

Makale Gönderim Tarihi: 07.05.2018

Yayına Kabul Tarihi: 08.07.2018

Baritin Yaş Öğütülmesinde Öğütme Parametrelerinin Etkisi

*Effect of Grinding Parameters in Wet Grinding of Barite*Diler KATIRCIOĞLU-BAYEL^{1*}, Öner Yusuf TORAMAN², Şafak Gökhan ÖZKAN³^{1,2}Maden Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi, Niğde, Türkiye³Maden Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, İstanbul Üniversitesi, Avcılar, İstanbul, Türkiye*Sorumlu yazar: dkatircioglu@ohu.edu.tr

Özet

Mikron altı tane elde edilmesinde yüksek güç yoğunluğu ve daha iyi öğütme verimlerinden dolayı karıştırmalı bilyalı değirmenlerin oldukça etkili olduğu bilinmektedir. Bu değirmenler yüksek ürün inceliği talep edilen boya, kâğıt, plastik ve ilaç gibi sektörlerde yaygın olarak kullanılmaktadır.

Bu çalışmada, barit (BaSO_4 , $d_{50}=2,83 \mu\text{m}$) yaş öğütülmesi üzerine karıştırmalı bilyalı değirmende yüksek yoğunluğa sahip zirkon (ZrO_2) bilya tasarımıyla sistematik bir çalışma gerçekleştirilmiş ve baritin mikron altı boyuta öğütülmesinde, öğütme parametrelerinin etkileri araştırılmıştır. İncelenen öğütme parametreleri; bilya miktarı (bilya doluluk oranı), pülp yoğunluğu, bilya boyutu ve öğütme süresidir. Deneysel sonuçlar tüketilen enerji (kWh/t), ürün tane boyutu (d_{10} , d_{50}) ve kırılma oranı ilişkisi dikkate alınarak değerlendirilmiştir.

Gerçekleştirilen bir dizi deneysel çalışmalar sonucunda, barit için optimum koşullar, bilya doluluğu %60, pülp yoğunluğu %30, bilya boyutu 1 mm, öğütme süresi 120 dk olarak tespit edilmiştir. Bu şartlarda ortalama tane boyutu (d_{50}) $0,74 \mu\text{m}$ ürün elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Barit, karıştırmalı bilyalı değirmen, mineral dolgu, yaş öğütme

Abstract

The production of submicron particles in stirred ball mills have been known a very efficient method because of its high power density and better grinding efficiency. These mills have been used exteremely in many industries where a high product fineness is in demand such as paints, papers, plastics and pharmaceuticals.

In this study, a systematic study by using high density yttria stabilized zirconia (ZrO_2) grinding media on wet grinding of barite (BaSO_4 , $d_{50}=2.83 \mu\text{m}$) powders to produce submicron particles was performed in a stirred ball mill and the effects of grinding parameters for submicron grinding of barium sulfate were investigated. The effects of grinding parameters such as ball filling ratio, pulp density (%), media size and grinding time were investigated. Experimental results were evaluated based on the product particle size (d_{10} , d_{50}), the energy consumed (kWh/t) and reduction ratio.

As a result of a series of grinding experiments, the optimum conditions for barium sulfate determined were; 60% for ball filling ratio, 30% for pulp density, 1 mm for media size and 120 minu-

tes for grinding time. Under these conditions mean particle size (d_{50}) of $0.74 \mu\text{m}$ was obtained.

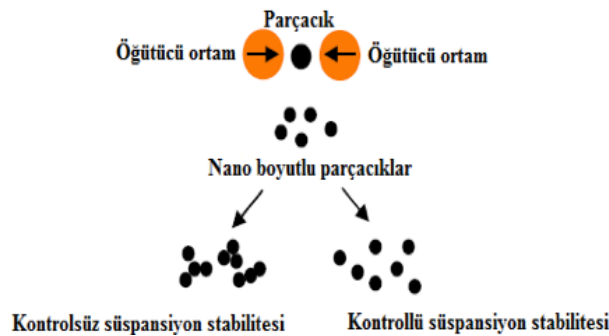
Keywords: Barite, stirred media mill, mineral filler, wet grinding

1. Giriş

Endüstrinin çok çeşitli alanlarında yaygın olarak kullanılan ince ($<100 \mu\text{m}$), çok ince ($<10 \mu\text{m}$) veya süper ince ($<1 \mu\text{m}$) mikron altı boyuttaki ürünlere talep her geçen gün biraz daha artmaktadır. Örneğin; boyalar, pigmentler, kâğıt kaplama maddeleri, yapıştırıcılar, katalizörler, emici maddeler, dolgu maddeleri, baskı mürekkepleri, karbonsuz kopyalama kâğıtları, emülsiyonlar, mikro emülsiyonlar, plastikler gibi birçok alanda mikro ve nano boyuttaki ürünlerin uygulama alanları vardır. Öte yandan, dolgu malzemesi kullanılması, ürünün maliyetini düşürmekte ve kompozit malzemelerin bazı fiziksel ve mekanik özelliklerini arttırmaktadır. Mikronize ürünlere göre mikron altı ürünlerin yüzey alanının daha fazla olması, daha homojen bir tane boyut dağılımında olması gibi sebeplerden dolayı mikronize ürünlerin kullanımına göre mikron altı boyutlardaki ürünlerin kullanımı, ürünün istenilen fiziksel özelliğini de arttırmaktadır. Mikron altı tanecikler, hacim oranlarına göre yüksek yüzey alanları ve daha küçük boyutlarından dolayı fizikokimyasal özellikler (homojenlik, çözünürlük, reolojik özellikler, dayanım ve reaktivite gibi) gösterirler. Bu fizikokimyasal özellikler kendilerini oluşturan atom veya moleküllerden farklıdır. Cevherlerde boyut küçültmede tanımlanan üç farklı mekanizma vardır. Bunlardan birincisi, yaygın olarak çarpma etkisiyle ilişkili olarak bilinen doğrudan kırma. İkincisi ise öğütücü ortam arasında kalan tanelerin kesme ve aşındırma etkisidir; bu olay karıştırmalı bilyalı değirmenlerde, bilyalar arasındaki yuvarlanma/kayma hareketine benzer bir mekanizmadır (Rose ve Sullivan, 1958). Çarpma ve yuvarlanma/kayma etkisi karıştırmalı bilyalı değirmenlerin belli bölgelerinde, kesme ve aşındırma etkisinden daha baskındır (Rydin ve ark., 1993).

