

T.C.
NİĞDE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MADEN MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

NİĞDE BÖLGESİNDEKİ KALSİTİN KARIŞTIRMALI BİLYALI
DEĞİRMENDE YAŞ ÖĞÜTÜLMESİ VE BAZI İŞLEM
PARAMETRELERİNİN ÜRÜN İNCELİĞİNE ETKİSİ

DİLER KATIRCIOĞLU

Temmuz 2010

T.C.
NİĞDE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MADEN MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

NİĞDE BÖLGESİNDEKİ KALSİTİN KARIŞTIRMALI BİLYALI
DEĞİRMENDE YAŞ ÖĞÜTÜLMESİ VE BAZI İŞLEM
PARAMETRELERİNİN ÜRÜN İNCELİĞİNE ETKİSİ

DİLER KATIRCIOĞLU

Yüksek Lisans Tezi

Danışman

Yrd. Doç. Dr. Öner Yusuf TORAMAN

Temmuz 2010

Yrd. Doç. Dr. Öner Yusuf TORAMAN danışmanlığında **Diler KATIRCIOĞLU** tarafından hazırlanan “NİĞDE BÖLGESİNDEKİ KALSİTİN KARIŞTIRMALI BİLYALI DEĞİRMENDE YAŞ ÖĞÜTÜLMESİ VE BAZI İŞLEM PARAMETRELERİNİN ÜRÜN İNCELİĞİNE ETKİSİ” adlı bu çalışma jürimiz tarafından Niğde Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Maden Mühendisliği** Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan : Yrd.Doç. Dr. Ö.Yusuf TORAMAN (Niğde Üniversitesi Maden Müh. Böl.)
(Ünvan, Adı ve Soyadı) (Üniversite)

Üye : Yrd.Doç. Dr. Hüseyin VAPUR (Çukurova Üniversitesi Maden Müh. Böl.)
(Ünvan, Adı ve Soyadı) (Üniversite)

Üye : Yrd.Doç. Dr. Metin UÇURUM (Niğde Üniversitesi Maden Müh. Böl.)
(Ünvan, Adı ve Soyadı) (Üniversite)

ONAY:

Bu tez, Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunca belirlenmiş olan yukarıdaki jüri üyeleri tarafından/....../2010 tarihinde uygun görülmüş ve Enstitü Yönetim Kurulu'nun/....../2010 tarih ve sayılı kararıyla kabul edilmiştir.

.../..../2010

Doç. Dr. Nurettin ACIR

Enstitü Müdürü

ÖZET

NİĞDE BÖLGESİNDEKİ KALSİTİN KARIŞTIRMALI BİLYALI DEĞİRMENDE YAŞ ÖĞÜTÜLMESİ VE BAZI İŞLEM PARAMETRELERİNİN ÜRÜN İNCELİĞİNE ETKİSİ

KATIRCIOĞLU, Diler

Niğde Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Maden Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman : Yrd. Doç. Dr. Öner Yusuf TORAMAN

Temmuz 2010, 79 sayfa

Öğütme ince/çok ince tanelerin elde edilmesinde en çok uygulanan boyut küçültme işlemlerinden birisidir. Kuru ve yaş olmak üzere pek çok endüstriyel uygulamaları bulunmaktadır. Bu amaçla karıştırmalı değirmenlerin kullanımı gün geçtikçe artmakta ve özellikle mineral endüstrisi olmak üzere seramik, kömür, metalurji, kimya vb. pek çok sektör üretimlerinde bu teknolojiyi kullanmaktadır. Bu çalışmada; 0.75 litre kapasiteli laboratuvar karıştırmalı bilyalı değirmen kullanılarak kalsit tozunun ince öğütülmesi üzerine deneysel çalışmalar yürütülmüş ve öğütme süresi (dak.), karıştırma hızı (dev/dak.), pulp yoğunluğu ve bilya şarjı gibi çeşitli işlem parametrelerinin öğütme üzerine etkisi araştırılmıştır. Çalışmalarda 1-4 mm çaplı seramik ve zirkon bilyalar kullanılarak kesikli öğütme gerçekleştirilmiştir. Deneylede 2^3 ve 2^4 faktöryel tasarım kullanılarak optimum öğütme parametreleri belirlenmiştir. Test sonuçları karıştırma hızının en önemli parametre olduğu, pulp yoğunluğu hariç diğer parametrelerin de öğütme verimini (özümlü yüzey alanı esas alınarak) etkilediği tespit edilmiştir.

Anahtar Sözcükler: Kalsit, yaş ince öğütme, karıştırmalı bilyalı değirmen, işlem parametreleri, özgül yüzey alanı, ürün inceliği

SUMMARY

WET GRINDING OF NIGDE REGION'S CALCITE IN STIRRED BALL MILL AND EFFECT TO THE PRODUCT FINENESS OF SOME OPERATIONAL PARAMETERS

KATIRCIOĞLU, Diler

Nigde University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Mining Engineering

Supervisor : Assistant Professor Dr. Öner Yusuf TORAMAN

July 2010, 79 pages

Grinding is one of the most used processes allowing the production of fine/very fine particles. Many industrial applications are concerned by fine or super fine dry/wet grinding process. Stirred milling is becoming popular in fine and ultra fine grinding. Today, many industries including mineral, ceramic, coal, metallurgy, chemical, etc., extensively uses stirred milling technology in their production. An experimental study on the fine grinding of calcite powders using a 0.75 l laboratory stirred ball mill has been carried out. The effect of various operating factors such as grinding time (min.), stirrer speed (rpm), slurry density (wt.%) and ball filling ratio on fine grinding was studied under batch wet conditions using alumina and zircon balls, with diameters 1.0-4.0 mm. The experiments using 2³ and 2⁴ full factorial designs were conducted to determine optimum grinding parameters. The test results showed that stirrer speed is the most important effect and all the other parameters except slurry density have positive effect on grinding efficiency, based on the value of specific surface area (m²/g).

Keywords: Calcite, wet fine grinding, stirred ball mill, operational parameters, specific surface area, product fineness

ÖNSÖZ

Bu çalışma değerli danışmanım Yrd.Doç.Dr.Ö.Yusuf TORAMAN ve MİKRON'S firması ve N.Ü. BAP Biriminin katkılarıyla gerçekleştirilmiştir. Rekabetin yoğun olduğu mikronize öğütme sektöründe öğütme proses verimi ve nihai ürün özellikleri öne çıkmaktadır. Ülkemiz maden sanayinin rekabet gücünün arttırılması için yapılan mikronize öğütme işlemi ve elde edilen ürünlerin geliştirilmesi son derece önemlidir. Bu çalışmada Niğde Bölgesindeki kalsitin karıştırırmalı değirmen teknolojisi ile yaş öğütme şartlarında çeşitli parametrelerin elde edilen ürünlerin özelliklerine (ürün inceliği ve özgül yüzey alanı) etkisi araştırılmıştır.

TEŐEKKÜR

Tez alıřmamın gerekleřtirilmesinde bana her konuda yardımcı olan, desteklerini esirgemeyen danıřman hocam Yrd. Do. Dr. Öner Yusuf TORAMAN'a, bölüm öđretim üyelerinden Yrd. Do. Dr. Metin UURUM'a ve beni büyütüp yetiřtiren, bana olan inanlarını hiç kaybetmeyen, her zaman bana güvenen aileme ok teőekkür ederim.

Tez alıřması Niđde Üniversitesi Bilimsel Arařtırma Projeleri (BAP) Birimince desteklenmiř olup (FEB 2009/11) birim personeline ayrıca teőekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

ÖZET	iii
SUMMARY	iv
ÖNSÖZ	v
TEŞEKKÜR	vi
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
FOTOĞRAFLAR DİZİNİ	xiv
KISALTMA VE SİMGELER	xv
BÖLÜM I. GİRİŞ	1
BÖLÜM II. İNCE VE ÇOK İNCE ÖĞÜTME	4
BÖLÜM III. KARIŞTIRMALI BİLYALI DEĞİRMENLER	9
3.1 Giriş	9
3.2 Karıştırmalı Değirmen Türleri	11
3.2.1 Sala agitated mill (SAM)	11
3.2.2 Alpine ATR Mill	12
3.2.3 ANI-Metprotech karıştırmalı dikey değirmen	13
3.2.4 Maxxmill	14
3.2.5 Kule değirmenler (Tower Mill)	15
3.2.6 IsaMill	17
3.2.7 Detritor mill	19
3.3 Yaş ve Kuru Öğütme	20
3.4 Öğütücü Ortam Hareketi ve Enerji Dağılımı	22
3.5 Tek Bilyanın İzlediği Yörünge	27
3.6 Öğütmede Etkili Olan Kuvvetler	29
3.6.1 Çarpışmalarda açığa çıkan enerjinin (stres yoğunluğu) belirlenmesi	32
3.6.2 Stres sayısının belirlenmesi	36
3.7 Öğütmede Etkili Olan Değişkenler	38

3.7.1 Tasarım deęişkenleri	38
3.7.2 İşlem deęişkenleri	39
3.7.2.1 Karıştırma hızı	39
3.7.2.2 Bilya boyutu, yoğunluğu ve şarj oranı	40
3.7.2.3 Pulp yoğunluğu	41
BÖLÜM IV. MATERYAL VE METOT	42
4.1 Materyal	42
4.2 Metot	44
4.3 İstatistiksel Dizayn	52
BÖLÜM V. BULGULAR ve TARTIŞMA	55
BÖLÜM VI. SONUÇLAR	73
KAYNAKLAR	75

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1	Çeşitli değirmenlerde öğütücü ortam türü ve boyutları.....	6
Çizelge 2.2	Öğütülmüş kalsiyum karbonatın (CaCO ₃) fiziksel özellikleri	8
Çizelge 3.1	Mineral endüstrisinde en yaygın kullanılan karıştırılmalı değirmenler..	9
Çizelge 3.2	Bilya sayısı ve yüzey alanına göre öğütücü ortam boyutu.....	18
Çizelge 3.3	Çeşitli değirmenlerde öğütücü ortam türü ve boyutları.....	21
Çizelge 4.1	Kalsitin kimyasal bileşimi (ağırlıkça %)......	43
Çizelge 4.2	Kalsit numunelerinin fiziksel özellikleri.....	43
Çizelge 4.3	Öğütücü ortamın (alumina) fiziksel özellikleri.....	43
Çizelge 4.4	Öğütücü ortamın (zirkon) fiziksel özellikleri.....	43
Çizelge 4.5	I. Grup ön deney şartlarının özeti.....	49
Çizelge 4.6	I.Grup ön deneylerin çalışma parametreleri ve değerleri.....	49
Çizelge 4.7	I. Grup ön deneylerin deney düzeneği.....	49
Çizelge 4.8	II.Grup deneylerin çalışma parametreleri ve değerleri.....	50
Çizelge 4.9	II. Grup deneyler için hazırlanan deney düzeneği.....	50
Çizelge 4.10	III. Grup deney şartlarının özeti.....	50
Çizelge 4.11	III.Grup deneylerin çalışma parametreleri ve değerleri.....	51
Çizelge 4.12	III. Grup deneylerin deney düzeneği.....	51
Çizelge 4.13	Yates deney düzeneği.....	52
Çizelge 4.14	2 ⁴ için Yates notasyonu.....	53
Çizelge 5.1	Deneysel modelleme için farklı seviyelerdeki parametre kodları ve parametre değerleri	55
Çizelge 5.2	2 ⁿ faktöriyel dizayn.....	56

Çizelge 5.3	I. Grup ön deneylerde elde edilen ürünlerin özgül yüzey alanları ve ANOVA analizi.....	56
Çizelge 5.4	Besleme malı ve öğütülmüş ürünlerin tane boyutlarının (d_{10} , d_{50} ve d_{98}) karşılaştırılması.....	60
Çizelge 5.5	Deneysel modelleme için farklı seviyelerdeki parametre kodları ve parametre değerleri.....	60
Çizelge 5.6	II. Grup deney sonuçları ve ANOVA analizi.....	61
Çizelge 5.7	Besleme malı ve öğütülmüş ürünlerin tane boyutlarının (d_{10} , d_{50} ve d_{98}) karşılaştırılması.....	66
Çizelge 5.8	Deneysel modelleme için farklı seviyelerdeki parametre kodları ve parametre değerleri.....	67
Çizelge 5.9	III. Grup deney sonuçları ve ANOVA analizi.....	68
Çizelge 5.10	Besleme malı ve öğütülmüş ürünlerin tane boyutlarının (d_{10} , d_{50} ve d_{98}) karşılaştırılması.....	72

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1	Farklı öğütme aşamalarındaki enerji tüketimlerinin şematik gösterimi.....	5
Şekil 2.2	Öğütücü ortam değirmenlerde öğütmeye etki eden hareketler.....	6
Şekil 2.3	Çeşitli öğütücü ortam değirmenlerde değirmen ve ortam hareketi.....	7
Şekil 3.1	Pin tipi karıştırılmalı değirmenin şematik gösterimi (a) dik (b) yatay.....	10
Şekil 3.2	Dikey pinli karıştırılmalı değirmen.....	10
Şekil 3.3	Sala Agitated Mill (SAM)	11
Şekil 3.4	ATR Mill şematik gösterimi.....	13
Şekil 3.5	MaxxMill değirmeni genel tasarımı.....	14
Şekil 3.6	Tower/vertimill şematik gösterimi.....	16
Şekil 3.7	HPGR/Verti mill akış diyagramı.....	17
Şekil 3.8	IsaMill şematik gösterimi.....	18
Şekil 3.9	Detritor Mill şematik gösterimi.....	19
Şekil 3.10	Karıştırılmalı bilyalı değirmende farklı Reynolds sayıları için oluşan güç bölgeleri	23
Şekil 3.11	Teğetsel hız profili, $Re=2000$	23
Şekil 3.12	Radyal ve eksensel hızlar, $Re=10$	24
Şekil 3.13	Radyal ve eksensel hızlar, $Re=2000$	24
Şekil 3.14	Eş enerji yoğunluğu eğrileri, $Re=2000$	25
Şekil 3.15	Yüksek enerji yoğunluğuna sahip bölgelerin değirmen hacmine oranı ile bu bölgelerde dağılan enerjinin toplam enerjiye oranı	26
Şekil 3.16	Bilya ve disk çapı arasındaki oranın tane yörüngesinin konumu üzerindeki etkisi	27
Şekil 3.17	Bilya ve akışkan yoğunluğu arasındaki oranın tane yörüngesinin konumu üzerindeki etkisi.....	28

Şekil 3.18	Reynold sayısının tane yörüngesinin konumu üzerindeki etkisi.....	29
Şekil 3.19	Aktif hacim.....	30
Şekil 3.20	Farklı a' değerleri için iki bilya arasında yakalanan tane sayısı.....	31
Şekil 3.21	Özgül enerji tüketiminin 1000 kJ/kg olduğu durumda stres yoğunluğu ile ortalama tane boyu (x_{50}) arasındaki ilişki.....	35
Şekil 3.22	Farklı özgül enerji tüketiminde stres yoğunluğu ile ortalama tane boyu (x_{50}) arasındaki ilişki.....	35
Şekil 3.23	Stres yoğunluğu ile stres sayısı arasındaki ilişki.....	38
Şekil 4.1	Değirmenin boyutları.....	45
Şekil 4.2	Lazer kırınım cihazının genel kurulumu	47
Şekil 5.1	I.Grup ön deney sonuçları ile hesaplanan değerler arasında ilişki.....	57
Şekil 5.2	Besleme boyutunun boyut dağılımına etkisi.....	58
Şekil 5.3	Bilya şarj miktarının boyut dağılımına etkisi.....	58
Şekil 5.4	Bilya boyut dağılımının boyut dağılımına etkisi.....	59
Şekil 5.5	II.Grup deney sonuçları ile hesaplanan değerler arasında ilişki.....	62
Şekil 5.6	Öğütme süresinin boyut dağılımına etkisi.....	63
Şekil 5.7	Karıştırma hızının boyut dağılımına etkisi.....	64
Şekil 5.8	Pulp yoğunluğunun boyut dağılımına etkisi.....	64
Şekil 5.9	Bilya şarjının boyut dağılımına etkisi.....	65
Şekil 5.10	En iyi sonuç elde edilen 12 numaralı deney sonuçları ile besleme malının karşılaştırılması	65
Şekil 5.11	Öğütme parametrelerinin özgül yüzey alanına etkisi.....	67
Şekil 5.12	III.Grup deney sonuçları ile hesaplanan değerler arasında ilişki.....	69
Şekil 5.13	Besleme miktarının boyut dağılımına etkisi.....	70

Şekil 5.14	Bilya şarj miktarının boyut dağılımına etkisi.....	70
Şekil 5.15	Bilya boyut dağılımının boyut dağılımına etkisi.....	71
Şekil 5.16	Öğütme parametrelerinin özgül yüzey alanına etkisi.....	72

FOTOĞRAFLAR DİZİNİ

Fotoğraf 4.1	Kalsitin görünüşü.....	42
Fotoğraf 4.2	Bilyaların görünüşü.....	43
Fotoğraf 4.3	Deneylerde kullanılan karıştırmalı bilyalı değirmen.....	44
Fotoğraf 4.4	Malvern Master Sizer cihazı.....	48

KISALTMA VE SİMGELER

KISALTMA/SİMGE

YA	m ² /g	özgül yüzey alanı
t	dk.	öğütme süresi
n	rpm	kariştirma hızı
C _s	%	pulp yoğunluğu
J	-	bilya şarj oranı
d _b	mm	bilya boyutu
ρ _s	t/m ³	özgül ağırlık
d	μm	tane boyutu
d ₁₀	μm	%10 altına geçen tane boyutu
d ₅₀	μm	ortalama tane boyutu
d ₉₈	μm	%98 altına geçen tane boyutu
Q _F	%	besleme malı miktarı
d _f	μm	besleme boyutu
Q _b	%	öğütücü ortam (bilya) şarjı

BÖLÜM I

GİRİŞ

Cevher hazırlama tesislerinde ufalama (kıırma ve öğütme) işlemleri en önemli süreçlerden birisidir ve kademeli olarak yürütülür. Öğütülen cevherin tane boyutu esas alındığında 4 öğütme aşaması tanımlanabilir. Bunlar; elde edilen ürünün %80'inin;

- 75 µm altına geçtiği *klasik öğütme*;
- 75 µm'den 30 µm'ye daha ince tane üretmek için gerçekleştirilmekte olan *yeniden öğütme*;
- 30 µm - 10 µm aralığında ürün elde edilmesinde uygulanan *ince öğütme* ve
- 10 µm altı ürün elde edilmesi için gerçekleştirilen *çok ince öğütme*dir.

İnce öğütme için geleneksel tamburlu (bilyalı ve çubuklu) değirmenlerin kullanılmasındaki problemlerden birisi değirmenin çok düşük hızlarda çalışmasıdır. Düşük değirmen hızları ise değirmende düşük güç yoğunluğu ile sonuçlanmaktadır. İnce öğütme uygulamaları için düşük güç yoğunlukları mineral endüstrisinin gerektirdiği yüksek üretim oranlarını karşılamaktan uzaktır. Ayrıca geleneksel bilyalı değirmenler bilya şarjının etkinliği için 20 mm'den daha büyük bilya ortamı kullanmak zorundadır. Bu ise mineral tanelerinin 20 µm'den daha ince boyuta öğütülmesi için oldukça büyüktür [1].

Öte yandan, karıştırmalı bilyalı değirmenler ise mikron ve mikron altı inceliklerde öğütme yapabilme kapasitesine sahip son yıllarda geliştirilmiş öğütücü ekipmanlardır. Bu değirmenler, karıştırıcı (stirrer) geometrisine göre de isimlendirilebilmektedir. Diskli, pinli ve halkalı olmak üzere temelde 3 şekilden oluşur. Bu değirmenler yatay ve dikey olarak kullanılabilecekleri gibi yaş ve kuru öğütme de yapabilmektedir [2].

Karıştırmalı değirmende öğütme işleminin temel prensibi ise ortam yatağının genişleme hareketiyle elde edilmesidir. Bu durum "kinematik porozite" olarak tanımlanmaktadır. Partiküller darbe, dönme, aktarma ve aşınma gibi çeşitli kuvvetlere maruz kalırlar. Bu sayede mikron boyutunda ince ürün elde etmek kolaylaşır. Ayrıca, bu kuvvetlerin

kombinasyonu sonucu diğer darbe-tipi öğütme ekipmanlarından daha fazla küresel tane oluşur. Bu değirmenlerde boyut küçültmeyi değirmende birim zamanda meydana gelen çarpışma (stres) sayısı ve her çarpışmada açığa çıkan enerji miktarı (stres yoğunluğu, SI) sağlamaktadır [3]. Özellikle dik değirmenlerde bilya şarjı ile orantılı olarak artan yerçekimi etkisinin stres yoğunluğunun hesaplandığı eşitliğe dahil edilmesi gerektiğini belirtmektedir [4].

Literatürde karıştırmalı bilyalı değirmenlerin öğütme performansını etkileyen işlem değişkenlerinin incelendiği çok çeşitli araştırmalar yer almaktadır. Fadhel vd. [5] tarafından farklı karıştırma hızlarının öğütme üzerindeki etkisinin incelendiği çalışmalarda, karıştırma hızının artırılması ile elde edilen ürünün tane boyut dağılımının incelendiği, değirmenin çektiği gücün karıştırma hızı ile doğrusal olarak arttığı, bunun sonucunda değirmenin birim hacminde harcanan özgül enerji miktarında artış olduğu ve bunun da istenen ürün tane boyutuna ulaşmak için gerekli öğütme süresinde azalma sağladığı ve böylece değirmen kapasitesinde artış gerçekleştiği belirtilmektedir. Bilya boyutunun incelendiği çalışmalarda besleme tane boyutu ile orantılı olarak belirli bir bilya boyutuna kadar ince bilya kullanılması ile ürün tane boyutunun incelendiği, daha ince bilya kullanımında ise bilyaların besleme malındaki iri taneleri yakalayamadığı, ince bilya kullanılması durumunda çarpışmalarda açığa çıkan enerji miktarının azalması ile iri tanelerin kırılmasında olumsuzluk yarattığı Mankosa vd. [6] tarafından ortaya konulmuştur. Tüzün vd. [7] karıştırma hızı ile bilya boyutunun öğütme verimi üzerinde içsel bir etkileşimi olduğu, iri bilya kullanılması durumunda düşük karıştırma hızının, ince bilya kullanılması durumunda ise yüksek karıştırma hızının öğütme üzerinde daha etkili olduğunu belirtmektedir. Karıştırmalı bilyalı değirmenlerde harcanan enerjinin önemli bir kısmı bilya yükünün hareket ettirilmesi için kullanılmaktadır. Bu nedenle, bilya yoğunluğunun düşürülmesi enerji tüketimini de azaltacaktır. Bu amaçla farklı yoğunluktaki bilyaların öğütme üzerindeki etkisi incelenmiş ve düşük yoğunluklu bilyaların yüksek yoğunluklu bilyalara göre daha verimsiz olduğu sonucuna varılmıştır.

Bu tez çalışmasında karıřtırmalı deęirmenlerde çeřitli iřlem parametrelerinin (karıřtırma hızı, öğütme süresi, besleme boyutu, pulp yoğunluęu, bilya boyut dağılımı, bilya řarj oranı) yař öğütmeye ve ürün özelliklerine etkisi ortaya konulmuřtur.

BÖLÜM II

İNCE VE ÇOK İNCE ÖĞÜTME

Günümüzde gelişen teknoloji ile beraber boya, kağıt ve plastik gibi farklı endüstri kollarında ince ($<100 \mu\text{m}$), çok ince ($<10 \mu\text{m}$) veya süper ince ($<1 \mu\text{m}$) olarak adlandırılan boyutlardaki endüstriyel minerallere olan talep bu öğütme aşamasını (mikronize öğütme) oldukça önemli kılmaktadır [8].

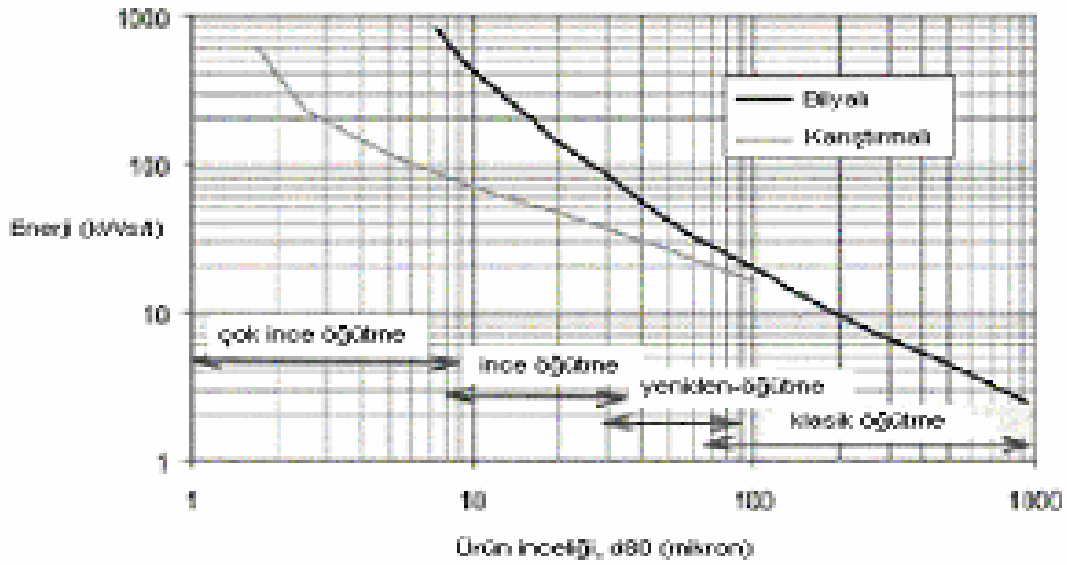
İnce kırıcı veya kaba öğütme cihazı olarak çubuklu değirmenler düşünülebilir. Bu değirmenler yaş ve kuru öğütme yapabilirler. 50 mm iriliğe kadar besleme malını 300 mikron inceliğe kadar öğütebilirler. Değirmen uzunluğu çaptan 1.5–2.5 defa büyüktür. Bu oran daha fazla tutulursa, uzun çubukların mukavemetleri azalmaktadır. Uygulamada görülen en büyük çubuklu değirmen 4.57–6.4 m boyutundadır. Ufalama işlemlerinin son aşaması bilyalı değirmenlerde yapılır. Birim ağırlık için bilya yüzey alanı çubuklardan daha fazla olduğu için Bilyalı değirmen ince öğütme için daha uygundur. Bunların uzunluk/çap oranı, L/D 1–1.5 ile sınırlıdır. Bu oran, 3–5 arasında olduğunda değirmen tüp değirmen ismini alır ve tüp değirmenler genellikle kuru olarak çalıştırılır.

