



Orijinal Araştırma / Original Research

ZONGULDAK İNCE KÖMÜRLERİNİN KABA FLOTASYON PARAMETRELERİNİN CEVAP YÜZEYİ METODU İLE OPTİMİZASYONU

OPTIMIZATION OF ROUGHER FLOTATION PARAMETERS OF ZONGULDAK FINE COAL USING RESPONSE SURFACE METHODOLOGY

Özcan Öney^{a,*}, Selçuk Samanlı^a

^a Uşak Üni. Müh. Fak. Maden Müh. Böl., UŞAK

Geliş Tarihi / Received : 23 Temmuz / July 2016

Kabul Tarihi / Accepted : 11 Ekim / October 2016

Anahtar Sözcükler:

Kömür flotasyonu,
cevap yüzeyi metodu,
modelleme,
optimizasyon

Keywords:

Coal flotation,
response surface methodology,
modeling,
optimization

ÖZET

Bu çalışmada; Zonguldak ince kömürlerinin (tane boyutu; -0,5 mm, kül; % 46,10) kaba flotasyon parametrelerinin modellenmesi ve optimizasyonu cevap yüzeyi metodu ile araştırılmıştır. Bağımsız değişkenler; gazyağı miktarı (x_1), metilizobütilkarbinol miktarı (x_2), sodyum silikat miktarı (x_3) ve katı oranının (x_4) bağımlı değişkenler; kaba konsantré ağırlığı (y_1), kaba konsantré külü (y_2) ve yanabilir verim (y_3) üzerindeki etkisi merkezi bileşik dönersel tasarımı ile araştırılmış ve her bir bağımlı değişken için model eşitlikleri geliştirilmiştir. Sonuçlar varyans analizi ile değerlendirilmiş olup, modellerin doğruluğu ve geçerliliği tartışılmış ve üç boyutlu grafikleri çizilmiştir. Design Expert 8.0.7.1 yazılım programı ile optimum yaklaşımda; ağırlıkça % 64,54 kaba konsantré elde edileceği ve bunun kül oranının % 23,88 ve yanabilir verimin de % 91,78 değerlerinde elde edileceği hesaplanmıştır. Bu sonuçlara, 200 g/t gazyağı, 125 g/t MIBC, 1846 g/t sodyum silikat miktarlarında ve % 10 katı oranında çalışıldığında ulaşılabilecekleri belirlenmiştir.

ABSTRACT

In this study; modeling and optimization of rougher flotation parameters of Zonguldak fine coal (particle size; -0.5 mm, ash content; 46.10 %) was investigated by using response surface method. Central composite rotatable design was employed to evaluate the influence of independent variables; kerosene dosage (x_1), methyl isobutyl carbinol (MIBC) dosage (x_2), sodium silicate dosage (x_3) and the solid ratio (x_4) on the dependent variables; the weight of the rougher concentrate (y_1), the ash content of the rougher concentrate (y_2), and the combustible yield (y_3). Model equations were developed for each dependent variables and then results were evaluated by using analysis of variance. The accuracy and validity of the models were discussed and three-dimensional graphics were plotted. The optimum conditions were calculated by using Design Expert 8.0.7.1 software program. It was determined rougher concentrate could be obtained with the weight of 64.54 %, the ash content of 23.88 % and the combustible yield of 91.78 %. These results were taken with the help of parameters; 200 g/t diesel oil, 125 g/t MIBC, 1846 g/t sodium silicate and 10 % solid ratio.

* ozcan.oney@usak.edu.tr

GİRİŞ

Köpük flotasyonu karbon içeren materyalin kül içeren mineral maddelerden ayrılmasında, ince kömürler (-0,5 mm) için en etkili yöntemdir (Naik vd., 2005). Kömürlerin flotasyon yeteneği; kömürleşme derecesine, kül içeriğine, nem taşıma ve yüzey oksidasyonu özelliklerine bağlı olarak değişir (Kemal, 1987; Kural, 1991; Bilir, 2011).

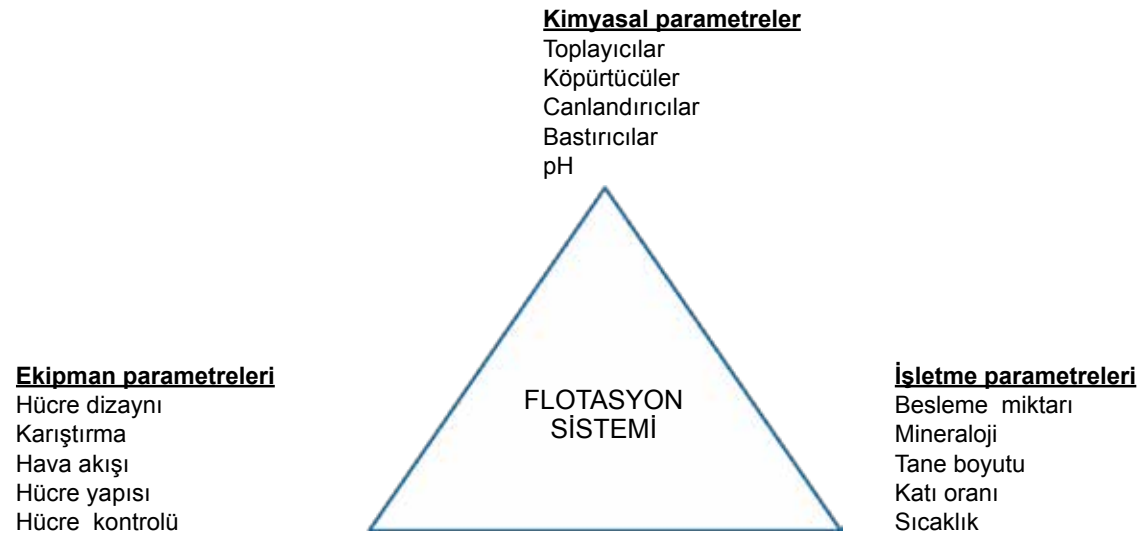
Reaktif türleri ve miktarları flotasyon işleminin en önemli parçasını oluşturmaktadır (Vazifeh vd., 2010). Yüksek dereceli kömürün reaktif tüketimi, doğal olarak su iter özelliği nedeniyle azdır (Jia vd., 2002; Laskowski vd.,1984). Kömür flotasyonunda en etkili toplayıcılar; suda düşük çözünürlüğe sahip petrol, ağaç ve kömürden türetilen yağlardır. Gazyağı, mazot ve ham petrol bu toplayıcılara örnek olarak verilebilir. Kömür flotasyonunda, mono hidrik alifatik alkoller ve monokarboksilik asitler iyi köpürtücü özelliğe sahip olarak değerlendirilirler. Hidrokarbon radikali 5 ile 8 karbon atomu içeren ve özellikle en uygunu 8 olan köpürtücüler iyi köpürtücülerdir. Köpürtücü olarak amil, heksil, heptil ve oktil alkoller sayılabilir. Metilzobütil karbinol (MIBC) de sıklıkla kullanılan bir alifatik alkol olup aynı zamanda toplayıcı özelliğe de sahiptir. Read ve Rapp (1989) tarafından yapılan bir çalışmada, bu köpürtücünün ince tane boyutunda daha etkili olduğu belirtilmektedir. Yüksek kil, silikat ve özellikle kuvars içeren şlamlarda bastırıcı olarak sodyum silikat, heksametafosfat, lignin ve diğer polimerik sülfonatlar, quebrecho ve tanin kullanılır (Öney, 1993). Toplayıcı olarak gazyağı, köpürtücü olarak MIBC, bastırıcı olarak sodyum

