

Doğal Amorf Silikanın Kinetik Öğütme Parametrelerine Hacimsel Bilya ve Malzeme Doluluk Oranlarının Etkisi

V. Deniz & N. Sütçü

Süleyman Demirel Üniversitesi, Müh.-Mim. Fakültesi, Maden Müh. Böl., İsparta

ÖZET: Bu çalışmada, son yıllarda çimento sektöründe önemli kullanım alanına sahip olan Doğal Amorf Silika (DAS) örneği üzerinde (Isparta-Keçiborlu), kesikli öğütme koşullarında bilya yükü ve malzeme yükünün etkisi bir kinetik model üzerinde araştırılmıştır. Bunun için, öncelikle 1.7-0.106 mm arası V2 elek serisine göre 8 dar boyut fraksiyonu hazırlanmış ve laboratuvar bilyalı değirmeninde (20x20 cm) dört farklı malzeme doluluk oranında (%5, %10, %15 ve %20) ve dört farklı bilya yükünde (%10, %20, %30 ve %40), farklı öğütme sürelerinde elde edilen boyut dağılımlarından kırılma hızı ve kümülatif kırılma dağılımı fonksiyonları elde edilmiş ve kinetik model parametreleri (S_p , a_p, a, y ve f_i) kıyaslanmıştır. Testler sonucunda, bilya yükü (J) ve malzeme yükünün (ϵ) hesaba katan boşluk doldurma oranının ($U=fJO.AJ$), hem öğütme kapasitesi hem de spesifik öğütme enerjisi açısından ilişkisi tartışılmıştır.

ABSTRACT: In this paper presents the importance and usage of natural amorphous silica, which was recently recognized in the cement industry. Therefore, the effect of powder filing and ball filling was investigated on the natural amorphous silica, taken from Isparta-Keçiborlu region (Turkey), at batch grinding conditions based on a kinetic model. For this purpose, firstly, eight different mono-size fractions were prepared between 1.7 mm and 0.106 mm using a V2 sieve series. Then, S_t and B_{tj} equations were determined from the size distributions at different grinding times, and the model parameters (S_i , a_j, a, y and f_i) were compared at four different powder filing (5%, 10%, 15% and 20%), and at four different ball filing (20%, 30%, 40% and 50%). Finally, model parameters are discussed for every test. The result of the tests, (interstitial filling fraction ($U=f_c/0.4J$) to take into consideration of the effect of ball filling (J) and powder filling (f_i)) were discussed with respect to maximum mill capacity and specific grinding energy

1. GİRİŞ

Son yıllarda, silika dumanı çimento sektöründe betonun mukavemetine ve uzun ömürlü olmasına katkı sağladığı için çok yaygın kullanımı vardır. Silika dumanlı beton çok yüksek basınç mukavemeti göstermekle birlikte, sülfat ve asitlere karşı betonun dayanımını artırmakta ve bir çok uygulamada klorür geçirgenliğini azaltmaktadır. Amorf silika, bir çok fiziksel ve kimyasal özellikleri ile silika dumanına benzemektedir (Anderson v.d., 2000).

Diyatomit, yüksek doğal amorf silika özelliği ile biyogenetik orijinli sedimanter bir kayadır. Amorf

silika, birincil olarak diatom piramitler, ikincil olarak çok ince süngerimsi yapılar, dövülmüş silikon iskeletleri ve/veya radiojelen hücre şekilli yapılan içerir (Fragoulis v.d., 2002).

Amorf silika, filtre malzemesi, özel dolgu maddesi, absorbant, izolasyon ürünü, hafif seramik ve çimento malzemesi olarak yaygın kullanımı vardır. Bu kullanım alanlarında, Amorf Silikanın çok ince (mikron) boyutlarında olması arzu edildiğinden öğütülme ihtiyacı duymaktadır (Deniz v.d., 2003).

