



KARIŞTIRMALI BİLYALI DEĞİRMENDE KURU ÖĞÜTMEDE BAZI ÖĞÜTME PARAMETRELERİNİN MODELLENMESİ VE OPTİMİZASYONU

Diler KATIRCIOĞLU BAYEL^{1,*} 

¹ Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Maden Mühendisliği Bölümü, 51240, Niğde Türkiye

ÖZET

Bu makale, talkın karıştırmalı bilyalı değirmen ile kuru öğütülmesinde öğütme parametrelerinin etkilerini değerlendirmektedir. Karıştırma hızı, katı oranı, bilya doluluk oranı ve bilya boyut dağılımı da dâhil olmak üzere dört bağımsız faktörün etkilerini incelemek amacıyla üç seviyeli bir Box-Behnken deney tasarımı kullanılmıştır. Öğütme parametreleri ve yanıtlar arasında ampirik bir korelasyon oluşturmak amacıyla bir dizi deney yapılmıştır. Varyans analizi, kırılma oranı için oldukça iyi bir değer göstermiştir ($R^2=0,952$). Yazılım çözümlerine göre, kırılma oranını maksimize etmek için en uygun koşullar, karıştırıcı hızı için 599 d/dk, katı oranı için 0,07, bilya doluluk oranı için % 65,58 ve maksimum bilya boyut dağılımında elde edilmiştir. Öğütmede ki iyileşmeyi doğrulamak amacıyla, yukarıda belirtilen optimum koşullar kullanılarak iki kez doğrulama testleri yapılmış olup ortalama kırılma oranı 3,29 elde edilmiştir. Bu elde edilen ortalama kırılma oranı 29 testte elde edilen değerlerden daha büyüktür. Öğütmenin talk tanelerinin yapısal özellikleri üzerinde etki XRD analizi ile karakterize edilmiştir. XRD ölçümleri hiçbir işlem görmemiş talk numunesine kıyasla, öğütülmüş talk numunelerinin pik alanlarında herhangi bir değişiklik gözlemlenmediğini göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: Karıştırmalı bilyalı değirmen, Kuru öğütme, Talk, Box-Behnken tasarımı, Optimizasyon

MODELING AND OPTIMIZATION OF SOME GRINDING PARAMETERS ON DRY GRINDING IN STIRRED MEDIA MILL

ABSTRACT

This article evaluates the effects of operating parameters on dry grinding of talc with a stirred media mill. A three-level Box-Behnken design was used for the purpose of examining the impacts of four independent factors, including the stirrer speed, solid ratio, media filling ratio, and the media size distribution on the reduction ratio. For the purpose of establishing an empirical correlation between operating parameters and responses, a series of experiments were carried out. Variance analysis showed quite a good value for reduction ratio ($R^2=0.952$). According to the software solutions, the optimum conditions for maximizing the reduction ratio were obtained to be 599 rpm for stirrer speed, 0.07 for solid ratio, 65.58% for media filling ratio, and at maximum level of media size distribution.

To verify the improvement of grinding, verification tests were performed two times using the above-mentioned optimum conditions and an average reduction ratio of 3.29 was obtained. This average reduction ratio value obtained was greater than those obtained in the 29 tests. The impacts of grinding on structural characteristics of talc particles were characterized by XRD analysis. XRD measurements indicated that any change was not observed in the peak areas of ground talc specimens compared to the untreated talc specimen.

Keywords: Stirred media mill, Dry grinding, Talc, Box- Behnken design, Optimization

1. GİRİŞ

Talk sulu bir magnezyum silikat olup, teorik formülü $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ 'dir. Metalik olmayan bir hammadde olarak talk, çok sayıda endüstriyel uygulamada (seramik üretimi (kordierit ve steatitin sentezi), döküm ürünler, boyalar, kauçuk, kablolar, kâğıt vb.) yeri doldurulamaz bir mineral dolgu maddesidir. Talk takviye dolgu maddesi olarak bilinen kimyasal tepkisizlik, yumuşaklık, beyazlık, yüksek termal stabilite ve düşük elektrik iletkenliği gibi özellikleri nedeniyle birçok uygulamada kullanılmaktadır [1]. Dolgu malzemesi kullanılması, ürünün fiyatını düşürmekte ve kompozit malzemelerin bazı fiziksel ve mekanik özelliklerini arttırmaktadır [2].

* Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: dkatircioglu@ohu.edu.tr
Geliş / Recieved: 04.02.2020 Kabul / Accepted: 09.06.2020 doi: 10.28948/ngmuh.684618

D. Katırcioğlu Bayel

Malzeme özellikleri (tane büyüklüğü ve şekli, Young modülü, sertlik ve kırılma dayanıklılığı gibi mekanik özellikler), öğütme haznesi ve karıştırıcının geometrileri, öğütme işlemi modu, öğütme parametreleri gibi birçok faktörün öğütme performansı üzerinde önemli etkileri vardır.

Öğütme işlemlerinde, öğütme modu yaş veya kuru olarak seçilebilmektedir. Enerji, kapasite ve boyut açısından yaş öğütme, kuru öğütmeye göre bir takım avantajlar sunmaktadır. Fakat, yaş öğütme gerçekleştirildikten sonra oluşacak kurutma maliyetleri, bazı malzemelerin kuru öğütme gerekliliği, suyun dünya üzerindeki önemi de düşünüldüğünde ki bu durum, bugün ülkeleri, su yönetimi politikalarını geliştirerek uygulamaya ve gerekli tedbirleri almaya sevk etmiş olup kuru öğütmenin geliştirilmesi yönünde ki çalışmaların önemi gün geçtikçe daha da artmaktadır. Öğütme parametreleri, ürünün inceliğini etkileyen en önemli faktörlerden biridir. Yayımlanan çalışmaların çoğu, öğütme koşullarının karıştırmalı bilyalı değirmende, farklı malzemelerin üretiminde etkisinin olduğunu göstermiştir [3]-[16]. Bugüne kadar, karıştırmalı bilyalı değirmenlerde mikron altı ve nano-parçacıklarının üretilmesi için birçok çalışma yapılmıştır. Ancak yanıt yüzey yöntemi (RSM) ile çalışma parametrelerinin değerlendirilmesinde çok az sayıda çalışma bulunmaktadır [7], [17].

Yanıt yüzey yöntemi (RSM), deneylerin tasarımında, modellerin kurulması, parametrelerin etkilerinin kontrolü ve istenen cevaplar için her bir faktörün optimum koşullarının araştırılması için kullanılan bir dizi matematiksel ve istatistiksel bir yöntemdir [18]. Bu nedenle, günümüzde birçok mineral zenginleştirme alanında yaygın olarak kullanılmaktadır [19]-[25]. RSM'deki Box-Behnken tasarımı (BBD), deney sayısını, zamanı ve maliyeti azaltmak için kullanılan önemli bir tasarım aracıdır. BBD, daha az sayıda deney ve çalışma parametrelerinin tüm yanıtlar üzerindeki etkileşimli etkileri ile doğru bilgi sağlar [26]. Klasik yöntemlerle en ideal deney koşullarının bulunması konusunda oldukça fazla sayıda deneyler yapmak gerekir. Elde edilen sonuçların değerlendirilmesinde deney parametrelerinin birbirleri ile etkilerini anlayabilmek mümkün değildir. Sonuç üzerinde sayıca çok fazla parametrenin etkili olduğu sistemlerde, parametrelerin her birinin birbiri üzerindeki etkiyi ortaya koymak üzere geliştirilmiş olan istatistiksel yöntemler, deneyin tasarlanması ve sonuçların yorumlanması için kullanılmaktadır [27].

Bu çalışmada, karıştırmalı bilyalı değirmende talkın kuru öğütülmesinde karıştırma hızı, katı oranı, bilya doluluk oranı ve bilya boyut dağılımı da dahil olmak üzere dört bağımsız faktörün kırılma oranı üzerindeki etkilerini incelemek amacıyla üç seviyeli Box-Behnken deney tasarımı kullanılmıştır. Bu çalışma, öğütme işleminde malzemenin ve zamanın verimli ve etkili bir şekilde kullanılması konusuna yeni bir bakış açısı getirmektedir.