silikatın kullanıldığı kömür flotasyon çalışması Sivrikaya 2014 tarafından yapılmıştır (Sivrikaya, 2014). Kömür flotasyon devrelerinde katı oranı hesaplanırken kömürün diğer cevherlere göre düşük olan yoğunluğu mutlaka dikkate alınmalıdır. Bunun için katı oranları diğer cevherlere göre düşük seçilmelidir. Kömür için en uygun olan katı oranı %12 olarak tespit edilmiştir. Bu orana kadar flotasyon hızı sabit kalmakta, daha yüksek katı oranlarında hız azalmaktadır (Kural,1991). Kömür flotasyon devreleri genellikle bir kaba flotasyon aşaması ve bazen de süpürme devresi içerebilir (Çilek, 2013).

Köpük flotasyonunda birçok parametre birbiri ile yüksek oranda ilişkilidir. Bu yüzden köpük flotasyonu işlemlerinde bütün faktörleri dikkate almak gereklidir. Bir parametredeki (örneğin besleme oranı) değişim otomatik olarak sistemdeki diğer parametreleri (flotasyon oranı, tane boyutu kazanımı, hava akışı, katı oranı vb.) doğrudan etkileyecektir. Sonuçta, tek bir faktörün etkilerini araştırmak zordur ve sistemde dengeleme etkileri işleminden beklenen etkileri değiştirebilir (Anon, 2016).

Ayrıca flotasyon verimine etki eden parametreler Şekil 1’de gösterilmiştir. Bu parametrelerden kimyasal parametrelerin diğerlerine göre daha büyük etkisinin olduğu belirtilmektedir (Klimpel,1995).

Klasik yöntemlerle, uygun deney koşullarının bulunması için çok sayıda deney yapmak gereklidir ve deney değişkenlerinin birbirleri üzerine olan etkilerini görmek yine de mümkün olmayabilir (Erşan ve Açıklak, 2014). Cevher zenginleştirme



Şekil 1. Flotasyon sistemi ve parametresel değişim bölgeleri (Klimpel, 1995)

ve kömür hazırlama laboratuvarlarındaki deney koşulları göz önüne alındığında; bu deneyleri en aza indirmek, en verimli şekilde gerçekleştirebilmek ve sonuçları doğru yorumlayabilmek için deney tasarımı yöntemlerinin uygulaması son derece önemlidir (Bilir, 2011).

Çok sayıda parametrenin sonuç üzerinde etkili olduğu sistemler için, parametrelerin birbiri üzerine etkilerini de ortaya koymak üzere geliştirilmiş olan istatistiksel yöntemler, deney tasarımı ve değişken parametrelerin sonuç üzerindeki etkilerini belirlemede ve yorumlanmasında kullanılmaktadır. İstatistiksel temele dayanan kullanılabilir yöntemlerin başında cevap yüzey yöntemleri (CYY) gelmektedir (Turan ve Altundoğan, 2011).

Cevap yüzey yöntemi (CYY), "Denemelerin Optimum Koşullara Ulaşması" ismi ile 1951 yılında Box ve Wilson tarafından geliştirilmiş ve tanımlanmıştır. Box ve Wilson mümkün olan en az sayıda gözlem değeri ile cevap yüzeyi üzerinde bağımlı değişkenin maksimum noktaya ulaşılmasını amaçlayan deneme düzenini ortaya koymuşlardır. Bu amaçla bazı deneme düzenlerini karşılaştırmış ve kompozit denemeleri tanımlamışlardır (Mead ve Pike, 1975; Turan ve Altundoğan, 2011). Cevap yüzey yöntemi, proseslerin geliştirilmesi ve optimizasyonu için gerekli istatistiksel ve matematiksel tekniklerin birlikte kullanıldığı bir yöntem olarak tanımlanmıştır (Turan ve Altundoğan, 2011). CYY yönteminde ilk adım cevap değişkeni üzerinde etkisi olduğu düşünülen etkenleri yani bağımsız değişkenleri belirlemektir. Bu adımdan sonra, cevap yüzeyi yönteminde deney tasarımı, regresyon modelleme ve optimizasyon teknikleri iç içe kullanılır (Baş, 2010). En çok kullanılan CYY tasarımları; 'CCD-Merkezi bileşik tasarımı' ve 'Box-Behnken tasarımı' dır (Erdoğan, 2007).