İnce/ çok ince ve nano tanelerin üretiminde iki tür yaklaşım vardır: i- Bottom-up, ii- Top-down. Aşağıdan yukarıya yaklaşımı olarak tanımlanan Bottom-up yönteminde ince ve nano taneler moleküllerin reaksiyon, yoğunlaşma ve agregasyonu ile üretilen ürünlerdir.

Yukarıdan aşağıya yaklaşımı olarak tanımlanan Top-down yönteminde ince ve çok ince taneler öğütme gibi fiziksel prosesler tarafından üretilmektedir (Şekil 1). Bu çalışma da top-down yaklaşımı ile ilişkilidir. Top-down yaklaşımında yaş ve kuru öğütme gibi iki seçenek vardır. Yaş öğütmenin birçok avantajı vardır. Bunlar; daha az aglomerasyon eğilimi, daha az malzeme kaybı, düşük oksidasyon olma olasılığı, daha az enerji tüketimi, toz probleminin oluşmamasından dolayı toz sorununun ortadan kaldırılması amacı ile kullanılan hava temizleme cihazına ihtiyaç duyulmamasıdır.



Şekil 1. Top- down yaklaşımında katı fazında nano tane sentezi (Sakthivel ve Prasanna Venkatesh, 2012)

Karıştırmalı bilyalı değirmenler sadece düşük enerji sarfiyatı açısından avantajlı olmayıp, düşük aglomerasyon eğilimi, düşük materyal kayıpları, oksidasyon olma ihtimalinin düşüklüğü, yüksek boyut küçültme oranı, malzemenin öğütme ortamı tarafından az kirlenmesi ve toz probleminin olmayışı gibi avantajlardan dolayı yaş öğütme prosesinde en çok tercih edilen değirmenlerdendir.

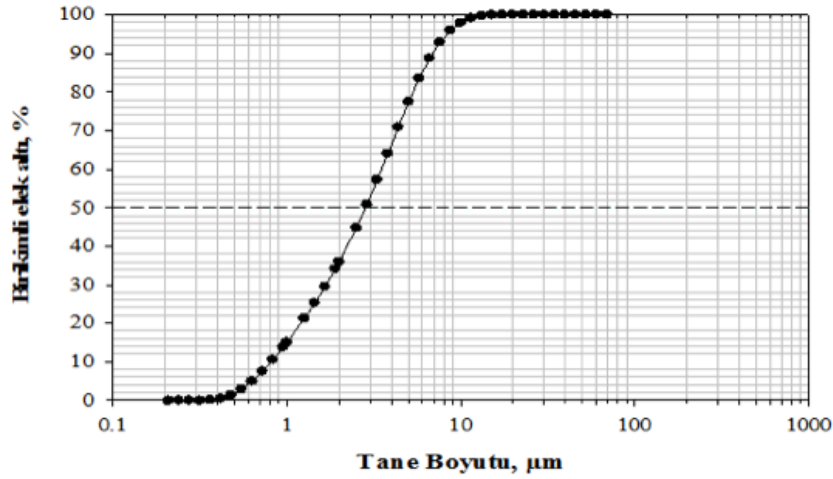
Barit, baryum elementinin en yaygın minerali olan baryum sülfattır ($BaSO_4$). Barit dolgu maddesi olarak boya, kâğıt, plastik ve kauçuk, sürtünme elemanları, cam ve seramik endüstrilerinde hem maliyet azaltıcı hem de fonksiyonel dolgu maddesi olarak kullanılmaktadır. Isı ve basınç altında kimyasal değişim göstermemesi, su ve asitlerde çok düşük çözünürlüğü, manyetik özelliğinin bulunmayışı ve uygun maliyeti ile çeşitli endüstrilerde giderek yaygın şekilde kullanımı artmıştır.

Bu çalışmada; endüstriyel bir mineral olan baritin ($BaSO_4$) karıştırmalı bilyalı değirmende yaş öğütülmesi hedeflenip farklı çalışma parametrelerinin etkileri araştırılarak elde edilen ürünlerin tane boyutları kıyaslanmış ve sonuçlardaki farklılıkların sebepleri irdelenmiştir.

2. Materyal ve Metot

2.1 Materyal

DeneySEL çalışmalarda Osmaniye bölgesinde faaliyet gösteren Barit Maden Türk A.Ş firması tarafından üretimi yapılan barit örnekleri ($d_{50}=2,83 \mu m$) kullanılmıştır. Örneğin, XRF cihazı ile belirlenen kimyasal özellikleri Tablo 1’de, fiziksel özellikleri Tablo 2’de ve tane boyut dağılımı Şekil 2’de verilmiştir.



Şekil 2. Barit örneklerinin tane boyut dağılımı

Tablo 1. DeneySEL çalışmalarda kullanılan barit örneklerinin kimyasal özellikleri (%)

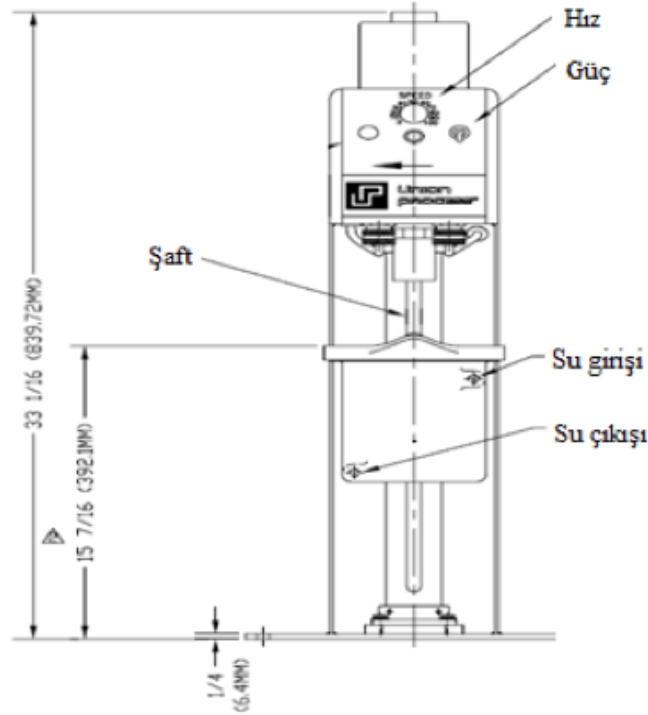
$BaSO_4$	$SrSO_4$	CaO	$CaSO_4$	SiO_2	Fe_2O_3	A.Z (1050 C°)
91	1,75	0,50	0,75	2,50	0,45	3,05