2. MATERYAL VE METOT

2.1. Materyal

Deneyisel çalışmalarda Niğde bölgesinde faaliyet gösteren Mikron'S A.Ş firması tarafından üretilen talk örneği ($d_{50}=6,74 \mu\text{m}$) kullanılmıştır. Örneğin, XRF cihazı ile belirlenen kimyasal özellikleri Tablo 1'de, kuru elek analizi ile karakterize edilen beslemenin tane boyut dağılımı ise Şekil 1'de verilmiştir. Piknometre cihazı ile yapılan yoğunluk tayinleri sonucunda talk örneğinin yoğunluğu $2,78 \text{ g/cm}^3$ olarak kaydedilmiştir.

Tablo 1. Deneyisel çalışmalarda kullanılan talk örneğinin kimyasal özellikleri (%)

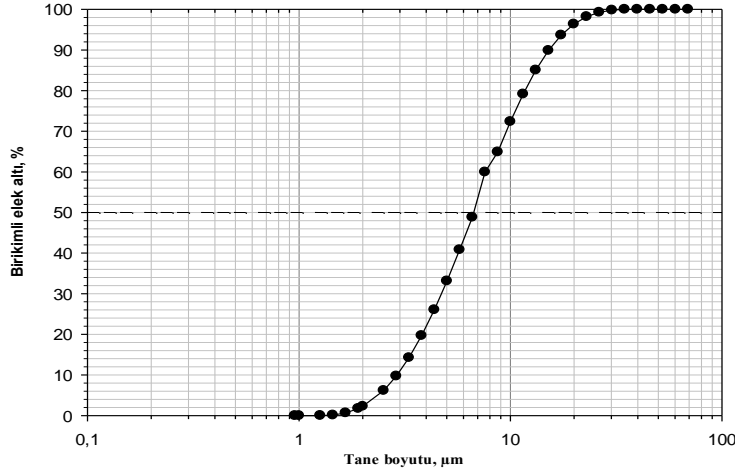
SiO ₂	MgO	CaO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	A.Z (1050 C°)
61	31	0,7	0,3	0,5	6,5

Deneylerde, yüksek yoğunluklu (6000 kg/m^3) ve dayanımı yüksek (kimyasal bileşimi: %93 ZrO₂, %5 Y₂O₃ ve %2 diğerleri) yttria stabilizeli zirkonyum oksit bilyalar kullanılmıştır.

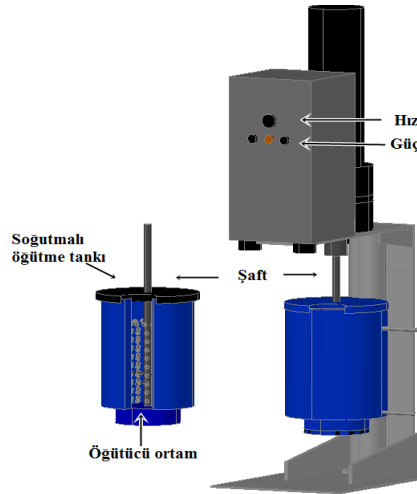
2.2. Metot

Bu çalışmada öğütme işlemleri Union Process (USA) tarafından üretilen Standart-01 model dikey pinli karıştırmalı değirmende gerçekleştirilmiştir (bkz. Şekil 2). Değirmende öğütücü ortamı karıştırmak için dikey bir şaft (Colmonoy kaplı) ve bu şaft üzerine monte edilmiş 4 adet karıştırma kolu vardır. Şaft 0,25 HP gücünde bir motora bağlı olup, şaftın dönme hızı 100-600 d/dk arasında değiştirilebilmektedir. Soğutma amacıyla, öğütme tankı ayrıca bir su ceketini ile donatılmıştır.

KARIŞTIRMALI BİLYALI DEĞİRMENDE KURU ÖĞÜTMEDE BAZI ÖĞÜTME PARAMETRELERİNİN MODELLENMESİ VE OPTİMİZASYONU



Şekil 1. Deneysel olarak kullanılan talk örneğinin tane boyut dağılımı



Şekil 2. Değirmen ve açık kesit alanı ile öğütme tankının şematik görünümü

Şaft, öğütme tankı içine yerleştirildikten sonra istenilen oranda bilya ve malzeme tanka ilave edilmiş ve değirmen istenilen hızda çalıştırılarak öğütme süresi başlatılmıştır. Yapılan ön deneylerde herhangi bir öğütme yardımcısı kullanılmadığı için daha uzun öğütme sürelerinde, malzemenin tank çeperine yapışma eğiliminde olması nedeniyle, deneylerde öğütme süresi 15 dk olarak belirlenmiştir. Değirmenin sıcaklığı soğutma sistemi kullanılarak $25 \pm 1^\circ\text{C}$ 'ye ayarlanmıştır. Öğütme sırasında ortaya çıkan ısı, soğutma suyunun öğütme tankının dış çeperi boyunca dolaştırılmasıyla ortadan kaldırılmıştır. Öğütme deneyleri kesikli şekilde yürütülmüş olup her deneyin sonunda malzeme ve bilyalar tanktan dışarıya boşaltılmış, elek yardımıyla öğünmüş malzeme ile bilyaların birbirinden ayrılması sağlanmıştır.

2.3. Analiz

Öğütme deneyleri sonucunda öğünmüş malzemeler standart numune azaltma yöntemlerine göre azaltılarak, tane boyut analizi Lazer Difraktometre yöntemiyle yaş çalışan tane boyutu ölçüm cihazı (Malvern Mastersizer Hydro 2000 MU-Malvern Co. Ltd. UK) ile ortalama tane boyut değerleri tespit edilmiştir. Her öğütme deneyi sonunda, ürünler örnek bölme kurallarına göre azaltılmıştır, azaltılan iki ayrı örnek alınıp, her biri ayrı ayrı analize tabi tutulmuştur. Ölçümler sonunda her bir deney için elde edilen analizlerin ortalamaları not alınarak sonuçların değerlendirilmesinde kullanılmıştır. Talk örneklerinin X-Işını Difraksiyonu (XRD) Panalytical marka Empyrean model Cihaz ile Cu X-Işını tüpü ($\lambda = 1.5405 \text{ Angstrom}$) kullanılarak yapılmış olup 2θ açısı 5° - 70° arasında değişmektedir.

2.3. Deney Tasarımı

Yanıt yüzey yöntemi (RSM), deneylerin tasarımında, modellerin kurulması, parametrelerin etkilerinin kontrolü ve istenilen cevaplar için her bir faktörün optimum koşullarının araştırılması için kullanılan bir dizi matematiksel ve istatistiksel tekniktir [18]. Talkın kuru öğütülmesinde öğütme parametrelerinin optimizasyonunda karıştırma hızı, katı oranı, bilya doluluk oranı ve bilya boyut dağılımı bağımsız öğütme parametreleri olarak seçilmiştir. Bu parametrelerin kırılma oranına olan etkileri Yanıt Yüzey Yönteminin Box-Behnken deney tasarım tekniği kullanılarak yapılmıştır. Seçilen bağımsız öğütme parametreleri ve seviyeleri ile toplam 29 deney belirlenmiştir. Box-Behnken'in avantajlarından biri, küresel bir tasarım olmasının yanı sıra kodlanmış seviyeler olarak düşük (-1), orta (0) ve yüksek (+1) gibi yalnızca üç veri seviyesinin bulunmasıdır. Mevcut deneysel araştırmadaki faktörler ve kodlanmış seviyeler Tablo 2'de sunulmaktadır. Deneysel verilerin analizinde Design Expert (7.1.5) yazılım programı kullanılmıştır.