Bu çalışmada, dört bağımsız değişken; gazyağı miktarı (x_1), MIBC miktarı (x_2), Sodyum silikat miktarı (x_3) ve katı oranı (x_4) kullanılarak Zonguldak-Kozlu bölgesi ince kömürlerinin kaba flotasyon parametrelerinin optimizasyonu cevap yüzeyi metodu ile yapılmıştır. Bu parametrelerin kaba konsantre ağırlığı (y_1), kaba konsantre külü (y_2) ve yanabilir verim (y_3) üzerindeki etkisi merkezi bileşik dönersel tasarımı ile incelenmiş ve matematiksel modeller geliştirilmiştir. Ayrıca; üç boyutlu cevap yüzeyi şekilleri çizilerek bağımsız değişkenlerin birbirleri ve cevapları ile olan etkisi ortaya konulmuştur.

1. MALZEME VE YÖNTEM

1.1. Numune özellikleri ve flotasyon deneyleri

Deneylerde Türkiye Taşkömürü Kurumu (TTK) Kozlu Taşkömürü Müessesesi Müdürlüğü Lavvarı filtrasyon ünitesine besleme kısmından alınan şlam numunesi (-0,5 mm) numuneler kullanılmıştır. Kozlu lavvarı şlam numunesi üzerinde yapılan analiz sonuçları Çizelge 1'de verilmektedir. Numunenin havada kuru analizine göre nem oranı % 0,4, uçucu madde oranı % 20,01 ve sabit karbon % 33,49 olarak belirlenmiştir.

Çizelge 1. Kozlu lavvarı şlam numunesi analizi

		Havada kuru	Kuru
Nem	(%)	0,4	--
Kül	(%)	46,1	46,29
Uçucu Madde	(%)	20,01	20,09
Sabit Karbon	(%)	33,49	33,62
Toplam		100	100

1.2. Merkezi bileşik dönersel tasarımı

Merkezi bileşik dönersel tasarımı grafik oluşturmayı sağlayan, genişletilmiş merkez noktaları içeren deneysel tasarım metodudur. Her bir faktör için merkez noktadan uzaklık faktöriyel noktalar için ± 1 birim, orta noktalar için 0 ve yıldız noktalar için faktöriyel noktaların ötesinde $\pm \beta$ birimdir. Yıldız noktalar dönerselliği sağlamak amacıyla seçilir (Box ve Hunter, 1957). Merkezi bileşik dönersel tasarım için gerekli deney sayısı; k bağımsız değişken sayısı olmak üzere merkezde 2^k faktöriyel, ikinci dereceden terimleri oluşturmak amacıyla β olarak belirtilen yıldız noktalarında $2k$ faktöriyel ve merkezdeki deneylerin tekrarından oluşmaktadır. Merkezdeki deneylerin tekrarı deneysel hataların tahmin edilmesi açısından çok önemlidir. Dört değişken için merkezde yapılması önerilen test sayısı 6'dır. Böylece dört bağımsız değişken için gerekli deney sayısı $2^4 + (2 \times 4) + 6 = 30$ 'dur (Aslan vd, 2008; Obeng vd, 2005; Box ve Hunter, 1957).

Bu çalışmada; ince kömürlerin kaba flotasyonunda cevap fonksiyonları (kaba konsantre ağırlığı, kaba konsantre külü ve yanabilir verim) ve bağımsız değişkenler (gazyağı, MIBC, sodyum silikat miktarları ve katı oranı) arasındaki ilişkiyi açıklayabilmek amacıyla merkezi bileşik dönersel deney tasarımı seçilmiştir. Klasik flotasyon deneyleri sonucunda belirlenen en uygun reaktif

cinsleri dikkate alınarak, bağımsız değişkenler; gazyağı miktarı (100-500 g/t), MIBC miktarı (50-150 g/t), sodyum silikat miktarı (500-2500 g/t) ve % katı oranı (8-16) olarak belirlenmiştir. Çalışılan merkezi bileşik dönersel tasarım yönteminde incelenmek üzere kodlanmış değerler ile gerçek değerler arasındaki ilişki Çizelge 2’de sunulmaktadır. Flotasyon deneylerinde doğal ortam pH’ı (8) ve karıştırma hızı 1400 dev/dk sabit (kontrol değişkeni) tutulmuştur. Flotasyon deneylerinde 3 dk koşullandırma işlemi sonrası bastırıcı, toplayıcı ve köpürtücü reaktifleri ilave edilmiştir. Her bir reaktif ilave edildikten sonra 3 dakika koşullandırma yapılmış ve 3 dakika süre ile de köpük toplanmıştır.

Çizelge 2. Deneylerde kullanılan bağımsız değişkenler ve miktarları

Bağımsız Değişkenler	Sembol	Kodlanmış bağımsız değişkenler				
		En düşük	Düşük	Merkez	Yüksek	En yüksek
		-2	-1	0	1	2
Gazyağı miktarı	(g/t) x_1	100	200	300	400	500
MIBC miktarı	(g/t) x_2	50	75	100	125	150
Sodyum silikat miktarı	(g/t) x_3	500	1000	1500	2000	2500
Katı oranı	(g/t) x_3	8	10	12	14	16

DeneySEL çalışmalarından cevap verileri elde edildiğinde, cevap modelin katsayılarını standart sapmalarını ve büyüklüğünü saptamak için regresyon analizi yapılır. Bağımlı değişkenleri açıklamak için kullanılan ikinci derece polinom eşitliği aşağıda verilmektedir.

$$y_n = \beta_0 + \sum_{i=1}^4 b_i x_i + \sum_{i=1}^4 b_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^4 \sum_{j=i+1}^4 b_{ij} x_i x_j + \varepsilon \dots (1)$$

Burada y_n bağımlı değişkenler (kaba konsantre ağırlığı, kaba konsantre külü ve yanabilir verim) x_1, x_2, x_3 ve x_4 cinsinden kodlanmış bağımsız değişkenlerin fonksiyonudur. β_0 regresyon katsayısı, ε hata, b_i doğrusal katsayı, b_{ii} ikinci dereceden katsayılar ve b_{ij} ikili etkileşim katsayılarıdır.