Ufalama, dünya genelinde elektrik enerjisinin %3 ile %4 gibi bir kısmını ve tipik bir cevher hazırlama tesisinde ihtiyaç duyulan toplam enerjinin %70'in

üzerinde harcayan önemli bir prosestir. Bu nedenle, ufalama verimindeki çok küçük bir kazancın sağlanması, enerji masrafının azalmasına çok fazla etkisi olacaktır (Fuerstenau ve ark., 1999).

Değirmen dizaynı için Bond yöntemi yıllardır kullanıma gelmektedir. Bond yönteminin deneysel açıdan uzun sürmesi, boyut fraksiyonlarında tam olarak fikir verememesi ve hatalı yaklaşımlara neden olması nedeniyle bir çok araştırmacı tarafından daha etkin modellerin geliştirilmesine vesile olmuştur. Son yıllarda, matematiksel model ve simülasyon teknikleri ortaya atılmış ve özellikle bilgisayar yazılım tekniklerindeki gelişmeler, cevher hazırlamaya da önemli oranda katkıda bulunmuştur (Deniz, 2003).

Son yıllarda, öğütme ile ilgili matris ve kinetik modeller kullanılmaktadır. Bir çok avantajı nedeniyle, Lynch (1977) tarafından ortaya atılan ve Austin tarafından geliştirilen Kinetik model en geçerli model olmuştur (Austin ve ark., 1981).

Austin ve arkadaşları (1984) değirmen spesifik öğütme enerjisinin (m_p), bilya yükü (J) ve boşluk doldurma oranına (ξ) bağlı ilişkiyi aşağıdaki eşitlik ile göstermişlerdir.

$$m_p \propto \left[\frac{1 - 0.9375J}{1 + 5.95J^5} \right] \left/ \left[\frac{Ue^{-1.2U}}{1 + 6.6J^{2.3}} \right] \right. \quad 0.2 \leq \xi \leq 0.6 \quad (1)$$

Austin ve arkadaşları (1984) spesifik öğütme enerjisi (m_p) ile boşluk doldurma oranı (ξ) arasındaki ilişkide en uygun boşluk doldurma oranının $\xi = 0.8-1.2$ arasında olduğu durum için vermiştir.

Oransal Mutlak Kırılma Hızı olarak ifade edilen S , ve fc' den elde edilen değer, değirmen kapasitesiyle ilgili önemli bir sonuçtur. Cya karşı fiS , çiziminde maksimum veren bir değer farklılığı en yüksek değirmen kapasitesi için ortaya çıkmaktadır. Shoji ve arkadaşları (1980), kuvars minerali için maksimum kapasite için ξ değerini 0.4 ile 0.6 olarak bulmuştur.

Shoji ve arkadaşları (1982) bir diğer çalışmalarında ise maksimum kapasite için kuru öğütmede $\xi = 0.83$, yaş öğütmede ise $\xi = 0.76$ olarak bulmuştur. -

Deniz ve Onur (2002), pomza üzerinde yaptıkları benzer öğütme yaklaşımında ise arJ ile ξ arasındaki ilişkiyi maksimum veren değer $\xi = 0.4$ olarak tespit etmişlerdir.

Bu çalışmada, Isparta-Keçiborlu bölgesinde bulunan Amorf Silika örneği üzerinde, laboratuvar değirmeninde, değirmen kapasitesi ve spesifik öğütme enerjisi açısından bilya yük oranı (J) ve malzeme yük oranının (f) kapsayan boşluk doldurma oranı (ξ) etkisi kinetik model parametreleri ile incelenmiş ve sonuçlar mukayese edilmiştir.

2. TEORİ

Son yıllarda, bilyalı değirmenler için spesifik kırılma hızı ve kümülatif kırılma dağılımı kavramlarını içeren boyut azaltma yaklaşımı kullanılmaktadır (Austin, 1972). Spesifik kırılma hızının bir matematiksel formülü Austin ve arkadaşları (1984) tarafından aşağıdaki gibi verilmiştir.

$$S_i = a_r X_i^a \quad (2)$$

burada; X_i : i fraksiyonundaki üst boyutu (mm), a_r ve a ise; öğütme şartlarına ve malzemenin özelliklerine bağlı olan model parametrelerdir.

