

İstatistiksel Deney Tasarımının ayırhan Bölgesi Linyitlerinin Flotasyonunda
Uygulanması

Ercan Sağol

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Maden Mühendisliđi Anabilim Dalı

Aralık 2015

Application of Statistical Design of Experiments to Flotation of Cayirhan Region Lignites

Ercan Sađol

MASTER OF SCIENCE THESIS

Department of Mining Engineering

December 2015

İstatistiksel Deneş Tasarımının ayırhan Bölgesi Linyitlerinin Flotasyonunda
Uygulanması

Ercan Saęol

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Lisansüstü Yönetmelięi Uyarınca
Maden Mühendislięi Anabilim Dalı
Cevher Hazırlama Bilim Dalında
YÜKSEK LİSANS TEZİ
Olarak Hazırlanmıştır

Danışman: Yrd. Doę Dr. Derya Öz Aksoy

Aralık 2015

ONAY

Maden Mühendisliđi Anabilim Dalı Yüksek Lisans öđrencisi Ercan SAĐOL'un YÜKSEK LİSANS tezi olarak hazırladıđı "İstatistiksel Deney Tasarımının Çayırhan Bölgesi Linyitlerinin Flotasyonunda Uygulanması" başlıklı bu çalıřma, jürimizce lisansüstü yönetmeliđin ilgili maddeleri uyarınca deđerlendirilerek kabul edilmiřtir.

Danıřman : Yrd. Doç. Dr. Derya ÖZ AKSOY

Yüksek Lisans Tez Savunma Jürisi:

Üye : Prof. Dr. Bahri ÖTEYAKA

Üye : Prof. Dr. Hüseyin ÖZDAĐ

Üye : Prof. Dr. Sermet ANAGÜN

Üye : Prof. Dr. Hüseyin KOCA

Üye : Yrd. Doç. Dr. Derya ÖZ AKSOY

<p>Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun tarih ve sayılı kararıyla onaylanmıřtır.</p> <p>Prof. Dr. Hürriyet ERŐAHAN Enstitü Müdürü</p>

ETİK BEYAN

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kılavuzuna göre, Yrd.Doç.Dr. Derya ÖZ AKSOY danışmanlığında hazırlamış olduğum “İstatistiksel Deney Tasarımının Çayırhan Bölgesi Linyitlerinin Flotasyonunda Uygulanması” başlıklı YÜKSEK LİSANS tezimin özgün bir çalışma olduğunu; tez çalışmamın tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı; tezimde verdiğim bilgileri, verileri akademik ve bilimsel etik ilke ve kurallara uygun olarak elde ettiğimi; tez çalışmamda yararlandığım eserlerin tümüne atıf yaptığımı ve kaynak gösterdiğimi ve bilgi, belge ve sonuçları bilimsel etik ilke ve kurallara göre sunduğumu beyan ederim. 09/12/2015

Ercan SAĞOL

İmza

ÖZET

Bu çalışmada kül içeriği yüksek, düşük kaliteli linyitlerin flotasyonunda etkili olan parametreler incelenmiş ve istatistiksel deney tasarım yöntemleri kullanılarak bu parametrelerin optimizasyonu yapılmıştır. Flotasyon deneylerinde; toplayıcı miktarı, köpürtücü miktarı, katı oranı ve hava hızının elde edilen konsantre ürünün kül içeriği ve yanabilir verimi üzerindeki etkileri Cevap Yüzeyi Yöntemlerinden (RSM) birisi olan Merkezi Kompozit Tasarım (CCD) kullanılarak matematiksel model haline getirilmiştir. Ayrıca, flotasyon parametrelerinin modellenmesinden sonra optimizasyon çalışması yapılmıştır. Kül ve yanabilir verim için oluşturulan modellerin tahmin başarısını sınamak amacıyla önerilen optimizasyon koşullarında deneyler gerçekleştirilmiş ve deney sonuçları %95 güven aralığı sınırları içerisinde tahmini değerlerle karşılaştırılmıştır. Deneysel sonuçların tahmini değerlere yakınlığı, CCD ile karmaşık bir süreç olan flotasyon parametrelerinin modellenmesinde etkili bir yöntem olduğunu göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: Linyit, flotasyon, deney tasarımı, cevap yüzey yöntemi, optimizasyon.

SUMMARY

In this study, the parameters that are considered effective in flotation of lignites with high ash content was investigated and optimization of these parameters was performed by using statistical experimental design methods. In the flotation experiments, the effects of collector dosage, frother dosage, solid ratio and air flow rate on ash content and combustible recovery of clean coal in flotation of low quality lignites were investigated and described with mathematical models by using Central Composite Design which is one of the Response Surface Methods. Additionally, optimization of these parameters was carried out. Verification experiments at optimum conditions proposed by the models were done to determine the validity and adequacy of the predicted models. Thereafter, experimental results were compared to predicted values in confidence interval at %95. Because of the experimental results are found to be very close to predicted values, it can be said that CCD is a useful method for parameter modelling in complex mineral processing methods such as flotation.

Keywords: Lignite, flotation, design of experiment, response surface methods, optimization.

TEŞEKKÜR

Deneylelerden elde edilen verilerin yorumlanması aşamasında yol gösterici desteklerinden dolayı saygıdeğer hocalarım Prof. Dr. Sabiha KOCA ve Prof. Dr. Hüseyin KOCA'ya ve istatistiksel analizlerin yorumlanmasında karşılaştığım sorunları aşmamda yardımını esirgemeyen değerli hocam Prof. Dr. Sermet ANAGÜN'e teşekkürlerimi sunarım. Laboratuvar çalışmaları sırasında gerektiğinde yardım etmekten kaçınmayan Araş. Gör. Semih OLUKLULU, Araş. Gör. Hasan Serkan GÖKÇEN ve Yüksek Maden Mühendisi Haydar ŞAHAN'a teşekkür etmeyi bir borç bilirim.

Yüksek lisans çalışmalarım boyunca bana danışmanlık ederek, beni yönlendiren ve her türlü olanağı sağlayan ve desteğini hiçbir zaman esirgemeyen danışmanın Yrd. Doç. Dr. Derya ÖZ AKSOY'a teşekkür ederim.

Ayrıca, hayatımın her aşamasında olduğu gibi yüksek lisans eğitimim boyunca hiçbir desteğini esirgemeyen sevgili aileme sonsuz sevgi ve saygılarımı sunarım.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	vi
SUMMARY	vii
TEŞEKKÜR	viii
İÇİNDEKİLER	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
ÇİZELGELER DİZİNİ	xiii
1. GİRİŞ	1
2. KÖMÜR	3
2.1. Kömürün Oluşumu ve Özellikleri	3
2.2. Kömür Rezervleri	6
2.2.1. Dünya kömür rezervleri	6
2.2.2. Türkiye kömür rezervleri	7
2.3. Kömür Üretimi.....	8
2.3.1. Dünya kömür üretimi.....	8
2.3.2. Türkiye kömür üretimi.....	9
2.4. Kömür Tüketimi	10
2.4.1. Küresel tüketim.....	10
2.4.2. Türkiye kömür tüketimi.....	11
2.5. Temiz Kömür Teknolojileri	13
3. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI	15
3.1. Kömür Flotasyonu	15
3.2. Kömürün Yüzey Özellikleri	16
3.3. Kömür Flotasyonunda Kullanılan Reaktifler.....	18
3.4. Önceki Çalışmalar	19
4. İSTATİSTİKSEL DENEY TASARIMI	23
4.1. Klasik Yöntem	24
4.2. İstatistiksel Yöntemler	24
4.3. İstatistiksel Deney Tasarımının Tarihsel Gelişimi	25
4.5. Tasarım Aşamaları.....	27

İÇİNDEKİLER (devam)

	<u>Sayfa</u>
4.5.1. Varyans analizi	29
4.6. İstatistiksel Deney Tasarım Teknikleri	31
4.6.1. Faktöriyel tasarımlar	31
<i>4.6.1.1. Tam faktöriyel tasarımlar</i>	31
<i>4.6.1.2. Kesirli faktöriyel tasarımlar</i>	33
<i>4.6.1.3. Plackett-Burman tasarımı</i>	33
<i>4.6.1.4. Taguchi yöntemi</i>	33
4.6.2. Cevap yüzey yöntemleri	34
<i>4.6.2.1. Merkezi Kompozit Tasarım</i>	36
<i>4.6.2.2. Box Behnken Tasarımı</i>	39
5. MATERYAL ve YÖNTEM	40
5.1. Malzeme	40
5.2. Yöntem	41
5.2.1. Flotasyon	41
5.2.2. Ön denemeler	42
5.2.3. İstatistiksel yöntem	50
6. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	53
6.1. Kül Sonuçları	54
6.2. Yanabilir Verim Sonuçları.....	62
6.3. Optimizasyon	69
7. SONUÇ ve ÖNERİLER	71
KAYNAKLAR DİZİNİ.....	73

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
2.1	Kömür rankına göre oksijen gruplarının dağılımı 3
2.2	Kömürleşme süreci 4
2.3	Dünya Kömür Rezervlerinin Dağılımı 6
2.4	Bölgelere göre dünya kömür görünür rezerv ömürleri 7
2.5	1981-2013 yılları arasında dünya kömür üretimi 9
2.6	Ülkelere göre 2013 yılı kömür üretimleri 9
2.7	Yıllara göre Türkiye linyit üretimi 10
2.8	Ülkelere göre 2012 yılı kömür tüketimi 10
2.9	Küresel elektrik üretiminde kullanılan kaynakların dağılımı 11
2.10	Kullanım yerlerine göre ülkemizde kömür tüketimi 12
3.1	Kömür yüzeyi 17
3.2	Kömürün karbon içeriğine göre temas açısı 18
4.1	Bir sürecin genel modeli 23
4.2	Deney Tasarımı Aşamaları 28
4.3	Olasılık Grafiği 30
4.4	Faktör sayısı-Deney sayısı ilişkisi 32
4.5	Örnek cevap yüzeyi 35
4.6	Faktör etki çeşitleri 36
4.7	Alfa değerine göre CCD türleri 37
4.8	Üç faktörlü Box-Behnken tasarımı 39
5.1	Flotasyon deney seti 42
5.2	Bastırıcı miktarının kül ve yanabilir verime etkisi 44
5.3	Toplayıcı cinsinin kül ve yanabilir verim üzerindeki etkisi 44
5.4	Fuel oil miktarının kül ve yanabilir verim üzerindeki etkisi 45
5.5	Fuel-oil / Toluen oranının kül ve yanabilir verim üzerindeki etkisi 46
5.6	Köpürtücü cinsinin kül ve yanabilir verim üzerindeki etkisi 46
5.7	MIBC miktarının kül ve yanabilir verim üzerindeki etkisi 47

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
5.8 Hava akış hızının yanabilir verim üzerindeki etkisi	48
5.9 Flotasyon süresinin kül ve yanabilir verim üzerindeki etkisi	49
6.1 Kül için oluşturulan varyans analizi tablosu.....	55
6.2 Kül için tam model denklemleri	56
6.3 Kül için Deneysel-Tahmini değerlerin karşılaştırması	57
6.4 Faktörlerin kül üzerindeki ana etki grafiği	57
6.5 Köpürtücü Miktarı – Hava Miktarı Etkileşimi	58
6.6 Toplayıcı Miktarı – Katı Oranı etkileşimi	59
6.7 Toplayıcı miktarı, katı oranı ve hava akış hızı arasındaki üçlü etkileşim.....	59
6.8 Kül için sadeleştirilmiş varyans analizi	60
6.9 Kül için indirgenmiş nihai kübik model denklemleri	61
6.10 İndirgenmiş modelde tahmini-gerçek değer uyumu	62
6.11 Yanabilir verim için varyans analizi tablosu	63
6.12 Yanabilir verim için tam kübik model denklemleri.....	63
6.13 Yanabilir Verim için Deneysel-Tahmini değerlerin karşılaştırması.....	64
6.14 Parametrelerin yanabilir verim üzerindeki ana etkileri.....	65
6.15 Faktör etkileşimlerinin yanabilir verim üzerindeki etkisi:.....	65
6.16 Yanabilir verim için oluşturulan sadeleştirilmiş varyans analizi tablosu	66
6.17 Yanabilir verim için indirgenmiş kübik model denklemleri.....	67
6.18 Yanabilir verim için oluşturulan doğrusal model varyans analizi	68
6.19 Yanabilir verim için doğrusal model denklemleri	68
6.20 Optimizasyonda hedef yaklaşımlar.....	69

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Cizelge</u>	<u>Sayfa</u>
2.1 Rankına göre kömür sınıflandırması	5
3.1 Kömür flotasyonunda kullanılan reaktif grupları	20
4.1 Varyans Analizi Tablosu	31
4.2 2 ⁴ Tam Faktöriyel Tasarım Matrisi.....	32
5.1 Numunenin tane boyut, kül ve kükürt dağılımı	41
5.2 Deneylede seviyesi sabit tutulan parametreler	43
5.3 CCD Parametre ve Seviyeleri	51
5.4 CCD Tasarım Matrisi	52
6.1 Deneyle sonuçları	53
6.2 Kül için tahmini ve deneylese optimizasyon sonuçları	70
6.3 Yanabilir Verim için tahmini ve deneylese optimizasyon sonuçları.....	70

1. GİRİŞ

Gelişmiş ülkelerde, enerji verimliliğini ve kişi başına düşen elektrik enerjisi tüketimini arttırmak enerji politikalarının temelini oluşturmaktadır. Kişi başına tüketilen elektrik enerjisinin yüksek olması, o ülkenin ekonomik kalkınmışlık seviyesini ve refah düzeyinin yüksekliğini gösterir (Koç ve Şenel, 2013).

Gelecekte elektrik enerjisi tüketimindeki artış beklentisi, üretimde kullanılan kaynakları gündeme getirmektedir. Elektrik üretiminde kullanılan belli başlı kaynaklar, fosil yakıtlar, yenilenebilir enerji kaynakları ve nükleer enerji olarak sıralanabilir. Nükleer enerjide son yıllarda yaşanan problemler ve fosil yakıt rezervlerinin sınırlı olması ilgiyi daha çok yenilenebilir enerji kaynaklarına yönlendirmiştir. Buna rağmen yakın gelecekte fosil kaynakların enerji üretimindeki payında düşüş beklenmemektedir (EIA, 2015). Petrol ve doğalgaz gibi fosil yakıt rezervlerinin giderek tükenmesi, enerji sektörünü, bu fosil yakıtlara nazaran daha uzun ömür biçilen kömürü daha verimli kullanmaya sevk etmektedir. Söz konusu enerji kaynaklarının kalan ömürleri dikkate alındığında, kömürün, özellikle 2030 yılından sonra çok daha büyük önem kazanacağı anlaşılmaktadır (Sieminski, 2013).

Dünya nüfusunun hızla artmasıyla birlikte, enerji kaynaklarının kullanımında oluşan çevresel etkiler ve verimlilik günümüzde daha da önem kazanmıştır. Ülkemiz için de enerji arz güvenliği açısından en uygun enerji kaynağı linyittir. Ancak linyit rezervlerimizin büyük bir kısmı düşük ısı değer, yüksek kül ve kükürt içeriği ile doğrudan kullanımında çevresel sorunlara yol açmaktadır. Buna bağlı olarak, linyitlerimizin temiz ve verimli bir şekilde değerlendirilmesi için atılması gereken ilk adım içeriğindeki safsızlıkların uzaklaştırılmasıdır. Kömürün kalitesini düşüren nem, kül ve kükürt içeriğinin uzaklaştırılmasında birçok yöntem olmasına karşın; ağır ortam yöntemleri ve flotasyon gibi cevher zenginleştirme süreçleri yaygın olarak kullanılmaktadır (Wills, 1997). Ülkemizdeki uygulamaya bakıldığında ise, üretilen kömürün temizlenmesinde gravite süreçlerinin kullanılmasına rağmen, özellikle ince kömürlerde geçerli flotasyon uygulamasının olmadığı görülmektedir (Kelebek vd., 2008).

Bu çalışmanın temel amacı, Çayırhan Bölgesi'nden tüvenan halde alınan düşük kaliteli, yüksek kül içerikli ve ince boyutlu linyitlerin flotasyonunda etkili olan faktörlerin istatistiksel olarak değerlendirilmesidir.

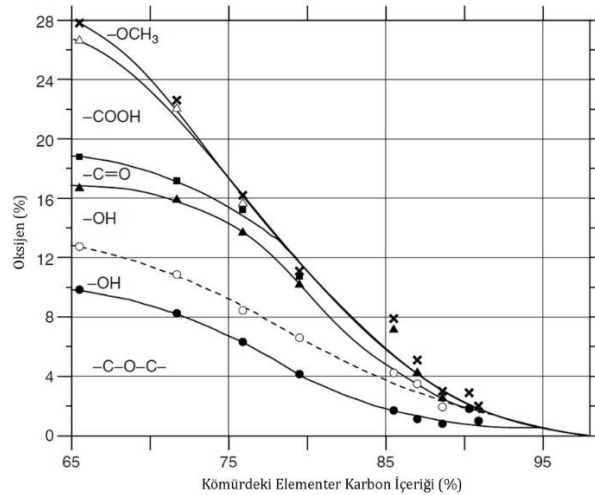
Bu çalışmanın ikinci ve üçüncü bölümlerinde, kömür ve flotasyon hakkında bilgiler verildikten sonra, dördüncü bölümde istatistiksel deney tasarımı ile ilgili teorik bilgiler aktarılmıştır. Sonraki bölümlerde yapılan deneysel çalışmalar ve istatistiksel analiz sonuçlarının değerlendirilmesi yapılmıştır.

2. KÖMÜR

2.1 Kömürün Oluşumu ve Özellikleri

Kömür, çoğunlukla karbon, hidrojen ve oksijenden oluşan az miktarda kükürt ve azot içeren, kimyasal ve fiziksel olarak farklı yapıya sahip organik bir kayadır. Ayrıca kömür bünyesinde kül teşkil eden inorganik bileşikler ve mineraller de bulunmaktadır. Jeolojik açıdan değerlendirildiğinde kömür, bitkisel artıkların birikimiyle oluşan tabakalı bir kayaç grubu olarak kabul edilmektedir.

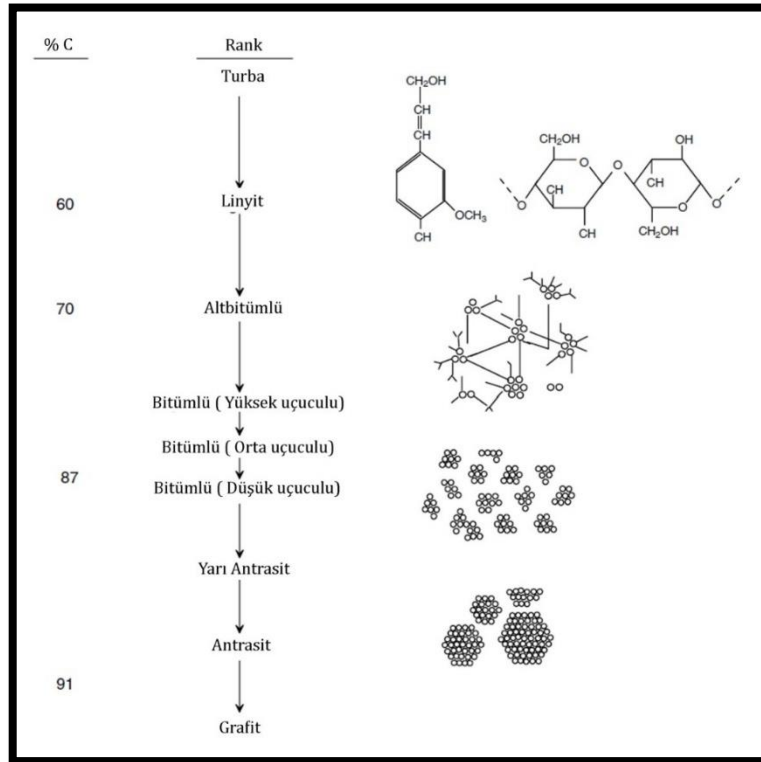
Kömürleşme süreci olarak adlandırılan bitkisel artıkların kömüre dönüşümü, kimyasal açıdan bakıldığında, organik bağlara sahip karbon atomlarının ana kütle içerisindeki oranının artması olarak tanımlanmaktadır. Kömürdeki karbon elementinin bulunduğu bileşik ve diğer karmaşık organik yapılar günümüzde bile henüz tam olarak tanımlanamamıştır. Ancak kömürü oluşturan bitkisel malzemenin oksijen bakımından zengin olan selülozdan oluştuğu bilinmektedir. Bu nedenle kömürleşme süreci aynı zamanda bitkisel artıklardaki toplam oksijen miktarının azalmasıyla da açıklanabilmektedir. Yapılan sistematik çalışmalar, kömür yapısındaki oksijenin birçok fonksiyonel grupta bulunduğunu ortaya koymuştur (Şekil 2.1). Kömürleşme derecesindeki artışın, aromatik hidrokarbonların düzenli artışına bağlı olduğu da ortaya konulmuştur (Pawlik, 2009).



Şekil 2.1 Kömür rankına göre oksijen gruplarının dağılımı (Blom vd., 1957).

Kömür oluşumunun erken evrelerinde turba, bataklık bölgelerde bozunmuş bitkilerden oluşan gevşek yapıların üstüste birikmesiyle meydana gelir. Devam eden süreçte turbaların üzeri taşınma yoluyla kumtaşı, çamur ve silt gibi malzemelerle örtülerek sıcaklık ve basıncın artmasına neden olur. Zamanla bu etkiler sayesinde turba, yukarıda açıklanan süreçle, değişim geçirerek kömür haline dönüşür.

Bu dönüşümün derecesi kömür rankı olarak adlandırılır. Diğer bir değişle, kömür rankı genellikle kömürü oluşturan organik yapının kimyasal ve yapısal bozunma derecesini açıklamaktadır. Kömürdeki kimyasal ve yapısal değişimlerin hesaba katılmasıyla, bütün kömürler, Şekil 2.2'de şekilsel olarak ifade edildiği gibi, elementer karbon içeriğine göre sıralanmaktadır ve en yüksek rank (antrasit) neredeyse tamamen karbon içerirken düşük rank (linyit ya da kahverengi kömür), metamorfizmanın zayıf olduğunu göstermektedir (Wills, 1997). Uluslararası kömür sınıflandırma sistemlerinden bazıları da kömürün rankını baz almaktadır. Örneğin Çizelge 2.1'de verilen ve dünyaca kabul görmüş ASTM D388 sınıflamasında, kömürler rankına göre sınıflandırılırken, sabit karbon ve uçucu madde içeriğine göre de alt gruplar oluşturulmuştur (Green ve Perry, 1997).



Şekil 2.2 Kömürleşme süreci (Barnes vd., 1984).

Çizelge 2.1 Rankına göre kömür sınıflandırması (ASTM, 1988).

Rank	Grup	Sabit Karbon (%)	Uçucu Madde (%)	Isıl Değer (kcal/kg)
Antrasit	Meta Antrasit	98	2	
	Antrasit	92-98	2-8	
	Yarı Antrasit	86-92	8-14	
Bitümlü	Düşük Uçuculu	78-86	14-22	
	Orta Uçuculu	69-78	22-31	
	Yüksek Uçuculu-A	69	31	7773
	Yüksek Uçuculu-B			7219
	Yüksek Uçuculu-C			6386
Alt-bitümlü	Alt Bitümlü-A			5829
	Alt Bitümlü-B			5275
	Alt Bitümlü-C			4609
Linyit	Linyit-A			3498-4609
	Linyit-B			3498

Kömürün; çıplak gözle incelendiğinde litotip olarak adlandırılan farklı bantlardan, mikroskop altında incelendiğinde ise maseral olarak tanımlanan farklı kökene sahip organik maddelerden oluştuğu görülebilmektedir. Litotipler parlaklık, renk, şekil ve kalınlık gibi fiziksel özellikleriyle birbirinden ayrılabilir. Genellikle bitümlü kömürlerde gözlenen litotipler; vitren, klaren, füzen ve düren olmak üzere 4 gruba ayrılmaktadır. Görünümleri, sertlikleri, optik ve kimyasal özellikleri ile birbirinden ayrılabilen maseraller ise; vitrinit, liptinit ve inertinit olmak üzere 3 gruba ayrılmaktadır (Pawlik, 2009; Stach vd., 1982; Ward, 1984).

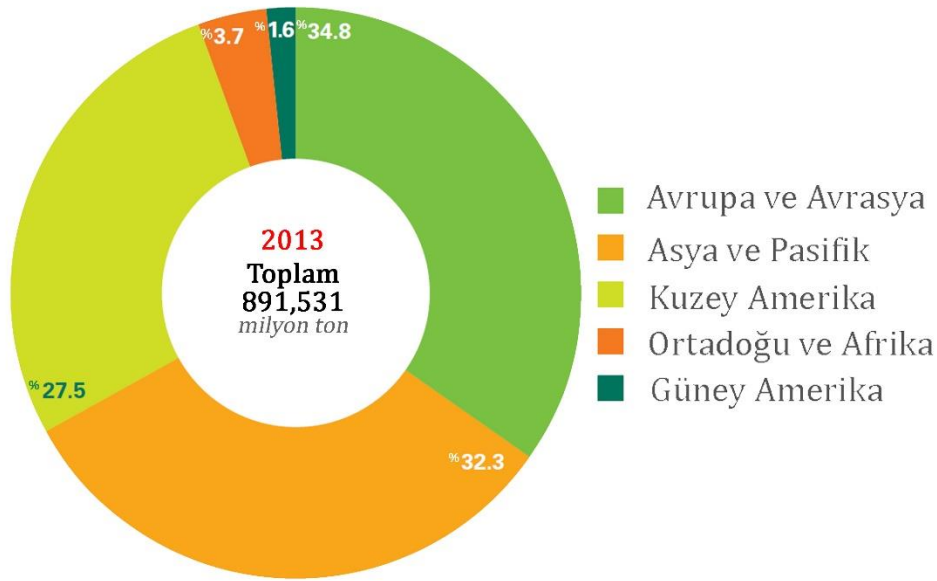
Kömürün inorganik kısmı ise genellikle silisyum, alüminyum, kalsiyum ve demir elementlerini içeren bileşiklerden oluşmaktadır. Harvey ve Ruch (1986)'un, Amerikan kömürleri üzerinde yaptığı geniş çaplı araştırmada yirminin üzerinde inorganik mineral tespit edilmiştir. Bunlardan en yaygın bulunanları; illit, kaolinit, smektit, pirit, dolomit, kalsit ve kuvars olarak gösterilmektedir. Kömürlerde rastlanan bu inorganik bileşiklerin bir kısmı, kömürün madencilik faaliyetleri ile ocaktan çıkarılması esnasında tavan/tabandan taşınmaktadır. Başka bir kısım inorganik bileşen ise kömür damarındaki kırık ve çatlaklarda biriken malzemelerden kaynaklanmaktadır. Kömürdeki inorganik safsızlıkların

son kaynağı da, maseral boyutlarında, son derece ince tanecik yapısına sahip ve organik yapı ile iç içe geçmiş bileşiklerdir (Pawlik, 2009).