Buna karşın, mevcut bilyalı ve çubuklu değirmenlerin çok düşük hızlarda çalışması ince öğütme uygulamalarında problem oluşturmaktadır. Bu öğütücülerde değirmen hızı değirmenin santrifüj hızından daha düşük olmak zorundadır aksi halde tüm şarj değirmen gövdesiyle birlikte dönecek ve öğütme işlemi gerçekleşmeyecektir. Düşük değirmen hızları ise değirmende düşük güç yoğunluğu ile sonuçlanmaktadır. İnce öğütme uygulamaları için bu durum mineral endüstrisinin gerektirdiği yüksek üretim kapasitelerini karşılamaktan uzaktır [9].

Öte yandan, bilyalı değirmenlerdeki enerji tüketimi $75 \mu\text{m}$ altı ürünün öğütülmesi için hızla yükselirken $30 \mu\text{m}$ altı öğütmede klasik bilyalı değirmen kullanımı ekonomik olmaktan uzaklaşmaktadır. Dolayısıyla, daha düşük enerji tüketimi ile üretim çıktısını arttıracak ve farklı öğütme problemlerinin üstesinden gelecek değirmenlere ihtiyaç duyulmaktadır. Bu

ihtiyaçları karşılamak üzere, son yıllarda çeşitli enstitü, üniversite ve şirketler tarafından farklı değirmenler geliştirilmektedir [10].

Şekil 2,1'de öğütmedeki tane boyutu ile enerji tüketimi arasındaki ilişkinin grafik gösterimi verilmektedir.



Şekil 2.1 Farklı öğütme aşamalarındaki enerji tüketimlerinin şematik gösterimi [11]

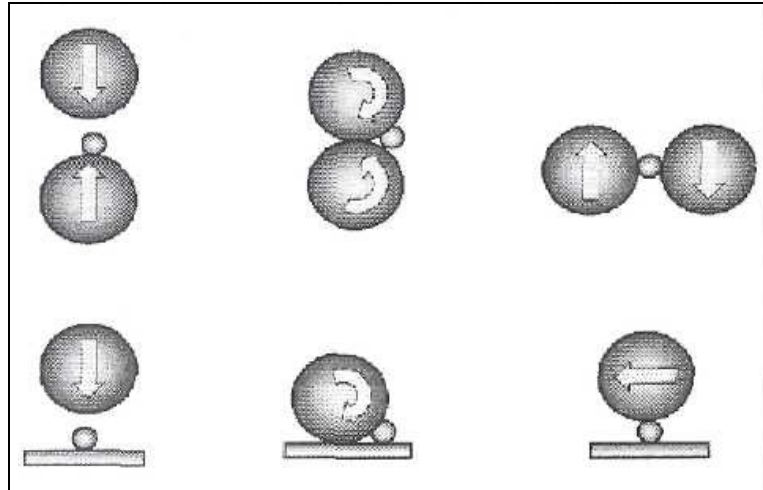
Buna göre, karıştırmalı değirmenler ince öğütme ve yeniden öğütmede klasik bilyalı değirmenlerden çok daha etkin olmaktadır. Bu değirmenlerle birlikte ince öğütme ekonomik olmakta ve pek çok konsantratör tesisinde 10 mikrona mikronize öğütme tesislerde 2 mikron boyutuna kadar öğütmede başarıyla kullanılmaktadır [12].

Ayrıca, geleneksel bilyalı değirmenlerde bilya şarjının etkinliği için 20 mm'den daha büyük bilya kullanılması gerekmektedir. Bu ise mineral tanelerinin 20 μ m'den daha ince boyuta öğütülmesi için çok büyüktür. Çizelge 2.1'de çeşitli değirmenlerde kullanılan öğütücü ortam türleri ve boyutları verilmektedir. Buna göre, klasik tamburlu değirmende 100 mm'yi bulan bilya çapı karıştırmalı değirmende 0.05 mm'ye kadar inebilmektedir. Şekil 2.2'de ise öğütücü ortam değirmenlerde öğütmeye etki eden hareketler

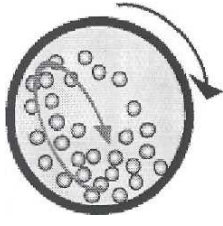
gösterilmektedir. Şekil 2.3’de çeşitli öğütücü ortam değirmenlerde değirmen ve öğütücü ortam (bilya) hareketi gösterilmektedir.

Çizelge 2.1 Çeşitli değirmenlerde öğütücü ortam türü ve boyutları [13]

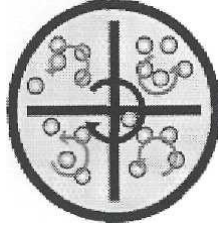
<i>Değirmen türleri</i>	<i>Öğütücü ortam türü</i>	<i>Öğütücü ortam boyutu (mm)</i>
Aktarılan ortam değirmenler	Bilya, silindir, çubuk	10–100
Yörüngesel değirmenler	Bilya, silindir	2-20
Titreşimli değirmenler	Bilya, çubuk, silindir	5-20
Santrifüj değirmenler	Bilya	1-10
Karıştırmalı değirmenler (kuru)	Bilya	1–10
Karıştırmalı değirmenler (yaş)	Bilya	0.05–3



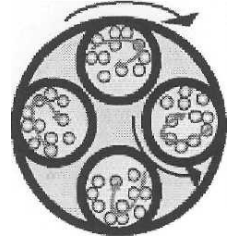
Şekil 2.2 Değirmenlerde öğütmeye etki eden hareketler [13]



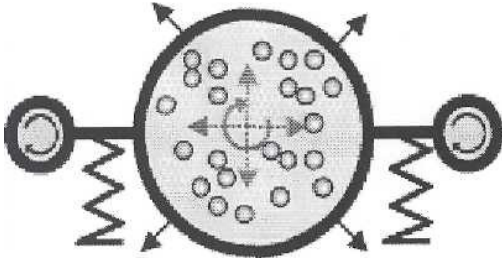
Tamburlu bilyalı değirmen



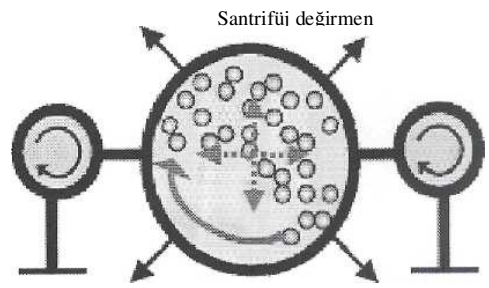
Karıştırma değirmeni



Yörüngesel değirmen



Titreşimli değirmen



Santrifüj değirmen

Şekil 2.3 Değirmen ve öğütücü ortam hareketleri [13]

Çizelge 2.2 Öğütülmüş kalsiyum karbonatın (CaCO_3) fiziksel özellikleri [14]

Özellikler	Öğütülmüş kalsiyum karbonat (GCC)			
	İri	Orta	İnce	Çok ince
Ortalama Tane Boyutu, d_{50} (mikron)	14–20	7–9	2–7	0.8–2
Maksimum Tane Boyutu, d_{97} (mikron)	45–50	30–45	15–25	5–10
Yüzey Alanı, m^2/g	1	1–2	3–4	8
Yağ Absorpsiyonu, $\text{g}/100 \text{ g}$	12–15	11–14	11–18	22–30
Kuru Parlaklık	85–90	86–93	88–95	92–96

Yukarıdaki fiziksel özellikler incelendiğinde ortalama tane iriliği (d_{50}) 2–7 mikron olan bir ürün elde edildiğinde öğütmeyi “ince”, 0.8–2 mikron ürün elde edildiğinde öğütmeyi “çok ince” olarak tanımlamak mümkündür. Benzer tanımlamayı elde edilen özgül yüzey alanına göre de yapmak mümkündür. Buna göre, öğütme sonrası elde edilen ürün yüzey alanı 3–4 m^2/g ise ince, 8 m^2/g civarında ise çok ince olarak ifade etmek mümkündür.

Mekanik aktivasyon terimi, değişmeden kalan katının reaksiyona girme yeteneğinde bir artış sağlayan proses olarak ifade edilmektedir. Ayrıca, mekanik aktivasyon, katı yapısında stabil değişimler nedeniyle reaksiyon kabiliyetinde bir artış olarak da tarif edilebilir.

İnce öğütülmüş minerallerin çözünmesine mekanik aktivasyonun etkisi birçok araştırmacı tarafından incelenmiştir. Buradaki aktivasyon terimi, artan spesifik yüzey alanına ilave olarak artırılmış etkiyi ifade etmektedir. Mekaniksel yolla artan çözünmenin ortaya konan başlıca sebepleri olarak;

- Yapısal düzensizlik,
- Mineral partiküllerinin amorflaşması,
- Tercihli çözünmeye uygun kristal alanlarının ortaya çıkması,
- Uzayan öğütme esnasında minerallerin yüzey oksidasyonu, gösterilmiştir.

BÖLÜM III

KARIŞTIRMALI BİLYALI DEĞİRMENLER

3.1 Giriş

Karıştırmalı bilyalı değirmenler (Çizelge 3.1) öğütücü ortam şarjının bir shaft etrafına monte edilmiş çubuk, disk veya spiral vasıtasıyla silindirik bir hazne içerisinde shaftta verilen dönme hareketi ile hareket ettirilmesi ve malzemenin öğütücü ortam (bilya) ve kendi taneleri arasındaki sürtünme ve aşınma ile ufalanması prensibine dayanmaktadır [15]. Temel tasarımı 1920'lere kadar uzanan bu değirmenler, ilk kez 1960'larda kaolinin öğütülmesinde kullanılmıştır [16]. Bu değirmenler şu anda geleneksel bilyalı değirmenlerden daha yüksek enerji yoğunluklarına sahiptir ve sürekli öğütmede öğütücü ortamın nihai üründen ayrılması sorunsuz bir şekilde gerçekleştirilmektedir. Yüksek verimli karıştırmalı ortam değirmenlerindeki son gelişmeler aşağıda belirtilen bazı görüşleri de öne çıkarmaktadır: Çok ince tane üretimi için 0.10 mm'nin altında çok küçük öğütücü ortam bilyaların kullanılması [17], öğütücü ortam bilyaların öğütülmüş üründen ayrılması için yeni tasarımların geliştirilmesi [18] ve merkezkaç ve titreşim gibi ilave kuvvetlerin uygulaması [19, 20]. Bu gelişmeler koloidal gevrek tanelerin nano boyuta öğütülmesini sağlamaktadır.

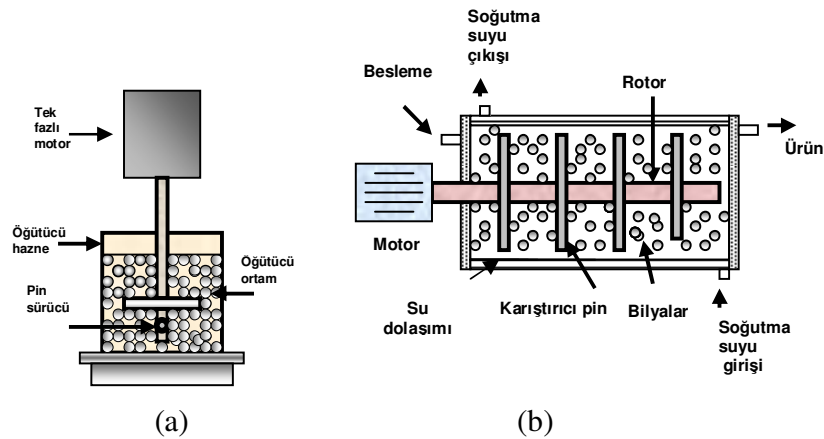
Çizelge 3.1 Mineral endüstrisinde en yaygın kullanılan karıştırmalı değirmenler

<i>Değirmen Türü</i>	<i>Üretici Firma</i>	<i>Ülke</i>
Sala Agitated Mill (SAM)	Metso Group	İngiltere
Tower Mill/Vertimill	Metso Group	İngiltere
Svedala Detritor	Metso Group	İngiltere
IsaMill	Netzsch	Almanya
MaxxMill	Maschinenfabrik	Almanya
ATR-MILL	AlpineAG	Almanya
ANI-Metprotech Mill	Metprotech	Avustralya

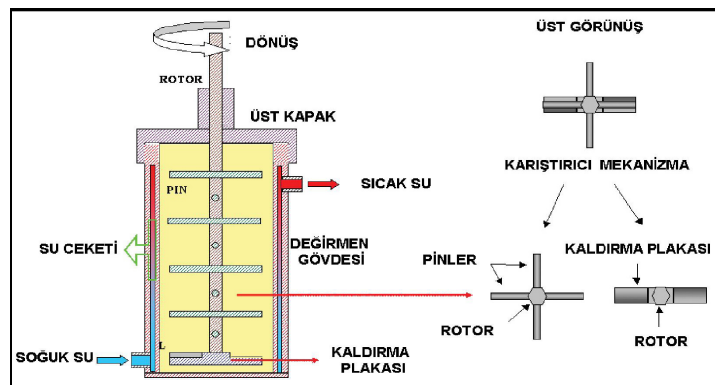
Karıştırmalı değirmenler, karıştırıcı (stirrer) geometrisine göre de isimlendirilebilmektedir. Buna göre; Diskli, pinli (Şekil 3.1) ve halkalı olmak üzere temelde 3 şekilden oluşur. Bu değirmenler dikey ve yatay olarak kullanılabilecekleri gibi yaş ve kuru öğütme de yapabilmektedir [21].

Parametre Etkileri:

Karıştırmalı değirmenler çok kontrollü proses parametrelerine sahiptir. Minimum enerji tüketimi ve maksimum değirmen çıktısı elde etmek için proses parametrelerinin optimize edilmesi gerekir. Öğütmeyi yaklaşık 44 parametrenin etkilediği tespit edilmiştir [21]. En önemli proses parametreleri ise şunlardır; Değirmen hızı, bilya boyutu, bilya şarjı, bilya malzemesi ve pulp yoğunluğu.



Şekil 3.1 Pin tipi karıştırmalı değirmenin şematik gösterimi (a) dik (b) yatay



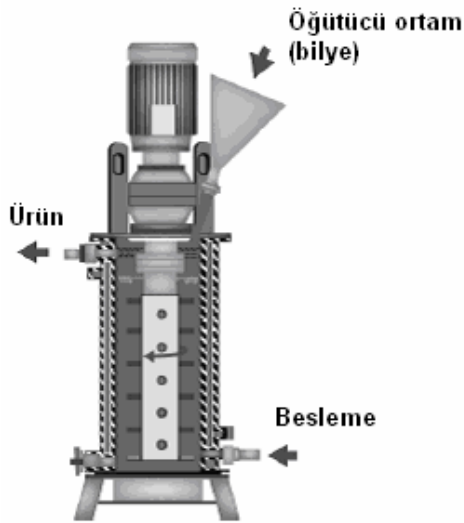
Şekil 3.2 Dikey pinli karıştırmalı değirmen ve elemanları

3.2 Karıştırılmalı Değirmen Türleri

3.2.1 Sala agitated mill (SAM)

Özellikle son yıllarda çeşitli karıştırılmalı bilyalı değirmen türleri geliştirilmekte ve dünya genelinde uygulama alanı bulmaktadır. Bunlardan birisi de *SALA Int. AB (İsveç)* tarafından geliştirilen ve günümüzde *Metso Group (İngiltere)* tarafından üretilen SAM tipi dikey pinli değirmenlerdir (Şekil 3.3). Kendisine yakın olan öğütücü ortamın yeterli bir hızda hareket halinde tutulabilmesini sağlayan kalın bir shaft ve bu shafta dik açıda monte edilmiş volfram karbidten yapılmış çubuklar öğütme ortamının ajitasyonunu sağlamaktadır. Bu sayede değirmen içinde çevresel hızın az olduğu shaftın aksına yakın olan merkezi ölü bölge ortadan kalkmaktadır [15]. Gerek yaş gerekse kuru ince öğütme işlemleri için tasarlanan bu değirmenlerde klasik öğütmeye göre özellikle spesifik enerji tüketiminde belirgin azalmalar (%20–50) sağlamaktadır [22]. Bu azalmanın en önemli nedenlerinden birisi küçük öğütücü ortam kullanımı dolayısıyladır.

Öte yandan, küçük boyutlu bilya kullanılması nihai üründe efektif bir yüzey alanı artışı sağlamaktadır. Hafif ve kompakt olan bu değirmenler tamburlu değirmenlerin %10'u kadar yer kaplamaktadır.



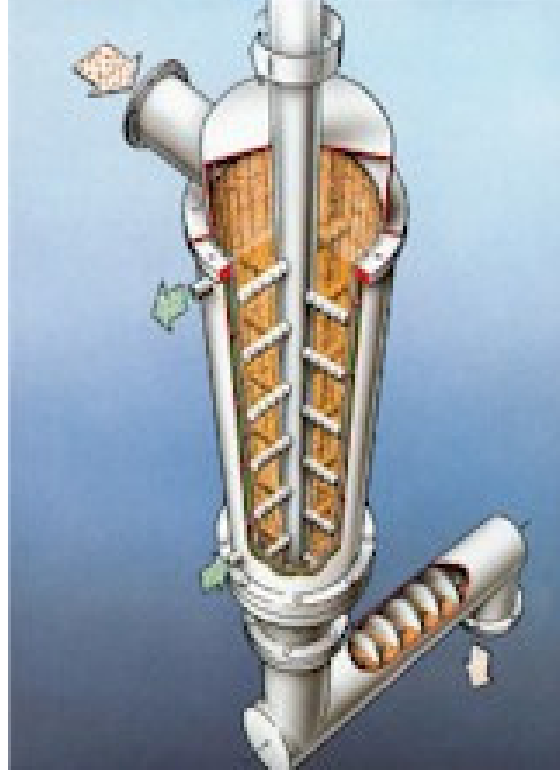
Şekil 3.3 Sala Agitated Mill (SAM)

Bu değirmenlerde gerçekleştirilen kuru ince öğütmede;

- öğütücü ortamdaki malzemeye etkin bir enerji aktarımı söz konusudur. Öğütücü ortamın şekil ve boyut özellikleri değirmendeki mineral taneleri ile bilya arasında öğütmeyi etkilemektedir. Daha küçük bilyalar daha iri boyutlu ortama göre daha yüksek enerji yoğunlukları oluşturduğundan enerjinin daha iyi değerlendirilmesini sağlar.
- öğütme yardımcısı olarak kimyasal kullanımı ile öğütme verimi artırılabilir. Öğütme yardımcısı olarak amir kullanımı ince fraksiyonların kuru ince öğütülmesinde etkili olmaktadır. Bu sayede, öğütme hızı ve kuru malzemenin akışkanlığı artmaktadır.
- Öte yandan, SAM-30 tipi bir değirmende kireçtaşının 4 ton/saat kapasiteli kuru öğütülmesinde (besleme malı $d_{80} < 700 \mu\text{m}$) 12 mm'lik öğütücü ortam kullanılmış ve $d_{80} < 125 \mu\text{m}$ ve $d_{50} < 44 \mu\text{m}$ inceliğinde öğütülmüş ürün elde edilmiştir.

3.2.2 Alpine ATR mill

Hosokawa Alpine AG & Co. (Almanya) tarafından geliştirilen karıştırmalı bilyalı değirmendir. Mineral endüstrisinde 10 μm altı çok ince “kuru” öğütmeye son derece uygundur. Yüksek özgül yüzey alanına sahip %70-80'i $< 2 \mu\text{m}$ tane boyut inceliğinde ürün elde edilebilir. Bu değirmen genellikle ALPINE (Hosokawa Alpine Turboplex) klasifikatörleriyle kapalı devre olarak çalıştırılır. Öğütme hareketi, öğütücü ortam (bilya) ve ürün arasındaki ajitasyon sonucunda aşınma kuvvetinin etkisi ile gerçekleşmektedir (Şekil 3.4). Burada malzeme yukarıdan beslenir ve değirmende kalma süresi boşaltma kısmındaki vidanın hızı ayarlanarak düzenlenir. Çift duvarlı değirmen gövdesi su ile soğutmaya imkân sağlar. Bu tip değirmenler genellikle kireçtaşı, kuvars ve talk vb. mineral dolgu maddeleri ile titanyum dioksitin ince öğütülmesi için uygulanmaktadır [23].



Şekil 3.4 ATR Mill

3.2.3 ANI-Metprotech karıştırma dikey değirmen

Büyük ölçekli dikey karıştırma değirmenlerin gelişmesi *Metprotech (Avustralya)* tarafından sağlanmıştır. Sala tipi karıştırma değirmene benzer bir tasarıma sahiptir. Bu değirmenler ince (20–40 μm) ve çok ince (20 μm) öğütmede kullanılabilir. Besleme pulpu doğrudan öğütücü üniteye pompalanmakta ve değirmendeki öğütücü ortam bilyaların dikine akışı söz konusu olmamaktadır. Böylece devreden yük ile birlikte siklon ve pompa sayısı azaldığından yüksek öğütme hızına ulaşılır. Birim hacim başına enerji girişi tamburlu veya kule değirmenlerde 20–30 kW/m^3 iken bu değirmenlerde 100–150 kW/m^3 'e ulaşmaktadır. Değirmende kalma süresinin azalmasıyla yüksek kapasiteli ince öğütme sağlanmaktadır [24]. Avustralya'da *Ammtec Pty Ltd.* firması tarafından refrakter altının kazanımında çok ince yaş öğütmede kullanılmaktadır.

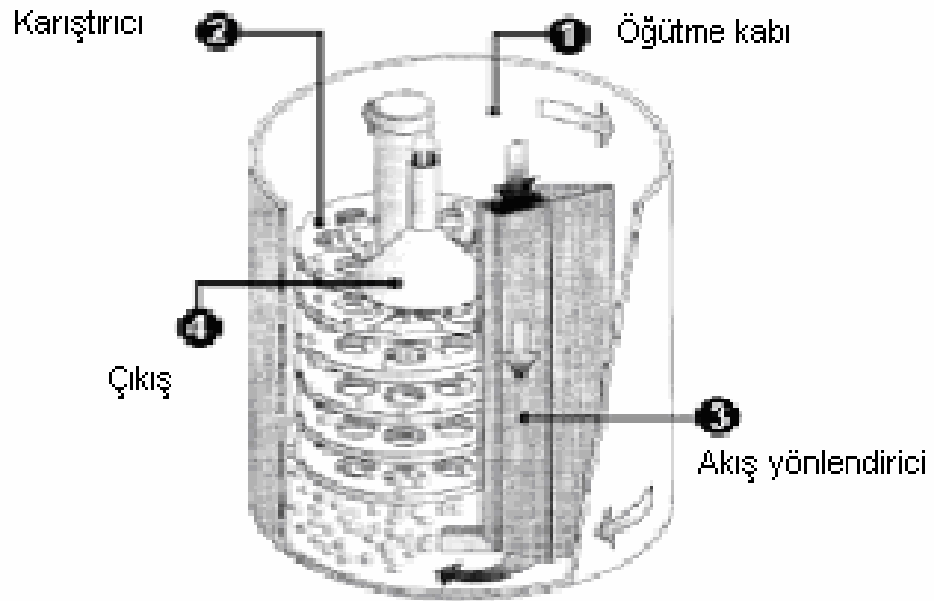
3.2.4 MaxxMill

Mevcut karıştırıcı değirmenler genellikle 200 µm altındaki malzemelerin yaş öğütülmesi amacıyla kullanılmaktadır. Tasarımları dolayısıyla daha iri besleme boyutuna müsaade etmemektedir. Ancak *Maschinenfabrik Gustav Eirich* (Almanya) tarafından yeni geliştirilen Maxxmill değirmeni ile birkaç mm partikül boyutunda besleme yapmak mümkün olabilmektedir. Bu değirmenden elde edilen ürün bir sonraki öğütme için klasik karıştırıcı değirmene beslenebilir. Şekil 3.5’de Maxmill genel tasarımı gösterilmektedir. Bu değirmen 3 ana bölümden oluşmaktadır;

i-Döner öğütme ünitesi

ii-Bir veya daha fazla karıştırıcı

iii-Besleme borusuyla entegre sabit malzeme akış yönlendirici



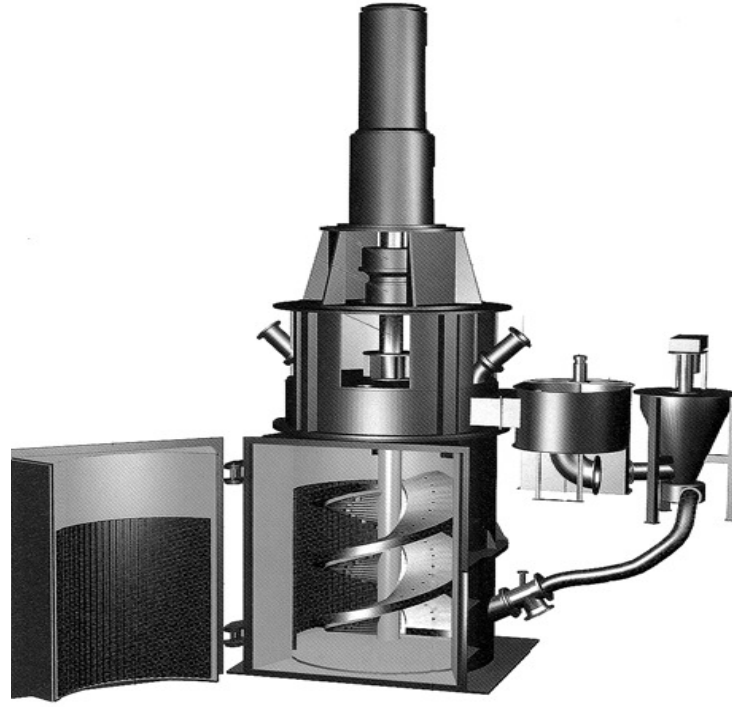
Şekil 3.5 MaxxMill değirmeni genel tasarımı

Karıştırıcı eksantrik bir tamburun ortasına yine eksantrik olarak yerleştirilmektedir. Öğütme ünitesi %80’i 3–10 mm boyutlarındaki öğütücü ortamla (çelik, cam veya seramik bilya) doldurulur. İri malzeme boru içerisinde makineye beslenir. Malzeme öğütücü bilyalarla etkin bir şekilde karıştırılacak bu ise ürünün pulverize olmasını sağlayacaktır.

