

Mikrodalga Kurutmanın Kaolen Numunesinin Bilyalı Değirmendeki Özgül Kırılma Hızını Artırıcı Etkisi

Selçuk SAMANLI*¹, Özcan ÖNEY¹, Kamil GEVEZE²

¹Uşak Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Maden Mühendisliği Bölümü, 64200, Uşak

²Maden Mühendisi, Eda Madencilik Ltd. Şti., 64200, Uşak

(Alınış / Received: 02.08.2016, Kabul / Accepted: 28.11.2016,
Online Yayınlanma / Published Online: 09.01.2017)

Anahtar Kelimeler
Öğütme,
Kaolen,
Mikrodalga
kurutma,
Bilyalı değirmen,
Özgül kırılma hızı

Özet: Bu çalışmada; Balıkesir/Düvertepe'den alınan kaolen numunesi üzerinde dar tane boyut gruplarında (-3350+2360 µm, -2360+1700 µm ve -1180+850 µm) mikrodalga kurutmanın özgül kırılma hızına olan etkisini belirlemeye yönelik öğütme testleri yapılmıştır. Öğütme testleri Bond tipi bilyalı değirmende 70 dev/dak ile kuru olarak gerçekleştirilmiştir. Deneylerde kullanılan kaolen numunesi dar tane boyut gruplarında etüvde (105 °C' de 4 saat) ve mikrodalga fırında (850 W' da 12 dk) kurutulmuş ve kaba nem değeri (%1,5) öğütme öncesi numunelerden uzaklaştırılmıştır. Sonuçta; her üç dar tane boyut grubunda da, mikrodalga işleme tabi tutulmuş kaolen numunesinin konvansiyonel olarak etüvde kurutulmuş kaolen numunesine kıyasla kırılma hızlarında belirgin artış olduğu belirlenmiştir.

Improving the Specific Rates of Breakage of Kaolen in the Ball Mill By Microwave Drying

Keywords
Grinding,
Kaolin,
Microwave
drying,
Ball mill,
Specific rate of
breakage

Abstract: In this study, grinding tests were carried out to determine the effects of microwave drying on specific breakage rate in a ball mill. Kaolen samples, taken from Balıkesir/Düvertepe, were prepared at mono size groups (-3350+2360 µm, -2360+1700 µm and -1180+850 µm) for grinding tests performed as dry in Bond ball mill which was run at 70 rpm. The kaolen samples prepared at mono size groups were dried in conventional oven (at 105 C° with 4 hours) and microwave oven (at 850 W with 12 minutes) in order to remove rough moisture value (1.5%) from the samples prior to grinding. As a result of the grinding tests it was determined that the specific rates of breakage at all three mono sized kaolen samples treated with microwave drying were faster than those of the untreated kaolen samples.

*Sorumlu yazar: selcuk.samanli@usak.edu.tr

1. Giriş

Öğütme çok yaygın olarak kullanılan temel bir işlem olmasına rağmen aynı oranda verimsiz bir süreçtir. Öğütme üzerine yapılan çalışmaların amacı; en az enerji tüketmek suretiyle istenilen tane boyutunu elde etmek için, enerji tüketimi-boyut küçültme arasındaki ilişkiyi belirleyebilmektir [1]. Yapılan araştırmalarda, ABD'de üretilen elektriğin %1,5'inin boyut küçültmede kullanıldığı bildirilmiştir [2].

Kırma ve öğütme gibi mekanik boyut küçültme işlemleri cevher hazırlama, metalürji, enerji, toz ve seramik endüstrilerinin önemli işlemlerinden biri olup, önemli bir maliyet faktörü olarak ortaya çıkmaktadır. Bu nedenle, süregelen çalışmalar bu maliyetleri azaltmak yönünde olmaktadır. Öğütme koşullarının yeni yaklaşımlarla daha iyi optimizasyonu, öğütmeye yardımcı katkı maddelerinin kullanımı, ısı ön işlemlerin uygulanması ve yeni tip öğütücülerin geliştirilmesi bu çalışmalara örnektir. Isıl ön işlemlerin uygulanmasıyla, ufalama sırasında gereken enerji miktarının azaldığı ve minerallerin serbestleşme derecelerinin artırıldığı ifade edilmektedir [3-6]. Bu nedenle, termal ısıtma kayaçların zayıflatılması ve tane-sınır kırılmasının teşviki ile cevherlerin ufalanma ve serbestleşme özelliklerini iyileştirmede potansiyel bir yöntem olarak görünmektedir. Mikrodalğanın ısıtma işleminde kullanımı ile de cevherlerin veya minerallerin diğer ısıtma cihazlarına göre daha hızlı ve seçimli olarak ısıtılacağı ortaya konulmuştur [7]. Bazı mineraller mikrodalgayı absorbe ederek ısınırken, kayaçlar içerisindeki diğer mineraller ısınmayabilmektedir [6,8]. Bu özelliğin söz konusu olduğu durumlarda, mikrodalğanın seçimli ısıtma özelliği cevher hazırlama uygulamaları için ayrı bir önem arz eder. Mikrodalga ile ısıtma işlemi, ısı yayılımını kullanan alışılmış

ısıtma yöntemlerine göre kayaç içerisinde doğrudan ısının üretilmesi nedeniyle cazip bir tekniktir [8]. Cevher minerallerinin mikrodalga altında hızlı ısıtılması, mikro çatlakların oluşumu ve/veya gelişimi için yeterli büyüklükte bir termal gerilme sağlar ve bu bazen de mineral tane sınırlarında gerçekleşebilir [4, 8-9]. Dolayısıyla, ufalama işleminden önce mikro çatlakların oluşturulması ve/veya geliştirilmesi ile cevherlerin serbestleşme ve öğütülme özelliklerinin iyileşeceği beklenmektedir.