2.2 Kömür Rezervleri

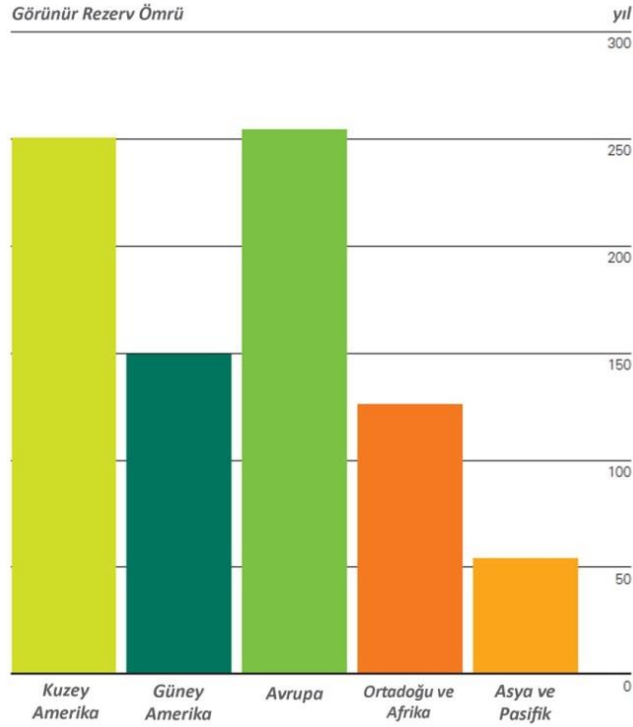
2.2.1 Dünya kömür rezervleri

Birincil enerji arzının büyük bir kısmını karşılayan kömürün Dünya toplam görünür rezervi 891 milyar tondur. Bu rezervlerin 488 milyar tonunu linyit rezervleri oluşturmaktadır. Dünya kömür rezervlerinin kıtalara göre dağılımını veren Şekil 2.3 incelendiğinde, rezervlerin yaklaşık %95'inin Avrupa, Asya ve Kuzey Amerika'da toplandığı görülmektedir (BP, 2014).



Şekil 2.3 Dünya Kömür Rezervlerinin Dağılımı (BP, 2014).

Görünür rezervleri verilmiş olan bu bölgelerdeki yıllık üretimler baz alınarak hesaplanan kömür rezervi ömürleri ise Şekil 2.4'de verilmiştir. Bu grafiğe göre, Dünya kömür rezervlerinin, tüketimi ortalama 200 yıl daha karşılayacağı öngörülmektedir. Bunun yanı sıra muhtemel ve mümkün rezervlerin potansiyeli kömürün ömrünü daha da arttıracaktır (BP, 2014).



Şekil 2.4 Bölgelere göre dünya kömür görünür rezerv ömürleri (BP, 2014).

2.2.2 Türkiye kömür rezervleri

Ülkemizin kömür rezervlerinin büyük bir çoğunluğunu linyitler oluşturmaktadır. Yüksek ranklı kömürlerimizin görünür rezerv toplamı 1,3 milyar ton iken linyitler için bu değer 13,8 milyar ton civarındadır (TKİ,2014).

Ülkemizdeki yüksek kaliteli kömür (taş kömürü) rezervlerimizin önemli bir kısmı Zonguldak havzasında bulunmaktadır ve bu havzadaki rezervin tamamı Türkiye Taş Kömürü Kurumu (TTK) tarafından işletilmektedir (TTK, 2015).

Linyit rezervlerimizin ise, önemli bir kısmı Afşin-Elbistan bölgesinde bulunurken, geriye kalan rezervler Ege ve İç Anadolu bölgeleri ağırlıklı olmak üzere bütün bölgelere dağılmış halde bulunmaktadır. Genel olarak Türkiye'deki linyit kömürü yatakları, Alp Orojenezi'nin etkisiyle oluşmuş dağ silsilelerinin arasında sıkışan çöküntü havzalarında, farklı çökelim yaşlarına sahip olarak gelişmişlerdir. Linyit kömürü rezervleri, çökelim

yaşları yanında çökelim ortamlarına (yatak şartlarına) bağlı olarak bölgelere göre de farklı kimyasal özellikler sergilemektedir (Ersin, 2006).

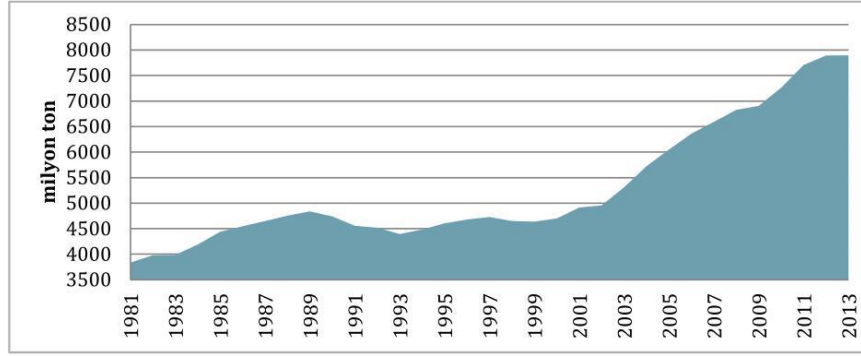
Ülkemizde, enerjide dışa bağıllığın giderek artması yanında enerjinin pahalı oluşu yerli kaynaklara daha fazla yönlendiğini gerektirmektedir. Buna bağlı olarak da linyitlerimizin; yerli bir kaynak olması ve hemen her bölgede bulunması nedeniyle enerji tüketiminde daha fazla değerlendirilmesi gerekmektedir. Bu anlayışla 2005 yılında “Linyit Rezervlerimizin Geliştirilmesi ve Yeni Sahalarda Linyit Aranması” projesi ile, Türkiye Kömür İşletmeleri (TKİ) koordinatörlüğünde arama çalışmalar hız kazanmıştır. Bu çalışmalar neticesinde; Afşin-Elbistan havzasında 1,9 milyar ton, Konya-Karapınar havzasında 1,28 milyar ton, Eskişehir-Alpu’da 275 milyon ton, Trakya havzasında 598 milyon ton ve Soma-Eynez havzasında 170 milyon ton olmak üzere toplam 4 milyar tonun üzerinde rezerv artışı sağlanmıştır (TKİ, 2009).

2.3 Kömür Üretimi

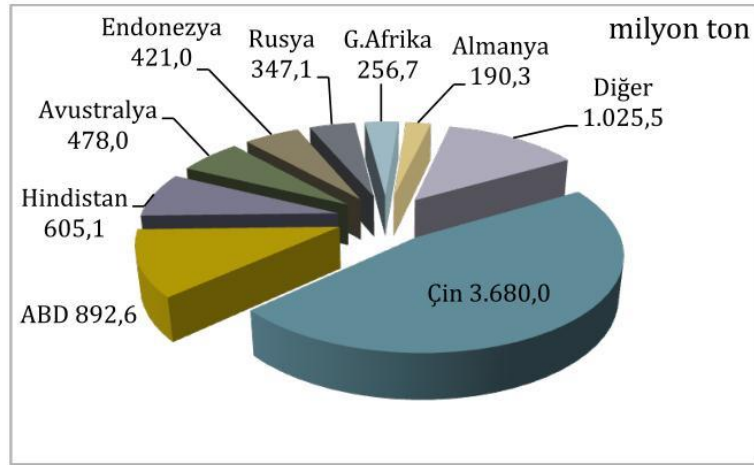
2.3.1 Dünya kömür üretimi

Dünya Kömür Birliği (World Coal Association-WCA)’nin 2013 yılı verilerine göre, birincil enerji arzının %30’unu karşılayan, elektrik üretimine %40 oranında katkı sağlayan ve çelik üretiminde %70 oranında enerji sağlayan kömürün 1981-2013 yılları arasındaki üretimini gösteren grafik Şekil 2.5’te verilmiştir (WCA, 2014; BP, 2014).

Dünya kömür üretimi son otuz yılda yaklaşık iki kat artmıştır. Kömür üretimindeki artış büyük ölçüde başta Çin olmak üzere Asya kıtasındaki elektrik enerjisi talebinden kaynaklanmaktadır. Küresel kömür üretiminin %87’sinin gerçekleştirildiği ülkelerin payları Şekil 2.6’da görülmektedir (TKİ, 2014).



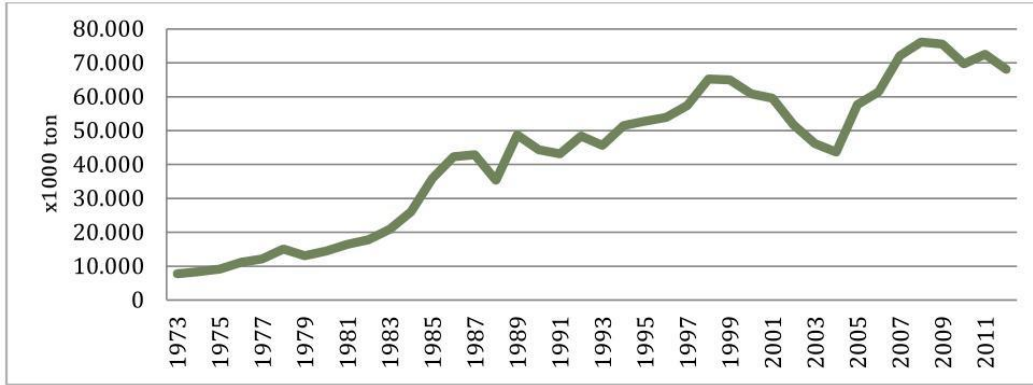
Şekil 2.5 1981-2013 yılları arasında dünya kömür üretimi (WCA, 2014).



Şekil 2.6 Ükelere göre 2013 yılı kömür üretimleri (TKİ, 2014).

2.3.2 Türkiye kömür üretimi

Ülkemizdeki linyit üretimi, özellikle 1970'li yılların başından itibaren, petrol krizine bağlı olarak elektrik üretimine yönelik yatırımların başlaması ile hızlanmıştır. 1970 yılında 5,8 milyon ton olan linyit üretimi 1998 yılında yaklaşık 65 milyon ton olarak gerçekleşmiştir. Ancak bu tarihten itibaren, özellikle doğalgaz alım anlaşmaları nedeniyle linyit üretimi sürekli azalmış, 2004 yılında 43,7 milyon ton ile en düşük seviyesini görmüştür. Bu tarihten sonra tekrar yükselen linyit üretimi, Şekil 2.7'de gösterildiği gibi 2012 yılında 68,1 milyon ton olarak gerçekleşmiştir (TKİ, 2014). Aynı yıldaki toplam satılabilir kömür üretimi; 68,1 milyon ton linyit, 2,3 milyon ton taş kömürü ve 1 milyon ton asfaltit olmak üzere bir önceki yıla göre %6,4 azalarak toplam 71,4 milyon ton olarak gerçekleşmiştir (ETBK, 2012).

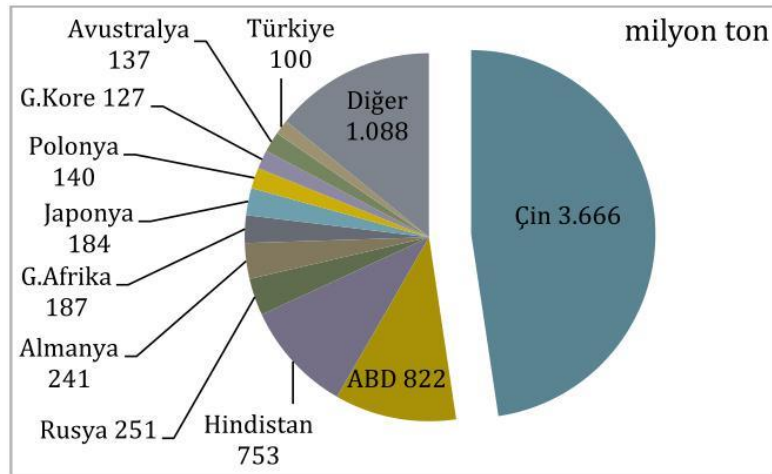


Şekil 2.7 Yıllara göre Türkiye linyit üretimi (TKİ, 2014).

2.4 Kömür Tüketimi

2.4.1 Küresel tüketim

Küresel kömür tüketimi, üretime paralel olarak son otuz yılda iki kattan fazla artmıştır. Tüketimdeki bu artış büyük oranda Çin'in 2000-2012 yılları arasında kömür tüketim artışının %174 oranında olmasından kaynaklanmaktadır (BP, 2014; TKİ, 2014). 2012 yılı ülkelere göre kömür tüketim miktarları Şekil 2.8'de grafiksel olarak verilmiştir.



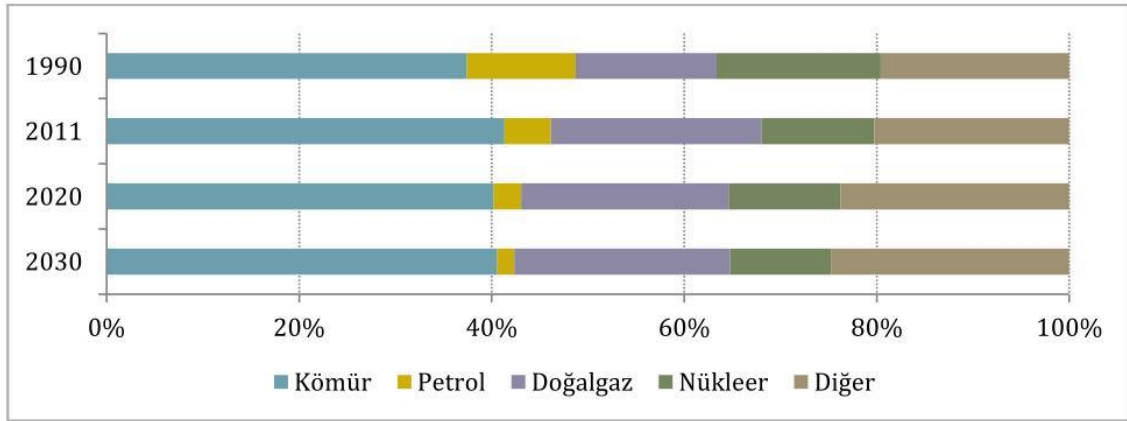
Şekil 2.8 Ünelere göre 2012 yılı kömür tüketimi (TKİ, 2014).

2012 yılı dünya kömür tüketiminin 976 milyon tonu koklaşabilir kömür ve 5,813 milyon tonu ise buhar kömürüdür. Linyit tüketimi ise toplam 976 milyon ton olmuştur. 2012

linyit tüketiminde ilk sırada 185,2 milyon ile Almanya bulunmaktadır. Bu ülkeyi sırasıyla; Rusya, Avustralya, ABD ve Türkiye takip etmektedir (TKİ, 2014).

Günümüzde küresel kömür üretiminin yaklaşık %63'ü elektrik üretimi amacıyla kullanılmakta, %27'si demir-çelik endüstrisi dâhil sanayi sektörlerinde ve geriye kalan %10'luk kısım ise ısınma amaçlı yada diğer amaçlarla tüketilmektedir (TKİ, 2014).

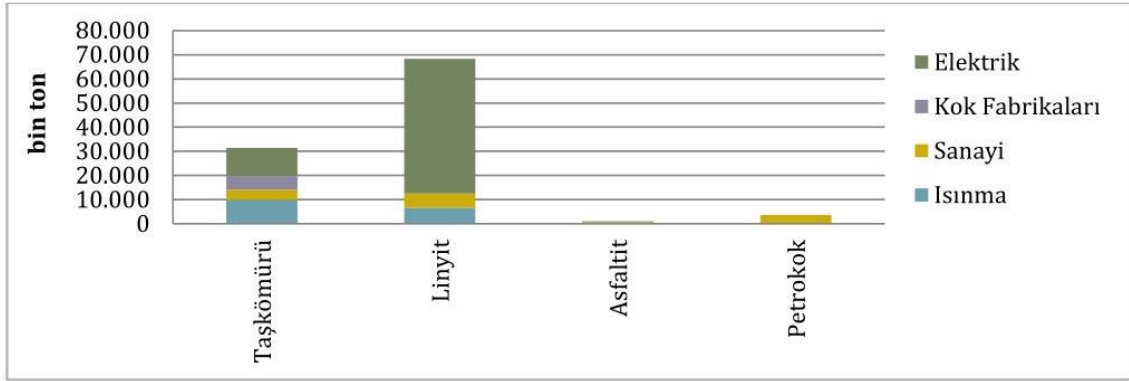
Kömür, elektrik üretimi amacıyla kullanılan yakıtlar arasında en yaygın olan yakıt türüdür. Dünya'da üretilen elektrik enerjisinin kaynaklar açısından durumuna bakıldığında; Şekil 2.9'da, 2011 yılı içerisinde toplam 22018.1 TWh elektrik enerjisi üretilmiş olup, bunun %41'lik payının kömüre ait olduğu görülmektedir (BP, 2012). Ayrıca kömürün elektrik üretimi amaçlı kullanımında, 2030 yılında payını korumaya devam edeceği öngörülmektedir (WCI, 2009).



Şekil 2.9 Küresel elektrik üretiminde kullanılan kaynakların dağılımı (BP, 2012).

2.4.2 Türkiye kömür tüketimi

Ülkemizde 2012 yılında tüketilen 100 milyon ton kömürün; 31,5 milyon tonunu taşkömürü 68,5 milyon tonunu ise linyitler oluşturmaktadır. Ülkemizdeki kömür tüketiminin sektörlere göre dağılımı ise Şekil 2.10'da verilmektedir. Grafikten de görüldüğü gibi; üretilen kömürler termik santrallerde, sanayide ve ısınma amaçlı olarak konutlarda tüketilmektedir. (TKİ, 2014).



Şekil 2.10 Kullanım yerlerine göre ülkemizde kömür tüketimi (TKİ, 2014).

Şekil 2.10’da görüldüğü gibi, ülkemiz linyitlerinin, termik santrallerde kullanımı ön plana çıkmıştır. Bunun gerekçesi ise, linyit rezervlerimizin büyük bir bölümünün kül ve kükürt oranı yüksek, ısıl değeri düşük, daha genç oluşumlar olmasıdır. Ancak, ülkemiz rezervlerinin kalitesindeki düşüklük, son yıllarda çevre duyarlılığının artışı ile elektrik enerjisi üretiminde yerli kaynakların kullanımının azaltılması yönünde bir politikaya yol açmıştır.

Enerji ve Tabii Kaynaklar Bakanlığı tarafından yayınlanan Mavi Kitap Raporu’na göre; 2011 yılı itibarıyla Türkiye’deki elektrik santrallerinin toplam kapasitesi 52911 MW’dır. Bu kurulu gücün %64’ünü termik santraller, %36’sını hidroelektrik, jeotermal ve rüzgâr enerjisi santralleri oluşturmaktadır. 2012 yılı için toplam elektrik üretiminin %43,1’i doğalgazdan sağlanırken yerli kömürün payı %15,4’te kalmaktadır; %12,1’i ise ithal kömürdür (ETKB, 2011; EÜAŞ, 2012). Hemen hemen tamamı ithal olan doğalgazın enerji üretimindeki payının bu kadar yüksek olması, ülkemizin enerji arz güvenliği açısından endişe vericidir.

18 Mayıs 2009 tarihinde yayınlanan Elektrik Enerjisi Piyasası ve Arz Güvenliği Strateji Belgesi’nde, elektrik enerjisi üretiminde yerli kaynakların payının artması hedef olarak belirlenmiştir. Bu kapsamda, 2023 yılına kadar, elektrik üretimi için yerli linyit ve taşkömürü kullanımının teşvik edilmesi ve doğalgazın elektrik enerjisi üretimindeki payının %30’un altına indirilmesi hedeflenmiştir (DPT, 2009). Uygulamada ise; 2011 ve 2012 yılları; enerji üretimindeki kaynakların payları açısından değerlendirildiğinde, linyit kullanımının düşmüş olması oldukça dikkat çekicidir (EÜAŞ, 2012). Buna gerekçe olarak da, daha önce bahsedildiği gibi, ülkemizdeki kömür rezervlerinin düşük kaliteli linyitler

olması gösterilmektedir. Oysa temiz kömür teknolojilerinin kullanılması ile düşük kaliteli linyitlerin oluşturacağı çevresel problemler kabul edilebilir sınırlara çekilebilir. Enerji arzının, tüm dünya için olduğu gibi, ülkemiz açısından da stratejik önemi olup, temiz kömür teknolojileri kullanılarak yerli kaynakların değerlendirilmesinin gerekliliği yadsınamaz.

2.5 Temiz Kömür Teknolojileri

Kömür; daha önceki bölümlerde de bahsedildiği gibi, gerek bünyesinde, gerekse de üretimi sırasında içine karışmış önemli oranda inorganik bileşen ve kükürt içermektedir. Kömür; bu safsızlıklardan dolayı üretimi sırasında ve özellikle yakılması sonucunda çevreyi kirletme potansiyeli oldukça yüksek bir enerji kaynağıdır (Reddy, 2014).

Kömür kaynaklı en ciddi kirlilikler; kömürün yakıldığında oluşan, karbon dioksit (CO_2), kükürt dioksit (SO_2) ve azot oksitler (NO_x) gibi salınım gazları ve küldür. SO_2 ve NO_x gazları, çevreye ve canlılara ciddi zararlar verebilen asit yağmuru oluşumuna sebep olurlar. Karbon dioksit gazı ise küresel ısınmanın ve ani iklim değişikliklerinin en büyük kaynağı olarak görülmektedir (Reddy, 2014). Kömür yapısındaki ve üretim sırasında karışmış inorganik bileşenlerden kaynaklanan kül ise, depolama konusunda çevresel sorunlara yol açtığı gibi yakılan birim kömür başına elde edilen enerjinin düşmesi gibi farklı olumsuz etkilere de sebep olmaktadır.

Temiz kömür teknolojileri, kömür yakma ile oluşan zararlı emisyonların ve külün en az seviyeye indirilmesini sağlayan süreçlerin tamamı olarak tanımlanmaktadır. Bu süreçler; yakma öncesi, yakma sırası, yakma sonrası ve çevrim teknolojileri olmak üzere farklı sınıflara ayrılmaktadır. Yakma sonrası kullanılan teknolojiler, ağırlıklı olarak CO_2 ve SO_x gazlarının tutulması ve depolanmasını hedefleyen uygulamaları içermektedir. Yakma sırası teknolojileri ise, kömür yakıldığında oluşan SO_x ve NO_x gazlarının oluşumunu azaltmak amacıyla uygulanmaktadır. Bu emisyonların azaltılmasında en çok uygulanan yöntem akışkan yataklı yakma teknolojisidir. Gelişen teknolojiyle birlikte günümüzde kömürden kaynaklanan SO_2 salınımının yaklaşık %90'ı bu yöntemle azaltılabilmektedir (Reddy, 2014). Kömürün yakılması öncesinde uygulanan yöntemler ise “kömür temizleme”, “kömür zenginleştirme” veya “kömür yıkama” olarak tanımlanır ve endüstriyel ölçekte “lavvar” olarak adlandırılan kömür yıkama tesislerinde gerçekleştirilir.

Kömür zenginleştirme; kömürdeki kül ve piritik kükürdün, fiziksel (yıkama), fizikokimyasal, kimyasal ve biyolojik zenginleştirme yöntemleriyle giderilmesini sağlayan teknolojilerin tamamını içerir. Kömür zenginleştirme süreçleri aynı zamanda; kurutma ve birikitleme çalışmalarını da kapsamaktadır.

Lavvarlara gelen tüvenan kömür, genellikle ilk aşamada kırma işleminden geçirilerek boyut sınıflandırılmasına tabi tutulur. Daha sonra her boyut fraksiyonu, uygun zenginleştirme yöntemi ile inorganik bileşenlerinden ayrılır. Kömürde bulunan inorganik maddelerin ortalama yoğunluğu $2,5-2,7 \text{ g/cm}^3$ arasıdayken organik kısmın yoğunluğu genellikle $1,2-1,5 \text{ g/cm}^3$ arasında değişmektedir (Pawlik, 2009). Ayırma işlemlerinde de yoğunlukla kömürün organik ve inorganik bileşenleri arasındaki bu yoğunluk farkından yararlanılır. Bazı boyut fraksiyonlarında kuru gravimetrik süreçler (havalı masa, havalı jig) kullanılabilir (Arslan, 2006). Ancak endüstride yaygın olarak kullanılan yöntem ağır ortam süreçleridir.

Ağır ortam süreçlerinde ortam genellikle ince taneli manyetit süspansiyonu ile ayarlanır. Bu süreçlerde, ortamdaki daha yoğun olan tanecikler (gang) batarken, yoğunluğu düşük olan tanecikler (temiz kömür) yüzer ve temizleme işlemi gerçekleştirilmiş olur. İri boyutlu kömürlerin temizlenmesinde ağır ortam tankları ve tamburları, daha ince boyutlarda ağır ortam siklonları kullanılmaktadır. Genel olarak ağır ortam süreçlerinin etkinliği tane boyutunun küçülmesi ile azalmaktadır. Bu süreçler ağır ortam siklonları ile birlikte $+0,5 \text{ mm}$ boyutuna kadar etkin bir şekilde kullanılmaktadır. Ancak tane boyutu $0,5 \text{ mm}$ 'nin altında olduğunda verimli bir ayırma oldukça zorlaşır. Dolayısıyla bu boyut fraksiyonu için uygulanabilecek etkin süreç flotasyon yöntemidir (Pawlik, 2009; Güney vd., 2002; Rubinstein vd., 2001; Özgen vd., 2011).

3. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

3.1 Kömür Flotasyonu

Güçlü kimyasal bağları bulunan bir mineral taneciği kırıldığında oluşan yeni yüzeylerin ıslanmaları kolay olurken, zayıf kimyasal bağlara sahip mineral taneciğinde oluşan yeni yüzeylerin su ile etkileşimi zayıf kalmaktadır. Su ile etkileşimi kuvvetli olan birinci tip mineraller hidrofilik, zayıf olan diğerleri ise hidrofobik olarak adlandırılır. Doğal hidrofobik olarak bilinen bazı mineraller doğrudan flotasyona uygunken, diğerlerinin flote edilebilmesi için yardımcı reaktiflere ihtiyaç duyulur.

Kömürün organik kısmı genellikle hidrofobiktir ve flotasyon süreçlerinde temiz kömür (konsantre) olarak değerlendirilir. İnorganik kısmın neredeyse tamamı hidrofilik özellik gösterdiği için flotasyonda atık olarak tanımlanmaktadır (Pawlik, 2009). Kömür flotasyonunun temeli, kömürdeki organik yapının seçimli olarak hava kabarcıklarına yapışmasına dayanmaktadır. Seçimlilik, taneciklerin hava kabarcığına yapışma özelliğine ve tanecik-su etkileşiminin gücüne bağlıdır.

