

Kütahya/Altıntaş Grafitlerinin Kaba Flotasyon Parametrelerinin Box-Behnken Deney Tasarımı Kullanılarak Optimizasyonu ve Modellenmesi

Özcan ÖNEY*¹, Selçuk SAMANLI¹

¹Uşak. Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Maden Müh. Bölümü, 64200, Uşak

(Alınış / Received: 02.12.2016, Kabul / Accepted: 08.02.2017,
Online Yayınlanma / Published Online: 02.05.2017)

Anahtar Kelimeler
Grafit,
Flotasyon,
Box-Behnken
Tasarımı,
Regresyon
eşitlikleri,
Optimizasyon

Özet: Bu çalışmada; Kütahya/Altıntaş grafitlerinin (tane boyutu; $d_{80} = 78 \mu\text{m}$, kül; %67,10) kaba flotasyon parametrelerinin modellenmesi ve optimizasyonu Box-Behnken tasarımı ile araştırılmıştır. Bağımsız değişkenler; mazot miktarı (500-1.000 g/t), metil izobütil karbinol miktarı (150-250 g/t) ve sodyum silikat miktarının (500-1.500 g/t) bağımlı değişkenler olan kaba konsantre ağırlığı (y_1) ve kaba konsantre külü (y_2) üzerindeki etkisi araştırılmış ve her bir bağımlı değişken için model eşitlikleri geliştirilmiştir. Design Expert (8.0.7.1) yazılım programı ile optimum yaklaşımda; %21,42 ağırlıksal kazanımda ve %32,49 kül oranında konsantre elde etmek için kullanılması gereken mazot miktarı 714,3 g/t, MIBC miktarı 212,87 g/t ve sodyum silikat miktarı 1451,52 g/t olarak hesaplanmıştır.

Optimization and Modeling of Rougher Flotation Parameters of Kutahya Altıntaş Graphite Ore Using Box-Behnken Experimental Design

Keywords

Graphite,
Flotation, Box-
Behnken Design,
Regression
equations,
Optimization

Abstract: In this study; modeling and optimization of rougher flotation parameters of Kutahya Altıntaş graphite ore (Particle size; $d_{80} = 78 \mu\text{m}$, ash content; 67.10%) was investigated by using Box-Behnken design. The influence of independent variables; kerosene dosage (500-1000 g/t), methyl isobutyl carbinol dosage (150-250 g/t) and sodium silicate dosage (500-1500 g/t) were investigated on the dependent variables; the weight of the rougher concentrate (y_1) and the ash content of the rougher concentrate (y_2). Model equations were developed for each dependent variables and then results were evaluated by using analysis of variance. The optimum conditions were calculated by using Design Expert (8.0.7.1) software program. The rougher concentrate with a weight of 21.42% and ash content of 32.49% was obtained at diesel oil dosage of 714.3 g/t, MIBC dosage of 212.87 and sodium silicate dosage of 1451.52 g/t.

*Sorumlu yazar: ozcan.oney@usak.edu.tr

1. Giriş

Grafit, karbonun üç ana şeklinden (kömür, grafit, elmas) biridir [1,2]. Yüksek doğal hidrofob özelliğe sahip olması nedeniyle grafit minerali köpük flotasyonu metoduyla kolaylıkla zenginleştirilmektedir [3-5]. Genel uygulama tane serbestleşmesini sağlamak için boyut küçültmeyi takiben flotasyon metodu uygulanmaktadır [3]. Grafit flotasyonunda flotasyon hızının artırılması amacıyla değişik kollektörler kullanılmaktadır [1,6].

Değişik grafit cevherleri üzerinde yapılan flotasyon çalışmalarında; bastırıcı olarak sodyum silikat (Na_2SiO_3), quebracho ve nişasta, toplayıcı olarak gazyağı, fuel-oil, parafin, katranyağı ve mazot gibi hidrokarbonlar veya potasyum amil ksantat (KAX), dithiofosfat gibi iyonik toplayıcılar, köpürtücü olarak çamyacı veya metil izobütil karbinol (MIBC) kullanılmıştır. Ayrıca pH ayarlayıcı olarak sodyum karbonat (Na_2CO_3) ve kireç kullanılmış olup optimum pH değeri genellikle 8-9 arasındadır [1,7].

