3+TiO_2$ değerinin % 0.35

olduğu görülmektedir. Bu sonuca göre albitin iyi bir beyazlık derecesine sahip olduğu söylenebilir.

Reçetedeki diğer bir özsüz hammadde olan silis kumunun; standartlara bakıldığında, % 90-92 SiO₂, azami % 0.50 Fe₂O₃ ve azami % 0.45 TiO₂ içeriğine sahip olması gerekmektedir (DPT, 2001). Çizelge 4.54'e bakıldığında, reçetede kullanılan silis kumunun seramik üretimi için yeterli kalitede olduğu görülmektedir.

Çizelge 4.54'deki özlü hammaddelerin kimyasal analiz değerlerine bakıldığında, Fe₂O₃+TiO₂'in toplamı 1.03-3.17 arasında değişmektedir. Kilin beyaz bir pişme rengi göstermesi için Fe₂O₃+TiO₂< % 3 olması gerekmektedir (Fortuna, 2000). Sadece MASK-6 kilinde bu değerin aşıldığı görülmektedir.

Bünyelerin hazırlanmasında kullanılan kil ve kaolen grubu hammaddelerinXRD analiz sonuçları Şekil 4.135 ve 4.136'da verilmiştir. 1. faz hammaddeleri olan albit, silis kumu ve kaolenin XRD sonuçları Şekil 4.2-4.4'te verildiği için tekrar eklenmemiştir.



Şekil 4.135. Killerin X-ışınları kırınımı grafikleri



Şekil 4.136. Kaolenlerin X-ışınları kırımını grafikleri

Şekil 4.135 ve 4.136'ya bakıldığında reçetede kullanılan killer ve kaolenler; kaolenit, illit ve kuvars fazlarını içermektedir. Şekil 4.135'de killere ait XRD grafikleri incelendiğinde yapıda fazla miktarda kuvars olduğu ve en çok illit içeren kilin MASK-6 olduğu görülmektedir. Şekil 4.136'de ise kaolenlere ait XRD grafikleri incelendiğinde kuvars miktarının düşük olduğu ve sadece CC-31 kaoleninin illit içerdiği görülmektedir.

Bünyelerin hazırlanmasında kullanılan kil ve kaolen grubu hammaddelerindöküm özellikleri Çizelge 4.55'deverilmiştir.

		KİL			KAOLEN	
		ESB AKAS	MASK-6	ETİ	K-2 BULGAR	CC-31
	Litre Ağırlığı (gr/lt)	1708	1725	1706	1729	1650
ŝri	Viskozite (cp)	503	511	459	527	467
ikle	Max. Katı Kon. (%)	67.48	67.11	67.00	68.68	63.69
ell	Optimum Elektrolit (%)	0.28	0.31	0.47	0.28	0.20
Öz	Kuru Küçülme (%)	3.90	4.00	5.30	2.50	2.80
üm	Kuru Muk. (kgf/cm ²)	39.21	43.14	53.15	14.22	12.24
öki	Kalınlık Alma (mm/h)	3.80	4.00	3.30	8.30	8.40
D	Baroid Kalınlık Alma	3.30	3.80	2.90	9.10	13.20
	рН	8.70	8.61	6.96	9.09	9.35

Çizelge 4.55. Killer ve kaolenlerin döküm özellikleri

Çizelge 4.55'de en yüksek kuru mukavemet değerinin ETİ kiline ait olduğu ve bunu MASK-6 kilinin izlediği görülmektedir. Killerin plastiklik derecesi ile kuru mukavemeti doğru orantılıdır. Çamurun plastiklik derecesi döküm sürecinin en önemli parametrelerinden birisidir ve bu plastiklik derecesine, killerin tane boyut ve dağılımı, mineralojik içeriği ve organik miktarı etki etmektedir (Fortuna, 2000). Ürünlerin, döküm işleminin ardından kalıptan alındıktan sonra işlenebilmeleri için, belirli bir plastiklik derecesi ve dış etkenlere karşı direnci olmalıdır. Bunun için de ideal bir mukavemet değerine sahip olması gerekmektedir.

Bünyelerin hazırlanmasında kullanılan kil ve kaolen grubu hammaddelerin pişme özellikleri Çizelge 4.56'daverilmiştir.

			KİL		KAOLEN	
		ESB AKAS	MASK-6	ETİ	K-2 BULGAR	CC-31
	Pişme Sıcaklığı (°C)	1231	1228	1227	1223	1231
	Pișme Rengi	Bej	Bej	Bej	Beyaz	Beyaz
eri	L (Açıklık Koyuluk)	81.60	74.95	74.05	94.51	92.24
likl	A (+ Kırmızılık – Yeşillik)	1.78	2.14	1.94	0.31	0.39
zell	B (+ Sarılık – Mavilik)	18.20	18.80	17.60	5.21	8.65
ë Ö	Pişme Küçülmesi (%)	7.20	7.50	8.70	8.90	11.8
me	Toplam Küçülme (%)	11.1	11.5	14.0	11.4	14.6
Piş	Deformasyon (mm)	7-8	11-12	7-7	15-18	16-16
	Su Emme (%)	4.51	1.56	0.24	10.63	0.10
	Black Care	Yok	Yok	Yok	Yok	Yok

Çizelge 4.56. Killer ve kaolenlerin pişme özellikleri

Çizelge 4.55 ve 4.56'da yer alan sonuçlara göre kaolenler killerden daha yüksek kalınlık alma ve deformasyon değerine sahiptirler. K-2 BULGAR kaoleninin en yüksek su emme değerine sahip olduğu görülmektedir. Bu durum en az miktarda alkali ve toprak alkali içermesinden kaynaklanmaktadır. Kaolenlerin L değerine bakıldığında killerden daha yüksek olduğu görülmektedir. Bunun nedeni ise kaolenlerin Fe₂O₃ ve TiO₂ içeriğinin killere göre düşük olmasıdır.

Bünyelerin hazırlanmasında kullanılan kil ve kaolen grubu hammaddelerintane boyut dağılımları Çizelge 4.57'deverilmiştir.

			KİL		KAOL	KAOLEN	
		ESB AKAS	MASK-6	ETİ	K-2 BULGAR	CC-31	
(+180 μm	0.10	0.06	0.08	0.02	0.04	
/ut (%	-180+90 μm	0.20	0.18	0.22	0.04	0.06	
Boy nı (-90+63 μm	0.41	0.46	0.34	0.08	0.10	
ne ulu	-63+45 μm	0.82	0.80	0.86	0.12	0.16	
Taı Jağ	-45+32 μm	1.26	1.24	1.28	0.38	0.28	
Ι	-32 μm	97.21	97.26	97.22	99.36	99.36	
	d 10	1.643	2.093	1.339	1.158	1.450	
шц	d 50	7.563	9.736	5.242	5.131	6.337	
	d 90	30.576	42.320	21.261	15.561	17.543	

Çizelge 4.57. Killer ve kaolenlerin tane boyut dağılımları

Kil ve kaolenlerin kimyasal içeriklerinde ve tane boyut dağılımlarında farklılıklar olduğu görülmüştür. Çizelge 4.57'deki, Malvern marka Hydro 2000G model lazerli tane boyut dağılım cihazından elde edilen d₁₀, d₅₀ve d₉₀ değerlerine bakıldığında, K-2 ve CC-31 kaolenlerinin, ESB AKAS, MASK-6 ve ETİ killerinden daha düşük tane boyutuna sahip olduğu tespit edilmiştir.

Kil grubu hammaddelere bakıldığında en düşük tane boyutuna sahip kilin ETİ kili olduğu görülmektedir. Çizelge 4.54'e bakıldığında alkali ve toprak alkali (R₂O+RO) miktarları birbirine yakın çıkmıştır ancak, ETİ kilinde bu oran biraz daha fazladır. Killerin tane boyutu ve alkali-toprak alkali içeriğiyle alakalı olarak en yüksek kuru mukavemet, toplam küçülme değerleri ve en düşük deformasyon, su emme değerleri ETİ kilinde görülmüştür.

Kaolen grubu hammaddelerinde ise, K-2 BULGAR kaoleni, killere benzer sonuçlar göstermiştir. Ancak alkali ve toprak alkali (R₂O+RO) içeriği CC-31 kaolenine göre düşük olduğu için toplam küçülme değeri düşük çıkmıştır. Su emme değerlerine bakıldığında da, alkali ve toprak alkali içeriğinin etkisi anlaşılmaktadır.

4.7.6.2. Çamur özellikleri

Seramik sağlık gereçleri 1. faz ve döküm çamurlarının ortalama tane boyutu d_{50} değerleri Çizelge 4.58'de yer almaktadır. Çamurların litre ağırlığı, viskozite ve tiksotropi değerleri Çizelge 4.59'da görülmektedir.

Reçete	1. faz çamurun ortalama tane boyutu, d₅₀ (µm)	Döküm çamurununortalama tane boyutu, d₅₀ (µm)
STD	18.735	10.007
30S-S	20.919	12.683
10S-S	28.891	13.292
30S-K	29.322	11.300
30A-S	32.672	13.200
10S-K	33.277	13.215
30А-К	38.292	12.337
10A-S	38.593	14.217
10A-K	42.846	16.026

Çizelge 4.58. Seramik sağlık gereçleri 1. faz ve döküm çamurlarının tane boyut dağılımları

Çizelge 4.58'de, 1. faz çamurun ortalama tane boyutunun 18.735 ile 42.846 μm arasında değiştiği görülmektedir. Çizelge 4.58'de, silpeps bilya ile sulu ortamda yapılan öğütmenin, malzemenin ufalanmasında daha etkin olduğu görülmektedir. Seramik sağlık gereçleri 1. faz çamurları, ortalama tane boyutlarına göre sıralı olarak verilmiştir. Tane boyutunun etkisinin daha iyi görülebilmesi için bundan sonraki çizelgelerde de bu sıraya uyulmuştur.

Çizelge 4.59. Standart seramik sağlık gereçleri reçetesine göre hazırlanmış olan döküm çamurlarının özellikleri

Pocoto	Litre ağırlığı	Viskozite	Gallenkamp	Tiksotropi
Reçete	(g/lt)	(Brookfield) (cp)	akışkanlığı (°)	(°)
STD	1800	523	315	50
30S-S	1798	491	335	65
10S-S	1795	499	325	55
30S-K	1797	497	330	55
30A-S	1800	493	330	60
10S-K	1797	511	310	60
30A-K	1798	499	325	50
10A-S	1801	499	320	55
10A-K	1798	493	325	50

Çizelge 4.59'da görüldüğü gibi, tane boyutunun seramik sağlık gereçleri üzerindeki etkilerini görebilmemiz için çamurların litre ağırlığı, viskozite ve tiksotropi değerleri birbirine yakın değerlere ayarlanmıştır. Çamurların pH ve sıcaklık değerleri sırasıyla 8.0±0.3 ve 26±2°C olarak ölçülmüştür.

4.7.6.3. Teknolojik özellikler

1200, 1220 ve 1240°C sıcaklıklarında sinterlenmiş olan bünyelerin teknolojik özellikleri Çizelge 4.60-4.62'de sunulmuştur. Bünyelerin teknolojik özelliklerini etkileyen parametrelerden; bünye kompozisyonu, döküm özellikleri ve pişirme rejimleri yapılmış olan denemelerde sabit tutulmuştur. Yapılmış olan çalışmalarda farklılık gösteren parametre ise bünyeleri oluşturan çamurların 1. faz hammaddelerinin tane boyutlarıdır.

Rocoto	Pişme küçülmesi	Su emme	Pişmiş mukavemet
Reçete	(%)	(%)	(kg/cm^2)
STD	6.85±0.10	0.77±0.05	473.87±3.35
30S-S	6.73±0.15	0.98±0.02	397.25±4.10
10S-S	6.70±0.09	0.99±0.02	376.79±3.21
30S-K	6.27±0.21	1.00 ± 0.01	366.57±5.98
30A-S	6.23±0.25	1.01±0.02	362.92±5.70
10S-K	6.15±0.08	1.05±0.06	362.14±3.26
30A-K	6.11±0.21	1.06±0.01	360.39±5.12
10A-S	6.09±0.15	1.09 ± 0.09	358.24±7.33
10A-K	5.98±0.11	1.18±0.03	354.42±4.41

Çizelge 4.60. 1200°C'de pişirilmiş bünyelerin teknolojik özellikleri

Çizelge 4.60'da, 1200°C'de pişirilmiş olan bünyeler için elde edilen sonuçlara göre tane boyutu arttıkça oluşturulan tabletlerin pişme sonrası küçülme değerleri ve pişme mukavemeti değerleri azalmış, su emme değerleri artmıştır.

Reçete	Pişme küçülmesi (%)	Su emme (%)	Pişmiş mukavemet (kg/cm²)	Deformasyon (mm)	Gerçek porozite (%)	Ortalama por çapı (nm)	Yığın yoğunluğu (gr/ml)
STD	8.18 ±0.35	0.19 ±0.02	594.02 ±4.02	20	6.01	171.4	2.31
30S-S	7.89 ±0.14	0.52 ±0.03	507.66 ±6.10	21	11.23	515.2	2.26
10S-S	7.80 ±0.09	0.53 ±0.01	497.93 ±5.12	21	12.22	532.1	2.23
30S-K	7.62 ±0.11	0.62 ±0.04	482.97 ±4.80	22	14.01	549.7	2.22
30A-S	7.56 ±0.22	0.64 ±0.04	389.27 ±4.51	24	14.57	554.5	2.21
10S-K	7.50 ±0.07	0.65 ±0.03	382.98 ±3.20	27	14.71	597.9	2.17
30A-K	7.43 ±0.49	0.66 ±0.06	382.21 ±3.98	29	14.73	649.7	2.17
10A-S	7.25 ±0.18	0.69 ±0.03	380.14 ±5.50	30	14.92	657.4	2.16
10A-K	7.20 ±0.20	0.75 ±0.05	379.55 ±8.80	31	15.65	694.7	2.15

Çizelge 4.61. 1220°C'de pişirilmiş bünyelerin teknolojik özellikleri

Çizelge 4.61'de, 1220°C'de pişirilmiş olan bünyeler için elde edilen sonuçlara göre tane boyutu arttıkça oluşturulan tabletlerin pişme sonrası küçülme, pişmiş mukavemet, deformasyon, yığın yoğunluğu ve ortalama por çapı değerleri azalmış, su emme ve porozite değerleri artmıştır.