Tablo 2. Deneysel faktörler ve kodlanmış seviyeler

Numara	Parametre kodu	Parametreler	-1	0	+1
1	X ₁	Karıştırma hızı, (d/dk)	300	450	600
2	X ₂	Katı oranı (fc)	0,04	0,06	0,08
3	X ₃	Bilya doluluk oranı (J,%),	50	60	70
4	X ₄	Bilya boyut dağılımı,(%)	1mm(% 70)	1mm(% 40)	1mm(% 10)
			2mm(% 20)	2mm(% 20)	2mm(% 20)
			3mm(% 10)	3mm(% 40)	3mm(% 70)

Eşitlik 1, bilya doluluk oranını (J) hesaplamak için kullanılmaktadır. Sözü geçen bu eşitlik kapsamında, hacmin 0,4'ü porozite olarak düşünülerek öğütücü ortamın tank içine ne kadar doldurulduğu açıklanır.

$$\% J = \frac{\text{Bilya miktarı/Bilya yoğunluğu}}{\text{Değirmen hacmi}} \times \frac{1}{0,6} \quad (1)$$

Aynı şekilde, katı oranı (fc) ile doldurulmuş değirmen hacminin oranı Eşitlik 2 ile açıklanmaktadır.

$$\%fc = \frac{\text{Malzeme miktarı/Malzeme yoğunluğu}}{\text{Değirmen hacmi}} \times \frac{1}{0,6} \quad (2)$$

Beslenen malzeme ve öğütme sonrasında elde edilen ürünün tane boyut dağılımının ağırlıkça %50'yi geçtiği boyut değeri (ortalama tane boyutu, d₅₀) tespit edilmiş ve Eşitlik 3 kullanılarak kırılma oranı belirlenmiştir [16].

$$\text{Kırılma oranı} = F_{50} / P_{50} \quad (3)$$

Burada F₅₀, beslemenin ortalama tane boyutunu, P₅₀ ise ürünün ortalama tane boyutudur.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

Üç düzeyli Box-Behnken deney tasarımı ile karıştırma hızı (X₁), katı oranı (X₂), bilya doluluk oranı (X₃) ve bilya boyut dağılımı da (X₄) dâhil olmak üzere dört faktörün birbirleriyle uygun kombinasyonları ile toplam 29 deney gerçekleştirilmiştir.

Her bir deney iki kez tekrar edilmiş ölçümler sonucunda elde edilen d₅₀ değerleri doğrultusunda kırılma oranları hesaplanmıştır. Tablo 3, her bir faktör kombinasyonu için elde edilen kırılma oranına ek olarak, deney serilerinin bir özetini, faktör kombinasyonlarını ve araştırmada kullanılan deney birimlerinin seviyelerini göstermektedir.

3.1. Model ve Anova Analizi

Tablo 3'te verilen deney sonuçlarına, kırılma oranı değerleri için çoklu regresyon analizi yapılarak kuadratik (2. derece) bir model uygulanmıştır. Elde edilen polinomiyal denklem Eşitlik 4'te verilmiştir.

KARIŞTIRMALI BİLYALI DEĞİRMENDE KURU ÖĞÜTMEDE BAZI ÖĞÜTME PARAMETRELERİNİN MODELLENMESİ VE OPTİMİZASYONU

$$Y = -0,7095 - 0,00024X_1 - 16,5X_2 + 0,11345X_3 - 0,93067X_4 + 0,037583X_1X_2 - 0,00000816667X_1X_3 + 0,001177X_1X_4 + 0,34125X_2X_3 - 1,125X_2X_4 + 0,0105X_3X_4 - 0,000000609259X_1^2 - 186,77083X_2^2 - 0,00102X_3^2 + 0,096542X_4^2 \quad (4)$$

Denklemden, Y yanıtı temsil ederken (kırılma oranı), X_1 , X_2 , X_3 ve X_4 sırasıyla karıştırma hızı, katı oranı, bilya doluluk oranı ve bilya boyut dağılımını temsil eder.

Tablo 3. Box-Behnken tasarımı ve gerçek sonuçlar

Deney No	Parametre kodları				Gerçek Sonuçlar	Tahmini Sonuçlar
	X_1	X_2	X_3	X_4	<i>Kırılma Oranı</i>	<i>Kırılma oranı</i>
1	0	-1	+1	0	2,35	2,43
2	0	0	0	0	2,58	2,56
3	0	0	-1	+1	2,51	2,68
4	0	0	0	0	2,57	2,56
5	-1	-1	0	0	2,49	2,47
6	0	0	+1	-1	2,41	2,37
7	0	0	0	0	2,55	2,56
8	0	+1	+1	0	2,50	2,51
9	+1	0	0	-1	2,44	2,45
10	0	+1	0	-1	2,40	2,42
11	0	0	-1	-1	2,41	2,42
12	-1	+1	0	0	2,24	2,19
13	0	-1	-1	0	2,41	2,40
14	0	0	0	0	2,56	2,56
15	+1	0	+1	0	2,67	2,66
16	0	0	0	0	2,55	2,56
17	+1	+1	0	0	2,70	2,70
18	0	+1	0	+1	2,59	2,69
19	+1	-1	0	0	2,50	2,54
20	+1	0	0	+1	3,21	3,13
21	0	0	+1	+1	2,93	2,91
22	-1	0	+1	0	2,42	2,40
23	-1	0	0	+1	2,50	2,48
24	0	+1	-1	0	2,28	2,21
25	0	-1	0	-1	2,52	2,43
26	0	-1	0	+1	2,81	2,80
27	-1	0	0	-1	2,43	2,52
28	+1	0	-1	0	2,50	2,52
29	-1	0	-1	0	2,19	2,21

Elde edilen kuadratik modellerin kırılma oranı için önemi, Tablo 4'te gösterildiği gibi ANOVA analizi ve F testi ile değerlendirilmiştir. F değeri arttıkça, p değeri düşer [28]. 0,001'in altındaki modeller için p-değeri, modellerin istatistiksel önemini göstermektedir [29].

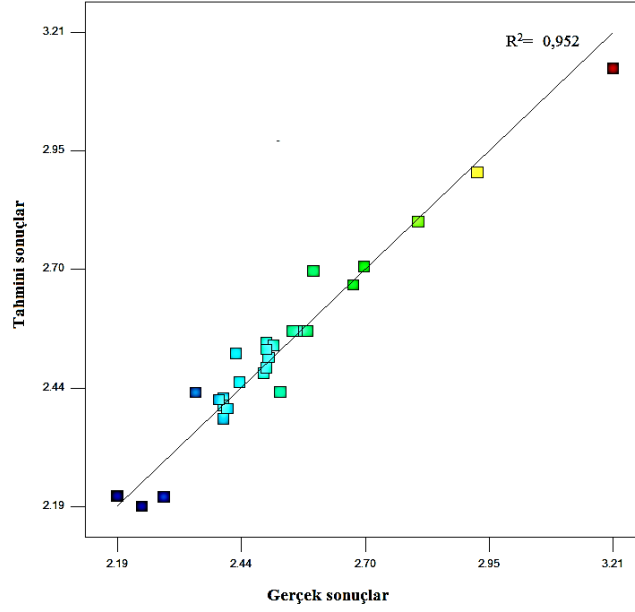
Tablo 4. Kırılma oranı için varyans analizi (ANOVA)

Kaynak	Kareler toplamı	df	Ort. karesi	F-değeri	p-değeri
Model	1,10	14	0,078	19,97	< 0,0001
Kalan	0,055	14	0,003917		
Toplam	1,15	28			