Metalik cevherlerin zenginleştirilme süreçlerinin aksine, kömür hazırlamada kömürün ince boyutlara öğütülmesinden mümkün olduğu kadar kaçınılmaktadır. Bununla birlikte, kömür genellikle gevrek ve bu özelliğinden dolayı işlenmesi sırasında yüksek miktarda ince tanecik oluşumuna neden olur. Daha önce de belirtildiği gibi, tanecik boyutu 0,5 mm'den küçük olan ince kömürün ağır ortam ile zenginleştirilmesi oldukça verimsizdir (Laskowski , 2001)

Yapılan tahmini hesaplamalara göre; küresel boyutta üretilen kömürün %20-40'ı ağır ortam veya jig gibi fiziksel zenginleştirme süreçlerinden geçerken, ince kömürleri kapsayan az bir kısmı ise flotasyon yöntemi kullanılarak zenginleştirilmektedir (Pawlik, 2009; Jia vd., 2000). İnce boyutlu kömür kazanımı; Çin başta olmak üzere, Avustralya, ABD, Rusya, Kanada ve Hindistan'da genellikle flotasyon yöntemi kullanılarak gerçekleştirilirken, ülkemizde atık olarak depolanmaktadır (Ghosh, 2015; Kelebek vd., 2008). Bununla birlikte, ilk yatırım ve reaktif masraflarının yüksek olması, flotasyonun ekonomik açıdan uygulanabilir olmasını zorlaştırmaktadır. Kömür flotasyonu

uygulamasında karşılaşılan diğer bazı zorluklar şu şekilde sıralanabilir (Ramachandra, 2004):

- Flotasyon ile elde edilen konsantrenin kullanılabilmesi için, bu konsantrenin üçte birinin, içerdiği nemi uzaklaştırmak için harcanması gerekir. Bu sebeple flotasyon bazı durumlarda ekonomik olmaktan çıkar.
- Oksitlenmiş kömürlerin flotasyon ile kazanımında verim oldukça düşük kalacağı için, daha etkili ve maliyeti yüksek toplayıcıların kullanılması zorunludur

3.2 Kömürün Yüzey Özellikleri

Kömürlerin yüzebilirlik özelliği; rankına, oksidasyon derecesine ve içerdiği safsızlıkların türü ve miktarına göre büyük oranda değişkenlik göstermektedir. Genellikle linyit gibi düşük ranklı kömürler, flotasyon ile temizlenmesi oldukça zor olan kömür çeşitleridir. Linyit kömürlerinin zayıf yüzebilirliği çoğunlukla yüzeyinde yüksek miktarda oksijen ve bol miktarda hidrofilik fonksiyonel gruplarının bulunması ile açıklanmaktadır (Vamvuka ve Agridiotis, 2001).

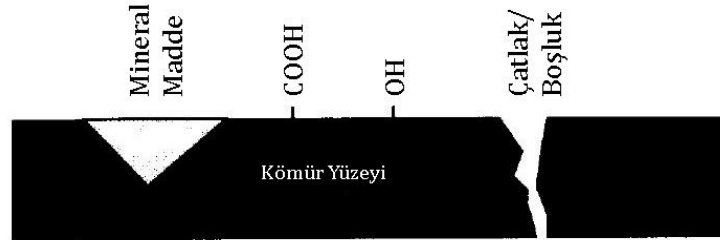
Kömürün flotasyon özelliklerinin aşağıda belirtilen maddelerle açıklandığı kabul edilir:

- Hidrokarbon yapısı
- Oksijen içeren fonksiyonel grupların çeşidi ve sayısı
- İnorganik bileşen içeriği

Kömürün organik kısmını oluşturan maseraller farklı ıslanma özelliklerine sahiptir. Temas açısı ölçümü kullanılarak farklı Amerikan kömürleri üzerinde yapılan araştırmada, maserallerin hidrofobisiteri büyükten küçüğe doğru; liptinit, vitrinit ve inertinit olarak bulunmuştur. Bunun yanı sıra mekanik ve kolon flotasyonu ile yapılan başka bir çalışmada da maserallerin hidrofobisitesinin aynı büyüklük sıralamasında olduğu görülmüştür (Polat ve Chander, 2003).

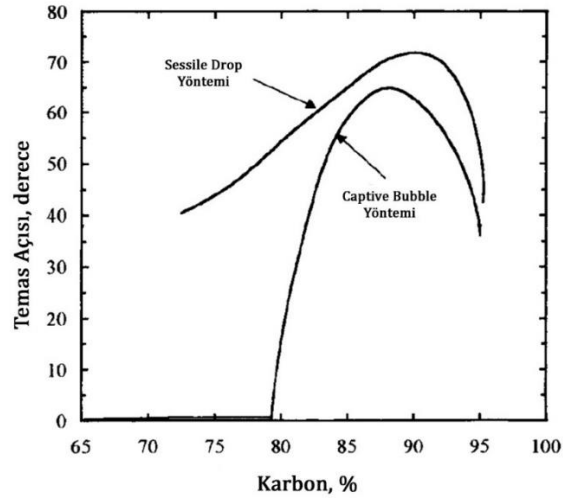
Kömür yüzeyini tanımlayan bazı yaklaşımlarda, kömür yüzeyi hidrofobik olarak kabul edilir. Ancak bu özellik yüzeydeki hidrofilik fonksiyonel gruplar ve inorganik maddeler sebebiyle değişme eğilimi gösterir. Şekil 3.1'de gösterildiği gibi, kömür yüzeyi

aynı zamanda poroz yapıda olduğundan, yüzeydeki porların su ile dolması, kömürün daha hidrofilik; hava ile dolması ise daha hidrofobik özellik kazanmasına yol açar (Laskowski, 2001).



Şekil 3.1 Kömür yüzeyi.

Islanabilirlik (wettability) ile yüzebilirlik (floatability) arasında kesin bir ilişki olmasa da, ıslanabilirlik sadece temas açısı sıfırdan büyük olan taneciklerin yüzebilmesi ile açıklandığı için, genellikle temas açısının flotasyonda yüzey özelliklerinin temelini oluşturduğu kabul edilir. Minerallerin temas açılarının ölçülmesinde; Sessile Drop, Captive Bubble gibi farklı yöntemler kullanılabilir ve ölçülen temas açısı kullanılan yöntemle göre değişebilmektedir. Ancak temas açısındaki değişme eğilimi, hangi yöntem kullanılırsa kullanılsın benzer olmaktadır. Karbon oranı düşük olan kömürlerin temas açısı düşükken, bitümlü kömürlerin hidrofobik özelliklerinden dolayı temas açısı yüksektir; ancak karbon oranı %80'in üzerine çıktığında kömürün hidrofobisitesi de oldukça düşmektedir (Laskowski, 2001). Şekil 3.2'de, temas açısı ölçümü iki farklı yöntemle yapılmış ve kömürlerde karbon oranlarına göre temas açılarındaki değişim grafiksel olarak gösterilmiştir. Şekil incelendiğinde, kullanılan yöntemle belirlenen temas açısının farklı olduğu fakat grafiklerin genel eğilimlerinin benzerliği görülmektedir. (Laskowski, 2001)



Şekil 3.2 Kömürün karbon içeriğine göre temas açısı (Rodriquez vd., 1984).

3.3 Kömür Flotasyonunda Kullanılan Reaktifler

Flotasyonda mineral taneciklerinin pülp içerisinde köpük fazına taşınmasında birçok mekanizma etkindir. Bunlar, taneciklerin hava kabarcığına seçimli olarak yapışmasını ve bazı taneciklerin de seçimlilik gözetmeksizin köpük fazına sürüklenmesini kapsar. Bunların yanı sıra, şlam olarak adlandırılan çok ince taneciklerin hidrolik sürüklenmesi, elde edilen konsantrenin kalitesini oldukça etkilemektedir (Laskowski, 2001). Flotasyonda etkin olan bu mekanizmalar doğrultusunda, yapılacak işlemin amacına yönelik farklı reaktiflere gereksinim duyulmaktadır.

Kömür; grafit, kükürt, talk ve molibden ile birlikte doğal hidrofobik mineraller sınıfında yer alır ve benzer reaktiflere gereksinim duyar. Petrol türevi yağların toplayıcı olarak kullanımı bu gruptaki minerallerin flotasyonu için karakteristik özelliğdir. Petrol türevi toplayıcıların diğer toplayıcılardan en belirgin farkı su içerisinde çözünmemesidir. Toplayıcı olarak; ayrıca, kok fırını yan ürünü de çok yaygın olmamakla birlikte kullanılmaktadır. Suda çözünen toplayıcılar, tanecik yüzeyine fiziksel veya kimyasal yolla adsorplanarak taneciğin hidrofobitesini arttırmış olur. Ancak kömür flotasyonunda kullanılan petrol türevi toplayıcılarda bu mekanizma gözlenmez. Pülp içerisinde mineral-su arayüzeyindeki yağ damlacıkları tanecik üzerinde yayılarak ince bir film tabakası oluşturur. Toplayıcının kömür taneciği üzerinde yayılması ise genellikle, taneciğin porozitesine ve yüzeyin heterojenliğine bağlıdır (Laskowski, 2001).

Kömür flotasyonunun endüstriyel uygulamalarında, suda çözünmeyen toplayıcıların şartlandırma tanklarında homojen olarak dağılmalarını sağlamak için genellikle emülsiyonlaştırıcı (emulsifier) yardımcı yüzey aktif reaktifler kullanılmaktadır (Yu vd., 1990).

Kömür flotasyonunun geçmiş uygulamalarında köpürtücü olarak kresol ve çam yağı yaygın olarak kullanılırken, bunlar yerini MIBC (methyl isobutil carbinol) gibi alifatik alkollere ve Dowfroth, Aerofroth gibi ticari kimyasallara bırakmıştır (Wills, 1997).

Bunların yanı sıra, köpüğe sürüklenme ile gelen özellikle kil gibi inceleri dağıtmak ve inorganik bileşenleri bastırmak için suda iyonlaşabilen Na_2SiO_3 (sodyum silikat) kullanılmaktadır (Naik ve Reddy, 2006).

Kömür flotasyonunda kullanılan reaktiflerin genel bir sınıflandırması Çizelge 3.1’de verilmiştir.

Bunların dışında; kömürdeki kül içeriğinin karbon içeriğine göre nispeten daha az olduğu veya kömürün oksidasyonundan dolayı hidrofobik özelliğini kaybettiği durumlarda ise, kömür ters flotasyon ile de zenginleştirilebilmektedir. Ters flotasyonun endüstriyel ölçekli bir uygulamasında, pirit yüzdürmek için ksantat, kömür bastırmak için ise ticari bir organik reaktif olan Cyanamid 633 kullanıldığı literatürde belirtilmiştir. Ancak reaktif kullanımının düz flotasyona göre çok yüksek olması sebebiyle genellikle tercih edilmemektedir (Aplan, 1977). Ayrıca, araştırmacılar tarafından yapılan deneysel çalışmalar, kömürün organik kısmını bastırmak için nişasta ve dekstrin gibi kolloidal organik maddelerin etkin olarak kullanılabileceğini ortaya koymuştur (Laskowski, 2001; Melo, 2001).

3.4 Önceki Çalışmalar

Günümüze kadar kömürün flotasyon yöntemiyle zenginleştirilmesini konu alan birçok deneysel çalışma yapılmıştır.

Çizelge 3.1 Kömür flotasyonunda kullanılan reaktif grupları (Laskowski, 2001).

Reaktif	Türü	Örnek	İşlevi
Toplayıcı	Polar olmayan	Gaz yağı, Fuel oil	Hidrofobisite arttırıcı
Köpürtücü	Yüzey aktif madde	Çam yağı, MIBC	Düzgün ve küçük hava kabarcığı oluşumunu sağlama
Yardımcı Reaktif	Emülsiyonlaştırıcı	Yağ asitleri, Alkoller vb.	Toplayıcının tanecik üzerinde yayılmasını sağlama
	Dağıtıcı/Bastırıcı	Na ₂ SiO ₃	Kil dağıtma ve inorganik mineral bastırma

Azizi vd. (2012) tarafından yapılan optimizasyon çalışmasında, bazı parametrelerin etkisi değerlendirilmiş ve en düşük küllü kömür konsantresi elde edebilmek için, 5290 g/ton toplayıcı, 78 g/ton köpürtücü ve %10 katı oranı kullanılması önerilmiştir. Naik vd. (2004)'un istatistiksel deney tasarımı kullanarak; sodyum silikat, kerosen ve MIBC reaktiflerinin flotasyona etkisini inceledikleri çalışmada, reaktif miktarlarındaki artışın verimi arttırdığı, ancak toplayıcı ve köpürtücü miktarındaki artışın konsantre külünde de artışa sebep olduğu ortaya koyulmuştur. Yine aynı araştırmacılar, kömürün doğal hidrofobik özelliğine sodyum silikatın etkisini araştırdıkları çalışmada, pülp içerisine eklenen sodyum silikat miktarının 200 g/ton olması durumunda dağıtıcı, 2000 g/ton olması durumunda ise bastırıcı etki gösterdiğini ortaya koymuşlardır (Naik ve Reddy, 2006). Öz Aksoy vd. (2014)'nın Eskişehir Mihallıççık bölgesi linyitleri üzerinde yaptıkları bir flotasyon çalışmasında, %55 kül içeren kömür numunesinden %38 yanabilir verim ile %39 kül içeren temiz kömür elde etmek için uygun flotasyon koşullarının; 4500 g/ton fuel oil, 1000 g/ton sodyum silikat ve %15 katı oranı olduğu bildirilmiştir. Dashti and Nasab (2013) tarafından, %20 kül içeren ve iri tane boyutuna sahip (d_{80} : 0,86 mm) kömür numunesi ile yapılan flotasyon deneylerinde; pervane hızı, katı oranı, köpürtücü türü (MIBC ve çam yağı) ve köpürtücü miktarının etkisi istatistiksel yöntemlerle değerlendirilmiştir. Çalışma bulguları arasından; köpürtücü cinsinin verimi etkilemediği ve pervane hızının 700 rpm'in üzerine çıktığı durumlarda verimin oldukça düştüğü vurgulanmıştır. Kelebek vd. (2008)'in Tunçbilek linyitlerinin flotasyon ile zenginleştirilmesinde DDA, kerosen ve pH faktörlerinin etkisini faktöriyel tasarım ile inceledikleri çalışmada; bütün parametrelerin seviyelerindeki

artışın, yanabilir verimin artmasını sağladığı ve pH'ın artmasına bağlı olarak DDA'nın etkinliğinin azaldığı belirtilmiştir.

Literatürdeki çalışmalarda, yaygın olarak araştırılmış diğer bir konu da oksitlenmiş veya düşük hidrofobik özellik gösteren kömürlerin flotasyonudur.

Feng ve Aldrich (2005), ultrasonik ve yüksek yoğunluklu şartlandırma olmak üzere iki farklı ön şartlandırma işleminin oksitli kömür flotasyonu üzerindeki etkisini araştırmıştır. Yapılan test sonuçlarına göre; 1800 rpm ve %50 katı oranında yapılan ön şartlandırmanın hem şlam kaplamayı engellediği hem de duraylı köpük zonu oluşumunu sağladığı bildirilmiştir. Jia vd. (2002); hidrofobitesi düşük veya oksitlenmiş linyit flotasyonu için yeni geliştirilen bir toplayıcı olan THF (tetra-hydrofurfuryl esters)'nin performansı üzerinde yürüttükleri çalışmada; bu toplayıcının düşük dozajında bile, verim açısından kerosene göre daha etkin olduğunu ancak seçimlilikleri arasında herhangi bir fark olmadığını bildirmişlerdir. Xia vd. (2012)'nin çalışmasında, oksitlenmiş kömürlerin flotasyon özelliğini arttırmak için, flotasyon öncesinde kömür toplayıcı (kerosen) ile birlikte kuru öğütme işleminden geçirilmiştir. Çalışmanın sonucunda, öğütme süresine bağlı olarak yanabilir verimin belli bir seviyeye kadar arttığı ancak 40 dk'dan daha fazla yapılan öğütmenin verimi düşürdüğü belirtilmiştir. Araştırmacıların aynı amaca yönelik başka bir çalışmasında ise, flotasyon öncesinde oksitlenmiş kömür mikrodalga enerjisi ile ön işleme tabi tutulmuştur. Mikrodalga'nın kömür yüzeyindeki -OH gruplarını giderdiği FTIR analizleriyle belirlendikten sonra, yapılan flotasyon denemelerinde yanabilir verimin arttığı belirtilmiştir (Xia vd., 2012).

Kömür flotasyonu alanında çalışan araştırmacıların ilgilendikleri diğer bir konu da mekanik flotasyon ile kolon flotasyonunun performans karşılaştırması üzerinedir.

Oh-Hyung vd. (2014) tarafından, çok ince antrasit numunesi ile yapılan çalışmada, geleneksel flotasyon hücresi ile yeni geliştirilen bir flotasyon kolonu karşılaştırılmıştır. Bu çalışmada, kolon flotasyonunun %85 verim ve %81 kül uzaklaştırma oranı ile geleneksel yöntemle göre daha etkin olduğu ortaya konulmuştur. Hacıfazlıoğlu ve Sütçü (2007)'nin, -0,13 mm tane boyutunda ve %47,5 kül içeren kömür numunesi kullanarak, mekanik flotasyon ile kolon flotasyonunun performans karşılaştırmasını yaptıkları çalışmada, her iki yöntemin en iyi koşullarında yaklaşık %80 verim elde etmişlerdir. Ancak flotasyon kolonundan elde edilen konsantrenin kül içeriği %15,6 iken, klasik yöntemden elde edilenin

%19,52 olması sebebiyle kolon flotasyonunun kömür temizlemede daha etkin olduğu sonucuna varılmıştır. Pineres ve Barraza (2011) tarafından, -0,038 mm boyutuna getirilen 4 farklı kömür üzerinde kolon flotasyonu çalışması yapılmış ve pH, hava akış hızı, köpürtücü miktarı parametrelerinin kül ve yanabilir verim üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Araştırma bulgularına göre, pH'taki artış, tanecik yüzeyindeki karboksil (-COOH), karbonil (-CO) gruplarının iyonlaşması sebebiyle iki farklı kömürde verimin düşmesine neden olurken, diğer ikisinde bu mekanizma gözlenmediği için verimde artış sağlanmıştır.

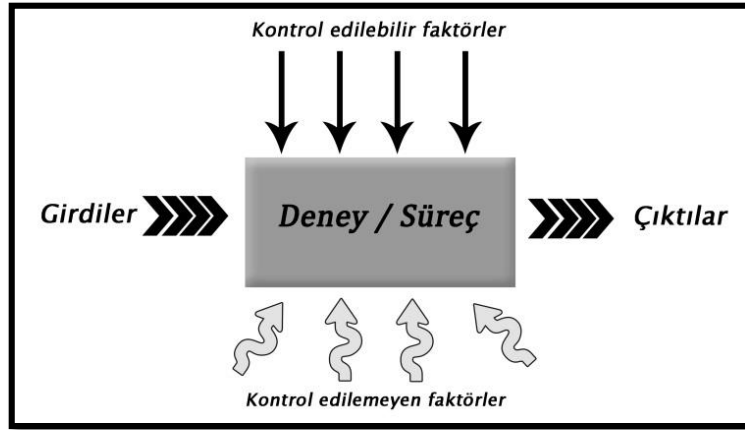
Bu çalışmalara ek olarak, Arnold ve Aplan (1986), kaolinit, illit ve bentonit gibi killerin kömür flotasyonu üzerindeki etkisini araştırmıştır. Bu çalışma sonuçlarına göre; kaolinit ve illitin, kil dağıtıcılar ile tamamen bastırılmadığı, ayrıca hidrolik sürüklenmeyle köpük zonuna geldiği ve flotasyon verimini düşürdüğü belirlenmiştir. Bentonitin ise dağıtıcı reaktifler ile bastırılmasına rağmen, şlam kaplama nedeni ile flotasyon verimini benzer şekilde düşürdüğü belirtilmiştir. Ayrıca, sadece hava akış hızı ile yapılmış farklı bir araştırma olarak Qu vd. (2012) tarafından yapılmış çalışma göze çarpmaktadır. Bu çalışmada mekanik hücre ile kömür flotasyonunda daha önce deneysel olarak araştırılmamış olan hava veriminin, köpük stabilitesi ve ayırma etkinliği ile arasındaki korelasyonlar incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre; sadece köpürtücü miktarının değiştirildiği denemelerde hava verimi ile yanabilir verim arasında güçlü korelasyon tespit edilmiştir. Sadece hava miktarının değiştiği denemelerde ise hava verimi ile konsantre kül içeriği arasında yine güçlü korelasyonun olduğu bulunmuştur.

Bu çalışmada da, düşük ranklı linyit flotasyonunda etkin parametreler istatistiksel yöntemlerle modellenmiştir. Ayrıca, çalışmada literatürden farklı olarak çekicilik fonksiyonlarından yararlanılarak koşulların optimizasyonu ve son aşamada önerilen optimum koşulların deneysel çalışması ve tahmin edilen kül ve yanabilir verim değerlerinin doğrulaması da yer almaktadır.

4. İSTATİSTİKSEL DENEY TASARIMI

Bir varsayımın ortaya konulması, doğrulanması veya araştırılması amacıyla gerçekleştirilen düzenli çalışmaların tamamı deney olarak tanımlanır (Mendenhall, 2014; Schmidt, 2014). Araştırmacılar için deneysel çalışmalar, bir sürecin nasıl çalıştığını anlamamanın bir yolu ve kullanılan bilimsel yöntemlerin bir parçasıdır (Erbaş ve Olmuş, 2006). Aynı zamanda deneysel çalışmalar bilimin merkezinde yer alan, sebep-sonuç ilişkisini belirlemek için planlanmış yaklaşımlardır (Lazic, 2004).

Süreç genellikle, bazı girdi parametrelerini, bir veya birden fazla ölçülebilir özelliğe sahip bir çıktıya dönüştüren bir sistem olarak tanımlanabilir. Bir süreç/deney ve bileşenleri genel olarak Şekil 4.1' deki gibi gösterilmektedir.



Şekil 4.1 Bir sürecin genel modeli.

Bilindiği gibi deneysel çalışmalarda çok sayıda deneme gerçekleştirilir. Bu deneyler laboratuvar ortamında, pilot ölçekte uygulama, endüstriyel uygulama ya da klinik olarak yapılabilmektedir

Deneysel çalışmalar temel olarak iki ana metot kullanılarak yürütülür (Czitrom, 1999). Bunlar;

- Klasik Yöntem
- İstatistiksel Yöntemler

4.1 Klasik Yöntem

Klasik ya da geleneksel yöntem ile yapılan deneysel çalışmalarda, her denemede bir bağımsız değişkenin değeri değiştirilir ve diğerleri sabit tutulur. Her seferde tek bir parametrenin incelenmesi sebebiyle bu yöntem literatürde “One Factor At a Time-OFAT” olarak adlandırılır (Czitrom, 1999; Frey ve Jugulum, 2006). Bu durumda her bir deneyde sadece tek parametrenin tek seviyesine ait gözlem değeri elde edilir.

Klasik yöntem ile yapılan deneysel çalışmalarda sonucu etkileyen kontrol edilemeyen faktörler hesaba katılmamaktadır. Ayrıca bu yöntem ile yapılan çalışmalarda parametreler arası etkileşim göz ardı edilmekte ve çok zaman gerektirdiği için daha pahalıya mal olmaktadır (Czitrom, 1999). Ancak, etkili veya etkisiz çok sayıda faktörün incelenmesi gerektiği sistemlerde, optimizasyon aşamasından önce hangi faktörün etkin olduğunu belirlemek için OFAT yöntemi kullanılabilir (Qu ve Wu, 2005).

Klasik yöntemin yukarıda değinilen dezavantajlarından dolayı deneysel çalışmalar genellikle istatistiksel deney tasarım yöntemleri kullanılarak gerçekleştirilmektedir.

İstatistiksel deney tasarımı, bir süreç üzerinde ilgilenilen performans göstergesine etki edebilecek kontrol edilebilir değişkenlerin değerlerini sistematik olarak değiştirerek, performansını etkileyen değişken değerlerini belirlemede kullanılan bir tekniktir (Montgomery, 2009).

İstatistiksel yöntemler birçok farklı tasarımları içermektedir. Kullanılacak tasarım ise; yapılacak çalışmanın niteliği, etkisi incelenecek faktörler, süre-bütçe gibi kısıtlamalara bağlı olarak değişmektedir.

4.2 İstatistiksel Yöntemler

İstatistiksel deney tasarımı, deneylerin planlanmasında ve bu deneylerden elde edilen verilerin objektif bir şekilde değerlendirilmesinde kullanılan etkili bir araçtır (Croarkin ve Tobias, 2015).

Deney tasarımı diğer bilimsel disiplinlere benzer ve kendine has terminoloji ve metodolojiye sahiptir. Deney tasarımının kullanılmasıyla, bir sürecin gösterdiği davranışlar hakkında bilgi toplayarak, süreç performansının iyileştirilmesine yönelik, süreci etkileyen

faktörlerin uygun seviyeleri bulunmaktadır. Özellikle, bir ürün veya sürecin kontrol edilemeyen etkenlere karşı istenilen performansı göstermesi olarak tanımlanan sağlam (robust) tasarımlar da geliştirilmiştir. Deney tasarımının amaçları aşağıdaki gibi özetlenebilir (Montgomery, 2009) :

1. Yanıt değişkenini en çok etkileyen faktörleri belirlemek,
2. Yanıt değişkenini istenilen değere taşıyan uygun faktör seviyelerini belirlemek,
3. Yanıt değişkenindeki sapmaları en aza indirecek faktör seviyelerini belirlemek,
4. Kontrol edilemeyen faktörlerin etkisini en aza indirecek faktör seviyelerini belirlemek.

4.3 İstatistiksel Deney Tasarımının Tarihsel Gelişimi

Deney tasarımı ilk olarak 1920'li yıllarda tarımda verimlilik incelemelerinde R.A. Fisher ve arkadaşları tarafından geliştirilmiştir. Deney tasarımının ilk uygulamaları tarım ve biyoloji alanlarında olmuştur. Tarım alanında, çeşitli gübre ve dozları ile iklim koşullarının, sulama düzeylerinin çeşitli ürünlere olan etkilerini belirlemek üzere uygulanmıştır (Şirvancı, 1997). Aynı yıllarda Yates, Fisher ve arkadaşları günümüzde hala kullanılan faktöriyel tasarımlar ve latin kare tasarımları gibi birçok kavram ve yöntemin kuruculuğunu yapmışlardır. Bu dönemde varyans analizi (ANOVA) ve çok etkenli tasarımlarla ilgili çalışmalar yapılmıştır. 1940'lı yıllarda ikinci dünya savaşı gerçekleşmiş ve bilimsel alanda yapılan çalışmaların yoğunluğu azalmıştır. Ancak, savaş yıllarında, uzun menzilli topların hassasiyetini arttırmak için yapılan çalışmalar istatistik bilimine katkı sağlamıştır.