Tablo 2. Deneysel çalışmalarda kullanılan barit örneklerinin fiziksel özellikleri

Yoğunluk (g/cm ³)	Mohs sertlik	d ₅₀ (μm)	d ₉₀ (μm)	Spesifik yüzey alanı (m ² /g)
4,2	3	2,83	7,14	0,75

2.2 Metot

Bu çalışmada öğütme işlemleri Union Process (U.S.A.) tarafından üretilen Standart-01 model dikey pinli karıştırıcı değirmende gerçekleştirilmiştir (Şekil 3). Deneylerde, 8,04 cm çapında ve 12,3 cm yüksekliğinde seramik hazne kullanılmıştır. Değirmende öğütücü ortamı karıştırmak için dikey bir şaft (Colmonoy kaplı) ve bu şaft üzerine monte edilmiş 4 adet karıştırma kolu vardır. Şaft uzunluğu 26,6 cm, her bir karıştırma kolunun uzunluğu 5,7 cm ve şaftın tank tabanından uzaklığı 0,635 cm'dir. Şaft 0,25 HP gücünde bir motora bağlı olup, şaftın dönme hızı 100-600 d/dk arasında değiştirilebilmektedir. Deneylerde, 1 mm boyutlu yüksek yoğunluklu (6000 kg/m³) ve dayanımı yüksek (kimyasal bileşimi: %93 ZrO₂, %5 Y₂O₃ ve %2 diğerleri) yttria stabilizeli zirkonyum oksit bilyalar kullanılmıştır.



Şekil 3. Karıştırıcı bilyalı değirmenin (Attritör) şematik görünümü

Karıştırılacak miktarda tartımı yapılan kuru malzemeye belirlenen oranda saf su eklenerek 3 dk süre ile 850 d/dk çalışma hızında önce mekanik karıştırıcıda karıştırılarak süspansiyon hazırlanmıştır. Daha sonra, değirmenin sıcaklığı soğutma sistemi kullanılarak 25±1 °C'ye ayarlanmış, dikey şaft tank içine yerleştirildikten sonra karıştırma kolları tamamen kapanacak şekilde önce bilyalar tanka doldurulmuş, ardından da değirmen deneylerde kullanılan hıza (600 d/dk) ulaştığında mekanik karıştırıcıda öğütülmek üzere hazırlanan süspansiyon değirmene eklenerek değirmenin kapağı kapatılmıştır. Karıştırıcı bilyalı değirmende enerji tüketimi Rev 2580 (Rev Ritter GmbH, Deutschland) voltmetre ile gerçekleştirilmiş olup aktif güç kWh cinsinden kaydedilmiştir.

Besleme ve farklı şartlarda gerçekleştirilen deneyler sonucu elde edilen ürünlerin tane boyut analizi Lazer Difraktometre yöntemiyle yaş çalışan tane boyutu ölçüm cihazı (Malvern Mastersizer Hydro 2000 MU-Malvern Co., Ltd., UK) ile gerçekleştirilmiştir. 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.

Barit örneklerinin yapısal özelliklerini tespit etmek amacıyla SEM analizi gerçekleştirilmiştir. SEM analiz ölçümlerinde, ilk önce örnekler QuorumTechnologies Q150R ES markalı cihaz ile saf altın kaplanarak SEM için yüzey hazırlanmıştır. Kaplama esnasında hücre basıncı 10^{-1} mbar/Pa olarak alınmış, kaplama kalınlığı 5-6 nm seçilmiştir. Kaplama işlemi yaklaşık 120 saniye sürmüştür. Ardından ZEISS EVO LS10 marka ve modelde olan taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile 25 kV enerji kullanılarak yüzey görüntüleri alınmıştır.

Yapılan çalışmada, barit örneklerinin karıştırılmalı bilyalı değirmende mikron altı boyuta öğütülmesi ve öğütme parametrelerinin etkileri araştırılmıştır. İncelenen öğütme parametreleri; bilya miktarı (bilya doluluk oranı), pülp yoğunluğu, bilya boyutu ve öğütme süresi'dir. Bilya doluluk oranı için diğer parametrelerin orta değerleri sabit tutulmuş, en iyi bilya doluluk oranı tespit edilmiştir. Deneysel sonuçlar enerji tüketimi (kWh/t), ürün boyutu (d_{10} , d_{50}) ve kırılma oranı dikkate alınarak değerlendirilmiştir. Tablo 3'te barit için öğütmede kullanılan deney koşulları verilmiştir.