2. Mikrodalğanın Malzemeler Üzerindeki Etkisi

Mikrodalga enerjisi, 300 MHz ile 300 GHz aralığında frekansa sahip iyonize olmamış elektromanyetik ışınım (radyasyon) olup, iletişim alanında yoğun bir uygulamaya sahip olmakla birlikte; endüstriyel, bilimsel, tıbbi (ISM) uygulamalar için ancak belirli frekanslara müsaade edilmektedir [10]. Mikrodalga enerjisi, 2.450 MHz için yaklaşık %50-72, 915 MHz için yaklaşık %80-87'lik bir dönüşüm verimiyle elektrik enerjisinden elde edilebilmektedir. Mikrodalgalar; görünür, ultraviyole ya da kızılötesi ışık gibi diğer elektromanyetik enerji şekillerinden daha yüksek dalga boylarına ve daha düşük enerji miktarına sahiptirler [11].

Mikrodalga ile ısıtma, numunenin derinliklerine nüfuz edebilen elektromanyetik enerji formunda olduğu için klasik ısıtmadan farklıdır [12]. Mikrodalgalar elektromanyetik enerji şeklinde numune derinliklerine kadar nüfuz edebilir ve ısıtma hacimsel olarak başlar [12-13]. Geleneksel ısıtma işlemi, standart ısı transferi mekanizmaları yoluyla dışarıdan içeriye numuneyi ısıtır. Buna ek olarak, mikrodalga ısıtma seçici olma avantajına sahiptir ve bir matris içindeki belirli bir fazı diğerlerinden daha hızlı bir şekilde ısıtır [14]. Klasik ısıtma sistemleri taşınım (konveksiyon),

iletim (kondüksiyon) ve ışınım gibi standart ısı transfer mekanizmasından geçerek numuneyi dışarıdan ısıtırken, mikrodalga işlem seçimli ısıtma avantajına sahiptir. Bu avantajlar ise mikrodalga enerjinin cevher/kömür hazırlama ve üretim metalurjisi endüstrisinde kullanımını teşvik etmektedir [15-16].

Farklı ısıtma, her fazın farklı mikrodalga absorblama, farklı dielektrik geçirgenlik ve farklı kayıp faktörü özelliklerinin bir sonucudur [17-19]. Bir malzemeyi mikrodalga ile ısıtma işlemi büyük oranda malzemenin tüketme faktörüne (dielektrik kayıp tanjantı, $\tan \delta$) bağlıdır. Belirli bir frekans ve sıcaklıkta elektromanyetik enerjinin ısı enerjisine dönüştürülme yeteneği olan bu faktör, malzemenin dielektrik kaybı veya "kayıp" faktörünün (ϵ'') dielektrik sabitine (ϵ') oranı [$\tan \delta = (\epsilon'' / \epsilon')$] olarak ifade edilir. "Relatif geçirgenlik" olarak da tanımlanan dielektrik sabiti (ϵ'), mikrodalga enerjisinin malzeme içerisinden geçmesi esnasında bu enerjinin malzeme tarafından tutulabilme/alıkoyma yeteneğinin bir ölçüsüdür. Bu büyüklük, enerjinin ne kadarının malzeme tarafından adsorplanıp ısıya dönüştüğünü ve ne kadarının hava-malzeme ara yüzeyinde yansıdığını göstermektedir. Dielektrik (kayıp) faktörü (ϵ'') ise malzemenin enerjisi tüketmesinin bir ölçüsüdür. Diğer bir ifade ile "kayıp" faktörü, giren mikrodalga enerjisinin malzeme içinde ısı olarak tükenmesiyle kayıp miktarını vermektedir. Kayıp kelimesi malzemeye nüfuz edip ısı olarak dağılan kayıp mikrodalga enerjisi göstermek amacıyla kullanılmaktadır ve malzemenin, gelen enerjinin ne kadarını ısıya çevirebildiğinin bir göstergesidir. Bu nedenle, yüksek "kayıp" faktörlü bir malzeme mikrodalga enerji ile kolayca ısıtılabilir. Dielektrik sabiti, malzemenin mikrodalga enerjisinin içerisinden geçmesi esnasında enerjisi

içerisinde absorblama yeteneğinin bir ölçüsüdür. Kayıp faktörü ise malzemenin enerjisi absorblamasının bir ölçüsüdür. Yüksek kayıp faktörlü malzemeler mikrodalga enerjisi ile kolaylıkla ısıtılabilir. Kuvars dielektrik özellikleri bakımından incelendiğinde kayıp faktörü çok düşük ve ısınma hızının $0,07 \text{ }^\circ\text{C/sn}$ olduğu görülmektedir. Bu da onun mikrodalgayı absorblayıcı değil geçirimli (transparan) yapıda olduğunu göstermektedir. Suyun dielektrik sabiti ($\epsilon' \sim 78,5$) ve kayıp faktörü (~ 12) yüksek olup ısınma hızı da yüksektir ($0,9 \text{ }^\circ\text{C/sn}$) [16].

Mikrodalgaların maddelerle etkileşimi maddenin türüne bağlı olarak temelde üç şekilde gerçekleşir. Bunlar yansıtma, soğurma ve geçirgenliktir. Eğer malzeme elektriksel iletken (metaller, grafit gibi) ise mikrodalgalar yüzeyden geri yansır ve malzeme ısınmaz. Yüksek yalıtkan özellik gösteren malzemeler kullanıldığında, mikrodalgalar malzeme içerisinden soğurulmadan geçer ve malzeme yine ısınmaz. Elektromanyetik alana maruz kaldıklarında mikrodalgayı soğuran malzemeler (su, şeker, yağ gibi) ise çok ısınır. Mikrodalgayı soğuran malzeme içeren çözeltiler de soğurma derecesine bağlı olarak ısınır. Maddelerin kimyasal veya fiziksel bağları da mikrodalgayı soğurma derecelerini değiştirir.