İkinci dünya savaşı sonrası başlayan endüstriyel gelişim döneminde istatistik ve deney tasarımı konularına gösterilen ilgi oldukça artmıştır. Box ve Wilson (1951)'in yayınladığı bir çalışma ile yanıt değişkeninin bir fonksiyon olarak değerlendirilmesini hedefleyen Cevap Yüzeyi Yöntemleri geliştirilmiştir. Yine bu dönemde özellikle kimya ve ilaç üretimi alanlarında yeni tasarım, kavram ve yöntemler geliştirilmiştir (Anonim, 2015).

1970-1990 yılları arasında, Japon bilim adamlarının kalite kontrol ve deney tasarımı konularında kaydettikleri büyük ilerlemeler ile Toplam Kalite Yönetimi ve Sürekli Kalite Gelişimi gibi yöntemler ortaya çıkmıştır. Aynı dönemde Dr. Genichi Taguchi, ortogonal

matrisi geliştirerek sağlam (robust) parametre tasarımlarını literatüre kazandırmıştır (Anonim, 2015).

1990 yılından sonra ise deney tasarımı alanında modern çağa girilmiştir. Ekonomik gelişimin hızla artmasıyla oluşan rekabet, araştırmacılara ve mühendislere bütçe ve süre gibi kısıtlamalar getirmiştir. Bu tip kısıtlamalar dolayısıyla, endüstri ve bilim alanında istatistiksel deney tasarımı yöntemlerinin kullanımı zorunluluk haline gelmiştir.

4.4 Temel Kavramlar

Deney tasarımında, süreci etkileyen faktörlerin sistematik bir şekilde değiştirilmesiyle, sürecin sonunda elde edilen çıktılardaki değişkenlik değerlendirilmeye çalışılmaktadır.

Tasarlanan deneylerin başarısı öncelikle elde edilen verilerin doğruluğuna bağlıdır. Bu nedenle veriler toplanmadan önce, bunların ne şekilde toplanacağı, deneylerin kaç adet tekrarlanacağı gibi kararların tasarım aşamasında belirlenmesi gerekir. Ayrıca, toplanan verilerin birbirinden bağımsız olması ve istatistiksel bir yorum yapabilmek için veri sayısının yeterli olması gereklidir. İstatistiksel deney tasarımında bu iki koşulun sağlanması için kullanılan üç temel kavram vardır. Bunlar; tekrarlanabilirlik, rassallık ve bloklama.

Tekrarlama; koşulları belirlenmiş bir deneyin, aynı koşullarda birden fazla sayıda gerçekleştirilmesidir. Tekrarlama iki önemli fayda sağlar. Bu faydalardan ilki, deneylerin gerçekleştirilmesi esnasında araştırmacıların kontrol edemediği dış faktörlerin sonuç üzerindeki etkisini ölçmeye olanak tanınmasıdır. İkinci olarak da, eğer örnek ortalaması bir faktörün etkisini tahmin etmede kullanılıyor ise tekrarlama deneyi, bu etkinin tam ve doğru bir şekilde elde edilmesini sağlar. Ayrıca tekrar sayısı arttıkça istatistiksel analizin hassasiyeti de artmaktadır (Demir, 2004).

Rassallık, deney tasarımında kullanılan istatistiksel yöntemlerin temelini oluşturur. Tasarım ile koşulları belirlenmiş deneylerin belirli bir düzen içerisinde değil rastgele bir biçimde gerçekleştirilmesine rassallık denir. Burada amaç, etkisi incelenecek faktörler dışında çıktı değişkeni üzerinde etkisi olan kontrol edilemeyen faktörlerin etkisini azaltmaya çalışmaktır. Bu nedenle deneylerin rassal olarak yapılması, verilerin birbirinden bağımsız olmasını sağlar (Demir, 2004). Tasarlanan deneylerin rassallaştırılması ise genellikle

kullanılan paket programın rastgele sayı üretmesi ve bu sayıların deneylere atanması ile yapılmaktadır.

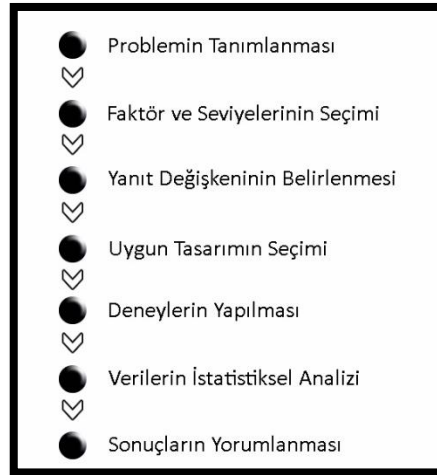
Bir deneyde toplanan verilerin homojen olarak sınıflandırıldığı her bir parçaya blok denir (Erbaş ve Olmuş, 2006). Bloklamada, her bir blok içinde yapılan deneyler kendi içinde değerlendirilmektedir. Böylece ilgilenilen faktör dışında sürece etki eden, ölçülebilir fakat kontrol edilemez faktörlerin etkisi bulunur ve ilgilenilen faktörlerden ayrı olarak değerlendirilir. Örneğin, sıcaklığın kontrol edilemeyen faktör olarak kabul edildiği bir deney sistemini ele alalım. Sıcaklığın etkisini diğer faktörlerden ayrı inceleyebilmek için, öncelikle yapılan her deney sırasında sıcaklığın ölçülerek kaydedilmesi gerekir. Analiz aşamasında her bir sıcaklık değeri için deneyler bloklanarak, sıcaklıkta gözlenen değişimin sonuçlara etkisi olup olmadığı belirlenir. Bu sayede kontrol edilemeyen faktörlerin etkisi, ilgilenilen faktörlerin etkilerinden ayrılmış olur.

İstatistiksel deney tasarımlarında en çok geçen kavramlar faktör, seviye ve yanıt değişkenidir. Burada süreç üzerinde etkisi olabilecek ve kontrol edilebilir bağımsız değişkenler “faktör”, bu değişkenlerin aldığı değerler ise “seviye” olarak adlandırılmaktadır. Seviye sayısal (numerik) veya kategorik olabilmektedir. Ayrıca, daha önce de belirtildiği gibi kontrol edilemeyen fakat süreç üzerinde etkisi olabilecek faktörlerden de bahsetmek mümkündür ki bunlar “gürültü faktörleri” olarak adlandırılmaktadır. Yanıt değişkeni ise, süreç sonunda elde edilen ve faktörlere bağlı değer alan değişkendir. Sürecin analizinde kullanılan varyans analizinden daha sonraki bölümlerde ayrıntılı olarak bahsedilmektedir.

4.5 Tasarım Aşamaları

Deney tasarımı birçok adımdan oluşan bir süreçtir. Bu sürecin şematik gösterimi Şekil 4.2’de verilmiştir.

Tasarımın uygulanmasında izlenecek yol problemin tanımlanmasıyla başlar. Bu aşamada deneyin amacı net olarak ortaya konmalıdır. Problemin detaylı olarak tanımlanması, sürecin iyi bir şekilde anlaşılmasına ve sorunun çözümüne katkı sağlar.



Şekil 4.2 Deney Tasarımı Aşamaları (Anonim, 2015).

Problem tanımlandıktan sonra, belirlenen problemin çözümünde etkisi olacağı düşünülen bütün parametreler (faktör/bağımsız değişken) ve bunların alacağı değerler (seviyeler) belirlenir.

Belirlenen parametrelerin süreç üzerindeki etkisini incelemek için süreç hakkında bilgi verecek yanıt değişkeni (bağımlı değişken) tespit edilir. Seçilen yanıt değişkeni süreci en iyi tanımlayacak ve faktör etkilerini net olarak ortaya koyacak nitelikte olmalıdır.

Etkisi incelenecek bağımsız değişkenler ve seviyeleri ile yanıt değişkeni belirlendikten sonra, problemin amacına bağlı olarak uygun olan tasarım yöntemi seçilir. Uygun tasarım seçilirken; deney sayısı, bloklama gereksinimi ve faktörler arası etkileşim gibi kriterlere dikkat edilmelidir. Eğer bir faktörün yanıt değişkeni üzerindeki etkisi seçilen diğer bir faktörün seviyelerine bağlı olarak değişiyorsa faktörler arası etkileşim söz konusudur. Belirlenen faktörler arasında bu tip bir etkileşimin olacağı öngörülüyorsa tasarım seçilirken bu kriter daha da önem kazanmaktadır.

Uygulanacak istatistiksel tasarım yöntemi seçildikten sonra, tasarıma uygun olarak ve belirli bir düzene bağlı kalmadan (rastgele sırayla) deneyler gerçekleştirilir.

Deneylerden elde edilen, yanıt değişkenine ait verilerin istatistiksel açıdan değerlendirilmesi için genellikle SAS, SPSS, MATLAB, MINITAB, DESIGN EXPERT gibi paket programlar kullanılmaktadır (Rakic vd., 2014; Dashti ve Nasab, 2012; Trinh ve Kang, 2010). Bu programlar, değerlendirme yaparken Varyans Analizi (ANOVA)

kullanarak, faktörlerin yanıt değişkeni üzerindeki etkisinin istatistiksel açıdan anlamlılığını test eder. Ayrıca faktör etkilerinin yanı sıra deneysel hataların da etkisi istatistiksel olarak belirlenmektedir. ANOVA ile yanıt değişkeni üzerinde etkin olan faktörler belirlendikten sonra, regresyon analizi ile süreci tanımlayan bir model oluşturulur. Oluşturulan model, iki seviyeli faktöriyel tasarımlarda faktörlerin doğrusal etkilerini tanımlarken, cevap yüzeyi yöntemlerinde faktörlerin hem doğrusal (linear) hem de karesel (quadratic) etkilerini tanımlayabilmektedir (Croarkin ve Tobias, 2015).

İstatistiksel analizin yapılmasından sonra, analiz sonuçları grafikler üzerinden de yorumlanarak sonuca ulaşılır. Son olarak, elde edilen sonuçların geçerliliğini sınamak için belirlenen koşullarda doğrulama deneyleri gerçekleştirilmelidir.

4.5.1 Varyans analizi

Deneylerden toplanan verilerin analiz edilip değerlendirilmesinde kullanılan temel yöntem olan varyans analizi, yanıt değişkeni üzerindeki kontrol edilebilir faktörler ve deneysel hatalardan kaynaklanan değişimleri hesaplamaktadır. (Gupta ve Parsad, 2012).

Deneylerden elde edilen verilerin varyans analizi ile değerlendirilmesinden önce, örnek ortalamaları ile ana kütle ortalaması arasında fark olup olmadığını sıyanan hipotez testleri kurulmalıdır. Bu hipotezlerden ilki H_0 hipotezi, her bir deneyden elde edilen yanıtın ($\mu_1, \mu_2, \mu_3, \dots$) ana kütle ortalaması (μ) ile arasında hiçbir farkın olmadığını kabul eder. Diğer hipotez ise H_1 olarak belirtilen alternatif hipotezdir. Bu hipotez, yanıt değişkenine ait verilerin anakütle ortalaması ile arasında bir fark olduğunu savunur (Eşitlik 4.1 ve 4.2).

$$H_0 : \mu_i = \mu_j, \forall i,j; i \neq j; i,j: 1,2,3, \dots k \quad (4.1)$$

$$H_1 : \mu_i \neq \mu_j \neq \dots \neq \mu_{i,j} \quad (4.2)$$

Bu hipotez testlerinin geçerliliği F testi kullanılarak yapılmaktadır. F testine göre; veriler üzerinden **p (olasılık) değerleri** belirlenir. Verilerden elde edilen p değerleri ile Şekil 5.3'teki grafik elde edilir. Bu grafikteki taralı alanlar, p değerlerinin minimum olduğu ve H_0 hipotezinin reddedileceği aralıktır. Bu aralık **α önem seviyesi** olarak adlandırılır (Gionet,

1963). Uygulamada önem seviyesi genellikle 0.1, 0.05, 0.01 değerleri olarak alınmaktadır. Grafikte bu aralık dışında kalan kısım ise **güven aralığı** olarak nitelendirilir. Güven aralığı da kullanılan α değerine bağlı olarak %90, %95, %99 değerlerini alabilmektedir.



Şekil 4.3 Olasılık Grafiği.

Varyans analizi ile p değerlerinin belirlenmesinde Çizelge 4.1’de görülen varyans analizi tablosu kullanılır. Tabloda en soldaki sütunda yer alan A, B, C terimleri yanıt değişkenindeki değişimden sorumlu olan ana faktörleri temsil eder. AB, AC gibi ikili terimler ise ana faktörlerin birbiriyle olan etkileşimlerinin yanıt değişkeni üzerindeki etkisini belirlemede kullanılır. Benzer şekilde ABC ise üçüncü mertebeden etkileşimi temsil etmektedir. A^2 , B^2 gibi ifadeler ise faktörlerin karesel etkilerini vermektedir.

Varyans analizi tablosundan elde edilen p değerleri, eşitlik 4.3’te verilen karar kuralına göre değerlendirilerek, değişkenlik kaynağının yanıt değişkeni üzerindeki etkisinin anlamlı olup olmadığı belirlenmektedir.

$$P < \alpha \text{ veya } F_0 > F_{tablo} \rightarrow H_0 \text{ red.} \quad (4.3)$$

Çizelge 4.1 Varyans Analizi Tablosu.

Değişkenlik Kaynağı	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	Kareler Ortalaması	F ₀	P değeri
Model	(abc-1)				
A	(a-1)	SS _A	MS _A	MS _A / MS _{Hata}	
B	(b-1)	SS _B	MS _B	MS _B / MS _{Hata}	
C	(c-1)	SS _C	MS _C	MS _C / MS _{Hata}	
AB	(a-1)(b-1)	SS _{AB}	MS _{AB}	MS _{AB} / MS _{Hata}	
AC	(a-1)(c-1)	SS _{AC}	MS _{AC}	MS _{AC} / MS _{Hata}	
BC	(b-1)(c-1)	SS _{BC}	MS _{BC}	MS _{BC} / MS _{Hata}	
ABC	(a-1)(b-1)(c-1)	SS _{ABC}	MS _{ABC}	MS _{ABC} / MS _{Hata}	
A²	(a-1)	SS _{A²}	MS _{A²}	MS _{A²} / MS _{Hata}	
B²	(b-1)	SS _{B²}	MS _{B²}	MS _{B²} / MS _{Hata}	
C²	(c-1)	SS _{C²}	MS _{C²}	MS _{C²} / MS _{Hata}	
Hata	(n-ab)	SS _{Hata}	MS _{Hata}	F _{HATA}	
Toplam	(n-1)	SS _{Toplam}			

4.6 İstatistiksel Deney Tasarım Teknikleri

4.6.1 Faktöriyel tasarımlar

4.6.1.1 Tam faktöriyel tasarımlar

Tam faktöriyel tasarımlarda etkisi incelenecek faktör ve seviyelerinin bütün kombinasyonlarında denemeler yapılmaktadır. Tam faktöriyel tasarımlarda deney sayısı (N) eşitlik (4.4) ile bulunur (Montgomery, 2009).

$$N = a^k * n \quad (4.4)$$

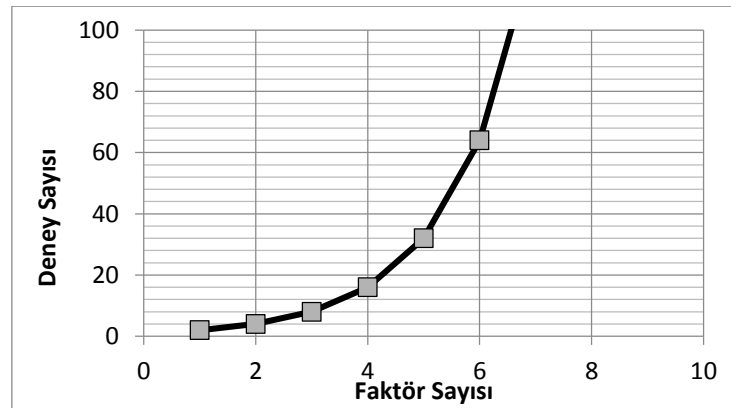
Burada a seviye, k faktör ve n ise tekrar sayısını temsil eder. Çizelge 4.2’de 2 seviyeli 4 faktör için hazırlanmış tasarım matrisi görülmektedir. Bu tasarım için olası bütün kombinasyonların sayısı $2^4=16$ ’dır. Hata teriminin hesaplanabilmesi için de bu deneyler en az 1 kez tekrarlanırsa; $16*2=32$ adet deney gerçekleştirilmesi gerekecektir.

Çizelge 4.2 2^4 Tam Faktöriyel Tasarım Matrisi.

Deney	Faktörler			
	A	B	C	D
1	-	-	-	-
2	+	-	-	-
3	-	+	-	-
4	+	+	-	-
5	-	-	+	-
6	+	-	+	-
7	-	+	+	-
8	+	+	+	-
9	-	-	-	+
10	+	-	-	+
11	-	+	-	+
12	+	+	-	+
13	-	-	+	+
14	+	-	+	+
15	-	+	+	+
16	+	+	+	+

Çizelge 4.2'deki (-) ifadesi faktörün düşük, (+) ifadesi ise yüksek seviyesini temsil etmektedir.

Tam faktöriyel deney tasarımında ilgilenilen faktörlere ait seviyelerin bütün kombinasyonlarının bulunması, deney sayısının oldukça fazla olmasına yol açmaktadır. Bu da deney maliyetini ve harcanan süreyi fazlasıyla etkiler. Ayrıca, Şekil 4.4'ten anlaşılacağı üzere tam faktöriyel deney tasarımında, etkisi incelenecek faktör sayısı arttıkça yapılacak deney sayısı da parabolik olarak artmaktadır.



Şekil 4.4 Faktör sayısı-Deney sayısı ilişkisi.

4.6.1.2 Kesirli faktöriyel tasarımlar

Mühendislikte yapılan deneysel çalışmalarda, faktörler arası etkileşimin yanıt değişkeni üzerindeki etkisi çoğu zaman istatistiksel açıdan önemsiz olacak derecede düşük kalmaktadır. Bu durum tam faktöriyel tasarımlardaki birçok deneyin gereksiz yere gerçekleştirildiği anlamına gelir. Çoğu faktör etkileşimlerinin etkisiz olduğu durumlarda genellikle Kesirli Faktöriyel Tasarımlar kullanılmaktadır. Kesirli faktöriyel tasarım, tam faktöriyel tasarımların belirli bir kısmının (kesrinin) uygulandığı tasarımlardır. Bu tür tasarımlarda gerekli deney sayısı (N) eşitlik 4.5'e göre hesaplanmaktadır. .

$$N = a^{k-p} \quad (4.5)$$

Eşitlik 4.4'teki "p" ifadesi, tam faktöriyele göre tasarımın boyutunu belirtmektedir. Örneğin, 16 deney ile gerçekleştirilen 2^4 faktöriyel tasarımının yarı kesri 2^{4-1} olarak ifade edilir.

4.6.1.3 Plackett-Burman tasarımı

Plackett Burman tasarımı çok faktörlü süreçlerde, tüm parametrelerin az sayıda deneyle taranarak etkili olan parametrelerin belirlenmesine yönelik bir tasarımdır. Plackett ve Burman (1946) tarafından yayınlanmış bir çalışma ile 11 faktörün ana etkilerinin 12 deney ile incelenebileceği ortaya konulmuştur. Ancak kesirli faktöriyel tasarımda olduğu gibi burada da ikili ve daha yüksek dereceden etkileşimlerin etkisi hesaplanamamaktadır.

4.6.1.4 Taguchi yöntemi

Taguchi yöntemi; parametre tasarımı, sistem tasarımı ve tolerans tasarımı üzerine kurulmuş bir deney tasarımı ve optimizasyon yöntemidir. En yaygın olarak, kalite güvence sistemleri kapsamında toplanan verilerin istatistiksel analizinde kullanılmaktadır. Taguchi

yöntemi, farklı parametrelerin farklı seviyeleri arasından optimum kombinasyonu saptamak adına oldukça kullanışlı bir yöntemdir (Güral, 2003).

Taguchi yöntemi, diğer yöntemlerden farklı olarak tasarım matrisinde kontrol edilemeyen faktörlere (gürültü faktörü) de yer vererek, ortam koşullarını taklit etmeye çalışır. Taguchi yöntemi ile yapılan tasarımlar, gürültü faktörlerine de yer verdiği için “Robust tasarım” olarak ifade edilmektedir. Ayrıca diğer yöntemlere göre oldukça az sayıda deney ile fazla sayıda faktörün incelenmesi mümkündür. Ancak birçok ikili ve üst dereceden etkileşimlerin etkisinin hesaplanmasında zorluklar yaşanmaktadır. Bu sebeple Taguchi yöntemi uygulanırken, tasarımın oluşturulması sırasında faktör ve seviyelerinin çok dikkatli bir şekilde seçilmesi gerekmektedir (Croarkin ve Tobias, 2015).

4.6.2 Cevap yüzey yöntemleri

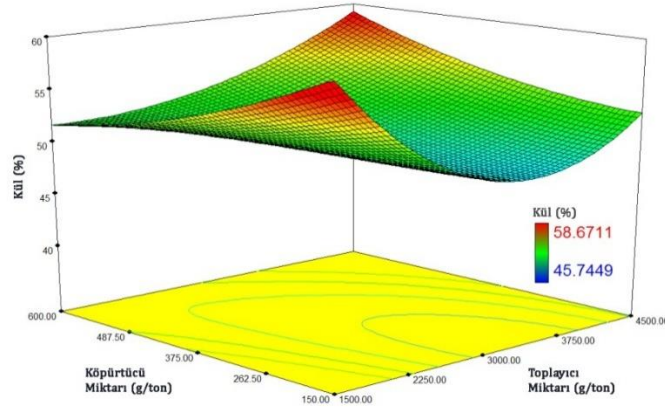
Cevap Yüzeyi Yöntemleri (Respons Surface Methodology/RSM), genellikle birden fazla yanıt değişkeninin birçok faktörden etkilendiği durumda, problemin modellenmesi ve analiz edilmesinde kullanılan matematiksel ve istatistiksel tekniklerin toplamı olarak tanımlanır (Montgomery, 2009). Örneğin, kül azaltılmasına yönelik yapılacak olan bir kömür flotasyonu çalışmasında, toplayıcı (x_1) ve köpürtücü (x_2) miktarlarının yanabilir verim üzerindeki etkisi araştırıldığında; Yanabilir verimin, bu iki parametrenin seviyelerine bağlı olduğu düşünülürse;

$$Y = f(x_1, x_2) + e \quad (4.6)$$

şeklinde bir fonksiyon elde edilir. Burada e hata terimidir. Eğer beklenen yanıt değişkeni açıklanmak istenirse;

$$E(y) = f(x_1, x_2) = \eta \quad (4.7)$$

şeklinde ifade edilir. Bu durumda $\eta = f(x_1, x_2)$ ifadesi yanıt yüzeyi olarak tanımlanır (Montgomery, 2009; Bradley, 2007). Sonuçların yorumlanmasında kullanılan “örnek bir cevap yüzeyi” Şekil 4.5’te gösterilmektedir.

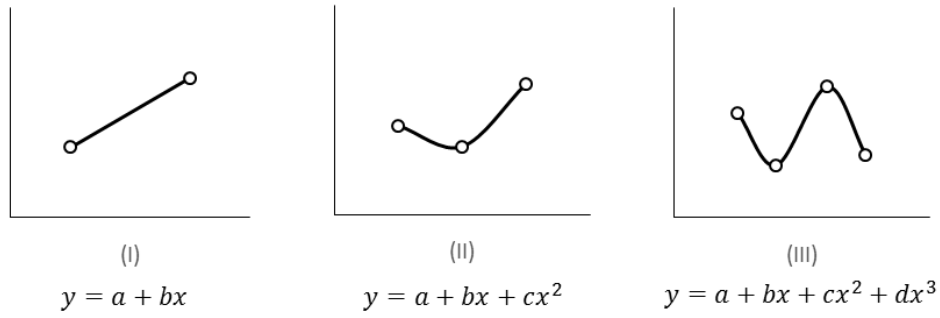


Şekil 4.5 Örnek cevap yüzeyi.

Cevap Yüzeyi Yöntemleri ile tasarlanan deneyler sonucunda, sürecin modeli olarak eşitlik 4.7'deki gibi tanımlanan genellikle ikinci dereceden polinom denklemleri (regresyon modeli) elde edilir (Montgomery, 2009; Khuri ve Mukhopadhyay, 2010; Aslan, 2007). Elde edilen modelin ikinci dereceden terimler içermesi ile faktörlerin karesel etkileri de hesaplanabilmektedir.

$$y = \beta_0 + \sum_{j=1}^k \beta_j x_j + \sum_{j=1}^k \beta_{jj} x_j^2 + \sum \sum_{i < j=2}^k \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (4.8)$$

Bu eşitlikte “y” yanıt değişkeni, “ β ” regresyon katsayıları, “x” bağımsız değişkenleri ve “ ε ” ise hata terimini ifade etmektedir. İstatistiksel deney tasarımında, etkisi incelenen faktörlerin yanıt değişkeni üzerindeki etkisi Şekil 4.6 – (I)’de gösterildiği gibi **doğrusal** olduğu durumlarda elde edilecek regresyon modeli birinci dereceden olacaktır. Cevher zenginleştirme süreçlerinde (gravite süreçleri, flotasyon vs.) ise faktörler genellikle Şekil 4.6 – (II)’de gösterildiği gibi, **karesel** etki gösterirler. Karesel etkilerin regresyon modeli ile tanımlanabilmesi için faktörlerin en az 3 farklı seviyesinde deneylerin gerçekleştirilmesi gereklidir. Şekil 4.6 – (III)’te gösterilen **kübik** etkinin tanımlanabilmesi için ise faktörün en az 4 seviyesinin denenmiş olması gerekir. Ancak kübik etki gösteren parametrelere cevher zenginleştirme çalışmalarında sık rastlanmamaktadır. RSM yöntemlerinin tamamında faktörlerin en az 3 farklı seviyesinde deneyler gerçekleştirildiği için olası bütün faktör etkilerinin (doğrusal veya karesel) tanımlanması mümkün olmaktadır.



Şekil 4.6 Faktör etki çeşitleri.

Cevap Yüzeyi yöntemlerinin kullanılmasının başka bir avantajı da sonuçların sayısal olarak optimize edilebilmesidir. Klasik yöntemlerde analiz sonuçları yorumlandıktan sonra yapılan deneylerden hangisinin yanıt değişkenini istenilen değere taşıdığı belirlenir. Ancak RSM’de Derringer ve Suich (1980) tarafından geliştirilen Çekicilik (Desirability) fonksiyonu kullanılarak, bir veya birden fazla yanıt değişkeni aynı anda optimize edilebilmektedir. Çekicilik fonksiyonu ile, RSM tasarımlarında denemesi yapılmamış faktör seviyelerine ait tahminler oluşturularak en iyi sonuca ulaşılmaktadır (Khuri ve Mukhopadhyay, 2010).