Tablo 3. Deneysel çalışmalarda kullanılan barit örneklerinin öğütme koşulları

Parametreler	Bilya Doluluk oranı (%)	Pülp Yoğunluğu (%)	Bilya Boyutu (mm)	Öğütme Süresi (dk)	Hız (d/dk)
Bilya Doluluk Oranı (%)	55 60 65	20	1	120	600
Pülp yoğunluğu (%)	60	15 20 25 30 40	1	120	600
Bilya Boyutu (mm)	60	30	0,2 0,5 1 2 3	120	600
Öğütme Süresi (dk)	60	30	1	60 90 120 180 300	600

Beslenen malzeme ve öğütme sonrasında elde edilen ürünün tane boyut dağılımının ağırlıkça %50 geçtiği boyut değeri tespit edilerek, Eşitlik 1 kullanılarak kırılma oranı belirlenir (Fuertenau ve Abouzeid, 2002).

$$\text{Kırılma oranı} = F_{50} / P_{50} \quad (1)$$

F_{50} : Beslemenin ortalama tane boyutu

P_{50} : Ürünün ortalama tane boyutu

Tüketilen spesifik enerji miktarı hesabı aşağıda gösterildiği gibi şu şekilde hesaplanmış, Eşitlik (2)'de verilmiştir (Patel ve ark., 2014).

$$E_m = (E - E_0) / m_p \quad (2)$$

E_m : Spesifik enerji tüketimi (kWh/t)

E : Öğütme süresi boyunca tüketilen enerji (kWh)

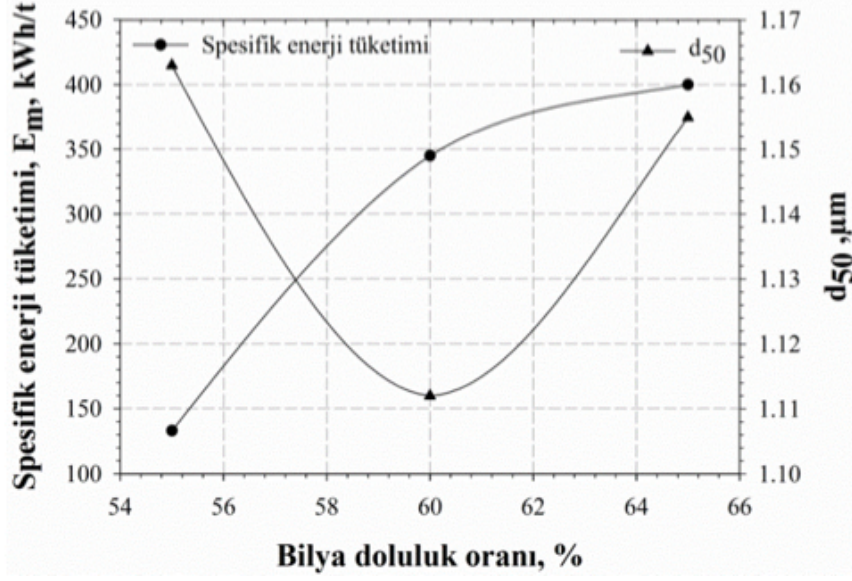
E_0 : Değirmen boş çalışırken tüketilen enerji (kWh)

m_p : Örnek miktarı (t)

3. Bulgular ve Tartışma

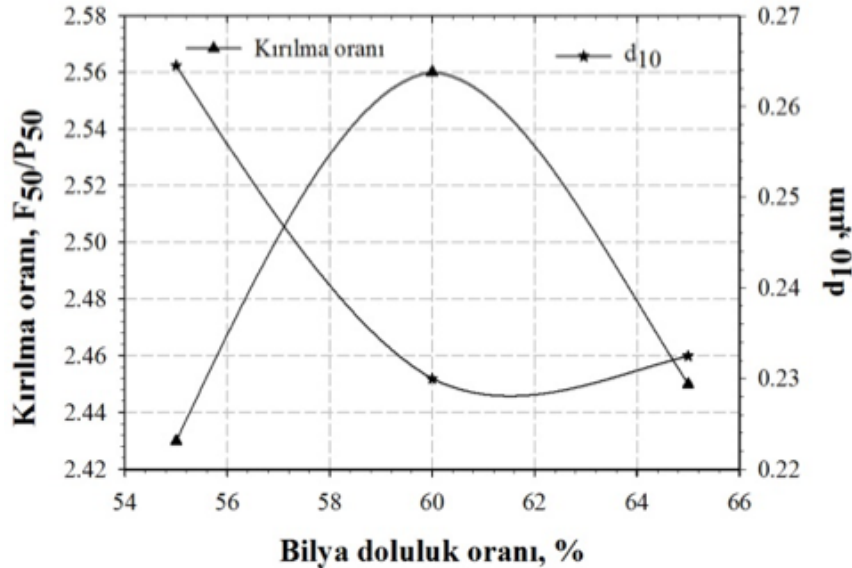
3.1 Bilya Doluluk Oranının Etkisi

Bilya doluluk oranının arttırılması ile tane boyutu azalmaktadır (Celep ve ark., 2008). Fakat bilya doluluk oranının gereğinden fazla olması durumunda ise ortam, pervane ve astar aşınması artacağı için fazla öğütücü ortam kullanımından kaçınılmalıdır. Bilya doluluğunun yaş öğütmede oluşturduğu etkileri incelemek üzere farklı bilya doluluk oranlarında (%55; %60 ve %65) deneyler yapılmıştır. Deneylerde bilya doluluğu arttıkça daha düşük d50 boyutlarına ulaşılırken, belirli bir d50 boyutundan sonra bilya doluluğu arttıkça d50 boyutunun arttığı gözlenmektedir (Şekil 4). Bu artışın ince tanelerin re-aglomerasyon olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Aynı öğütme sürelerinde barit için %60 doluluk oranı en düşük d50 boyutunu vermektedir. Kwade (1999) tarafından yapılan çalışmada bilya şarj oranının artışı ile ortam etkileşiminin arttığı, bireysel öğütme ortamı arasındaki mesafenin azaldığı tespit edilmiştir. Belli bir şarj oranının üzerinde, öğütücü ortamın hareketi için çok küçük bir mesafe kalmasından dolayı, öğütmenin negatif etkiler göstereceği ileri sürülmüştür. Karıştırmalı bilyalı değirmenlerde enerjideki artışın iki sebebi vardır. Bunlardan biri, bilya doluluğu arttıkça enerjinin çoğu bilya yükünü karıştırmak amacıyla harcanmakta olup dolayısıyla kullanılan enerji miktarı artmaktadır. Diğeri ise bilyalar arasındaki sürtünmenin artmasıdır. Bilya doluluk oranının değişmesiyle, bilya tane çarpışma sayısı artmakta, değirmen içinde daha fazla kırılma olayı gerçekleşmekte ve dolayısıyla ürün tane boyutu azalmaktadır (Sivahoman ve Vachot, 1990; Altun ve ark., 2013). Şekil 4 incelendiğinde barit için %55 bilya doluluk oranları yeterli enerji verimliliğini sağlamaktadır. Bir başka deyişle, yüksek bilya doluluk oranlarında (%60) elde edilen tane boyutunu, düşük bilya doluluk oranlarında elde etmek için daha çok enerjiye ihtiyaç duyulmaktadır.