Model özeti

R-sq. R-sq. (adj)
95,23% 90,46%

D. Katırcioğlu Bayel

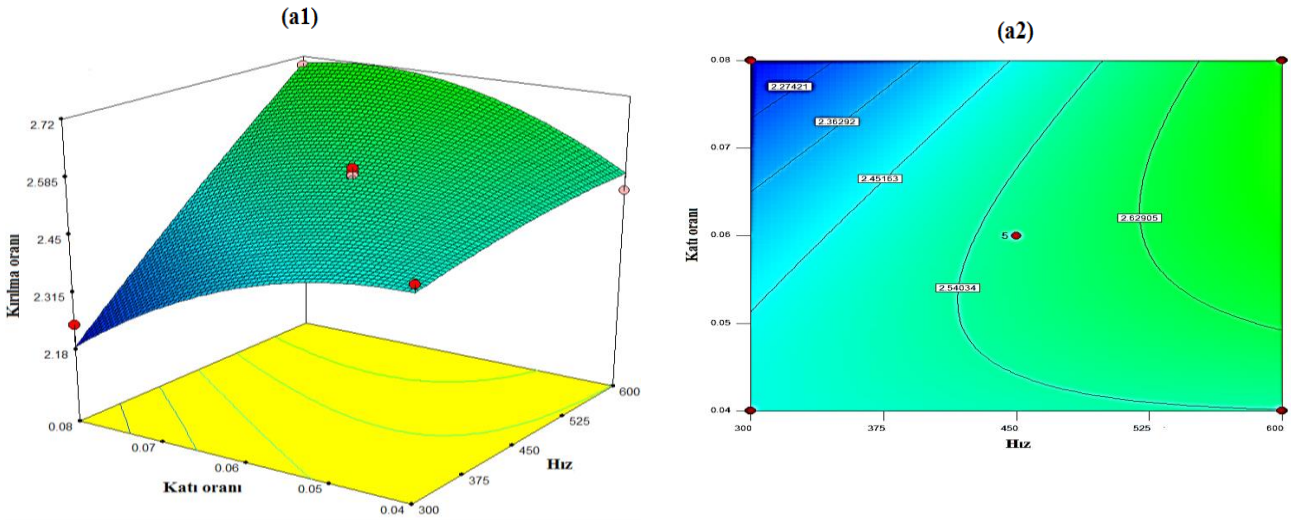


Şekil 3. Gerçek ve tahmini kırılma oranları arasındaki ilişki

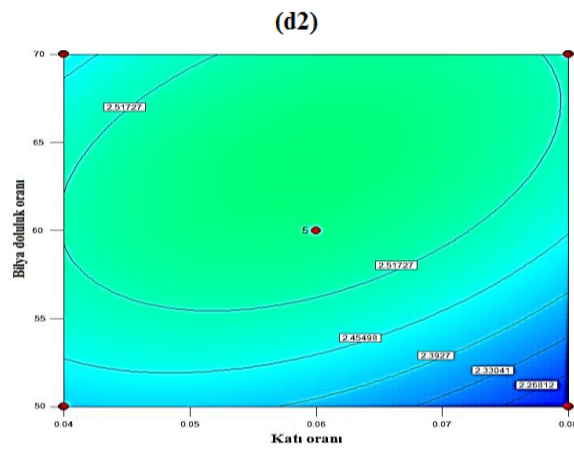
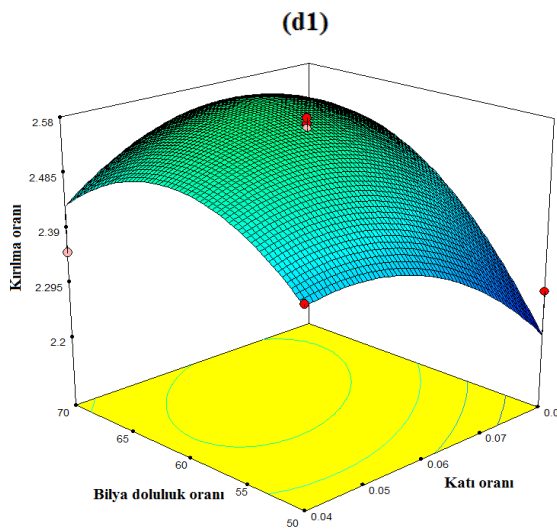
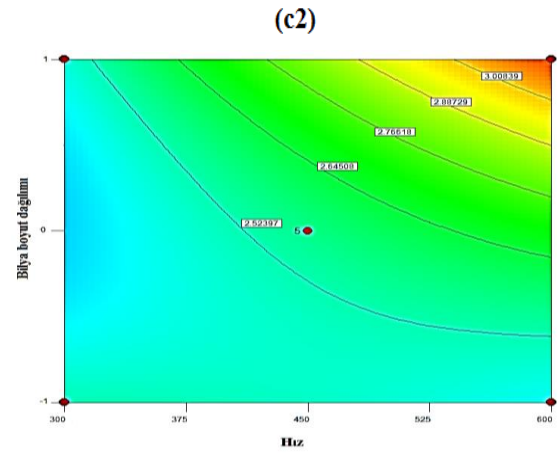
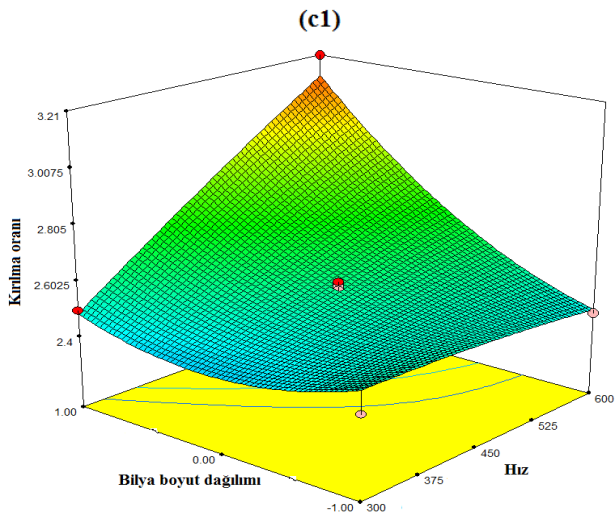
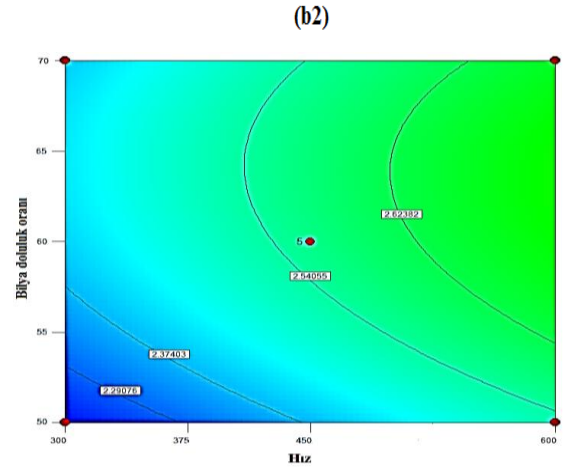
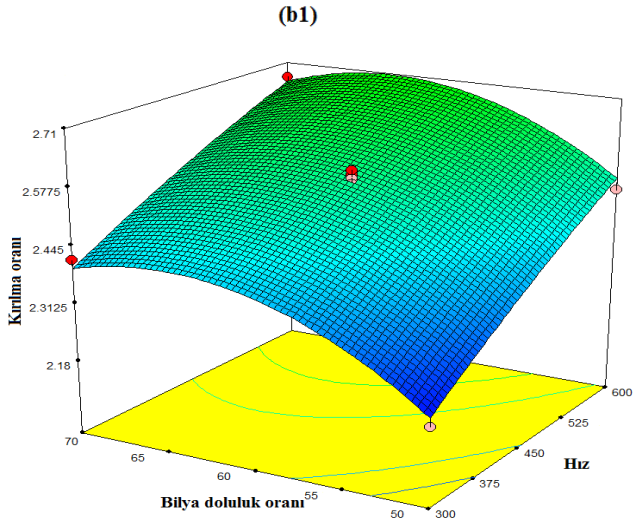
Oluşturulan modelin verileri açıklamada ne derece yeterli olduğunun görülmesi için modelin R^2 değeri hesaplanır. Hesaplanan R^2 değeri 1'e yakınsa modelin verileri açıklamakta yeterli olduğu, 0'a yakınsa yeterli olmadığı anlaşılır. Kırılma oranı için R^2 değeri 0,952 olarak belirlenmiştir (bkz. Şekil 3). Elde edilen veriler ışığında, R^2 değeri tahmin edilen değerlerle deneysel sonuçların iyi bir şekilde eşleştiğini göstermektedir.