Köpük flotasyonunda birçok parametre birbiri ile ilişkilidir. Bu yüzden köpük flotasyonu işlemlerinde bütün faktörleri dikkate almak gereklidir [8]. Klasik yöntemlerle optimum deney koşullarının bulunması için çok sayıda deney yapmak gereklidir. Elde edilen sonuçlarla ise optimum deney koşulları üzerinde deney değişkenlerinin birbirleri üzerine olan etkilerini görmek mümkün değildir. Çok sayıda parametrenin sonuç üzerine etkili olduğu sistemler için, parametrelerin birbiri üzerine etkilerini ortaya koymak üzere geliştirilmiş olan istatistikî yöntemler, deney tasarımı ve sonuçların yorumlanması için kullanılmaktadır [9].

Değişkenlerin optimum değerlerinin belirlenmesinde deney tasarımı kullanıldığında, temel olarak iki önemli kazanç elde edilir. Bunlardan ilki, önceki yöntemle kıyasla az sayıda tasarlanmış

deney yaparak süreç başarısı-değişken ilişkisinin belirlenebilmesidir. Böylece hem zaman hem de ekonomik olarak önemli kazançlar elde edilmiş olur. İkincisi ise, elde edilecek veriler istatistiksel olarak da değerlendirildiğinden, değişkenler arasında bulunabilecek etkileşimlerin doğru bir şekilde belirlenerek sürecin daha iyi anlaşılması ve daha doğru kararların verilebilmesi mümkündür [10-14]. İstatistiksel temele dayanan kullanılabilir yöntemlerin başında Cevap Yüzeyi Yöntemleri (CYY) gelmektedir. CYY mümkün olan en az sayıda gözlem değeri ile cevap yüzeyi üzerinde bağımlı değişkenin maksimum noktaya ulaşmasını amaçlayan deney düzenini ortaya koymaktadır. CYY proseslerin geliştirilmesi ve optimizasyonu için gerekli istatistiksel ve matematiksel tekniklerin birlikte kullanıldığı bir yöntem olarak tanımlanmaktadır [15].

CYY ikinci dereceden bir modeldir ve tüm parametrelerin etkileşimlerini, eğrileri ve lineer olmayan değerleri kapsayabilmektedir [16]. Bu yöntemde 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 kullanılır [17]. Cevap yüzey yöntemleri model regresyon analizi yardımıyla oluşturulur. Bir faktörün ana etkisinin veya diğer faktörlerle etkileşiminin cevap değişkeninin değerlerinde ne derece önemli bir etkiye sahip olduğuna regresyon katsayıları yardımıyla karar verilir. En çok kullanılan CYY; 'Merkezi Bileşik Tasarımı (CCD)' ve 'Box-Behnken tasarımıdır [16].

Bu çalışmada tamamı 0,106 mm tane boyutu altındaki ($d_{80} = 78 \mu\text{m}$) grafitlerin kaba flotasyonu devresi parametrelerinin optimizasyonu Box-Behnken deney tasarımı kullanılarak araştırılmıştır. Bu tasarımda bağımsız

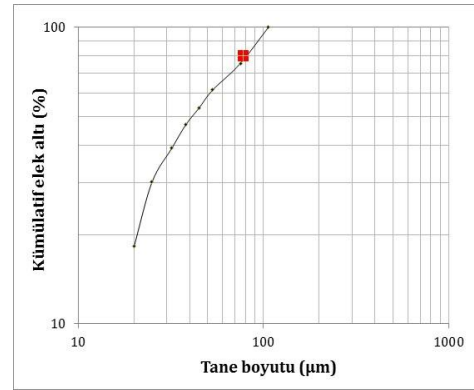
değişkenler olarak seçilen toplayıcı (mazot) miktarı (x_1), köpürtücü (MIBC) miktarı (x_2) ve bastırıcı (Sodyum silikat) miktarının (x_3) bağımlı değişkenler olan kaba konsantre ağırlığı (y_1) ve kaba konsantre külü (y_2) üzerindeki etkisi incelenmiştir. Elde edilen matematiksel modeller varyans analizi (ANOVA) Design Expert (8.0.7.1) yazılımı ile değerlendirilmiş, modellerin doğruluğu ve geçerliliği tartışılmıştır. Ayrıca üç boyutlu cevap yüzeyi grafikleri çizilerek elde edilen sonuçlar irdelenmiştir.