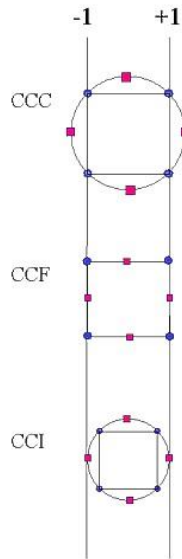
Çekicilik fonksiyonu 3 farklı amaca yönelik optimizasyon seçeneği sunmaktadır (Croarkin ve Tobias, 2015). Bunlardan ilki, yanıt değişkeninin maksimum olması istendiğinde; ikincisi, yanıt değişkeninin minimum değerde olması istendiğinde ve son olarak, yanıt değişkeninin hedef gösterilen bir değerde olması istendiğinde kullanılmaktadır. Ayrıca, birden fazla yanıt değişkeni olması durumlarında, istenilen amaçlara yönelik kullanılan fonksiyonlar birleştirilerek bileşke fonksiyonu elde edilir. Bu sayede bütün yanıt değişkenleri aynı anda optimize edilmiş olacaktır.

Literatürde en fazla kullanılan cevap yüzeyi tasarımları Merkezi Kompozit Tasarım (Central Composite Design-CCD) ve Box-Behnken Tasarımı (Box-Behnken Design-BBD)’dir. İlerleyen bölümlerde bu tasarımlar detaylı olarak incelenmiştir.

4.6.2.1 Merkezi Kompozit Tasarım (CCD)

Faktöriyel tasarımlara deney sayısı açısından etkili bir alternatif olan CCD, daha az sayıda deney ile daha fazla bilgi elde edilmesini sağlamaktadır (Aslan, 2007). CCD tasarımını diğerlerinden ayıran en önemli özellik, α (alfa) değeri olarak ifade edilen aksel noktaların kullanılmasıdır (Jensen, 1995). Aksel noktalar, her faktör için düşük ve yüksek olmak üzere fazladan 2 seviyede deney gerektirir. Bu durumda, faktörlerin genellikle 5 seviyede denenmesiyle, bir önceki bölümde bahsedilen karesel etkinin net olarak ifade edilmesi sağlanır. Alfa terimi, istenilen tasarım özelliklerine ve faktör sayısına göre farklı değerler almaktadır (Croarkin ve Tobias, 2015).

Standart bir CCD matrisinin grafiksel ifadesi Şekil 4.7’de CCC olarak gösterilmektedir. Bu tasarımda daire üzerinde bulunan aksel noktaların merkezden uzaklığı uygulayıcının tercihine ve faktör sayısına göre değişiklik göstermektedir. Standart CCD matrisi (CCC) dairesel simetriye sahiptir. Ayrıca bu tasarımlarda faktörlerin 5 seviyesine ihtiyaç duyulmaktadır. Aksel noktaların faktörlerin düşük (-1) ve yüksek (+1) noktaları ile aynı düzeyde olduğu tasarımlar ise CCF olarak adlandırılırlar. Bu tasarımlar genellikle faktörlerin 5 seviyeye uygun olmadığı durumlarda kullanılmaktadır. Faktör seviyelerinin dar aralıkta değerlendirilmesi gerektiği durumlarda ise aksel noktalar faktörlerin düşük ve yüksek seviyeleri arasında seçilerek Şekil 4.7’de CCI olarak gösterilen tasarımlar kullanılmaktadır (Croarkin ve Tobias, 2015).



Şekil 4.7 Alfa değerine göre CCD türleri.

Eksenel noktaları belirlemede kullanılan α değerinin seçiminde birçok yöntem bulunmaktadır. Alfa değeri genel olarak eşitlik 4.9 ile hesaplanır (Croarkin ve Tobias, 2015; Myers, 1971):

$$\alpha = F^{\frac{1}{4}}; \quad F = 2^k \quad (4.9)$$

Burada F; CCD yönteminde faktöriyel noktaların sayısını, k ise faktör sayısını ifade etmektedir. Başka bir hesaplama yöntemi de şu şekildedir :

$$\alpha = \left(Q * \frac{F}{4} \right)^{\frac{1}{4}} \quad (4.10)$$

$$Q = \left(\sqrt{(F + T)} - \sqrt{F} \right)^2 \quad (4.11)$$

$$T = 2k + n_0 \quad (4.12)$$

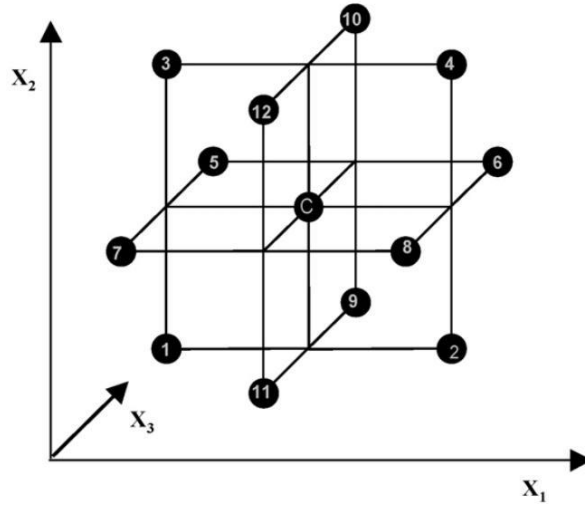
Eşitlik 4.11 ve 4.12’de T; faktöriyel noktalar dışındaki tasarım noktalarını tanımlamaktadır. n_0 ise orta nokta tekrar sayısını ifade eder. Bu formüle göre örneğin; 4 faktörlü 6 orta nokta tekrar deneyli bir CCD tasarımı oluşturulmak istendiğinde $\alpha = 1,72$ değeri kullanılacaktır. Alfa’nın bu formüle göre belirlenmesi durumunda oluşacak tasarım ortogonal tasarım olarak adlandırılmaktadır (Myers, 1971).

CCD için gerçekleştirilecek deney sayısı ise eşitlik 4.13 ile hesaplanabilmektedir.

$$N = 2^k + 2k + n_0 \quad (4.13)$$

4.6.2.2 Box-Behnken Tasarımı

BBD, 3 seviyeli faktöriyel tasarımlardan türetilen bir RSM yöntemidir. Box-Behnken tasarımlarının kullanılması için etkisi incelenecek parametre sayısı en az 3 olmalıdır. 3 faktör için BBD'nin grafiksel gösterimi Şekil 4.9'da verilmiştir (Ferreira vd., 2007).



Şekil 4.8 Üç faktörlü Box-Behnken tasarımı.

Box-Behnken tasarımında gerekli deney sayısının hesaplanmasında eşitlik 4.14 kullanılmaktadır (Ferreira vd., 2007) :

$$N = 2k(k - 1) + n_0 \quad (4.14)$$

BBD yönteminin en önemli dezavantajı, Şekil 4.8'den de görüldüğü gibi, gerçekleştirilen deneylerin genellikle faktörlerin orta seviyelerinde olmasıdır. Düşük (-1) ve yüksek (+1) seviyelerde az sayıda deneyin gerçekleştirilmesi, optimizasyon aşamasında bu bölgelere ait tahminlerin başarısını düşürmektedir (Croarkin ve Tobias, 2015).

5. MATERYAL ve YÖNTEM

Bu çalışma, istatistiksel deney tasarım yöntemlerinden faydalanılarak, düşük ranklı Çayırhan Bölgesi linyitlerinde flotasyon koşullarının optimizasyonu çalışmasıdır. Çalışmada, bir Cevap Yüzeyi Yöntemi olan Merkezi Birleşik Tasarım (CCD) kullanılarak bazı parametrelerin kül ve yanabilir verim üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Tasarım çalışmalarına başlamadan önce, flotasyonda etkisi olduğu düşünülen parametrelerin seviye aralıklarını belirleyebilmek için ön denemeler gerçekleştirilmiştir. Kullanılan linyit numunesi, flotasyon, ön denemeler ve sistematik deneylerin tasarımlarında yararlanılan yöntem ayrı başlıklar halinde verilmiştir.

5.1 Materyal

Deneylerde kullanılan kömür numuneleri Ankara Nallıhan'da faaliyetlerini sürdüren Park Teknik A.Ş.'nin henüz hazırlık aşamasındaki sahalarından alınmıştır. Numuneler, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Maden Mühendisliği Bölümü Cevher Hazırlama Laboratuvarı'na, işletme tarafından getirilmiştir.

Tüvenan kömür, havada kuru hale getirilerek çıkış açıklığı 10 mm olan tek mafsallı çeneli kırıcı ile kırılmıştır. Malzeme daha sonra, ESOGÜ-BAP¹ Komisyonu desteği ile yürütülen bir proje² kapsamında da değerlendirilmek üzere farklı boyut fraksiyonlarına ayrılmıştır. Tüvenan cevherin boyut fraksiyonlarına ait analiz sonuçları Çizelge 5.1'de verilmiştir. +0,600, -0,600+300 ve -0,300+0,106 mm boyut fraksiyonları proje kapsamında gravite süreçleriyle zenginleştirme çalışmalarına tabii tutulacaktır. Bu çalışmada -0,106+0,038 mm tane boyutundaki malzeme kullanılmıştır.

¹ Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri

² Proje : Çayırhan Bölgesi Linyitlerinin Fiziksel, Fizikokimyasal ve Biyolojik Yöntemlerle Temizlenebilirliğinin Araştırılması, Proje No: 2013-206

Çizelge 5.1 Numunenin tane boyut, kül ve kükürt dağılımı.

Boyut Fraksiyonu (mm)	Ağırlık (%)	Kül (%)	Kükürt (%)
+0,600	68,25	59,88	4,37
-0,600+0,300	5,74	60,31	4,49
-0,300+0,106	5,11	74,87	3,15
-0,106+0,038	5,91	87,46	2,67
-0,038	14,99	89,31	2,83
Tüvenan	100	66,71	3,98

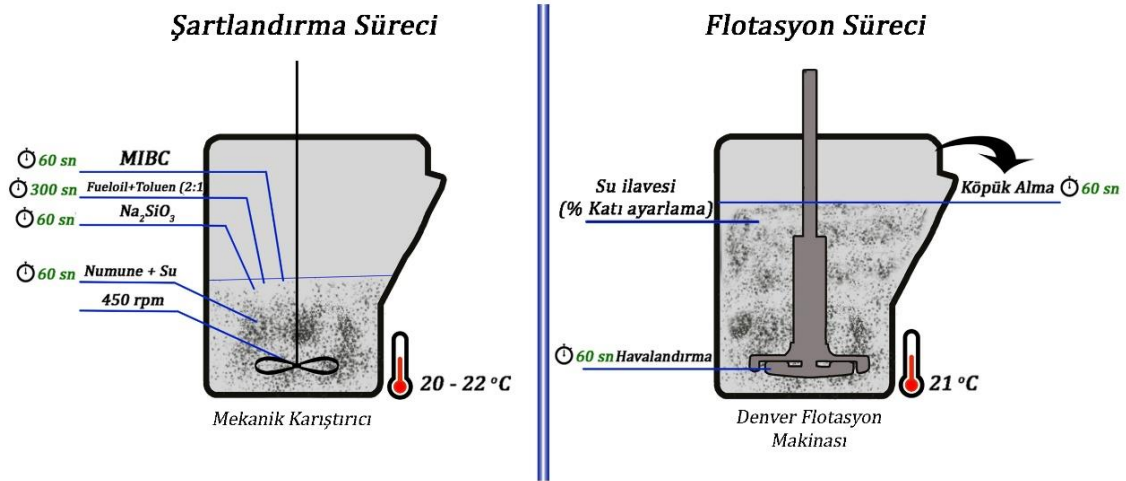
5.2 Yöntem

Kül yapıcı bileşenlerin temizlenmesi için, boyut fraksiyonuna en uygun yöntem olan flotasyon uygulanmıştır. Deneylein istatistiksel tasarıma göre gerçekleştirilebilmesi için, etkisi olduğu düşünölen deęişkenler ve bunların seviyeleri ise ön denemeler ile bulunmuştur. Ön denemeler ve istatistiksel çalışmalar ilerleyen bölümlerde detaylı olarak incelenmektedir.

5.2.1 Flotasyon

Flotasyon deneyleri, Maden Mühendislięi Bölümü Cevher Hazırlama Laboratuvarı'nda bulunan Denver D-12 marka flotasyon makinası ile gerçekleştirilmiştir. Flotasyon çalışmalarında bastırıcı ve kil dağıtıcı reaktif olarak sodyum silikat, toplayıcı olarak sanayi tipi fuel oil, kerosen ve Philflo (Chevron Philips Co.), emülsiyonlaştırıcı reaktif olarak toluen, ve köpürtücü olarak da çam yaęı ve MIBC kullanılmıştır.

Flotasyon çalışmalarında şartlandırma sürecinin daha verimli olması için, bütün reaktif şartlandırmaları mekanik karıştırıcı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Şartlandırma süreleri; numunenin tamamen ıslanmasını sağlamak için 60 sn, bastırıcı reaktif için 90 sn, toplayıcı-toluen karışımı için 300 sn ve son olarak da köpürtücü için 60 sn olarak belirlenmiştir. Deney seti Şekil 5.1'de verilmiştir.



Şekil 5.1 Flotasyon deney seti.

Deneylemlerden elde edilen konsantre ve atık ürünler, filtre kağıdı kullanılarak vakum filtrede susuzlandırıldıktan sonra kurutulmuştur. Yanabilir verimlerin hesaplanması için; kurutulan numunelerin tartımları alınmıştır. Deney sonucu alınan ürünlerin kül içeriği, ASTM D3174-12 standardına uygun kül analizi ile belirlenmiştir. Her bir deneye ait yanabilir verim değerleri ise eşitlik (5.1)'e göre hesaplanmıştır.

$$\%Y.Verim = (m_K * (100 - K_K)) / ((100 - K_B)) \quad (5.1)$$

Bu eşitlikte m_K ; konsantrenin beslemeye göre ağırlıkça yüzdesi, K_K ; konsantrenin kül yüzdesi ve K_B ise beslemenin kül yüzdesidir.

5.2.2 Ön denemeler

Flotasyon, çok sayıda parametrenin etkili olduğu karmaşık bir süreçtir. Flotasyon performansını etkileyen bu parametrelerin, linyit flotasyon konsantresinin kül ve yanabilir verimi üzerindeki etkileri farklıdır. Literatür bilgisi, önceki tecrübeler ve teknik sınırlamalardan dolayı bazı parametrelerin etkisi oldukça düşük olup, model oluşturma başlangıcında bu parametreler elimine edilebilir. Önemli ölçüde etkin parametrelerin ve

bunlara ait seviye aralığının belirlenmesi ve oluşturulacak ampirik modellerde parametrelerin etkilerinin doğrusal veya doğrusal olmadığının tahmin edilebilmesi için sistematik çalışmalara geçmeden önce ön denemeler yapılmıştır.

Linyit flotasyonunda konsantreye ait kül ve yanabilir verimi etkileyen parametreler:

- » Tane Boyutu » Bastırıcı Cinsi » Bastırıcı Miktarı » Katı Oranı
- » Karıştırma Hızı » Toplayıcı Cinsi » Toplayıcı Miktarı » Hava Akış Hızı
- » Sıcaklık » Köpürtücü Cinsi » Köpürtücü Miktarı » Flotasyon Süresi
- » pH

olarak sıralanabilir.

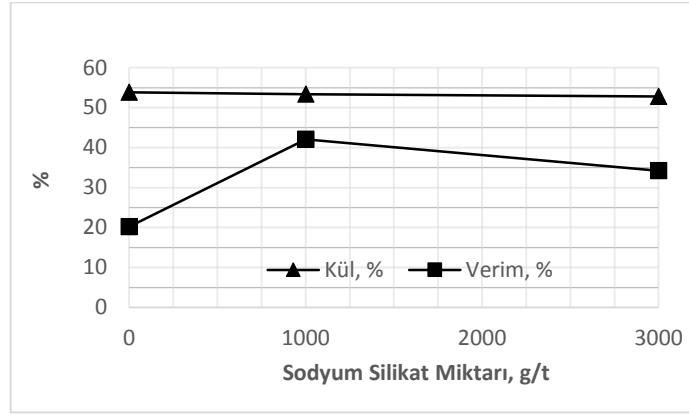
Bu parametrelerden tane boyutu, daha önce de belirtildiği gibi proje kapsamında flotsayonda değerlendirilecek olan -0,106+0,038 mm olarak seçilmiştir. Toplayıcı olarak kullanılan petrol türevi kimyasal maddelerin viskozitesinin ortam sıcaklığına göre değişkenlik göstermesi sebebiyle, deneylerde sıcaklık 21-22°C’de sabit tutulmuştur. Bunun yanı sıra, doğal hidrofobik minerallerde genel olarak uygulanan şekilde ortam pH’ı doğal seviyesinde tutulmuştur. Ayrıca, literatürden ve daha önce bölümümüz laboratuvarlarında yapılmış çalışmalardan elde edilen tecrübelerle göre bastırıcı olarak sadece sodyum silikat kullanılmış ve karıştırma hızı 1250 rpm’de sabit tutulmuştur. Bu bilgilere göre, deneylerde sabit tutulan parametreler, seviyeleri ile birlikte Çizelge 5.2’de verilmektedir.

Çizelge 5.2 Deneylerde seviyesi sabit tutulan parametreler.

Değişken	Seviye
Tane Boyutu (mm)	-0,106+0,038
Bastırıcı Cinsi	Sodyum Silikat
Karıştırma Hızı (rpm)	1250
Sıcaklık (°C)	21°C
pH	Doğal

Flotasyonda etkin olduğu düşünülen diğer parametrelerin seviye aralıkları ve etki türleri (doğrusal/karesel) ise klasik yöntem (OFAT) ile yapılan deneysel çalışmalarla belirlenmiştir. Yapılan deneylerde etkisi incelenecek bağımsız değişken dışındaki diğer değişkenlerin seviyeleri sabit tutulmuş ve bağımlı değişkenlerin (Kül: Y₁, Yanabilir Verim Y₂) üzerindeki etkisi grafiksel olarak ifade edilmiştir.

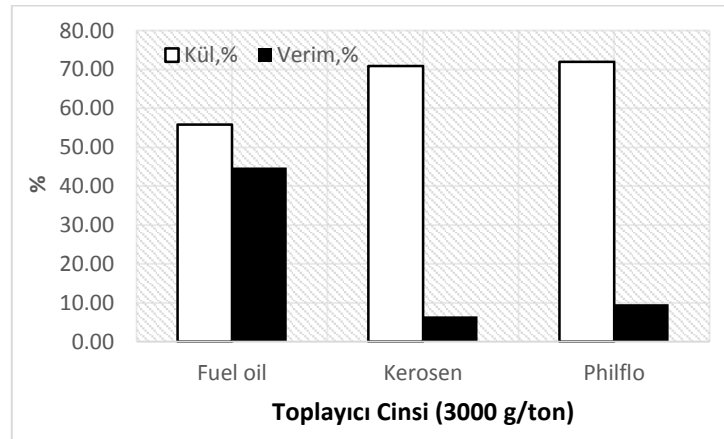
Bastırıcı olarak kullanılan sodyum silikat miktarının kül ve yanabilir verim üzerindeki etkisi Şekil 5.2’de verilmektedir.



Şekil 5.2 Bastırıcı miktarının kül ve yanabilir verime etkisi.

Şekil 5.2’ye göre, sodyum silikat miktarındaki artış külde değişime yol açmamışken, 1000 g/ton değerinde en yüksek yanabilir verime ulaşılmıştır. Bu miktarın altında veya üstünde yanabilir verim oldukça düşmektedir. Bu sebeple yapılan sistematik deneylerde sodyum silikat miktarının 1000 g/t’da sabit tutulmasına karar verilmiştir.

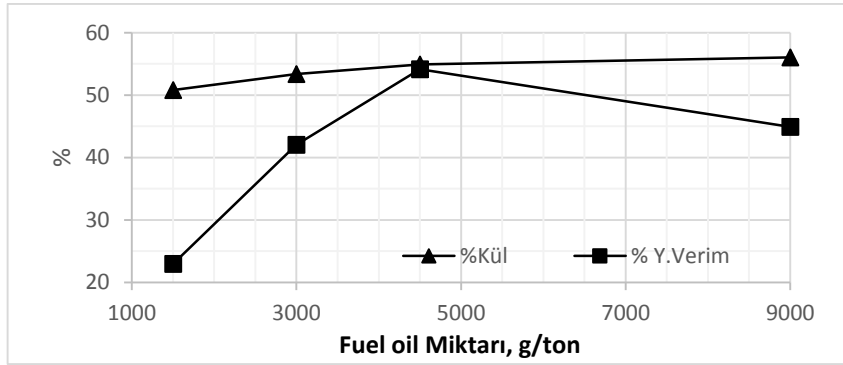
Kullanılacak toplayıcıyı belirleme aşamasında kerosen, fueloil ve philflo denenmiştir. Şekil 5.3’de, toplayıcıyı belirlemek için yapılan denemelerden elde edilen sonuçlar grafiksel olarak gösterilmektedir.



Şekil 5.3 Toplayıcı cinsinin kül ve yanabilir verim üzerindeki etkisi.

Elde edilen sonuçlara göre, hem kül hem de yanabilir verim açısından fuel oilin kullanılmasına karar verilmiştir.

Sistematik deneylerde kullanılacak Fuel oil miktarının kül ve yanabilir verim üzerindeki etkisi Şekil 5.4'te verilmiştir.



Şekil 5.4 Fuel oil miktarının kül ve yanabilir verim üzerindeki etkisi.

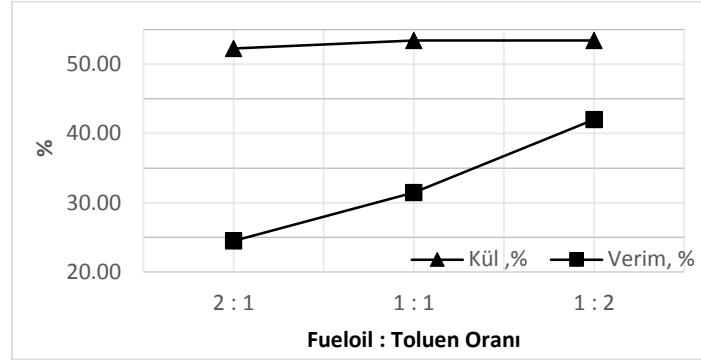
Şekil 5.4'den de görüldüğü gibi, fuel oilin 4500 g/ton seviyesinin üzerine çıkması durumunda, her iki yanıt değişkeni de olumsuz etkilenmektedir. Bu seviyenin altındaki değerler optimum noktayı içerdiğinden, fuel oil miktarının yaklaşık 1000-5000 g/ton arasındaki değerleri istatistiksel tasarımda tekrar incelenecektir. Bunun yanı sıra grafiğe göre, toplayıcı miktarının kül ile ilişkisi zayıf doğrusal (A), yanabilir verim ile ilişkisi ise doğrusal (A) ve karesel (A^2) olabileceği düşünülmektedir. Bu durumda oluşturulacak ampirik modellerin eşitlik 5.2 ve 5.3'te verildiği gibi olması beklenmektedir.

$$Y_1 = a_1 + b_1A \quad (5.2)$$

$$Y_2 = a_2 + b_2A + c_2A^2 \quad (5.3)$$

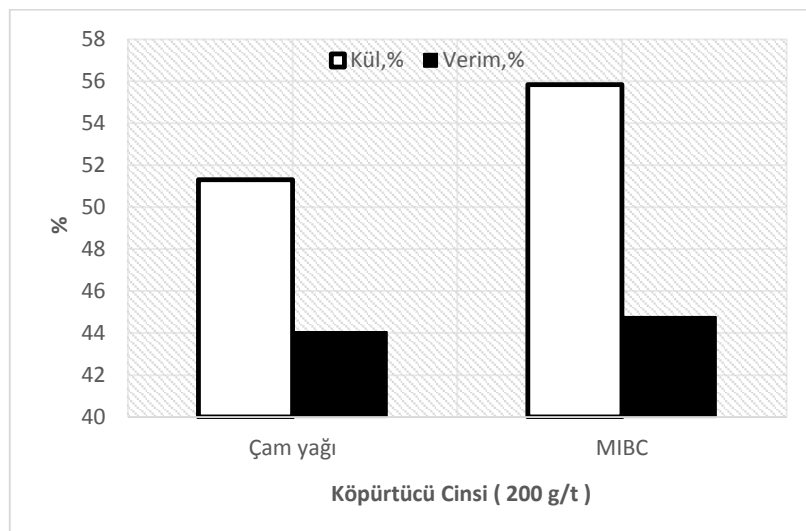
Viskozitesi oldukça yüksek olan fuel-oilin pülp içerisinde homojen dağılabilmesi için toluen ile karıştırılmıştır. Ancak, daha öncesinde, linyitin doğal hidrofobik özelliğini incelemek üzere toplayıcı kullanılmadan deneme yapılmış ve stabil bir köpük zonu elde edilmemiştir. Ayrıca, organik bir madde olan tolüenin toplayıcı gibi davranıp davranmadığı incelenmiştir. Bu amaçla, toplayıcı yerine 1000 g/ton toluenin kullanıldığı deneme sonunda, dikkate değer seçimlilikte verimli bir zenginleşme gözlenmemiştir. Daha sonra, Fuel oil / Toluen (g/ml) oranı; 2/1, 1/1 ve 1/2 oranlarında kullanılmıştır. Bu oranlar kül açısından

belirgin bir fark yaratmasa da, yanabilir verim toluen miktarına bağı olarak artmıştır. Bu sebeple Fuel oil / Toluen oranı 1/2 olarak seçilmiştir. Denemelerden elde edilen sonuçlar Şekil 5.5’de grafiksel olarak verilmektedir.



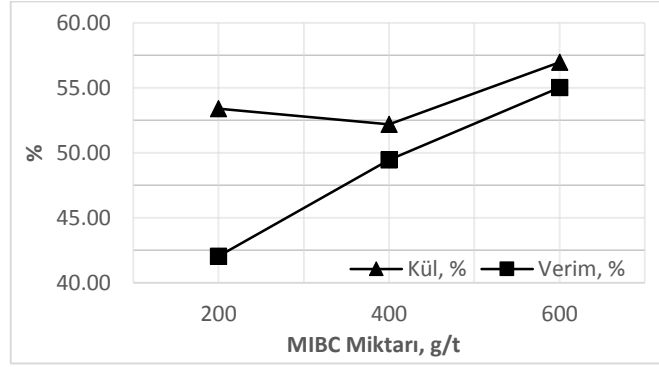
Şekil 5.5 Fuel-oil / Toluen oranının kül ve yanabilir verim üzerindeki etkisi.