İnce ürün, ürün çıkışı doğru bilyaların üst kısmından emilecektir. Öğütücü bilyalar ağırlıkları dolayısıyla değirmeni terk etmez. Ancak, yüksek viskoziteli bir pulp için bilyaları tutmak amacıyla bir elek gerekir. Bu değirmenler özellikle 5 mm'ye kadar besleme boyutunda çok etkilidir. Bu durumda, 150–30 µm'lik nihai ürün elde edilebilmektedir. Değirmen kapasitesine göre 20–100 ton/saat'lik ürün alınabilmektedir. Değirmen besleme boyutuna göre 3 µm incelikte ürün elde edilebilmektedir. Bu değirmen seramik hammaddelerinin yaş öğütülmesinde ve mineral endüstrisinde kireçtaşı, kaolin ve kuvars gibi minerallerin kuru öğütülmesinde kullanılır.

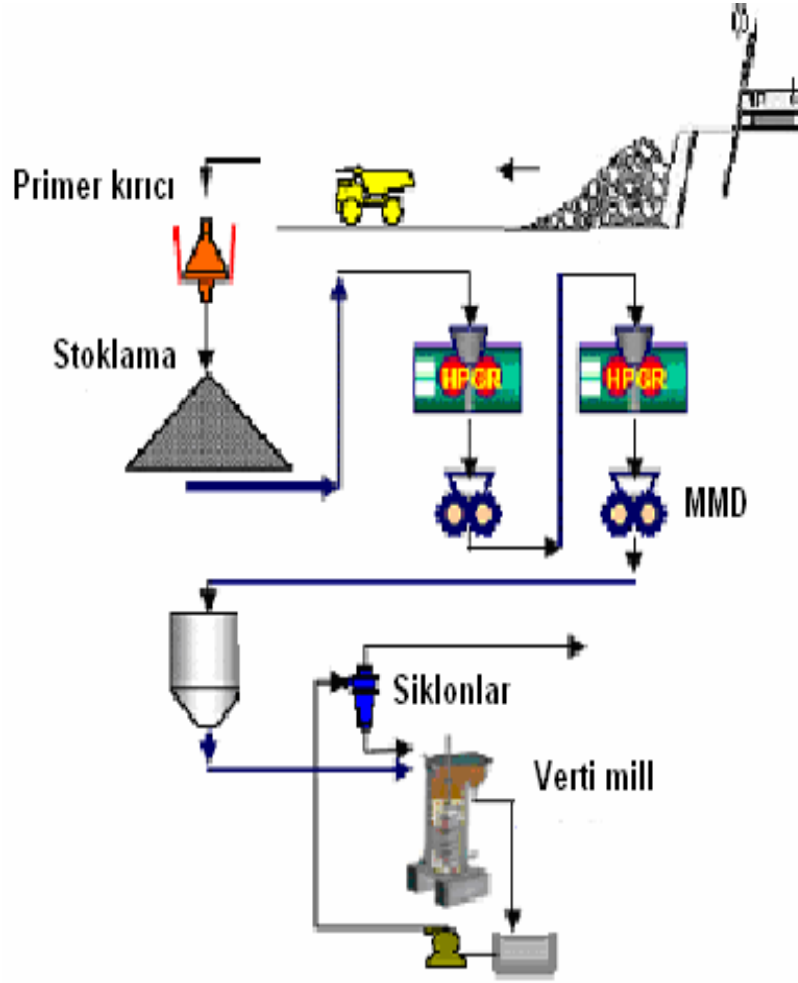
3.2.5 Kule değirmenler (Tower mills)

Bu değirmenler *Kubota Tower Mill Corp. (Japonya)* tarafından mineral endüstrisinde ince öğütme için imal edilmiştir. Bu teknoloji şu anda VertiMill ismi altında *Metso Minerals* tarafından temin edilmektedir. Özellikle metal ve altın madeni öğütme işlemlerinde geniş bir kullanımı vardır. Kapasiteleri 50 ton/saat'in üzerinde olan bu değirmenlerde 70 µm altı ürün elde etmek mümkündür. Değirmen genellikle 12 mm'lik çelik bilyaların (seramik bilya ve çakıl veya mineral kökenli abrasif bir malzemedan yapılmış granüller de kullanılabilir) kullanıldığı öğütücü ortamı karıştırmak için spiral bir karıştırıcıyla donatılmış dikey bir üniteden oluşmaktadır (Şekil 3.6). Spiral 3 m/sn'lik hızla dönmektedir. Öğütme genellikle yaş olarak yapılmaktadır. Pulp değirmenin yukarisından beslenmekte, incelmış pulpun yukarıya doğru hareketi bir pompa vasıtasıyla sağlanmaktadır. Öğütme süresince küçük taneler yukarı doğru çıkarken, iri taneler öğütücü ortamın içine düşer. Öğütücü ortam spiral kanatları ile yükselir ve spiral ile değirmen gövdesinden aşağı düşer. Öğütme sırasında değirmen gövdesinin aşağı kısımları öğütücü ortam tarafından tamamen doldurulmuştur [25].



Şekil 3.6 Tower/vertimill şematik gösterimi [25]

Bu değirmenlerin avantajlarından birisi prosese 3 mm'ye kadar kaba (iri) besleme imkânı veren 30 mm'ye kadar çelik bilyaların kullanımının mümkün olmasıdır. Mineral endüstrisinde kullanımı genellikle küçük hidrosiklonlarla kapalı bir devre halinde ve özellikle yeniden öğütme alanında olmaktadır. Öte yandan, %80'i 20 µm altı değirmen boşaltma ürünü içerdiğinde boyut küçültme işlemi sınırlanmaktadır. Standart 12 mm ortam boyutu kullanıldığında bu kısıt daha da artmaktadır. Daha küçük ortam kullanımı enerji verimini artırırken 12 mm'den büyük çelik bilyaların kullanıldığı endüstriyel uygulamalar işlem esnasında değirmenin üstünden bilyaların taşması problemini doğurmaktadır. Mineral tanelerinin 20 µm altına öğütülmesinde daha yüksek enerji verimi için diğer karıştırmalı değirmenlere (IsaMill ve Detritor Mill gibi) ihtiyaç olmaktadır. Şekil 3.7'de JKMRC'de (Avustralya) pilot ölçekte uygulanan ve değirmen olarak HPGR yüksek basınçlı merdaneli değirmen ile VertiMill kullanıldığı proses akım şeması gösterilmektedir. HPGR ile iki aşamada $P_{80}=1.5$ mm'ye ufalanan malzeme daha sonra doğrudan VertiMill değirmene beslenebilmektedir [26].



Şekil 3.7 HPGR/Vertimill akış diyagramı [26]

3.2.6 IsaMill

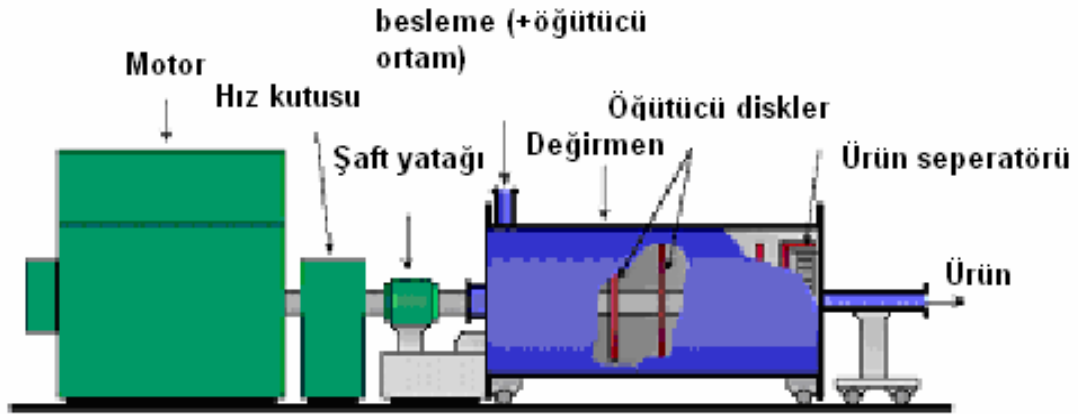
Bu değirmenler, 1990'larda Almanya'da *Mount Isa Mines* ve *Netzsch-Feinmahltec GmbH* tarafından ortaklaşa geliştirilmiş olup konsol kirişli bir şaft üzerine monte edilmiş ve çok yüksek hızlarda dönen (20 m/sn) disklere sahip yatay karıştırıcı değirmen teknolojisidir (Şekil 3.8). İlk olarak boya sanayinde kullanılan bu değirmenlerde disklerin yüksek dönüş hızı küçük öğütücü ortam kullanımı için oldukça kritiktir. Tablo 3.2'de bilya sayısı ve yüzey alanına göre öğütücü ortam bilya boyutları verilmektedir. Bu sayede ince ve çok ince öğütme işlemlerinde yüksek ürün kapasitesi ve yüksek enerji verimi elde edilebilmektedir.

Mineral endüstrisinde bu tür yeni öğütme teknolojilerinin geleceğini ise genellikle bu iki performans değeri belirlemektedir.

Çizelge 3.2 Bilya sayısı ve yüzey alanına göre öğütücü ortam boyutu [27]

<i>Bilya boyutu (mm)</i>	<i>Bilya sayısı (m³ başına)</i>	<i>Bilya yüzey alanı (m²/m³)</i>
20	95.541	120
12	442.321	200
1	1.146.496.815	3.600

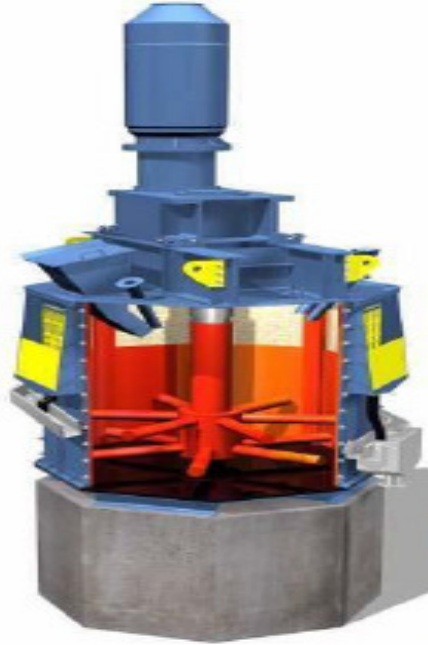
Öte yandan, IsaMill elek kullanmadan öğütücü ortamını tutabilmektedir. Boşaltmada öğütücü ortamı değirmende tutmak üzere yüksek merkezkaç kuvvet oluşturan bilya ve ürün seperatörü kullanılmaktadır. Öğütücü ortamın tutulmasında fiziki bir elek olmadığı için tıkanma oluşmaz ve daha az yeterlilikte bir öğütücü ortam kullanıldığında bile yüksek bir besleme akış hızı sağlayabilir. Öğütücü ortam olarak bakır ve kurşun ergitme granül cüruflar, cevher, çakıl taşları ve çeşitli kum ürünler kullanılır.



Şekil 3.8 IsaMill şematik gösterimi [27]

3.2.7 Detritör mill

Bu değirmenler *Metso Minerals Ltd.* tarafından geliştirilmiştir. Bu teknoloji pigment endüstrisinde kullanılan kum değirmenlerinden aktarılmış olup, ilk olarak *ECC International* tarafından 1960'larda geliştirilmiş ve günümüzde kaolin, kalsiyum karbonat, kurşun-çinko vb. tesislerde dünya genelinde yaklaşık 200 değirmen tesis edilerek çalıştırılmaktadır. Dikey karıştırımlı bir değirmendir (Şekil 3.9). Değirmen ünitesinin yükseklik ve çap oranı 1:1'dir. Değirmende 11 m/sn'lik hızda dönerek karıştırıcı gibi hareket eden merkezi bir shaft üzerinde uzun pinler vardır. Avustralya'daki *Zinifex Century Zinc Mine* 6'sı yeniden öğütme 15'i çok ince öğütme için olmak üzere toplam 21 adet Detritör değirmen kullanılmaktadır [28]. Çok ince öğütme devresi Detritör değirmen öncesi 2 inçlik siklonlarla birlikte çalışır. Besleme malı %80'i 44 µm ve elde edilen ürün %80'i 7.5 µm boyutundadır. Özgül enerji tüketimi 34–37 kWs/t'dur. Öğütücü ortam ise 1–2 mm'lik kumdur. Bu değirmenler nispeten küçük değirmenlerdir. En büyüğü 355 kW'lık bir motor gücü ile tesis edilmiştir.



Şekil 3.9 Detritör Mill gösterimi [28]

3.3 Yaş ve Kuru Öğütme

Cevher hazırlama işlemlerinde öğütme kuru veya tercihen yaş olarak yapılır. Yaş öğütmenin kuru öğütmeden daha verimli olduğu bilinmektedir. Bond [29] benzer koşullarda yapılan endüstriyel boyutlardaki yaş öğütmenin kuru öğütmeye göre 1–3 kat daha fazla kapasite verebildiğini ifade etmiştir. Austin ve ark. [30] ise yaş öğütme işleminin kuru öğütmeye göre farklı malzemeler için kırılma hızlarını 1.1–2.0 kat artırdığını belirtmişlerdir. Nihayetinde, yaş öğütme işleminin pulp yoğunluğunun çok viskoz olmayacak kadar koyu (kabul edilebilir kütle akış özellikleri olan) olması durumunda daha yüksek değirmen kapasiteleri vereceği açıktır. Su ince tanelerin aglomerasyonu ve bilyaların kaplanmasını önleyerek kaplanmasını önleyerek öğütme süresi ilerledikçe gelişen yavaşlama etkisini geciktirmekle beraber, suyun başlıca faydası öğütücü ortamın mekanik etkisinin tanelere daha iyi aktarılmasını sağlamasıdır. Böylelikle, daha yüksek kırılma hızları elde edilir. Kuru olarak çok ince boyutlara öğütme yapılması, tüm öğütme işleminin yavaşlamasına neden olabilir. Değirmendeki yavaşlama etkisi, öncelikle bilyaların ince malzemeye kaplanması ve tanelerin aglomerasyonu şeklinde gözükür. Bununla birlikte, ince tanelerin oluşturduğu yatak akışkana benzer özellikler gösterir. Bu durumda, taneler bilyaların çarpışma bölgesinden kaçarak parçalanma için gerekli kuvvetlere maruz kalmazlar [30-33]. Deneysel çalışmalar malzemelerin kuru öğütülmesi üzerinde aglomerasyon etkisinin, yaş öğütmede ise pulp reolojisinin etkili olduğunu göstermiştir. Tane boyutu küçüldükçe, pulp reolojisinin etkisi daha çok hissedilir, sınırlandırıcı olmaktadır. Taneler 10 µm ve daha alt boyutlara öğütüldüğünde (örneğin pigmentler ve ince kimyasallar) öğütme işleminin verimliliği tamamen pulp reolojisiyle saptanır [31].

Pulpun reolojik özelliklerini belirleyen faktörler ise pulp yoğunluğu, tane boyut dağılımı ve kimyasal ortamdır. Bir pulpun baskın bir reolojik davranışa sahip olduğu belirtildiğinde, aslında öğütme sırasında iri boyuttan ince boyuta öğütülen pulpun birkaç farklı reolojik yapı sergilediği anlaşılmaktadır. Ancak, mevcut yapılardan biri öğütme sırasında baskın olacaktır. Bu kompleks değişen reolojik yapı, yüksek boyut küçültme oranı içeren kesikli öğütme işlemlerinde daha belirgindir [34].

Günümüzde yaş öğütme ve sınıflandırma teknolojileri önemli bir şekilde gelişmeye başlamış özellikle de yüksek hız sınıflandırıcıları ile kombine edilmiş bilyalı öğütme teknolojisi bunların arasında önemli bir yere gelmiştir. 1 mikron altı (submicron) ve nano boyutlu taneler yaş öğütme yöntemleri ile karıştırmalı bilyalı değirmenlerde ve çok küçük öğütme ortamı kullanımı ile elde edilir. Bu yüzden 1 mikronun altında daha ince parçalar için yaş öğütme kararını uygulamak kolaydır. Tane boyutları 1 mikron altı boyuttan 100 mikron civarına yaş yada kuru öğütme prosesleri ile elde edilebilirken milimetre boyutunda daha büyük parçalar kuru öğütme yöntemiyle elde edilir. Kuru ve yaş öğütmenin seçimi birkaç faktöre bağlıdır. Bunlardan biri hammaddenin toz mu yoksa pulp halinde mi kullanılacağıdır. Diğer faktörler ise ürün inceliği, dispersiyon (dağılma) ve kimyasal reaktivitesidir. Kuru öğütme yöntemlerinin performansı özellikle de sınıflandırıcı teknolojisindeki gelişmeyle daha iyi incelik elde etme yönünde uyarlanmıştır. Kuru değirmenlerin en dikkat çekici özelliği de yüksek enerjisidir ki iyi bilinen yaş ortam değirmenlerine benzer olarak çok ince öğütmede kullanılır. Öğütücü ortam farklı şekil, boyut ve malzeme çeşitliliği gösterebilir; taşlar, silpeps, bilyalar, çubuk ve düzensiz taneler bilinen en yaygın şekillerdir. Öğütücü ortam boyutlarının büyüklüğü 100 mm civarından 50 mikrona kadar ulaşır. Değirmenlere artan güç girişi ile ortamın fiziksel özelliğindeki gereksinimler önemli hale gelir. Sertlik, dayanım, young modülü ayrıca termal ve kimyasal kararlılık da göz önünde bulundurulmalıdır. Öğütücü ortam boyutları 10 mm'den büyükse gravite esaslı değirmen, daha küçük öğütme ortamında ise daha çok hızlanmaya ihtiyaç duyulduğu için karıştırmalı ve yüksek hızlı değirmenler kullanılır. Çizelge 3.3'de değirmenlerin farklı çeşitlerinin hepsinde öğütücü ortamlarının kendi karakteristik boyutları ve şekilleri vardır.

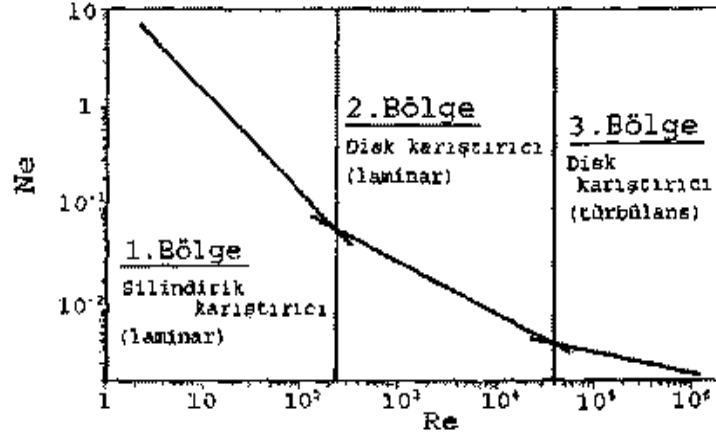
Çizelge 3.3 Çeşitli değirmenlerde öğütücü ortam türü ve boyutları [13]

<i>Değirmen türü</i>	<i>Öğütücü ortam türü</i>	<i>Öğütücü ortam boyutu (mm)</i>
Karıştırmalı (yaş)	Bilya	0.05–3
Karıştırmalı (kuru)	Bilya	1–10
Santrifüj değirmen	Bilya	1–10
Titreşimli değirmen	Bilya, Çubuk, Silindir	5–20
Yörüngesel (Planetary) değirmen	Bilya, Silindir	2–20
Bilyalı/çubuklu değirmen	Bilya, Çubuk, Silindir	10–100

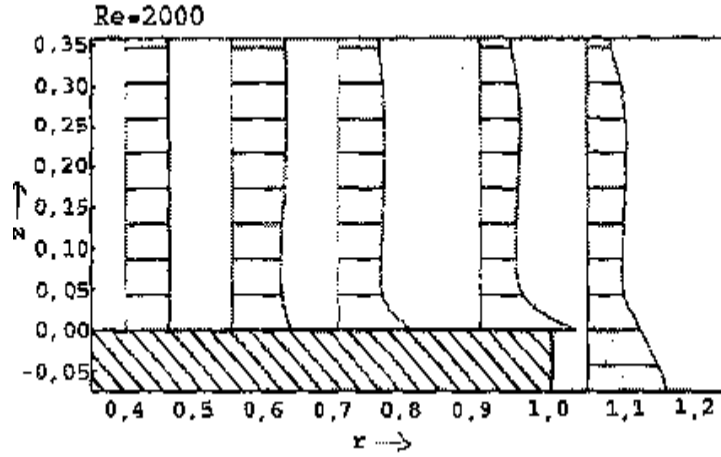
Sonuç olarak eğer nihai ürün pulp halinde kullanılacaksa veya besleme malı zaten sulu ise “yaş öğütme” en ekonomik yöntemdir. Tane stabilizasyonu ve dispersiyonu için katkı maddeleri kullanılacaksa özellikle de yukarıda bahsedildiği gibi 1 mikrondan küçük taneler için yaş öğütme istenen çözümdür.

3.3 Öğütücü Ortam Hareketi ve Enerji Dağılımı

Değirmende karıştırıcının dönmeye başlaması ile birlikte değirmen içerisinde kendine özgü bir akış profili oluşmaktadır. Bu akış profili, değirmen içindeki ortam hareketinin yanı sıra ekipmanın özgül enerji tüketimini de belirlemektedir. Akış profilinden yararlanılarak değirmen içerisinde oluşan yüksek enerji yoğunluğuna sahip bölgeler ile öğütmede etkin olan kuvvetler hakkında bilgi elde edilebilmektedir [35-37]. Değirmen içindeki ortam-malzeme karışımının hareket mekanizması oldukça karmaşıktır. Mölls ve Hömle'e göre, bu hareketi etkileyen 44 değişken bulunmaktadır [37]. Akış profilini ve enerji dağılımını belirlemeye yönelik çalışmaların çoğunda hesaplamalar, değirmen içinde laminer akış ve homojen Newton akışkanı (Newtonian fluid) bulunduğu varsayılarak yapılmaktadır. Akış profilleri, CFD teknikleri (computational fluid dynamics) kullanılarak incelenmekte ve daha sonra belirlenen akış profiline göre değirmen içindeki özgül enerji dağılımı hesaplanmaktadır. Sonuçta, öğütücü ortamı oluşturan her tanenin bu akış içindeki hareketi belirlenebilmektedir [35-39]. Weit'in değirmende gerçekleşen güç tüketimini belirlemeye yönelik çalışmalarının sonuçları Şekil 3.10'da Newton (Ne) ve Reynolds (Re) sayıları ile ifade edilmektedir. Burada Newton sayısı değirmenin güç tüketimini belirtmektedir. Şekil 3.10'dan da görülebileceği gibi Reynolds sayısına bağlı olarak belirlenen üç çalışma aralığının her birinde değirmen içerisinde farklı akış profilleri ve buna bağlı olarak farklı enerji dağılımları oluşmaktadır [36]. Akış profilini belirlemeye yönelik araştırmalar laminar akış koşullarının baskın olduğu 1. ve 2. bölgelerde yoğunlaşırken, 3. bölge ile ilgili bir çalışma literatürde bulunmamaktadır. Şekil 3.11'de, $Re=2000$ için teğetsel hız gradyanındaki değişim görülmektedir.



Şekil 3.10 Karıştırıcı bilyalı değirmende farklı Reynolds sayıları için oluşan güç bölgeleri [36]

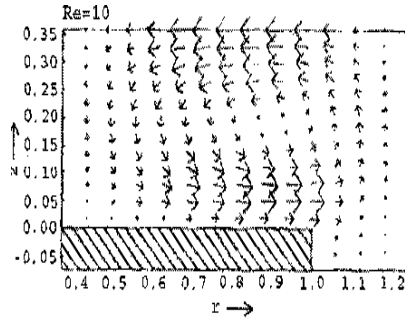


Şekil 3.11 Teğetsel hız profili, Re=2000 [36]

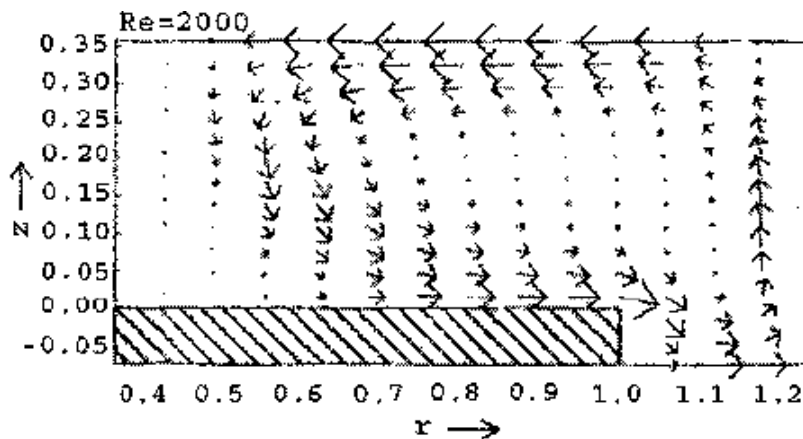
Şeklin sol tarafı karıştırıcı şaftı ile sınırlıyken sağ tarafta değirmen duvarı bulunmaktadır. Taralı alan, karıştırıcı diskini temsil ederken şeklin üst kısmı iki diskin simetri eksenine denk gelmektedir. Şekillerde kullanılan r ve z koordinatları, temsil ettikleri bölge boyutlarının karıştırıcı disk çapına oranları ile ifade edilmektedirler. Şekil 3.11'de teğetsel hızın yönü kağıt düzlemine diktir. Şekil 3.11'den de görülebileceği gibi şaft çevresindeki hız gradyanında değişimin olmaması bu bölgede akışkanın çok yavaş hareket ettiğinin bir göstergesidir. Şafttan uzaklaştıkça hız gradyanındaki değişime paralel olarak bir akış profili gelişmeye başlamaktadır ve en yüksek hız gradyanı disk yüzeyinde oluşmaktadır. Şekil

3.11'de görülen hız profillerinin biçimi incelenen her Reynold sayısı için tipiktir. Reynolds sayısının artması disk çevresinde oluşan akış profillerinde nicel değişimlere neden olmaktadır. Şekil 3.12 ve 3.13'de değirmen içerisinde oluşan özgül hız dağılımları $Re=10$ ve 2000 için görülmektedir.