Recete	Pişme küçülmesi	Su emme	Pişmiş mukavemet
neçete	(%)	(%)	(kg/cm^2)
STD	10.60±0.61	0.01±0.02	698.60±2.20
30S-S	10.08±0.20	0.30±0.05	617.71±5.90
10S-S	10.07±0.18	0.31±0.05	608.06±4.41
30S-K	9.95±0.10	0.37±0.02	607.74±4.02
30A-S	9.95±0.33	0.41 ± 0.01	605.21±6.60
10S-K	9.82±0.41	0.44 ± 0.06	602.98±3.97
30A-K	9.74±0.20	0.46±0.02	600.95±4.05
10A-S	9.70±0.19	0.49±0.03	594.12±7.01
10A-K	9.54±0.05	0.53±0.03	587.51±5.03

Çizelge 4.62. 1240°C'de pişirilmiş bünyelerin teknolojik özellikleri

Çizelge 4.62'de, 1240°C'de pişirilmiş olan bünyeler için elde edilen sonuçlara göre tane boyutu arttıkça oluşturulan tabletlerin pişme sonrası küçülme ve kırılma mukavemeti değerleri azalmış, su emme değerleri artmıştır.

Sabit üretim koşulları altında pişme küçülmesi ve su emme değerleri, seramik sağlık gereçleri üretimi için kontrol parametrelerini oluşturmaktadır. Pişme küçülmesi testi, seramik sağlık gereçleri ürünlerinin boyut kontrolünde kullanılan en yaygın yöntemdir. Seramik sağlık gereçlerinin teknolojik özellikleri, pişme küçülmesi davranışı ile ilişkilendirilebilmektedir. Seramik ürünlerin pişme küçülmesi özelliklerine birçok faktör etki etmektedir. Bunlardan bazıları; kompozisyonu oluşturan hammaddelerin tane boyutu dağılımları, kimyasal ve mineralojik yapıları, çamurdaki oranları ve firinin pişirme rejimi (sıcaklık ve süre), pişirme sırasında oluşan camsı faz miktarı olarak söylenebilir. Bünyelerin pişme küçülmesi; pişirme esnasında oluşan oluşan sıvı fazın, katı tanelerin etrafını sarması ve kapiler bir etki ile birlikte bünye içerisindeki boşlukları doldurması sonucu gerçekleşmektedir (Sallam ve Chaklader, 1985; Salem vd., 2009).

Çizelge 4.60-4.62 için genel olarak değerlendirme yapılırsa, tane boyutunun küçülmesi ve pişme sıcaklığının artması ile birlikte oluşturulan seramik sağlık gereçleri bünyelerinin pişme sonrası küçülme değerleri artmış ve su emme değerleri azalmıştır. Burada, kompozisyonu oluşturan düşük tane boyutuna sahip tanelerin, daha reaktif oldukları görülmüştür. Aynı bünye

kompozisyonuna sahip, aynı fırın rejiminde pişirilmiş bu bünyelerin pişme küçülmesi değerlerindeki farkın temel sebebi tane boyutudur. İnce tane boyutu ve dağılımına sahip çamurlardan oluşturulan bünyelerde bulunan gözeneklerin daha küçük boyutlarda olduğu ve bunların pişirim sırasında bünyeden daha kolay uzaklaştırıldığı düşünülmektedir. Literatürde bu düşünceyi destekleyen calışmalar yer almaktadır (Arantes vd., 2002; Vilches, 2002; Amoros vd., 2007). Sinterleme süresince sıvı faz oluşumu ile meydana gelen yoğunlaşma ve küçülme; kapilarite ve yüzey gerilimi etkisi ile tanelerin yeniden düzenlenmesi sonucu gözenek miktarının azalmasıyla sağlamaktadır (Baccour vd., 2008; Salem vd., 2009). Tane boyutunun azalması, yüzey alanının artmasına bağlı olarak tanelerin reaktivitesini arttırmaktadır ve bu nedenle sinterlenme prosesi daha etkin bir şekilde gerçekleşmektedir. Buna ek olarak küçük boyutlu tanelerde temas noktasının artmasıyla sinterleme de hızlanmaktadır (Kivitz vd., 2009). Ayrıca civa porozimetresi ile yapılan ölçümlerden, tane boyutunun küçülmesine bağlı olarak, bünyelerin daha fazla yoğunlaştığı yani yığın yoğunluğunun arttığı, gerçek porozitenin azaldığı görülmektedir (Çizelge 4.61). Tane boyutunun küçülmesi ile oluşan sıvı faz, tanelerin yeniden düzenlenmesini paketlenmeyi destekleyerek yüksek yoğunluklu bir ve etkili yapı oluşturmaktadır (Nour ve Awad, 2008). Porozite azaldıkça bünyelerin pişme küçülmeleri ve yığın yoğunlukları artmıştır. Bünyelerin küçülme miktarlarına bağlı olarak porozite ve yoğunluk değerlerindeki değişimi gösteren çalışmalar literatürde yer almaktadır (Orts vd., 1998; Lee ve Yeh, 2008). Ayrıca su emmenin azalması, açık poroziteninazaldığını göstermektedir.

Seramik sağlık gereçleri için pişmiş mukavemet ölçümü ile ilgili bir standart bulunmamaktadır. Mukavemet malzeme içerisindeki atomik bağları koparmak için gereken enerji miktarıdır (Richerson, 1992). Çizelge 4.60-4.62'ye bakıldığında, tane boyutunun küçülmesi ile birlikte oluşturulan seramik sağlık gereçleri bünyelerinin pişme sonrası mukavemet değerleri artmıştır. Endüstriyel pişirim sıcaklığı olan 1220°C'de, 30S-S (d₅₀=20.919 µm) ve 10A-K (d₅₀=42.846 µm) bünyeleri için pişmiş mukavemet değerlerinin sırasıyla, 507.66 kg/cm² ve 379.55 kg/cm²olduğu görülmektedir. Burada tane boyutunun etkisi net bir şekilde görülmektedir. Sinterleme esnasında, tanelerin çözünme

hızı tane boyutuyla ters orantılıdır. Buna göre sinterleme sırasında küçük taneler çözünür ve yok olur; büyük taneler kalır. Bu nedenle mukavemeti büyük taneler etkiler. Porselen bünyelerde mukavemeti etkileyen değişkenlere ilişkin üç farklı hipotez geliştirilmiştir. Bunlar mullit hipotezi, matris güçlendirme hipotezi ve dağılan fazla mukavemet hipotezidir. Mullit hipotezi ilk olarak Zoellner (1908) tarafından ileri sürülmüştür. Porselenlerin mukavemetini tanımlamadaki en eski teorilerden biridir. Mullit hipotezine göre yapıdaki mullit miktarının artması ile mukavemet değeri de artmaktadır. Mullit kristallerinin mükemmel mekaniksel, sürünme, ısıl ve kimyasal özellikleri vardır (Lee ve Iqbal, 2001). Matris güçlendirme hipotezinde, matris (camsı faz) ve dağılmış parçacıklar (kuvars ve alümina gibi) ya da pişirim esnasında şekillenmiş kristalin fazlar (mullit ve kristobalit gibi) arasındaki ısıl genleşme katsayıları farkı camsı fazda güçlü basınç gerilmelerine neden olur. Isıl genleşme uyumsuzluğuna bağlı ısıl basınç gerilmesi porselen bünyelerde mukavemet gelişimine yol açar. Dağılan fazla mukavemet hipotezine göre ise, porselen bünyede camsı fazda bulunan kristal fazlar çatlakların boyutunu sınırlandırarak mukavemeti arttırır (Carty ve Senapati, 1998). Ancak yapılan bazı çalışmalarda, mullit hipotezinde belirtildiğinin aksine yapıdaki mullit miktarının artması ile mukavemet değerin de paralel bir artış gözlenmemiştir. (Kobayashi vd., 1992; Leonelli vd., 2001; Ece ve Nakagawa, 2002; Stathis vd., 2004). Bir çalışmada, mukavemetin mullit faz miktarından bağımsız olduğunu ve gözeneklilik değerinin, mikroyapısal hataların, büyük tanelerin mukavemet üzerinde daha baskın olduğunu belirtmişlerdir (Zanelli vd., 2004). Çizelge 4.60-4.62'de, tane boyutunun artmasına bağlı olarak, bünyelerin su emme değerlerinin artması ve pişme küçülmesi değerlerinin azalmasıyla birlikte mukavemet değerlerinin azaldığı görülmüştür. Bünyelerde kırılma mukavemetine etki eden önemli parametrelerdenbiri, mikroyapılarında bulunan porozitedir. Çizelge 4.60-4.62'deki bünyelerde, mikroyapıda kalan porların ve kaba tanelerin çatlak başlangıcını kolaylaştırarak kırılma mukavemetiniolumsuz etkilediği görülmektedir. Porselen bünyelerin mukavemeti; porozite düştükçe ve yükselmektedir. Teorik olarak maksimumkırılıma yoğunluk arttıkça mukavemeti mikroyapıdaki tüm porların elimine edilmesiyle sağlanabilir (Leonelli vd., 2001; Das ve Dana, 2003; Stathis vd., 2004; Gil vd., 2006; Sivaldo

vd., 2008).Ayrıca, Çizelge 4.66'da görülen kalıntı kuvars miktarının ve boyutunun artması da, bünyelerinpişmiş mukavemet değerinin azalmasına neden olmuştur. Hem literatürdeki hem de yapılançalışmalar değerlendirildiğinde, seramik bünyelerin kırılma mukavemetideğeri, bünye mikroyapısında bulunan kalıntı kuvars miktarı ve boyutu, porozitemiktarı, şekli ve boyutundan etkilenmektedir.

Çizelge 4.61'deki gerçek porozite ve pişmiş mukavemet değerleri birlikte değerlendirilirse, ince taneboyutuna sahip olan bünyelerde gerçek porozite değerinin azaldığı görülmüştür. Endüstriyel pişirim sıcaklığı olan 1220°C'de, 30S-S (d₅₀=12.683 μm) ve 10A-K (d₅₀=16.026 μm) bünyeleri için gerçek porozite değerlerinin sırasıyla, % 11.23 ve % 15.65olduğu görülmektedir. Burada, tane boyutunun artması ile camlaşma oranı azalırken gözenekliliğin arttığı ve pişmiş mukavemet değerinin de bu durumdan dolayı düştüğü anlaşılmaktadır. Dolayısıyla tane boyutunun azaltılması ile bünyedeki kalıntı kuvars tanelerinin boyutlarının ve miktarının düşürüldüğü ve buna bağlı olarak kırılma mukavemeti değerlerinde artış sağlandığı görülmektedir (Şekil 4.151, Çizelge 4.66). Bunun nedeni soğutma esnasında daha küçük tane boyutuna sahip kuvars içeren bünyelerde $\beta \rightarrow \alpha$ kuvars polimorfik dönüşümü kaynaklı mikroçatlakların daha küçük ve az miktarda olmasıdır. Literatürde, kompozisyonda yer alan kuvarsın, başlangıç tane boyutunun düşürülmesi ile bünyelerin mekanik özelliklerinin arttığını gösteren çalışmalar bulunmaktadır (Ece ve Nakagawa, 2002; Zeuberas ve Riella, 2002; Stathis vd., 2004; Souza vd., 2006; Bragança vd., 2006; Mukhopadhyay vd., 2006; Stubna vd., 2007; Junior vd., 2008). Ayrıca mukavemet değerlerini etkilemiş olan diğer nedenler de yapısal kusurlardan kaynaklı olabilir. Seramik sağlık gereçleri bünyelerinde oluşan makro boyuttaki hatalar büyük ölçüde şekillendirme süreci esnasında ortaya çıkar (Richerson, 1992). Bunlar poroziteler, çatlaklar, kalıntılar ve üretim sırasında oluşan iri taneler olarak sayılabilir. Bu tip hatalar çatlak başlangıç bölgelerini oluşturarak malzemenin mukavemetini düşürürler. Gevrek seramik malzemelerdeki gözenekler gerilmenin yoğunlaştığı bölgelerdir ve gözenekteki gerilme kritik bir değere ulaştığında çatlak oluşumu başlar ve ilerler. Şekil

değiştirme boyunca enerji soğuran süreç olmadığı için çatlak ilerlemesi kırılma oluncaya kadar devam eder (Smith, 2001).