İstatistiksel analizler Design Expert 8.0.7.1 yazılım programı kullanılarak yapılmıştır. Sonuçlar varyans analizi (ANOVA) ile % 95 güvenlilik oranında istatistiksel olarak test edilmiştir. Kaba konsantre ağırlığı, kaba konsantre külü ve yanabilir verimi açıklamak için bağımsız değişkenlere bağlı olarak ikinci dereceden denklemler geliştirilerek analiz edilmiştir. Ayrıca her üç bağımlı değişken için üç boyutlu grafikler çizilerek yorumlanmıştır.

2. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Merkezi bileşik dönersel tasarıma göre; 6 ade-di orta noktalarda olmak üzere toplam 30 deney yapılmıştır. Deneysel tasarımda kodlanmış ve gerçek bağımsız değişken değerleri ve deneyler sonucunda elde edilen kaba konsantre ağırlığı, kaba konsantre külü ve yanabilir verim değerleri Çizelge 3’te verilmektedir.

Elde edilen sonuçlar, Design Expert 8.0.7.1 yazılım programında çoklu regresyon analizine tabi tutulmuştur. Çizelge 4’de bağımlı değişkenler için çoklu belirtme katsayı tablosu verilmektedir. Eğer modelde pek çok değişken varsa ve örnek miktarı çok değilse ayarlamalı R^2 değeri, R^2 ’den

belirgin şekilde küçük olabilir. Sonuç olarak, bu değerlerin birbirine ve 1’e yaklaşması modelin başarısını göstermektedir (Erşan ve Açıknel, 2014). Kaba konsantre ağırlığı için ikinci derece regresyon denklemi çoklu belirtme katsayısı R^2 0,9789 olarak hesaplanmıştır. Bu da eşitliğin sağ tarafındaki 4 bağımsız açıklayıcı değişkenin beraberce ağırlık oranındaki değişimin % 97,89’ unu açıkladığını göstermektedir. Ayrıca; 0,8795 tahmini R^2 değeri 0,9579 ayarlamalı R^2 değeri ile uyumluluk göstermektedir. Kaba konsantre külü ve yanabilir verim için çoklu belirtme katsayıları da yaklaşık olarak benzer sonuçlar vermiştir. Bu da modellerin kullanılabilir modeller olduğunu göstermektedir.

Yeterli kesinlik, sinyal gürültü oranını gösterir. Sinyal gürültü oranının ise 4’ün üstünde olması beklenir (Erşan ve Açıknel, 2014). Bu çalışmada elde edilen verilerin Design Expert programı ile değerlendirilmesi sonucunda; kaba konsantre ağırlığı için bulunan sinyal gürültü oranı 24,405 olup yeterli sinyale işaret etmektedir. Yine, kaba konsantre külü için 28,129 ve yanabilir verim için 20,959 değerleri hesaplanmış olup, yeterli sinyal olduğunu belirtmektedir.

Çizelge 3. Kodlanmış ve gerçek bağımsız değişkenler ile bağımlı değişken değerleri

Deney No	Kodlanmış bağımsız değişkenler				Bağımsız değişken miktarları				Deneysel bağımlı değişken değerleri			
	x_1	x_2	x_3	x_4	Gazyağı miktarı	MIBC miktarı	Sodyum silikat miktarı	Katı oranı	Temiz kömür ağırlığı	Temiz kömür külü	Yanabilir verim	
					(g/t)	(g/t)	(g/t)	(%)	(%)	(%)	(%)	
1	-1	-1	-1	1	200	75	1000	14	61,22	22,09	89,11	
2	-1	-1	1	-1	200	75	2000	10	55,81	18,72	85,15	
3	-1	1	-1	-1	200	125	1000	10	65,33	25,34	91,65	
4	-1	1	1	1	200	125	2000	14	65,85	25,40	89,81	
5	1	-1	-1	-1	400	75	1000	10	58,78	21,11	85,20	
6	1	-1	1	1	400	75	2000	14	61,60	24,78	89,87	
7	1	1	-1	1	400	125	1000	14	66,16	25,93	92,33	
8	1	1	1	-1	400	125	2000	10	65,06	25,18	91,79	
9	0	0	0	0	300	100	1500	12	63,65	24,14	91,38	
10	0	0	0	0	300	100	1500	12	64,77	24,41	91,68	
11	-1	-1	-1	-1	200	75	1000	10	56,89	19,09	86,17	
12	-1	-1	1	1	200	75	2000	14	61,47	21,66	88,38	
13	-1	1	-1	1	200	125	1000	14	65,31	24,71	92,03	
14	-1	1	1	-1	200	125	2000	10	63,64	23,08	91,30	
15	1	-1	-1	1	400	75	1000	14	62,48	22,90	90,84	
16	1	-1	1	-1	400	75	2000	10	57,57	19,00	86,75	
17	1	1	-1	-1	400	125	1000	10	63,96	24,42	90,48	
18	1	1	1	1	400	125	2000	14	65,62	28,12	91,92	
19	0	0	0	0	300	100	1500	12	64,12	24,56	92,08	
20	0	0	0	0	300	100	1500	12	63,67	23,98	90,72	
21	-2	0	0	0	100	100	1500	12	62,55	22,46	90,38	
22	2	0	0	0	500	100	1500	12	65,54	25,78	92,33	
23	0	0	0	0	300	100	1500	12	65,34	25,48	91,99	
24	0	-2	0	0	300	50	1500	12	56,03	18,15	84,94	
25	0	2	0	0	300	150	1500	12	68,31	27,58	93,11	
26	0	0	-2	0	300	100	500	12	66,37	26,14	89,46	
27	0	0	2	0	300	100	2500	12	65,29	25,01	89,24	
28	0	0	0	-2	300	100	1500	8	58,00	20,56	87,00	
29	0	0	0	2	300	100	1500	16	66,35	25,62	92,39	
30	0	0	0	0	300	100	1500	12	64,56	24,72	92,24	

Çizelge 4. Model özet istatistikleri

		Std. Sapma	Belirleme katsayısı-R ²	Ayarlamalı R ²	Tahmini R ²
Temiz kömür ağırlığı	(%)	0,69	0,9789	0,9579	0,8795
Temiz kömür külü	(%)	0,52	0,981	0,9620	0,8879
Yanabilir verim	(%)	0,51	0,9788	0,9575	0,8904

2.1. Kaba konsantre ağırlığı

Kaba konsantre ağırlığı için yapılan varyans analizi Çizelge 5'de verilmektedir. F-değeri olan 46,48 modelin önemli olduğunu göstermektedir. Probabilite değerinin 0,05'ten küçük olması model terimlerinin önemli olduğunu göstermektedir. Bu durumda, kaba konsantre ağırlığı için x_1 , x_2 , x_4 , x_2x_4 , x_1^2 , x_2^2 ve x_4^2 önemli model parametreleridir.