Mikrodalgaların soğurulması sonucunda oluşan ısınma iki şekilde gerçekleşir: Dipol etkileşimler ve iyonik iletim. Dipol moment, elektriksel kutuplu moleküllerin kutupları arasındaki elektrik yükünü ifade eder. Dipol momentli malzemeler (örneğin su molekülü) mikrodalgaya maruz kaldıklarında ısı üretir. Mikrodalganın elektrik alanına maruz kalan dipol momentli moleküller, dönme hareketi sonucu uygulanan alanla aynı hizaya gelir. Bu dönme hareketine bağlı olarak ortaya çıkan sürtünme kuvveti

sonucunda da moleküller enerji kazanır ve ısınır. İyonik iletim mekanizması, dipol etkileşim mekanizmasından bazı bakımlardan farklıdır. Bir çözelti içindeki iyonlar yüklü parçalardır ve dipol momentleri yoktur. Yüklü parçalar, mikrodalğanın elektrik alanından kaynaklanan polarite (zıt iki kutba sahip olma) değişimine bağlı olarak hareket eder ve çarpışır. Bu çarpışma sonucu ortaya çıkan kinetik enerji, ısı enerjisine dönüşür [20].

Malzemelerin mikrodalga ile etkileşimleri bakımından üç kategoriye ayırmak mümkündür:

Tablo 1. Malzemelerin mikrodalga ile etkileşimleri.

Malzeme tipi	Mikrodalğanın nüfuz edilmesi	Isınma özelliği
Geçirimli (Transparan)	Tamamen geçirgen	Isınma yok
İletken (Kondüktör)	Yok (Yansıma sebebiyle)	Isınma yok
Soğurucu (Absorbe edici)	Tamamen absorbe edici	Malzeme ısınır

Cevher hazırlamada mikrodalga teknolojisinin kullanımı son otuz yıldır araştırılmaktadır. Minerallerin mikrodalga ısıtmaya tabi tutulmasına artan oranda bir ilgi olmuştur. Bu ilgi; mikrodalga destekli cevher öğütme, mikrodalga destekli kurutma, mikrodalga destekli mineral liçi, mikrodalga destekli harcanan karbonun tekrar elde edilmesi ve mikrodalga destekli atık yönetimini içermektedir [21].

Mikrodalga destekli ufalama süreçleri ve bu süreçlerin verimliliğini artırmak üzerine önemli çalışmalar yapılmaktadır. Öğütmede kullanılan enerjinin azaltılmasına yönelik yapılan mikrodalga kökenli araştırmalar; değirmen kapasitesinde artış ve astar aşınmasında azalma, değirmenden çıkan ürün boyutunun daha iyi kontrolü ve tane serbestleşmesinde artış, öğütme ürününün fizikokimyasal özelliklerinin değiştirilmesi, daha az su tüketimi ve şlam üretiminde azalma sağlamıştır [5,7].

Birçok araştırmacı minerallerin mikrodalga ile muamelesine odaklanmıştır. Kingman vd., [22]

1. Mikrodalğanın herhangi bir kayba uğramadan geçtiği geçirimli (transparan) düşük kayıplı malzemeler,
2. Herhangi bir nüfuz olmadan yansıtan malzemeler,
3. Dielektrik kayıp faktörü değerine bağlı olarak mikrodalgayı absorbe eden (soğuran) yüksek kayıplı malzemeler.

Malzemelerin mikrodalga ile etkileşimleri; malzeme tipine, mikrodalğanın malzeme tarafından nüfuz edilmesine ve ısınma özelliklerine bağlı aşağıdaki Tablo 1'de sunulmuştur [16].

cevherlerin mineralojik yapılarını, mikrodalga ışınımına tepkilerini ve öğütmede enerji azaltılması üzerine araştırmalar yapmışlardır. Olubambi vd., [23] mikrodalga ışınımının minerallerin morfolojilerini etkilediğini bildirmiştir. Mikrodalga işleme tabi tutulan numuneler mikrodalga işlem uygulanmamış numunelerden daha fazla kendi yüzeylerinde çatlaklar ve faylar meydana getirmişlerdir. Jones vd., [24] faz sınırları etrafında kırıklar meydana gelme olasılığı olduğunu belirtmiştir. Mikrodalga uygulamadan sonra değerli minerallerde serbestleşme ve öğütme enerjisinde bir azalma mümkündür. Amankwah vd., [25] cevheri oluşturan farklı mineral fazlarının ısıtılmasındaki farklılığın, cevheri boyut küçültmeye daha uygun hale getirdiğini ve iş indeksinde azalma ile sonuçlanacak ısıl gerilme kırıklarına neden olduğunu gözlemlemiştir.

Chen vd., [26] çoğu minerallerin iki gruba ayrılabilir olduğunu bildirmiştir. Bunlardan birincisi; az veya hiç ısı mevcudiyetinde, mineral özellikleri temelde değişmeden kalanlar ve ikincisi; ısı mevcudiyetinde termal olarak kararlı

olanlar ya da farklı bir ürün haline hızla dönüşecek şekilde duruma tepki gösterenlerdir. Bir mikrodalga saydam matris oluşturulan termal stres cevher mineralleri hızlı ısıtma tane sınırları boyunca mikro çatlaklar oluşturmak için olduğu öne sürüldü. Bazı araştırmacılar, cevherdeki minerallerin hızla mikrodalga ısıtmaya tabi tutulduklarında, saydam matris ısısal gerilme tane sınırları boyunca mikro çatlaklar oluştuğunu öne sürmüşlerdir. Söz konusu mikro çatlak oluşumunun da bu tip cevherlerde, mineral fazlarının serbestleşmelerini artırma potansiyeli olabileceğini ve öğütülebilirliği geliştirdiğini ifade etmişlerdir. Mikrodalga cihazlardaki elektronik otomatik ayar sistemlerinin geliştirilmesi sanayi alanlarında ısıtma hızlarında hızlı artışlar sağlanmasına yol açmıştır. Bir mikrodalga emici faz içinde, çok yüksek bir mikrodalga güç yoğunluğu ve kısa uygulama süresi oluşturulur ise, emici ve emici olmayan fazların arasında önemli bir sıcaklık gradyanı beklenir [6].