Çizelge 4.61'de,endüstriyel pişirim sıcaklığı olan 1220°C'de, 30S-S (d₅₀=20.919 μm) ve 10A-K (d₅₀=42.846 μm) bünyeleri için deformasyon değerlerinin sırasıyla, 21 mm ve 31mm olduğu görülmektedir. Tane boyutu, sinterleme prosesini etkileyerek ürünün yoğunlaşma sıcaklığını etkilemekte ve deformasyon davranışını değiştirmektedir. Tane boyutu küçüldükçe, yapı daha etkin bir şekilde karıştırılabildiğinden daha homojen bir mikroyapı elde edilmektedir. Bu nedenle, tane boyutu daha küçük olan bünyelerde daha düsük deformasyon gözlenmiştir. Deformasyon seramik bünyenin pişirim esnasında kendi ağırlığı altında deforme olmasıdır. Seramik sağlık gereçleri bünyeleri büyük boyutlu ve karmaşık şekilli olmalarından dolayı ham veya pişmiş halde kendi kütlesini taşıyabilmeli ve pişirim esnasında oluşan deformasyonlara karşı dirençli olmalıdır (Kingery, 1960). Seramik bünyelerde deformasyonu, kuvars gibi büyük parçacık boyutuna sahip hammaddeler etkilemektedir. Kuvars, sinterleme esnasında iskelet yapıyı oluşturarak deformasyonu azaltır. Ayrıca, feldispatik camdaki silikanın çözünmesi ile gerçekleşen mikroyapısal gelişim için de gereklidir. Ancak çoğu zaman çözünmemiş kuvars, soğuma prosesi esnasında meydana gelen $\beta \rightarrow \alpha$ kuvars dönüşümünün bir sonucu olarak mekanik özelliklerde oluşan bozulmalardan sorumludur (Carty ve Senapati, 1998). Bünyelerin göstermiş olduğu deformasyon davranışları, bünyelerde pişirim sürecinde gelişen camsı fazın viskozitesi ve miktarının yanı sıra kalıntıolarak bulunan faz miktarları ile de yakından iliskilidir. Cizelge 4.66'da yer alan kalıntı kuvars miktarının ve boyutunun, bünyelerin mukavemet ve deformasyon üzerindeki etkisi Çizelge 4.61'de net bir şekilde görülebilmektedir. Ürünün pişirimsırasındaki deformasyon direncinin artırılması, camsı faz viskozitesindeki artışlamümkündür. Camsı fazın viskozitesini, çözünen kuvars miktarı ile sinterlemesırasında gelişen ve kalıntı olarak bulunan kristal faz miktarı etkilemektedir. Seramik bünyelerde sinterlemenin son evresinde kuvarsın bir kısmı gelişencamsı faz içerisinde çözünür. Kuvarsın çözünmesi camsı fazdaki silika miktarınıve dolayısıyla camın viskozitesini arttırır. Deformasyon yüksek sıcaklıkta oluşan camsı fazın miktarından daha ziyade

viskozitesine bağlı olarak değişir ve artan viskoziteyle deformasyon azalır. Kuvars partikülleri camsı faz içerisinde çözündüğünde, camsı faz içerisindeki SiO₂ miktarı artar ve camsı fazın vizkozitesinin artmasına neden olur (Rambaldi vd., 2007). Bu nedenle kuvars tane boyutunun azalmasıyla kuvars partiküllerinin daha fazla çözünmesi beklendiğinden camsı fazın vizkozitesinin artması ve piroplastik deformasyonun azalması beklenir. Bu çalışmada beklenildiği üzere azalan tane boyutuna bağlı olarak kalıntı kuvars miktarının ve boyutunun azaldığı Şekil 4.151 ve Çizelge 4.66'da görülmekte ve dolayısıyla camsı faz içinde çözünmüş olan kuvarsın arttığı düşünülmektedir. En düşük tane boyutuna sahip olan STD bünyesinin pişirim sonrası içerdiği kalıntı kuvars miktarı en az olduğundan, en düşük miktarda deformasyona sahiptir.

Çizelge 4.63-4.65'de, pişmiş seramik sağlık gereçleri numunelerinin kolorimetrik analiz sonuçları görülmektedir.

				Renk				
Reçete		Bisküvi			Sır			
	L	а	b	L	а	b	Δe	
STD	83.83	2.41	10.32	90.65	-0.24	0.65	1.32	
30S-S	84.49	2.16	10.41	90.81	-0.28	0.68	1.41	
10S-S	84.08	2.86	12.22	91.20	-0.24	0.80	1.75	
30S-K	84.52	2.54	11.32	90.96	-0.27	0.86	1.65	
30A-S	85.48	2.37	9.98	91.44	-0.35	0.65	1.81	
10S-K	87.02	2.45	10.64	90.95	-0.17	1.08	1.84	
30А-К	87.43	2.39	10.24	91.83	-0.60	0.30	1.96	
10A-S	86.68	2.26	11.11	91.70	-0.44	0.56	1.95	
10A-K	86.81	2.76	11.21	91.86	-0.47	0.55	2.09	

Çizelge 4.63. 1200°C'de pişirilmiş sağlık gereçleri bünyelerinin kolorimetrik analiz sonuçları

Çizelge 4.63'de, aynı kompozisyona sahip ve aynı fırın rejiminde pişirilmiş olan bünyelerin bisküvi yüzeylerinin, L(parlaklık) değerlerinin, azalan tane boyutuyla birlikte düştüğü görülmektedir. Bünyelerin parlaklığı temel olarak hammadde kompozisyonuna bağlıdır. Kompozisyonda Fe₂O₃ ve TiO₂ gibi renklendirici oksitlerin yer alması pişme sonrasında bünyelerin parlaklık (L) değerlerini düşürürken, sarılık (b) değerlerini artırmaktadır. FeO'in pişme sürecinde camsı faz içerisine girmesi bünyelerin L değerlerini önemli ölçüde düşürmektedir. Bu çalışmadaki reçetelerin bileşimi aynı olduğundan, renk değerlerindeki değişime Fe₂O₃ ve TiO₂gibi safsızlıkların yanısıra, pişirme sırasında oluşan kristallerin miktarının da etki ettiği düşünülmektedir. Bünyede yer alan mullit ve kuvars kristal fazlarının miktarının artmasıyla birlikte bünyelerin beyazlık (L) değerleri azalmakta sarılık (b) değerleri düşmektedir. Çünkü kristal fazlar bünyelere opaklık kazandırmaktadır. Mullit kristallerinin boyutları kalıntı kuvars tanelerinden daha küçük olduğu için opaklığa etkisi daha fazladır. Sonuç olarak, tane boyutunun azalması ile birlikte, bünyelerin vitrifikasyon derecesindeki artış ve kompozisyonda yer alan Fe₂O₃ ve TiO₂ gibi safsızlıkların etkilerinin artması sonucuL değerinde düşüş gözlenmiştir (Das ve Dana, 2003). Bünyelerin sırlı yüzeylerine bakıldığında, tane boyutunun artması ile Δ e değerinin arttığı görülmüştür. Seramik sağlık gereçlerinde renk kalitesi için, Δ e değerinin 1'in üzerinde olması, istenmeyen bir durumdur.

	Renk								
Reçete		Bisküvi			Si	r			
	L	а	b	L	а	b	Δe		
STD	77.38	0.95	10.12	90.83	-0.49	0.15	1.00		
30S-S	77.38	0.95	10.12	90.62	-0.43	0.42	1.07		
10S-S	83.80	2.94	13.65	90.64	-0.31	0.54	1.20		
30S-K	83.27	2.59	12.20	90.90	-0.37	0.53	1.33		
30A-S	84.70	2.22	9.91	91.10	-0.50	0.23	1.28		
10S-K	85.61	2.30	12.11	91.12	-0.49	0.25	1.30		
30A-K	85.64	2.26	11.90	91.09	-0.42	0.59	1.49		
10A-S	86.42	2.35	10.81	91.17	-0.34	0.59	1.57		
10A-K	86.85	2.29	10.78	90.73	-0.21	0.83	1.51		

Çizelge 4.64. 1220°C'de pişirilmiş sağlık gereçleri bünyelerinin kolorimetrik analiz sonuçları

Çizelge 4.64'deki, işletmenin standart pişirme sıcaklığı olan 1220°C'de pişmiş olan bünyelerinkolorimetrik analiz sonuçları incelendiğinde, L ve Δ e değerleri için 1200°C'deki durum ile benzerlik gözlenmiştir. Bu sonuç aynı nedenlere bağlanabilir. 1220°C'de STD bünyesinin Δ e değeri, seramik sağlık gereçleri renk kalitesi açısından uygun değere ulaşmıştır.

				Renk				
Reçete		Bisküvi			Sır			
	L	а	b	L	а	b	Δe	
STD	77.36	0.95	10.12	90.36	-0.64	-0.21	0.82	
30S-S	77.38	0.95	10.12	90.95	-0.53	0.07	1.06	
10S-S	81.08	2.51	12.10	90.96	-0.51	0.12	1.10	
30S-K	82.92	2.86	13.41	90.97	-0.57	0.09	1.09	
30A-S	81.60	2.30	12.02	90.98	-0.62	0.23	1.16	
10S-K	83.31	2.26	11.29	90.84	-0.30	0.53	1.31	
30A-K	84.49	2.41	12.42	91.14	-0.46	0.30	1.35	
10A-S	85.89	2.42	10.94	91.19	-0.49	0.24	1.36	
10A-K	85.95	2.33	11.72	91.03	-0.34	0.45	1.37	

Çizelge 4.65. 1240°C'de pişirilmiş sağlık gereçleri bünyelerinin kolorimetrik analiz sonuçları

Çizelge 4.65'de, diğer pişirim sıcaklıklarında gözlenendurumlara benzer sonuçlar gözlenmiştir. Pişirim sıcaklığının yeterli gelmemesinden dolayı, STD bünyesi dışındaki bünyeler için Δe değeri 1'in altına düşmemiştir.

Daha önce yapılan çalışmalarda, pişirme sıcaklıklarının artması sonucu vitrifikasyon artmış ve kompozisyonu oluşturan hammaddelerde bulunan Fe₂O₃ ve TiO₂ gibi rengi etkileyen oksitlerin etkileri yükselmiştir. Buna bağlı olarak bünyelerin Ldeğerleri düşmüştür (Das ve Dana, 2003). Çizelge 4.63-4.65'e bakıldığında, sıcaklık artışına bağlı olarak bünyelerin bisküvi yüzeylerinin L değerinin düştüğü görülmektedir.

4.7.6.4. Isıl davranış (TG/DTA)

Sekil 4.137-4.145'de seramik sağlık gereçleri bünyelerinin **TG-DTA** termogramları görülmektedir. Ölçümlerde tepe sıcaklığı 1300°C'ye ayarlanmışve 10°C/dakika ısıtma oranı kullanılmıştır. Grafikler genel olarak incelendiğinde, tane boyutunun artmasına bağlı olarak, bünyelerin sinterlenmesi esnasında gerçekleşen reaksiyonların sıcaklıklarında az da olsa artış gözlenmiştir.

Seramik sağlık gereçleri bünyelerinin sinterlenmesi, viskoz akış sinterleme mekanizması ile gerçekleşmektedir. Viskoz akış sinterleme mekanizmasında bünyelerin yoğunlaşmasını etkileyen önemli parametreler yüzey gerilimi, viskozite ve tane boyutudur. Bünyelerin küçülme değerleri yüzey gerilimi ile doğru orantılı, viskozite ve tane boyutu ile ters orantılı olarak değişmektedir (Kingery, 1975). Tane boyutunun düşürülmesi ile bünyelerde daha fazla yoğunlaşma sağlanabilmektedir. Oluşan sıvı fazın miktarı ve kompozisyonu öğütme derecesine ve hammaddelerim kimyasal kompozisyonlarına bağlıdır. İnce öğütme ve iyi karıştırma camsı fazın oluşum sıcaklığını da düşürmektedir (Kingery, 1975; Sallam ve Chaklader, 1985; Paganelli, 2002; Vilches, 2002). Literatürde tane boyutunun düşürülmesi sonucunda porselen bünyelerin sinterleme sıcaklıklarının düşürülebildiğini gösteren çalışmalar bulunmaktadır (Dağ, 2009; Kivitz vd., 2009).



Şekil 4.137. STD bünyesinin TG-DTA termogramları

Şekil 4.137'deki TG eğrisi incelendiğinde, standart sağlık gereçleri bünyesinin (STD) 1300°C'ye kadarki toplam kütle kaybının %6.44 olduğu görülmektedir. DTA eğrisinde, metakaolinin (Al₂O₃·2SiO₂) oluşumunu gösteren endotermik pik 577.0°C'de ve mullitin ekzotermik kristalizasyon piki 999.0°C'de olduğu görülmektedir. 1217.8°C'de, mullit kristalleri, feldispat tanelerinin kalıntıları içinde prizmatik kristaller olarak büyüyor.



Şekil 4.138. 30S-S bünyesinin TG-DTA termogramları

Şekil 4.138'deki TG eğrisi incelendiğinde, 30S-S bünyesinin 1300°C'ye kadarki toplam kütle kaybının %5.89 olduğu görülmektedir. DTA eğrisinde, metakaolinin (Al₂O₃·2SiO₂) oluşumunu gösteren endotermik pik 580.0°C'de ve mullitin ekzotermik kristalizasyon piki 1000.0°C'de olduğu görülmektedir. 1218°C'de, mullit kristalleri, feldispat tanelerinin kalıntıları içinde prizmatik kristaller olarak büyüyor.



Şekil 4.139. 10S-S bünyesinin TG-DTA termogramları

Şekil 4.139'daki TG eğrisi incelendiğinde, 10S-S bünyesinin 1300°C'ye kadarki toplam kütle kaybının %5.97 olduğu görülmektedir. DTA eğrisinde, metakaolinin (Al₂O₃·2SiO₂) oluşumunu gösteren endotermik pik 582.0°C'de ve mullitin ekzotermik kristalizasyon piki 1000.0°C'de olduğu görülmektedir. 1218.2°C'de, mullit kristalleri, feldispat tanelerinin kalıntıları içinde prizmatik kristaller olarak büyüyor.