Uyum eksikliği, regresyonda içerilmeyen noktalarda deneysel kümedeki verileri göstermek için modelin başarısını ölçer (Erşan ve Açıknel, 2014).

Uyum eksikliği değeri 1,93 uyum eksikliğinin hataya bağlı olarak önemli olmadığını, uyum eksikliği (F-değeri) 0,2754 bu değer % 27,54 ihtimalle uyumsuzluk göstereceğini belirtmektedir.

Kaba konsantre ağırlığı (y_1) için kodlanmış değerler üzerinden ikinci dereceden polinom aşağıdaki şekilde ifade edilebilir:

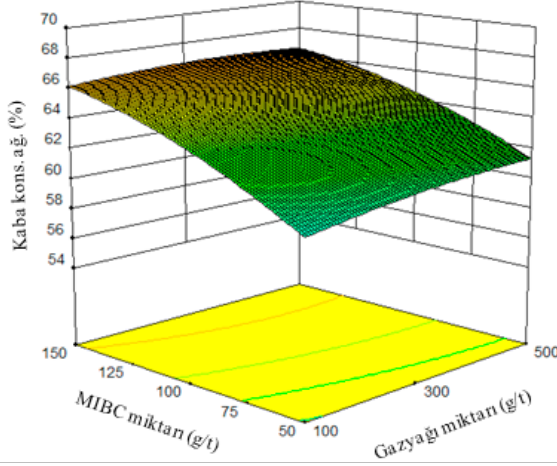
$$y_1 = 64,57 + 0,49x_1 + 2,90x_2 + 1,56x_4 - 0,80x_2x_4 - 0,31x_1^2 - 0,77x_2^2 - 0,65x_4^2 \dots \dots \dots (2)$$

Sonuçların daha iyi anlaşılması amacıyla çizilen üç boyutlu grafikler Şekil 2'de verilmektedir. Kaba konsantre ağırlığı en düşük MIBC miktarı

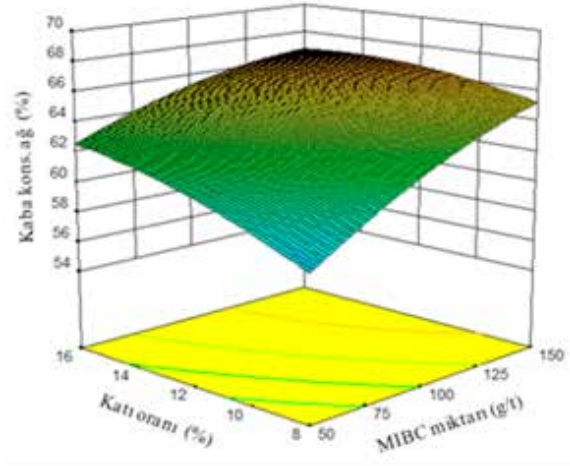
Çizelge 5. Kaba konsantre ağırlığı için yapılan varyans analizi (ANOVA)

	Kareler ortalaması	Serbestlik derecesi	Ort. kareler	F Değeri	p-değeri
Model	308,08	14	22,01	46,48	< 0,0001
Gazyağı miktarı (x_1)	5,70	1	5,70	12,03	0,0038
MIBC miktarı (x_2)	202,33	1	202,33	427,39	< 0,0001
Sodyum silikat miktarı (x_3)	1,34	1	1,34	2,83	0,1145
Katı oranı (x_4)	58,20	1	58,20	122,94	< 0,0001
$x_1 x_2$	1,19	1	1,19	2,51	0,1357
$x_1 x_3$	0,01	1	0,01	0,03	0,8738
$x_1 x_4$	0,18	1	0,18	0,38	0,5474
$x_2 x_3$	0,34	1	0,34	0,72	0,4095
$x_2 x_4$	10,18	1	10,18	21,50	0,0004
$x_3 x_4$	0,32	1	0,32	0,67	0,4271
x_1^2	2,60	1	2,60	5,50	0,0343
x_2^2	16,47	1	16,47	34,80	< 0,0001
x_3^2	0,53	1	0,53	1,11	0,3094
x_4^2	11,64	1	11,64	24,58	0,0002
Artık	6,63	14	0,47		
Uyum eksikliği	5,49	10	0,55	1,93	0,2754
Hata	1,14	4	0,28		
Toplam	325,72	29			

ve en düşük gazyağı miktarında % 59,80 ile en az orandadır. MIBC miktarı ve gazyağı miktarı arttıkça kaba konsantre ağırlığı artmaktadır. Şekil 2 (a), Şekil 2 (b)'den de görüleceği üzere en az MIBC miktarında (50 g/t) ve en az katı oranında



(a)



(b)

Şekil 2. (a) Kaba konsantre ağırlığının MIBC miktarı ve gazyağı miktarıyla değişimini gösteren üç boyutlu grafik (Sodyum silikat miktarı ve katı oranı orta noktada sabit tutularak)

(b) Kaba konsantre ağırlığının MIBC miktarı ve katı oranıyla değişimini gösteren üç boyutlu grafik (Sodyum silikat miktarı ve gazyağı miktarı orta noktada sabit tutularak)

(% 8) kaba konsantre ağırlığı % 57,92 iken, en yüksek MIBC miktarı olan 150 g/t seviyesinde bu değer % 65,25 seviyelerindedir. Kaba konsantre ağırlığı üzerinde MIBC miktarı katı oranına göre daha fazla pozitif olarak etki etmektedir.