2. Materyal ve Metot

2.1 Materyal

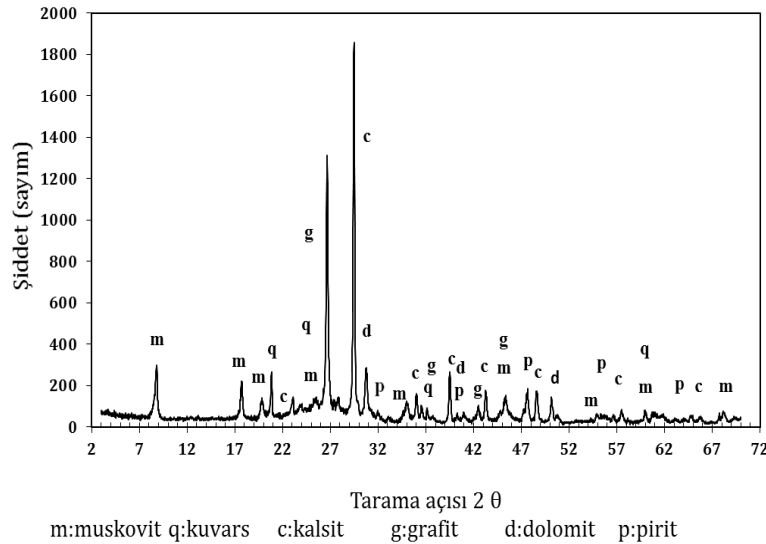
Bu çalışma, Kütahya Altıntaş Mevkiindeki grafit cevherleşmesinden alınan numuneler ile gerçekleştirilmiştir. Çalışmada kullanılmak üzere temin edilen grafit örnekleri konileme-dörtleme yöntemi uygulanarak azaltılmış ve yarısı stoklanmıştır. Araştırmalar için yeterli olabilecek miktarın tamamı çeneli kırıcıda -3,35 mm altına kırılmıştır. Kırılan grafit numunesi Jones ızgarasından geçirilerek homojen olarak

bölünmüş ve bilyalı değirmende öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Öğütme; laboratuvar ölçekli Bond tipi bir bilyalı değirmende kuru olarak yapılmış ve numuneler -0.106 mm'nin altına öğütülmüştür. Flotasyon deneylerinde kullanılan numunenin tane boyut dağılımı Şekil 1'de verilmektedir.



Şekil 1. Tane boyut dağılımı ($d_{80} = 78 \mu\text{m}$).

Grafit cevheri, mineralojik analiz için XRD analizine tabi tutulmuş olup analiz sonucu Şekil 2'de verilmektedir.



Şekil 2. Kütahya-Altıntaş tüvenan grafit cevheri XRD analizi.

Grafit cevheri ile birlikte bulunan gang mineralleri kalsit, muskovit, kuvars ve dolomittir. Analizler Dokuz Eylül Üniversitesi, Maden Mühendisliği laboratuvarlarında yaptırılmış olup, elde edilen sonuçlara göre; tüvenan malzemenin kül oranı %67,23, organik karbon miktarı %11,74, inorganik karbon miktarı %5,68 ve toplam karbon miktarı %17,42 olarak tespit edilmiştir.

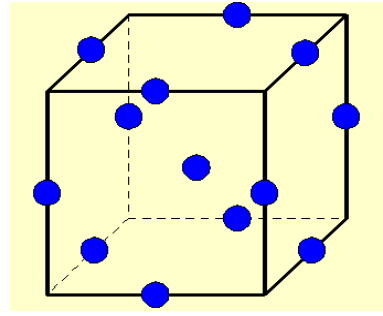
2.2 Flotasyon deneyleri

Mühendislik çalışmaları için en yaygın kullanılan deneysel tasarımlardan birisi Box-Behnken tasarımıdır [18, 19]. İkinci derece model parametrelerinin tahmininde kullanılan üç seviyeli tamamlanmamış çok etkenli tasarımlardan, dönersel tasarımların bir çeşidi olan Box-Behnken tasarımları 1960 yılında Box ve Behnken tarafından geliştirilmiştir. Box-Behnken tasarımı her bir etken üç düzeye sahiptir. Box-Behnken tasarımları merkezi bileşik tasarımlara kıyasla daha ekonomik bir tasarım sınıfıdır [17, 20].