Şekil 4.140. 30S-K bünyesinin TG-DTA termogramları

Şekil 4.140'daki TG eğrisi incelendiğinde, 30S-K bünyesinin 1300°C'ye kadarki toplam kütle kaybının %6.06 olduğu görülmektedir. DTA eğrisinde, metakaolinin (Al₂O₃·2SiO₂) oluşumunu gösteren endotermik pik 580.0°C'de ve mullitin ekzotermik kristalizasyon piki 1001.0°C'de olduğu görülmektedir. 1218.3°C'de, mullit kristalleri, feldispat tanelerinin kalıntıları içinde prizmatik kristaller olarak büyüyor.



Şekil 4.141. 30A-S bünyesinin TG-DTA termogramları

Şekil 4.141'deki TG eğrisi incelendiğinde, 30A-S bünyesinin 1300°C'ye kadarki toplam kütle kaybının %5.95 olduğu görülmektedir. DTA eğrisinde, metakaolinin (Al₂O₃·2SiO₂) oluşumunu gösteren endotermik pik 582.1°C'de ve mullitin ekzotermik kristalizasyon piki 1000.0°C'de olduğu görülmektedir. 1218.5°C'de, mullit kristalleri, feldispat tanelerinin kalıntıları içinde prizmatik kristaller olarak büyüyor.



Şekil 4.142. 10S-K bünyesinin TG-DTA termogramları

Şekil 4.142'deki TG eğrisi incelendiğinde, 10S-K bünyesinin 1300°C'ye kadarki toplam kütle kaybının %6.05 olduğu görülmektedir. DTA eğrisinde, metakaolinin (Al₂O₃·2SiO₂) oluşumunu gösteren endotermik pik 582.0°C'de ve mullitin ekzotermik kristalizasyon piki 1000.0°C'de olduğu görülmektedir. 1218.6°C'de, mullit kristalleri, feldispat tanelerinin kalıntıları içinde prizmatik kristaller olarak büyüyor.



Şekil 4.143. 30A-K bünyesinin TG-DTA termogramları

Şekil 4.143'deki TG eğrisi incelendiğinde, 30A-K bünyesinin 1300°C'ye kadarki toplam kütle kaybının %5.91 olduğu görülmektedir. DTA eğrisinde, metakaolinin (Al₂O₃·2SiO₂) oluşumunu gösteren endotermik pik 583.0°C'de ve mullitin ekzotermik kristalizasyon piki 1000.0°C'de olduğu görülmektedir. 1218.8°C'de, mullit kristalleri, feldispat tanelerinin kalıntıları içinde prizmatik kristaller olarak büyüyor.



Şekil 4.144. 10A-S bünyesinin TG-DTA termogramları

Şekil 4.144'deki TG eğrisi incelendiğinde, 10A-S bünyesinin 1300°C'ye kadarki toplam kütle kaybının %6.03 olduğu görülmektedir. DTA eğrisinde, metakaolinin (Al₂O₃·2SiO₂) oluşumunu gösteren endotermik pik 582.0°C'de ve mullitin ekzotermik kristalizasyon piki 1000.0°C'de olduğu görülmektedir. 1218.8°C'de, mullit kristalleri, feldispat tanelerinin kalıntıları içinde prizmatik kristaller olarak büyüyor.



Şekil 4.145. 10A-K bünyesinin TG-DTA termogramları

Şekil 4.145'deki TG eğrisi incelendiğinde, 10A-K bünyesinin 1300°C'ye kadarki toplam kütle kaybının %5.96 olduğu görülmektedir. DTA eğrisinde, metakaolinin (Al₂O₃·2SiO₂) oluşumunu gösteren endotermik pik 582.2°C'de ve mullitin ekzotermik kristalizasyon piki 1002.0°C'de olduğu görülmektedir. 1218.9°C'de, mullit kristalleri, feldispat tanelerinin kalıntıları içinde prizmatik kristaller olarak büyüyor.

Şekil 4.137-4.145'de görüldüğü gibi 10°C/dakika ısıtma oranıyla 1300°C'de sinterlenmiş olan seramik sağlık gereçleri bünyelerinin TG eğrilerinden elde edilen kütle kayıpları değerleri yakın çıkmıştır.

Şekil 4.137-4.145'de görülen TG-DTA termogramları için şu genel değerlendirmeler yapılabilir;

20-200°C arasındaki endotermik pik (kütle kayıpları %0.25-0.40), kristallerin yüzeylerine ve ince porozitelere fiziksel olarak bağlanmış suyun uzaklaştığını göstrerir. Bir de TG'de 20-200°C'deki %0.25-0.40'lik bu kütle kaybı organik maddelerin çok küçük bir miktarının ve fiziksel bağlı suyun uzaklaştığı göstermektedir. Ayrıca TG eğrilerinde fiziksel bağlı suyun çok yavaş uzaklaştığı görülmektedir.

TG eğrilerinde, 400-800°C arasında sırasıyla kristal su kaybı ve karbonatların bozunması reaksiyonları gerçekleşmiştir (kütle kayıpları %5.15-5.54).

DTA'daki 577-583°C'deki endotermik pik, metakaolinin (Al₂O₃·2SiO₂) oluşumuna yol açan silikat latisin suyunun uzaklaşmasını ve kuvarsın allotropik dönüşümü yani α kuvarstan β kuvarsa dönüşüm pikidir. Bu dönüşümde küçük hacim değişiklikleri olur.

$$Al_{2}O_{3} \cdot 2SiO_{2} \cdot 2H_{2}O \xrightarrow{577-583^{\circ}C} Al_{2}O_{3} \cdot 2SiO_{2} + 2H_{2}O^{\uparrow}$$

950-1000°C arasında metakaolinitin dönüşümüne bağlı olarak spinel tip yapıların ve serbest amorf silikanın oluştuğu söylenebilir.

$$3(Al_2O_3 \cdot 2SiO_2) \xrightarrow{950-1000^{\circ}C} 0.282Al_8(Al_{13.33}\emptyset_{2.66})O_{32} + 6SiO_2$$

ya da

$$3(Al_2O_3 \cdot 2SiO_2) \xrightarrow{950-1000^{\circ}C} 0.562Si_8(Al_{10.67} \not 0_{5.33})O_{32} + 3SiO_2$$

Ø sembolü boşluğu temsil etmektedir. Bir γ -alümina tip faz (0.282Al₈(Al_{13.33}Ø_{2.66})O₃₂ ve bir alüminosilikat spinel (0.562Si₈(Al_{10.67}Ø_{5.33})O₃₂) reaksiyon ürünü olarak tahmin edilebilir. Reaksiyon ürünü olan silika amorftur.

DTA'daki 999-1002°C'deki ekzotermik pik latisin ayrışması ve kararsız spinel tip fazdan mullitin kristalizasyonu olarak nitelendirilebilir.

$$0.282 \text{Al}_8(\text{Al}_{13.33} \not 0_{2.66}) \text{O}_{32} \xrightarrow{999-1002^\circ \text{C}} 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 + 4\text{SiO}_2$$

ya da

$$0.562Si_8(Al_{10.67} \not 0_{5.33}) O_{32} \xrightarrow{999-1002^{\circ}C} 3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 + 4SiO_2$$

Yaklaşık 1200°C'de, silika-kuvars ayrışmasının sonunda ergiyik doygun hale geliyor ve kuvars-kristobalit dönüşümü başlıyor.

DTA'da 1217.8-1218.9°C'de sinterleme esnasındaki endotermik etki, yoğunlaşmanın orta aşamasındaki feldispattan kaynaklanan sıvı fazın oluşumuna bağlıdır. Mullit kristalleri, feldispat tanelerinin kalıntıları içinde prizmatik kristaller olarak büyüyor. (Baumgart vd., 1984; Carty ve Senepati, 1998; Zanelli vd., 2004; Schneider vd., 2008; Martin vd., 2010).

Seramik sağlık gereçleri bünyelerinin pişirme sırasındaki boyutsal değişimleri termomekanik analiz(TMA) cihazı kullanarak incelenmiştir (Şekil 4.146–4.149). Ölçümler 10°C/dk hızile 1300°C'ye çıkılarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.146. STD bünyesine ait TMA analizi ile elde edilmişsıcaklığa karşı küçülme eğrisi



Şekil 4.147. 30S-K bünyesine ait TMA analizi ile elde edilmişsıcaklığa karşı küçülme eğrisi



Şekil 4.148. 10S-K bünyesine ait TMA analizi ile elde edilmişsıcaklığa karşı küçülme eğrisi



Şekil 4.149. 10A-S bünyesine ait TMA analizi ile elde edilmişsıcaklığa karşı küçülme eğrisi

TMA eğrilerinden de görüldüğü üzere tane boyutu azaldıkça, bünyelerinpişme küçülmesi değerleri artmaktadır. Bünyelerin sıcaklık karşısında göstermişoldukları küçülme davranışlarını destekleyen benzer sonuçlar küçülme tayini sonuçlarında elde edilmiştir (Çizelge 4.60-4.62). TMA analizlerinden eldeedilmişolan diğer önemli bir veride bünyelerin 10 gr yük altında göstermiş olduklarıküçülme değerleridir. 10 gr yük altında, tane boyutunun azalmasına bağlı olarak bünyelerin daha fazla küçüldüğü görülmektedir. Bünyelerin yük altında gösterdikleri boyutsal değişimile yük

uygulanmadan gösterdikleri boyutsal değişim arasındaki fark düşük taneboyutuna sahip bünyelerde daha fazladır. Bünyelerin boyutsal değişimindeki bu farka, tane boyutuna bağlı olarak, sinterleme esnasında oluşan sıvı fazın miktarındaki ve viskozite değerindeki değişiminneden olabileceği düşünülmektedir. Ayrıca yük altındaki bünyelerde, daha düşük sıcaklıklarda küçülme davranışı da gözlenmiştir. Yapılan bir çalışmada, düşük tane boyutuna sahip bünyelerin boyutsal değişimdeki artışın nedenini, sinterleme esnasında oluşan sıvı faz miktarının artması ve vişkozitesinindüşmesine bağlamışlardır (Dondi vd., 2003; Küçüker, 2009).

4.7.6.5. Faz gelişimi

Tüm seramik sağlık gereçleri bünyelerinin XRD analizleri Philips X'Pert PRO MPD marka XRD cihazındayapılmıştır. 1220°C'de sinterlenmişbünyelerin XRD analizleri sonucunda, Şekil 4.150'deki fazlar saptanmıştır.



Şekil 4.150. 1220°C'de pişmiş seramik sağlık gereçleri bünyelerinin XRD analiz grafikleri

1220°C'de pişirilmiş olan bünyelerin içerdiği fazlar XRD cihazı ile analiz edilmiş ve bünyelerin kuvars (Q), mullit (M) ve camsı fazdan oluştuğu belirlenmiştir (Şekil4.150). Artık bir faz olan kuvars ana faz olarak yapıda bulunurken mullit fazı sinterleme sırasında başlangıç kompozisyonunda bulunan kil minerallerinden gelişmektedir. Tane boyutunun azalması ile birlikte, mullit kristallerinin pik şiddetlerinde fark görülmezken, kalıntı kuvarsın şiddetinde azalma görülmüştür. Dolayısıyla, camsı fazı temsil eden ve 15-30° arasında bulunan tümseğin arttığı görülmektedir.

Öğütmenin etkisiyle daha küçük tane boyutundan dolayı reaktivitenin artması ve mullit (Al₂(Al_{2+2x}Si_{2-2x})O_{10-x}) fazının miktarında artış beklenmektedir. Numunelerin XRD paternlerinde fazların pik şiddetleri göreceli olarakkıyaslandığında mullit fazının miktarının önemli derecede değişmediği gözlenmiştir. Tane boyutunun küçülmesine bağlı olarak kuvars piklerinin şiddetinde çok az miktarda düşüş tespit edilmiştir. Bünyelerin su emme değerlerindeki düşüşün nedeni, artan öğütme süresine bağlı olarak kalıntı kuvarsın azalması ve camsı fazın artmasına bağlıdır. Kalıntı kuvarsın miktar ve boyutunun azaldığı, Çizelge 4.66'da görülmektedir.

4.7.6.6. Mikroyapı analizi

1220°C'de pişirilmiş olan seramik sağlık gereçleri bünyelerindeki kalıntı kuvarsın miktarına, hammadde tane boyutunun etkileri, polarizan mikroskop ve Gwyddion 2.22 programı kullanılarak tespit edilmiştir. Şekil 4.151'de, bünyeler arasındaki farkın daha iyi görülebilmesi için, en az ve en çok kalıntı kuvars içeren bünyelerin Gwyddion 2.22 programında işlenmiş ince kesit fotoğrafları konulmuştur.



Şekil 4.151. 1220°C'de pişirilmiş olan STD ve 10A-K bünyelerinin işlenmiş ince kesit fotoğrafları

Polarizan mikroskop yardımıyla bünyelere ait ince kesitler incelendiğinde, bağımsız bir şekilde, gerek kristal faz (kuvars) gerekse matriks faz içerisinde yer alan siyah renge sahip opak mineraller ve kahverenginin tonlarında mineraller göze çarpmıştır. Bunlardan siyah renkli opak mineral olan manyetit, kahverengi tonlardaki mineral ise hematit olarak tanımlanmıştır. Bünyelerde seyrek olarak gözlenen bu kirlilik Çizelge 4.54'deki hammaddelere ait kimyasal analiz sonuçlarında görülen Fe₂O₃'ten kaynaklanmaktadır. Ayrıca, 1. faz hammaddelerin tane boyutunun küçülmesi ile birlikte, bünyelerde, daha ince
tane boyutuna ve homojen bir dağılıma sahip kalıntı kuvars taneleri gözlemlenmektedir. İnce kesit fotoğraflarını desteklemek için Gwyddion 2.22 programı kullanılmış ve sonuçlar Çizelge 4.66'da verilmiştir.