Şekil 4. Barit örnekleri için farklı bilya doluluk oranlarında enerji tüketimi-d50 ilişkisi

Yüksek bilya doluluk oranları ile daha daha fazla kırılma oranları elde edilmektedir (Sabah ve ark., 2013). Şekil 5'de görüldüğü üzere, barit için %60 bilya doluluk oranından sonra kırılma oranı azalmaktadır. Fuerstenau ve Kapur (1994) yaptıkları çalışmada kırılma oranının bilya doluluk oranı ile değiştiğini tespit etmişlerdir. Kırılma oranındaki bu azalışın nedeni artan bilya doluluk oranı ile değirmende biriken ince tanelerin re-aglomerasyonuna neden olarak yastıklanma etkisi yapması sonucu iri malzemelerin kırılmasını engellemesidir. Ayrıca, %55 ve %65 bilya doluluk oranlarında elde edilen ürünlerin d_{10} tane boyutları birbirine yakındır. Bu da değirmende bilya doluluğunun artmasının ince boyutlarda aşırı öğünmeye sebep olmadığını bir göstergesidir.

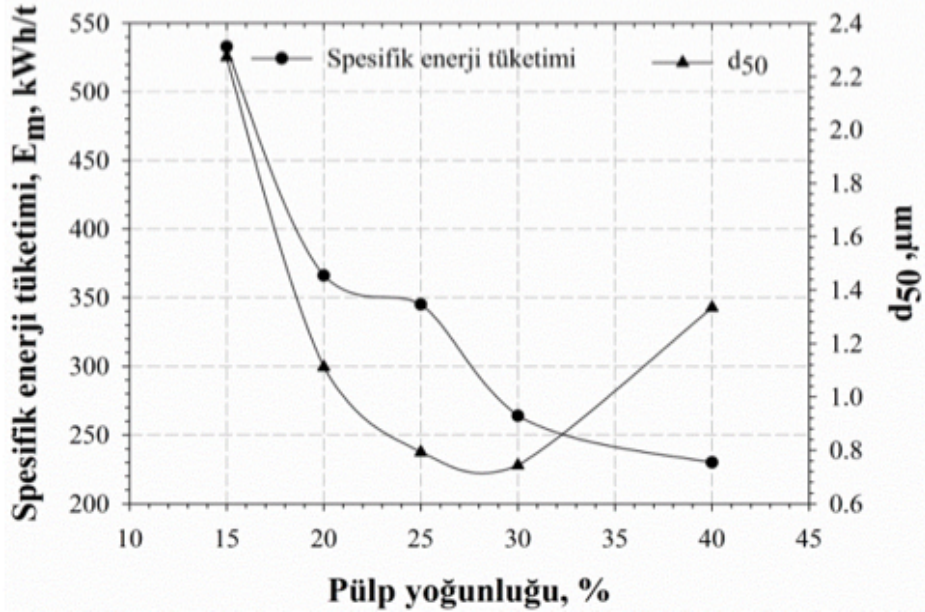


Şekil 5. Barit örnekleri için farklı bilya doluluk oranlarında kırılma oranı-d10 ilişkisi

3.2 Pülp Yoğunluğunun Etkisi

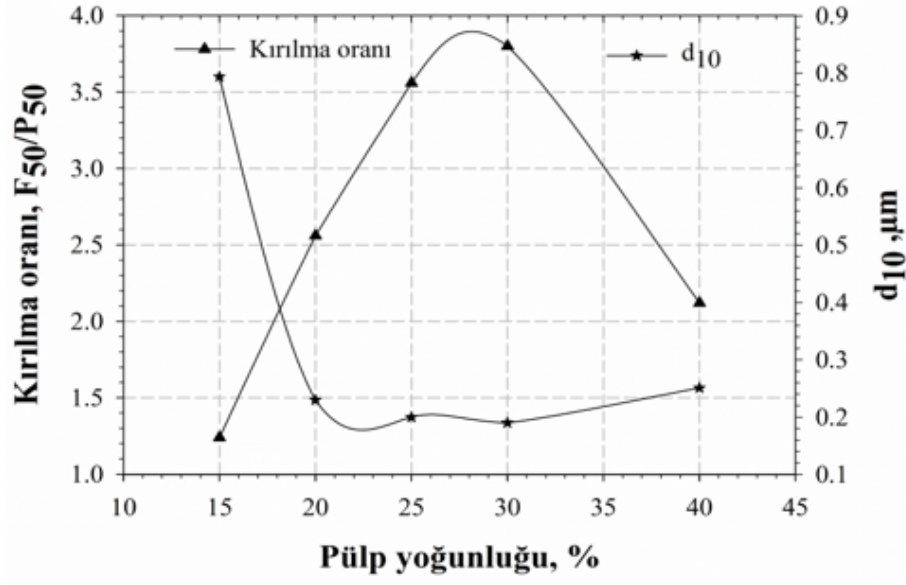
Karıştırmalı bilyalı değirmende pülp yoğunluğu belli bir hacimde ne kadar tane bulunduğunu belirler. Farklı pülp yoğunluklarının spesifik enerji tüketimi-d50 boyutu üzerine etkisi Şekil