Kırılan veya öğütülen malzemenin hangi boyut fraksiyonlarına nasıl dağıldığı kümülatif kırılma dağılımı fonksiyonu olarak tariflenmiş ve aşağıda gösterilmiştir.

$$B_{i,j} = \sum_{k=n}^i b_{k,j} \quad (3)$$

Kısa öğütme süresi verilerinden elde edilen boyut dağılım eğrisini temsil eden bu fonksiyon da, söz konusu parametreler Austin ve arkadaşlarının (1981) aşağıda verilen, Bil yaklaşımından elde edilen $B_{i,j}$ değerlerine karşı nispi boyut grafiği çizildiğinde bulunur.

$$B_{i,j} = \frac{\log[(1 - P_1(0))/(1 - P_1(t))]}{\log[(1 - P_2(0))/(1 - P_2(t))]}, \quad i)1 \quad (4)$$

burada;

$P_1(0) = i$ boyut aralığında beslenen malzemenin kümülatif elek altı %'si

$P_2(0) = 2.$ boyut aralığında beslenen malzemenin kümülatif elek altı %'si

$P_1(t) = 1$ boyut aralığında t anındaki malzemenin kümülatif elek altı %'si

$P_2(t) = 2.$ boyut aralığında t anındaki malzemenin kümülatif elek altı %'si

$$B_{i,j} = \phi_j [X_{i-1}/X_j]^y + (1 - \phi_j) [X_{i-1}/X_j]^\beta \quad (5)$$

burada, ϕ , y ve β , malzemelerin özelliklerine bağlı olan model parametrelerdir. Bu parametreler, farklı bilya oranları, değirmen çapları v.b. için aynı olup farklı malzeme özelliklerinde farklıdır (Austin ve Luckie, 1972).

3. MALZEME VE METOT

İsparta-Keçiözümlü bölgesinden alınmış olan Doğal Amorf Silika örnekleri deneysel malzeme olarak kullanılmıştır. Deneylerde kullanılan örneğin kimyasal analizleri Çizelge 1 'de verilmiştir.

3.1. Öğütme Deneyleri

Öncelikle, Amorf silika örneği üzerinde standart Bond iş indeksi değerini belirlemek için -3.35 mm'lik numune hazırlanmış ve standart Bond değirmeninde test yapılarak iş indeksi 12.32 kWh/ton olarak belirlenmiştir.

Çizelge 2. Standart öğütme şartları

Değirmen	Çap, mm	200			
	Uzunluk, mm	200			
	Hacim, cm ³	6283			
Değirmen Hızı	Kritik (N_c) ^a , dv/dk	101			
	Çağışma ($\langle \rangle_c = \%75$), dv/dk	76			
Bilya	Çap, mm	25.4			
	Özgül Ağırlık	7.8			
	Kalite	Çelik Alaşım			
	Ölçülmüş Boşluk, %	40			
	Hacimsel Bilya doluluk oranı(% J)	20	30	40	50
Malzeme	Özgül Ağırlık	0.67			
	Malzeme Doluluk Oranı (%f)	5	10	15	20
	f _c 'ye göre Boşluk doldurma Oranı(%U)	42	83	125	167
	J'ye göre Boşluk doldurma Oranı(%U)	125	83	62.5	50

Daha sonra, laboratuvar tıp çeneli kırıcıda kademeli olarak 1.7 mm altına indirilmiştir. Ufalanmış numuneler, eleme ile 8 dar boyut fraksiyonunda (-1.7+1.18, -1.18+0.850, -0.850+0.600, -0.600+0.425, -0.425+0.300, -0.300+0.212, -0.212+0.150, -0.150+0.106 mm) hazırlanmıştır. Hazırlanan her fraksiyon, dört ayrı malzeme yükünde (%5, %10, %15, ve %20) ve dört ayrı bilya yükünde (%20, %30, %40 ve %50) laboratuvar çaplı bir bilyalı değirmende kesikli bir tarzda öğütülmüştür. Her bir öğütme periyodu sonrası tüm değirmen şarjı boşaltılarak elek analizi yapılmıştır. Eleme işlemi kuru ve el ile yapılmıştır. Öğütme deneylerinde kullanılan değirmenin özellikleri ve deney koşulları Çizelge 2.'de verilmiştir.