Reçete	Ortalama tane boyutu (µm)	Miktar (%)
STD	3.22±0.18	13.24±2.31
30S-S	3.30±0.05	13.34±3.06
10S-S	3.28±0.13	13.51±0.36
30S-K	3.33±0.21	13.66±1.22
30A-S	3.24±0.31	13.62±1.90
10S-K	3.31±0.04	14.40 ± 1.02
30A-K	3.46±0.12	14.75±0.23
10A-S	3.35±0.18	15.87±2.60
10A-K	4.23±0.47	16.98±0.83

Çizelge 4.66. 1220°C'de pişirilmiş olan seramik sağlık gereçleri bünyelerindeki kalıntı kuvarsın özellikleri

1. faz hammaddelerin tane boyutu arttıkça bünyelerde ortaya çıkan kalıntı kuvars boyutunda ve miktarında artış görülmüştür (Çizelge 4.58 ve Çizelge 4.66). Farkın daha iyi anlaşılabilmesi için STD ve 10A-K bünyeleri göz önüne alındığında, 1. faz için ortalama tane boyutları (d_{50}) sırasıyla 18.735 µm ve 42.846µm'dir. Kalıntı kuvars miktarına bakıldığında STD bünyesi için % 13.24 iken 10A-K bünyesinde bu değer % 16.98'e ulaşmıştır. Diğer taraftan, kalıntı kuvarsın ortalama tane boyutundaki değişim, 1. faz hammaddelerin tane boyutu ile aynı doğrultuda değişmemiştir. Bunun nedeni de öğütme koşullarından kaynaklı olarak, farklı tane boyutlarına ve şekillerine sahip hammaddelerin, bünyelerin sinterlenmesi esnasında birbirleri ile farklı reaksiyonlar göstermesine bağlanabilir. Kuvars tanelerinin boyutunun porselenlerde mukavemeti etkileyen en önemli faktör olduğu çeşitli calısmalarda belirtilmektedir (Stathis vd., 2004; Bragança vd., 2006). Kuvars tane boyutu mukavemeti iki farklı açıdan etkilemektedir. Bunlar, doğrudan camsı fazda basma gerilimleri oluşturması ve dolaylı olarak mikroyapıyı geliştirmesidir.

1220°C'de pişirilmişseramik sağlık gereçleri bünyelerinde gözlenen pişme küçülmesindeki değişimlerin ve yoğunlaşmanın, direkt olarak tanelerin paketlenmesinden etkilendiği ve pişirim sonrasında farklı por dağılımları ve boyutlarına sahip mikroyapıların oluşmasına neden olduğu düşünülmüştür. Bu nedenle 1220°C'de pişirilmiş olan seramik sağlık gereçleri bünyelerinin kırık yüzeyinden alınan ikincil elektron görüntüleri SEM cihazı ile incelenmiştir. Bünyelerin ikincil elektron görüntüleri Şekil 4.152-4.169'dayer almaktadır.



Şekil 4.152. 1220°C'de pişmiş STD bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü (C: Camsı faz, P: Porozite, K: Kalıntı kuvars)



Şekil 4.153. 1220°C'de pişmiş 30S-S bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü (C: Camsı faz, P: Porozite, K: Kalıntı kuvars)



Şekil 4.154. 1220°C'de pişmiş 10S-S bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü (C: Camsı faz, P: Porozite, K: Kalıntı kuvars)



Şekil 4.155. 1220°C'de pişmiş 30S-K bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü (C: Camsı faz, P: Porozite, K: Kalıntı kuvars)



Şekil 4.156. 1220°C'de pişmiş 30A-S bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü (C: Camsı faz, P: Porozite, K: Kalıntı kuvars)



Şekil 4.157. 1220°C'de pişmiş 10S-K bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü (C: Camsı faz, P: Porozite, K: Kalıntı kuvars)



Şekil 4.158. 1220°C'de pişmiş 30A-K bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü (C: Camsı faz, P: Porozite, K: Kalıntı kuvars)



Şekil 4.159. 1220°C'de pişmiş 10A-S bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü (C: Camsı faz, P: Porozite, K: Kalıntı kuvars)



Şekil 4.160. 1220°C'de pişmiş 10A-K bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü (C: Camsı faz, P: Porozite, K: Kalıntı kuvars)

Oluşturulan bünyelerin mikroyapıları tipik bir seramik sağlık gereçleri bünyesinde bulunan matris fazı oluşturan camsı faz, düzensiz şekilde kuvars taneleri ve porlar içermektedir. Tane boyutunun azalmasıyla birlikte mikroyapıda değişimler gözlenmiştir. 10A-K bünyesinde daha iri ve düzensiz por dağılımı mevcut iken,1. faz tane boyutu daha düşükolan bünyelerde ise por boyutunun önemli derecede azaldığı ve porların homojen olarak tüm yapıda dağıldığı görülmüştür.

Bünyelerin mikroyapılarında bulunan diğer bir faz da, yapılan EDX analizi sonucunda alüminyum ve silisyumca zengin mullit kristalleri olduğu tespit edilmiştir.

Seramik bünyelerde tane boyut dağılımının mikroyapı özelliklerine etkisi çeşitli çalışmalarda ele alınmıştır (Sanchez vd., 2010). Bir çalışmada, por boyutunun direkt olarak yaş paketlenmeyle ilgili olarak değiştiği, iri tane boyutuna sahip hammaddelerle oluşturulan bünyelerde, az miktarda ancak geniş porların olduğu, öğütme süresi arttırıldığında ise küçük ama daha fazla porların oluştuğu belirtilmiştir (Amoros vd., 2007). Tane boyutu azaldıkça, por boyutunda ve dağılımında görülen bu değişikliğin bünyelerin mekaniksel özelliklerini olumlu yönde etkilediği görülmüştür. 1220°C'de pişirilmiş olan standart bünyenin (STD) pişmiş mukavemeti594.02 kg/cm² iken, hammaddelerin tane boyutu artışına bağlı olarak, 379.55 kg/cm² (10A-K bünyesi için) değerine kadar düşmüştür (Çizelge 4.61). Tane boyutunun artmasına bağlı olarak mukavemet değerlerindeki düşüş, diğer sinterlenme sıcaklıklarında da gözlenmiştir.



0ksit	1	2
SiO ₂	55.02	61.88
Al ₂ O ₃	40.45	32.65
Fe ₂ O ₃	1.81	1.15
Na ₂ 0	1.85	2.83
K ₂ 0	0.86	1.48
Ca0	-	-

Şekil 4.161. 1220°C'de pişmiş STD bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü ve EDX analizi (ağırlıkça %)

Şekil 4.161'de, 2 noktası etrafındaki alan, çözünmeye başlamış kuvars çevresindeki silisyumca zengin sıvı faz olarak tanımlanabilir. Şekilde, camsı fazın kapiler etkiyle boşlukları doldurması sonucu boyutları 5 µm'den küçük olan kapalı porlar görülmektedir.

a lour a	Oksit	1	2	22
and a closed	SiO ₂	51.87	64.89	
1 2 2	Al ₂ O ₃	42.3 <mark>5</mark>	25.22	
	Fe ₂ O ₃	1.78	1.73	
	Na ₂ O	3.20	4.91	
son principal	K ₂ O	0.79	1.11	
and the set	CaO	<u>+</u>	2.15	

Şekil 4.162. 1220°C'de pişmiş 30S-S bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü ve EDX analizi (ağırlıkça %)

Şekil 4.162'de tane sınırlarında bağımsız ve birleşik porlar görülmektedir.

	Oksit	1	2
STA-Stan A	SiO ₂	86.87	65.89
2	Al ₂ O ₃	10.17	25.96
	Fe ₂ O ₃	0.58	1.06
in the second second	Na ₂ O	2.00	5.85
	K ₂ O	0.19	1.25
	CaO	0.18	-

Şekil 4.163. 1220°C'de pişmiş 10S-S bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü ve EDX analizi (ağırlıkça %)

Şekil 4.163'de tane sınırlarında bağımsız ve birleşik porlar görülmektedir.

	Oksit	1	2	
	SiO ₂	69.86	54.29	
	Al ₂ O ₃	25.31	37.34	
A con	Fe ₂ O ₃	0.67	1.49	
1 A Cart	Na ₂ O	2.69	3.70	
all the same	K ₂ O	1.22	1.43	
and the	CaO	0.25	1.75	
1 Prover Pro	2			
a la faite de la	1 Jum			

Şekil 4.164. 1220°C'de pişmiş 30S-K bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü ve EDX analizi (ağırlıkça %)

Şekil 4.164'de tane sınırlarında bireysel porlar azalmaya başlamış ve birleşik porlar artmıştır.

an and the Differ	Oksit	1	2
	SiO ₂	64.47	51.79
	Al ₂ O ₃	28.25	42.69
	Fe ₂ O ₃	1.46	1.33
2 2	Na ₂ O	4.59	3.05
	K ₂ O	1.23	0.95
	CaO	(4)	0.20
The second secon			

Şekil 4.165. 1220°C'de pişmiş 30A-S bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü ve EDX analizi (ağırlıkça %)

Şekil 4.165'de tane sınırlarında bağımsız ve birleşik porlar görülmektedir.

	Oksit	1	2
S ARCA	SiO ₂	46.39	55.43
	Al ₂ O ₃	41.42	39.28
and a class	Fe ₂ O ₃	1.57	1.71
2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2	Na ₂ O	4.94	0.29
	K ₂ O	0.54	1.94
	CaO	5.14	1.36

Şekil 4.166. 1220°C'de pişmiş 10S-K bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü ve EDX analizi (ağırlıkça %)

Şekil 4.166'da net olarak küboidal şekilli mullit kristalleri görülmektedir. Malzeme bireysel porlardan oluşuyor. Yer yer tane sınırlarında birleşik porlarda görülmektedir. Pişirilmemiş bünyede sadece kil aglomereleri ve feldspatça zengin bölgeler gibi farklı kompozisyona sahip mikro-bölgeler yer almaktadır. Bu bölgelerin boyutu ve yapı içerisindeki dağılımı farklı türlerde mullit kristallerinin oluşumuna sebep olmaktadır. Kil aglomerelerinden oluşan mullitler küboidal şekillidir ve "birincil mullitler" olarak adlandırılırlar. Saf killerin dekompozisyonu sonucu oluşur. Kübik ya da düşük boy/en oranlı (13:1) kristallerdir ve 1100-1200°C'den sonra oluşur. Saf kaolenin meta kaolene (Al₂O₃.2SiO₂) dönüşümü sırasında oluşur. Al₂O₃/SiO₂mullit oranının 2:1 olması beklenir. Çünkü kristallenme silikaca zengin cam fazda oluşur. Daha yüksek sıcaklıklara ulaşınca yüksek aspekt oranlı ikincil mullit kristalleri oluşmaktadır (Lee ve Iqbal, 2001).



Şekil 4.167. 1220°C'de pişmiş 30A-K bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü ve EDX analizi (ağırlıkça %)

Şekil 4.167'de tane sınırlarında çoğunlukla faz sınırlarında birleşik porlar ve kalıntı kuvars taneleri görülmektedir.

Total States	Oksit	1	2
and the second second	SiO ₂	66.78	51.44
and the second second	Al ₂ O ₃	27.01	42.35
	Fe ₂ O ₃	1.33	1.82
	Na ₂ O	3.64	3.69
	K ₂ O	1.10	0.70
	CaO	0.13	-

Şekil 4.168. 1220°C'de pişmiş 10A-S bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü ve EDX analizi (ağırlıkça %)

Şekil 4.168'de tane sınırlarında çoğunlukla faz sınırlarında birleşik porlar ve kalıntı kuvars taneleri görülmektedir.



Oksit	1	2
SiO ₂	49.12	63.52
Al ₂ O ₃	41.80	28.88
Fe ₂ O ₃	1.22	1.73
Na ₂ 0	5.67	4.71
K ₂ O	0.61	1.10
CaO	1.59	0.05

Şekil 4.169. 1220°C'de pişmiş 10A-K bünyesine ait kırık yüzeyden alınan ikincil elektron görüntüsü ve EDX analizi (ağırlıkça %)

Şekil 4.169'da tane sınırlarında çoğunlukla faz sınırlarında büyük boyutlu birleşik görülmektedir.

Genel olarak yapılarda gözlenen, açık porozite; ince ve birbirine bağlanmış düzensiz şekillerden, kapalı porozite ise; tekil, büyük ve küresel şekillerden oluşmaktadır. Kingery (1960), sinterleme esnasında iki farklı adım tespit etmiştir. İlk adımda açık porozitelerde azalma gözlenir ve bu adım bünyelerin küçülmelerindeki artış ile de alakalıdır. Sinterleme prosesi, açık poroziteler tamamen yok olmadan sonlanmaz. İkinci adımda seramik bünyede küçük ve kapanmış porozitelerin birleşmesi olarak ifade edilebilir. Seramik bünyeler yoğunlaşma eğilimindeyken, herbir porozite içerisindeki yüzey enerjisi kuvvetleri negatif bir basıncın artmasına sebep olur. Ancak, Şekil 4.152-4.160'daki SEM görüntülerinden, bünyelerde tam olarak açık poroziteler yok olmadan önce kapalı porozitelerin oluştuğu görülmektedir. Bu davranış, sıvı fazın viskozitesindeki değişimden kaynaklı olarak, hem sıvı faz içerisindeki kuvars çözeltisi ve hem de mullit kristalizasyonuna bağlıdır. Bu nedenle açık porozitelerin uzaklaşması gecikmiştir. Seramik bünyelerin kırılma özelliklerine etki eden bir önemli bir parametre mikroyapılarında bulunan porozitedir. Porselen bünyelerin mukavemeti porozite düştükçe ve yoğunluk arttıkça yükselmektedir. Birbirine bağlanmış porlar mukavemeti düşürürken bağımsız oluşmuş küresel porlar mukavemeti artırmaktadır (Stathis vd., 2004; Gil vd., 2006). Bünyelerde oluşan camsı faz miktarının artması bünyelerin mekanik özelliklerini iyileştirmektedir (Carbajal vd., 2007). Bu veriler, farklı tane boyutuna sahip seramik sağlık gereçleri bünyelerinin; su emme, pişme küçülmesi ve kırılma mukavemeti değerleri üzerine daha önceki bölümlerde yapılan yorumları desteklemektedir. Tane boyutu büyüdükçe bünyelerde oluşan camsı fazın miktarı azalmış, kalıntı kuvars miktarı ile boyutu artmış ve dolayısıyla su emme değerleri artmıştır. Bu durum bünyelerin mukavemet değerlerinin azalmasına neden olmuştur. Literatürde bu durumu destekleyen çalışmalar mevcuttur (Esposito vd., 2005; Mukhopadhyay vd., 2006; Tucci vd., 2007).