Köpürtücü türlerinden Çam yağı ve MIBC, hem kül hem de verim açısından karşılaştırılmıştır. Deneylerden elde edilen konsantre ürünlerin kül değerleri birbirine yakınken, yanabilir verim MIBC’nin kullanıldığı deneyde daha yüksek çıkmıştır. Bu sebeple sistematik çalışmalar için MIBC tercih edilmiştir (Şekil 5.6).



Şekil 5.6 Köpürtücü cinsinin kül ve yanabilir verim üzerindeki etkisi.

MIBC miktarını belirlemek için 200, 400 ve 600 g/ton miktarlarında 3 deneme gerçekleştirilmiştir. Denemelerden elde edilen sonuçlar kül ve yanabilir verim için Şekil 5.7’de grafiksel olarak verilmektedir.



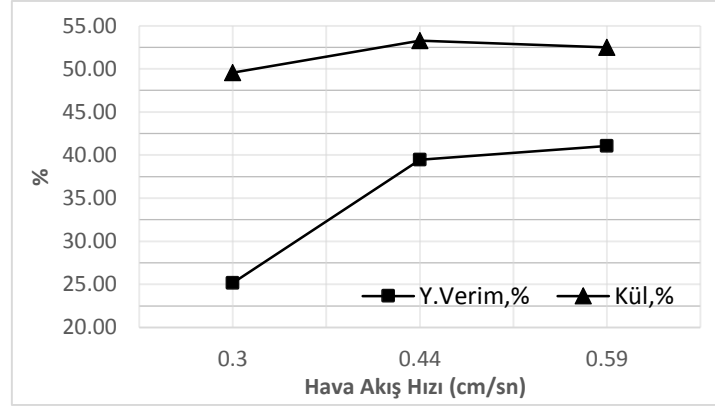
Şekil 5.7 MIBC miktarının kül ve yanabilir verim üzerindeki etkisi.

Şekil 5.7 kül açısından değerlendirildiğinde, köpürtücü miktarının 200 g/ton’dan 400 g/ton’a çıkması ile külün azaldığı ancak 600 g/ton değerine çıktığında külün oldukça arttığı söylenebilir. Buna göre köpürtücü miktarı ile kül arasında hem doğrusal (B) hem de karesel (B^2) ilişkinin olduğu düşünülmektedir. Yanabilir verim ile arasında ise kuvvetli bir doğrusal (B) ilişki söz konusudur. Bu durumda Eşitlik 5.2 ve 5.3’de verilen ampirik modeller eşitlik 5.4 ve 5.5’deki gibi geliştirilmiştir. Eşitlik 5.4 ve 5.5’de ilave edilen terimler koyu olarak yazılmıştır.

$$Y_1 = a_1 + b_1A + c_1B + d_1B^2 \quad (5.4)$$

$$Y_2 = a_2 + b_2A + c_2A^2 + d_2B \quad (5.5)$$

Flotasyon süresince kullanılacak hava akış hızının (D) kül ve yanabilir verim üzerindeki etkisi Şekil 5.8’de verilmiştir.



Şekil 5.8 Hava akış hızının yanabilir verim üzerindeki etkisi.

Hava akış hızındaki artışın külü sınırlı oranda etkilediği ancak yanabilir verim üzerinde oldukça etkili olduğu görülmektedir. Şekil 5.8'e göre, hava akış hızı ile kül arasındaki ilişkinin zayıf doğrusal (D) ve zayıf karesel (D^2), yanabilir verim ile arasındaki ilişkinin ise doğrusal (D) ve zayıf karesel (D^2) olduğu belirlenmiştir. Bu değerlendirme sonucunda kül ve yanabilir verim için oluşturulacak ve eşitlik 5.4 ve 5.5'de verilen ampirik modeller sırasıyla eşitlik 5.6 ve 5.7'deki gibi tekrar düzenlenmiştir.

$$Y_1 = a_1 + b_1A + c_1B + d_1B^2 + e_1D + f_1D^2 \quad (5.6)$$

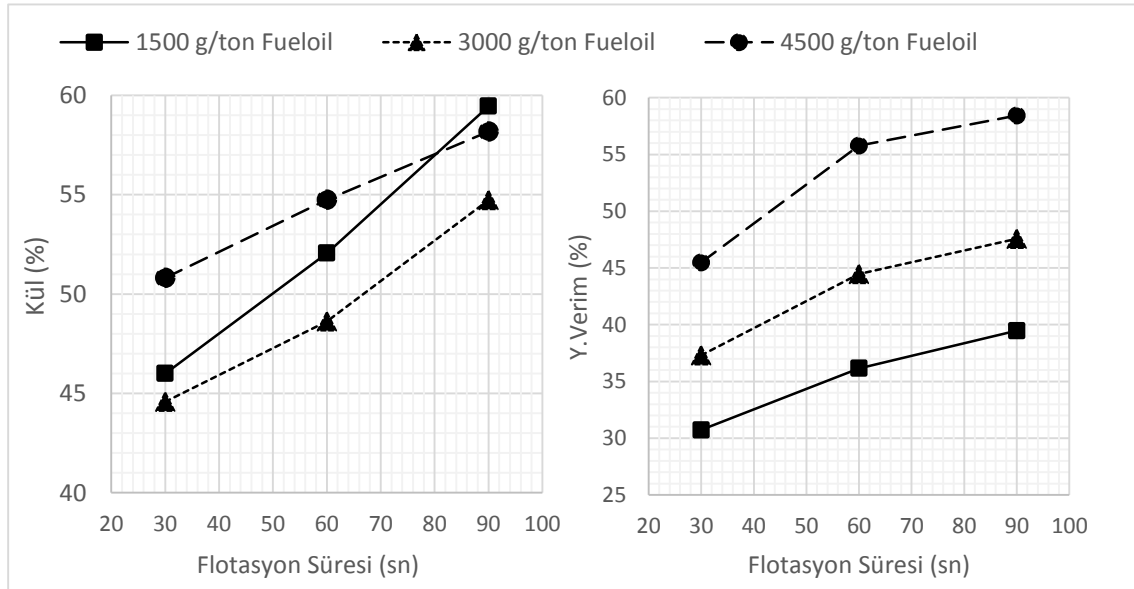
$$Y_2 = a_2 + b_2A + c_2B^2 + d_2B + e_2D + f_2D^2 \quad (5.7)$$

Bunların yanı sıra, laboratuvarında yapılan önceki çalışmalar ve literatürde bilgisi doğrultusunda katı oranının (C) hem kül hem de yanabilir verim üzerinde etkin olacağı düşünüldüğünden, istatistiksel tasarımda doğrudan incelenecektir. Bu sebeple katı oranının da etkisi (C ve C^2) ampirik modellere eklenmiştir. Ayrıca modelde yer alan toplayıcı miktarı, köpürtücü miktarı, hava akış hızı ve katı oranının birbirleriyle etkileşime girebileceği düşünülerek bu parametrelerin ikili ve üçlü etkileşimleri de modele dahil edilmiştir. Bu durumda istatistiksel tasarım ile yapılacak çalışmaların analizleri, eşitlik 5.8 ve 5.9'da verilen temsili model denklemleri göz önünde bulundurularak değerlendirilecektir.

$$Y_1 = a_1 + b_1A + c_1B + d_1B^2 + e_1D + f_1D^2 + g_1C + h_1C^2 + i_1AB + j_1AD + k_1AC + l_1BD + m_1BC + n_1CD + o_1ABD + p_1ABC + r_1BCD \quad (5.8)$$

$$Y_2 = a_2 + b_2A + c_2A^2 + d_2B + e_2D + f_2D^2 + g_2C + h_2C^2 + i_2AB + j_2AD + k_2AC + l_2BD + m_2BC + n_2CD + o_2ABD + p_2ABC + r_2BCD \quad (5.9)$$

Yapılan ön denemelerle parametre, parametre seviye aralıkları ve bağımlı değişken ile aralarındaki ilişkiler belirlendikten sonra, son olarak köpük alma süresi (flotasyon süresi) incelenmiştir. Şekil 5.9'da üç farklı toplayıcı miktarda, 30, 60 ve 90 sn süreyle köpük alınan denemelerin sonuçları verilmiştir.



Şekil 5.9 Flotasyon süresinin kül ve yanabilir verim üzerindeki etkisi.

Şekil 5.9 incelendiğinde, üç farklı toplayıcı miktarda da kül ve yanabilir verimin köpük alma süresinin artışına bağlı olarak arttığı görülmektedir. Flotasyon süresinin 30 sn olduğu deneylerde elde edilen konsantrenin hem külü hem de yanabilir verimi diğerlerine göre oldukça düşük çıkmıştır. 90 sn'de ise tam tersi durum gözlenmektedir. Bu iki durum karşılaştırıldığında; 30 saniyenin düşük yanabilir verim, 90 saniyenin ise yüksek kül sebebiyle seçilmesi uygun olmadığı düşünülmektedir. Ancak flotasyon süresi 60 sn olan

deneylerin külü ve yanabilir verimi, her toplayıcı miktarında da kabul edilebilir düzeyde kalmıştır. Bu nedenle sistematik çalışmalarda flotasyon süresi 60 sn olarak seçilmiştir.

Sonuç olarak, istatistiksel yöntem ile kül ve yanabilir verimin optimum koşullarını bulmak için istatistiksel deney tasarımı ile yapılacak deneylerde uygulanacak koşullar aşağıda özetlenmektedir:

» Tane Boyutu (mm)	: -0,106+0,038	(sabit)
» Bastırıcı Cinsi	: Sodyum Silikat	(sabit)
» Bastırıcı Miktarı (g/t)	: 1000	(sabit)
» Karıştırma Hızı (rpm)	: 1250	(sabit)
» Sıcaklık (°C)	: 21°C	(sabit)
» pH	: Doğal	(sabit)
» Flotasyon Süresi (sn)	: 60	(sabit)
» Toplayıcı Cinsi	: Fuel oil	(sabit)
» Fueloil/Toluen Oranı (g/ml)	: 1:2	(sabit)
» Köpürtücü Cinsi	: MIBC	(sabit)
» Katı Oranı (%)	: 6,5 - 22,5	(değişken)
» Toplayıcı Miktarı (g/t)	:1265 - 5735	(değişken)
» Köpürtücü Miktarı (g/t)	: 127 - 574	(değişken)
» Hava Akış Hızı (cm/sn)	: 0,19 – 0,7	(değişken)

5.2.3 İstatistiksel yöntem

İstatistiksel yöntem ile, ön denemelerden elde edilen ve seviyeleri sayısal olarak değiştirilebilen dört farklı değişkenin optimizasyonu yapılmıştır. Deney sayısının az olmasının yanı sıra; hem faktör etkilerinin matematiksel bir model ile tanımlanabilmesi hem de tasarımda denemesi yapılmamış kombinasyonlara ait tahmin yapılabilmesi sebebiyle optimizasyonda RSM uygulanmıştır. Ayrıca RSM yönteminin kullanılması, iki yanıt değişkeninin (kül ve yanabilir verim) aynı anda optimize edilmesine olanak sağlamıştır.

Kullanılacak RSM yöntemi seçilirken, literatürde en yaygın kullanılan ve daha az veri ile sürecin iyi bir şekilde modellenmesine izin veren iki yöntem üzerinde durulmuştur. Bu açıdan literatürde yaygın RSM yöntemlerinden olan Box-Behnken tasarımında, dört parametre ve üç seviye için deney sayısı azalmasına rağmen, deneylerin büyük bir çoğunluğu faktörlerin orta seviyelerinde gerçekleştirilmektedir. Bu durum, daha önce de belirtildiği gibi, elde edilecek modelin, özellikle parametrelerin en düşük ve en yüksek seviyelerinde,

tahminleme başarısını düşürmektedir (Croarkin ve Tobias, 2015). Bu sebeple çalışmada Merkezi Kompozit Tasarım (CCD) uygulanmıştır. Bunun yanı sıra, CCD yöntemi ile parametrelerin 5 farklı seviyesi kullanılacağından, parametrelerin (varsa) karesel etkileri BBD'ye göre daha net olarak ortaya konulacaktır.

Parametre seviyelerinden düşük (-), orta (0) ve yüksek (+) noktalarına ek olarak CCD'de, düşük ve yüksek eksenel noktalar ($-\alpha$ ve $+\alpha$) belirlenmiştir. Alfa değeri, 4. Bölüm'de verilen eşitlik 4.9'a göre, 4 parametrelili ve 6 orta noktalı tasarım için yaklaşık 1,72 olarak hesaplanmıştır. Bu değere göre tasarımda kullanılacak parametre seviyeleri Çizelge 5.3'te verilmiştir.

Çizelge 5.3 CCD Parametre ve Seviyeleri.

Parametre Kodu	Parametre	Birimi	Seviye				Yüksek Eksenel ($+\alpha$)
			Düşük Eksenel ($-\alpha$)	Düşük (-)	Orta (0)	Yüksek (+)	
A	Toplayıcı Miktarı	<i>g/ton</i>	1265	2200	3500	4800	5735
B	Köpürtücü Miktarı	<i>g/ton</i>	127	220	350	480	574
C	Katı Oranı	%	6,5	10	15	20	23,5
D	Hava Miktarı	<i>lt/dk</i>	2,5	4	6	8	9,5

Belirlenen parametre ve seviyelerin CCD yöntemine göre kombinasyonları tasarım matrisi olarak Çizelge 5.4'te verilmiştir. Seçilen yöntem için toplam 30 deney gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 5.4 CCD Tasarım Matrisi.

Standart Düzen	Parametre (Gerçek)			
	A Toplayıcı Miktarı	B Köpürtücü Miktarı	C Katı Oranı	D Hava Miktarı
<i>1</i>	2200	220	10	4
<i>2</i>	4800	220	10	4
<i>3</i>	2200	480	10	4
<i>4</i>	4800	480	10	4
<i>5</i>	2200	220	20	4
<i>6</i>	4800	220	20	4
<i>7</i>	2200	480	20	4
<i>8</i>	4800	480	20	4
<i>9</i>	2200	220	10	8
<i>10</i>	4800	220	10	8
<i>11</i>	2200	480	10	8
<i>12</i>	4800	480	10	8
<i>13</i>	2200	220	20	8
<i>14</i>	4800	220	20	8
<i>15</i>	2200	480	20	8
<i>16</i>	4800	480	20	8
<i>17</i>	1265	350	15	6
<i>18</i>	5735	350	15	6
<i>19</i>	3500	127	15	6
<i>20</i>	3500	574	15	6
<i>21</i>	3500	350	6,5	6
<i>22</i>	3500	350	23,5	6
<i>23</i>	3500	350	15	2,5
<i>24</i>	3500	350	15	9,5
<i>25</i>	3500	350	15	6
<i>26</i>	3500	350	15	6
<i>27</i>	3500	350	15	6
<i>28</i>	3500	350	15	6
<i>29</i>	3500	350	15	6
<i>30</i>	3500	350	15	6

6. BULGULAR VE TARTIŞMA

Tasarım matrisine göre gerçekleştirilen deneylerin sonuçları Çizelge 6.1’de verilmiştir. Çizelgede parametreler kodlanmış olarak belirtilmiştir.

Çizelge 6.1 Deney sonuçları.

Deney No.	Parametre (Kodlanmış)				Yanıt Değişkenleri	
	A	B	C	D	Kül (%)	Y.Verim (%)
1	-	-	-	-	46,64	28,60
2	+	-	-	-	46,76	41,98
3	-	+	-	-	47,38	29,77
4	+	+	-	-	47,91	46,96
5	-	-	+	-	51,15	16,79
6	+	-	+	-	56,19	25,61
7	-	+	+	-	49,49	21,83
8	+	+	+	-	53,37	33,93
9	-	-	-	+	45,53	30,73
10	+	-	-	+	53,65	45,33
11	-	+	-	+	44,20	33,15
12	+	+	-	+	50,95	49,25
13	-	-	+	+	58,19	15,86
14	+	-	+	+	48,27	33,48
15	-	+	+	+	54,83	15,53
16	+	+	+	+	53,23	40,71
17	$-\alpha$	0	0	0	54,22	18,71
18	$+\alpha$	0	0	0	49,35	46,75
19	0	$-\alpha$	0	0	47,99	28,07
20	0	$+\alpha$	0	0	49,35	39,10
21	0	0	$-\alpha$	0	51,00	42,71
22	0	0	$+\alpha$	0	52,61	23,06
23	0	0	0	$-\alpha$	48,56	32,96
24	0	0	0	$+\alpha$	47,81	37,85
25	0	0	0	0	47,30	34,44
26	0	0	0	0	49,45	36,98
27	0	0	0	0	47,19	34,44
28	0	0	0	0	50,76	32,75
29	0	0	0	0	46,82	34,31
30	0	0	0	0	48,14	36,22

Deneyleyler sonucunda elde edilen konsantrenin kül ve yanabilir verim deęerleri, Design Expert 9.0.6 paket programının deneme sürümü (<http://www.statease.com/dx9-trial.html>) kullanılarak ayrı ayrı deęerlendirilmiştir.

Deęerlendirmelerde öncelikle varyans analizleri yapılmıştır. İlk aşamada, ön denemelerden sonra oluşturulan modele (eşitlik 5.8 ve 5.9) en yakın olabilecek ve tüm parametrelerin doğrusal ve karesel etkilerini inceleyen varyans analizi yapılmış ve model oluşturulmuştur. Ayrıca, incelenen parametrelerin etkilerinin grafiksel analizi de yapılmıştır. Tüm grafiklerde (aksi belirtilmedięi sürece), etkisi incelenecek faktör/faktörler dışındaki parametreler orta seviyede tutulmuştur. Varyans analizinde güven aralığının %95 olarak seçilmesi sebebiyle, elde edilen ANOVA tablolarında p deęeri 0,05'ten küçük olan terimler istatistiksel açıdan anlamlı kabul edilmiştir. Varyans analizinde etkisi istatistiksel olarak anlamsız parametreler modelden çıkartılarak dięer (indirgenmiş) model(ler) oluşturulmuştur. Ayrıca varyans analizi tablosunun altında modelin deneyleri temsil etme oranını gösteren R^2 ve p deęeri 0,05'ten büyük olmasına rağmen modelde tutulan terimlerin modeli ne derece olumsuz etkilediğini gösteren $Adj. R^2$ (*düzeltilmiş R^2*) deęerleri verilmiştir. $Adj. R^2$ deęerinin R^2 deęerine yakınlığı, modelin gücünü ortaya koymaktadır.

6.1 Kül Sonuçları

Deneyleylerden elde edilen konsantrenin külü için paket programdan elde edilen, ön deneme sonuçlarına göre oluşturulmuş kübik modele (eşitlik 5.8) en yakın ve tüm faktörlerin doğrusal ve karesel etkilerini içeren varyans analizi, program çıktısı olarak Şekil 6.1'de verilmiştir. Varyans analizi kübik model üzerinden, paket programın model terimlerinin seçiminde önerdiği "*backward elimination*" yöntemine göre yapılmıştır.

Varyans analizi sonucuna göre elde edilen kübik model istatistiksel açıdan anlamlı kabul edilmiştir ($p=0,0014$). Şekil 6.1'den model üzerinde etkili olan terimlerin; AC, A^2 , C^2 , ACD, A^2C ve AB^2 terimleri olduğu görülmektedir. Hata/uyumsuzluk teriminin p deęerinin (0,4017) 0,05'den büyük olması ise deneysel hataların istatistiksel açıdan önemsiz olduğunu göstermektedir. Paket program ile elde edilen kübik model ise Şekil 6.2'de kodlanmış ve gerçek parametre deęerlerine göre program çıktısı olarak ayrı ayrı verilmektedir.

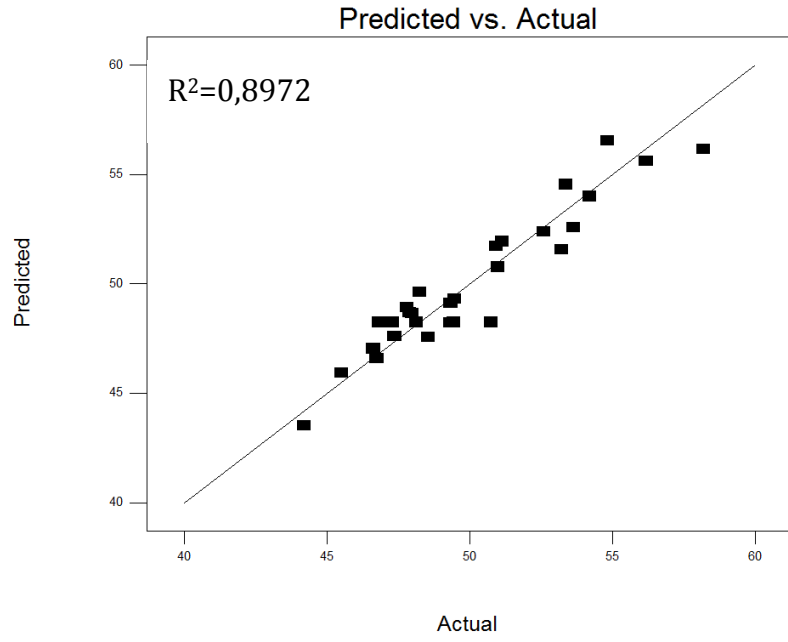
ANOVA for Response Surface Reduced Cubic model						
Analysis of variance table [Partial sum of squares - Type III]						
Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F Value	p-value Prob > F	
Model	289.68	17	17.04	6.16	0.0014	significant
<i>A-Toplayıcı Mik.</i>	11.90	1	11.90	4.30	0.0603	
<i>B-Kopurtucu Mik.</i>	0.33	1	0.33	0.12	0.7361	
<i>C-Kati Oranı</i>	1.29	1	1.29	0.47	0.5073	
<i>D-Hava Hızı</i>	3.44	1	3.44	1.24	0.2868	
AB	2.40	1	2.40	0.87	0.3705	
AC	20.47	1	20.47	7.40	0.0186	
AD	2.41	1	2.41	0.87	0.3694	
BC	0.034	1	0.034	0.012	0.9135	
BD	1.416E-003	1	1.416E-003	5.116E-004	0.9823	
CD	0.11	1	0.11	0.040	0.8455	
A ²	21.87	1	21.87	7.90	0.0157	
B ²	0.072	1	0.072	0.026	0.8750	
C ²	22.11	1	22.11	7.99	0.0153	
ACD	75.14	1	75.14	27.15	0.0002	
BCD	9.02	1	9.02	3.26	0.0962	
A ² C	19.73	1	19.73	7.13	0.0204	
AB ²	21.40	1	21.40	7.73	0.0166	
Residual	33.21	12	2.77			
<i>Lack of Fit</i>	21.39	7	3.06	1.29	0.4017	not significant
<i>Pure Error</i>	11.81	5	2.36			
Cor Total	322.88	29				
R-Squared	0.8972					
Adj R-Squared	0.7515					

Şekil 6.1 Kül için oluşturulan varyans analizi tablosu.

Final Equation in Terms of Coded Factors:	Final Equation in Terms of Actual Factors:
Kul =	Kul =
+48.26	+3.05612
-1.42 * A	+0.020635 * :Toplayici Mik.
-0.12 * B	+0.29071 * Kopurtucu Mik.
+0.47 * C	+0.18704 * Kati Orani
+0.40 * D	-67.41985 * Hava Hizi
+0.39 * AB	-6.86559E-005 * :Toplayici Mik. * Kopurtucu Mik.
-1.13 * AC	-9.22182E-004 * :Toplayici Mik. * Kati Orani
-0.39 * AD	+0.032431 * :Toplayici Mik. * Hava Hizi
-0.046 * BC	-3.61552E-003 * Kopurtucu Mik. * Kati Orani
+9.407E-003 * BD	-0.11898 * Kopurtucu Mik. * Hava Hizi
-0.083 * CD	+5.14527 * Kati Orani * Hava Hizi
+1.12 * A ²	-3.13341E-006 * :Toplayici Mik. ²
+0.064 * B ²	-3.50940E-004 * Kopurtucu Mik. ²
+1.13 * C ²	+0.045020 * Kati Orani ²
-2.17 * ACD	-2.29924E-003 * :Toplayici Mik. * Kati Orani * Hava Hizi
+0.75 * BCD	+7.96523E-003 * Kopurtucu Mik. * Kati Orani * Hava Hizi
+2.14 * A ² C	+2.53045E-007 * :Toplayici Mik. ² * Kati Orani
+2.23 * AB ²	+1.01351E-007 * :Toplayici Mik. * Kopurtucu Mik. ²

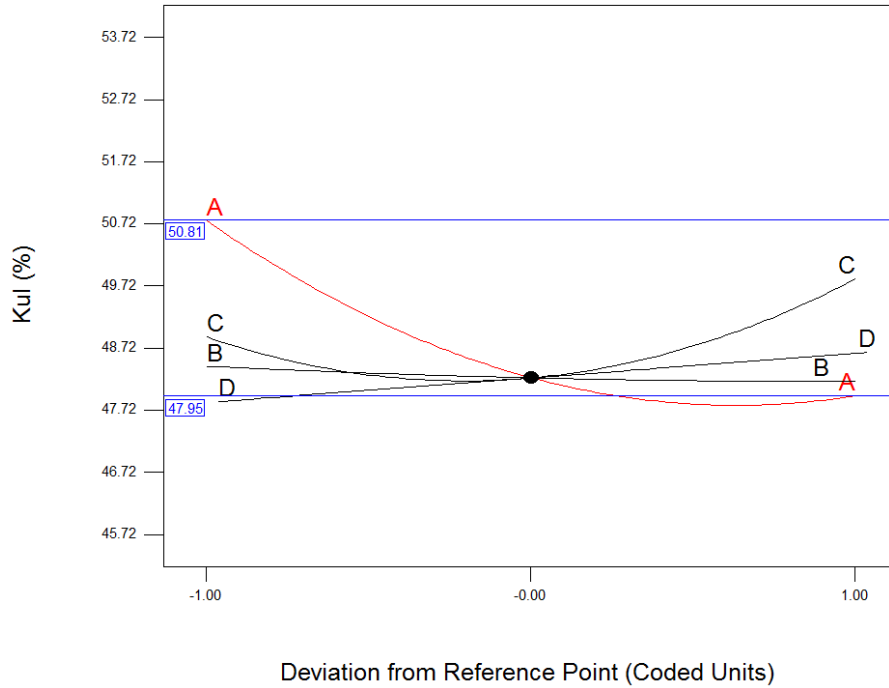
Şekil 6.2 Kül için tam model denklemleri.

Modelden elde edilen değerlerle gerçek değerlerin ilişkisini grafiksel olarak gösteren Şekil 6.3'te, modelin; yapılan deneyleri %89,72 oranında temsil ettiği görülmektedir.



Şekil 6.3 Kül için Deneysel-Tahmini değerlerin karşılaştırması.