Çizelge 1. Doğal Amorf Silika örneğinin analiz neticeleri

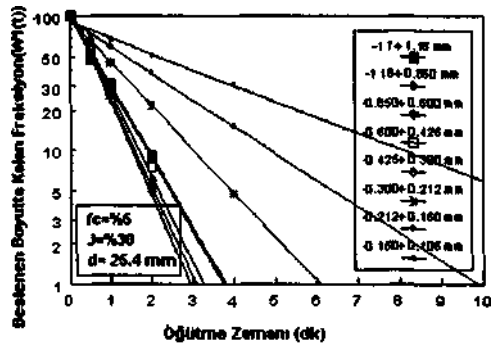
Eleman	(%)
SiO ₂	90.91
Al ₂ O ₃	0.13
TiO ₂	0.12
Fe ₂ O ₃	0.11
CaO	0.36
Na ₂ O	0.07
K ₂ O	0.06
SO ₃	0.27
Kızdırma Kaybı	4.95

4. DENEY SONUÇLARI

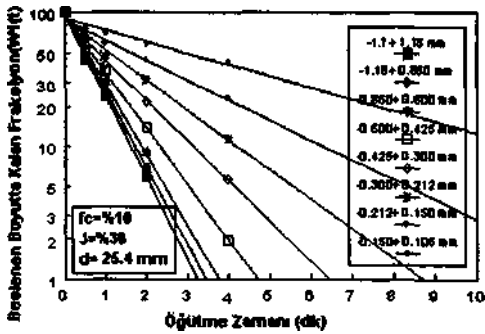
4.1. Spesifik Kırılma Hız Fonksiyonların Belirlenmesi

Dört farklı malzeme doluluk oranı ve dört farklı bilya yük oranında, değişik dar besleme boyut fraksiyonları için birinci derece kırılma kinetiği çizimleri Şekil 1-8'de verilmiştir.

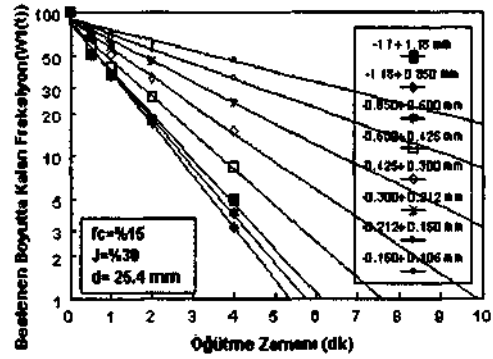
Birinci derece kırılma kinetiği davranışı sergileyen 8 dar besleme boyut fraksiyonları için spesifik kırılma hızları belirlenmiş ve Si değerlerine karşı boyut fraksiyonu grafiği malzeme doluluk oranının etkisi Şekil 9'da ve bilya doluluk oranının etkisi Şekil 10'da gösterilmiş ve bu eğrilerden elde edilen kırılma hızı parametreleri Çizelge 3 ve Çizelge 4'te verilmiştir.



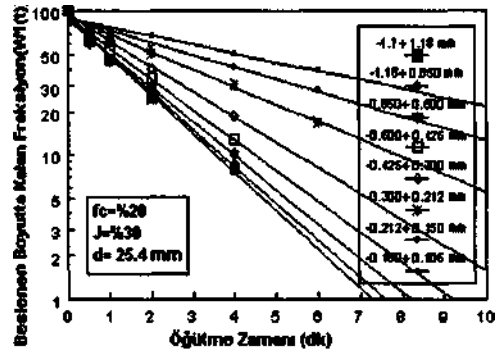
Şekil 1. Amorf Silikanın f_c =%5 için birinci derece kırılma doğrulan