4.8. Kinetik Model Parametreleri İle Seramik Sağlık Gereçleri Bünyelerinin Teknolojik Özelliği (Pişmiş Mukavemet, d90) Arasındaki İlişkini Araştırılması

Doğrusal olmayan regresyon, istatistik bilimde gözlemi yapılan verilerin bir veya birden fazla bağımsız değişkenin model parametrelerinin doğrusal olmayan bileşiği olan ve bir veya daha çok sayıda bağımsız değişken ihtiva eden bir fonksiyonla modelleştirilmesini içeren bir regresyon (bağlanım) analizi türüdür. Veriler arka-arkaya yapılan yaklaşımlarla kurulan modele uydurularak çözümleme yapılır.

Bu bölümde, ideal koşullardan elde edilmiş olan kinetik model parametreleri $(a_T, \alpha, \Phi_j, \gamma)$, hammaddelerin d₉₀ değerleri ve seramik sağlık gereçleri bünyelerinin pişmiş mukavemet değerleri kullanılarak doğrusal olmayan regresyon modeli kurulduktan sonra, deneysel sonuçlardan elde edilmiş verilerle karşılaştırılmıştır. Doğrusal olmayan regresyon modellerinde model parametreleri doğrusal değildir ancak bağımsız değişkenler doğrusal ya da doğrusal olmayan yapıda olabilir. Doğrusal olmamanın iki kaynağı vardır.

Doğrusal olmama durumu, modelin geometrisinden veya model parametrelerinden kaynaklanmaktadır (Seber ve Wild, 1989).

Yapılan çalışmaların ilk etabında kinetik model parametreleri ile deneylerde kullanılan hammaddelerden elde edilen seramik sağlık gereçleri bünyesinin kalitesinin belirlenmesinde büyük etkinliği olan pişme mukavemeti değeri (PM) arasında birebir ilişkiler ortaya konulmuş ve Şekil 4.170-4.172'de sırasıyla verilmiştir.



Şekil 4.170. Albit için kinetik model parametreleri ile pişme mukavemeti arasındaki ilişkiler

Şekil 4.170'de, kinetik modele ait parametreler (a_T , α , Φ_j , γ) ile pişme mukavemeti arasında kuvvetli bir ilişki bulunmamıştır. İnce tane boyutlarında yapılan öğütme çalışmalarından elde edilen parametrelerle pişme mukavemeti arasındaki ilişkinin bulunmamasının sebebi, albit tanelerinin pişme mukavemeti ile kırılma ve dağılım parametreleri arasındaki ilişkiyi temsil etme kabiliyetinin olmamasından kaynaklanmaktadır. Ayrıca hem silpeps hem de alümina bilyaya göre araştırılan bu ilişkinin her bir bilya türü ile ilişkileri de farklı olabilir. Her bilya türünün öğütme sırasında taneler üzerine uyguladığı kuvvet türü ve miktarı farklı olmaktadır.



Şekil 4.171. Silis kumu için kinetik model parametreleri ile pişme mukavemeti arasındaki ilişkiler

Silis kumu ile yapılan çalışmalarda ise a_T ve pişme mukavemeti arasında yüksek bir regresyon katsayısı elde edilmiştir (Şekil 4.171). Buradaki pişme mukavemeti değerleriyle a_T değerleri arasındaki ilişkinin temel sebebi, seramik malzemelerde iskelet yapıyı oluşturan kuvarsın kırılma hızı sonucunda elde edilen tanelerin dağılımını iyi temsil etmesinden kaynaklandığı söylenebilir. Şekil 4.171'de görüldüğü üzere silpeps bilya ile alümina bilya türü için elde edilen kinetik model parametrelerinin kümelenmeleri farklı bölgelerdedir. Ancak özgül kırılma hız parametresi olan a_T için kümelenme, iki farklı nokta için bir doğru üzerinde temsil edilmiştir. Bunun sebebi ise, kırılma hızlarının iki farklı bilya türü için aynı kırılma davranışları için asgari ve azami değerler arasında olmasından kaynaklanmaktadır.



Şekil 4.172. Kaolen için kinetik model parametreleri ile pişme mukavemeti arasındaki ilişkiler

Kaolen örneği için yapılan regresyon analizlerinde ise a_T ile pişme mukavemeti ve α ile pişme mukavemeti arasındaki ilişkilerin kuvvetli bir regresyon katsayısına sahip olduğu belirlenmiştir. Buradaki temel sebep, topaklanmış kaolen tanelerinin hızlı bir şekilde her iki bilya türüne göre benzer kırılma davranışı göstererek alt boyutlara inmesi ve her iki bilya türü için iki farklı noktada kümelenmeyi temsil eden yüksek korelasyonlu bir ilişkinin pişme mukavemeti değerleri ile paralellik göstermesi söylenebilir. İnce malzeme oranının seramik bünyedeki etkisini doğrudan yansıttığını görmekteyiz.

Elde edilen ilişkilerden ortak parametreler için denklemler doğrusal olmayan regresyon tekniği ile tekrar düzenlenmiştir. Daha sonra birbirleriyle ilişkileri bulunan kırılma hızı parametreleri olan a_T , α ve seramik ürünün kalitesi üzerinde etkin olan her bir hammadde için d₉₀- a_t ile pişme mukavemeti arasında korelasyonu yüksek model oluşturulmuş ve Şekil 4.173 ve 4.174'de gösterilmiştir. Bununla birlikte elde edilen modelle için denklem ve anlamlılık ilişkileride Eşitlik 4.20 ve 4.21'de sunulmuştur.

Doğrusal olmayan regresyon analizi ile ortaya konulan Eşitlik 4.20 ve 4.21 denklemleri kullanılarak, ölçülen değerlere yakın tahminlerde bulunulmuştur.



Şekil 4.173. *a*_T, α ve PMmodeline dayanan anlamlılık ilişkisi

$$PM = (0.550 \times \alpha^{1.124}) \times (337 \times a_T^{0.439})$$
(4.20)

Her üç numune için pişme mukavemeti ile a_T , α değerleri arasındaki ilişkinin varlığının olup olmadığını tespit etmek ve resresyonun güvenilirliğini ortaya koymak için, doğrusal olmayan regresyon tekniği ile geliştirilen model yüksek korelasyon (R² = 0.8216) katsayısıyla bulunmuştur. Burada kırılma hızı parametreleriyle (a_T , α) pişme mukavemeti arasında bir ilişkinin olduğu açıkca görülmektedir. Çünkü öğütme sonucunda elde edilen üründen meydana getirilen seramik sağlık gereçlerinde tane boyut dağılımının etkisini, kırılma hızı parametreleriyle Şekil 4.173 ispatlamaktadır.



Şekil 4.174. *a*_T, d₉₀ ve PMmodeline dayanan anlamlılık ilişkisi

$$PM = 341.43 \times a_T^{0.854 \times d_{90}^{-0.17}}$$
(4.21)

Şekil 4.174'de ise α yerine seramik sağlık gereçlerinde kullanılan üç hammaddenin (1. faz hammaddeler) tane boyut dağılımını nitelendiren d₉₀ tane boyutunun kırılma hızına bağlı pişme mukavemetine etkilerinin ortaya konması açısından büyük bir göstergedir.

5. SONUÇ

Bu tez calısmasında, Çanakcılar Seramik San. ve Tic. A.S.'den temin edilmiş olan ve seramik sağlık gereçleri bünye üretiminde 1. faz hammadde olarak kullanılan albit, silis kumu ve kaolen örneklerinin kesikli öğütme kosullarında öğütülebilirlik özellikleri, bir kinetik model kullanılarak araştırılmışve öğütme ile seramik sağlık gereçlerinin kalitesi üzerine etkisi ileincelenmiştir. Literatürde, öğütme parametreleri (öğütücü ortam cinsi dahil) ve öğütme metodu (klasik bilyalı değirmen) bakımından değerlendirildiğinde -106 mikron altı tane boyutları için kırılma hızı ve kümülatif dağılım fonksiyonu ile ilgili bir çalışma bulunmamaktadır. Önerilen öğütme çalışmalarının dayandırıldığı kinetik model ile ilgili mikronize tane boyutlarında (-106+90, -90+75, -75+63, -63+45 mikron) herhangi bir çalışma olmaması bu çalışmaya özgünlük katmaktadır. Ayrıca, öğütme çalışmaları büyük çoğunlukla kuru ortamda yapılmış ve yaş öğütme üzerine detaylıaraştırma yapılmamıştır. Bunun yanında öğütme aşamasında öğütücü ortam çeşitliliği de fazla araştırılmamıştır. Bu yüzden özellikle yaş öğütmede demir bileşimli öğütücü ortamdan kaynaklanan kirlenme olasılığı düşünülerek bu tip öğütücü ortam kullanılması ve araştırılması gereksiz görülmüştür. Bu nedenle çalışmada şimdiye kadar araştırılmamış bir konu olan seramik hammaddelerin silpeps bilya türü öğütücü ortam kullanılarak daha verimli ve etkin öğütmenin yapılabilirliği ve malzemelerin öğütme esnasında kirlenmesininsöz konusu olmadığı ortaya konmuştur.

Albit, silis kumu ve kaolenin Standart Bond değirmeninde yapılan sınama boyutu 0.106 mm olan Bond Öğütülebilirlik Testi sonucunda iş indeksleri sırasıyla 13.27, 18.74 ve 10.20 kWh/t; sınama boyutu 0.063 mm alındığında iseiş indeksi değerleri sırasıyla 16.43, 33.66 ve 12.27 kWh/t olarak bulunmuştur. Bu sonuçlara göre öğütülmesi en zor olan mineralin silis kumu olduğu görülmekte, daha sonra ise albit ve kaolen gelmektedir. Bu sonuçlara göre, örneklerin iş indeksi değerleri ile Mohs sertlik skalası değerlerinin paralellik gösterdiği anlaşılmıştır. Ayrıca öğütülebilirlik, malzemenin kristal

yapısı, bu yapının içindeki kristal ve fiziksel yapı bozuklukları ile de ilişkilendirilebilir.

Albit, silis kumu ve kaolen örneklerinin kırılma hız fonksiyonlarının belirlenmesi için oluşturulan grafiklerde, Si değerlerinin ya da ardeğerinin büyük olması, daha etkin bir kırılmanın olacağı ve orijinal parçanın daha çabuk alt boyuta indirgeneceği anlamına gelmektedir. Bütün koşullardaki çalışmalardan elde edilen deneysel verilerin a_T değerleri incelendiğinde, kaolenin yaş ve kuru öğütme deneylerinden elde edilen kırılma hızlarının, albit ve silis kumuna göre yüksek olduğu tespit edilmiştir. Kaolenin kırılma hızının yüksek olmasının sebebi SEM fotoğraflarında (Şekil 4.13-4.16) görüldüğü gibi aglomere olmuş (topaklanmış) yaklaşık 10 µm boyutundaki tanelerin, öğütme işlemi ile hızlı bir biçimde alt boyutlara indiği şeklinde açıklanabilir. Albit örneğinin kırılma hızları ise silis kumuna göre daha yüksektir. Bunun sebebi, Şekil 4.5-4.8'de görüldüğü gibi, albit genelde dilinim yüzeyleri boyunca kırılma göstermektedir. Dilinim, kristalde zayıf bölge anlamına gelmektedir ve kırılma esnasında kristalin ilk ayrılacağı sınırlardır. Kuvarsta ise dilinim yoktur. Bu nedenle kırılmanın düzensiz olduğu gözlenmiştir (Şekil 4.9-4.12). Kuvarsta kırılmaya etken olarak, düzensiz gelişmiş çatlaklar ve mineral kristal kafes boyutuna yakın tane büyüklüklerine sahip olmasından kaynaklanan bir durum söz konusudur. Albit örneğinde, kırılmanın daha çok dilinim yüzeylerince olması kırılma hızının silis kumuna göre daha yüksek olması ile sonuçlanmıştır. Bu sonuçlar Bond iş indeksinde elde edilen sonuçları doğrular niteliktedir.

 Φ_j değerinin artması, en üst boyutların bir alt boyuta daha hızlı kırılacağını ifade etmektedir. Albit, silis kumu ve kaolen örneklerinin, bütün koşullardaki çalışmalardan elde edilen deneysel verilerin Φ_j değerleri incelendiğinde, kaolenin Φ_j değerinin, albit ve silis kumuna göre yüksek olduğu tespit edilmiştir. Kaolenin SEM görüntüleri incelendiğinde, 10 µm boyutundaki tanelerin topaklanması ile oluşan yapısının, öğütmenin etkisi ile hızlı bir şekilde dağılması ve malzemenin alt boyutlara inmesi sağlanmış ve yüksek Φ_j değerleri elde edilmiştir.