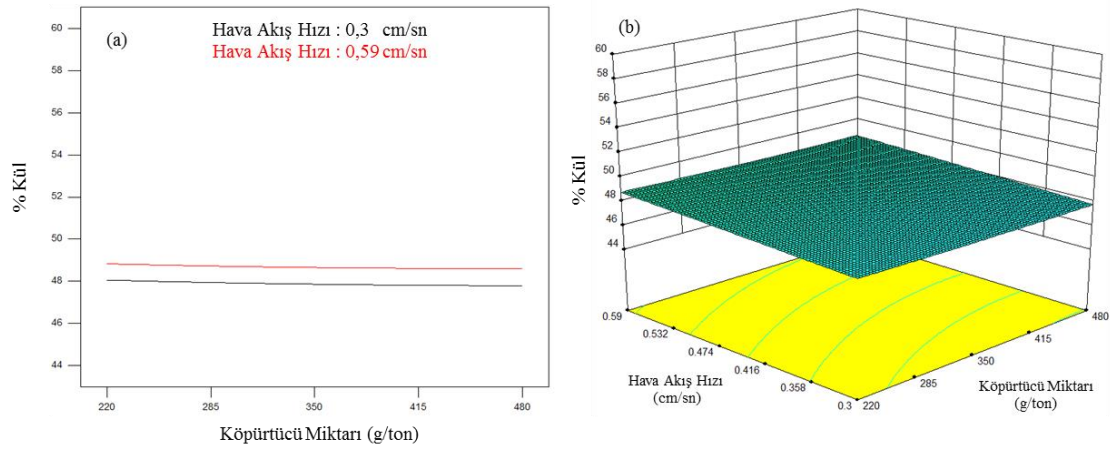
Etkisi incelenen faktörlerin tek başlarına külde yol açtıkları değişimleri gösteren grafik, parametre seviyeleri kodlanmış olarak Şekil 6.4'te verilmiştir.



Şekil 6.4 Faktörlerin kül üzerindeki ana etki grafiği.

Şekil 6.4 incelendiğinde, dört faktör için de düşük ve yüksek seviyeleri arasındaki farkın çok yüksek olmadığı (maksimum %50,81, minimum %47,95) görülmektedir; diğer bir deyişle parametrelerin kül üzerindeki doğrusal etkileri zayıf kalmıştır. Varyans analizine göre de faktörlerin doğrusal etkileri istatistiksel açıdan anlamsız çıkmıştır. Parametrelerin karesel etkileri incelendiğinde, grafiklerdeki eğriselliğin zayıf da olsa var olduğu; ancak, sadece A ve C parametrelerinin karesel etkisinin (A^2 ve C^2) anlamlı olduğu görülmektedir.

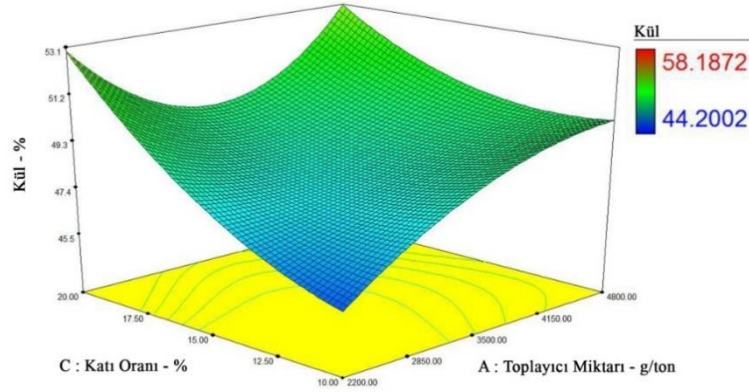
İkili etkileşimlerden Köpürtücü miktarı-Hava Akış Hızı etkileşiminin (BD), istatistiksel açıdan önemsiz oluşu Şekil 6.5'te net olarak görülmektedir. Şekil 6.5(a)'da verilen iki boyutlu grafikte, siyah eğri hava akış hızının 0,3 cm/sn, kırmızı eğri ise 0,59 cm/sn olduğu koşullarda, köpürtücü miktarının kül üzerindeki etkisini göstermektedir. Bu iki eğrinin birbirine paralel olması köpürtücü miktarı ile hava akış hızı arasında etkileşimin önemsiz olduğunu belirtmektedir. Şekil 6.5(b)'de verilen üç boyutlu grafikte bu durum cevap yüzeyindeki karşılıklı kenarların paralele yakın olması ile tanımlanmaktadır.



Şekil 6.5 Köpürtücü Miktarı – Hava Akış Hızı etkileşimi.

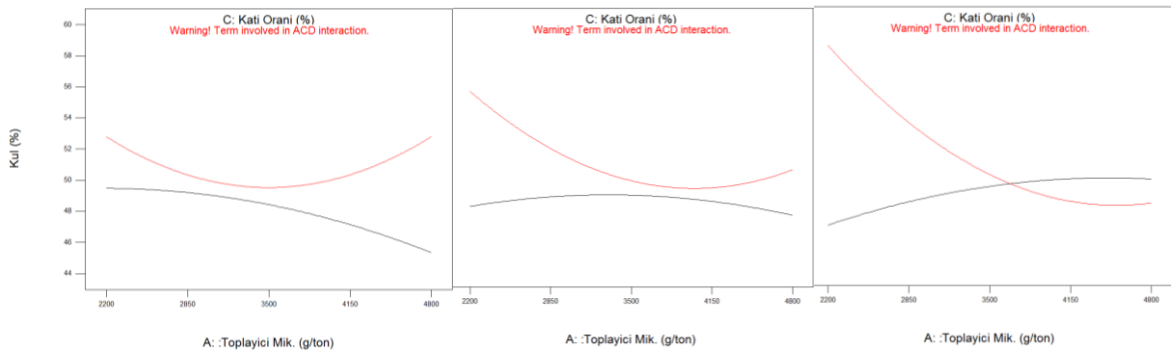
Etkisi anlamlı çıkan Toplayıcı miktarı-Katı oranı (AC) etkileşimine ait üç boyutlu yanıt yüzeyi Şekil 6.6'da verilmiştir. Grafikteki yatay eksenler faktörlerin seviyelerini, dikey eksen ise kül değerlerini ifade etmektedir. Yanıt yüzeyindeki renk değişimi ise, grafiğin sol tarafında ölçeği verilmiş olan kül değişimini tanımlamaktadır. Grafik incelendiğinde; düşük katı oranında, toplayıcının artmasıyla kül oranının doğrusala yakın bir artış eğiliminde olduğu görülmektedir. Yüksek katı oranında ise toplayıcı miktarını artırmak

kül oranını önce azaltıp sonra artıran parabolik bir etki yaratmıştır. Bu şekilde, farklı katı oranlarında toplayıcı miktarındaki artışın külden farklı eğilimlere yol açması, katı oranı ile toplayıcı miktarı arasındaki etkileşimin sonucudur. Ayrıca grafiğe göre; en düşük kül oranı, hem toplayıcı miktarının ve hem de katı oranının en düşük olduğu seviyelerde elde edilmiştir.



Şekil 6.6 Toplayıcı Miktarı – Katı Oranı etkileşimi.

Model üzerinde etkisi anlamlı diğer bir etkileşim terimi olan ACD üçlü etkileşimini gösteren grafikler Şekil 6.7’de verilmiştir. Grafiklerde kırmızı eğriler katı oranının yüksek, siyah eğriler ise katı oranının düşük olduğu koşulu göstermektedir.



Şekil 6.7 Toplayıcı miktarı, katı oranı ve hava akış hızı arasındaki üçlü etkileşim etkisi : Hava miktarı; (a) 0,3 cm/sn, (b) 0,44 cm/sn, (c) 0,59 cm/sn.

Şekil 6.7(a)’da verilen (Hava hızı=0,3 cm/sn) grafikte, yüksek katı oranında toplayıcı miktarındaki artışın külden önce azaltıp sonra artırdığı, düşük katı oranında ise azaltma

eğiliminde olduğu görülmektedir. Şekil 6.7(b) (Hava hızı=0,44 cm/sn) bakıldığında ilk grafik ile benzerlik görülmektedir. Bu, daha önce de belirtildiği gibi etkisi istatistiksel olarak anlamlı AC etkileşimini vermektedir. Hava hızının en yüksek olduğu seviye (0,59 cm/sn) için çizilmiş Şekil 6.7(c)'deki eğriler incelendiğinde, diğer iki grafiğe oranla küldeki değişimin çok daha fazla olduğu dikkat çekmektedir. Bu fark, incelenen üç parametrenin etkileşim halinde olduğunu göstermektedir.

Yapılan değerlendirmelere göre toplayıcı miktarı, katı oranı ve bu iki parametrenin etkileşimleri kül üzerinde en etkin terimler olduğu belirlenmiştir. Etkisi istatistiksel olarak anlamsız ($p>0,05$) çıkan AB , AD , BC , BD , CD , B^2 ve BCD terimleri modelden çıkartılmıştır. Parametrelerin kül üzerindeki ana etkileri (A , B , C , D) de varyans analizi tablosuna eklenerek oluşturulacak tahmin modelinin hiyerarşik yapısı korunmuştur. Buna göre, Şekil 6.8'de paket program çıktısı olarak verilen sadeleştirilmiş varyans analizi elde edilmiştir.

Analysis of variance table [Partial sum of squares - Type III]						
Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F Value	p-value Prob > F	
Model	275.64	10	27.56	11.09	< 0.0001	significant
<i>A</i> -Toplayıcı Mik.	11.90	1	11.90	4.78	0.0414	
<i>B</i> -Kopurtucu Mik.	0.33	1	0.33	0.13	0.7199	
<i>C</i> -Kati Oranı	1.29	1	1.29	0.52	0.4797	
<i>D</i> -Hava Hızı	3.44	1	3.44	1.38	0.2542	
AC	20.47	1	20.47	8.23	0.0098	
A^2	21.87	1	21.87	8.80	0.0079	
C^2	22.11	1	22.11	8.89	0.0077	
ACD	75.14	1	75.14	30.22	< 0.0001	
A^2C	19.73	1	19.73	7.93	0.0110	
AB^2	21.40	1	21.40	8.60	0.0085	
Residual	47.24	19	2.49			
<i>Lack of Fit</i>	35.43	14	2.53	1.07	0.5111	not significant
<i>Pure Error</i>	11.81	5	2.36			
Cor Total	322.88	29				

R-Squared	0.8537
Adj R-Squared	0.7767

Şekil 6.8 Kül için sadeleştirilmiş varyans analizi.

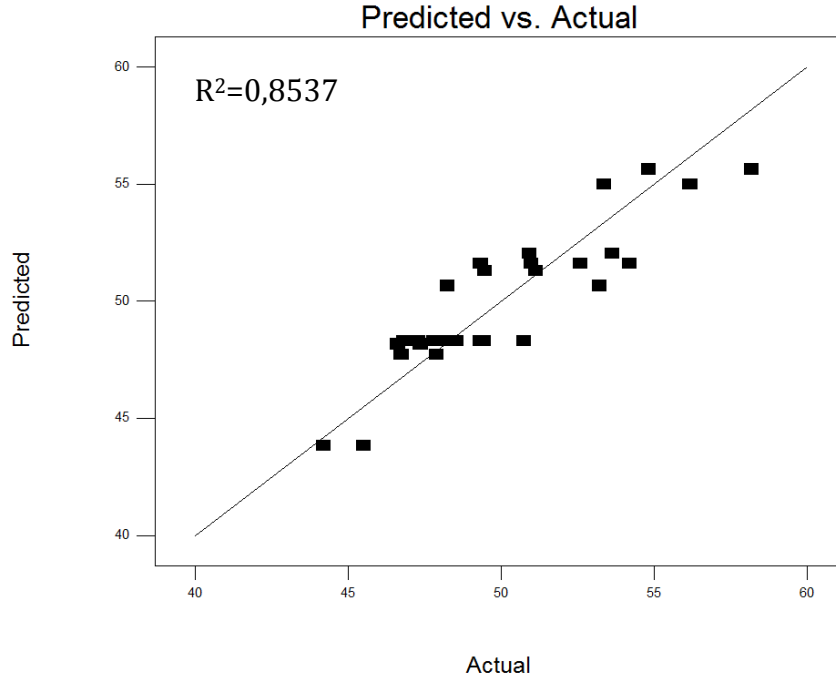
Son oluşturulan varyans analizi tablosuna göre model anlamlı kabul edilmiştir ($p < 0,05$). Şekil 6.8’de belirtilen *Adj. R²* değerinin (0,7767) *R²* değerine (0,8537) yakın olması, anlamsız çıkan ve modele dahil edilen terimlerin modele olan etkisinin zayıf kaldığını göstermektedir. Şekil 6.9’da varyans analizinden elde edilen indirgenmiş nihai kübik model verilmiştir.

Final Equation in Terms of Coded Factors:	Final Equation in Terms of Actual Factors:
Kul =	Kul =
+48.30	+5.97411
-1.42 * A	+0.024229 * :Toplayici Mik.
-0.12 * B	-9.55926E-003 * Kopurtucu Mik.
+0.47 * C	+2.45184 * Kati Orani
+0.40 * D	+14.20818 * Hava Hizi
-1.13 * AC	-1.84807E-003 * :Toplayici Mik. * Kati Orani
+1.12 * A ²	-3.13341E-006 * :Toplayici Mik. ²
+1.13 * C ²	+0.045020 * Kati Oran ²
-2.17 * ACD	-2.18593E-004 * :Toplayici Mik. * Kati Orani * Hava Hizi
+2.14 * A ² C	+2.53045E-007 * :Toplayici Mik. ² * Kati Orani
+2.23 * AB ²	+3.51682E-009 * :Toplayici Mik. * Kopurtucu Mik. ²

Şekil 6.9 Kül için indirgenmiş nihai kübik model denklemleri.

İndirgenmiş modelden elde edilen değerlerle gerçek değerlerin ilişkisini gösteren Şekil 6.10’da ise modelin; yapılan deneyleri %85,37 oranında temsil ettiği görülmektedir. Kül için geliştirilen modelin denklemi ise Eşitlik 6.1’de verilmektedir.

$$\begin{aligned}
 y_1 = & 5,97 + 0,024A - 0,01B + 2,45C + 14,21D - 0,002AC - \\
 & 0,000003A^2 + 0,045C^2 - 0,0002ACD + 0,0000003A^2C + \\
 & 0,000000004AB^2
 \end{aligned} \tag{6.1}$$



Şekil 6.10 İndirgenmiş modelde tahmini-gerçek değer uyumu.

6.2 Yanabilir Verim Sonuçları

Deneylerden elde edilen konsantrenin yanabilir verimi için paket programdan elde edilen, ön deneme sonuçlarına göre oluşturulmuş kübik modele (eşitlik 5.9) en yakın ve tüm faktörlerin doğrusal ve karesel etkilerini içeren varyans analizi, program çıktısı olarak Şekil 6.11’de verilmiştir. Varyans analizi kübik model üzerinden, paket programın model terimlerinin seçiminde önerdiği “*backward elimination*” yöntemine göre yapılmıştır.

Varyans analizi sonucuna göre elde edilen kübik model istatistiksel açıdan anlamlı kabul edilmiştir ($p<0,0001$). Konsantrenin yanabilir verimindeki değişimlerin kaynağı sırasıyla; A, B, C, D, AB, AD, A^2 , C^2 ve ACD terimleridir. Hata/uyumsuzluk teriminin p değerinin (0,5144) 0,05’den büyük olması ise deneysel hataların istatistiksel açıdan önemsiz olduğunu göstermektedir. Paket program ile elde edilen kübik model ise kodlanmış ve gerçek parametre değerleri için Şekil 6.12’de verilmektedir.

ANOVA for Response Surface Reduced Cubic model						
Analysis of variance table [Partial sum of squares - Type III]						
Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F Value	p-value Prob > F	
Model	2490.83	12	207.57	87.47	< 0.0001	significant
A-:Toplayici Mik.	1368.73	1	1368.73	576.79	< 0.0001	
B-Kopurtucu Mik.	122.01	1	122.01	51.41	< 0.0001	
C-Kati Orani	841.62	1	841.62	354.66	< 0.0001	
D-Hava Hizi	33.20	1	33.20	13.99	0.0016	
AB	16.29	1	16.29	6.86	0.0179	
AC	0.37	1	0.37	0.16	0.6969	
AD	30.27	1	30.27	12.75	0.0024	
CD	0.88	1	0.88	0.37	0.5515	
A ²	19.69	1	19.69	8.30	0.0104	
B ²	10.41	1	10.41	4.38	0.0516	
C ²	17.79	1	17.79	7.50	0.0140	
ACD	29.58	1	29.58	12.46	0.0026	
Residual	40.34	17	2.37			
Lack of Fit	28.92	12	2.41	1.06	0.5144	not significant
Pure Error	11.42	5	2.28			
Cor Total	2531.17	29				

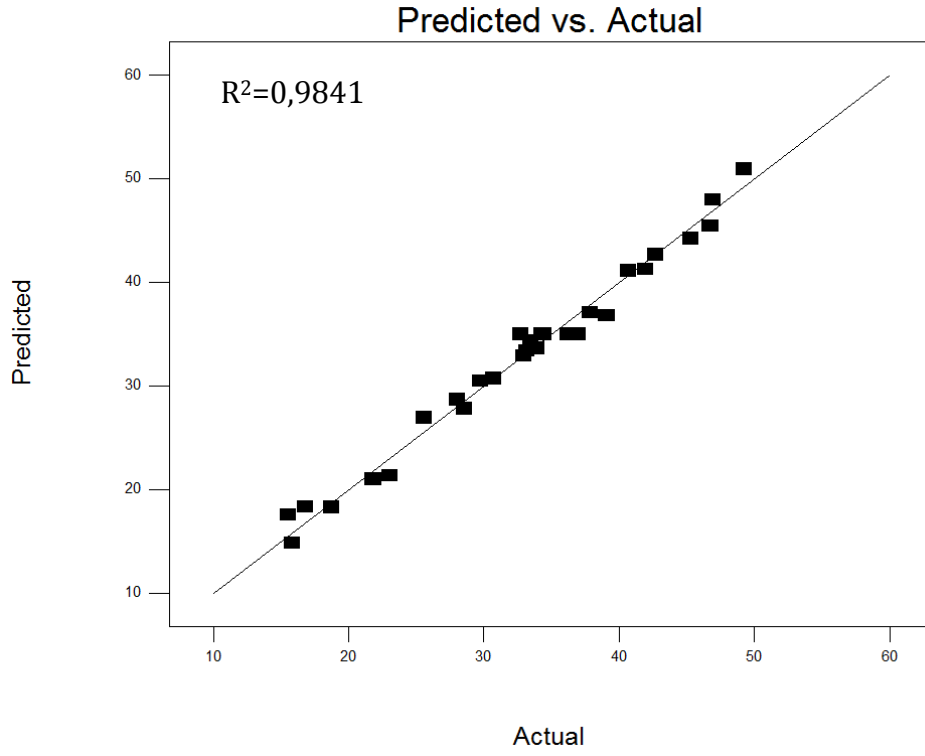
R-Squared	0.9841
Adj R-Squared	0.9728

Şekil 6.11 Yanabilir verim için varyans analizi tablosu.

Final Equation in Terms of Coded Factors:	Final Equation in Terms of Actual Factors:
Y.Verim =	Y.Verim =
+35.01	-16.14001
+7.90 * A	+0.014420 * :Toplayici Mik.
+2.36 * B	+0.029234 * Kopurtucu Mik.
-6.20 * C	+2.28028 * Kati Orani
+1.23 * D	+63.53044 * Hava Hizi
+1.01 * AB	+5.97010E-006 * :Toplayici Mik. * Kopurtucu Mik.
+0.15 * AC	-6.18495E-004 * :Toplayici Mik. * Kati Orani
+1.38 * AD	-0.014343 * :Toplayici Mik. * Hava Hizi
-0.23 * CD	-5.37188 * Kati Orani * Hava Hizi
-1.06 * A ²	-6.28376E-007 * :Toplayici Mik. ²
-0.77 * B ²	-4.56819E-005 * Kopurtucu Mik. ²
-1.01 * C ²	-0.040384 * Kati Oran ²
+1.36 * ACD	+1.44262E-003 * :Toplayici Mik. * Kati Orani * Hava Hizi

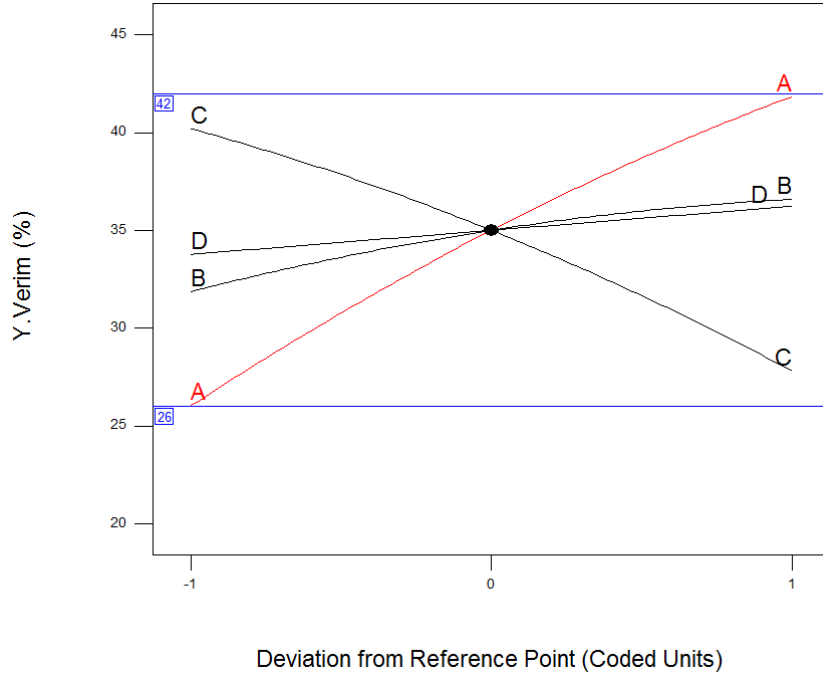
Şekil 6.12 Yanabilir verim için tam kübik model denklemleri.

Modelden elde edilen deęerlerle gerek deęerlerin iliřkisini grafiksel olarak gsteren Őekil 6.13'te, modelin; yapılan deneyleri %98,41 oranında temsil ettięi grlmektedir.



Őekil 6.13 Yanabilir Verim iin Deneysel-Tahmini deęerlerin karřılařtırması.

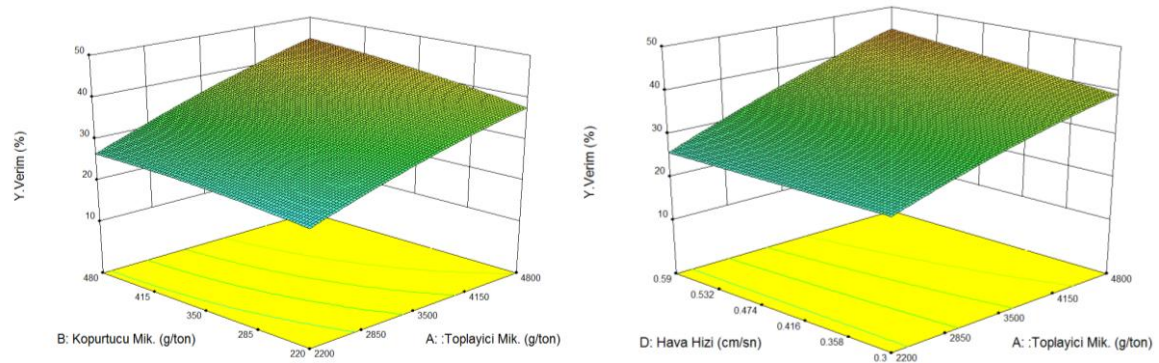
Etkisi incelenen parametrelerin tek bařlarına klde yol atıkları deęiřimleri gsteren grafik, parametre seviyeleri kodlanmış olarak Őekil 6.14'te verilmiřtir.



Şekil 6.14 Parametrelerin yanabilir verim üzerindeki ana etkileri.

Şekil 6.14 incelendiğinde, varyans analizine göre yanabilir verim üzerinde etkisi anlamlı bulunan toplayıcı miktarı ve katı oranının doğrusal etkilerinin oldukça yüksek olduğu gözlenmektedir. Ayrıca bu parametrelerin karesel etkileri istatistiksel açıdan anlamlı bulunmuş olsa da, bu etkilerin zayıf kaldığı grafikten de görülmektedir.

Parametreler arası etkileşimlerden etkisi anlamlı bulunan, Toplayıcı Miktarı ile Köpürtücü Miktarı ve Toplayıcı Miktarı ile Hava Akış Hızı arasındaki etkileşimlere ait yanıt yüzey grafikleri Şekil 6.15'te verilmektedir.



Şekil 6.15 Faktör etkileşimlerinin yanabilir verim üzerindeki etkisi: (a) Toplayıcı Miktarı-Köpürtücü Miktarı (b) Toplayıcı Miktarı-Hava Akış Hızı.

Model katsayılarından da anlaşılacağı üzere, etkisi anlamlı olan AB ve AD etkileşimlerinin yanabilir verim üzerindeki etkileri zayıf kalmıştır. Şekil 6.15 incelendiğinde, cevap yüzeylerinin eğilimleri, istatistiksel açıdan anlamlı olan bu etkileşimlerin yine de zayıf kaldığını göstermektedir.

Yapılan değerlendirmelere göre, toplayıcı miktarı ve katı oranının yanabilir verim üzerindeki etkisi diğer parametrelere göre oldukça fazla çıkmıştır. Paket program tarafından oluşturulan kübik modelden, p değeri 0,05'ten küçük terimler çıkartılarak model indirgenmiştir. İndirgenmiş modele ait varyans analizi tablosu program çıktısı olarak Şekil 6.16'da verilmektedir.

ANOVA for Response Surface Reduced Cubic model						
Analysis of variance table [Partial sum of squares - Type III]						
Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F Value	p-value Prob > F	
Model	2479.17	9	275.46	105.96	< 0.0001	significant
<i>A-:Toplayıcı Mik.</i>	1368.73	1	1368.73	526.49	< 0.0001	
<i>B-Kopurtucu Mik.</i>	122.01	1	122.01	46.93	< 0.0001	
<i>C-Kati Oranı</i>	841.62	1	841.62	323.73	< 0.0001	
<i>D-Hava Hizi</i>	33.20	1	33.20	12.77	0.0019	
AB	16.29	1	16.29	6.27	0.0211	
AD	30.27	1	30.27	11.64	0.0028	
A ²	19.69	1	19.69	7.57	0.0123	
C ²	17.79	1	17.79	6.84	0.0165	
ACD	29.58	1	29.58	11.38	0.0030	
Residual	51.99	20	2.60			
<i>Lack of Fit</i>	40.57	15	2.70	1.18	0.4608	not significant
<i>Pure Error</i>	11.42	5	2.28			
Cor Total	2531.17	29				

R-Squared	0.9795
Adj R-Squared	0.9702

Şekil 6.16 Yanabilir verim için oluşturulan sadeleştirilmiş varyans analizi tablosu.

İndirgenmiş kübik modelin varyans analizi sonucuna göre R² değeri ise 0,9795 olarak hesaplanmıştır. Varyans analizi sonrası elde edilen indirgenmiş kübik model kodlanmış ve gerçek parametre değerleri için Şekil 6.17'de verilmiştir.