2.2. Kaba konsantre külü

Kaba konsantre külü için yapılan varyans analizi Çizelge 6'da verilmektedir. F-değeri olan 51,57 modelin önemli olduğunu göstermektedir. Probabilite değerinin 0,05'ten küçük olan terimleri dikkate alındığında, kaba konsantre külü için önemli bağımsız parametreler x_1 , x_2 , x_4 , x_1x_3 , x_2x_4 , x_3x_4 , x_1^2 , x_2^2 ve x_4^2 dir. Uyum eksikliği değeri 2,69 uyum eksikliğinin hataya bağlı olarak önemli olmadığını belirtmektedir.

Kaba konsantre külü için (y_2) kodlanmış değerler üzerinden ikinci derece polinom aşağıdaki şekilde ifade edilebilir:

$$y_2 = 24,67 + 0,78x_1 + 2,18x_2 + 1,27x_4 + 0,36x_3 - 0,51x_2x_4 + 0,56x_3x_4 - 0,23x_1^2 - 0,54x_2^2 - 0,49x_4^2 \dots \dots \dots (3)$$

Şekil 3'te bağımsız değişkenlerin kaba konsantre külünde değişimini gösteren üç boyutlu gra-

fikleri sunulmaktadır. Şekil 3 (a)'dan görüleceği üzere; kaba konsantre külü her iki reaktif miktarı arttıkça artış göstermektedir. % 26,75 ile en yüksek kül oranına en yüksek gazyağı miktarı (500 g/t) ve en yüksek MIBC miktarında (150 g/t) ula-

şılmaktadır. Bastırıcı olarak kullanılan sodyum silikatın etkisi kaba konsantre külü üzerindeki etkisi oldukça azdır. 100 g/t gazyağı miktarında ve 500 g/t sodyum silikat miktarında kaba konsantre külü % 24,26 iken aynı gazyağı miktarında ve 2500 g/t olarak en yüksek sodyum silikat miktarında % 23,34 olmuştur. Benzer durumlar diğer gazyağı miktarları için de geçerlidir (Şekil 3 (b)).

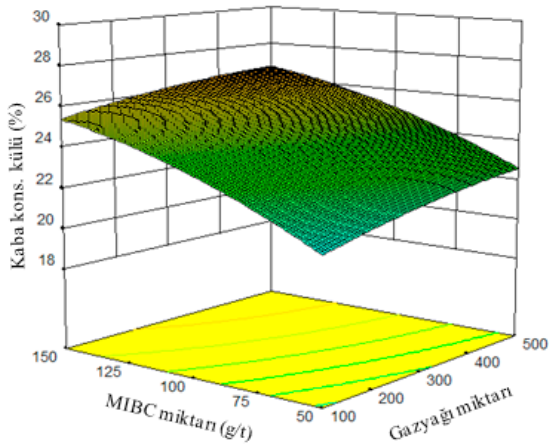
2.3. Yanabilir verim

Yanabilir verim için yapılan varyans analizi Çizelge 7'de verilmektedir. F-değeri olan 46,07 modelin önemli olduğunu göstermektedir. Probabilite değerinin 0,05'ten küçük olan terimleri dikkate alındığında, yanabilir verim için önemli bağımsız parametreler x_1 , x_2 , x_4 , x_1x_3 , x_1x_4 , x_2x_4 , x_3x_4 , x_2^2 , x_3^2 ve x_4^2 dir. Uyum eksikliği değeri 1,03 olarak hesaplanarak kaba konsantre ağırlığı ve kaba konsantre külü için hesaplanan değerlere göre daha azdır. Bu durumda yanabilir verim (y_3) için kodlanmış değerler üzerinden ikinci derece polinom aşağıdaki şekilde ifade edilebilir:

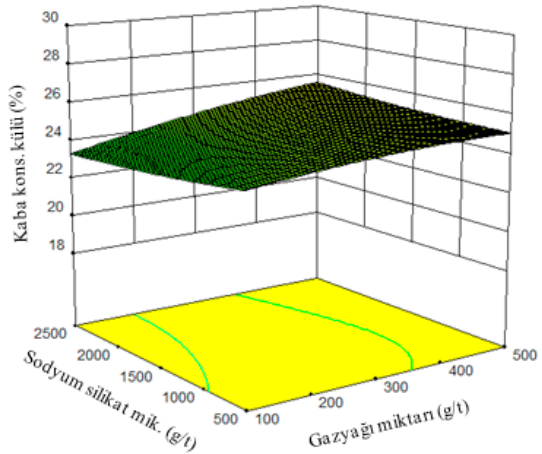
$$y_3 = 91,75 + 0,37x_1 + 1,85x_2 + 1,18x_4 + 0,47x_1x_3 + 0,47x_1x_4 - 0,84x_2x_4 - 0,40x_3x_4 - 0,72x_2^2 - 0,64x_3^2 - 0,55x_4^2 \dots \dots \dots (4)$$

Çizelge 6. Kaba konsantre külü için yapılan varyans analizi (ANOVA)

	Kareler ortalaması	Serbestlik derecesi	Ort. kareler	F Değeri	p-değeri
Model	196,05	14	14,00	51,57	< 0,0001
Gazyağı miktarı (x_1)	14,59	1	14,59	53,73	< 0,0001
MIBC miktarı (x_2)	114,34	1	114,34	421,07	< 0,0001
Sodyum silikat miktarı (x_3)	0,28	1	0,28	1,05	0,3236
Katı oranı (x_4)	38,64	1	38,64	142,30	< 0,0001
$x_1 x_2$	0,21	1	0,21	0,76	0,3988
$x_1 x_3$	2,11	1	2,11	7,77	0,0145
$x_1 x_4$	0,85	1	0,85	3,13	0,0986
$x_2 x_3$	0,61	1	0,61	2,25	0,1562
$x_2 x_4$	4,09	1	4,09	15,06	0,0017
$x_3 x_4$	5,07	1	5,07	18,67	0,0007
x_1^2	1,44	1	1,44	5,32	0,0369
x_2^2	8,12	1	8,12	29,91	< 0,0001
x_3^2	0,50	1	0,50	1,83	0,1978
x_4^2	6,50	1	6,50	23,96	0,0002
Artık	3,80	14	0,27		
Uyum eksikliği	3,31	10	0,33	2,69	0,1764
Hata	0,49	4	0,12		
Toplam	203,66	29			