3.2. Yanıt Yüzey Analizi

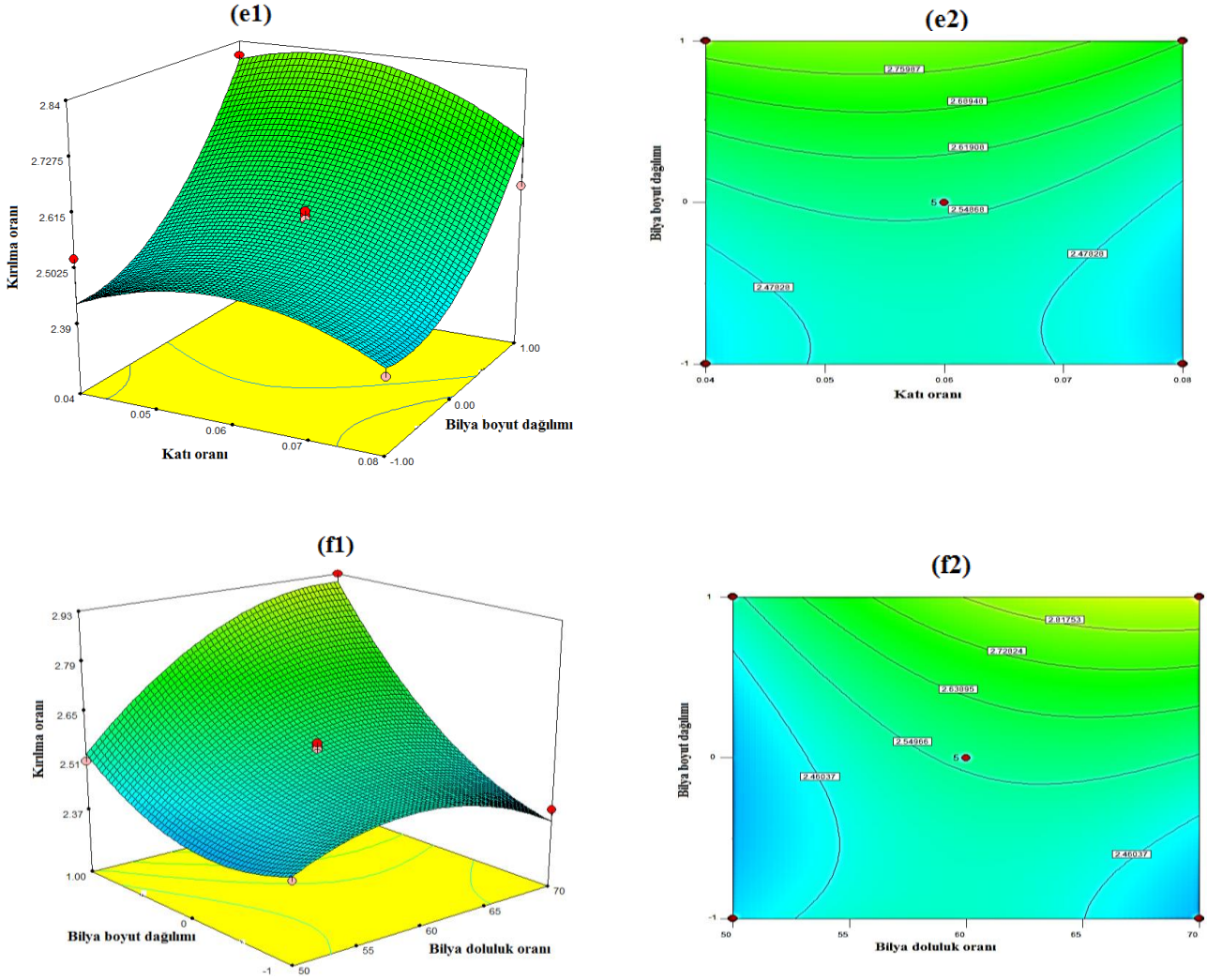
Üç boyutlu yüzey grafikleri ve iki boyutlu kontur grafikleri, regresyon modelinin grafiksel gösterimi olup parametrelerin çalışılan aralıklardaki optimum değerlerini belirlemek için kullanılır (bkz. Şekil 4(a-f)). Grafikler, iki değişkenli bir fonksiyon olarak, incelenen değişkenlerin sabit değerinde, diğer değişkenlerin ise orta seviyesinde (0) sabit tutularak elde edilmiştir.



KARIŞTIRMALI BİLYALI DEĞİRMENDE KURU ÖĞÜTMEDE BAZI ÖĞÜTME PARAMETRELERİNİN MODELLENMESİ VE OPTİMİZASYONU



D. Katırcioğlu Bayel

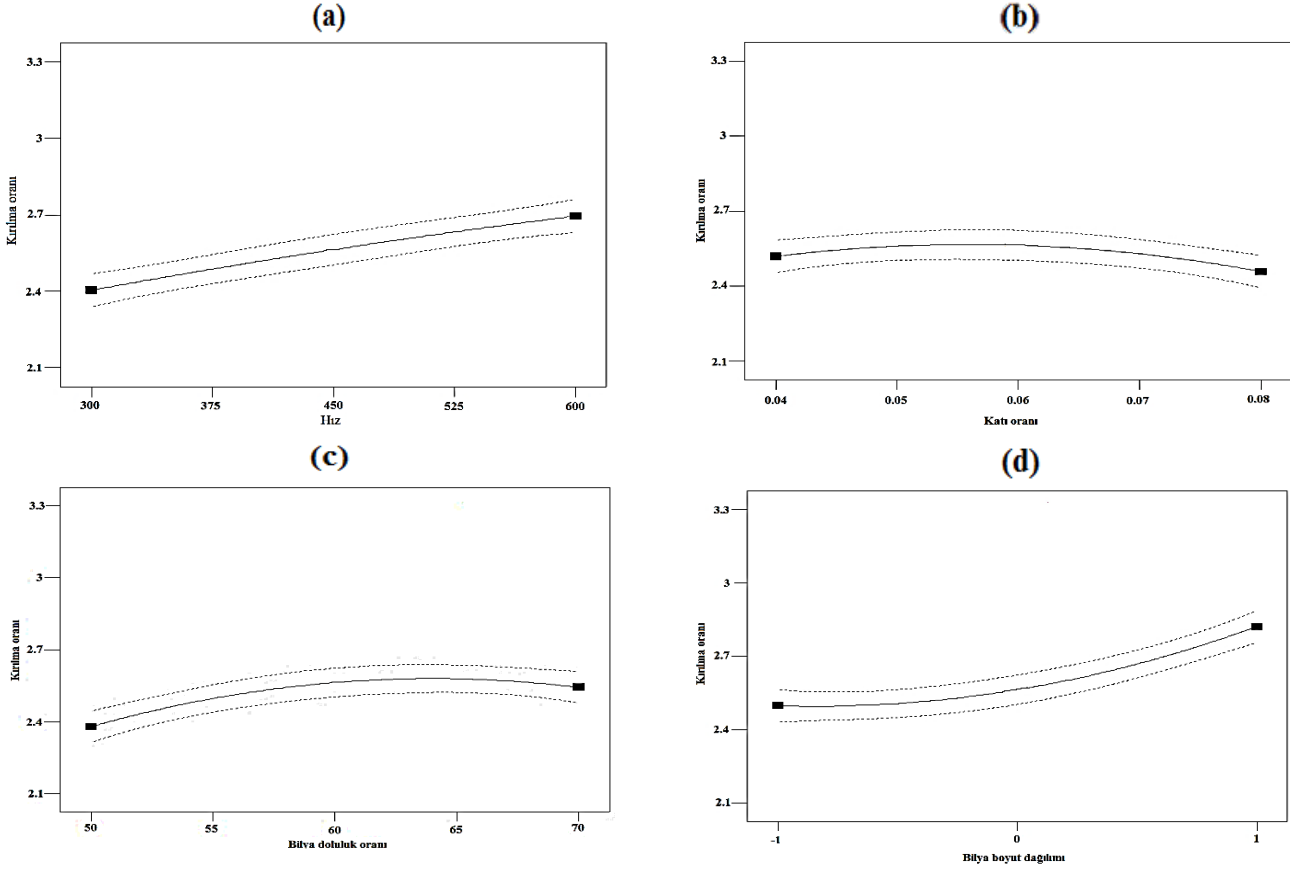


Şekil 4. Kırılma oranı için (a1-f1) 3D yüzey grafikleri ve (a2-f2) kontur grafikleri