6'da verilmiştir. Değirmen içinde katı konsantrasyonunun artışı tanelerin durumunu iki şekilde etkilemesi beklenir. Birincisi taneler yakalanır ve iki bilya arasında kalma olasılığı artar ki bu da daha iyi bir boyut küçültmeyle sonuçlanır. Diğeri ise; katı konsantrasyonundaki artış pülpün viskozitesini artırır ki bu da aglomerasyona neden olur. Şekil 6 incelendiğinde d_{50} boyutunun katı oranı arttıkça azaldığı ancak barit için %30 katı oranından sonra d_{50} boyutunun arttığı gözlenmiştir. Bunun nedeni olarak değirmen içerisindeki malzeme miktarı arttıkça bilya ile tane arasındaki çarpışma sayısının azaldığı düşünülmektedir. Beslenen malzeme miktarı ürün inceliğinin yanı sıra spesifik enerji tüketimini de etkilemektedir. Şekil 6 incelendiğinde, pülp yoğunluğu arttıkça harcanan enerjinin azaldığı gözlenmiştir. Barit için (%15-%40) artışı ile harcanan enerji 533-230 kWh/t'a düştüğü tespit edilmiştir. Değirmen içinde pülp yoğunluğunun artmasıyla enerji tüketimi azalmaktadır (Liu ve ark., 2006; Stenger ve ark., 2005; Zheng ve ark., 1996; Bel Fadhel ve Frances, 2001; He ve Forssberg, 2007; Altun ve ark., 2013; Quattara ve Frances, 2014; Ohenoja ve ark., 2013). Değirmen içinde pülp yoğunluğunun artmasıyla kırılma hareketi azalmakta ve öğütme yavaşlamaktadır. Değirmen içinde pülp yoğunluğunun az olması durumunda ise enerjinin büyük bir kısmı bilyaların çarpışması için harcanmakta ve yapılan öğütme işlemi düşük enerji verimliliği yaratmaktadır. Düşük katı konsantrasyonlarında aynı ürün inceliğini elde etmek için daha fazla spesifik enerji gerekmektedir. Bu ise tanelerin öğütücü ortam tarafından yakalanamamasından kaynaklanmaktadır (Kwade ve ark., 1996).



Şekil 6. Barit örnekleri için farklı pülp yoğunluklarında enerji tüketimi- d_{50} ilişkisi

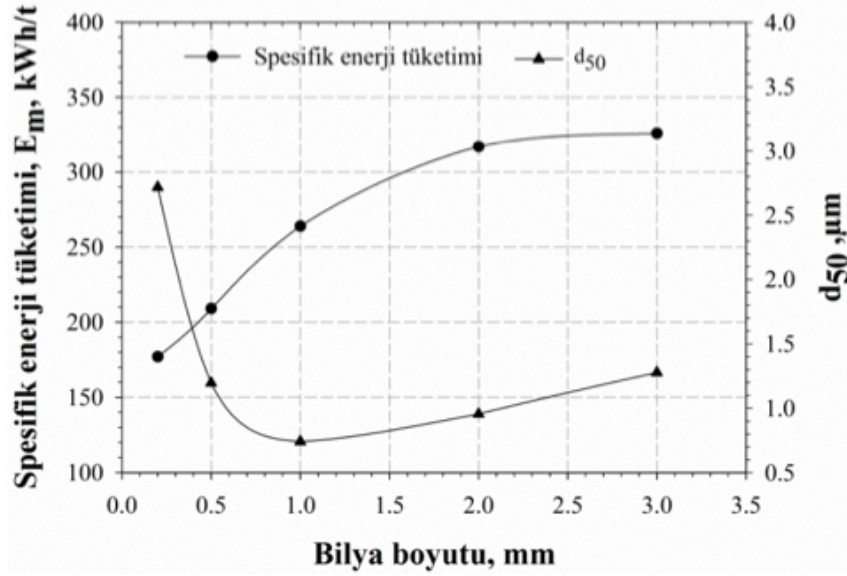
Farklı pülp yoğunluklarının kırılma oranı ve d_{10} boyutu üzerinde yarattığı etkiler Şekil 7'de incelenmiştir. Barit için belirlenen pülp yoğunluklarında elde edilen ürünlerin d_{10} boyutları birbirine yakındır. Bu da değirmende pülp yoğunluğunun artmasının ince boyutlarda aşırı öğünmeye neden olmadığına bir göstergesidir. Barit örnekleri için yüksek pülp yoğunlukları ile daha yüksek kırılma oranları elde edilmiştir (Şekil 7). En iyi kırılma oranı barit için %30 pülp yoğunluğunda elde edilmiştir. Belirlenen pülp yoğunluklarında elde edilen ürünlerin d_{10} boyutları birbirine yakındır. Bu da pülp yoğunluğunun artmasının ince boyutlarda aşırı öğünmeye neden olmadığına bir göstergesidir.



Şekil 7. Barit örnekleri için farklı pülp yoğunluklarında kırılma oranı-d₁₀ ilişkisi