(a)



(b)

Şekil 3. (a) Kaba konsantre külünün MIBC miktarı ve gazyağı miktarıyla değişimini gösteren üç boyutlu grafik (Sodyum silikat miktarı ve katı oranı orta noktada sabit tutularak)

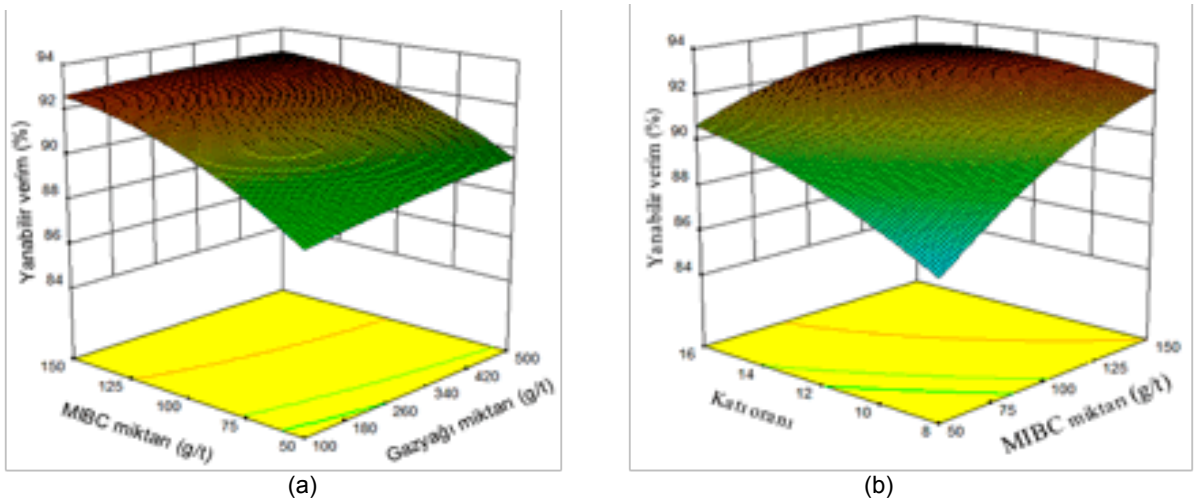
(b) Kaba konsantre külünün sodyum silikat miktarı ve gazyağı miktarıyla değişimini gösteren üç boyutlu grafik (katı oranı ve MIBC miktarı orta noktada sabit tutularak)

Şekil 4'de bağımsız değişkenlerin yanabilir verim üzerindeki etkisini gösteren üç boyutlu grafikler verilmektedir. MIBC miktarı ve gazyağı miktarı arttıkça yanabilir verimde belirgin bir artış görülmektedir. Şekil 4 (a)'dan anlaşılacağı üzere,

gazyağı miktarının yanabilir verim üzerindeki pozitif etkisi MIBC miktarına göre daha fazladır. Aynı şekilde, MIBC miktarı katı oranı ile karşılaştırıldığında yanabilir verim üzerinde oldukça etkilidir. En düşük MIBC miktarında (50 g/t) ve

Çizelge 7. Yanabilir verim için varyans analizi (ANOVA)

	Kareler ortalaması	Serbestlik derecesi	Ort. kareler	F Değeri	p-değeri
Model	167,85	14	11,99	46,07	< 0,0001
Gazyağı miktarı (x_1)	3,34	1	3,34	12,82	0,003
MIBC miktarı (x_2)	82,26	1	82,26	316,05	< 0,0001
Sodyum silikat miktarı (x_3)	0,10	1	0,10	0,37	0,5539
Katı oranı (x_4)	33,51	1	33,51	128,74	< 0,0001
$x_1 x_2$	0,94	1	0,94	3,62	0,0779
$x_1 x_3$	3,60	1	3,60	13,82	0,0023
$x_1 x_4$	3,47	1	3,47	13,32	0,0026
$x_2 x_3$	0,00	1	0,00	0,00	0,987
$x_2 x_4$	11,41	1	11,41	43,83	< 0,0001
$x_3 x_4$	2,55	1	2,55	9,78	0,0074
x_1^2	0,53	1	0,53	2,03	0,1763
x_2^2	14,30	1	14,30	54,92	< 0,0001
x_3^2	11,24	1	11,24	43,19	< 0,0001
x_4^2	8,39	1	8,39	32,22	< 0,0001
Artık	3,64	14	0,26		
Uyum eksikliği	2,63	10	0,26	1,03	0,5329
Hata	1,02	4	0,25		
Toplam	172,59	29			



Şekil 4. (a) Yanabilir verimin MIBC miktarı ve gazyağı miktarıyla değişimini gösteren üç boyutlu grafik (Sodyum silikat miktarı ve katı oranı orta noktada sabit tutularak)
 (b) Yanabilir verimin MIBC miktarı ve katı oranıyla değişimini gösteren üç boyutlu grafik (Sodyum silikat miktarı ve gazyağı miktarı orta noktada sabit tutularak)

en düşük katı oranında (% 8) yanabilir verim % 86,65'dir. MIBC sabit tutularak katı oranı en yüksek seviyeye ulaştığında yanabilir verim oranı da % 90,65'e ulaşmaktadır. Benzer şekilde katı oranı sabit tutularak MIBC miktarı arttırıldığında (150 g/t) yanabilir verim % 92 ye ulaşmaktadır.

Bu çalışmanın başlıca amaçlarından birisi de, en yüksek ağırlıkta ve yanabilir verimde ve en düşük kül içeriğine sahip kaba konsantre elde etmek için en uygun proses parametrelerini tespit etmektir. Bu amaçla Design Expert 8.7.0.1 paket programı kullanılarak yapılan optimizasyon sonucuna göre % 64,54 kaba konsantre ağırlığında, % 23,88 kaba konsantre kül oranında ve % 91,78 oranında yanabilir verim değerlerine 200 g/t gazyağı, 125 g/t MIBC, 1846 g/t sodyum silikat miktarlarında ve % 10 katı oranında ulaşılmaktadır.