Karıştırmalı bilyalı değirmende, hızdaki ve değirmene beslenen malzeme miktarındaki değişim ürün inceliğini etkilemektedir. Şekil 4(a) incelendiğinde karıştırma hızı 300 d/dk'dan 600 d/dk'ya arttıkça aynı zamanda kati oranı da 0,04'den 0,08'e arttıkça kırılma oranının da 2,49'dan 2,7'ye arttığı görülmektedir. En yüksek kırılma oranı, maksimum hızda ve maksimum kati oranında elde edilmiştir. Hız 600 d/dk'dan 300 d/dk'ya, bilya doluluk oranı ise %70'den %50'ye azaldıkça kırılma oranının 2,67'den 2,19'a azaldığı Şekil 4(b)'den açıkça görülmektedir. Öyle ki maksimum kırılma oranı 600 d/dk hızda ve %70 bilya doluluk oranında elde edilmiştir. Öğütücü ortam miktarındaki değişim, öğütücü ortam ile malzeme arasındaki oranı değiştirmekte ve bu etki ürün inceliğini de etkilemektedir [30]. Şekil 4(c)'den görüldüğü gibi maksimum karıştırma hızında, büyük çaplı bilyaların çoğunlukta olduğu yüksek seviyede (+1) maksimum kırılma oranı elde edilmiştir. Literatürde yapılan araştırmalarda bazı araştırmacılar tarafından karıştırma hızı ve bilya boyutu arasında önemli bir ilişkinin olduğu ifade edilmiştir. Yapılan deneysel çalışmalar sonucunda da düşük karıştırma hızlarında iri boyutlu bilyaların, ince boyutlu bilyalardan daha etkin bir öğütme gerçekleştirdiği savunulmuştur [16], [31]. Şekil 4(d)'ye göre, kati oranı arttığında bilya doluluk oranı ise azaldığında en düşük kırılma oranına ulaşılmıştır. Arzu edilen maksimum kırılma oranı, bilya doluluk oranının ve kati oranının orta noktalarında elde edilmiştir. Minimum kati oranında büyük çaplı bilyaların maksimum olduğu yüksek seviyede (+1) maksimum kırılma oranı elde edildiği Şekil 4(e)'den açıkça görülmektedir. Optimum bilya boyutunun seçimi öğütme verimi ve enerji tüketimi açısından oldukça önemlidir [32]. Şekil 4(f)'de bilya doluluk oranının ve bilya boyut dağılımının ilişkisi detaylı incelenmiş olup bilya doluluk oranı maksimum seviyede (%70) ve bilya boyut dağılımında büyük çaplı bilyaların çoğunlukta olduğu yüksek seviyede (+1) maksimum kırılma oranı elde edilmiştir (2,93).

Şekil 5(a-d) her bir parametrenin tek faktör etkisini göstermektedir. Tek faktör etkisinde, incelenen parametre dışında kalan diğer tüm faktörler orta seviyede (0) sabit tutulmuştur.

KARIŞTIRMALI BİLYALI DEĞİRMENDE KURU ÖĞÜTMEDE BAZI ÖĞÜTME PARAMETRELERİNİN MODELLENMESİ VE OPTİMİZASYONU



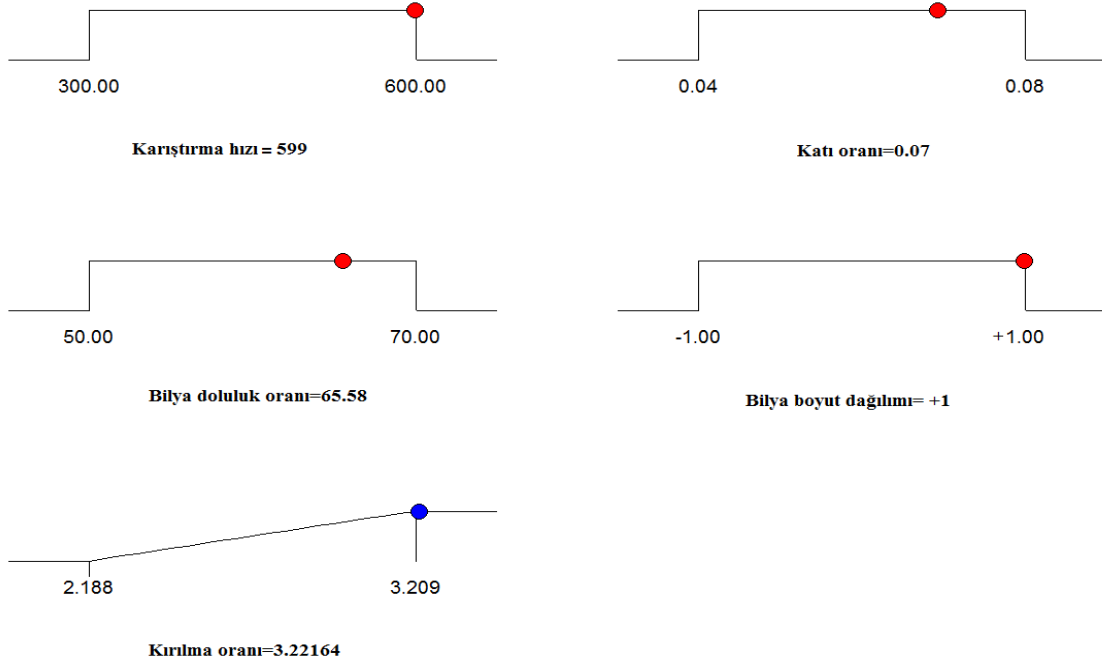
Şekil 5. Talkın kuru öğütülmesinde dört bağımsız faktörün kırılma oranı üzerindeki etkisi (a) hız (X_1), (b) kati oranı (X_2), (c) bilya doluluk oranı (X_3) ve (d) bilya boyut dağılımı (X_4)

Şekil 5(a-d) incelendiğinde hız arttıkça kırılma oranının arttığı, kati oranının ve bilya doluluk oranının orta seviyesinde maksimum kırılma oranının elde edildiği bunun yanı sıra bilya boyut dağılımında iri bilya arttıkça kırılma oranının maksimum seviyede olduğu açıkça görülmektedir.

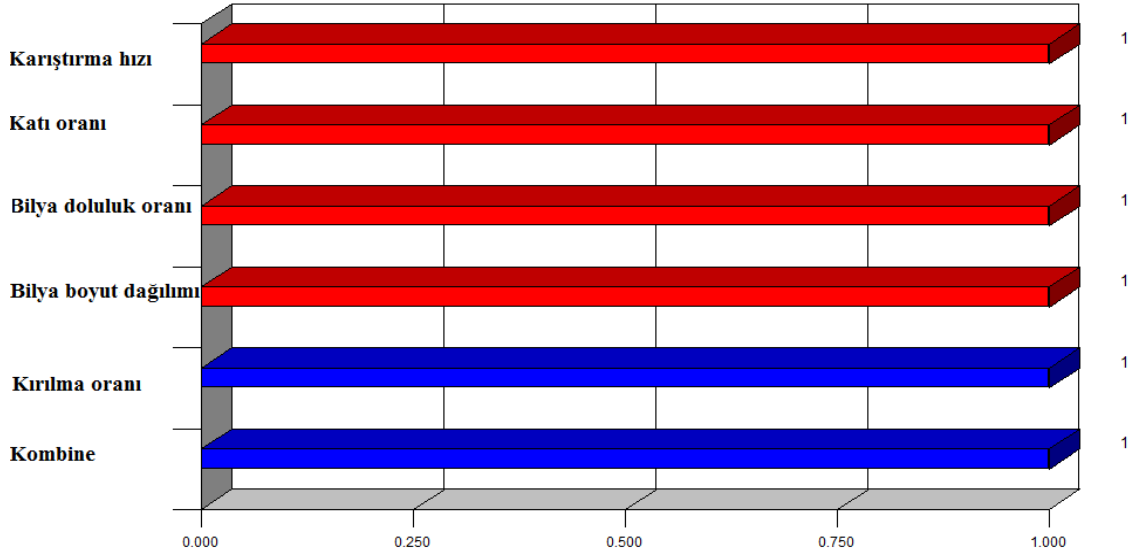
3.3. Optimizasyon ve Doğrulama Testleri

Maksimum kırılma oranı elde etmek için Design Expert yazılımı kullanarak optimizasyon işlemi yapılmıştır. Yazılım çözümlerine göre, kırılma oranını maksimize etmek için (3,22) en uygun koşulların 599 d/dk karıştırma hızı, 0,07 kati oranı, %65,58 bilya doluluk oranı ve bilya boyut dağılımının maksimum seviyesinde elde edileceği tespit edilmiştir. Şekil 6, seçilen dört parametrenin sayısal optimizasyonu için istenebilirlik rampasını, Şekil 7 ise tüm yanıtların bireysel olarak istenebilirliğini gösteren çubuk grafiğini göstermektedir.