 γ değerinin büyük olması, ince malzeme miktarının az olduğunu gösterir. Albit, silis kumu ve kaolen örneklerinin, bütün koşullardaki çalışmalardan elde edilen deneysel verilerin γ değerleri incelendiğinde, kuru öğütmede ince malzeme oranı en çok albit numunelerinde, yaş öğütmede ise kaolende bulunmaktadır. Kaolenin kuru öğütülmesi esnasında, tane boyutunun küçülmesine bağlı olarak, katıyı bir arada tutan bağ kuvvetlerinin artması neticesinde, kaolen taneleri topaklanmış, ayrıca içerisinde safsızlık olarak bulunan kuvarsın öğütülememesi sonucunda γ değerleri albite göre daha yüksek çıkmıştır. Yaş öğütmede ise kaoleni oluşturan ince taneli yapının su ile dağılması sonucunda γ değerleri azalmıştır.

Aynı boyutta bilya kullanılarak ve aynı öğütme şartları altında, malzemeyi sulu ortamda öğütmenin kuru öğütmeye göre daha yüksek a_T ve Φ_j değerleri sağladığı görülmektedir. Su, ince tanelerin topaklanmasını ve bilyaların kaplanmasını önleyerek, yavaşlama etkisini önlemekle beraber, bilyaların mekanik etkisinin tanelere daha iyi nakledilmesini sağlamaktadır. Böylece daha yüksek kırılma hızları elde edilmektedir (Austin vd., 1984). Ayrıca kırılma hızlarının artmasına, suda iri kalıntıların çökmesine bağlı olarak değirmende öğütme işlevinin başlıca üst boyuta uygulanması da sebep gösterilebilir.

Aynı boyutta bilya kullanılarak ve aynı öğütme şartları altında, silpeps bilyanın alümina bilyaya göre, daha etkin bir kırılma sağladığı sonucuna varılmıştır. Silpepslerin, alümina bilyalara göre önemli bir avantajı olarak, küresel alümina bilyalarbirbirleriyle tek noktadan temas sağlarken, silpepslerinyüzeysel, çizgisel ve nokta teması sağlamaları söylenebilir (Yılmaz, 2004).Çalışmalarda kullanılan silpeplerinalümina bilyalara göre geometrik özellikleri yanında daha başka avantajları da vardır. Öğütmede öğütücü ortamın birim hacme uyguladığı ağırlıkdeğirmenlerde kapasite ve verimliliği etkileyen önemli bir faktördür. Çizelge 3.5 incelendiğinde, silpeps bilyanın özgül ağırlığının, alümina bilyadan yaklaşık 1.82 kat daha fazla olduğu görülmektedir. Bu da malzemenin kırılma hızını arttıran bir durumdur. Seebach (1969), kuru öğütme koşullarında çimento klinkeri üzerinde yaptığı çalışmalardabilya yoğunluğu ile kırılma hızı arasında doğrusal bir ilişki olduğunu bulmuştur. Değirmeninçektigi güç de bilya

yoğunluğu ile doğrudan orantılıdır. Yoğunluğu düşük bilyalardan oluşanöğütücü ortam ile gerçekleştirilen öğütme koşullarında değirmenin çektigi güç düşmekte vekapasite azalmaktadır. Silpepslerin öğütülen malzeme ile maksimum teması sağlayan, alümina bilyaya göre büyük yüzey alanınasahip olması ve cevher tanelerini kırabilmek için gereklienerjiyi yaratabilecek ağırlığa sahip olması öğütme ortamı için yüksek performans kriterlerini yerine getirmektedir.

30 mm ve 10 mm çapında bilya kullanılarak yapılan öğütme çalışmalarında, a_T değerlerine göre, 30 mm çapındaki bilyalar ile elde edilen kırılma hızlarının 10 mm çapındaki bilyalardan daha yüksek olduğu tespit edilmiştir.

Öğütme ürünlerinin standart reçeteye uygun olarak karıştırılması ile elde edilen seramik sağlık gereçleri çamurunun tane boyutununazalmasına bağlıolarak, pişmiş bünyelerindaha fazla yoğunlaştığı görülmüştür. Bunun sonucu olarak bünyelerin pişme sonrası küçülme, yoğunlukdeğerleri artmış, su emme ve porozite değerleri düşmüştür.

Seramik sağlık gereçleri bünyelerinin sırlı ve sırsız yüzeylerinin renk değerleri incelendiğinde, tane boyutunun artmasına bağlı olarak renk değerleri olumsuz olarak etkilenmiştir. Ayrıca değirmende demir içerikli bilyaların kirletici etkisi olacağı yaygın olarak düşünülmektedir. Bu çalışmada silpeps bilya ve alümina bilya ile elde edilen bünyelerin renk değerleri incelendiğinde, silpeps bilyanın, bünyelerin renk özelliklerine olumsuz bir etkisi olmadığı görülmektedir. Bünyelerin EDX analizi sonuçlarından (Şekil 4.161-4.169), silpeps bilyanın Fe₂O₃ değerini etkilemediği de anlaşılmaktadır.

Bünyeleri oluşturan 1. faz çamurların tane boyutu azaldıkça bünyelerin mikroyapılarında gözlenen porozite miktarı ve boyutu, kalıntı kuvars miktarıdüşmüştür. Bundan dolayı küçük tane boyutuna sahip bünyelerde, daha yüksek kırılma mukavemeti değerleri elde edilmiştir. Literatür incelendiğinde, kinetik modele dayalı öğütme çalışmalarından elde edilen kırılma hızı parametreleri olan a_T , α ile seramik ürünlerin kalitesi üzerinde etkin oland90- a_T ile pişme mukavemeti arasındaki ilişkiyi tanımlayan bir denkleme rastlanmamıştır. Yapılan bu tez çalışması kapsamında, doğrusal olmayan regresyon analizi ile oluşturulan denklemler ile sadece kinetik modele dayalı öğütme çalışmalarından model parametreleri elde edilerek, seramik üretimi için ayrıca zaman harcamadan, üretilecek ürünlerin pişme mukavemeti hakkında bilgi sahibi olmak mümkün olmaktadır.



KAYNAKLAR

- Agrafiotis, C., Tsoutsos, T., 2001. Energy Saving Technologies in the European Ceramic Sector: a Systematic Review. Applied Thermal Engineering, 21, 1231-1249.
- Amoros, J.L., Orts, M.J., Garcia-Ten, J., Gozalbo, A., Sanchez, E., 2007. Effect of the Green Porous Texture on Porcelain Tile Properties. Journal of the European Ceramic Society, 27, 2295–2301.
- Amoros, J.L., Orts, M.J., Mestre, S., Garcia-Ten, J., Feliu, C., 2010. Porous Single-Fired Wall Tile Bodies: Influence of Quartz Particle Size on Tile Properties. Journal of the European Ceramic Society, 30, 17-28.
- Anaç, S., 1988. Cevher Hazırlamada Öğütme İlkeleri. SEGEM, Ankara.
- Arantes, F.J.S., Galesi, D.F., Quinteiro, E., Boschi, A., 2002. Closed Porosity in Porcelain Tile. Qualicer 2002, 3-6 March, Castellon, Spain, 139-142.
- Aras, A., 2009. Bazı Kayaçların Mekanik Özellikleri ile Öğütülebilirliğinin İlişkilendirilmesi. Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 113s, Konya.
- Austin, L.G., Klimpel, R.R., Luckie, P.T., Rogers, R.S.C., 1982. Simulation of Grinding Circuits for Design. Design and Installation of Communitation Circuits (301-324), AIME, 1022, New York.
- Austin, L.G., Klimpel, R.R., Luckie, P.T., 1984. Process Engineering of Size Reduction: Ball Milling. AIME, 561, New York.
- Austin, L.G., Shoji, K., Bahatia, V.K., Jindal, V., Savage, K., Klimpel, R.R., 1976. Some Results on the Description of the Size Reduction as a Rate Process in Various Mill. Industrial & Engineering Chemistry Process Design and Development, 15, 187-196.
- Austin, L.G., Yıldırım, K., 1988. Two Stage Ball Mill Circut Simulator. The Mineral Processing Section, The Mineral Engineering Department, The Pennsylvania State University, University Park, PA 16802.
- Baccour, H., Medhioub, M., Jamoussi, F., Mhiri, T., 2008. Densification Behaviour of a Red Firing Tunisian Triassic Clay. American Journal of Applied Sciences, 5, 263-269.
- Baumgart, W., Dunham, A.C., Amstutz, G.C., 1984. Process Mineralogy of Ceramic Materials. Ferdinand Enke, 223p, Stuttgart.
- Bolin, Z., Haiyan, Q., 2011. Effect of Grinding Media Shape on Breakage Parameters of Cement Clinkers. China Powder Science and Technology, 17(3), 44-46,50.

- Bragança, S.R., Bergmann, C.P., Hübner, H., 2006. Effect of Quartz Particle Size on the Strength of Triaxial Porcelain. Journal of the European Ceramic Society, 26, 3761-3768.
- Bragança, S.R., Bergmann, C.P., 2003. A View of Whitewares Mechanical Strength and Microstructure. Ceramics International, 29, 801-806.
- Carbajal, L., Rubio-Marcos, F., Bengochea, M. A., Fernandez, J. F., 2007. Properties Related Phase Evolution in Porcelain Ceramics. Journal of the European Ceramic Society, 27, 4065–4069.
- Carter, C.B., Norton, M.G., 2007. Ceramic Materials: Science and Engineering. Springer Science and Business Media, 716p, New York.
- Carty, W.M., Senepati, U., 1998. Porcelain-Raw Materials, Processing, Phase Evolution, and Mechanical Behavior. Journal of the American Ceramic Society, 81, 3-20.
- Cloos, U., 1983. Cylpebs: an Alternative to Balls of Grinding Media. World Mining, 10/83, 59.
- Dağ, P., 2009. Sağlık Gereçlerinde Kompozisyon Değişimlerinin Sinterleme Üzerine Etkileri. Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 136s, Eskişehir.
- Das, S.K., Dana, K., 2003. Differences in Densification Behaviour of K- and Na-Feldspar Containing Porcelain Bodies. Thermochimica Acta, 406, 199-206.
- Deniz, V., 2012. The Effects of Ball Filling and Ball Diameter on Kinetic Breakage Parameters of Barite Powder. Advanced Powder Technology, 23(5), 640-646.
- Dondi, M., Guarini, G., Raimando, M., Salucci, F., 2003. Influence of Mineralogy and Particle Size on the Technological Properties of Ball Clays for Porcelainized Stoneware Tiles. Tile & Brick International, 19, 76-85.
- Devlet Planlama Teşkilatı (DPT), 2001. Madencilik Özel İhtisas Komisyonu Raporu (Kuvars Kumu-Kuvarsit-Kuvars). Erişim Tarihi: 09.09.2015.

http://www.kalkinma.gov.tr/Lists/zel%20htisas%20Komisyonu%20Ra porlar/Attachments/136/oik624.pdf

- Ece, Ö.I., Nakagawa, Z., 2002. Bending Strength of Porcelains. Ceramic International, 28, 131-140.
- Ekinci, B., Ece, Ö.I., Esenli, F., Özdamar, Ş., 2009. Düvertepe (Balıkesir) Kaolin (+/- Alunit) Oluşumlarının Jeolojik, Mineralojik ve Jeokimyasal İncelemesi. 14. Ulusal Kil Sempozyumu, 1-2 Ekim, Trabzon, 106-118.

- Ersoy, N.M., Kesim, B., 2011. Hızlandırılmış Yaşlandırma Sonrası Farklı Porselen Laminate Veneerlerin Renk Değişimine Kompozit Rezin Simanların Etkisi. SÜ Dişhekimliği Fakültesi Dergisi, 20, 165-172.
- Esposito, L., Salem, A., Tucci, A., Gualtieri, A., Jazayeri, S. H., 2005. The Use of Nepheline-Syenite in a Body Mix for Porcelain Stoneware Tiles. Ceramic International, 31, 233-240.
- Eurofel, 2011. Feldspar. Erişim Tarihi: 18.02.2016.

http://www.imaeurope.eu/sites/imaeurope.edu/files/minerals/Feldspa r_An-WEB-2011.pdf

- Fortuna, D., 2000. Raw and Secondary Materials. Ceramic Technology Sanitaryware, Gruppo Editorialle Feanza Editrice S.P.A, 176, Feanza.
- Gil, C., Peiro, M.C., Gomez, J.J., Chiva, L., Cersueleo, E., Carda, J.B., 2006. Study of Porosity in Porcelain Tile Bodies. Qualicer 2006, 12-15 February, Castellon, Spain, 43-48.
- Haner, S., Haner, B., 2014. Vitrifiye Üretiminde Vollastonit Kullanımı, Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, 1(2), 45-53.
- Herbst, J.A., Fuerstenau, D.W., 1972. Influence of Mill Speed and Ball Loading on the Parameters of the Batch Grinding Equation. Tran. AIME, 252: 169-176, New York.
- Herbst, J.A., Chairman, A., 1981. Comminution and Energy Conservation. Dept. of Energy, Nationals Materials Advisory Board, Commitee on Comminution and Energy Consumption, Publication NM+FB-364, National Academy Press, Washington, USA.
- İpek, H., Ucbaş, Y., Yekeler, M., Hoşten, Ç., 2005. Dry Grinding Kinetics of Binary Mixtures of Ceramic Raw Materials by Bond Milling. Ceramics International, 31, 1065-1071.
- İpek, H., 2006. The Effects of Grinding Media Shape on Breakage Rate. Minerals Engineering, 19, 91-93.
- Junior, A.D.N., Hotza, D., Soler, V.C., Vilches, E.S., 2008. Analysis of the Development of Microscopic Residual Stresses on Quartz Particles in Porcelain Tile. Journal of the European Ceramic Society, 28, 2629-2637.
- Kafalı, M.A., 2005. Seramik Sağlık Gereçleri. Türkiye Kalkınma Bankası A.Ş. Araştırma Müdürlüğü Rapor No:SA-05-08-25, 52s.
- Kawatra, K.S., 1992. Communition Theory and Practice. Society for Mining, Metallurgy and Exploration Inc. Littleton, CO.