Kullanım alanlarına göre belirli tane boyutlarında ve değişik tane şekilli malzemelerin elde edilmesi için yapılan boyut küçültmede etkili olan kuvvetler katıların fiziksel, kimyasal ve mineralojik özelliklerinin yanı sıra yüzey enerjileri ile ilgilidir. Nitekim E.G. Blanc'a göre kopma yalnızca mekanik bir olay olmayıp aynı zamanda kinetik bir olaydır. U.N. Bhrany'ye göre ise boyut küçültme öğütme zamanı ile orantılıdır.

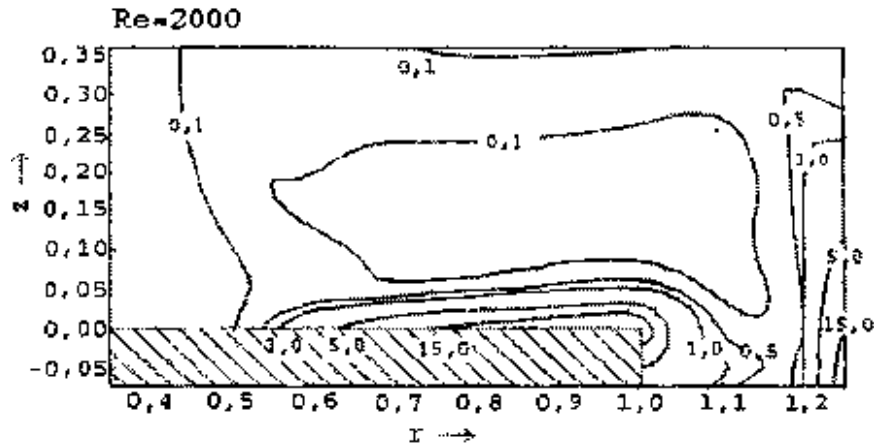


Şekil 3.12 Radyal ve eksensel hızlar, $Re=10$ [36]



Şekil 3.13 Radyal ve eksensel hızlar, $Re=2000$ [36]

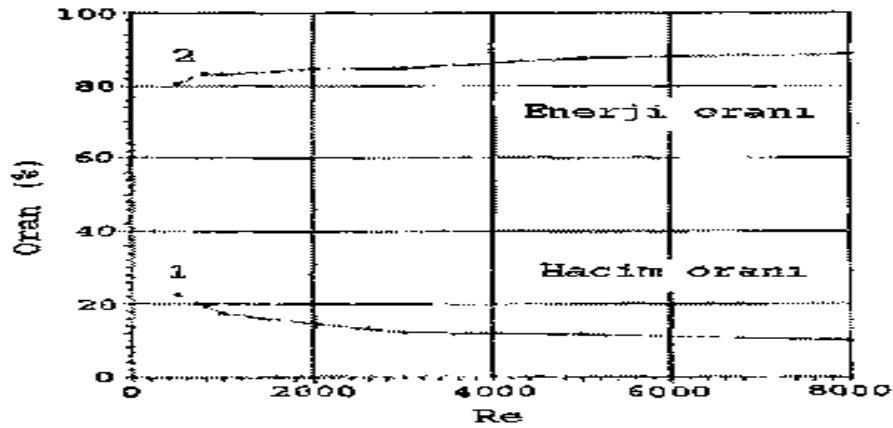
Şekil 3.12 ve 3.13'den de anlaşıldığı gibi r-z düzleminde çevrimsel bir hareket söz konusudur. Akış, dönen diskin akışkanı değirmen duvarına hareket ettirmesiyle başlar. Değirmen duvarına ulaşan akışkan burada yukarı doğru yönlendirilir. Daha sonra hareketin devamlılığını sağlamak amacıyla akışkan tekrar hareketin başladığı yer olan şaft yönüne doğru devam eder. $Re=2000$ için hesaplanan hız dağılımı Şekil 3.13'de görüleceği gibi konum, şekil ve şiddet itibarıyla farklılık göstermektedir. Bu koşulda, çevrimsel akışın çevresinde yani disk yüzeyinde, iki diskin simetri ekseninde ve değirmen duvarı boyunca daha yüksek hızlara rastlanmaktadır. Temelde, akış profillerindeki değişim değirmen içerisinde farklı özgül enerji dağılımlarının oluşmasına yol açmaktadır [35,36]. Değirmen içindeki akış profilleri, başlıca akışkanın hız gradyanı tarafından belirlenen tipik bir özgül enerji dağılımına neden olur. Şekil 3.14'de $Re=2000$ için hesaplanan eş enerji yoğunluğu eğrileri görülmektedir. Şekilde eğriler üzerinde görülen değerler; o nokta için hesaplanan yerel özgül enerjinin, değirmene verilen ortalama özgül enerjiye oranını belirtmektedir. Yerel özgül enerjinin hesaplanması Blecher vd. [35] 'de ayrıntılı olarak anlatılmaktadır. Ortalama özgül enerji olarak tanımlanan değer ise değirmene verilen toplam enerjinin değirmen hacmine oranıdır. Şekil 3.14'de görülen 1 değeri, değirmeni farklı bölgelere ayırması nedeniyle önemlidir.



Şekil 3.14 Eş enerji yoğunluğu eğrileri, $Re=2000$ [35]

Oranın 1 'den büyük olduğu bölgelerde yerel özgül enerji ortalama özgül enerjiden daha büyüktür. Bu durumda değirmen içerisinde “yüksek enerji yoğunluğuna sahip iki bölge”den söz edebiliriz. Bu bölgelerden biri karıştırıcı disk çevresinde bulunurken diğeri değirmen duvarı boyunca uzanır. Enerji yoğunluğunun artmasının öğütme performansını iyileştirdiği düşünüldüğünde değirmen içinde gerçekleşen öğütmenin yüksek enerji yoğunluğuna sahip bu bölgelerde meydana geldiği düşünülmektedir. Fakat bu iki bölge değirmen içinde çok küçük bir alanı kaplamaktadır. Şekil 3.15’de bu görüşü doğrulamaktadır.

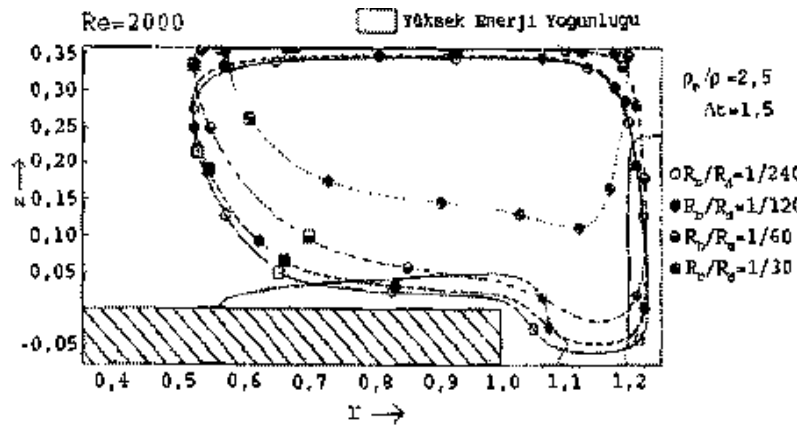
Şekil 3.15’de görülen 1 numaralı eğri yüksek enerji yoğunluğuna sahip bölgelerin değirmen hacmi içindeki oranlarını Reynold sayısının bir fonksiyonu olarak ifade etmektedir. 2 numaralı eğri ise değirmene verilen toplam enerjinin ne kadarının bu hacimde dağıldığını göstermektedir. Şekil 3.15’den de görülebileceği gibi $Re=8000$ için bu bölgeler değirmen hacmi içinde yaklaşık %10'luk bir alanı kapsarken değirmene verilen toplam enerjinin %90'ı bu bölgelerde dağılmaktadır. Bu örnek, karıştırmalı bilyalı değirmende etkin boyut küçültmenin bu iki küçük yüksek enerji yoğunluğuna sahip bölgede gerçekleştiğine işaret etmektedir [35,36].



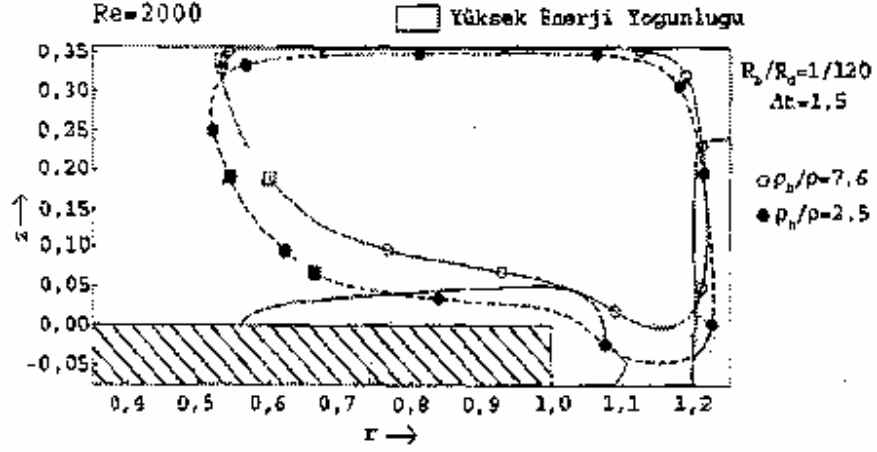
Şekil 3.15 Yüksek enerji yoğunluğuna sahip bölgelerin değirmen hacmine oranı ile bu bölgelerde dağılan enerjinin toplam enerjiye oranı [35]

3.4. Tek Bilyanın İzlediği Yörünge

Değirmende etkin öğütmenin, yüksek enerji yoğunluğuna sahip bölgelerde gerçekleştiğinin belirlenmesi optimum öğütmenin, öğütücü ortamın bu bölgelerden devamlı olarak geçmesi ile elde edilebileceği düşüncesini doğurmaktadır. Bu nedenle, ortamın değirmen içinde izlediği yörünge üzerinde etkili olan değişkenlerin belirlenmesi için çalışmalar yapılmıştır. Yapılan tüm hesaplamaların sonucunda, ortamı oluşturan her tanenin başlangıç noktasından bağımsız olarak neredeyse sabit bir yörünge üzerinde yol aldığı anlaşılmıştır. Bununla beraber, yörüngenin değirmen içindeki konumunun karıştırıcı disk çapının (R_d) ortam çapına (R_b) oranına, ortam yoğunluğunun (ρ_b) pulp yoğunluğuna (ρ) oranına ve Reynolds sayısına bağlı olduğu belirlenmiştir. [35-37]. Şekil 3.16'da farklı çap oranlarının (R_b/R_d) sabit yörünge üzerindeki etkisi görülmektedir. Görülebileceği gibi sadece küçük bilyaların değirmen içinde oluşan yüksek enerjili bölgelerden geçme olasılığı yüksektir. İri bilyaların izlediği yörünge tamamıyla düşük enerjili bölgede bulunmaktadır. Şekil 3.16'da yoğunluk oranlarının (ρ_b/ρ) yörüngenin konumu üzerindeki etkisini göstermektedir. Oranın artması sonucunda ortam sadece değirmen duvarı boyunca bulunan yüksek enerjili bölgeden geçmektedir. Son olarak, Reynolds sayısının yörüngenin konumu üzerindeki etkisi Şekil 3.17'de görülmektedir.



Şekil 3.16 Bilya ve disk çapı arasındaki oranın tane yörüngesinin konumu üzerindeki etkisi [35]



Şekil 3.17 Bilya ve akışkan yoğunluğu arasındaki oranın tane yörüngesinin konumu üzerindeki etkisi [35]

Şekil 3.17’de yüksek enerji yoğunluklu bölgeler gösterilmemiştir çünkü bu bölgelerin kapladığı alan Reynolds sayısı ile değişmektedir. Bununla beraber, Reynolds sayısının 800 ve 2000 olduğu durumlarda oluşan yörünge yüksek enerjili bölgelerin bulunacağı disk yüzeyine ve değirmen duvarına yakındır. Re=8000’de oluşan yörüngenin izlediği yol ise düşük enerjili bölgelerin baskın olduğu alanlardan geçmektedir. Bu üç değişkenin yörüngesinin konumu üzerindeki etkisi Hareket indisi (Motion index) adı verilen bir parametre ile tanımlanmaktadır.

$$M_{sb} = \left[R_b^3 \cdot (\rho_{b-\rho}) \cdot v_d^2 \right] \left(\frac{1}{R_d} \right) \left(\frac{\rho}{\eta^2} \right) \quad (3.1)$$

Bu eşitlikte,

R_b : bilya çapı, m

R_d : karıştırıcı diskin çapı, m

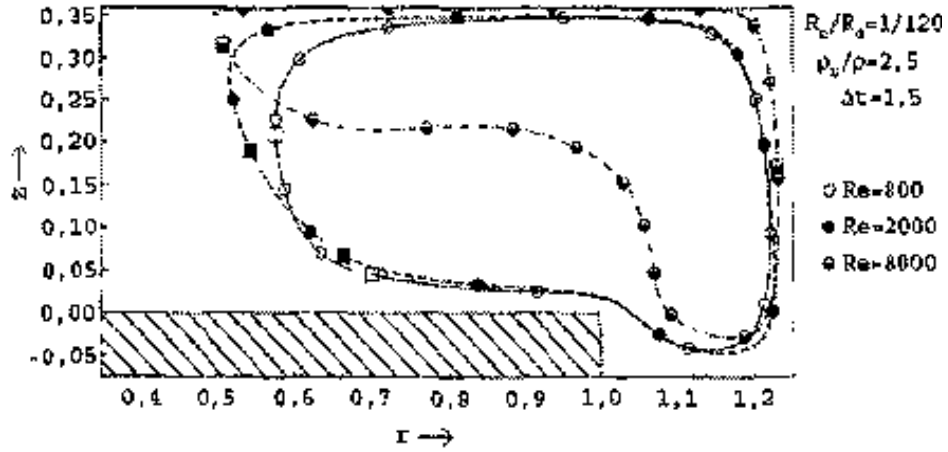
V_d : karıştırma hızı, m/sn

ρ_b : bilyanın yoğunluğu, kg/m³

ρ : akışkanın yoğunluğu, kg/m³

η : dinamik viskozite, Pa.s

Düşük hareket indisi değerlerinde, ortam hareketi üzerinde sürüklenme kuvveti (drag force) baskın olduğundan ortam akışkanın akış şeklini izlemekte ve daha sık yüksek enerjili bölgelerden geçmektedir.



Şekil 3.18 Reynold sayısının tane yörüngesinin konumu üzerindeki etkisi [35]

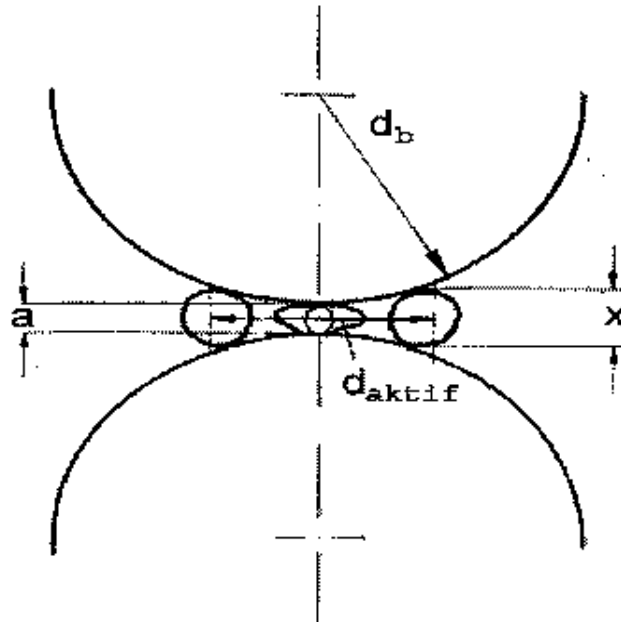
Bu da daha etkin bir öğütmenin gerçekleşmesine neden olmaktadır. Hareket indisinin değeri arttıkça ortam üzerinde santrifüj kuvvetin etkisi artmaktadır. Bu durumda, ortam akışkanın akış profilini takip etmez ve daha çok düşük enerji yoğunluklu bölgelerden geçer [35].

3.4 Öğütmede Etkin Olan Kuvvetler

Karıştırmalı bilyalı değirmenler, mikron ve mikron altı inceliklerde öğütme yapabilme kapasitesine sahip ekipmanlardır. Bununla beraber, değirmenin neresinde ve hangi şekilde tanelerin kırılma işlemine maruz kaldığı açık değildir. Değirmen ile belli bir zaman aralığında yeterli boyut küçültmenin sağlanabilmesi iki koşula bağlıdır [39-41]. Bunlar değirmen içinde birim zamanda meydana gelen “çarpışma sayısı” (stres sayısı, SN) ve her çarpışmada açığa çıkan enerji miktarıdır (stres yoğunluğu, SI). Değirmene beslenen

tanelerin kırılabilmesi için tanenin iki bilya veya bilya ile değirmen duvarı arasında yakalanması ve bu çarpışmalarda açığa çıkan enerji yoğunluğunun taneleri kıracak kadar yüksek olması gerekmektedir. Her çarpışmada yakalanan tane sayısı göz önüne alındığında üç farklı durum söz konusudur [40].

Her seferinde tek tane yakalanmaktadır. Çarpışmada açığa çıkan tüm enerji bu tanenin kırılması için harcanmaktadır. İki bilya arasında birden fazla tane yakalanmaktadır. Çarpışmada açığa çıkan enerjiden taneler boyutlarıyla orantılı olarak etkilenirler. Yakalanan en iri tane en yüksek enerji ile kırılırken diğerleri gittikçe azalan enerjiye maruz kalırlar. Taneler iki bilya arasında bir yatak oluşturur. Yakalanan tane sayısı, süspansiyonun katı konsantrasyonuna ve besleme tane boyutuna bağlı iken iki bilya arasındaki aktif hacmin yarıçapı (d_{aktif}) ile süspansiyondaki iki tane arasındaki ortalama uzaklığın (y) birbirine oranı ile ifade edilebilir (Şekil 3.19).

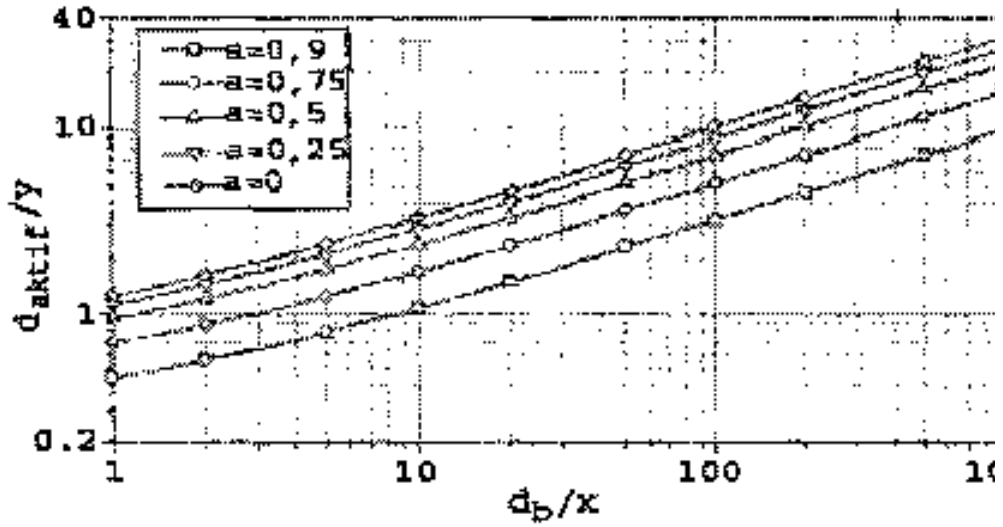


Şekil 3.19 Aktif hacim [40]

Buna göre aşağıdaki eşitlik yazılabilir:

$$\frac{d_{aktif}}{y} = \sqrt[3]{\frac{6.c_v}{\pi} \cdot \sqrt{2 \cdot (1-a') \cdot \frac{R_b}{x} + 1 - a'^2}} \quad (3.2)$$

Şekil 3.20'de katı konsantrasyonunun hacimce %20 olduğu bir süspansiyonda farklı a' değerleri için elde edilen d_{aktif}/y oranı bilya çapının (R_b) tane boyutuna (x) oranının bir fonksiyonu olarak gösterilmektedir.



Şekil 3.20 Farklı a' değerleri için iki bilya arasında yakalanan tane sayısı [40]

Şekil 3.20'den de görülebileceği gibi R_b/x oranının artması (bilya çapı sabit) iki bilya arasında yakalanan tane sayısını artırmaktadır. Bu durumda, ortalama tane boyunun 2 mikrondan ince olduğu durumlarda birden fazla tane yakalanmaktadır. Bununla beraber, sadece tane boyutunun çok ince olduğu durumlarda ($x_{50} < 1 \mu m$) iki bilya arasında bir yatak oluşmaktadır [39-41]. Çarpışmaların stres yoğunlukları ile ilgili ilişkiler boyut küçültmenin değirmen içerisinde nerede ve nasıl oluştuğunun belirlenmesi ile ortaya çıkarılabilir. Bilya hareketlerinin izlenmesi sonucunda araştırmacılar üç farklı öğütme mekanizmasının üzerinde durmaktadırlar [39-41]. Bu mekanizmalar;

- Karıştırıcı etrafında bulunan bilyalar değirmen duvarına doğru ivmelendirilirler ve bu sırada kinetik enerji kazanırlar. Bu enerji, tanelerin öğütülmesinde harcanmaktadır.
- Öğütücü ortam santrifüj kuvvetin etkisi ile değirmen duvarında bir baskı oluşturmaktadır. Bu bölgede, bilyalar arasında yakalanan taneler oluşan basınç nedeni ile kırılmaktadırlar.
- Değirmen içinde bilyalar farklı hızlarda hareket etmektedirler. Yüksek hızda dönen bilyalar düşük hızda dönen bilyalar ile çarpıştıklarında bir kısım enerjilerini kaybederler ki bu enerji öğütmede kullanılmaktadır.

3.4.1. Çarpışmalarda açığa çıkan enerjinin (stres yoğunluğu) belirlenmesi

Öne sürülen ilk mekanizmada, bilya karıştırıcı tarafından değirmen duvarına doğru ivmelendirilmektedir. Bunun sonucunda, bilya belli bir kinetik enerji kazanır. Bu durumda, stres yoğunluğu bilyanın kinetik enerjisi ve yakalanan tanenin hacmi ile orantılıdır (Eşitlik 3.3).

$$E_{v,b} = \frac{1}{2} \cdot \left(1 - \left(\frac{R_s}{R_d} \right)^2 \right) \cdot \left(\frac{R_b}{x} \right)^3 \cdot (\rho_b - \rho_{palp}) \cdot v_b^2 \quad (3.3)$$

Eşitlikte,

R_s	: karıştırıcı shaftın çapı, m
R_d	: disk çapı, m
R_b	: bilya çapı, m
X	: tane boyu, m
ρ_b	: bilya yoğunluğu, kg/m ³
ρ_{palp}	: yoğunluğu, kg/m ³
U_b	: bilya hızı, m/sn

İkinci mekanizmada, değirmen duvarı yakınında bilyaların radyal hızlarının olmadığı kabul edilmektedir. Bilyalar, santrifüj kuvvet nedeniyle değirmen duvarına baskı oluştururlar. Bu durumda, enerji santrifüj kuvvet ve yakalanan tanenin kesit alanı ile orantılıdır (Eşitlik 3.4).

$$\frac{F_c}{A_p} = \frac{4}{3} \left(\frac{R_b}{x} \right) \left(\frac{R_b}{R_d} \right) (\rho_b - \rho_{pulp}) U_b^2 \quad (3.4)$$

Eşitlikte,

R_d	: disk çapı, m
R_b	: bilya çapı, m
x	: tane boyu, m
ρ_b	: bilya yoğunluğu, kg/m ³
ρ_{pulp}	: pulp yoğunluğu, kg/m ³
U_b	: bilya hızı, m/sn

Önerilen son mekanizmada, farklı hızlarda hareket eden bilyalar çarpışmaktadırlar. Bilyaların teğetsel hızları radyal ve eksensel hızlarından çok daha yüksek olduğundan bilyaların sadece bu yöndeki hareketleri göz önüne alınmaktadır. Farklı teğetsel hızlara $U_{b,1}$ ve $U_{b,2}$ ($U_{b,1} > U_{b,2}$) sahip olan iki buyanın kinetik enerjileri de farklı olacaktır. İki bilya arasında elastik olmayan bir çarpışmanın gerçekleştiği ve hızlı bilyanın çarpışma sonrası hızının ($U_{b,1}$) yavaş bilyanın hızına ($U_{b,2}$) azaldığı varsayılmaktadır. Hızlı bilyanın çarpışmadan önceki ve sonraki kinetik enerjileri arasındaki fark yakalanan taneye aktarılan enerjiye eşittir.

$$\Delta E_{kin} = \frac{1}{2} \left(\frac{R_b}{x} \right)^3 \cdot \rho_b \cdot (U_{b,1}^2 - U_{b,2}^2) \quad (3.5)$$

Eşitlikte,

R_b	: bilya çapı, m
X	: tane boyu, m
P_b	: bilya yoğunluğu, kg/ m ³
$U_{b,1}$ ve $U_{b,2}$: bilya hızları, m/sn

Yukarıdaki eşitlikler kullanılarak üç öğütme mekanizması için hesaplanan stres yoğunluklarının farklı boyuttaki taneler üzerindeki etkileri incelenmiştir. B

mekanizmasında elde edilen stres yoğunluğu en iri bilyalar kullanılsa bile sadece 10 μm 'den daha ince taneleri kırabileceği belirlenmiştir. Sadece, A ve C mekanizmaları için hesaplanan stres yoğunlukları iri tanelerin öğütülebilmesi için yeterli görünmektedir [40,41].