D. Katırcıoğlu Bayel



Şekil 6. Seçilen dört parametrenin sayısal optimizasyonu için istenilebilirlik rampası (İstenilebilirlik=1)



Şekil 7. Yanıtların her biri için ayrı ayrı istenilebilirlik fonksiyonu

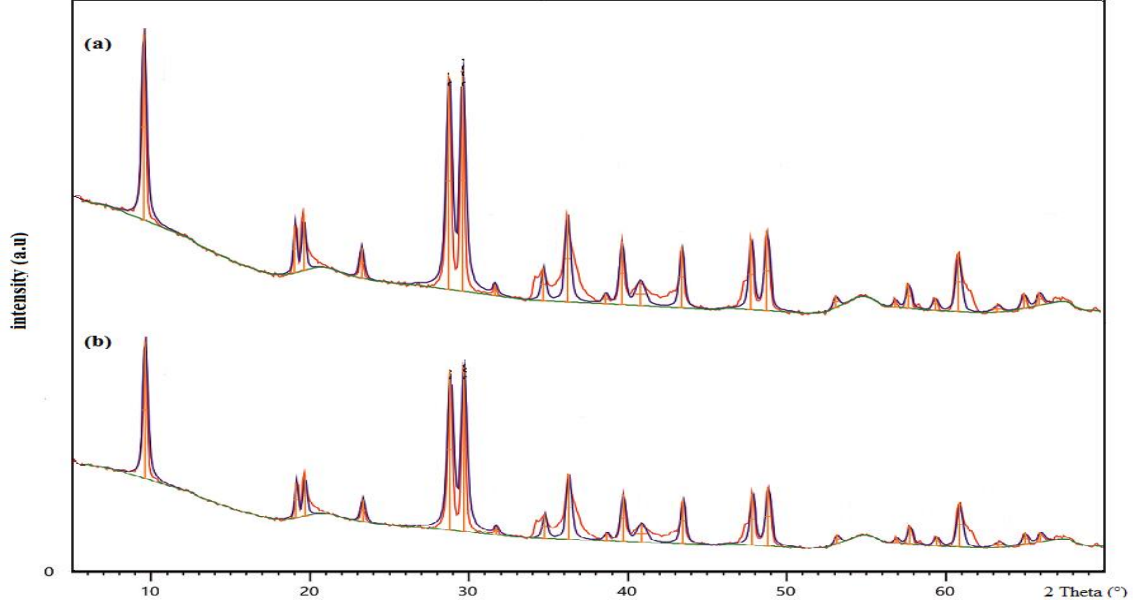
Yazılım programının belirttiği optimum koşullar kullanılarak laboratuvarında iki adet doğrulama deneyi yapılmıştır. Ölçüm sonuçlarının ortalama değerine göre kırılma oranı 3,29 olarak tespit edilmiştir. Elde edilen bu kırılma oranı değeri 29 testte elde edilenlerden daha büyüktür.

3.4. XRD Analizi

Öğütme işleminin talkın yapısal özellikleri üzerindeki etkileri, Şekil 8'deki X-ışını difraksiyon analizi ile incelenmiştir. Talk numunesinin X-ışını Difraktometresi Rietveld yöntemine göre yazılmış ve Siroquant yazılım programından yararlanılarak oluşturulmuştur. Bu sonuçlara göre; numunede ağırlıklı olarak talk mineraline, safsızlık olarak ise klorit (% 6,1), dolomit (% 0,6) ve kuvars (% 0,3) minerallerine rastlanmıştır. Ayrıca, öğütülmüş talk numunelerinin pik alanlarında, muamele edilmemiş

KARIŞTIRMALI BİLYALI DEĞİRMENDE KURU ÖĞÜTMEDE BAZI ÖĞÜTME PARAMETRELERİNİN MODELLENMESİ VE OPTİMİZASYONU

talk numunesine kıyasla herhangi bir değişiklik gözlenmemiş olup optimum öngörülen sonucun beslemeye kıyasen tepe yoğunluğu, bir mineralin kristal boyutundaki küçülme sonucunda öğütmeden sonra azalmıştır [33].



Şekil 8. Talkın XRD analizi: (a) besleme; (b) optimum öngörülen sonuç

SONUÇLAR

Bu çalışma kapsamında, talkın karıştırmalı bilyalı değirmende mikron altı boyuta öğütülmesinde öğütme parametrelerinin etkisi araştırılmıştır. Karıştırma hızı, katı oranı, bilya doluluk oranı ve bilya boyut dağılımının etkisi de dâhil olmak üzere dört bağımsız faktörün kırılma oranı üzerindeki etkilerini incelemek amacıyla üç seviyeli Box-Behnken tasarımı dizayn edilmiştir. Kodlu faktörlere ilişkin cevap denkleminin nihai kuadratik modelleri kırılma oranı için elde edilmiş ve varyans analizi kırılma oranı için oldukça iyi bir değer sergilemiştir ($R^2= 0,952$).

Yazılım çözümlerine göre kırılma oranını maksimize etmek için (3,22) en uygun koşulların 599 d/dk karıştırma hızı, 0,07 katı oranı, % 65,58 bilya doluluk oranı ve bilya boyut dağılımının maksimum seviyesinde elde edileceği tespit edilmiştir. Doğrulama testinde, optimum öngörülen koşullar altında kırılma oranı 3,29 olarak tespit edilmiş olup bu sonuç optimum fiili sonuçla uyumludur. Öğütmenin talkın yapısal özellikleri üzerindeki etkisi XRD analizi ile incelenmiş olup öğütülmüş talk numunesinin pik alanlarında herhangi bir değişime rastlanmazken pik şiddetlerinde azalış gözlemlenmiştir.

Talkın yeri doldurulamaz bir mineral dolgu maddesi olduğu düşünüldüğünde, yapılan bu çalışma ile öğütme işleminde malzemenin, zamanın verimli ve etkili bir şekilde kullanılması konusuna ışık tutulmaktadır.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma FEB2017/02 numaralı proje kapsamında Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından desteklenmiştir. Yazar, numune temini konusunda katkılarından dolayı Mikron'S A.Ş.'ye teşekkürlerini sunar.

KAYNAKLAR

- [1] H. S. Katz and J. W. Milewski, Eds., *Handbook of Fillers for plastics*. New York: Van Nostrand Reinhold, 1987.
- [2] K. S. Özdemir and E. Özdemir "Delikli nano CaCO₃ üretimi," in 3. Sanayi Şurası, Ankara.
- [3] H. Bel Fadhel and C. Frances "Wet batch grinding of alumina in a stirred bead mill," *Powder Technol.*, vol. 119, no. 2-3, Sep., pp. 257-268, 2001. [https://doi.org/10.1016/S0032-5910\(01\)00266-2](https://doi.org/10.1016/S0032-5910(01)00266-2)