3. Kinetik Modelde Kırılma Davranışı

Kinetik modelde ufalama birim işlemi bir hız süreci olarak ele alınmıştır. Bu modeli ilk olarak ileri süren Roberts'dir [27]. Roberts birim kütle başına değirmenin çektiği güç ile elek üstündeki malzemenin değişim hızı arasındaki ilişkiyi incelemiş ve yaş öğütme teorisi olasılığını önermiştir. Daha sonra Bowdish [28] Roberts'ın çalışmasını geliştirmiş ve bir bilyalı değirmendeki iri malzemenin kırılma hızının, değirmende bulunan iri malzeme konsantrasyonu ile orantılı olduğunu göstermiştir. Yani, bir bilyalı değirmendeki belirli bir boyuttaki parçaların öğütülmesi "birinci derece hız süreci" olarak kabul edilir [1, 29].

3.1. Kırılma Davranışının Kinetik Modelde Tanımı

Doğrusal birleştirilmiş parametre modelinde değirmen, iri tane boyutunda malzemenin kırılarak, ince tane

boyutunda ürünün olduğu bir reaktör olarak düşünülmektedir. Bu durumda değirmene belli bir boyutta veya bir boyut aralığında beslenen malzemeyi de reaktant olarak tanımlamak mümkündür. Bu yöntemde, birikimli % ağırlık miktarının elek boyutuna karşı logaritmik ölçekli gösterimiyle birinci derece kırılma hızı elde edilir. Gaudin Schuhmann eğrisi olarak isimlendirilen grafiksel tanımlama yönteminde özellikle boyutlar daha iyi tanımlanır. Belirli tane boyu dağılımına sahip besleme malzemesinde her tane boyu aralığındaki malzemenin kırılma hızları birbirinden farklı olmaktadır [1, 30-31].

Değirmende etkin bir şekilde kırılma olduğu zaman belirli bir tane boyu aralığında olan malzemenin kırılması genellikle birinci derece öğütme kuramına uymaktadır. Birinci derece ifadesi, reaksiyonun yavaşlamadan devam etmesi anlamını taşır. Reaksiyonun yavaşlaması durumunda, ikinci ve üçüncü derece reaksiyon hızları oluşur. Öğütme işleminde birinci derece öğütme hipotezini daha iyi anlayabilmek için, için W miktarda numune konulmuş basit bir değirmen dikkate alınır. Buradaki malzemenin boyut dağılımı veya geometrik elek serilerinden 1, 2, 3...j, ...i, ... boyut aralıklarında tanımlandığı düşünülmektedir. Bu besleme malzemesi bir seri artan zaman aralıklarında öğütüldüğünde, bunların öğütülme hızları genellikle birinci derece öğütme kinetiğine uyacaktır. Buna göre; i , tane boyu aralığının "kırılma hızı= $S_i w_i W$ " olacaktır. Burada S_i , i tane boyu aralığındaki malzemenin birim kütle birim zamanda kırılma hızı; w_i , i tane boyu aralığındaki malzeme fraksiyonu ve W ise değirmende öğütülen malzemenin toplam ağırlığıdır. Eğer başlangıç beslemesinin tamamı 1. boyut aralığı ile tanımlanan üst boyut aralığında yani en iri boyut fraksiyonunda ise; kırılmayla 1. boyut aralığının kaybolma hızı $w_1(t)W$ ile

orantılı olacaktır. Toplam kütle, W , sabit olduğundan aşağıdaki Eşitlik 1 elde edilir;

$$\frac{dw_i(t)}{dt} = -S_1 w_i(t) \quad (1)$$

Burada, S_1 özgül kırılma hızı olarak adlandırılır ve bu değer oransal olarak sabit ise ve zamanla değişmiyorsa, aşağıdaki Eşitlik 2 ile ifade edilir.

$$w_i(t) = w_i(0) \exp(-S_1 t) \quad (2)$$

Sonuçta; Eşitlik 3 ile verilen ve birinci derece öğütme kinetiği olarak ifade edilen formül elde edilir.

$$\log[w_i(t)] = \log[w_i(0)] - S_1 t / 2,3 \quad (3)$$

Burada, $w_i(0)$ ve $w_i(t)$ öğütmenin başlangıcındaki ve "t" anındaki 1. boyut aralığında bulunan malzemenin yüzdesini, S_1 , 1. boyut aralığındaki malzemenin kırılma hızını ve t ise zamanı göstermektedir.

4. Malzeme ve Metot

Kaolen kimyasal olarak $Al_2(Si_2O_5)(OH)_4$ veya $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ formüllü, triklinik sistemde kristalleşmiş, sertliği 2-2½ ve yoğunluğu 2.63 g/cm^3 olan bir mineraldir. Saf kaolen minerali %39,50 Al_2O_3 , %46,55 SiO_2 ve %13,95 H_2O içerirken, yapıya giren alkali ve toprak alkali iyonlar ile Fe_2O_3 , TiO_2 gibi renk verici oksitler ve organik madde vb. içeriğine bağlı olarak saflık derecesinde düşme gözlenir. Kaolen; montmorillonit, illit ve klorit gibi diğer minerallerden SiO_2/Al_2O_3 oranıyla ayrılır. Bu oran iyi kaolen veya kaolenit killerinde takriben 2/1 olup, diğerlerinde ise 3/1'dir [32-34]. Çelik vd., [34] kaolen numunesi DTA/TGA grafiklerini incelemişler ve kaolenin kimyasal formülündeki bağli suyunu yaklaşık olarak $570 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de kaybettiğini belirtmişler ve nedenini de; metakaolenit oluşumu

Tablo 2. Kaolen numunesi XRF sonuçları.