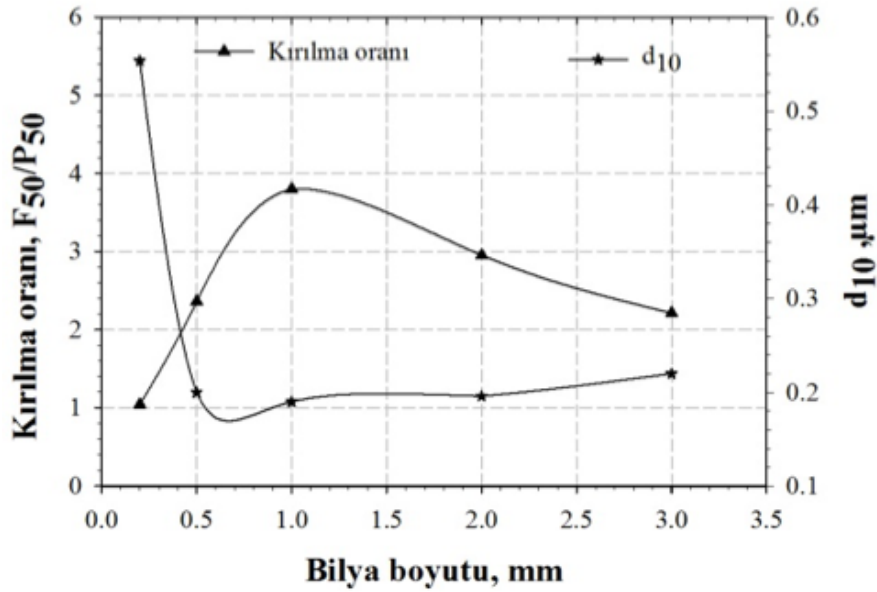
3.3 Bilya Boyutunun Etkisi

Karıştırmalı bilyalı değirmende bilya boyutu öğütme verimini iki şekilde etkilemektedir. Birincisi süspansiyonun akış hızından dolayı enerji tüketimini etkilemektedir. İkincisi ise daha ince boyutlu ürünlerin elde edilmesini sağlamaktadır (Zheng ve ark., 1996; Farber ve ark., 2011). Bilya boyutunun etkisini incelemek üzere barit örnekleri üzerinde farklı boyutta bilyalarla öğütme deneyleri yapılmıştır. Farklı bilya boyutlarının spesifik enerji tüketimi-d₅₀ boyutu üzerine etkisi Şekil 8’de gösterilmiştir. Buna göre, barit örnekleri için 600 d/dk karıştırma hızında, aynı öğütme süresinde ve aynı katı oranında 1 mm boyutlu bilya kullanımı daha düşük d₅₀ boyutları vermektedir. Karıştırmalı bilyalı değirmenlerde bilya boyutu ürün inceliğini önemli ölçüde etkileyen parametrelerdendir. Etkili bir öğütme sağlamak için bilyaların yeterli ölçüde stres yoğunluklarına sahip olmaları gerekmektedir. Stres yoğunluğunu küçük bilyalara sağlayacak etki karıştırma hızının yeterli miktarda artırılmasıyla oluşmaktadır. Düşük karıştırma hızlarında küçük bilyaların oluşturduğu stres yoğunluğu oldukça az olduğu için yapılan öğütme verimsizdir (Wang and Forssberg, 2000). Deneylerde kullanılan 2 ve 3 mm boyutlu bilyaların barit örnekleri üzerine enerjilerini verimli olarak iletebilmesi için 600 d/dk’dan daha düşük karıştırma hızlarında, 0,2 ve 0,5 mm boyutlu bilyaların ise 600 d/dk’dan daha yüksek karıştırma hızlarında çalışılmasının daha verimli olduğu düşünülmektedir.



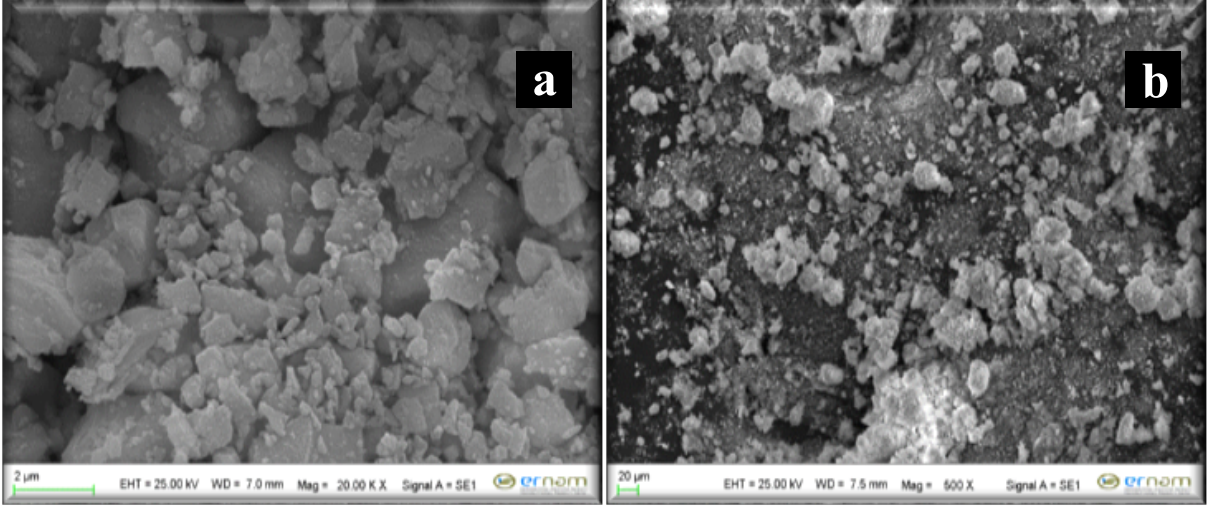
Şekil 8. Barit örnekleri için farklı bilya boyutlarında enerji tüketimi- d_{50} ilişkisi

Öğütücü ortamın boyutu azaldıkça birim hacim başına düşen bilya sayısı artar. Böylece, daha fazla tane bilyalarla temasa geçer ve kırılma oranı artar (Patel ve ark., 2012). Bilya boyutunun kırılma oranı ve d_{10} üzerinde yarattığı etkiler Şekil 9'da incelenmiştir. Buna göre, bilya boyutu arttıkça kırılma oranı artmış, 1 mm bilya boyutundan sonra ise kırılma oranı azalırken, d_{10} tane boyutu artmıştır.



Şekil 9. Barit örnekleri için farklı bilya boyutlarında kırılma oranı- d_{10} ilişkisi

Şekil 10(a)'da verilen SEM görüntüleri incelendiğinde, dikdörtgen tabanlı dik bir prizmayı andıran görüntüsüyle ortorombik kristal sisteminde yer alan tipik bir barit minerali görülmektedir. Susuz sülfat grubunda bulunan barit mineralinin öğütülmeden önce tane boyutundaki düzensizlikleri de görüntülerde göze çarpmaktadır. Belirlenen optimum şartlarda elde edilen barit örneklerinin tane boyutunda görülen azalma ise Şekil 10(b)'de verilen SEM görüntüleri incelendiğinde görülmektedir.