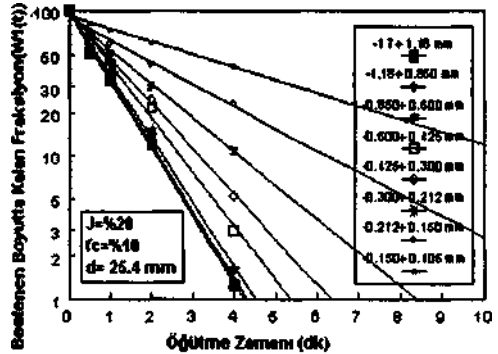
Şekil 2. Amorf Silikanın f_c =%10 için birinci derece kırılma doğrulan



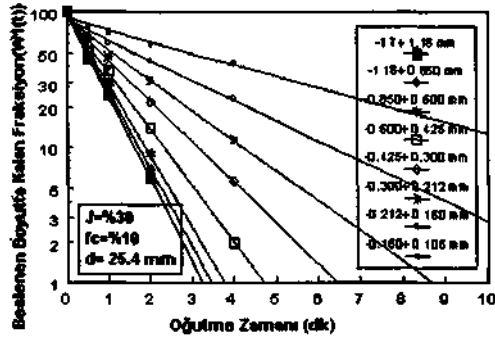
Şekil 3. Amorf Silikanın f_c =%15 için birinci derece kırılma doğrulan



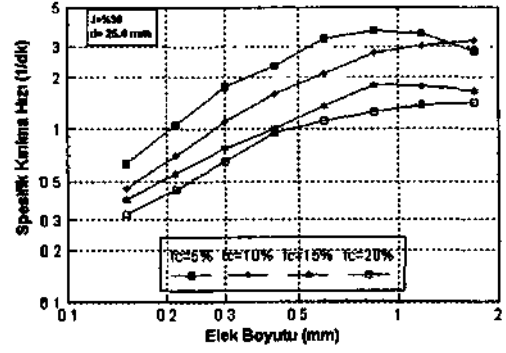
Şekil 4. Amorf Silikanın f_c =%20 için birinci derece kırılma doğrulan



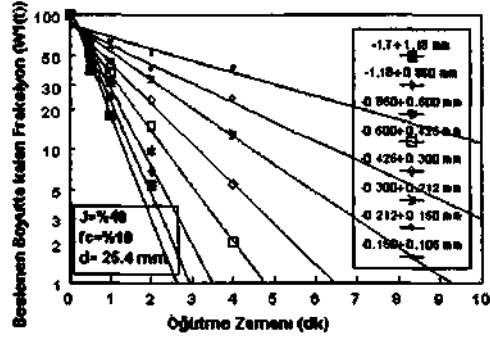
Şekil 5. Amorf Silikanın J =%20 için birinci derece kırılma doğrulan



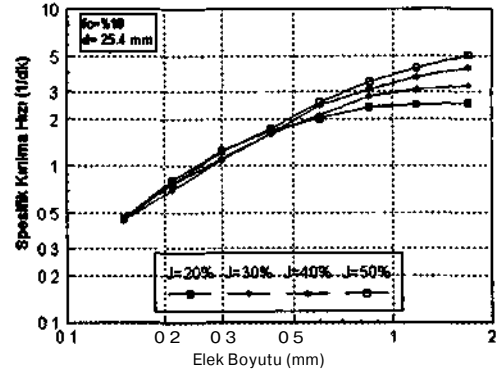
Şekil 6. Amorf Silikanın J=%30 için birinci derece kırılma doğrusu



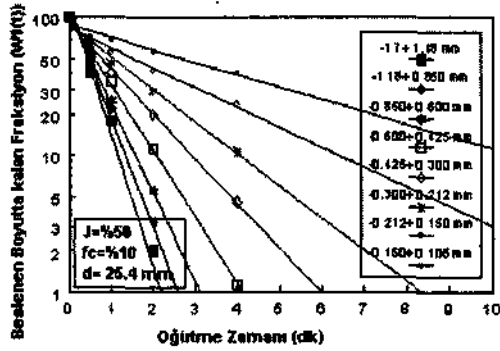
Şekil 9. Farklı malzeme yükü için Amorf Silikanın spesifik kırılma hızı (S) eğrileri