$(Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O \rightarrow Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 + 2H_2O)$ ve illitin dehidroksilasyonu olarak açıklamışlardır. Buna bağlı olarak da, numunede %1,73 kütle kaybı oluştuğunu ifade etmişlerdir.

Bu çalışmada kullanılan kaolen numunesi Balıkesir/Düvertepe'den alınmıştır. Laboratuvarda çeneli kırıcı ve merdaneli kırıcı kombinasyonu ile kontrollü olarak 3,35 mm boyutu altına kırılan kaolen numunesi, eleme ile dar tane boyut gruplarında (-3350+2360, -2360+1700 ve -1180+850 μm) hazırlanmıştır. Öğütme testlerinde kullanılan kaolen numunesi her bir dar tane boyut grubunda ayrı ayrı etüvde ($105 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de 4 saat) ve mikrodalga fırında (850 W güçte 12 dk) kurutulmuş ve kaba nem değeri (%1,5) öğütme öncesi numunelerden uzaklaştırmıştır. Sonrasında bilyalı değirmende 70 dev/dak ile kuru olarak öğütme testlerine tabi tutulmuştur. Çalışmanın ana hedefini; mikrodalga işlem ile kaolenin kimyasal formülündeki suyu kısmen uzaklaştırarak mikrodalga kurutmanın özgül kırılma hızına olan etkisini belirleyebilmek oluşturmaktadır.

Kaolen numunelerinin mikrodalga işleme tabi tutulmaları 2,45 GHz frekansta ve 850 W güç seviyesinde çalışabilen mutfak tipi bir mikrodalga fırın kullanılarak yapılmıştır. Her üç dar tane boyut grubunda mikrodalga işleme tabi tutulmuş ve tutulmamış kaolen numunelerinin bilyalı değirmende öğütülmesi ve alınan öğütme ürünlerinin boyut tespiti sonrasında çizilen kırılma hızı grafiklerinden kaolen numunesinin özgül kırılma hızları belirlenmiştir.

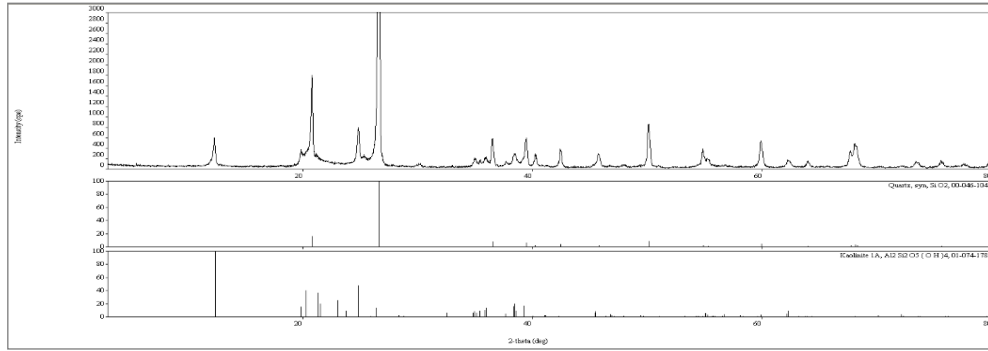
Söz konusu özgül kırılma hızları, dar tane boyut grubu temelinde karşılaştırılmış ve yorumlanmıştır. Kaolen numunesinin ana bileşenlerini belirlemek amacı ile XRF ve XRD analizleri yapılmış olup sonuçlar aşağıda Tablo 2 ve Şekil 1 ile sunulmuştur.

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	P ₂ O ₅	Ta ₂ O ₅	SO ₃	K.K.*
68,97	22,86	0,23	0,32	0,03	0,24	0,10	-	0,17	0,15	0,09	6,84

* Kızdırma kaybı

SiO₂/Al₂O₃ oranı dikkate alındığında öğütme testlerinde kullanılan kaolen numunesinde 3/1 oranında olduğu görülmektedir. Bu noktada, deneysel çalışmalara konu olan kaolen numunesi iyi kaolen sınıfına dâhil olmayıp içerdiği

yüksek SiO₂ mevcudiyeti dolayısı ile literatürde belirtildiği şekli ile kaolen veya kaolenit killer dışındaki grupta yer almaktadır. Aşağıda yer alan XRD grafiği de numunedeki kuvars ve kaolenit piklerini açık olarak ortaya koymaktadır.



Şekil 1. Kaolen numunesi XRD sonuçları.

4.1. Laboratuvar Ölçekli Bond Bilyalı Değirmen ile Yapılan Kesikli Öğütme Deneyleri

Bilyalı değirmende öğütme deneylerinde kullanılan malzeme ağırlığı, Austin vd.'ne göre [31] hesaplanmış olup, her bir dar tane boyut grubunda yaklaşık 2150 gr malzeme değirmene konularak öğütme

test çalışmaları yapılmıştır. Söz konusu malzeme ağırlık değeri, Bond Bilyalı değirmende bilyalar arası boşluğun %80 oranında malzeme ile doldurulduğu kabul edilerek hesaplanmıştır. Bilyalı değirmene ait karakteristik özellikler ve öğütücü ortam özellikleri aşağıda Tablo 3'de verilmiştir.

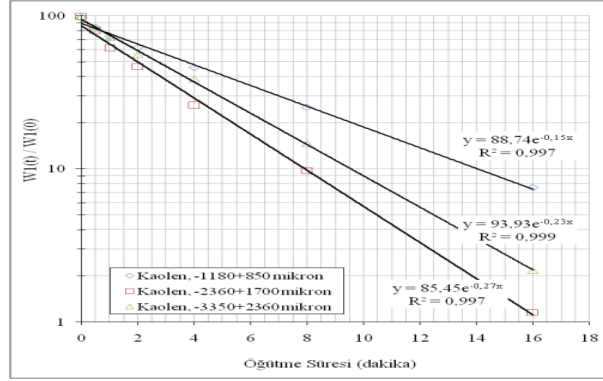
Tablo 3. Bond Bilyalı Değirmen ve Öğütücü Ortam Karakteristik Özellikleri.