Box-Behnken tasarımları için deneme noktasının sayısı $N = 2k(k-1) + nc$ denklemiyle belirlenmektedir. Bu denklemde k düzey sayısını, nc merkezi deneme sayısını belirtmektedir [17]. Bu çalışma için kullanılması öngörülen bağımsız değişken sayısı üçtür. Design Expert (8.0.7.1) yazılım programına göre merkezde yapılması önerilen test sayısı 5'tir. Bu durumda üç seviyeli Box-Behnken deney tasarımı için yapılması

gereklili deney sayısı $2 \times [3 \times (3 - 1)] + 5 = 17$ 'dir.

Flotasyon deneyleri Denver tip flotasyon cihazında ve 1,2 L hacmindeki selüllerde yapılmıştır. Deneylerde 3 dakika kondisyonlama işlemi sonrası bastırıcı, toplayıcı ve köpürtücü reaktifleri ilave edilmiştir. Her bir reaktif ilave edildikten sonra 3 dakika kondisyonlama yapılmış ve 3 dakika süre ile köpük toplanmıştır. Grafitte kül tayini TS 3961'e göre yapılmıştır. Kaba flotasyon deneylerinde bağımsız değişken olarak kullanılan mazot miktarı, MIBC miktarı ve sodyum silikat miktarı için düşük değer, orta değer ve yüksek değerler Tablo 1'de gösterilmektedir.



Şekil 3. Üç faktörlü Box-Behnken Dizaynı [21].

Buna göre deneylerde kullanılan mazot miktarı 500-750-1.000 g/t, MIBC miktarı 150-200-250 g/t ve sodyum silikat miktarı 500-1.000-1.500 g/t dur. Flotasyon deneylerinde ortam pH'ı doğal (~8) ve karıştırma hızı (1.400 dev/dk.) sabit (kontrol değişkeni) tutulmuştur.

Tablo 1. Kaba flotasyon deneyleri için bağımsız değişkenler ve kullanım miktarları.

Kodlanmış değerler	Bağımsız değişken	Birim	Düşük değer	Orta değer	Yüksek değer
			-1	0	1
X ₁	Mazot miktarı	(g/t)	500	750	1000
X ₂	MIBC miktarı	(g/t)	150	200	250
X ₃	Sodium silikat miktarı	(g/t)	500	1000	1500

Bağımlı değişkenler olan kaba konsantre miktarı ve kaba konsantre kül oranını açıklamak için kullanılan ikinci derece polinom eşitliği aşağıda verilmektedir.

$$y_n = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_4 x_1^2 + \beta_5 x_2^2 + \beta_6 x_3^2 + \beta_7 x_1 x_2 + \beta_8 x_1 x_3 + \beta_9 x_2 x_3 \quad (1)$$

Burada y_n bağımlı değişkenler (konsantre ağırlığı ve konsantre kül oranı) x_1 , x_2 ve x_3 cinsinden kodlanmış bağımsız değişkenlerin fonksiyonudur. β_0 regresyon katsayısı, β_1 - β_3 doğrusal katsayı, β_4 - β_6 ikinci dereceden katsayılar ve β_7 - β_9 ikili etkileşim katsayılarıdır. İstatistiksel analizler Design Expert (8.0.7.1) yazılım programı kullanılarak yapılmıştır. Sonuçlar varyans analizi (ANOVA) ile %95 güvenilirlik oranında istatistiksel olarak test edilmiştir. Konsantre ağırlığı ve konsantre kül

oranını açıklamak için bağımlı değişkenlere bağlı olarak ikinci dereceden denklemler geliştirilerek analiz edilmiştir. Ayrıca her iki bağımlı değişken için üç boyutlu grafikler çizilerek yorumlanmıştır.

3. Bulgular

Deneyler Box-Behnken deney tasarımına göre yapılmıştır. Bu tasarıma göre 5 adedi orta noktada olmak üzere her bir flotasyon kademesi için toplam 17 deney yapılmıştır. Deney tasarımı ve deneyler sonucunda elde edilen kaba konsantre ağırlığı ve kül oranları Tablo 2'de verilmektedir. Deneylerde en düşük kaba konsantre ağırlığı %16,75 ve en yüksek kaba konsantre ağırlığı %23,67 olarak elde edilmiştir. En düşük ve en yüksek kaba konsantre kül oranları ise sırasıyla %28,97 ve %38,11 olmuştur.