Şekil 7. Amorf Silikanın J=%40 için birinci derece kırılma doğrusu



Şekil 10. Farklı bilya yükü için Amorf Silikanın spesifik kırılma hızı (Sj) eğrileri

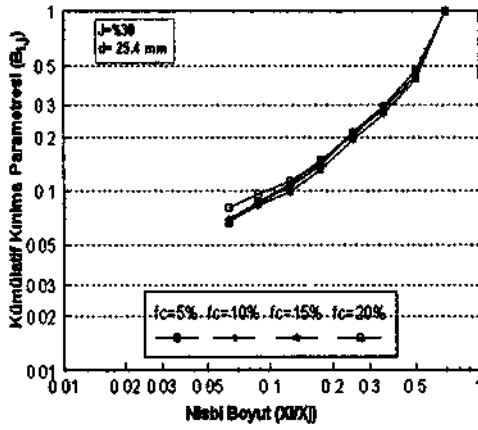


Şekil 8. Amorf Silikanın J=%50 için birinci derece kırılma doğrusu

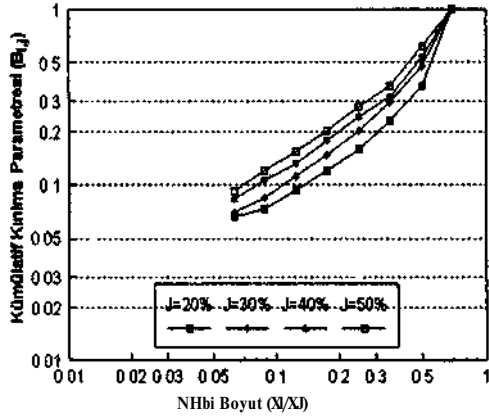
4.2. Kümülatif Kırılma Fonksiyonun Belirlenmesi

Kümülatif kırılma fonksiyonu (B_j) değerleri, en kısa öğütme sürelerinden elde edilmiş ve verilerin normalize olduğu yani boyuttan bağımsız olduğu tespit edilmiştir. Elde edilen B_j değerlerine karşılık boyut oran grafiğinden B_j fonksiyonu malzeme doluluk oranı için Şekil 11 ve bilya doluluk oranı için Şekil 12'de verilmiştir.

Kümülatif kırılma fonksiyonlarından elde edilen model parametreleri parça boyut dağılımını ifade etmektedir. Bu parametreler ise Çizelge 3 ve Çizelge 4'te verilmiştir.



Şekil 11. Farklı malzeme yükü için Amorf Silikanın kümülatif kırılma dağılım fonksiyonları



Şekil 12. Farklı bilya yükü için Amorf Silikanın kümülatif kırılma dağılım fonksiyonları

Çizelge 3. Amorf silikanın farklı malzeme yükü için model parametreleri

f_c %	S_0 -0.425+0.300 mm	a	a_j	r	*
5	1.739	1.47	3.83	0.73	0.39
10	1.101	1.28	2.93	0.64	0.31
15	0.772	0.97	1.85	0.54	0.29
20	0.654	1.02	1.28	0.51	0.27

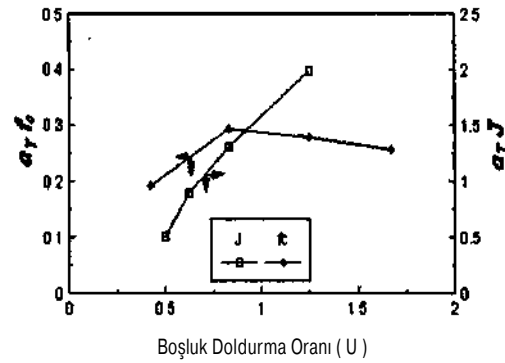
Çizelge 4. Amorf silikanın farklı bilya yükü için model parametreleri