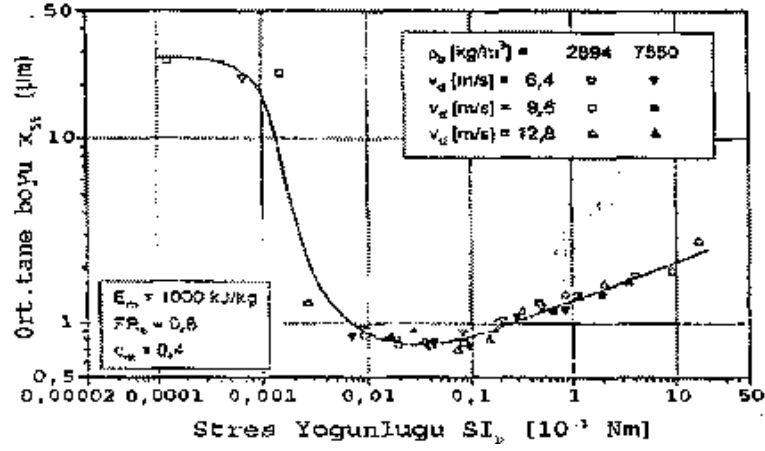
Yukarıda farklı kırılma mekanizmaları için hesaplanan stres yoğunlukları incelendiğinde üç ortak değişken içerdikleri görülmektedir. Bunlar, karıştırıcı hızı ile kullanılan öğütücü ortamın boyutu ve yoğunluğudur.

$$SI = R_b^3 \cdot (\rho_b - \rho_{pulp}) \cdot v_b^2 \quad (3.6)$$

Eşitlikte,

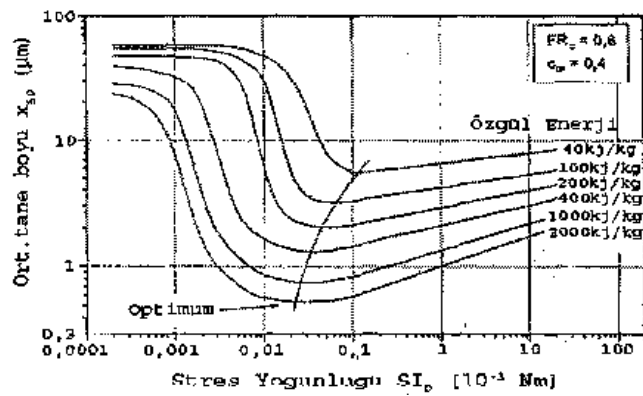
SI	: stres yoğunluğu, N.m
R_b	: bilya çapı, m
ρ_b	: bilya yoğunluğu, kg/m^3
ρ_{pulp}	: pulp yoğunluğu, kg/m^3
U_b	: bilya hızı, m/sn

Şekil 3.21'de özgül enerji girdisinin sabit tutulduğu koşulda stres yoğunluğunun ürün inceliğini nasıl etkilediği görülmektedir.



Şekil 3.21 Özgül enerji tüketiminin 1000 kJ/kg olduğu durumda stres yoğunluğu ile ortalama tane boyu (x_{50}) arasındaki ilişki [41].

Karıştırmalı bilyalı değirmenlerde özgül enerji ve stres yoğunluğu öğütme performansını belirleyen iki ana değişkendir. Düşük stres yoğunlukları taneleri kırmaya yeterli olmadığından daha fazla enerji verilmeli veya stres sayısı artırılmalıdır. Stres yoğunluğunun artması ile ürün inceliği belli bir değere kadar azalmaktadır. Bu noktada stres yoğunluğu optimum değerindedir. Stres yoğunluğunun daha da artması ürün inceliğinin yükselmesine neden olmaktadır. Şekil 3.22'de farklı özgül enerji seviyelerinde ürün inceliği ile stres yoğunluğu arasındaki ilişki görülmektedir.



Şekil 3.22 Farklı özgül enerji tüketiminde stres yoğunluğu ile ortalama tane boyu (x_{50}) arasındaki ilişki [41].

3.4.2. Stres sayısının belirlenmesi

Yukarıda belirtildiği gibi, öğütme işlemi özgül enerji ve stres yoğunluğunun bir fonksiyonudur. Özgül enerji, değirmen içinde meydana gelen çarpışmalarda açığa çıkan toplam enerji miktarı ile orantılı olduğundan öğütme işlemi stres sayısı yani çarpışma sayısı ile de ilişkilendirilebilir.

$$E \propto SI \cdot SN \quad (3.7)$$

Kesikli bir öğütme işleminde birim zamanda meydana gelen stres sayısı (SN), bilyaların temas sayısı (Nc), tanelerin yakalanma ve kırılma olasılığı (Ps) ve değirmen içindeki tane sayısı (NP) ile orantılıdır.

$$S_N = \frac{N_c \cdot P_s}{N_p} \quad (3.8)$$

Bilyaların temas sayısı karıştırıcı devri ve değirmendeki bilya sayısı ile orantılı olduğu varsayılırsa aşağıdaki eşitlik yazılabilir.

$$N_c \propto n \cdot t \frac{V_D \cdot \vartheta_b \cdot (1 - \varepsilon)}{\frac{\pi}{6} \cdot R_b^3} \quad (3.9)$$

n	: karıştırıcı devri, rpm
t	: öğütme süresi, dakika
V_D	: değirmen hacmi, m ³
ϑ_b	: dolum oranı, %
ε	: bilyalar arası boşluk oranı, %
R_b	: bilya çapı, m

Tanelerin yakalanma ve kırılma olasılığı her şeyden önce değirmen içinde baskın olan öğütme mekanizmasına bağlıdır. Değirmen içinde kristal kafes yapısına sahip bir

malzemenin öğütülmesi durumunda bu oran iki bilya arasındaki aktif hacim dolayısı ile bilya çapı ile orantılıdır.

$$P_s \propto R_b \quad (3.10)$$

R_b : bilya çapı, m

Değirmen içindeki tane sayısı tüm tanelerin hacmi ile orantılıdır.

$$N_p \propto \frac{V_d \cdot (1 - \vartheta_b (1 - \varepsilon)) \cdot c_v}{\frac{\pi}{6} \cdot x^3} \quad (3.11)$$

V_d : değirmen hacmi, m

ϑ_b : dolum oranı, %

ε : bilyalar arası boşluk oranı, %

c_v : katı konsantrasyonu, hacimce %

x : ortalama tane boyu, m

Eşitlik 9, 10 ve 11, Eşitlik 8'de yerine konulduğunda stres sayısı tanımlanabilir.

$$SN \propto n \cdot t \cdot \frac{\vartheta_b \cdot (1 - \varepsilon)}{(1 - \vartheta_b (1 - \varepsilon)) \cdot c_v} \cdot \frac{x^3}{R_b^2} \quad (3.12)$$

ϑ_b : dolum oranı, %

ε : bilyalar arası boşluk oranı, %

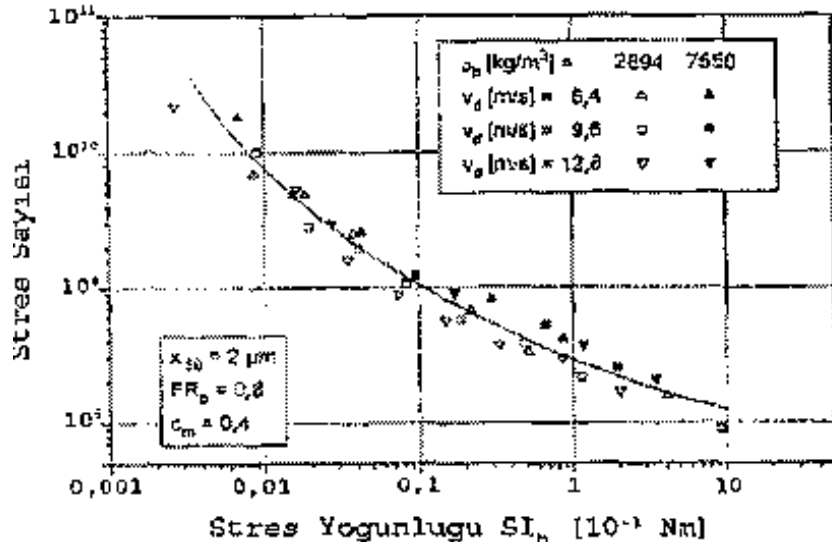
c_v : katı konsantrasyonu, hacimce %

n : karıştırıcı devri, dev/dak

t : öğütme süresi, dak.

R_b : bilya çapı, m

x : ortalama tane boyutu, m



Şekil 3.23 Stres yoğunluğu ile stres sayısı arasındaki ilişki [41]

Şekil 3.23'te stres sayısı ile stres yoğunluğu arasındaki ilişki görülmektedir. Şekil 3.24'den, çarpışmada açığa çıkan enerjinin (stres yoğunluğu) azalması aynı ürün inceliğine ulaşmak için daha fazla çarpışmanın gerekli olduğu görülmektedir [39-41].

Kwade ve Schwedes [42], işlem parametrelerinin stres yoğunluğu ve stres sayısı sabit kalacak şekilde seçildiği sürece ürün inceliğinin aynı kalacağını ileri sürmektedirler.

3.5. Öğütmede Etkili Olan Değişkenler

Karıştırmalı bilyalı değirmenlerde öğütme işlemi üzerinde etkin olan değişkenler, tasarım ve işlem değişkenleri olmak üzere iki ana grup altında toplanabilir.

3.5.1. Tasarım değişkenleri

Bu grupta değirmenin boy/çap oranı, karıştırıcı tipi, konumu ve sayısı, karıştırıcı şaft üzerinde bulunan disk veya çubuklar arasındaki uzaklık, disk veya çubukların boyutları ve şaft üzerindeki konumları gibi tasarım ile ilgili değişkenler bulunmaktadır [43]. Ayrıca,

bazı ekipmanlarda öğütme performansını iyileştirdiği öne sürülen ek parçalar da bulunmaktadır. Örneğin, Maxxmill olarak adlandırılan ekipmanda değirmen gövdesinin de dönmesi sağlanırken değirmen gövdesi içinde malzeme akışını değiştiren sabit bir plaka bulunmaktadır [42]. Benzer şekilde, Draismill olarak adlandırılan ekipmanın değirmen duvarı üzerinde duvara dik olarak yerleştirilen sabit çubuklar bulunmaktadır [43]. Tasarımlardaki bu farklılıklar değirmen içinde oluşan akış profillerini dolayısıyla bilya hareketlerini optimize etmeyi amaçlamaktadır. Buna karşın, farklı tasarımları karşılaştıran bir çalışma bulunmamaktadır.

3.5.2. İşlem değişkenleri

Literatürde karıştırmalı değirmenlerin öğütme performansını etkileyen işlem değişkenlerinin incelendiği pek çok araştırma bulunmaktadır [39, 44–56]. Bu çalışmaların sonuçları ve yukarıda bahsedilen öğütme mekanizmalarında belirtilen stres yoğunluğu ve sayısı göz önüne alındığında bazı ortak değişkenlerden söz etmek mümkündür. Bu değişkenler karıştırma hızı, bilya yoğunluğu, boyu ve şarj oranı, pulp yoğunluğu veya viskozitedir.

3.5.2.1. Karıştırma hızı

Diğer değişkenler sabit tutulup farklı karıştırma hızlarının öğütme üzerindeki etkisinin incelendiği çalışmalarda, hızın artması elde edilen ürünün tane boyutu dağılımını inceletirdiği görülmektedir. Aynı zamanda, değirmenin çektiği güç de çalışmanın yapıldığı karıştırma hızları için doğrusal olarak artmaktadır. Bunun sonucunda, değirmenin birim hacminde harcanan özgül enerji miktarında bir artış olmaktadır. Bu da, istenen ürün tane boyutuna ulaşmak için gerekli öğütme süresinde belirgin bir azalmanın olmasını sağlamaktadır. Böylece değirmen kapasitesinde bir artış gerçekleşmektedir [43, 45-46, 55].

3.5.2.2. Bilya boyutu, yoğunluğu ve şarj oranı

Bilya boyutunun incelendiği çalışmalarda ince bilya kullanılması ile ürün tane boyutunun incelendiği görülmektedir. Bu eğilim besleme tane boyutu ile orantılı olarak belli bir ince bilya boyutuna kadar devam etmektedir. Daha ince bilyaların kullanılması durumunda bilyalar besleme içinde bulunan iri taneleri yakalayamamaktadır. Yapılan çalışmalarda bilya boyutu ile tane boyutu arasındaki optimum oranın merdaneli kırıcılardaki kavrama açısı göz önüne alındığında 7:1 ile 20:1 arasında olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, ince bilya kullanılması durumunda çarpışmalarda açığa çıkan enerji miktarının azalması iri tanelerin kırılmasında olumsuzluk yaratmaktadır [43, 44, 49]. Tüzün [43] çalışmasında, karıştırma hızı ile bilya boyunun öğütme performansı üzerinde içsel bir etkileşimi olduğunu gözlemiştir. Çalışmanın sonucu, iri bilya kullanılması durumunda düşük karıştırma hızının, ince bilya kullanılması durumunda ise yüksek karıştırma hızının öğütme üzerinde daha etkili olduğunu göstermektedir. Karıştırmalı bilyalı değirmenlerde harcanan enerjinin büyük bir bölümü bilya yükünün hareket ettirilmesi için kullanılmaktadır. Bu nedenle, eğer öğütme performansını etkilemeden bilya yoğunluğu düşürülebilirse, enerji tüketiminde azalma sağlanabilir. Bu amaçla farklı yoğunluktaki bilyaların öğütme üzerindeki etkisi incelenmiştir. Düşük yoğunluklu bilyalar (steatit, cam, otojen malzeme vb.) özellikle düşük karıştırma hızı ve iri besleme kullanıldığında yüksek yoğunluklu bilyalara (çelik, demir vb.) oranla öğütmede daha verimsizdirler. Bunun nedeni, karıştırmalı bilyalı değirmenlerde basma kuvvetinin makaslama kuvveti kadar etkin olmasıdır. Bununla beraber, eğer üründe demir kirlenmesi istenmiyorsa öğütücü ortam olarak farklı malzemeler tercih edilebilir [43,45,46]. Tüzün [43] ayrıca çalışmasında bilya şarjının ürün inceliği üzerindeki etkisini de incelemiştir. Deneyleri gerçekleştirdiği koşullarda aynı enerji tüketimi için bilya şarjının ürün inceliğini değiştirmede fakat değirmenin çektiği gücün doğrusal olarak arttığını belirlemiştir. Bununla beraber, Jankovic [57] özellikle dik karıştırmalı biyeli değirmenlerde bilya şarjı ile orantılı olarak artan yerçekimi etkisinin stres yoğunluğunun hesaplandığı eşitliğe dahil edilmesi gerektiğini belirtmektedir.

3.5.2.3. Pulp yoğunluğu

Yapılan çalışmalar pulp yoğunluğunun ürün inceliği üzerinde önemli bir etkisinin olduğunu göstermektedir. Çalışmaların sonuçları incelendiğinde, pulp yoğunluğunun artması ürün inceliğini artırdığı gözlenmektedir. Bununla beraber, pulp katı oranının ağırlıkça %75'in üzerine çıkması halinde tanelerin kırılma hızları düşmektedir. Bu durum özellikle besleme tane boyutu dağılımının ince olması halinde daha da belirgin hale gelmektedir. Bunun temel nedeni pulp içerisinde ince boydaki tanelerin pulp viskozitesini artırmasıdır. Ayrıca öğütme sonucunda oluşan ince tanelerde pulp viskozitesinin daha da yükselmesine neden olmakta ve öğütme performansını azaltmaktadırlar [43, 49, 52-53]. Bu olumsuzluğu gidermek için çeşitli öğütme yardımcıları kullanılmaktadır. Bu reaktifler tane yüzeylerine soğurularak tanelerin yüzey yüklerini -zeta potansiyellerini- artırmakta ve görünür viskozitenin düşmesini sağlamaktadırlar. Öğütme yardımcısı olarak kullanılan bu reaktifler özellikle yüksek katı konsantrasyonuna sahip pulpların akıcılığını artırarak değirmenin yüksek kapasitede çalışmasına yardımcı olmaktadır [50-51, 53].

BÖLÜM IV

MATERYAL VE METOT

4.1. Materyal

Öğütme deneylerinde Niğde bölgesinin kalsit numuneleri kullanılmıştır. (Fotoğraf 4.1). Numuneler Mikron'S mikronize öğütme tesisinde çeneli ve çekiçli kırıcı ile bilyalı değirmenden geçmiş, tesisteki karıştırılmalı dik değirmen besleme malından alınmıştır. Numunenin kimyasal özellikleri Çizelge 4.1 'de, fiziksel özellikleri Çizelge 4.2 'de verilmektedir. Öğütme çalışmalarında ortalama tane boyutu $d_{50}=62.16$ mikron ve 42.24 mikron olan deney numuneleri kullanılmıştır. Öğütücü ortam olarak $d_b=3.5-4$ mm alumina bilyalar ve $d_b=1, 2$ ve 3 mm zirkon bilyalar kullanılmıştır. Öğütücü ortamın (alumina) fiziksel özellikleri Çizelge 4.3 'de, zirkonun fiziksel özellikleri ise Çizelge 4.4 'de verilmiştir.



Fotoğraf 4.1 Kalsitin görünüşü



Fotoğraf 4.2 Bilyaların görünüşü

Çizelge 4.1 Kalsitin kimyasal bileşimi (ağırlıkça %)

$CaCO_3$	$MgCO_3$	Fe_2O_3	SiO_2	Al_2O_3	Toplam
99.5	0.2	0.01	0.01	0.02	99.74

Çizelge 4.2 Kalsit numunelerinin fiziksel özellikleri

Besleme malı	Gerçek yoğunluk (kg/m^3)	Mohs sertliği	d_{50} (μm)	d_{98} (μm)	Özgül yüzey alanı (m^2/g)
- 300 mikron	2700	3	62	236	0.33
-212.5 mikron	2700	3	48	168	0.45
-125 mikron	2700	3	42	106	0.52

Çizelge 4.3 Öğütücü ortamın (alumina) fiziksel özellikleri

Bileşim	Özgül ağırlık (kg/m^3)	Sertlik
Al_2O_3 (95%) + SiO_2 (5%)	3600	>1200 HV *

*Vickers Sertlik (HV) : kg/mm^2

Çizelge 4.4 Öğütücü ortamın (zirkon) fiziksel özellikleri

Bileşim	Özgül ağırlık (kg/m^3)	Kaba yoğunluk (kg/m^3)	Sertlik
$ZrSiO_4$	>4000	>2600	>900 HV *

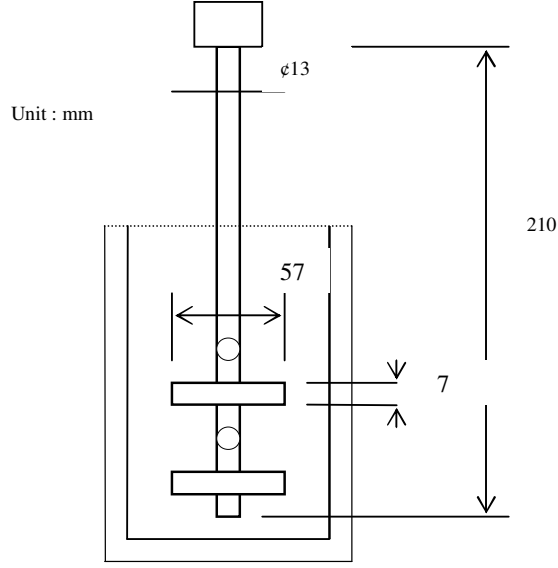
*Vickers Sertlik (HV) : kg/mm^2

4.2. Metot

Bu çalışmada öğütme işlemleri Union Process (U.S.A.) tarafından üretilen Standart-01 model dikey pinli karıştırma değirmende (Fotoğraf 4.3) gerçekleştirilmiştir. Öğütme haznesi 0.75 litre olup aşınmaları azaltmak için öğütme haznesi seramikten yapılmıştır. Ayrıca öğütme haznesini soğutmak için içinde soğutma suyu olan su ceketini ile donatılmıştır.



Fotoğraf 4.3 Deneilerde kullanılan karıştırma bilyalı değirmen



Şekil 4.1 Değirmenin boyutları

Numuneler belirlenen oranlarda değirmen içine alınarak deneyler gerçekleştirilir. Her bir deneyden sonra bütün öğütücü ortam ve öğütülmüş malzemeler değirmenden uzaklaştırılarak ortam eleme yöntemiyle ürünlerden ayrılır.

Karıştırma hızı, pulp yoğunluğu, öğütme süresi ve bilya şarj oranı gibi deneysel parametrelerin ürünlerin özgül yüzey alanı üzerine etkisini araştırmak için deneyler yapılmıştır. Yaş Lazer Difraktometre yöntemiyle çalışan tane boyutu ölçüm cihazı Malvern 2000 Ver. 2.00 ile Hydro 2000 MU (Malvern Co., Ltd.UK) (Fotoğraf 4.4) besleme malı ve öğütülmüş ürünlerin analizinde kullanılmıştır.

Günümüzde birçok firma tarafından lazer kırınım cihazı üretilmektedir. İlk lazer kırınım cihazları, Fransa'da CILAS, İngiltere'de MALVERN ve Amerika'da Leeds and Northrup (Microtrac) tarafından geliştirilmiş olup [57], sonraki yıllarda bunları Coulter, Fritsch, Horiba, Sympatec, Shimadzu ve Seishin gibi üreticiler takip etmiştir [58]. Çeşitli firmaların ürettiği cihazlar, kullandığı lazer ışınlarının dalga boyu (λ), dedektör dizilimi ve sayısı, merceklerinin odak uzaklığı gibi teknik donanım ve yazılım açısından birbirinden farklılık

gösterseler de, bu cihazlar genellikle bir lazer ünitesi, örnek hazırlama ünitesi ve bilgisayar olmak üzere üç ana parçadan meydana gelmektedir.

Lazer difraktometre yöntemiyle çalışan “Malvern Mastersizer S” boyut analiz cihazı helyum-neon lazer ışın kaynağından yararlanarak ölçüm yapmaktadır. Bu yöntemin gerçek adı “ düşük açılı lazer ışık saçınımı (low angle laser light scattering-LALLS)” dır. Yöntem 0,1-2000 µm arası boyut belirlenmesinde bir çok endüstri alanında tercih edilen standart bir yöntem haline gelmeye başlamıştır. 30 yıl kadar öncesine dayanan yöntem, saçınım açısı ile tane boyutu arasındaki ters orantı prensibine dayanmaktadır. Cihaz şu kısımlardan oluşmaktadır:

Sabit dalga boyunda ışık veren uygun yoğunluktaki bir lazer kaynağı: Genelde He-Ne gazlı lazerler 0,63 µm dalga boyu (λ) ile en kararlı (özellikle sıcaklığa) olduğu ve yüksek dalga boylu diğer lazer kaynaklarına oranla gürültü olarak adlandırılan yabancı sinyallerden daha az etkilendiği için tercih edilmektedir.

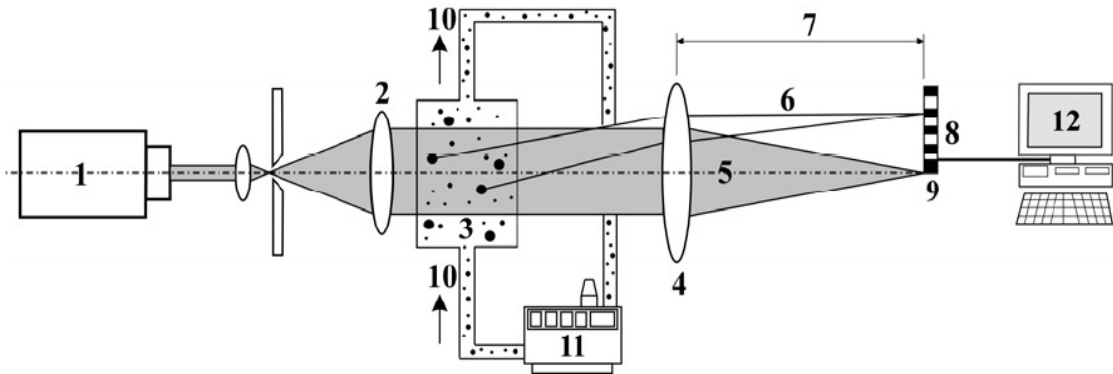
Uygun bir algılayıcı: Bu belli sayıda sonlu algılayıcılardan oluşan foto-duyarlı bir silikon dilimdir. Kullanılan cihazdaki sayısı 40 adettir.

Numuneyi lazer ışığının önünden geçirecek bir araç: Kullanılacak numune türüne göre (kuru veya yaş numune, sprey zerrecikleri) değişik amaçlı olabilir. Laboratuvarımızda kullanılan türü sıvı içindeki tanelerin lazer ışığı önünden iki cam arasında kalan bir boşluktan ince film tabakası şeklinde geçmesini sağlayan bir aparatır.

He-Ne Lazer ışık kaynağından çıkan ışın uzaysal olarak filtre edildikten sonra mercekler yardımıyla paralel ışık çizgileri şekline getirilir. Bu çizgiler Fourier ya da ters Fourier mercekleriyle, merkezden dışa doğru yayılmış ve boyutları da yayılma çapı arttığı oranda büyüyen 15-40 kadar ışığa duyarlı dilimciğin birlikte bulunduğu bir algılayıcının merkezinde bir noktaya odaklanır. Lazer ışığının önüne bir tane akışı rastlamazsa, ışık saçınımına (kırılmaya) uğramadan algılayıcının merkezindeki iğne deliği gibi küçük bir

delikten geçer ve arkadaki karartma algılayıcısının üstüne düşer. Tane akışına rastlayan ışık, tane boyutuyla ters orantılı bir açıyla kırılır.

Fourier merceğinin temel özelliği, bir tane kümesinden geçerken kırılan lazer ışığının saçınımını toplar ve belli açılardakileri gruplandırarak algılayıcı dizisine gönderir. Gruplandırılan ışık kümeleri algılayıcı parçacıklarında değerlendirilir ve “ışık enerjisi dağılımı” olarak adlandırılan ışık şiddeti verilerine dönüştürülür. Bu ışık verileri ile tane boyut dağılımı arasındaki ilişki kullanılarak lazer ışığı önünden geçirilen tanelerin boyut dağılımı hesaplanır. Tanelerin büyüklüğüyle, tanelere çarparak kırılan ışınların kırılma açısı arasında ters orantı ilişkisi bulunmaktadır [59]. Büyük taneler ışınları küçük açıyla, küçük taneler ise daha büyük bir açıyla kırarlar [60]. Şekil 4.2’de bu durum şematik olarak gösterilmiştir. Elektromanyetik kurama dayanan bu ilkedan yararlanılarak tane büyüklüğü ve dağılımı belirlenmektedir.



Şekil 4.2 Lazer kırınım cihazının genel kuruluşu (1. Lazer kaynağı, 2. Işın genişletici, 3. Ölçüm hücresi, 4. Fourier merceği, 5. Herhangi bir taneye çarpmayan ışın demeti, 6. Aynı büyüklükteki tanelere çarparak kırılan ışınlar, 7. Merceğin odak uzaklığı, 8. Çok elemanlı dedektör, 9. Merkezi dedektör, 10. Süspansiyonun akış yönü, 11. Örnek hazırlama ünitesi 12. Bilgisayar)



Fotoğraf 4.4 Malvern MasterSizer cihazı

Özgül yüzey alanı (YA) (m^2/g), Lecoq et. al. [7]:

$$YA=6/[\rho_s*d_{(3,2)}] \quad (4.1)$$

Burada, ρ_s , kalsitin özgül ağırlığı (t/m^3); $d_{(3,2)}$ Malvern MasterSizer ile belirlenen yüzey-hacim çapı:

$$d_{(3,2)} = \frac{\sum x_k dk^3}{\sum x_k dk^2} \quad (4.2)$$

Burada, x_k , belirlenen boyutun sayı değeri d_k (%), d_k , belirlenen bölümün ortalama boyutu (μm).