Tablo 2. Box-Behnken deney tasarımına göre kodlanmış değerler ve cevap değerleri.

Test No	Bağımsız değişkenler						Bağımlı değişkenler	
	Kodlanmış değerler			Gerçek Değerler			Kaba kons. ağırlığı (y_1) (%)	Kaba kons. külü (y_2) (%)
	Mazot miktarı (x_1)	MIBC miktarı (x_2)	Sodyum silikat miktarı (x_3)	Mazot miktarı (x_1)	MIBC miktarı (x_2)	Sodyum silikat miktarı (x_3)		
	(g/t)	(g/t)	(g/t)	(g/t)	(g/t)	(g/t)		
1	0	0	0	750	200	1000	19,67	31,02
2	-1	0	-1	500	200	500	21,15	36,05
3	0	-1	1	750	150	1500	19,37	30,98
4	1	0	1	1000	200	1500	23,67	38,11
5	0	0	0	750	200	1000	19,87	30,76
6	-1	-1	0	500	150	1000	16,75	28,97
7	1	-1	0	1000	150	1000	19,78	33,67
8	0	0	0	750	200	1000	19,88	30,56
9	-1	0	1	500	200	1500	21,52	33,98
10	0	1	1	750	250	1500	21,82	33,12
11	0	0	0	750	200	1000	19,92	30,63
12	0	1	-1	750	250	500	22,11	35,52
13	1	1	0	1000	250	1000	21,85	35,04
14	1	0	-1	1000	200	500	22,72	36,04
15	-1	1	0	500	250	1000	20,54	34,78
16	0	-1	-1	750	150	500	18,34	30,11
17	0	0	0	750	200	1000	19,50	30,63

Tablo 3'de kaba flotasyon devresi için model özet istatistikleri verilmektedir. Çoklu belirleme katsayısı olan R^2 , bağımsız değişkenlerce bağımlı değişkendir. Kaba flotasyon devresinde konsantre ağırlığı için ikinci derece regresyon denklemi çoklu belirleme katsayısı (R^2) 0,995 olarak hesaplanmıştır. Bu da 3 bağımsız değişkenin beraberce kaba konsantre ağırlığı oranındaki değişimin %99,5'ini açıkladığını göstermektedir. Aynı şekilde konsantre kül oranı için bu değer %99,5 olarak hesaplanmıştır.

Tablo 3. Model özet istatistikleri.

	Kaba kon. ağırlığı (%)	Kaba kon. kül oranı (%)
Std. Sapma	0,180	0,280
Çoklu belirleme katsayısı R^2	0,995	0,995
Ayarlamalı R^2	0,988	0,989
Tahmini R^2	0,959	0,943

Modeldeki değişim miktarı ölçümünü düzeltilmiş terimler ile ifadesini sağlayan değer ayarlamalı R^2 'dir [14]. Eğer modelde pek çok değişken varsa ve örnek miktarı çok değilse ayarlamalı R^2 değerleri R^2 değerinden belirgin şekilde küçük olabilir. Bu değerlerin 1'e yaklaşması modellerin başarısını göstermektedir [9]. Tablo 3'den her iki bağımlı değişken için ayarlamalı R^2 değerleri ile tahmini R^2 katsayılarının birbiri ile uyum içerisinde olduğu görülmektedir.

Tablo 4'de kaba flotasyon konsantre ağırlığı için varyans analizi (ANOVA) verilmektedir. Elde edilen sonuçların anlamlı olabilmesi için modelde F-değerinin yüksek olması ve "Prob>F" olarak ifade edilen olasılık değerinin 0,05'ten küçük olması gerekir. Olasılık değerinin 0,1' den büyük olduğu durumlarda model cevap değişkenleri için anlamsız olur [9]. Bu çalışmada kaba konsantre ağırlığı için F-değeri 152,03 yüksek ve probabilitate değeri düşük olduğundan (<0,0001) model anlamlıdır.