- [4] C. T. Jayasundara, R. Y. Yang, A. B. YU and J. Rubenstein “Effects of disc rotation speed and media loading on particle flow and grinding performance in a horizontal stirred mill”, *Int. J. Miner. Process*, vol. 96, no. 1-4, Sep., pp. 27–35, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2010.07.006>
- [5] C. T. Jayasundara, R. Y., Yang and A. B. Yu “Effect of the size of media on grinding performance in stirred mills,” *Miner. Eng.*, vol. 33, pp. 66–71, June, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2011.10.012>
- [6] A. Jankovic “Variables affecting the fine grinding of minerals using stirred mills,” *Miner. Eng.*, vol. 16, no.4, Apr, pp. 337–345, 2003. [https://doi.org/10.1016/S0892-6875\(03\)00007-4](https://doi.org/10.1016/S0892-6875(03)00007-4)
- [7] O. Celep, N. Aslan, I. Alp, and G. Taşdemir “Optimization of some parameters of stirred mill for ultra-fine grinding of refractory Au/Ag ores,” *Powder Technol.*, vol. 208, no. 1, Mar, pp. 121–7, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2010.12.009>
- [8] P. Radziszewski “Assessing the stirred mill design space,” *Miner. Eng.*, vol. 41, Feb., pp. 9–16, 2013. <http://dx.doi.org/10.1016/j.mineng.2012.10.012>
- [9] C. Bernhart, E. Reinsdh, and K. Husemann “The influence of suspension properties on ultra-fine grinding in stirred ball mills”, *Powder Technol.*, vol. 105, no.1-3, Nov., 357–361, 1999. [https://doi.org/10.1016/S0032-5910\(99\)00159-X](https://doi.org/10.1016/S0032-5910(99)00159-X)
- [10] W. S. Choi “Grinding rate improvement using a composite grinding ball size for an ultra-fine grinding mill”, *Journal of the Society of Powder Technol.*, vol. 33, no. 9, Sep., pp. 747–752, 1996. <http://doi.org/10.4164/sptj.33.747>
- [11] K. Shinohara, B. Golman, T. Uchiyama, and M. Otani “Fine-grinding characteristic of hard material by attrition mill,” *Powder Technol.*, vol. 103, no. 3, Jul., pp. 292–296, 1999. [https://doi.org/10.1016/S0032-5910\(99\)00042-X](https://doi.org/10.1016/S0032-5910(99)00042-X)
- [12] H. Choi and L. Wang “A quantitative study of grinding characteristics on particle size and grinding consumption energy by stirred ball mill,” *Korean J. Mater. Res.*, vol.17. no. 10, Oct., pp. 532–537, 2007.
- [13] H. Choi, W. Lee, J. Lee, H. Chung, and W. Choi “Ultra-fine grinding of inorganic powders by stirred ball mill: effect of process parameters on the particle size distribution of ground products and grinding energy efficiency,” *Metals and Materials International*, vol.13, no.4, Aug., pp. 353–358, 2007. <https://doi.org/10.1007/BF03027893>
- [14] F. Shi, R. Morrison, A. Cervellin, F. Burns, and F. Musa “Comparison of energy efficiency between ball mills and stirred mills in coarse grinding,” *Miner. Eng.*, vol. 22, no. 7-8, Jun.- Jul., pp. 673–680, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2008.12.002>
- [15] M. J. Mankosa, G. T. Adel, and R. H. Yoon “Effect of media size in stirred ball mill grinding of coal,” *Powder Technol.*, vol. 49, no. 1, Dec., pp.75–82, 1986. [https://doi.org/10.1016/0032-5910\(86\)85008-2](https://doi.org/10.1016/0032-5910(86)85008-2)
- [16] D. Katircioglu-Bayel, S. G. Ozkan, and O. Y. Toraman “Effect of Operating Parameters on the Breakage Process of Calcite in a Stirred Media Mill,” *Mining, Metallurgy & Exploration*, vol. 36, no. 2, Sep., pp. 399-408, 2019. <https://doi.org/10.1007/s42461-018-0008-8>
- [17] O. Celep and E. Y. Yazici “Ultra fine grinding of silver plant tailings of refractory ore using vertical stirred media mill,” *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 23, Apr., pp. 3412-3420, 2013. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(13\)62882-4](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(13)62882-4)
- [18] C. M. Anderson-Cook, C. M. Borrer, and D. C. Montgomery “Response surface design evaluation and comparison,” *J. Stat. Plan. Inference*, vol. 139, no.2, Feb., pp. 629–641, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.jspi.2008.04.004>
- [19] M. Hasan, S. Palaniandy, M. Hilden, and M. Powell “Calculating breakage parameters of a batch vertical stirred mill,” *Miner. Eng.*, vol. 111, Sep., pp. 229–237, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2017.06.024>
- [20] C. E. Gibson, R. Hansuld, S. Kelebek, and M. Aghamirian “Behaviour of ilmenite as a gangue mineral in the benzohydroxamic flotation of a complex pyrochlore-bearing ore”, *Miner. Eng.*, vol. 109, Aug., pp. 98–108, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2017.02.009>
- [21] S. Kirboga and M. Öner “Investigating the effect of ultrasonic irradiation on synthesis of calcium carbonate using Box-Behnken experimental design,” *Powder Technol.*, vol. 308, Feb., pp. 442–450, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2016.11.042>
- [22] O. Celep, P. Altinkaya, E. Y. Yazici and H. Devenci “Thiosulphate leaching of silver from an arsenical refractory ore,” *Miner. Eng.*, vol. 122, Jun., pp. 285–295, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2018.04.011>
- [23] D. Shukla and R. Venugopal “Optimization of the process parameters for fine coal–oil agglomeration process using waste mustard oil,” *Powder technol.*, vol. 346, Mar., pp. 316-325, 2019. <https://doi.org/10.1080/01496395.2019.1612913>
- [24] K. Pariyan, M. R., Hosseini, A. Ahmadi, and A. Zahiri “Optimization and kinetics of oxalic acid treatment of feldspar for removing the iron oxide impurities,” *Separation Science and Technol.*, 2019. <https://doi.org/10.1080/01496395.2019.1612913>
- [25] S. Rahmati, A. Ahmadi, M. R. Hosseini, and M. M. Nasab “Optimization of continuous air-assisted solvent extraction for treating dilute Cu leach solutions using response surface methodology,” *Miner. Eng.*, vol. 131, Jan., pp. 154-163, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2018.11>
- [26] S. L. Ferreira, R. E. Bruns, H. S. Ferreira, G. D. Matos, J. M. David, G. C. Brandão, E. G. Da Silva, L. A. Portugal, P. S. Dos Reis, A. S. Souza, and W. N. Dos Santos “Box-Behnken design: an alternative for the optimization of

KARIŞTIRMALI BİLYALI DEĞİRMENDE KURU ÖĞÜTMEDE BAZI ÖĞÜTME PARAMETRELERİNİN MODELLENMESİ VE OPTİMİZASYONU

analytical methods”, *Anal. Chim. Acta*, vol. 597, no. 2, Aug., pp. 179–186, 2007.
<https://doi.org/10.1016/j.aca.2007.07.011>

- [27] M. Erşan and Ü. R. Açikel, “Delemar’ın Asit Fosfataz Üretimi ve Zn(II) Biyobirikiminin Cevap Yüzey Yöntemi Kullanarak Optimize Edilmesi,” *Gazi Üniv. Müh. Mim. Fak. Der.*, vol. 29, no. 2, Aralık, pp. 321-329, 2014.
- [28] A.C. Atkinson and A.N. Donev, Eds., *Optimum experimental designs*, Oxford: Clarendon, 1992.
- [29] D.C. Montgomery, Eds., *Design and analysis of experiments*, John Wiley and Sons, New York, 2001.
- [30] O. Altun, H. Benzer and U. Enderle “Effects of operating parameters on the efficiency of dry stirred milling,” *Miner. Eng.*, vol. 43–44, Apr., pp. 58-66, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2012.08.003>.
- [31] J. Yue and B. Klein “Effects of bead size on ultrafine grinding in a stirred bead mill” in *Advances in Comminution*, S. Kawatra Eds. Society for Mining, Metallurgy and Exploration, Inc., 2006.
- [32] M. Gao, R. Holmes and J. Pease “The latest developments in fine and ultrafine grinding Technologies,” In Proc. XXIII. International Mineral Processing Congress, 2006, pp. 30-37.
- [33] V. N. Mochalin, A. Sagar, S. Gour, and Y. Gogotsi, “Manufacturing nanosized fenofibrate by salt assisted milling,” *Pharmaceutical Research*, vol. 26, no. 6, Feb., pp. 1365–1370, 2009. <https://doi.org/10.1007/s11095-009-9846-x>