Değirmen	Çap x Uzunluk, (cm)	30,5 x 30,5
	Hacim, (cm ³)	22272,5
	Dönüş hızı, (dev/dak)	70
Öğütücü Ortam		36,83 – 43
		29,72 – 67
	Bilya çapı (mm) - Adedi	25,40 – 10
		19,05 – 71
		12,70 – 94
	Yoğunluğu, (gr/cm ³)	7,79
	Toplam ağırlığı, (gr)	20125
Bilya doldurma oranı	0,1933	

5. Tartışma ve Sonuç

Mikrodalga işleme tabi tutulmamış ancak, dar tane boyut gruplarında etüvde 105 °C'de 4 saat süre ile konvansiyonel kurutma işlemi uygulanmış kaolen numuneleri

üzerinde, değişen öğütme sürelerinde bilyalı değirmende yapılan öğütme testlerinden elde edilen kırılma davranışı verileri yardımıyla özgül kırılma hızı eğrileri çizilmiş ve sonuçlar aşağıda Şekil 2 ile sunulmuştur.



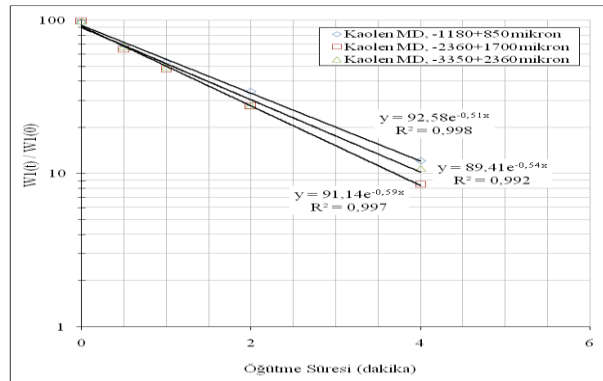
Şekil 2. Mikrodalga işlem uygulanmamış kaolenin kırılma davranışı.

Tablo 4. Mikrodalga işlem uygulanmamış kaolenin özgül kırılma hızları.

Boyut grubu (μm)	Özgül kırılma hızı değeri (S_i)
-3350+2360	0,23
-2360+1700	0,27
-1180+850	0,15

Tablo 4'den görüleceği üzere; en hızlı özgül kırılma hızı -2360+1700 μm dar tane boyut grubunda, en yavaş özgül kırılma hızı ise -1180+850 μm gerçekleşmiştir. 2,45 GHz mikrodalga frekansta ve 850 W mikrodalga güç seviyesinde mikrodalga işleme tabi

tutulmuş kaolen numuneleri üzerinde, değişen öğütme sürelerinde bilyalı değirmende yapılan öğütme testlerinden elde edilen kırılma davranışı verileri yardımıyla özgül kırılma hızı eğrileri çizilmiş ve sonuçlar aşağıda Şekil 3 ile sunulmuştur.



Şekil 3. Mikrodalga işlem uygulanmış kaolenin kırılma davranışı.

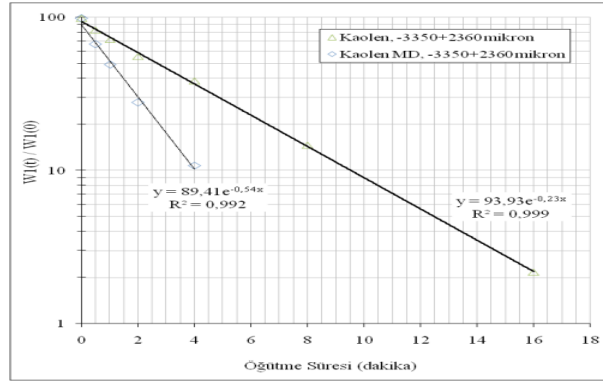
Tablo 5. Mikrodalga işlem uygulanmış kaolenin özgül kırılma hızları.

Boyut grubu (μm)	Özgül kırılma hızı değeri (S_i)
-3350+2360	0,54
-2360+1700	0,59
-1180+850	0,51

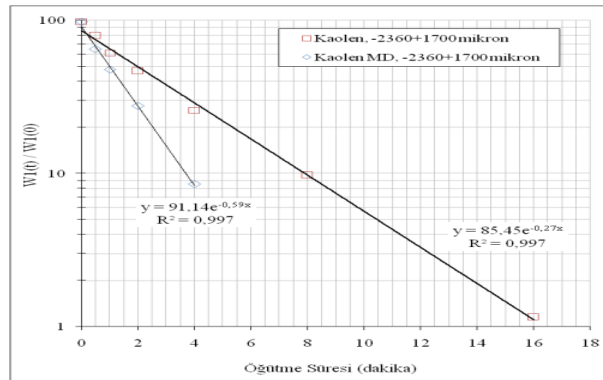
Tablo 5'den görüleceği üzere; en hızlı özgül kırılma hızı -2360+1700 μm dar tane boyut grubunda, en yavaş özgül kırılma hızı ise -1180+850 μm gerçekleşmiştir. Bu noktada, Tablo 4 ve 5'den açıkça görülmektedir ki; mikrodalga işlem uygulanmamış kaolenin özgül kırılma hızları ile mikrodalga işlem uygulanmış kaolenin özgül kırılma hızları karşılaştırıldığında, mikrodalga işlem uygulanmış kaolen lehine özgül kırılma hızlarında önemli bir artış gözlenmektedir. Ayrıca; söz konusu her üç dar tane boyut grubunda

elde edilen özgül kırılma hızları arasındaki fark mikrodalga işlem uygulanmış kaolen örneklerinde en aza inmiştir.