3. SONUÇLAR

Bu çalışmada; üç bağımlı değişken (kaba konsantre ağırlığı, külü ve yanabilir verim) için yüksek korelasyonda ikinci derece regresyon denklemini çoklu belirtme katsayısı (R^2) hesaplanmıştır.

Kaba konsantre ağırlığı için R^2 0,9789 olarak hesaplanmıştır. Ayrıca; 0,8795 tahmini R^2 değeri 0,9579 ayarlamalı R^2 değeri ile uyumluluk göstermektedir. Kaba konsantre külü ve yanabilir verim için çoklu belirtme katsayıları da yaklaşık olarak benzer sonuçlar vermiştir. Bu da modellerin kullanılabilir modeller olduğunu göstermektedir.

Kaba konsantre ağırlığı için bulunan sinyal gü-rültü oranı 24,405 yeterli sinyale işaret etmektedir. Yine, kaba konsantre külü için 28,129 ve yanabilir verim için 20,959 değerleri yeterli sinyal olduğunu belirtmektedir.

Kaba konsantre ağırlığı için F-değeri, 46,48 modelin önemli olduğunu göstermektedir. Uyum eksikliği değeri 1,93 uyum eksikliğinin hataya bağlı olarak önemli olmadığını belirtmektedir. Kaba konsantre külü ve yanabilir verim için benzer sonuçlar elde edilmiştir.

Ayrıca; en yüksek ağırlıkta ve yanabilir verimde ve en düşük külde kaba konsantre elde etmek için en uygun proses parametreleri tespit edilmiş olup, optimizasyon sonucuna göre % 64,54 kaba konsantre ağırlığında, % 23,88 kaba konsantre kül oranında ve % 91,78 oranında yanabilir verim değerlerine 200 g/t gazyağı, 125 g/t MIBC,

1846 g/t sodyum silikat miktarlarında ve % 10 katı oranında ulaşılmaktadır.

Bu çalışmadaki sonuçlar; ince kömürlerin kaba flotasyon parametrelerinin modellenmesinde ve optimizasyonunda cevap yüzeyi metodunun uygulanabilir olduğunu göstermektedir.

KAYNAKLAR

Anon, 2016. https://www.chem.mtu.edu/chem_eng/faculty/kawatra/Flotation_Fundamentals.pdf.

Aslan, N., Çifçi, F., Yan, D., 2008. Optimization of process parameters for producing graphite concentrate using response surface methodology. Separation and Purification Technology, 59, 9–16.

Baş, C., 2010. Cevap Yüzeyi Tasarımları ve Sınır Ağları Yaklaşımı. Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Ankara.

Bilir, K., 2011. Kömür flotasyonunda kullanılan gazyağı miktarının oranların farkı testi ile optimizasyonu, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi, Cilt: XXIV, No: 1.

Box, G.E.P., Hunter, J.S., 1957. Multi-factor experimental design for exploring response surfaces. Ann. Math. Stat., 28, 195–241.

Çilek, E.C., 2013. Mineral Flotasyonu, Süleyman Demirel Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, yayın no: 59, Isparta.

Obeng, D.P., Morrell, S., Napier, T.J.N., 2005. Application of central composite rotatable design to modeling the effect of some operating variables on the performance of the three-product cyclone, Int. J. Miner. Process., 76, 181-192.

Erdoğan, F., 2007. Yükseltmiş D-Optimal Dizayn Yöntemi Kullanılarak Mühendislik Dizaynlarında Etkinliğin Geliştirilmesi: 'Sentetik Jet' Dizayn Optimizasyon Çalışması. Havacılık Ve Uzay Teknolojileri Dergisi, 3(1), 51-61.

Erşan, M., Açıkkel, Ü., 2014. R. Deleamar 'In Asit Fosfataz Üretimi Ve Zn(II) Biyobirikiminin Cevap Yüzey Yöntemi Kullanarak Optimize Edilmesi. Gazi Üniv. Müh. Mim. Fak. Der., 29 (2), 321-329.

Jia, R., Harris, G.H., Fuerstenau, D.W., 2002 Chemical Reagents for Enhanced Coal Flotation. International Journal of Coal Preparation and Utilization, 22:3, 123-149.

Kemal, M., 1987. Kömür Teknolojisi, Dokuz Eylül Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi, MM/MAD-87 EY 033, İzmir.

Klimpel, R. R., 1995. The Influence of Frother Structure on Industrial Coal Flotation, High-Efficiency Coal Preparation (Kawatra, ed.). Society for Mining,

Metallurgy, and Exploration, Littleton, CO, s. 141-151.

Kural, O., 1991. Kömür, 975 sayfa, Kurtiş Matbaası, İstanbul.

Laskowski, J.S., Miller, J.D., 1984. New Reagents in Coal Flotation, Reagents in the Mineral Industry (M. J. Jones and R. Oblatt, Eds.) The Institute of Mining and Metallurgy, s. 145-154.

Mead, R., Pike, D.J., 1975. A biometrics invited paper. A review of response surface methodology from a biometric viewpoint, *Biometrics*, 31(4). 803-851.

Naik, P.K., Reddy P.S.R., Misra, V.N., 2005. Interpretation of interaction effects and optimization of reagent dosages for fine coal flotation. *Int. J. Miner. Process.* 75, 83-90.

Öney, Ö., 1993. The enrichment of Zonguldak fine coal by flotation. Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.

Read, R.B, Rapp, D.M., 1989 The influence of reagent type on the kinetics of ultrafine coal flotation. *Powder Technology*, 59(3), 153-162.

Sivrikaya O., 2014. *Fuel*, 119, s. 252–258.

Turan, M.D., Altundoğan H.S., 2011. Hidrometalurjik araştırmalarda yanıt yüzeyi yöntemlerinin (yyy) kullanımı. *Madencilik*, 50 (3), 11-23.

Vazifeh, Y., Jorjani E., Bagherian, A., 2010. Optimization of reagent dosages for copper flotation using statistical technique. *Trans. nonferrous Met. Soc. China*, (20). 2371-2378.