Şekil 10. Barit mineralinin SEM görüntüleri: (a) herhangi bir işlem görmeden önce ortorombik sistemde kristalleşen tipik bir barit örneği, (b) öğütme sonrası elde edilen eş boyutlu barit örneği

4. Sonuçlar

Karıştırmalı bilyalı değirmende (attritör) baritin mikron altı boyuta öğütülmesinde öğütme parametrelerinin öğütme performansı üzerine etkisi araştırılmıştır. Deneysel çalışmalar sonunda elde edilen sonuçlar şu şekilde özetlenebilir:

- Bilya doluluğunun yaş öğütmede oluşturduğu etkiler incelendiğinde d50 boyutunun azaldığı, enerji kullanımının ise lineer bir şekilde arttığı ve birim hacim başına düşen kırılmanın da arttığı tespit edilmiştir. Ancak, %60 bilya doluluk oranından sonra d50 boyutunun arttığı görülmüştür.
- Değirmen içinde pülp yoğunluğunun artmasıyla kırılma hareketi azalmakta ve öğütme yavaşlamaktadır. Değirmen içinde pülp yoğunluğunun az olması durumunda ise enerjinin büyük bir kısmı bilyaların çarpışması için harcanmakta ve yapılan öğütme işlemi düşük enerji verimliliği yaratmaktadır.
- 1 mm bilya boyutu ile 120 dk öğütme süresinde 264 kWh/t spesifik enerji tüketimi ile ortalama tane boyutu 0,74 µm ürün elde edilebilirken, bu boyutta bir ürün 2 ve 3 mm bilyalar kullanarak daha uzun sürede ve daha fazla enerji tüketimi yaparak elde edilebilir. Elde edilen sonuçlar gösteriyor ki; 2 ve 3 mm bilya boyutuna kıyasen 1 mm bilya boyutu ile daha az enerji tüketimi yaparak daha ince ürünler elde edilebilmektedir.
- Yapılan deneylerde d10 boyutlarının çok fazla değişmediği gözlenmiştir. Bu durum, değirmenin ince boyutlarda aşırı öğünmeye neden olmadığına bir göstergesidir.

Kaynaklar

Altun, O., Benzer, H., Enderle, U., 2013. Effects of operating parameters on the efficiency of dry stirred milling. *Minerals Engineering*. 43–44, 58–66.

Bel Fadhel, H. ve Frances, C., 2001. Wet batch grinding of alumina hydrate in a stirred bead mill. *Powder Technology*. 119 (2–3), 257–268.

Celep, O., Alp, İ., Türk, T., 2008. İnce öğütme teknolojisinde karıştırmalı ortam değirmenleri ve cevher hazırlamadaki uygulamaları. *İstanbul Yerbilimleri Dergisi*. 21.

Farber, Y.B., Durant, B. ve Bedesi, N., 2011. Effect of media size and mechanical properties on milling efficiency and media consumption. *Minerals Engineering*. 24 (3–4), 367–372.

Fuerstenau, D.W. ve Kapur, P.C., 1994. A new approach to assessing the grindability of solids and the energy efficiency of grinding mills. *Minerals and Metallurgical Processing*. 11, 210–216.

Fuerstenau, D.W. ve Abouzeid, A.-Z.M., 2002. The energy efficiency of ball milling in comminution. *International Journal of Mineral Processing*. 67, 161-185.

He, M. ve Forssberg, E., 2007. Influence of slurry rheology on stirred media milling of quartzite. *Int. J. Mineral Processing*. 84, 240-251.

Kwade, A., Blecher, L. ve Schwedes, J., 1996. Motion and stress intensity of grinding beads in a stirred media mill. Part 2: Stress intensity and its effect on comminution. *Powder Technology*. 86 (1), 69–76.

Kwade, A., 1999. Wet comminution in stirred media mills-research and its practical Application. *Powder Technology*. 105, 14-20.

Liu, Y., Yu, Z., Zhou, S. ve Wu, L., 2006. De-agglomeration and dispersion of nano TiO₂ in an agitator bead mill. *Journal of Dispersion Science and Technology*. 27, 983-990.

Ohenoja, K., Illikainen, M. ve Niinimäki, J., 2013. Effect of operational parameters and stress energies on the particle size distribution of TiO₂ pigment in stirred media milling. *Powder Technology*. 234, 91–96.

Patel, C.M., Murthy, Z.V.P. ve Chakraborty, M. 2012. Effects of operating parameters on the production of barium sulfate nanoparticles in stirred media mill. *J. Ind. Eng. Chem.* 18 (4), 1450–1457.

Patel, C.M., Chakraborty, M. ve Murthy, Z.V.P., 2014. Enhancement of stirred media mill performance by a new mixed media grinding strategy. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 20 (4), 2111–2118.

Quattara, S. ve Frances, C., 2014. Grinding of calcite suspensions in a stirred media mill: Effect of operational parameters on the product quality and the specific energy. *Powder Technology*. 255, 89-97.

Rose, H.E. ve Sullivan, R.M.E., 1958. A treatise on the internal mechanics of ball, tube and rod mills. Chemical Publishing Company. New York, NY.

Rydin, R.W., Maurice, D. ve Courtney, T.H., 1993. Milling dynamics: Part 1. Attritor dynamics: results of a cinematographic study. *Metall. Trans.* 24A, 175–185.

Sabah, E., Özdemir, O. ve Koltka, S., 2013. Effect of ball mill grinding parameters of hydrated lime fine grinding on consumed energy. *Advanced Powder Technology*. 24, 647-652.

Sakthivel, S. ve Prasanna Venkatesh, R., 2012. Solid state synthesis of nano- mineral particles.

International Journal of Mining Science and Technology. 22, 651-655.

Sivamohan, R. ve Vachot, P., 1990. A comparative study of stirred and vibratory mills for the fine grinding of muscovite, wollastonite and kaolinite. Powder Technology. 61 (2), 119–129.

Stenger, F., Mende, S., Schwedes, J. ve Peukert, W., 2005. Nanomilling in stirred media mills. Chemical Engineering Science. 60 (16), 4557–4565.

Wang, Y. ve Forssberg, E., 2000. Product size distribution in stirred media mills. Minerals Engineering. 13, 4, 459-465.

Zheng, J., Harris, C.C. ve Somasundaran, P., 1996. A study on grinding and energy input in stirred media mills. Powder Technology. 86 (2), 171–178.