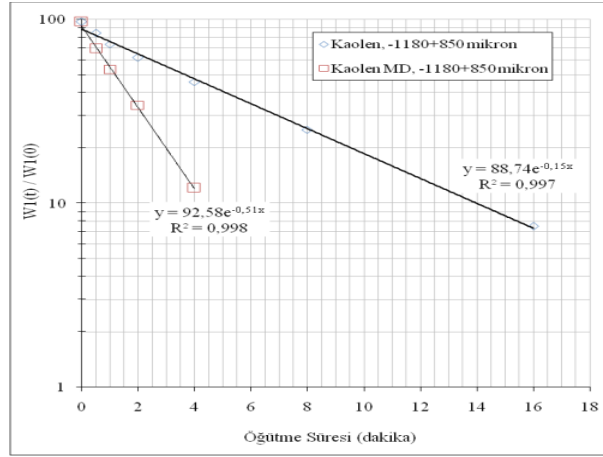
Mikrodalga işlem uygulanmamış ve mikrodalga işlem uygulanmış kaolende; -3350+2360 μm , -2360+1700 μm ve -1180+850 μm dar tane boyut gruplarında gerçekleşen özgül kırılma hızları aynı dar tane boyut grubu özelindeki karşılaştırmaları aşağıdaki Şekiller; 4, 5 ve 6 ile sunulmuştur.



Şekil 4. Mikrodalga işlem uygulanmamış ve uygulanmış kaolenin kırılma davranışı (besleme boyutu: -3350+2360 μm).



Şekil 5. Mikrodalga işlem uygulanmamış ve uygulanmış kaolenin kırılma davranışı (besleme boyutu: -2360+1700 μm).



Şekil 6. Mikrodalga işlem uygulanmamış ve uygulanmış kaolenin kırılma davranışı (besleme boyutu: -1180+850 µm).

Mikrodalga işlem uygulanmış ve mikrodalga işlem uygulanmamış kaolende; -3350+2360 µm, -2360+1700 µm ve -1180+850 µm dar tane boyut gruplarında gerçekleşen özgül kırılma hızlarındaki oransal artış sırasıyla 2,3; 2,19 ve 3,4 olarak hesaplanmaktadır. Bu sonuç, mikrodalga işlemin ince tane boyutlu kaolen numunesinde konvansiyonel kurutmanın çok daha ötesinde bünye derinliklerine nüfuz ederek çatlak yapı oluşturması ve özgül kırılma hızlarında önemli oranda artış meydana getirmesi olarak değerlendirilmelidir.

Bu çalışmada; kaolen örneğinde yoğun olarak (%68,97) yer alan kuvarsın mikrodalga kurutmaya olan tepkisizliği ve tam tersine kaolenin yapısında yer alan suyun mikrodalga kurutmaya olan olumlu tepkisi ile kaolen iç bünyesinde çatlaklı ve kırılğan bir yapı teşekkülü söz konusudur. Literatürde, çeşitli araştırmacılar tarafından yapılan çalışmalarda belirtildiği üzere; kuvarsın dielektrik özellikleri bakımından kayıp faktörü düşük ve ısınma hızı da düşüktür. Bu da onun mikrodalgayı absorblayıcı değil geçirimli yapıda olduğunu göstermektedir. Kimyasal yapısı gereği kaolen $[Al_2(Si_2O_5)(OH)_4]$ veya $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ bünyesindeki

suyun dielektrik sabiti ve kayıp faktörü yüksek olup ısınma hızı da yüksektir. Bu durum, kaolenin mikrodalga ısıtma sonucu kimyasal formülündeki suyun uzaklaşmasının bir sonucu olarak ($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O \rightarrow Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 + 2H_2O$), çatlaklı ve kırılğan bir yapıya dönüşmesini sağladığı düşünülmektedir. Bunun sonucunda, mikrodalga işlem uygulanmamış kaolenin özgül kırılma hızları ile mikrodalga işlem uygulanmış kaolenin özgül kırılma hızları karşılaştırıldığında, mikrodalga işlem uygulanmış kaolen lehine özgül kırılma hızlarında önemli bir artış (3,4 kata kadar) gözlenmektedir.

Mikrodalga kurutma, ufalama işleminden önce tatbik edilerek seçimli olarak bir matris içindeki belirli bir fazı diğerlerinden daha hızlı bir şekilde ısıtır ve kayaçların termal gerilme ile zayıflatılması ve tane-sınır kırılmasının teşviki ile cevherlerin ufalanma ve serbestleşme özelliklerini iyileştirmede potansiyel bir yöntem olarak görünmektedir. Bu yaklaşımın doğruluğu, söz konusu çalışmada kaolen numunesi üzerinde yapılan öğütme çalışmaları ile bir kez daha net olarak ortaya konulmuştur.