Numunenin boyutlandırılması amacıyla numuneyi hazırlama esnasında dağıtıcı (dispersant) kullanılmıştır. Her bir deney üç kez tekrar edilmiş ve rapor edilen değerler ortalama değerler olarak alınmıştır. Deneyler 3 grup halinde farklı parametre ve değerler kullanılarak yapılmıştır. Esas amaç en yüksek özgül yüzey alanı elde etmek ve bu amaçla kullanılan

değişkenlerin en iyisini elde etmektir. Grupların çalışma parametreleri ve değerleri, deney koşulları ile deney düzenekleri aşağıda çizelgelerde verilmiştir.

I. Grup ön deneyler için çalışma parametreleri ve değerleri Çizelge 4.5 ve 4.6'da, hazırlanan deney düzeneği ise Çizelge 4.7'de verilmiştir.

Çizelge 4.5 I. Grup ön deney şartlarının özeti

<i>Parametreler</i>	<i>Deney şartları</i>
Pulp yoğunluğu, (%)	25
Öğütme süresi, dak	20
Öğütme hızı, dev/dak	500
Bilya boyutu, mm	1-3 mm
Bilya malzemesi	Zirkon

Çizelge 4.6 I.Grup ön deneylerin çalışma parametreleri ve değerleri

<i>No</i>	<i>Parametre Kodu</i>	<i>Parametreler</i>	-	0	+
1	a	Besleme boyutu (mikron)	100	150	200
2	b	Bilya şarj oranı (değirmen hacminin %'si)	50	65	80
3	c	Bilya boyut dağılımı	1 mm (%50) 2 mm (%30) 3 mm (%20)	1 mm (%35) 2 mm (%30) 3 mm (%35)	1 mm (%20) 2 mm (%30) 3 mm (%50)

Çizelge 4.7 I. Grup ön deneyler için hazırlanan deney düzeneği

<i>No</i>	<i>Parametre Kodu</i>	<i>Besleme Boyutu (mikron)</i>	<i>Bilya şarj miktarı (gr)</i>	<i>Bilya boyut dağılımı</i>
ZR1	1	100	800	1 mm (%50); 2 mm (%30); 3 mm (%20)
ZR2	a	200	800	1 mm (%50); 2 mm (%30); 3 mm (%20)
ZR3	b	100	1200	1 mm (%50); 2 mm (%30); 3 mm (%20)
ZR4	ab	200	1200	1 mm (%50); 2 mm (%30); 3 mm (%20)
ZR5	c	100	800	1 mm (%20); 2 mm (%30); 3 mm (%50)
ZR6	ac	200	800	1 mm (%20); 2 mm (%30); 3 mm (%50)
ZR7	bc	100	1200	1 mm (%20); 2 mm (%30); 3 mm (%50)
ZR8	abc	200	1200	1 mm (%20); 2 mm (%30); 3 mm (%50)

II. Grup deneyler için çalışma parametreleri ve değerleri Çizelge 4.8’de, hazırlanan deney düzeneği ise Çizelge 4.9’da verilmiştir.

Çizelge 4.8 II. grup deneylerin çalışma parametreleri ve değerleri

No	Parametre Kodu	Parametre	-	0	+
1	a	Öğütme süresi (dak)	10	15	20
2	b	Karıştırma hızı (dev/dak)	300	400	500
3	c	Pulp yoğunluğu (%)	30	45	60
4	d	Bilya şarjı (gr)	600	750	900

Çizelge 4.9 II.Grup deneyler için hazırlanan deney düzeneği

No	Parametre Kodu	Süre (dak.)	Hız (dev/dak)	Pulp yoğunluğu (%)	Bilya şarjı (gr)
1	1	10	300	30	600
2	a	20	300	30	600
3	b	10	500	30	600
4	ab	20	500	30	600
5	c	10	300	60	600
6	ac	20	300	60	600
7	bc	10	500	60	600
8	abc	20	500	60	600
9	d	10	300	30	900
10	ad	20	300	30	900
11	bd	10	500	30	900
12	abd	20	500	30	900
13	cd	10	300	60	900
14	acd	20	300	60	900
15	bcd	10	500	60	900
16	abcd	20	500	60	900

III. Grup deneyler için deney şartları Çizelge 4.10’da, çalışma parametreleri ve değerleri Çizelge 4.11’de, hazırlanan deney düzeneği ise Çizelge 4.12’de verilmiştir.

Çizelge 4.10 III. Grup deney şartlarının özeti

Parametreler	Deney şartları
Pulp yoğunluğu (%)	50
Öğütme süresi (dak.)	20
Öğütme hızı (dev/dak)	500
Bilya boyutu (mm)	1-3 mm
Bilya malzemesi	Zirkon

Çizelge 4.11 III.Grup deneylerin çalışma parametreleri ve değerleri

No	Parametre Kodu	Parametre	-	0	+
1	a	Besleme boyutu (mikron)	125	212.5	300
2	b	Besleme miktarı (Bilya şarjının %'si)	5	7.5	10
3	c	Bilya şarj miktarı (gr)	900	1050	1200
4	d	Bilya boyut dağılımı (%)	1 mm (%50) 2 mm (%30) 3 mm (%20)	1 mm (%35) 2 mm (%30) 3 mm (%35)	1 mm (%20) 2 mm (%30) 3 mm (%50)

Çizelge 4.12 III. Grup deneyler için hazırlanan deney düzeneği

No	Parametre Kodu	Besleme boyutu (mikron)	Besleme miktarı (%)	Bilya şarj miktarı (gr)	Bilya boyut dağılımı
1	1	100	5	900	1mm(%50); 2mm(%30); 3mm(%20)
2	a	300	5	900	1mm(%50); 2mm(%30); 3mm(%20)
3	b	100	10	900	1mm(%50); 2mm(%30); 3mm(%20)
4	ab	300	10	900	1mm(%50); 2mm(%30); 3mm(%20)
5	c	100	5	1200	1mm(%50); 2mm(%30); 3mm(%20)
6	ac	300	5	1200	1mm(%50); 2mm(%30); 3mm(%20)
7	bc	100	10	1200	1mm(%50); 2mm(%30); 3mm(%20)
8	abc	300	10	1200	1mm(%50); 2mm(%30); 3mm(%20)
9	d	100	5	900	1mm(%20); 2mm(%30); 3mm(%50)
10	ad	300	5	900	1mm(%20); 2mm(%30); 3mm(%50)
11	bd	100	10	900	1mm(%20); 2mm(%30); 3mm(%50)
12	abd	300	10	900	1mm(%20); 2mm(%30); 3mm(%50)
13	cd	100	5	1200	1mm(%20); 2mm(%30); 3mm(%50)
14	acd	300	5	1200	1mm(%20); 2mm(%30); 3mm(%50)
15	bcd	100	10	1200	1mm(%20); 2mm(%30); 3mm(%50)
16	abcd	300	10	1200	1mm(%20); 2mm(%30); 3mm(%50)

4.3. İstatistiksel Dizayn

2^n deney tasarımında deneysel hatanın saptanması için deneylerin tekrarlanması gerekmektedir. 2^n faktöriyel tasarımda, 2^n sayıda deney gerektiği için deney şartlarının özel bir notasyon ve sıralama ile verilmesi uygun olmakta, bu sıralama ve notasyona “Yates veya standart düzenleme” denilmektedir. Ayrıca, (1) sembolü değişkenlerin tümünün düşük değerde olduğunu, “ ab ” sembolü “ a ” ve “ b ” değişkenlerinin yüksek değerlerinde, diğer değişkenlerin ise düşük değerlerinde olduğunu göstermektedir. Örneğin; a , b , c ve d dört bağımsız değişken ise Yates düzenlemesini kuralım (Çizelge 4.13 ve 4.14):

Çizelge 4.13 Yates deney düzeneği

I	<i>Her zamanki başlama noktası</i>	
a	(Temel etki)	a. (1)= a
b	(Temel etki)	b. (1)= b
ab	(İç etkileşim)	a. b=ab
c	(Temel etki)	c. (1)= c
ac	(İç etkileşim)	a.c= ac
bc	(İç etkileşim)	b.c= bc
abc	(İç etkileşim)	a.b.c= a.bc
d	(Temel etki)	d. (1)= d
ad	(İç etkileşim)	a. d= ad
bd	(İç etkileşim)	b. d= bd
abd	(İç etkileşim)	a. b. d= abd
cd	(İç etkileşim)	c.d= cd
acd	(İç etkileşim)	a. c. d= acd
bcd	(İç etkileşim)	b.c. d= bcd
abcd	(İç etkileşim)	a.b.c.d=abcd

Çizelge 4.14 2^4 için Yates notasyonu

<i>Yates Kodu</i>	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>	<i>d</i>
(1)	-	-	-	-
a	+	-	-	-
b	-	+	-	-
ab	+	+	-	-
c	-	-	+	-
ac	+	-	+	-
bc	-	+	+	-
abc	+	+	+	-
d	-	-	-	+
ad	+	-	-	+
bd	-	+	-	+
abd	+	+	-	+
cd	-	-	+	+
acd	+	-	+	+
bcd	-	+	+	+
abcd	+	+	+	+

Deneysel hataların (S^2) hesaplanması için merkez noktası tekrarlı yöntemle başvurulmuş ve Yates tekniğine göre yapılan deney verilerinin orta değerlerinde 3 adet deney tekrarlanmıştır. Yates tekniğinde modelin tespit edilmesi Yates tekniği ve ANOVA Varyans analizinin birleştirilmesi ile $f(X_1, X_2, \dots, X_n)$ fonksiyonu hesaplama yoluyla bulunmaktadır. ANOVA uygulanmasının amacı kararları ve modeli basitleştirmesidir [61]. Bu yöntemde X değerleri Eşitlik 4.3'e göre hesaplanmıştır.

$$X = \frac{(a-b)}{(c-b)} \quad (4.3)$$

a: Değişkenin (parametre) sınanma değeri

b: Değişkenin (parametre) standart değeri

c: Düşük veya yüksek değer

Gelişigüzel sıralama ve Yates deneysel düzen tekniğine göre elde edilen deney sonuçları ANOVA varyans analizi ile birleştirilerek her bir değerlendirme için fonksiyonlar bulunmuştur. Yates deneysel düzen tekniğine göre düzenlenen hesaplama işleminde aşağıdaki sıralama izlenmiştir:

- (i) 1. Kolon 2^4 faktöriyel deney tasarımına göre Yates sıralaması (4 parametrenin özgül yüzey alanı üzerindeki etkisi araştırılmıştır).
- (ii) 2. Kolon Yates sıralamasına göre oluşturulan deneylerin sonuçlarıdır.
- (iii) 3. Kolon; 2. Kolondaki sonuçlar sırasıyla çiftlere ayrılır. Yukarıdan aşağıya doğru bu çiftler toplanarak üst yarı kolona, alt değer üst değerden çıkarılarak diğer yarı kolona yerleştirilir. Deneyler 4 değişkene (parametre) göre yapıldığı için bu işlem 4 kez aynı şekilde 4, 5 ve 6. Kolonlar için tekrarlanır.
- (iv) 7. Kolon 6. Kolondaki (Toplam Etki) her bir değer karesinin deney sayısına bölünmesi ile elde edilir.
- (v) 8. Kolon serbestlik derecesidir.
- (vi) 9. Kolon F (hesap) kolonudur. 7. Kolonun 8. Kolon ile standart hatanın (S^2) çarpımına oranıdır.
- (vii) 10. Kolon F (tablo) kolonudur. F (1, 16, 0.05) için F-istatistiğinin değeri tablodan bulunur.
- (viii) 11. Kolon sonucu oluşturan karar kolonudur F-istatistiksel değere göre etkin olup olmadığı belirlenir [61-62].

BÖLÜM V

BULGULAR VE TARTIŞMA

I.Grup Deneyler (Ön deneyler)

I. grup deneysel çalışmada amaç üç değişkenin özgül yüzey alanı üzerinde birbirleriyle etkileşimini göz önünde bulundurulmuştur. Bir başka deyişle maksimum yüzey alanı elde etmek için değişkenlerle en iyi iç etkileşimi sağlamaktır. Değişken olarak; a (Besleme boyutu), b (Bilya şarj miktarı) ve c (Bilya boyut dağılımı) kullanılmış ve toplam 8 adet deney yapılmıştır. Deneyler için parametreler ve seviyeler Çizelge 5.1’de verilmiş, faktöriyel dizayn Çizelge 5.2’de belirtilmiştir.

Çizelge 5.1 Deneysel modelleme için farklı seviyelerdeki parametre kodları ve parametre değerleri

<i>Parametreler</i>	<i>Parametre kodu</i>	<i>Yates' sembolü</i>	<i>Düşük seviye (-)</i>	<i>Orta seviye</i>	<i>Yüksek seviye (+)</i>
Besleme boyutu (mikron)	X ₁	a	100	150	200
Bilya şarj miktarı (değirmen hacminin %'si)	X ₂	b	50	65	80
Bilya boyut dağılımı	X ₃	c	1 mm (50%) 2 mm (30%) 3 mm (20%)	1 mm (30%) 2 mm (30%) 3 mm (40%)	1 mm (20%) 2 mm (30%) 3 mm (50%)

Çizelge 5.2 2ⁿ faktöriyel dizayn

Deney no	Faktör seviyeleri		
	Besleme boyutu	Bilya şarj miktarı	Bilya boyut dağılımı
1	-	-	-
2	+	-	-
3	-	+	-
4	+	+	-
5	-	-	+
6	+	-	+
7	-	+	+
8	+	+	+

Çizelge 5.3 I. Grup ön deneylerde elde edilen ürünlerin özgül yüzey alanları (m²/g) ve ANOVA analizi

Yates Deney Düzeni	Deney Sonuçları (YA)	3. Kolon	4. Kolon	Toplam Etki (TE)	[TE] ² /8	S.D.	F _{Hesaplama} (6)/(7)S _e ²	F _{Tablo} (1,8,0.05)	Karar
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	3.67	7.07	15.86	30.78	118.4261				
a	3.4	8.79	14.92	0.38	0.01805	1	0.1630533	5.32	ED
b	4.31	7.09	-0.1	2.46	0.75645	1	6.8333333	5.32	E
ab	4.48	7.83	0.48	0.22	0.00605	1	0.0546522	5.32	ED
c	3.37	-0.27	1.72	-0.94	0.11045	1	0.9977416	5.32	ED
ac	3.72	0.17	0.74	0.58	0.04205	1	0.3798555	5.32	ED
bc	3.85	0.35	0.44	-0.98	0.12005	1	1.0844625	5.32	ED
abc	3.98	0.13	-0.22	-0.66	0.05445	1	0.4918699	5.32	ED

YA: özgül yüzey alanı (m²/g); SD: serbestlik derecesi; E: Etkin; ED: Etkin değil ;(a) Besleme boyutu (mikron); (b) Bilya şarj miktarı (%); (c) Bilya boyut dağılımı

(CPR, Orta Değer); (1) 3,50 m²/g, (2) 4,00 m²/g, (3) 4,13 m²/g

$$S_e^2 = \sum_{i=1}^3 \frac{(CPR_i - CPR_{average})^2}{2} \quad S_e^2 = 0,1107$$

Gelişigüzel sıralama ve Yates deneysel düzen tekniğine göre elde edilen deney sonuçları ANOVA varyans analizi ile birleştirilerek her bir değerlendirme için fonksiyonlar bulunmuştur.

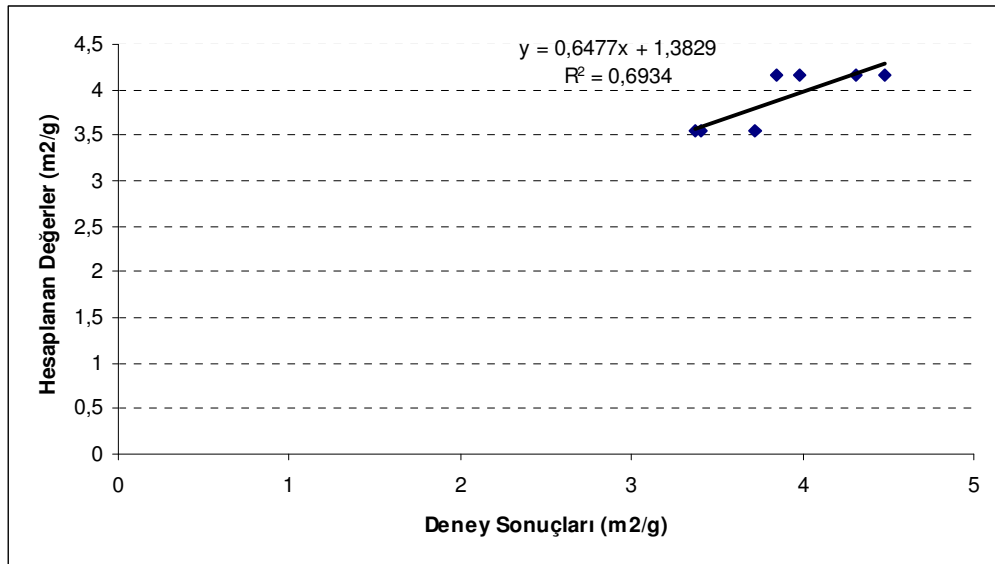
Yates düzenlemesine göre yapılan deneylerde temel etki ve iç etkileşimler göz önünde bulundurulur ve etkili sonuçlara bağlı olarak bir model oluşturulur. Oluşturulan bu modele göre olması gereken deney sonuçları (YA) daha önce açıklandığı şekilde hesaplanır.

$$YA=b_0+b_1X_1+b_2X_2+b_3X_1X_2+b_4X_3+b_5X_1X_3+b_6X_2X_3+b_7X_1X_2X_3 \quad (5.1)$$

Burada, YA=Özgül yüzey alanı X_1 = Besleme boyutu, X_2 =Bilya şarj miktarı ve X_3 =Bilya boyut dağılımı

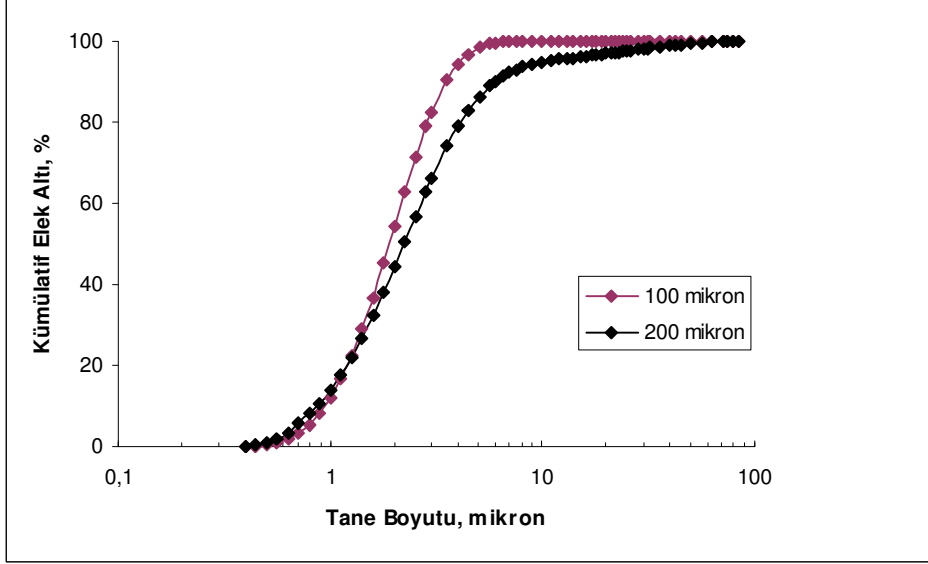
$$YA=3.8475+0.3075X_2$$

$$R^2= 0,69$$



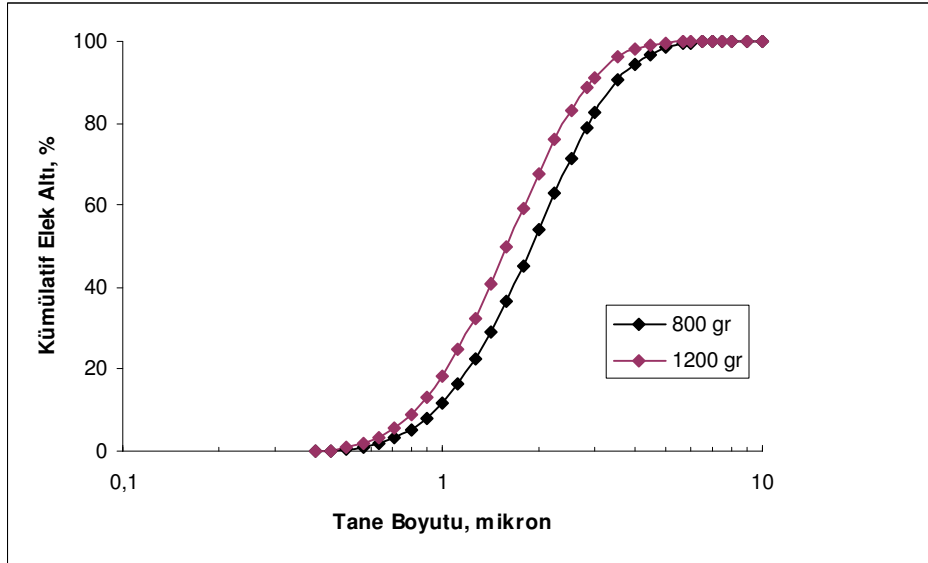
Şekil 5.1 I. Grup ön deney sonuçları ile hesaplanan değerler arasındaki ilişki

Şekil 5.1'den de görüldüğü gibi deney sonuçları ile hesaplanan değerler arasında $R^2 = \%70$ 'lik bir korelasyon bulunmuştur. Bu da nispeten iyi bir ilişkiyi ifade etmektedir.



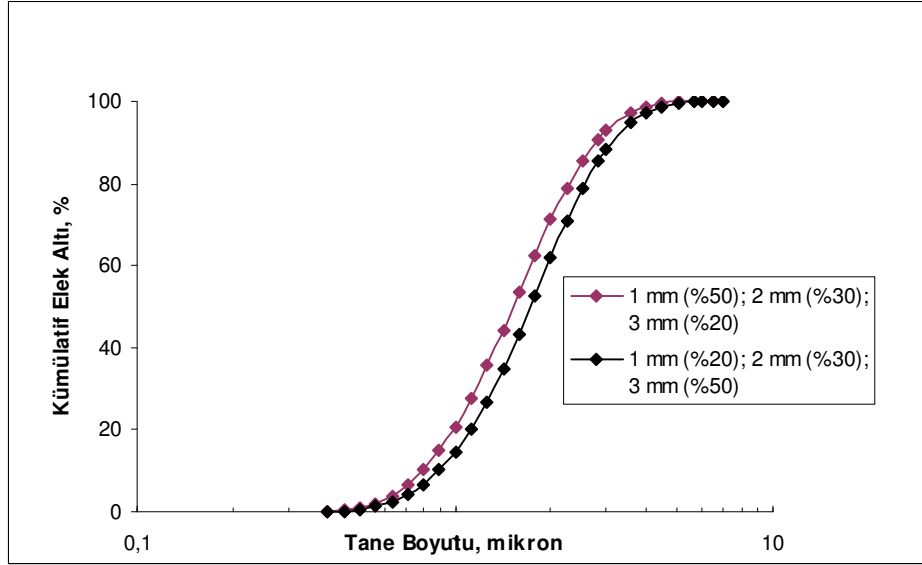
Şekil 5.2 Besleme boyutunun tane boyut dağılımına etkisi

Grafiğin oluşturulmasında besleme boyutu ayırt edici faktör olarak göz önünde bulundurulmuş bilya boyut dağılımı ve bilya şarj miktarı sabit olarak ele alınmıştır. Şekil 5.2'de görüldüğü gibi besleme boyutu azaldıkça tane boyutu daha da azalmaktadır bu da alınan verimi artırmaktadır.



Şekil 5.3 Bilya şarj miktarının boyut dağılımına etkisi

Grafiğin oluşturulmasında bilya şarj miktarı ayırt edici faktör olarak göz önünde bulundurulmuş bilya boyut dağılımı ve besleme boyutu sabit olarak ele alınmıştır. Şekil 5.3'de görüldüğü gibi bilya şarj miktarı arttıkça tane boyutu daha da azalmaktadır bu da alınan verimi artırmaktadır.



Şekil 5.4 Bilya boyut dağılımının boyut dağılımına etkisi

Grafiğin oluşturulmasında bilya boyut dağılımı ayırt edici faktör olarak göz önünde bulundurulmuş besleme boyutu ve bilya şarj miktarı sabit olarak ele alınmıştır. Şekil 5.4'de görüldüğü gibi bilya boyut dağılımında, bilya boyutu azaldıkça tane boyutu daha da azalmaktadır bu da alınan verimi artırmaktadır.

Yapılan deneylerin sonuçlarına göre besleme malı ve öğütülmüş ürünlerin tane boyutlarının karşılaştırılması Çizelge 5.4'de verilmiştir.

Çizelge 5.4 Besleme malı ve öğütülmüş ürünlerin tane boyutlarının (d_{10} , d_{50} ve d_{98}) karşılaştırılması

Ürünler	Tane boyutu (μm)		
	d_{10}	d_{50}	d_{98}
Besleme malı	8.02	42.24	85.00
1	0.95	1.90	4.84
2	0.87	2.22	28.29
3	0.82	1.59	3.96
4	0.79	1.52	3.78
5	0.97	2.20	5.51
6	0.89	1.95	5.04
7	0.89	1.83	4.60
8	0.89	1.73	4.22

II. Grup Deneyler

II. grup deneysel çalışmalarda dört değişkenin öğütme sonrası elde edilen ürünün özgül yüzey alanı üzerine etkisi ve bu parametrelerin birbirleriyle olan iç etkileşimi göz önünde bulundurulmuştur. Değişkenler olarak; a (öğütme süresi), b (karıştırma hızı), c (pulp yoğunluğu) ve d (bilya şarj oranı) kullanılmış ve toplam 16 adet deney yapılmıştır. Deneyler için parametreler ve seviyeler Çizelge 5.5'te verilmiştir. Buna göre öğütme süresi 10-20 dak., karıştırma hızı 300-500 dev/dak., pulp yoğunluğu %30-60 ve bilya şarj oranı %40-60 aralığında çalışılmıştır. Ayrıca orta seviye şartlarında 3 adet deney yapılmış ve sonuçları istatistiksel yöntemde kullanılmıştır.