- Kelsall, D.F., Reid, K.J., Restarick C.J., 1967/68. Continuous Grinding in a Small Wet Ball Mill Part I: A Study of the Influence of Ball Diameter. Powder Technology, 1, 291-300.
- Kelsall, D.F., Stewart, P.S.B., Weller, K.R., 1973. Continuous Grinding in a Small Wet Ball Mill Part V: A Study of the Influence of Media Shape. PowderTechnology, 8, 77-83.
- Kingery, W.D., 1960. Introduction to Ceramics. John Wiley & Sons Inc., 781p, New York.
- Kingery, W.D., Bowen, H.K., Uhlmann, D.R., 1975. Introduction to Ceramics.John Wiley & Sons Inc., 526p, New York.
- Kivitz, E., Palm, B., Heinrich, J.G., Blumm, J., Kolb, G., 2009. Reduction of the Porcelain Firing Temperature by Preparation of the Raw Materials. Journal of the European Ceramic Society, 29, 2691-2696.
- Klimpel, R.R., 1982. Laboratory Studies of the Gringing and Rheology of Coal-Water Slurries. Powder Technology, 32, 267-277.
- Klimpel, R.R., 1997. Introduction to the Principles of Size Reduction of Particles by Mechanical Means, Instructional Module Series. NSF Engineering Research Center for Particle Science & Technology, 41p, Florida.
- Kobayashi, Y., Ohira, O., Ohoshi, Y., Kato, E., 1992. Porcelain-Raw Materials, Processing, Phase Evolution and Mechanical Behaviour. Journalof the American Ceramic Society, 75, 1801-1806.
- Koltka, S., Can, M.F., Sabah, E., Majdan, M., 2012. The Effect of Grinding Media Type in Vibrating Mill Dry Grinding on the Rheological Properties of Sepiolite. XIIIth International Mineral Processing Symposium, 10-12 Ekim, Bodrum, 667-674.
- Küçüker, A.S., 2009. Porselen Karo Üretiminde Öğütme Verimliliği ve Üretim Süreçlerine Etkileri. Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 183s, Eskişehir.
- Lameck, N.S., Moys, M.H., 2006. Effects of Media Shape on Milling Kinetics. Minerals Engineering, 19, 1377-1379.
- Lee, W.E., Iqbal, Y., 2001. Influence of Mixing on Mullite Formation in Porcelain. Journal of the European Ceramic Society, 21, 2583-2586.
- Lee, V.G., Yeh, T.H., 2008. Sintering Effects on the Development of Mechanical Properties of Fired Cay Ceramics. Materials Science and Engineering, 485, 5-13.

- Leonelli, C., Bondioli, F., Veronesi, P., Romagnoli, M., Manfredini, T., Pellacani, G. C., Cannillo, V., 2001. Enhancing the Mechanical Properties of Porcelain Stoneware Tiles: as a Microstructural Approach. Journal of the European Ceramic Society, 21, 785-793.
- Martin-Marquez, J., Ma.Rincon, J., Romero, M., 2010. Mullite Development on Firing in Porcelain Stoneware Bodies. Journal of European CeramicSociety, 30, 1599-1607.
- Meunier, A., 2005. Clays. Springer, 470p, Berlin.
- Mukhopadhyay, T.K., Ghosh, S., Ghatak, S., Maiti, H.S., 2006. Effect of Pyrophyllite on Vitrification and on Physical Properties of Triaxial Porcelain. Ceramic International, 32, 871-876.
- Murray, H.H., 2007. Applied Clay Mineralogy. Elsevier, 179p, UK.
- Nour, W.M.N., Awad, H.M., 2008. Effect of MgO on Phase Formation and Mullite Morphology of Different Egyptian Clays. Journal of the Australian Ceramic Society, 44, 27-37.
- Orts, M.J., Escardino, A., Amoros, J.L., Negre, F., 1998. Microstructural Changes During the Firing of Stoneware Floor Tiles. Applied Clay Science, 8, 193-205.
- Özkan, A., Yekeler, M., 2001. Palp Reolojisinin Öğütme İşlemine Etkisi ve Kontrolü. Madencilik, 40(1), 40-47.
- Paganelli, M., 2002. Using the Optical Dilatometer. American Ceramic Society Bulletin, 81, 25-30.
- Prasher, C.L., 1987. Crushing and Grinding Process Handbook. John Wiley&Sons Ltd., 474p, GB.
- Rambaldi, E., Tucci, A., Timellini, G., 2007. Recycling of Polishing Porcelain Stoneware Residues in Ceramic Tiles. Journal of European CeramicSociety, 27, 3509-3515.
- Richerson, D.W., 1992. Modern Ceramic Engineering: Properties, Processing and Use in Design. Marcel Dekker, 399p, New York.
- Salem, A., Jazayeri, S. H., Rastelli, E., Timellini, G., 2009. Dilatomeric Study of Shrinkage During Sintering Process for Porcelain Stoneware Body in Presence of Nepheline Syenite. Journal of Materials Processing Technology, 209, 1240-1246.
- Sallam, E.M.H., Chaklader, A.C.D., 1985. Sintering Characteristics of Porcelain. Ceramic International, 11, 151-161.

- Samanlı, S., 2008. Zonguldak-Çatalağzı Termik Santrali Katı Fosil Yakıtı Öğütme Kinetiğinin Araştıtılması. Zonguldak Karaelmas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 177s, Zonguldak.
- Sanchez, E., Garcia-Ten, J., Sanz, V., Moreno, A., 2010. Porcelain Tile: Almost 30 Years of Stady Scientific-Technological Evoluation. Ceramics International, 36(3), 831-845.
- Schneider, H., Schreuer, J., Hildmann, B., 2008. Structure and Properties of Mullite-A Review. Journal of European CeramicSociety, 28(2), 329-344.
- Seber, G.A.F., Wild, C.J., 2003. Nonlinear Regression. John Wiley and Sons, 792p, New York.
- Sivaldo, L.C., Hotza, D., Segadaes, A.M., 2008. Predicting Porosity Content in Triaxial Porcelain Bodies as a Function of Raw Materials Contents. Journal of Materials Science, 43, 696-701.
- Smith, W.F., 2001. Malzeme Bilimi ve Mühendisliği. Çev. Kınıkoğlu, N.G., Literatür Yayıncılık, 900s, İstanbul.
- Sokolar, R., Vodova, L., 2014. Sintering Behavior of Feldspar Rocks. International Journal of Engineering and Science, 4, 49-55.
- Souza, G.P., Messer, P.F., Lee, W.E., 2006. Effect of Varying Quartz Particle Size and Firing Atmosphere on Densification of Brazilian Claybased Stoneware. Journal of the American Ceramic Society, 89, 1993-2002.
- Stathis, G., Ekonomakou, A., Stournaras, C.J., Ftikosa, C., 2004. Effect of Firing Conditions, Filler Grain Size and Quartz Content on Bending Strength and Physical Properties of Sanitaryware Porcelain. Journal of the European Ceramic Society, 24, 2357-2366.
- Stubna, I., Trnik, A., Vozar, L., 2007. Thermomechanical Analysis of Quartz Porcelain in Temperature Cycles. Ceramic International, 33, 1287-1291.
- Teke, E., 1998. Kalsit ve Baritin İnce Öğütme Kinetiğinin Analizi. Cumhuriyet Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 153s, Sivas.
- Tucci, A., Esposito, L., Malmusi, L., Rambaldi, E., 2007. New Body Mixes for Porcelain Stoneware Tiles with Improved Mechanical Characteristics. Journal of the European Ceramic Society, 27, 1875-1881.
- Umucu, Y., 2011. Kireçtaşı Örneğinin Yapay Sinir Ağları ile Öğütme İşlemlerinin Modellenmesi ve Kinetik Modelle Kıyaslanması. Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 427s, Isparta.
- Umucu, Y., Altıniğne, M.Y., Deniz, V., 2014. The Effects of Ball Types on Breakage Parameters of Barite.Journal of the Polish Mineral Engineering Society, 15, 113-117.

- Vardar, M., Bozkurtoğlu, E., 2009. Yerkabuğunu Oluşturan Maddeler Mineraller ve Kayaçlar. İnşaat Jeolojisi, 20s, 2009-2010 Ders Yılı Notları.
- Vilches, E.S., 2002. Technical Considerations on Porcelain Tile Products and Their Manufacturing Process. Qualicer 2002, 3-6 March, Castellon, Spain, 57-83.
- Von Seebach, H.M., 1969. Effect of Vapors of Organic Liquids in the Comminution of Cement Clinker in Tube Mills. Research Inst. Cement Industry, Dusseldorf, 1969.
- Yıldız, N., 1999. Öğütme: Teorisi, Uygulaması Değirmenler ve Sınıflandırıcılar. TMMOB Maden Mühendisleri Odası Yayınları, 217s, Ankara.
- Yılmaz, A., 2004. Öğütme Verimliliğini Artırıcı Bir Ortam: Silpepsler. Teknoloji, 67, 48-49.
- Zanelli, C., Dondi, G., Guarini, G., Raimondo, M., Roncorati, I., 2004. Influence of Strengthening Components on Industrial Mixture of Porcelain Stoneware Tiles. Key Engineering Materials, 264, 1491-1494.
- Zeuberas, R.T., Riella, H.G., 2002. Effect of Quartz on Wall Tile Properties and Microstructure. Acta Microscopica, 11, 23-26.
- Zoellner, A., 1908. Some Chemical and Physical Properties of Porcelains. Sprechsaal, 41, 471-473.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı	: Serhan HANER
Doğum Yeri ve Yılı	: Zonguldak, 1985
Medeni Hali	: Evli
Yabancı Dili	: İngilizce
E-posta	: serhan.haner@gmail.com



Eğitim Durumu

Lise	: Zonguldak Atatürk Lisesi, 2002
Lisans	: DPÜ, Mühendislik Fakültesi, Seramik Mühendisliği, 2007
Yüksek Lisans	: DPÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Seramik Mühendisliği, 2009

Mesleki Deneyim

SDÜ Güzel Sanatlar Fakültesi

2011-..... (halen)

Yayınları

- Umucu, Y., Haner, S., Tunay, T., 2015. The Investigation of Effect of Wet-Dry Grinding Condition and Ball Types on Kinetic Model Parameters for Kaolin. Polish Mineral Engineering Society, 35(1), 205-211.
- Haner, S., Haner, B., 2014. The Features of Wollastonite in Balikesir and its Use in Ceramic Materials as an Alternative Raw Material. International Ceramic Review, 63(7-8), 352-357.
- Haner, S., 2013. Zenginleştirilmemiş Talkın Duvar Karosu Massesinde Kullanılabilirliğinin Araştırılması. SDÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 17(1), 179-185.
- Haner, S., Çuhadaroğlu, D., 2013. Vollastonit: Bir Gözden Geçirme. TMMOB Jeoloji Mühendisliği Dergisi, 37(1), 63-82.
- Haner, S., Haner, B., 2014. Vitrifiye Üretiminde Vollastonit Kullanımı. Bilecik Şeyh Edebali Üni. Fen Bilimleri Dergisi, 1(2), 45-53.

- Haner, S., Haner, B., 2013. Serçeören (Balıkesir) Bölgesi Kalsiyum Metasilikatının Sağlık Gereçlerinde Kullanımı Üzerine Araştırmalar. DEÜ Mühendislik Bilimleri Dergisi, 15(45), 35-45.
- Haner, S., 2011. Wollastonit İlavesinin Duvar Karosu Bünyesine Etkilerinin Araştırılması. DPÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 26, 117-128, Kütahya.
- Haner, S., 2015. Türkiye'de Seramik Sağlık Gereçleri. Şurup, Sağlık Aktüel Dergi, 20, 16-19.
- Umucu,Y., Haner, S., Tunay,T., 2015.Investigation of Kinetic Model Parameters Change of Micronized Albite in the Dry and Wet Mill Media Conditions for Ball Filling.19th Conference on Environment and Mineral Processing Part II, 4-6June, Ostrava,7-14.
- Haner, B., Haner, S., Elitok, Ö., 2015. Serçeören Wollastonite and the Economic Analysis of Its Production Process. 24th International Mining Congress and Exhibition of Turkey IMCET 2015, 14-17 April, Antalya,810-819.
- Umucu, Y., Haner, S., Tunay, T., 2014. The Effect of Wet-Dry Grinding Condition on the Kinetic Model Parameters. Mineral Engineering Conference MEC 2014, 15-18 September, Istebna,326-333.
- Haner, B., Haner, S., Elitok Ö., 2015.Bir Çevre Kirliliği ve Savurganlık Sorunu, Şiferton Gerçeği.5. Madencilik ve Çevre Sempozyumu, 26-27Kasım, Antalya, 278-287.
- Haner, B., Haner, S., 2015. Batı Karadeniz Havzasının Endüstriyel Hammadde Kaynaklarından Bartın İli Şiferton Potansiyeli. I. Bartın Sektörel Kalkınma Sempozyumu, 8-10 Nisan, Bartın, 57-64.