Kaynaklar

- [1] Fuerstenau, D.W., De, A., Kapur, P.C., 2004. Linear and nonlinear particle breakage process in comminution systems, *Int. J. Miner. Process.*, Cilt.74, s.317-327.
- [2] Rhodes, M. 1998. Introduction to particle technology, Wiley, Chichester, UK.
- [3] Özkan, A., Ünal, M., Kekeç, B. 2006. Mikrodalga ön işleminin traverten ve mermerin kırılma hızına ve ultrasonik özelliklerine etkisi, *S.Ü. Müh. Mim. Fak. Derg.*, Cilt.21, s.143-152.
- [4] Güngör, A. 1998. Grindability of Microwave-heated Ores, M.Sc. Thesis, The Graduate School of Natural and Applied Sciences of METU, Ankara.
- [5] Whittles, D.N., Kingman, S.W., Reddish D.J. 2003. Application of numerical modeling for prediction of the influence of power density on microwave assisted breakage, *Int. J. Miner. Process.*, Cilt.68, 71-91.
- [6] Kingman, S.W., Jackson, K., Cumbane A., Bradshaw, S.M., Rowson, N.A. 2004. Greenwood R., Recent developments in microwave-assisted comminution, *Int. J. Miner. Process.*, Cilt.74, , s.71-83.
- [7] Kingman, S.W. 1999. The Influence of microwave radiation on the comminution and beneficiation of minerals. Ph.D. thesis. University of Birmingham, UK.
- [8] Wang, Y., Forssberg, E., Svensson, M. 2000. Microwave assisted comminution and liberation of minerals, Proceedings of the 8th Int. Min. Process. Symp., Balkema, Rotterdam, s.3-9.
- [9] Rao, K.J., Vaidhyanathan, B., Ganguli, M., Ramakrishnan, P.A. 1999. Synthesis of inorganic solids using microwaves, *Chem. Mater.*, Cilt.11, s.882-895.
- [10] Schiffmann, R.F. 1995. Commercializing Microwave Systems: Path to Success or Failure. *Microwaves: Theory and Application in Material Processing*, 111. In: Clark, D.E., Folz, D.C., Oda, S.J., Silbergliit, R. (eds.), *Ceramic Transc.*, Cilt.59.
- [11] Haque, K.E. 1999. Microwave Energy for Mineral Treatment Processes-a Brief Review, *International Journal of Mineral Processing*, Cilt.57, s.1-24.
- [12] Jones, D.A, Lelyveld, T.P., Mavrofidis, S.D., Kingman, S.W., Miles, N.M. 2002. Microwave Heating Applications in Environmental Engineering-A review, *Resources, Conservation and Recycling*, Cilt.34, s.75-90.
- [13] Wang, Y., Forrsberg, E. 2000. Microwave assisted comminution and liberation of minerals, *Mineral Processing on the Verge of the 21st Century*, Özbayoğlu et al. (eds), Rotterdam.
- [14] Lester, E., Kingman, S. 2004. The effect of microwave pre-heating on five different coals, *Fuel*, Cilt.83, s.1941-1947.
- [15] Kingman, S.W, Rowson, N.A. 2000. The Effect of Microwave Radiation on the Magnetic Properties of Minerals, *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Cilt.35, s.144-150.
- [16] Toraman, O.Y., Depci, T. 2007. Kömürde mikrodalga ile önışlem uygulamaları, *Madencilik*, Cilt.46, Sayı.3, s.43-53.
- [17] Marland, S., Han, B., Merchant, A., Rowson, N. 2000. The effect of microwave radiation on coal grindability, *Fuel*, Cilt.79, s.1283-1288.
- [18] Marland, S., Merchant, A., Rowson, N. 2001. Dielectric properties of coal, *Fuel*, Cilt.80, s.1839-1849.
- [19] Elsamak, G.G., Oztas, N.A., Yürüm, Y. 2003. Chemical desulfurization of Turkish Cayirhan lignite with HI using microwave and thermal energy, *Fuel*, Cilt.82, s.531-537.
- [20] Gümüşderelioğlu, M., Kaynak, G. 2012. Mikrodalgalar ve Uygulamaları, *Bilim ve Teknik*, Temmuz, s.38-42.
- [21] Uslu, T., Atalay, U. 2003. Microwave heating of coal for enhanced magnetic

- removal of pyrite, *Fuel Process Technol.*, Cilt.85, s.21-29.
- [22] Kingman, S.W., Vorster, W., Rowson, N.A. 2000. The influence of mineralogy on microwave assisted grinding, *Miner Eng.*, Cilt.13, s.313-327.
- [23] Olubambi, P.A., Potgieter, J.H., Hwang, J.Y., Ndlovu, S. 2007. Influence of microwave heating on the processing and dissolution behavior of low-grade complex sulphide ores, *Hydrometallurgy*, Cilt.89, s.127-135.
- [24] Jones, D.A., Kingman, S.W., Whittles, D.N., Lowndes, I.S. 2005. Understanding microwave assisted breakage, *Miner Eng.*, Cilt.18, s.659-669.
- [25] Amankwah, R.K., Khan, A.U., Pickles, C.A., Yen, W.T. 2005. Improved grindability and gold liberation by microwave pretreatment of a freemilling gold ore, *Miner Process Extr Metall*, Cilt.114, s.30-36.
- [26] Chen, T.T., Dutrizac, J.E., Haque, K.E., Wyslouzil, W., Kashyap, S. 1984. The relative transparency of minerals to microwave radiation, *Can. Metall. Q.*, Cilt.23, s.349-51.
- [27] Roberts, E.J. 1950. The probability theory of wet ball milling and its applications, *Trans. SME/AIME*, Cilt.187, s.267-272.
- [28] Bowdish, F.K. 1960. Theoretical and experimental studies of kinetics of grinding in a ball mill, *Trans. SME/AIME*, Cilt.217, s.194-202.
- [29] Lynch, A.J., Whiten, W.J., Narayanan, S.S. 1986. Ball mill models: Their evaluation and present status, *Advances in Mineral Processing*, SME/AIME Pub., Littleton, CO., s.48-66.
- [30] Klimpel, R.R., Austin, L.G. 1970. Determination of selection for breakage functions in the batch grinding equation by nonlinear optimization, *Ind. Eng. Chem. Fundam*, Cilt.9, s.230-237.
- [31] Austin, L.G., Klimpel, R.R., Luckie, P.T. 1984. The process engineering of size reduction: ball milling, SME-AIME, New York, s.561.
- [32] Anon a. 2014. mindat.org-the mineral and locality database, <http://www.mindat.org/>
- [33] Akıncı, Ö. 1967. Seramik Killeri ve Jeolojisi, MTA, Ankara, Sayı.71, s.1-12.
- [34] Çelik, H., Samanlı, S., Öney, Ö., Can, Y. 2015. Uşak Yöresi (Paçacıoğlu Köyü) Kaolenitik Kil Yataklarının Karakteristik Özelliklerinin Araştırılması, 9. Uluslararası Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu Bildiriler Kitabı, 14-15 Mayıs, İzmir-Türkiye, s.117-124.