Çizelge 5.5 Deneysel modelleme için farklı seviyelerdeki parametre kodları ve parametre Değerleri

Parametreler	Birim	Parametre kodu	Yates' sembol	Düşük seviye (-)	Orta seviye	Yüksek seviye (+)
Öğütme süresi	dak.	X_1	a	10	15	20
Karıştırma hızı	dev/dak	X_2	b	300	400	500
Pulp yoğunluğu	%	X_3	c	30	45	60
Bilya şarj oranı	%	X_4	d	40	50	60

Çizelge 5.6 II. Grup deney sonuçları ve ANOVA analizi

Yates Deney Düzeni	Deney Sonuçları (YA)	3. Kolon	4. Kolon	5. Kolon	Toplam Etki (TE)	$[TE]^2/16$	S.D.	F_{hesap} (7)/(8)Se ²	F_{Tablo} (1,16,0.05)	Karar	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	Y Hesap (YA)
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
1	1.16	2.78	6.97	12.98	28.46	50.623225					-1	-1	-1	-1	0,96
a	1.62	4.19	6.01	15.48	4.02	1.010025	1	81.45362903	4,49	E	1	-1	-1	-1	1,33
b	1.81	2.5	8.88	2.26	5.38	1.809025	1	145.8891129	4,49	E	-1	1	-1	-1	1,85
ab	2.38	3.51	6.6	1.76	1.06	0.070225	1	5.663306452	4,49	E	1	1	-1	-1	2,46
c	0.99	3.85	1.03	2.42	-3.24	0.6561	1	52.91129032	4,49	E	-1	-1	1	-1	0,92
ac	1.51	5.03	1.23	2.96	-0.04	0.0001	1	0.008064516	4,49	ED	1	-1	1	-1	1,41
bc	1.40	2.41	1	0.3	0.2	0.0025	1	0.201612903	4,49	ED	-1	1	1	-1	1,46
abc	2.11	4.19	0.76	0.76	0.88	0.0484	1	3.903225806	4,49	ED	1	1	1	-1	2,09
d	1.67	0.46	1.41	-0.96	2.5	0.390625	1	31.50201613	4,49	E	-1	-1	-1	1	1,63
ad	2.18	0.57	1.01	-2.28	-0.5	0.015625	1	1.260080645	4,49	ED	1	-1	-1	1	2,13
bd	2.27	0.52	1.18	0.2	0.54	0.018225	1	1.469758065	4,49	ED	-1	1	-1	1	2,18
abd	2.76	0.71	1.78	-0.24	0.46	0.013225	1	1.066532258	4,49	ED	1	1	-1	1	2,81
cd	1.21	0.51	0.11	-0.4	-1.32	0.1089	1	8.782258065	4,49	E	-1	-1	1	1	1,07
acd	1.2	0.49	0.19	0.6	-0.44	0.0121	1	0.975806452	4,49	ED	1	-1	1	1	1,57
bcd	1.71	-0.01	-0.02	0.08	1	0.0625	1	5.040322581	4,49	E	-1	1	1	1	1,73
abcd	2.48	0.77	0.78	0.8	0.72	0.0324	1	2.612903226	4,49	ED	1	1	1	1	2,37

YA: Özgül yüzey alanı (m²/g); SD: Serbestlik derecesi; E: etkin; ED: etkin değil (a) öğütme süresi (dak.); (b) karıştırma hızı (dev/dak.); (c) pulp yoğunluğu (%); (d) bilya şarj oranı (%).

(CPR, Orta Değer); (1) 2,01 m²/g (2) 2,05 m²/g (3) 2,22 m²/g

$$S_e^2 = \sum_{i=1}^3 \frac{(CPR_i - CPR_{ortalama})^2}{2} \quad S_e^2 = 0,0124$$

Gelişigüzel sıralama ve Yates deneysel düzen tekniğine göre elde edilen deney sonuçları ANOVA varyans analizi ile birleştirilerek her bir değerlendirme için fonksiyonlar bulunmuştur.

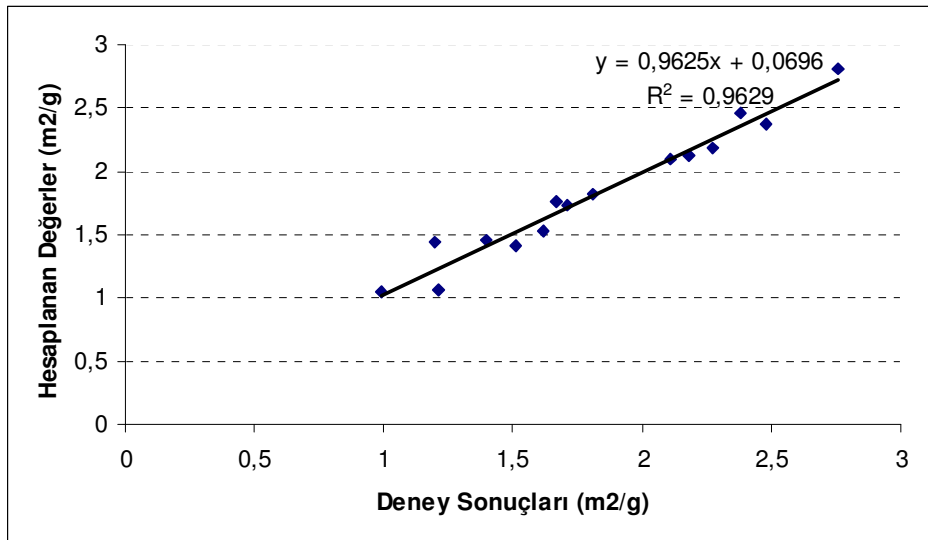
Yates düzenlemesine göre yapılan deneylerde temel etki ve iç etkileşimler göz önünde bulundurulur ve etkili sonuçlara bağlı olarak bir model oluşturulur. Oluşturulan bu modele göre olması gereken deney sonuçları (YA) hesaplanır. Bu çalışmada ANOVA analizi serbest yüzey alanına göre hesaplanmıştır. Çizelge 5.6'da verilen Etkin (E) değerler baz alınarak deney sonuçları (YA) hesaplanarak Eşitlik 5.2'de verilmiştir.

$$YA = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_1X_2 + b_4X_3 + b_5X_1X_3 + b_6X_2X_3 + b_7X_1X_2X_3 + b_8X_4 + b_9X_1X_4 + b_{10}X_2X_4 + b_{11}X_1X_2X_4 + b_{12}X_3X_4 + b_{13}X_1X_3X_4 + b_{14}X_2X_3X_4 + b_{15}X_1X_2X_3X_4 \quad (5.2)$$

Burada, Y=Özgül yüzey alanı X_1 = Öğütme süresi, X_2 =Karıştırma hızı, X_3 =Pulp yoğunluğu ve X_4 =Bilya şarj oranı

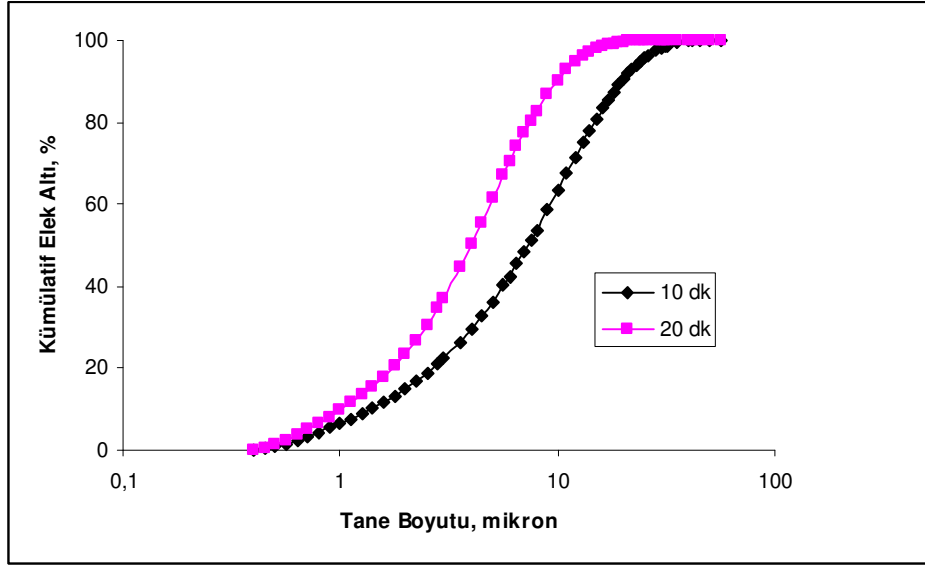
$$YA = 1.78 + 0.25125X_1 + 0.33625X_2 + 0.06625X_1X_2 - 0.2025X_3 + 0.15625X_4 + 0.0825X_3X_4 + 0.0625X_2X_3X_4$$

$$R^2 = 0,96$$



Şekil 5.5 II. Grup deney sonuçları ile hesaplanan değerler (m²/g) arasındaki ilişki

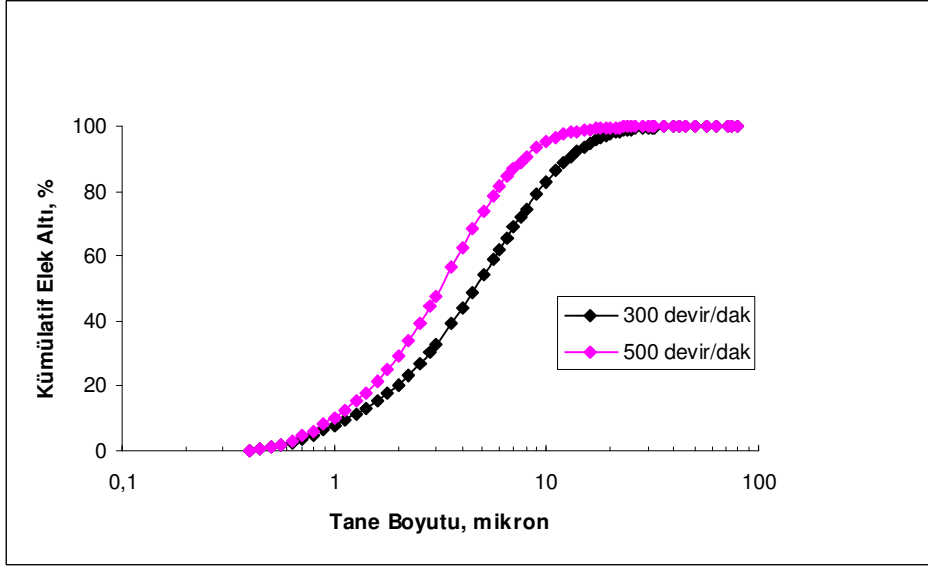
Şekil 5.5'den de görüldüğü gibi deney sonuçları ile hesaplanan değerler arasında $R^2 =$ %97'lik bir korelasyon bulunmuştur. Bu da oldukça yüksek bir ilişkiyi ifade etmektedir.



Şekil 5.6 Öğütme süresinin ürün tane boyut dağılımına etkisi

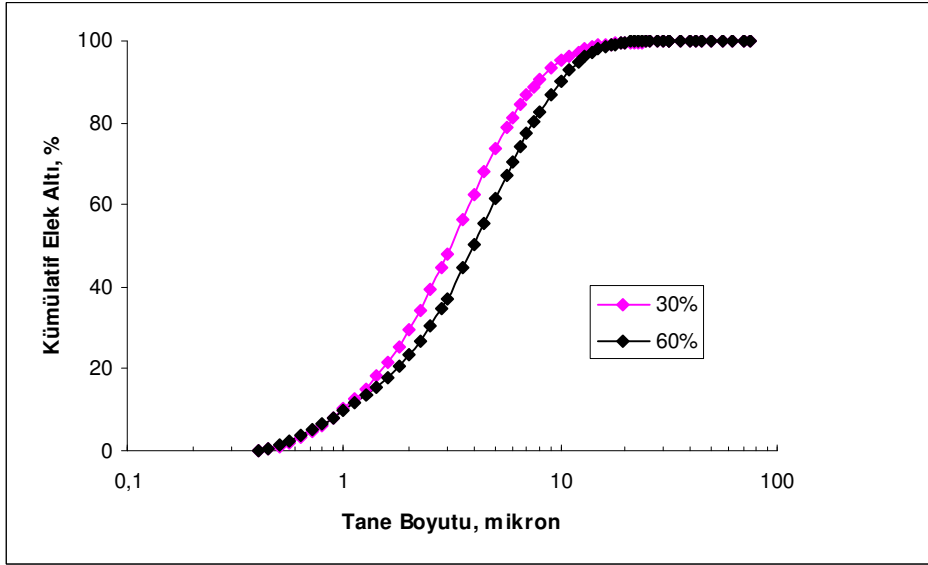
Grafiğin oluşturulmasında öğütme süresi ayırt edici faktör olarak göz önünde bulundurulmuş; karıştırma hızı, pulp yoğunluğu ve bilya şarjı sabit olarak alınmıştır. Şekil 5.6'da görüldüğü gibi öğütme süresi arttıkça elde edilen ürünün tane boyutu azalmaktadır.

Öte yandan, karıştırmalı değirmenlerde karıştırma hızının artmasıyla elde edilen ürünün tane boyutu küçülmekte ve değirmenin harcadığı güç artmaktadır. Böylece değirmenin birim hacminde harcanan özgül enerji miktarında bir artış olduğu görülmektedir. Bunun sonucunda istenen ürün tane boyutuna daha kısa sürede ulaşılmakta ve değirmen kapasitesinde artış gerçekleşmektedir. Buna karşın yüksek hızlarda endüstriyel ölçekte tasarımdaki güçlükler nedeniyle optimum bir hız seçimi gerekmektedir. Öğütme süresi, pulp yoğunluğu ve bilya şarjı sabit, karıştırma hızı ise ayırt edici faktör olarak göz önünde bulundurulduğunda, Şekil 5.7'de görüldüğü gibi hız arttıkça elde edilen ürün incelmektedir.

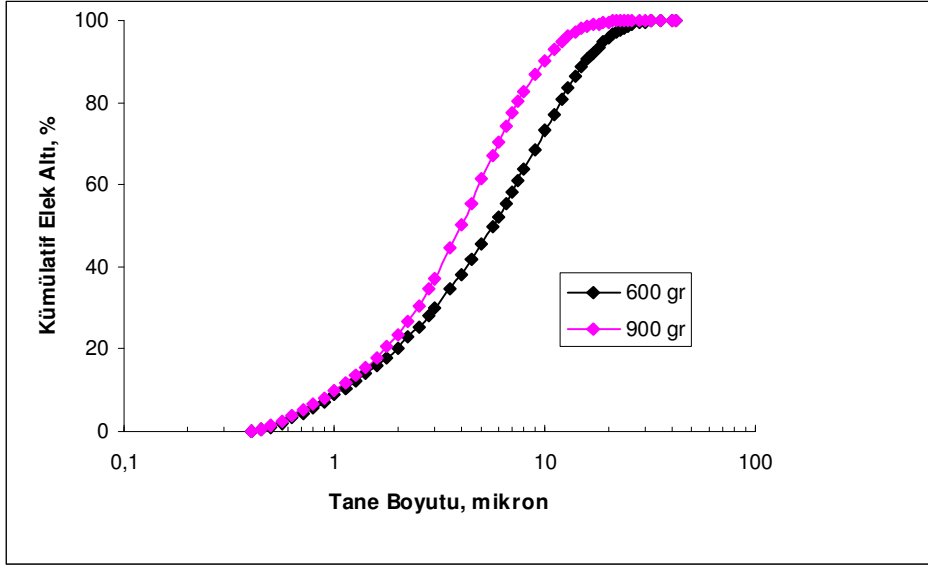


Şekil 5.7 Karıştırma hızının ürün tane boyut dağılımına etkisi

Grafiğin oluşturulmasında pulp yoğunluğu ayırt edici faktör olarak göz önünde bulundurulmuş; öğütme süresi, karıştırma hızı ve bilya şarjı sabit olarak ele alınmıştır. Şekil 5.8’de görüldüğü gibi pulp yoğunluğu azaldıkça ürün inceliği artmaktadır.

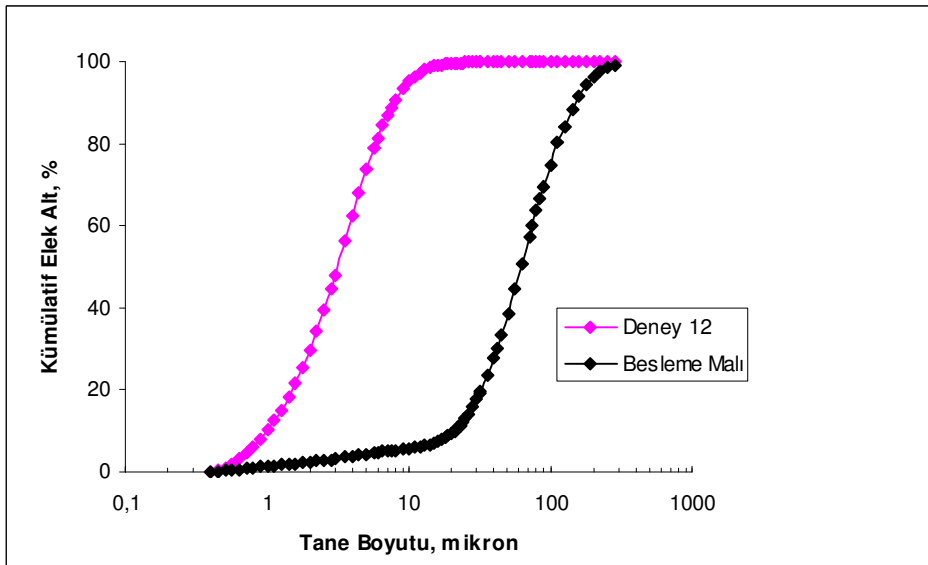


Şekil 5.8 Pulp yoğunluğunun tane boyut dağılımına etkisi



Şekil 5.9 Bilya şarjının tane boyut dağılımına etkisi

Grafiğin oluşturulmasında bilya şarjı ayırt edici faktör olarak göz önünde bulundurulmuş öğütme süresi, karıştırma hızı ve pulp yoğunluğu sabit olarak ele alınmıştır. Şekil 5.9'da görüldüğü gibi bilya şarjı arttıkça ürün inceliği artmaktadır.



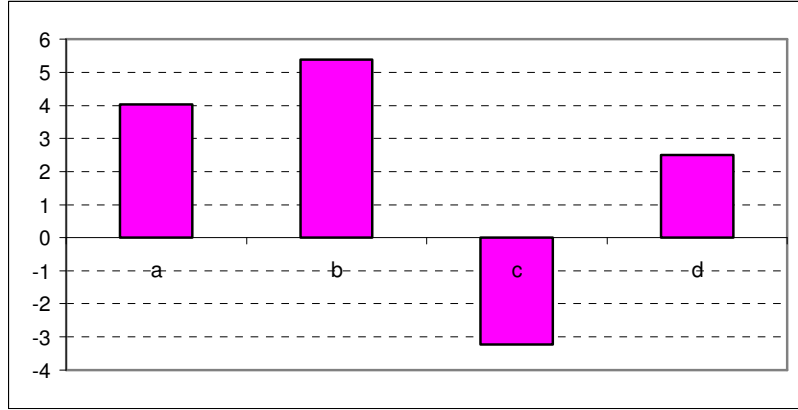
Şekil 5.10 En iyi sonuç elde edilen 12 numaralı deney sonuçları ile besleme malının karşılaştırılması

Yapılan 16 deney arasından en iyi sonuç 12 numaralı deneyde elde edilmiş ve besleme malı ile Şekil 5.10'da kıyaslanmıştır. Şekilden de görüldüğü gibi 12 numaralı deneyde tane boyutunda azalma meydana gelmiştir. Yapılan deneylerin sonuçlarına göre besleme malı ve öğütülmüş ürünlerin tane boyutlarının karşılaştırılması Çizelge 5.7'de verilmiştir.

Çizelge 5.7 Besleme malı ve öğütülmüş ürünlerin tane boyutlarının (d_{10} , d_{50} ve d_{98}) karşılaştırılması

Ürünler	Tane boyutu (μm)		
	d_{10}	d_{50}	d_{98}
Besleme malı	20.86	62.16	236.51
1	2.07	15.71	58.32
2	1.49	7.59	28.22
3	1.32	6.60	25.30
4	1.10	3.94	4.81
5	2.41	22.7	112.95
6	1.42	11.82	54.67
7	1.60	12.64	51.87
8	1.09	5.65	23.28
9	1.36	8.04	45.95
10	1.16	4.60	20.93
11	1.08	4.50	20.30
12	0.99	3.13	12.99
13	1.92	15.20	66.60
14	1.94	15.54	74.93
15	1.39	7.30	29.61
16	1.00	3.99	15.12

Şekil 5.11'de öğütme parametrelerinin özgül yüzey alanına etkisi gösterilmiştir. Çizelge 5.6'daki Toplam Etki (Kolon 6) değerlerine göre öğütme süresi +4.02, karışıma hızı +5.38, pulp yoğunluğu -3.24 ve bilya şarj miktarı +2.5 etki yapmaktadır.



Şekil 5.11 Öğütme parametrelerinin özgül yüzey alanına etkisi (a) öğütme süresi, (b) karıştırma hızı, (c) pulp yoğunluğu, (d) bilya şarj miktarı

III. Grup deneyler

III. grup deneysel çalışmalarda dört değişkenin öğütme sonrası elde edilen ürünün özgül yüzey alanı üzerine etkisi ve bu parametrelerin birbirleriyle olan iç etkileşimi göz önünde bulundurulmuştur. Değişken olarak; a (Besleme boyutu), b (Besleme miktarı), c (Bilya şarj miktarı) ve d (Bilya boyut dağılımı) kullanılmış ve toplam 16 adet deney gerçekleştirilmiştir. Deneyler için parametreler ve seviyeler Çizelge 5.8’de verilmiştir.

Çizelge 5.8 Deneysel modelleme için farklı seviyelerdeki parametre kodları ve parametre değerleri

Parametreler	Parametre kodu	Yates' sembolü	Düşük seviye (-)	Orta seviye	Yüksek seviye (+)
Besleme boyutu (mikron)	X_1	a	125	212.5	300
Besleme miktarı (bilya ağırlığına göre %)	X_2	b	5	7.5	10
Bilya şarj miktarı (değirmen hacmine göre %)	X_3	c	60	70	80
Bilya boyut dağılımı	X_4	d	1 mm (50%) 2 mm (30%) 3 mm (20%)	1 mm (30%) 2 mm (30%) 3 mm (40%)	1 mm (20%) 2 mm (30%) 3 mm (50%)

Çizelge 5.9 III. Grup deney sonuçları ve ANOVA analizi

Yates Denei Düzeni	Denei Sonuçları (YA)	3. Kolon	4. Kolon	5. Kolon	Toplam Etki (TE)	[TE] ² /16	S.D.	F _{hesap} (7)/(8)Se ²	F _{Tablo} (1,16,0.05)	Karar
<i>I</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>	<i>7</i>	<i>8</i>	<i>9</i>	<i>10</i>	<i>11</i>
1	3.97	8.03	12.48	25.92	53.91	181.6430				
a	4.06	4.45	13.44	27.99	-0.85	0.04515	1	0.8906	4.49	ED
b	2.01	8.29	14.67	-0.84	-10.55	6.95640	1	137.2072	4.49	E
ab	2.44	5.15	13.32	-0.01	0.41	0.01050	1	0.2072	4.49	ED
c	4.57	8.49	0.52	-6.72	-0.39	0.00950	1	0.1875	4.49	ED
ac	3.72	6.18	-1.36	-3.83	-1.47	0.13505	1	2.6638	4.49	ED
bc	2.83	7.42	-0.21	0.68	1.23	0.09455	1	1.8650	4.49	ED
abc	2.32	5.9	0.2	-0.27	-0.61	0.02325	1	0.4587	4.49	ED
d	4.34	0.09	-3.58	0.96	2.07	0.26780	1	5.2821	4.49	E
ad	4.15	0.43	-3.14	-1.35	0.83	0.04305	1	0.8492	4.49	ED
bd	3.1	-0.85	-2.31	-1.88	2.89	0.52200	1	10.2959	4.49	E
abd	3.08	-0.51	-1.52	0.41	-0.95	0.05640	1	1.1125	4.49	ED
cd	3.55	-0.19	0.34	0.44	-2.31	0.33350	1	6.5780	4.49	E
acd	3.87	-0.02	0.34	0.79	2.29	0.32775	1	6.4646	4.49	E
bcd	3.01	0.32	0.17	-8.88E-16	0.35	0.00765625	1	0.1510	4.49	ED
abcd	2.89	-0.12	-0.44	-0.61	-0.61	0.02325625	1	0.4587	4.49	ED

YA: Serbest yüzey alanı (m²/g); S.D: serbestlik derecesi; E: etkin; ED: etkin değil (a) Besleme boyutu (mikron); (b) Besleme miktarı (%); (c) Bilya şarj miktarı (%); (d) Bilya boyut dağılımı

(CPR, Orta Değer); (1) 3.69 m²/g, (2) 3.95 m²/g, (3) 3.51 m²/g

$$S_e^2 = \sum_{i=1}^3 \frac{(CPR_i - CPR_{average})^2}{2} \quad S_e^2 = 0.0489$$