J %	S_0 -0.425+0.300 mm	a	ar	r	\acute{e}
20	1.677	1.23	2.54	0.61	0.24
30	1.597	1.22	2.99	0.67	0.36
40	1.603	1.18	3.26	0.69	0.44
50	1.715	1.25	3.98	0.75	0.53

5. BOŞLUK DOLDURMA ORANI (U) İLE İLGİLİ İLİŞKİLER

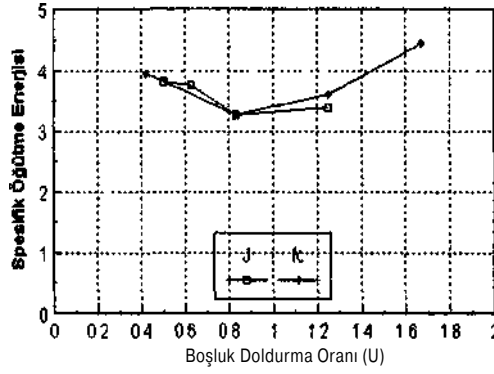
Boşluk doldurma oranı, hem bilya yükü (J) hem de malzeme yüküne (f_c) bağlı olması sebebiyle kapasite ve spesifik öğütme enerjisi ile ilişkilendirilmesi daha doğru sonuç vermesi açısından önemlidir.

Şekil 13'te ajf_c ve $a-J$ karşı U arasındaki ilişki maksimum kapasite için verilmiştir. Şekil 13'ten de görüleceği üzere malzeme doluluk oranının (f_c) değişimine bağlı olan maksimum kapasite değeri Shoji ve arkadaşlarının (1982) belirttiği üzere $t^*=0.83$ olan değer ile aynı olmuştur. Fakat, bilya yük oranının (J) değişimine bağlı olan maksimum kapasite değeri t^* 'nin en fazla değeri içinde geçerli olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 13. Maksimum kapasite açısından ajf_c ve ajJ ile U arasındaki ilişki

Şekil 14'te ise Austin ve arkadaşlarının (1984) ortaya koyduğu Eşitlik 1'den tespit edilmiş spesifik öğütme enerjisi ile U arasındaki ilişki hem J^* 'nin hem de T_{nin} değişimine bağlı olarak verilmiştir.



Şekil 14. Spesifik öğütme enerjisi ile U arasındaki ilişki

Spesifik öğütme enerjisi açısından, malzeme doluluk oranı (f) için en uygun boşluk doldurma oranı 0.8-1.0 arasındadır. Bilya doluluk oranı (J) için ise 0.8-1.3 arasındadır.

6. TARTIŞMA VE SONUÇLAR

Dört farklı bilya ve malzeme yükünde Doğal Amorf Silika örneklerinin değişik sürelerde öğütülmesinde, lineer bir doğru vererek birinci derece kırılma kinetiği göstermişlerdir. Ayrıca, kümülatif kırılma dağılım fonksiyonlarının boyuttan bağımsız olduğu tespit edilmiştir.

S , değerlerinin ya da a_r değerinin büyük olması, daha etkin bir kırılmanın olacağını ve orijinal parçanın daha çabuk alt boyuta indirgeneceğini anlamına gelmekte olup, elde edilen a_r değerlerine göre, bilya yükü arttıkça hızlı kırılma olacağı, fakat malzeme yükü arttıkça kırılma hızının azalacağı ortaya çıkmıştır.

f_i değerinin artması en üst boyutların bir alt boyutta daha hızlı kırılacağını ifade etmektedir. Amorf silika örneklerinin f_i değerlerine bakıldığında, malzeme yükünün artmasının en üst boyutlara etkisinin pek olmadığı ve malzeme yükü arttıkça üst boyutların kırılma hızı azalmaktadır, fakat bilya yükünün artması ile üst boyutların bir alt boyuta daha hızlı kırılacağını görmekteyiz.

y değerinin büyük olması, ince malzeme miktarının az olduğunu gösterir. Doğal Amorf Silika

örneğinde, y değerine bakıldığında malzeme yükü arttıkça y değerinin arttığı, yani malzeme-malzeme sürtünmesi arttığından ince ürün oranında artma olacağı gözükmiştir. Bilya yükünün artması ile y değerinin çok az bir şekilde arttığı ve ince ürün oranındaki azalışın etkisi az olduğu gözükmektedir.