Final Equation in Terms of Coded Factors:	Final Equation in Terms of Actual Factors:
<p>Y.Verim =</p> <p>+34.44</p> <p>+7.90 * A</p> <p>+2.36 * B</p> <p>-6.20 * C</p> <p>+1.23 * D</p> <p>+1.01 * AB</p> <p>+1.38 * AD</p> <p>-1.06 * A²</p> <p>-1.01 * C²</p> <p>+1.36 * ACD</p>	<p>Y.Verim =</p> <p>+25.19811</p> <p>+5.14219E-003 * :Toplayici Mik.</p> <p>-2.74291E-003 * Kopurtucu Mik.</p> <p>-0.14012 * Kati Orani</p> <p>-17.04777 * Hava Hizi</p> <p>+5.97010E-006 * :Toplayici Mik. * Kopurtucu Mik.</p> <p>+6.21737E-003 * :Toplayici Mik. * Hava Hizi</p> <p>-6.28376E-007 * :Toplayici Mik.²</p> <p>-0.040384 * Kati Oran²</p> <p>+7.19412E-005 * :Toplayici Mik. * Kati Orani * Hava Hizi</p>

Şekil 6.17 Yanabilir verim için indirgenmiş kübik model denklemleri.

Yanabilir verimin tahmin edilmesi için geliştirilmiş olan ampirik model matematiksel olarak Eşitlik 6.2’de verilmektedir.

$$y_2 = 25,198 + 0,005A - 0,003B - 0,14C - 17,05D + 0,00006AB + 0,006AD - 0,0000006A^2 - 0,04C^2 + 0,00007ACD \quad (6.2)$$

Yanabilir verim için yapılan istatistiksel analizler genel olarak değerlendirildiğinde, parametrelerin doğrusal etkileri, karesel ve etkileşim etkilerine göre daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu değerlendirmeye göre, sadece birinci dereceden terimlerin yer aldığı doğrusal model denklemini de incelenmiştir. Bu modele ait varyans analizi sonuçları paket program çıktısı olarak Şekil 6.18’de verilmektedir.

ANOVA for Response Surface Linear model						
Analysis of variance table [Partial sum of squares - Type III]						
Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F Value	p-value Prob > F	
Model	2365.56	4	591.39	89.27	< 0.0001	significant
A:-Toplayici Mik.	1368.73	1	1368.73	206.62	< 0.0001	
B-Kopurtucu Mik.	122.01	1	122.01	18.42	0.0002	
C-Kati Orani	841.62	1	841.62	127.05	< 0.0001	
D-Hava Hizi	33.20	1	33.20	5.01	0.0343	
Residual	165.61	25	6.62			
Lack of Fit	154.19	20	7.71	3.38	0.0907	not significant
Pure Error	11.42	5	2.28			
Cor Total	2531.17	29				

R-Squared	0.9346
Adj R-Squared	0.9241

Şekil 6.18 Yanabilir verim için oluşturulan doğrusal model varyans analizi.

Şekil 6.18'e göre, son oluşturulan doğrusal modelin de p değeri 0,05'ten küçük çıkmıştır. Oluşturulan tahmin modelinin R² değeri 0,9346 olarak bulunmuştur. Doğrusal modelin denklemi ise kodlanmış ve gerçek değerler için ayrı ayrı Şekil 6.19'da verilmektedir.

Final Equation in Terms of Coded Factors:	Final Equation in Terms of Actual Factors:
Y.Verim =	Y.Verim =
+32.93	+20.11089
+7.90 * A	+6.08003E-003 * .Toplayici Mik.
+2.36 * B	+0.018152 * Kopurtucu Mik.
-6.20 * C	-1.23959 * Kati Orani
+1.23 * D	+8.48992 * Hava Hizi

Şekil 6.19 Yanabilir verim için doğrusal model denklemleri.

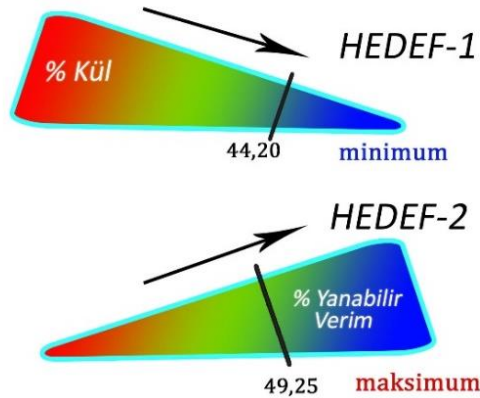
6.3 Optimizasyon

Optimizasyon aşamasında tahmini değerlerin belirlenmesinde; kül ve yanabilir verim değerleri için oluşturulan kübik modellerden, kül için eşitlik 6.3 (kodlanmış), yanabilir verim için eşitlik 6.4 (kodlanmış) kullanılmıştır.

$$Kül(\%) = 48,30 - 1,42A - 0,12B + 0,47C + 0,40D - 1,13AC + 1,12A^2 + 1,13C^2 - 2,17ACD + 2,61A^2C + 0,81AB^2 \quad (6.3)$$

$$Y.Verim(\%) = 34,44 + 7,90A + 2,36B - 6,20C + 1,23D + 1,01AB + 1,38AD - 1,06A^2 - 1,01C^2 + 1,36ACD \quad (6.4)$$

Eşitlik 6.3 ve 6.4'te verilen tahmin modelleri ile, çekicilik fonksiyonu kullanılarak yanıt değişkenlerinin optimum değerleri için tahminleme yapılmıştır. Optimizasyonda; konsantrasyonun minimum olması "Hedef-1", yanabilir verimin maksimum olması "Hedef-2" olarak belirlenmiştir. Hedef yaklaşımlar şekilsel olarak Şekil 6.20'de ifade edilmiştir. Yapılan deneyler arasından minimum kül değerini (%44,20) elde ettiğimiz koşullar; toplayıcı miktarı 2200 g/ton, köpürtücü miktarı 480 g/ton, katı oranı %10 ve hava akış hızı 0,59 cm/sn'dir. Yine yapılan deneyler arasında, toplayıcı miktarı 4800 g/ton, köpürtücü miktarı 480 g/ton, katı oranı %10 ve hava akış hızı 0,59 cm/sn olduğu koşullarda maksimum yanabilir verim (%49,25) elde edilmiştir.



Şekil 6.20 Optimizasyonda hedef yaklaşımlar.

Hedef yaklaşımlara göre tahmin edilen kül ve yanabilir verim değerleri ile bu değerlere ulaşabilmek için gerekli faktör seviyeleri Çizelge 6.2 ve Çizelge 6.3’ te verilmiştir. Çizelgelerde, tahmini değerler “orta” olarak isimlendirilen kolonlarda yer alan değerler olup, “düşük” ve “yüksek” olarak verilen kolonlardaki değerler $\alpha=0,05$ önem seviyesinde hesaplanan tahmin aralığını ifade etmektedir. Ayrıca, tahmin edilen koşullara göre gerçekleştirilen deneysel çalışmaların kül ve yanabilir verim değerleri son kolonda verilmiştir.

Çizelge 6.2 Kül için tahmini ve deneysel optimizasyon sonuçları.

	Faktör Seviyeleri				Tahmini Kül Değerleri (%)			Deneysel Kül (%)
	A	B	C	D	Düşük	Orta	Yüksek	
<i>Hedef-1</i>	2200	480	10	0,59	40.23	44.11	47.99	44.64
<i>Hedef-2</i>	4800	480	10	0,59	48.44	52.32	56.20	51.51

Çizelge 6.3 Yanabilir Verim için tahmini ve deneysel optimizasyon sonuçları.

	Faktör Seviyeleri				Tahmini Y.Verim Değerleri (%)			Deneysel Y.Verim (%)
	A	B	C	D	Düşük	Orta	Yüksek	
<i>Hedef-1</i>	2200	480	10	0,59	29.23	33.23	37.23	35.39
<i>Hedef-2</i>	4800	480	10	0,59	47.09	51.09	55.08	49.81

Tahmin modelleri kullanılarak önerilen koşullar incelendiğinde, minimum kül içerikli konsantre elde etmek için en düşük miktarda toplayıcı, maksimum yanabilir verim elde etmek için ise en yüksek miktarda toplayıcının kullanılması gerektiği görülmektedir. Diğer parametrelerin seviyeleri ise, her iki hedef için de, aynı değerlerde önerilmiştir. Ayrıca Çizelge 6.2 ve 6.3’e göre, optimizasyon için gerçekleştirilen doğrulama deneylerinden elde edilen sonuçların, %95 güven aralığında tahmin edilen sınırlar içinde kaldığı görülmektedir. Bu da oluşturulan modellerin, yapılan çalışmayı temsil etmedeki başarısını açık bir şekilde göstermektedir.

7. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu çalışmada, istatistiksel deney tasarım yöntemi kullanılarak, bazı parametrelerin linyit flotasyonu üzerindeki etkileri incelenmiş ve optimizasyonu yapılmıştır. Deneysel çalışmaların sonuçlarına göre, en temiz konsantre (%33 yanabilir verim ile) %44,20 oranında kül içermektedir. Elde edilen bu değerler ile %87 oranında kül içeren linyitten yaklaşık %50 oranında kül giderimi sağlanmıştır. Yanabilir verimde ise en fazla %49 oranına ulaşılmıştır. Kullanılan reaktiflerin miktarları da göz önüne bulundurularak, ulaşılan bu değerler literatürde yapılan çalışmalarla karşılaştırıldığında, özellikle yanabilir verimin düşük olduğu dikkat çekmektedir. Elde edilen konsantrede kül gideriminin ve yanabilir verimin düşük kalması, çalışmada kullanılan linyitlerin düşük ranklı ve oldukça düşük yüzebilirliğe sahip olması ile açıklanabilir.

Bir yüzey-cevap yöntemi olan merkezi kompozit tasarım kullanılan bu çalışmada, genel olarak her iki yanıt değişkeni için oluşturulan tüm modeller istatistiksel açıdan anlamlı çıkmıştır.

Yanıt değişkenleri için oluşturulan modeller değerlendirildiğinde; kül için oluşturulan modellerin R^2 değerleri, verim için oluşturulan modellere ait R^2 değerlerinden daha düşük çıkmıştır. Bunun nedeni olarak kül değerlerinin %44,20 ile %58,19 olmak üzere verime (% 15,53-%49,25) göre daha küçük bir aralıkta değişmesi olduğu düşünülmektedir.

Varyans analizlerine göre, etkisi incelenen parametrelerden toplayıcı miktarı ve katı oranının, linyit flotasyonunda, hem kül hem de yanabilir verimi etkileyen önemli parametreler olduğu belirlenmiştir.

Optimizasyon çalışmalarında, modelde hesaplanan en düşük kül oranının elde edilmesi için olası koşullar; toplayıcı miktarı, köpürtücü miktarı, katı oranı ve hava akış hızı için sırasıyla 2200 g/t, 480 g/t, %10 ve 0,59 cm/sn olarak önerilmiş ve en düşük kül değeri %44,64 olarak tahmin edilmiştir. Bu koşulların denenmesi ile %44,64 kül değeri deneysel olarak elde edilmiştir.

Optimizasyon çalışmalarının ikinci hedefinde, modelde hesaplanan en yüksek yanabilir verim oranının elde edilmesi için olası koşullar; toplayıcı miktarı, köpürtücü

miktarı, katı oranı ve hava akış hızı için sırasıyla 4800 g/t, 480 g/t, %10 ve 0,59 cm/sn olarak önerilmiş ve bu koşullardaki verim değeri %51,09 olarak tahmin edilmiştir. Verilen koşulların denenmesi ile %49,81 yanabilir verim değeri elde edilmiştir.

Optimizasyon sonuçlarına göre, doğrulama deneylerinden elde edilen kül ve yanabilir verim değerlerinin %95 güven aralığı sınırları içerisinde olması koşulunu sağlaması ile tahmin edilen değerlerin kullanılabilir doğrulukta olduğu belirlenmiştir.

Bu çalışmada; kömür flotasyonunda etkin olduğu düşünülen dört parametrenin kül ve yanabilir verim üzerindeki etkileri, literatürde en yaygın RSM yöntemlerinden birisi olan CCD kullanılarak analiz edilmiştir. Her iki yanıt değişkeni için de oluşturulan modeller süreci temsil etmede başarılı bulunmuştur. Tüm çalışmalardan ve özellikle optimizasyon aşamasındaki doğrulama deneylerinden elde edilen sonuçlar, CCD tasarımının flotasyon gibi kompleks cevher hazırlama süreçlerinin modellenmesinde oldukça etkili ve başarılı olduğunu göstermiştir.

Bir sürecin tam olarak tanımlanmasına imkân tanıyan tam faktöriyel tasarımlarda; faktör sayısına bağlı olarak deney sayısının üssel olarak artışı, bu tür tasarımların çok faktörlü deneylerde kullanımını oldukça sınırlamaktadır. Bu çalışmadan sonraki aşamalarda, kullanılan tasarımın etkinliğini daha iyi değerlendirebilmek için farklı deney tasarım yöntemleri ile karşılaştırılmasına yönelik uygulamalar gerçekleştirilebilir. Ancak, doğrulama deneyleri kullanılan tasarımın yeterli olduğunu ve modelin güvenilirliğini göstermektedir.

KAYNAKLAR DİZİNİ

- Anonim, 2015, [onlinecourses.science.psu.edu](https://onlinecourses.science.psu.edu/stat503/node/7). Erişim Adresi: <https://onlinecourses.science.psu.edu/stat503/node/7> Erişim Tarihi:10.05.2015 tarihinde
- Aplan, F., 1977, Use of the Flotation Process for Desulfurization of Coal. 173rd Meeting of the American Chemical Society. New Orleans.
- Arnold, B., Aplan, F., 1986, The effect of clay slimes on coal flotation, part I : The nature of the clay. International Journal of Mineral Processing, Vol. 17, pp. 225-242.
- Arslan, V., 2006, Kuru Kömür Hazırlama Yöntemleri. Madencilik, Sayı: 45(3), s. 9-18.
- Aslan, N., 2007, Application of response surface methodology and central composite rotatable design for modeling the influence of some operating variables of a Multi-Gravity Separator for coal cleaning. Fuel, Vol. 86, pp. 769-776.
- A.S.T.M., 1988, D-388-05, Classification of coal by rank. ASTM International, West Conshohocken.
- Azizi, D., Gharabaghi, M., Saeedi, N., 2012, Optimization of the coal flotation procedure using the Plackett-Burman design methodology and kinetic analysis. Fuel Processing Technology, Vol. 128, pp. 111-118.
- Barnes, M., Barnes, W., Bustin, R., 1984, Chemistry and evolution of organic materials. Geoscience Canada, Vol. 11(3), pp. 103.
- Box, G.E.P., Wilson, K.B., 1951, On the experimental attainment of optimum conditions, Journal of Royal Statistical Society, Series B, Vol. 13, pp. 1-45.
- Blom, L., Edelhausen, L., Van Kreveken, D., 1957, Chemical structure and properties of coal oxygen groups in coal and related products. Fuel, 36, 135.
- BP., 2012, Statistical Review of World Energy.
- BP., 2014,. Statistical Review of World Energy.
- Bradley, N., 2007, The Response Surface Methodology, Indiana University of South Bend. MSc thesis, South Bend.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Croarkin, C., Tobias, P., 2015, Engineering Statistics e-Handbook. Erişim Adresi: <http://www.itl.nist.gov/div898/handbook/> Erişim Tarihi: 05.10.2015.
- Czitrom, V., 1999, One Factor at a Time Versus Designed Experiments. American Statistician, Vol. 53, pp. 126-131.
- Dashti, A., Nasab, E., 2012, Optimization of the performance of the hydrodynamic parameters on the flotation performance of coarse coal particles using design expert (DX8) software. Fuel, Vol. 107, pp. 593-600.
- Demir, L., 2004, İstatistiksel Deney Tasarımı Yöntemi Ve Bir Tekstil İşletmesinde Uygulanması. Denizli: Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- D.P.T., 2009, Elektrik Enerjisi Piyasası ve Arz Güvenliği Strateji Belgesi, Devlet Planlama Teşkilatı Müsteşarlığı, Ankara.
- Derringer, G., Suich, R., 1980, Simultaneous optimization of several response variables, Journal of Quality Technology, Vol. 12, pp. 214-219.
- E.I.A., 2015, Annual Energy Outlook, US Energy Information Agency
- Erbaş, S., Olmuş, H., 2006, Deney Düzenleri ve İstatistik Analizleri. Ankara: Gazi Kitabevi.
- Ersin, M., 2006, Türkiye'de Linyit Kömürlerinin Enerji Kaynağı Olarak Önemi. İstanbul: İstanbul Üniversitesi.
- E.T.B.K., 2012, 2012 yılı Genel Enerji Dengesi. Erişim Adresi: http://www.enerji.gov.tr/EKLENTI_VIEW/index.php/raporlar/raporVeriGir/72222/2 Erişim Tarihi: 06.02.2014.
- E.T.K.B., 2011, Mavi Kitap. Enerji ve Tabii Kaynaklar Bakanlığı.
- E.Ü.A.Ş., 2012, Elektrik Üretim Sektör Raporu, Elektrik Üretim Anonim Şirketi.
- Feng, D., Aldrich, C., 2005, Effect of preconditioning on the flotation of coal. Chemical Engineering Communication, Vol. 192, pp. 972-983.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Ferreira, S., Bruns, R., Ferreira, H., Matos, G., David, J., Brandao, G., Dos Santos, W., 2007, Box-Behnken design: an alternative for the optimization of analytical methods. *Analytica Chimica Acta*, Vol. 597, pp. 179-186.
- Frey, D., Jugulum, R., 2006, The Mechanism by Which Adaptive One Factor at a Time Experimentation Leads to Improvement. *Transactions of the ASME*, Vol.128, pp. 1050-1060.
- Ghosh, S., 2015 www.energy.gov (US Department of Energy). Erişim Adresi: http://www.fe.doe.gov/international/Publications/Coal_Beneficiation_Workshop/4th_SR_Ghosh_DIR_ES_IICM.pdf Erişim Tarihi: 05.10.2015.
- Gionet, P., 1963, Analysis of Variance. Worldwide: SAE International. Erişim Adresi: <http://www.sae.org/technical/papers/630497> Erişim Tarihi: 08.10.2015.
- Green, D., Perry, R., 1997, Perry's Chemical Engineers' Handbook. McGraw Hill.
- Gupta, V., Parsad, R., 2012, Fundamentals of Design of Experiments. New Delhi: I.A.S.R.I.
- Güney, A., Önal, G., Ergut, Ö., 2002, Beneficiation of the fine coal by using the free jet flotation system. *Fuel Processing Technology*, Vol. 75, pp. 141-150.
- Güral, G., 2003, Gazaltı Kaynağında Proses Parametrelerinin Optimizasyonu. Dokuz Eylül Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü. Yüksek Lisans Tezi. Eylül, İZMİR.
- Hacıfazlıoğlu, H., Sütçü, H., 2007, Optimization of some parameters in column flotation and a comparison of conventional cell and column cell in terms of flotation performance. *Journal of Chinese Institute of Chemical Engineers*, Vol. 38, pp. 287-293.
- Harvey, R.D., Ruch, R.R., 1986, Mineral matter in Illinois and other US coals, in mineral matter and ash in coal, ACS Symposium Series, Washington DC, Vol. 301, pp. 10-40.
- Jensen, D., 1995, Efficiency comparisons of central composite designs. *Journal of Statistical Computation and Simulation*, Vol. 52, pp.177-183.
- Jia, R., Harris, G., Fuerstenau, D., 2002, Chemical reagents for enhanced coal flotation. *Coal Preparation*, Vol. 22, pp. 123-149.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Jia, R., Harris, G., Fuerstenau, W., 2000, An improved class of universal collectors for the flotation of oxidized and/or low-rank coal. *International Journal of Mineral Processing*, Vol. 58, pp. 99-118.
- Kelebek, S., Demir, U., Şahbaz, O., Çınar, M., Karagüzel, C., Öteyaka, B., 2008, The effect of dodecylamine, kerosene and pH on batch flotation of Turkey's Tuncbilek Coal. *International Journal of Mineral Processing*, Vol. 88, pp. 65-71.
- Khuri, A., Mukhopadhyay, S., 2010, Response surface methodology. *WIREs Computational Statistics*, Vol. 2, pp. 128-149.
- Koç, E., Şenel, M., 2013, Dünyada ve Türkiye'de Enerji Durumu-Genel Değerlendirme. *Mühendis ve Makina*, Sayı: 639, s. 32-44.
- Laskowski, J., 2001, *Coal Flotation and Fine Coal Utilization*. Amsterdam: Elsevier.
- Lazic, Z., 2004, *Design of Experiments in Chemical Engineering A practical Guide*. WILEY-VCH, Weinheim.
- Melo, F., 2001, *Fundamental Properties of Flotation Frothers and Their Effect on Flotation*. University of British Columbia.
- Mendenhall, W., 2014, *Introduction to Probability and Statistics*. Erişim Adresi: https://books.google.com.tr/books?id=BlxwBAAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=tr&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false
Erişim Tarihi: 21.12.2014.
- Montgomery, D. C., 2009, *Design and Analysis of Experiments 7th Edition*, John Wiley&Sons, Singapore.
- Myers, R., 1971, *Response Surface Methodology*. Allyn and Bacon, Boston.
- Naik, P., Reddy, P., 2006, Effect of sodium metasilicate on natural flotability of coal. *Colloid and Polymer Science*, Vol. 284, pp. 1024-1030.
- Naik, P., P.S.R. Reddy, Misra, V., 2005, Interpretation of interaction effects and optimization of reagent dosages for fine coal flotation. *International Journal of Mineral Processing*, Vol. 75, pp. 83-90.
- Oh-Hyung, H., Min-Kyu, K., Byoung-Gon, K., Nimal, S., Chul-Hyun, P., 2014, Fine coal beneficiation by column flotation. *Fuel Processing Technology*, Vol. 126, pp. 49-59.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Oz Aksoy, D., Aytar, P., Toptaş, Y., Çabuk, A., Koca, S., Koca, H., 2014, Physical and physicochemical cleaning of lignite and the effect of cleaning on biodesulfurization. *Fuel*, Vol. 132, pp. 158-164
- Özgen, S., Malkoç, Ö., Doğancık, C., Sabah, E., Şapçı, F., 2011, Optimisation of a Multi Gravity Separator to produce clean coal from Turkish lignite fine coal tailings. *Fuel*, Vol. 90, pp. 1549-1555.
- Plackett, R.L., Burman, J.P., 1946, The design of optimum multifactorial experiments, *Biometrika*, Vol. 33, pp. 305-325
- Pawlik, M., 2009, "The Surface Properties of Coal". *Handbook of Surface and Colloid Chemistry* (s. 655-680). New York, USA: Taylor&Francis Group.
- Pineres, J., Barraza, J., 2012, Effect of pH, air velocity and frother concentration on combustible recovery, ash and sulphur rejection using column flotation. *Fuel Processing Technology*, Vol. 97, pp. 30-37.
- Polat, M., Polat, H., Chander, S., 2003, Physical and chemical interactions in coal flotation. *International Journal of Mineral Processing*, Vol. 72, pp. 199-213.
- Rodriguez, J., Purcell, R., Aplan, F., 1984, Estimating the hydrophobicity of coal. *Colloids and Surfaces*, Vol. 12, pp. 1-25.
- T.T.K., 2015, Taşkömürü Sektör Raporu. Ankara: TTK Genel Müdürlüğü.
- Qu, X., Wu, C., 2005, One factor at a time designs of resolution V. *Journal of Statistical Planning and Inference*, Vol. 131, pp. 407-416.
- Qu, X., Wang, L., Nguyen, V., 2013, Correlation of air recovery with froth stability and separation efficiency in coal flotation. *Minerals Engineering*, Vol. 41, pp. 25-30.
- Rakic, T., Kasagic, I., Jovanovic, M., Stojanovic, B., Ivanovic, D., 2014, Comparison of Full Factorial Design, Central Composite Design and Box-Behnken Design in Chromatographic Method Development for the Determination of Fluconazole and Its Impurities. *Analytical Letters*, Vol. 47, pp. 1334-1347.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Ramachandra, R., 2004, Separation of Naturally Hydrophobic Minerals. Surface Chemistry of Froth Flotation, Springer Science + Business Media, LLC., New York, p. 37
- Reddy, P., 2014, Clean Coal Technologies for Power Generation. London: Taylor&Francis Group.
- Rubinstein, Y., Linev, B., Samoylova, E., 2001, Perspective Trends in Fine Coal Slimes Flotation. 17th International Mining Congress and Exhibition of Turkey. Ankara.
- Schmidt, M., 2014, Understanding and Using Statistics. Erişim Adresi : https://books.google.com.tr/books?id=SHJwBAAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=tr&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false Erişim Tarihi: 21.12.2014.
- Sieminski, A., 2013, International Energy Outlook, Erişim Adresi : http://www.eia.gov/pressroom/presentations/sieminski_07252013.pdf Erişim Tarihi: 28.09.2015.
- Stach, E., Mackowsky, M.-T., Teichmuller, M., Taylor, G., Chandra, D., Teichmuller, R., 1982, Coal Petrology. Berlin: Gebrüder Borntraeger.
- Şirvancı, M., 1997, Kalite İçin Deney Tasarımı. Literatür Yayınları.
- T.K.İ., 2009, Kömür Sektör Raporu. Ankara: Türkiye Kömür İşletmeleri.
- T.K.İ., 2014, Kömür Sektör Raporu. Ankara: Türkiye Kömür İşletmeleri.
- Trinh, T., Kang, L., 2010, Application of Response Surface Method as an Experimental Design to Optimize Coagulation Tests. Environmental Engineering R., Vol. 15, pp. 63-70.
- Vamvuka, D., Agridiotis, V., 2001, The effect of chemical reagents on lignite flotation. International Journal of Mineral Processing, Vol. 61, pp. 209-224.
- Ward, C., 1984, Coal Geology and Coal Technology. Blackwell Scientific Publications.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- W.C.A., 2014, worldcoal.org. Erişim Adresi : <http://www.worldcoal.org/resources/coal-statistics/> Erişim Tarihi: 01.01.2015.
- W.C.I., 2009, The Coal Resource-A Comprehensive Overview of Coal. World Coal Institute.
- Wills, B., 1997, Mineral Processing Technology. Musselburgh: Butterworth-Heinemann.
- Xia, W., Yang, J., Liang, C., 2012, Effect of microwave pretreatment on oxidized coal flotation. Powder Technology, Vol. 233, pp. 186-189.
- Xia, W., Yang, J., Zhu, B., 2012, Flotation of oxidized coal dry-ground with collector. Powder Technology, Vol. 228, pp. 324-326.
- Yu, Q., Ye, J., Miller, D., 1990, A study of Surfactant/Oil Emulsions for Fine Coal Flotation, Advances in Fine Particles Processing, Springer US, pp. 345-355.