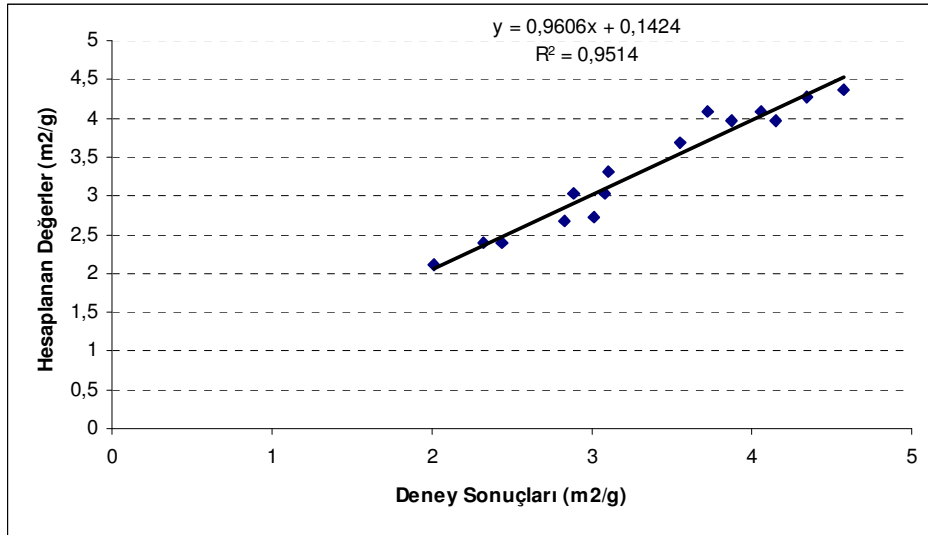
Yates düzenlemesine göre yapılan deneylerde temel etki ve iç etkileşimler göz önünde bulundurularak ve etkili sonuçlara bağlı olarak bir model oluşturulur. Oluşturulan bu modele göre olması gereken deney sonuçları (YA) hesaplanır. Bu çalışmada ANOVA analizi serbest yüzey alanına göre hesaplanmıştır. Çizelge 5.9'da verilen hesaplamalar daha önce anlatıldığı gibi yapılır. Çizelge 5.9'da verilen Etkin (E) değerler temel alınarak deney sonuçları (YA) hesaplanır.

$$YA = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_1X_2 + b_4X_3 + b_5X_1X_3 + b_6X_2X_3 + b_7X_1X_2X_3 + b_8X_4 + b_9X_1X_4 + b_{10}X_2X_4 + b_{11}X_1X_2X_4 + b_{12}X_3X_4 + b_{13}X_1X_3X_4 + b_{14}X_2X_3X_4 + b_{15}X_1X_2X_3X_4 \quad (5.3)$$

Burada, YA=Özgül yüzey alanı X_1 =Besleme boyutu, X_2 =Besleme miktarı, X_3 =Bilya şarj miktarı ve X_4 =Bilya boyut dağılımı

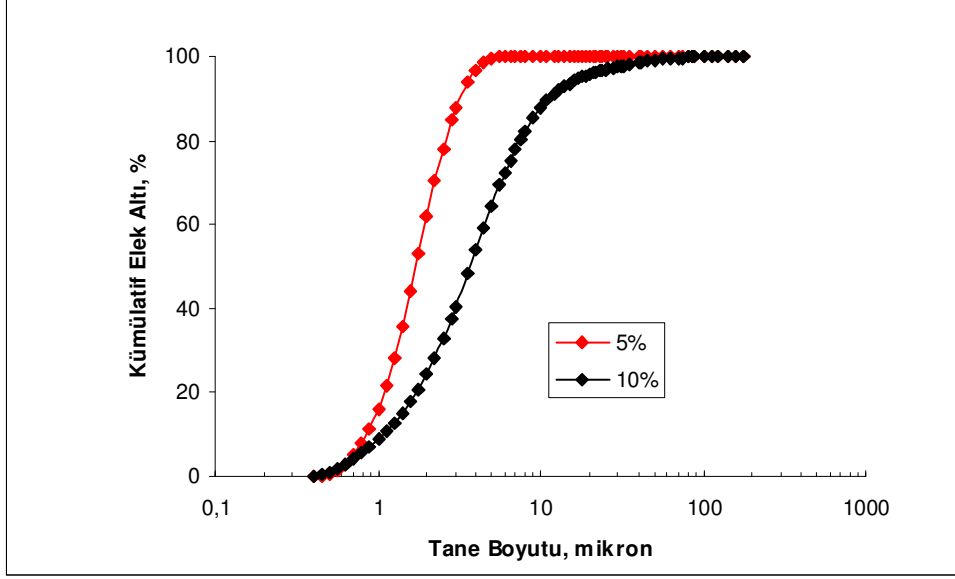
$$YA = 3.369375 - 0.659375X_2 + 0.129375X_4 + 0.180625X_2X_4 - 0.144375X_3X_4 + 0.143125X_1X_3X_4$$

$$R^2 = 0,95$$



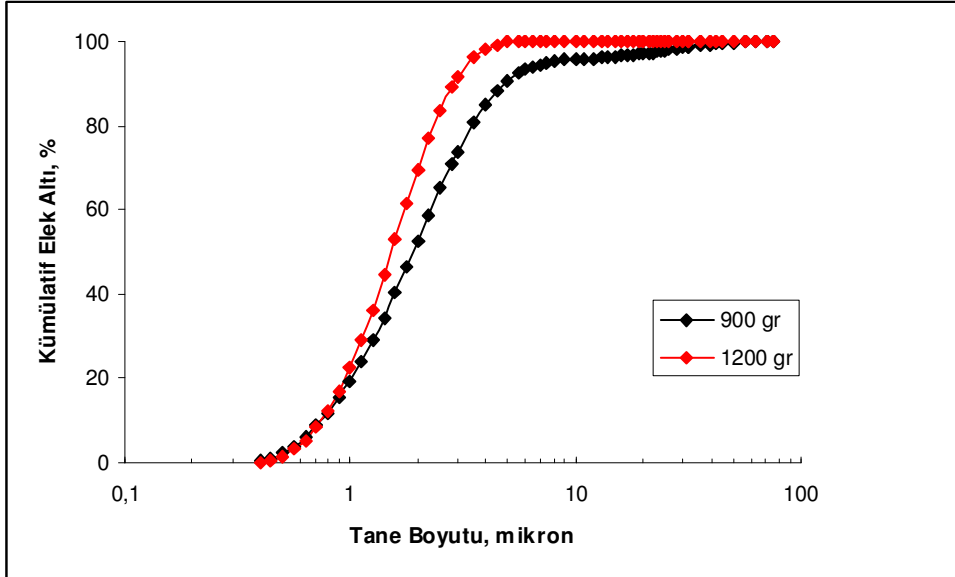
Şekil 5.12 III.Grup deney sonuçları ile hesaplanan değerler arasındaki ilişki

Şekil 5.12'den de görüldüğü gibi deney sonuçları ile hesaplanan değerler arasında $R^2 = \%95$ 'lik bir korelasyon bulunmuştur. Bu da oldukça yüksek bir ilişkiyi ifade etmektedir.



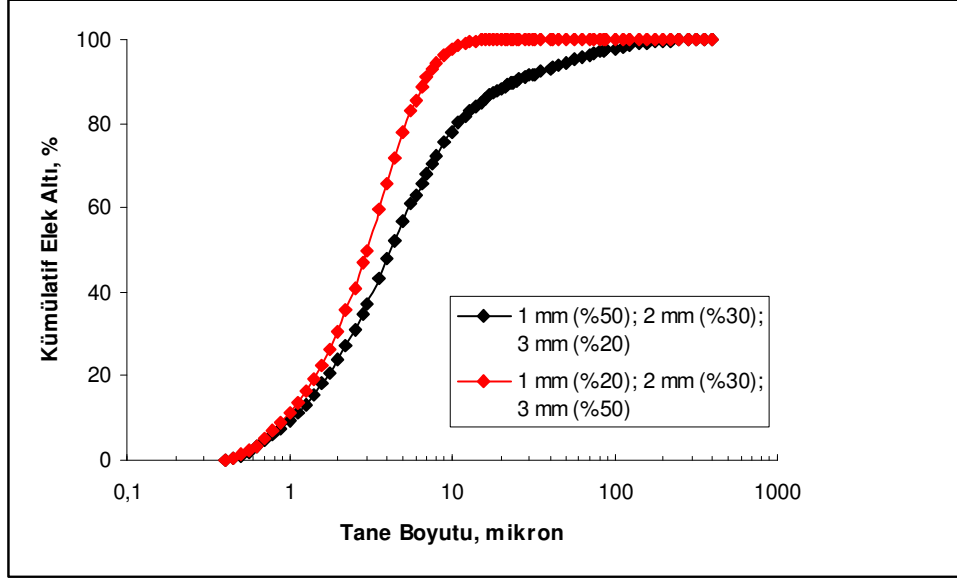
Şekil 5.13 Besleme miktarının tane boyut dağılımına etkisi

Grafiğin oluşturulmasında besleme miktarı ayırt edici faktör olarak göz önünde bulundurulmuş; besleme boyutu, bilya şarj miktarı ve bilya boyut dağılımı sabit olarak ele alınmıştır. Şekil 5.13’de görüldüğü gibi besleme miktarı azaldıkça tane boyutu daha da azalmaktadır bu da alınan verimi artırmaktadır.



Şekil 5.14 Bilya şarj miktarının boyut dağılımına etkisi

Grafiğin oluşturulmasında bilya şarj miktarı ayırt edici faktör olarak göz önünde bulundurulmuş besleme boyutu, besleme miktarı ve bilya boyut dağılımı sabit olarak ele alınmıştır. Şekil 5.14’de görüldüğü gibi bilya şarj miktarı arttıkça tane boyutu daha da azalmaktadır bu da alınan verimi artırmaktadır.



Şekil 5.15 Bilya boyut dağılımının boyut dağılımına etkisi

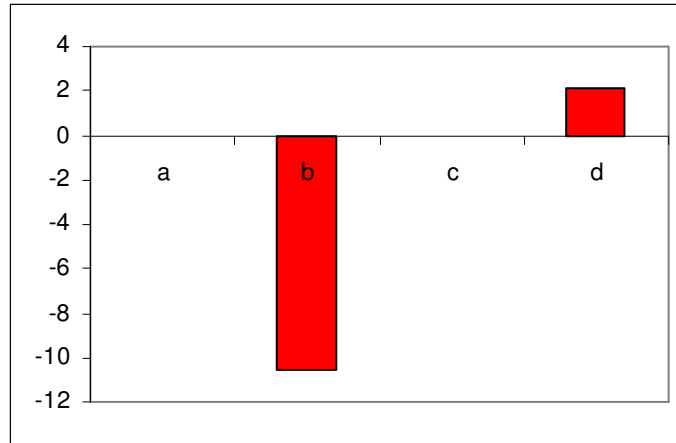
Grafiğin oluşturulmasında bilya boyut dağılımı ayırt edici faktör olarak göz önünde bulundurulmuş besleme boyutu, besleme miktarı ve bilya şarj miktarı sabit olarak ele alınmıştır. Şekil 5.15’de görüldüğü gibi bilya boyut dağılımında, bilya boyutu arttıkça tane boyutu daha da azalmaktadır bu da alınan verimi artırmaktadır.

Yapılan deneylerin sonuçlarına göre besleme malı ve öğütülmüş ürünlerin tane boyutlarının karşılaştırılması Çizelge 5.10’da verilmiştir.

Çizelge 5.10 Besleme malı ve öğütülmüş ürünlerin tane boyutlarının (d_{10} , d_{50} ve d_{98}) karşılaştırılması

Ürünler	Tane boyutu (μm)		
	d_{10}	d_{50}	d_{98}
Besleme malı (-212.5 mikron)	18.71	50.15	184.76
Besleme malı (-125 mikron)	14.49	42.66	106.28
1	0.74	1.91	26.29
2	0.86	1.72	4.32
3	1.24	5.12	39.83
4	1.08	3.70	33.52
5	0.75	1.53	3.95
6	0.80	1.96	84.03
7	1.03	2.87	24.41
8	1.04	4.23	103.55
9	0.81	1.58	3.64
10	0.84	1.67	3.92
11	0.89	2.78	8.03
12	0.95	2.64	7.27
13	0.87	2.13	6.90
14	0.82	1.89	5.85
15	0.97	2.69	8.26
16	0.95	3.00	10.20

Şekil 5.16’da öğütme parametrelerinin özgül yüzey alanına etkisi gösterilmiştir. Çizelge 5.9’deki Toplam Etki (Kolon 6) değerlerine göre besleme boyutu -0.85, besleme miktarı -10.55, bilya şarj miktarı -0.39 ve bilya boyut dağılımı ise +2.07 etki yapmaktadır.



Şekil 5.16 Öğütme parametrelerinin özgül yüzey alanına etkisi (a) besleme boyutu, (b) besleme miktarı, (c) bilya şarj miktarı, (d) bilya boyut dağılımı

BÖLÜM V

SONUÇ

I. Grup ön deneylerde pozitif olmak üzere en etkili parametrenin bilya şarj miktarının (b) olduğu, besleme boyutu (a) ve bilya boyut dağılımının (c) malı miktarının etki yapmadığı ortaya konulmuş olup, en iyi sonuç ($YA=4.48 \text{ m}^2/\text{g}$, $d_{50}=1.52$ mikron) “ab” yani besleme boyutu ve bilya şarjının en yüksek değerlerinin alındığı deneyde tespit edilmiştir. Deney sonuçları ile modele göre hesaplanan değerler (YA) arasında,

$$YA=3.8475+0.3075X_2$$

bağıntısı bulunmuştur. Veriler arasındaki korelasyon katsayısı (R^2) ise 0,69 olarak hesaplanmıştır.

Toplam Etki değerlerine göre besleme boyutu +0.38, bilya şarj miktarı +2.46, bilya boyut dağılımı ise -0.94 etki yapmaktadır.

II. Grup deneylerde en etkili parametrenin öğütme süresi (a) olduğu, (b) karıştırma hızı ve bilya şarjının (d) da pozitif etki yaptığı ancak pulp yoğunluğunun (c) negatif etki yaptığı ortaya konulmuş olup, en iyi sonuç ($YA=2.76 \text{ m}^2/\text{g}$, $d_{50}=3.13$ mikron) “abd” yani pozitif etki yapan parametrelerin en yüksek değerlerinin alındığı deneyde tespit edilmiştir. Ayrıca; deney sonuçları ile modele göre hesaplanan değerler (YA) arasında,

$$YA=1.78+0.25125X_1+0.33625X_2+0.06625X_1X_2-0.2025X_3+0.15625X_4-0.0825X_3X_4+0.0625X_2X_3X_4$$

bağıntısı bulunmuştur. Veriler arasındaki korelasyon katsayısı (R^2) ise 0,96 olarak hesaplanmıştır.

Toplam Etki değerlerine göre öğütme süresi +4.02, karıştırma hızı +5.38, pulp yoğunluğu -3.24 ve bilya şarj miktarı +2.5 etki yapmaktadır.

III. Grup deneylerde pozitif olmak üzere en etkili parametrenin bilya boyut dağılımının (d) olduğu, besleme malı miktarının (bilya ağırlığının %'si olarak) (b) ise negatif etki yaptığı ortaya konulmuş olup, en iyi sonuç ($YA=4.34 \text{ m}^2/\text{g}$, $d_{50}=1.58$ mikron) “d” yani boyut dağılımının en yüksek değerlerinin alındığı deneyde tespit edilmiştir. Ayrıca; deney sonuçları ile modele göre hesaplanan değerler (YA) arasında,

$$YA=3.369375-0.659375X_2+0.129375X_4+0.180625 X_2 X_4 \\ -0.144375X_3X_4+0.143125 X_1X_3X_4$$

bağıntısı bulunmuştur. Veriler arasındaki korelasyon katsayısı (R^2) ise 0,95 olarak hesaplanmıştır.

Toplam Etki değerlerine göre besleme boyutu -0.85, besleme miktarı -10.55, bilya şarj miktarı -0.39 ve bilya boyut dağılımı ise +2.07 etki yapmaktadır.

KAYNAKLAR

- [1] Jankovic, A., Variables affecting the fine grinding of minerals using stirred mills, *Minerals Engineering*, 16, 337-345, 2003.
- [2] Kwade, A., Determination of the Most Important Grinding Mechanism in Stirred Media Mills by Calculating Stress Intensity and Stress Number, *Powder Technology*, 105, 382-388, 1999.
- [3] Kwade, A., ve Schwedes, J., Breaking Characteristics of Different Materials and Their Effect on Stress Intensity and Stress Number in Stirred Media Mills, *Powder Technology*, 122, 109-121, 2002.
- [4] Jankovic, A., Media stress intensity analysis for vertical stirred mills, *Minerals Engineering*, 14, 1177-1186, 2001.
- [5] Fadhel, H.B., Frances, C., Mamourian, A., Investigations on ultra fine grinding of titanium dioxide in a stirred media mill, *Powder Technology*, 105, 362-373, 1999.
- [6] Mankosa, M.J., Adel, G.T., Yoon, R.H., Effect of Media Size in Stirred Ball Mill Grinding of Coal, *Powder Technology*, 49, 75-82, 1986.
- [7] Tüzün, M.A., Loveday, B.K., Pons, M.N., Dodds, J., Effect of Pin Tip Velocity, Ball Density and Ball Size on Grinding Kinetics in a Stirred Ball Mill, *Int.J.of Miner.Proc.*, 43, 179-191, 1995.
- [8] Yıldız N., Cevher Hazırlama, ERTEM Basım Yayın A.Ş., Ankara, 2007.
- [9] Wang, Y., Forssberg, E., Enhancement of energy efficiency for mechanical production of fine and ultra-fine particles in comminution, *China Particuology*, 5, 193-201, 2007.
- [10] Wang, Y., Forssberg, E., New milling technology, *Technical Report*, MinFo, Stockholm, Sweden, 2001.
- [11] Jankovic., A., Variables affecting the fine grinding of minerals using stirred mills, *Minerals Engineering*, 16, 337-345. 2003.
- [12] Ellis, S., Gao, M., The development of ultra fine grinding at KCGM, *In: SME Annual Meeting*, 25-27 Feb., Phoenix, Arizona, preprint 02-072, 2002.
- [13] Stein, J., Ultrafine Dry Grinding with Media Mills, Vol.17, No.6, 1-6. 2005.

- [14] www.speciallyminerals.com
- [15] Kemal, M., Çiçek, T., İnce ve Çok İnce Öğütme, 21. Yüzyıla Girerken Türkiye Madenciliği Sempozyumu, 20-22 Haziran, Sivas, Bildiri Kitabı, 97-111. 1996.
- [16] Kwade, A., Wet comminution in stirred media mills-research and its practical application”, Powder Technology, 105, 14-20. 1999.
- [17] McLaughlin, J.R., Bead size and mill efficiency, *Ceramic Industry*, 34-40. 1999.
- [18] Buhler, A.G., Centrifugal bead mill ZR120. 2000.
- [19] Schollbach, A.E., Comminution in stirred ball mills with additional introduction of vibration, *Aufbereitungs-Technik*, 6 (39), 287-294. 1998.
- [20] Schollbach, A.E., Influence of the grinding media size on comminution in stirred ball mills with additional introduction of vibrations, *Aufbereitungs-Technik*, 6 (40), 259-267. 1999.
- [21] Molls ve Hornle, DECHEMA-Monography 69 TI 2, 631-661. 1972.
- [22] Marmor, F., Energy-saving fine grinding using the SAM, *Aufbereitungs-Technik*, 34(10), 506-511. 1993.
- [23] Wang, Y., Forssberg, E., Enhancement of energy efficiency for mechanical production of fine and ultra-fine particles in comminution, *China Particuology*, 5, 193-201. 2007.
- [24] Clifford, D., Reducing the cost of comminution, *Mining Magazine*, Feb., 112-119. 1998.
- [25] Yıldırım, İ., Kaytaç, Y., Boyut küçültme teknolojilerindeki gelişmeler”, 1.Ulusal Kırmataş Sempozyumu’96, İstanbul, Bildiriler Kitabı, 287-300. 1996.
- [26] Vallery, W., Jankovic, A., The Future of comminution, 34th IOC on Mining and Metallurgy, 30 Sept.-3 Oct., Bor Lake, Yugoslavia. 2002.
- [27] Gao, M., Anderson, W., The latest success of the Isa Mill in ultra fine grinding, *IIR Crushing and Grinding Symposium*, Oct. 30—Nov. 1, Kalgoorlie, Australia. 2002.
- [28] Burgess, F., McGuire, I., Willoughby, R., Operation of sand mill detritors at Pasminco Operations, *Fine Particle Processing and Tailing Summit*, July 2-4, Perth, Australia. 2001.
- [29] Bond, F. C.,Crushing and Grinding Calculation. *Brit. Chem. Eng.*,6, 378-391, 543-548.
- [30] Austin, L. G., Klimpel, R. and Luckie, P. Process engineering of size reduction Ball Milling, SME, New York, 1984.

- [31] Klimpel, R. R. Introduction to the Principles of size reduction of Particles by Mechanical Means, Instructional Module Series 41 p. Series Ed. R. Rajagopalan, Particle Science Technology, Florida, USA, 1997.
- [32] Yekeler, M., Özkan, A. and Austin. L.G., Kinetics of Fine Wet Grinding in a Laboratory Ball Mill. Powder Technology (114), 224-228, 2001.
- [33] Özkan, A. and Yekeler, M., Fine Dry Grinding of Zeolite in a Laboratory Ball Mill. Particle and Particle Systems Characterization (20), 276-282, 2003.
- [34] Klimpel, R. R., The Impact on Industrial Grinding Circuits of Changing and/or Controlling the Slurry Rheology; Comminution Practices pp. 1-9. Ed. S. Komar Kawatra, SME, Published by Society for Mining, Metallurgy, and Exploration Inc. Littleton, Colorado, USA, 1997.
- [35] Blecher, L, Kwade, A. and Schwedes, J., Motion and Stress Intensity of Grinding Beads in a Stirred Media Mill. Part 1: Energy Density Distribution and Motion of Single Grinding Beads, Powder Technology, 86, 59-68, 1996.
- [36] Blecher, L. and Schwedes, J., Energy Distribution and Particle Trajectories in a Grinding Chamber of a Stirred Ball Mill, Int. J. Of Miner. Proa, 44-45, 617-627, 1996.
- [37] Theuerkauf, J. and Schwedes, J., Theoretical and Experimental Investigation on Particle and Fluid Motion in Stirred Media Mills, Powder Technology, 105, 406-412, 1999.
- [38] Lane, G. L, CFD Modelling of a Stirred Bead Mill for Fine Grinding, 2ncr International Conference on CFD in the Minerals and Process Industries, CSIRO, Melbourne, Australia, 6-8 December, 449-454, 1999.
- [39] Kwade, A., Wet Comminution in Stirred Media Mills - Research and Its Practical Application, Powder Technology, 105, 14-20, 1999.
- [40] Kwade, A., Determination of the Most Important Grinding Mechanism in Stirred Media Mills by Calculating Stress Intensity and Stres Number, Powder Technology, 105, 382-388,. 1999.
- [41] Kwade, A. and Schwedes, J., Breaking Characteristics of Different Materials and Their Effect on Stress Intensity and Stress Number in Stirred Media Mills, Powder Technology, 122, 109-121, 2002.
- [42] Dürr, H.M., Maxxmill® - The Alternative to the Drum Mill, 10th European Symposium on Comminution, 2-5 September, Heidelberg, Germany, 2002.
- [43] Tüzün, M.A., A Study of Comminution in a Vertical Stirred Ball Mill, Doktora Tezi, Chemical Engineering Department, University of Natal, 1994.

- [44] Mankosa, M.J., Adel, G.T. and Yoon, R.H., Effect of Media Size in Stirred Ball Mill Grinding of Coal, *Powder Technology*, 49, 75-82, 1986.
- [45] Mankosa, M.J., Adel, G.T. and Yoon, R.H., Effect of Operating Parameters in Stirred Ball Mill Grinding of Coal, *Powder Technology*, 59, 255-260, 1989.
- [46] Gao, M.W. and Forssberg, E., A Study on the Effect of Parameters in Stirred Ball Milling, *Int. J. of Miner. Proa*, 37, 45-59, 1993.
- [47] Persson, H. ve Forssberg, E., Fine Grinding of a Magnetite Ore with a Stirred Ball Mill, *Aufbereitung-Technik*, 35, (6), 307-319, 1994.
- [48] Tüzün, M.A., Loveday, B.K. and Hindle, A.L, Effect of Pin Tip Velocity, Ball Density and Ball Size on Grinding Kinetics in a Stirred Ball Mill, *Int. J. of Miner. Proc*, 43, 179-191, 1995.
- [49] Zheng, J., Harris, C.C. and Somasundaran, P., A Study on Grinding and Energy Input in Stirred Media Mills, *Powder Technology*, 86, 171-178, 1996.
- [50] Zheng, J., Harris, C.C. and Somasundaran, P., The Effect of Additives on Stirred Media Milling of Limestone, *Powder Technology*, 91, 173-179, 1997.
- [51]Kapur, P.C., Healy T.W., Scales, P.J., Boger, D.V. and Wilson, D., Role of Dispersants in Kinetics and Energitics of Stirred Ball Mill Grinding, *Int. J. of Miner. Proa*, 47, 141-152, 1996.
- [52]Belaroui, K., Pons, M.N., Vivier, H. and Meijer, M., Wet Grinding of Gibbsite in a Bead Mill, *Powder Technology*, 105, 369-405, 1999.
- [53]Bernhardt, C, Reinsch, E. and Husemann, K., The Influence of Suspension Properties on Ultra-Fine Grinding in Stirred Ball Mills, *Powder Technology*, 105, 357-361, 1999.
- [54] Bel-Fadhel, H., Frances, C. ve Mamourian, A., Investigations on Ultra-Fine Grinding of Titanium Dioxide in a Stirred Media Mill, *Powder Technology*, 105, 362-373, 1999.
- [55] Bel-Fadhel, H. and Frances, C, Wet Batch Grinding of Alumina Hydrate in a Stirred Bead Mill, *Powder Technology*, 119, 257-268, 2001.
- [56] Jankovic, A., Variables Affecting the Fine Grinding of Minerals Using Stirred Mills, *Minerals Engineering*, 16, 337-345, 2003.
- [57] Jankovic, A., Media Stress Intensity Analysis for Vertical Stirred Mills, *Minerals Engineering*, 14, (10), 1177-1186, 2001.

- [58] Ma, Z., Merkus, H. G., de Smet, J.G.A.E., Heffels C., Scarlett, B., New developments in particle characterization by laser diffraction: size and shape, Powder Technology, Cilt 111, 66 – 78, 2000.
- [59] Rawle, A., The basic principles of particle size analysis, www.malvern.co.uk.
- [60] Hesseman, R., Particle size analysis in ceramics manufacture, International Ceramics, Cilt 1, 31 – 34, 2002.
- [61] Özensoy, E., Teknolojik ve Bilimsel Araştırmalarda Modern Deney Tasarımcılığı ve Optimizasyon Yöntemleri, MTA yayınları Eğitim Serisi No:24, 26-35, Ankara, 1982.
- [62] Milton J.S., Arnold, J.C., Introduction to Probability and Statistics Principles and Applications for Engineering and the Computing sciences, Functional Experiments, Chapter 14, pp.604-655, 1995.

|