Maksimum kapasite açısından malzeme doluluk oranı (f) için en iyi boşluk doldurma oranı için 0.83 olarak tespit edilirken. Bilya doluluk oranı (J) için 1.5'in üzerine kadar çıkabileceği tespit edilmiştir.

Spesifik öğütme enerjisi açısından bakıldığında ise her iki durum için boşluk doldurma oranının $f=0.8-1.2$ arasında olması yeterli olacağı kabul edilmiştir.

Bu çalışmada göstermiştir ki, öğütme işlemlerindeki enerji maliyeti göz önüne alındığında, her örnek için deneysel verilerin iyi bir şekilde ortaya konması gerekliliği kabul edilmiştir.

KAYNAKLAR

- Anderson, D., Roy, A., Seals, R.K., Cartledge, F.K., Akhter H. and Jones S.C. 2002, *A Preliminary Assessment of the Use of an Amorphous Silica Residual as a Supplementary Cementing Material*, Cement and Concrete Research, Vol.30., 473-445.
- Austin, L.G. 1972, *A Review Introduction to the Description of Grinding as a Rate Process*, Powder Technology, Vol.5, 1-7.
- Austin, L.G. and Luckie, P.T. 1972, *Methods for Determination of Breakage Distribution Parameters*, Powder Technology, Vol.5, 215-222.
- Austin, L.G., Bagga, P. and Çelik, M. 1981, *Breakage properties of some materials in a laboratory ball mill*, Powder Technology, Vol. 28,235-241.
- Austin, L.G., Klimpel, R.R. and Luckie, P.T. 1984, *Process Engineering of Size Reduction: Ball Milling*, A.I.M.E., S.M.E., NewYork, USA.

- Deniz, V. and Onur, T. 2002, *Investigation of the Breakage Kinetic of Pumice Samples as Dependent on Powder Filling in a Ball Mill*, Int. J of Mm. Processing, Vol.67, 71-78.
- Deniz, V., 2003, *A Study on the Specific Rate of Breakage of Cement Materials in a Laboratory Ball Mill*, Cement and Concentrate Research, Vol.33,439-445.
- Deniz, V., Sütçü, N. and Umucu, Y. 2003, *The Effect of Circulating Load and Test Sieve Size on The Bond Work Index Based on Natural Amorphous Silica*, 18th International Mining Congress and Exhibition of Turkey, Chamber of Mining Engineers/Turkey, 517-522.
- Fragouhs, D., Stamatakis, M., Papageorgiou, D., Pentelenyi, L. and Csink, G., 2002, *Diatomaceous Earth as a Cement Additive - A Case Study of Deposits from North-Eastern Hungary and Milos Island, Greece*, ZKG International, Vol.55,. 80-85.
- Fuerstenau, D.W., Lutch, J.J. and De, A. 1999, *The Effect of Ball Size on The Energy Efficiency of Hybrid-Pressure Roll Mill/Ball Mill Grinding*, Powder Technology, Vol.105, 199-204.
- Lynch, A.J. 1977, *Mineral Crushing and Grinding Circuits' Their Simulation, Optimizsation, Design and Control*, Elsevier, New York, USA.
- Shoji, K., Losrasb, S. And Austin, L.G., 1980. *The Variation of Breakage Parameters With Ball and Powder Loading in Dry Ball Milling*, Powder Technology, Vol. 25, 109- 114.
- Shoji, K., Austin, L.G., Smalia, F., Brame, K., Luckie, P.T., 1982. *Further Studies of Ball and Powder Filling Effects in Ball Milling*, Powder Technology, Vol. 31, 121- 126.