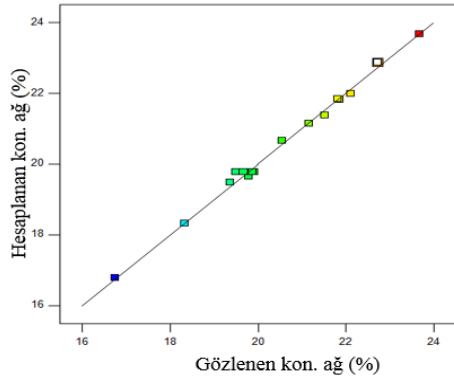
Tablo 4. Kaba konsantre ağırlığı için varyans analizi (ANOVA).

Kaynak	Kareler toplamı	df	Ort. karesi	F değeri	p-değeri Prob > F
Model	45,69	9	5,08	152,03	< 0,0001
Mazot miktarı (x_1)	8,12	1	8,12	243,15	< 0,0001
MIBC miktarı (x_2)	18,24	1	18,24	546,18	< 0,0001
Sodyum silikat miktarı (x_3)	0,53	1	0,53	15,88	0,0053
x_1x_2	0,74	1	0,74	22,15	0,0022
x_1x_3	0,08	1	0,08	2,52	0,1566
x_2x_3	0,44	1	0,44	13,04	0,0086
x_1^2	3,48	1	3,48	104,06	< 0,0001
x_2^2	3,77	1	3,77	112,95	< 0,0001
x_3^2	10,62	1	10,62	318,13	< 0,0001
Artık	0,23	7	0,03		
Uyum eksikliği	0,11	3	0,04	1,11	0,4426
Hata	0,13	4	0,03		
Düzeltilmiş toplam	45,93	16			

Bu durumda kaba konsantre ağırlığı için x_1 , x_2 , x_3 , $x_1 x_2$, $x_2 x_3$, x_1^2 , x_2^2 ve x_3^2 parametreleri önemli model terimleridir. Kaba konsantre ağırlığı için kodlanmış değerler üzerinden ikinci dereceden denklem aşağıdaki şekilde ifade edilebilir:

$$y_1 = 19,77 + 1,01 x_1 + 1,51 x_2 + 0,26 x_3 - 0,43 x_1 x_2 - 0,33 x_2 x_3 + 0,91 x_1^2 - 0,95 x_2^2 + 1,59 x_3^2 \quad (2)$$

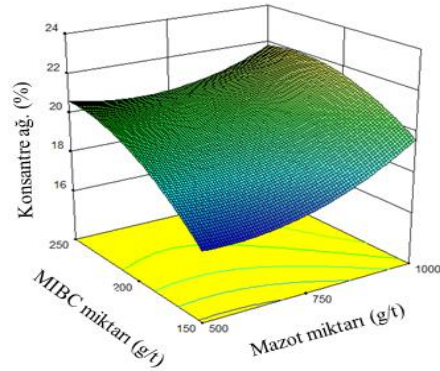
Yeterli kesinlik, sinyal gürültü oranını gösterir. Sinyal gürültü oranının ise 4' ün üstünde olması beklenir [9]. Bu çalışmada; kaba konsantre ağırlığı için bulunan sinyal gürültü oranı 49,175 yeterli sinyale işaret etmektedir. Bu değer modelin tasarım yapmak için kullanılabilir olduğunu göstermektedir. Uyum eksikliği (lack of fit), regresyonda içerilmeyen noktalarda deneysel kümedeki verileri göstermek için modelin başarısını ölçer [9]. Büyük olmayan uyum eksikliği değeri uygundur. Eşitlik 2'nin regresyonundan elde edilen uyum eksikliği değeri 1,11 hataya bağlı olarak yüksek olmadığını belirtmektedir. Yani eşitlik 2'de yer alan bağımsız değişkenlerin değerlerinin herhangi bir kombinasyonunda kaba konsantre ağırlığını belirlemek için yeterli olduğunu göstermektedir. Şekil 4'de gözlenen ve hesaplanan kaba konsantre ağırlık yüzdeleri verilmektedir. Buradan sonuçların birbiri ile uyumlu olduğu görülmektedir.



Şekil 4. Kaba konsantre ağırlığı için gözlenen ve hesaplanan değerler.

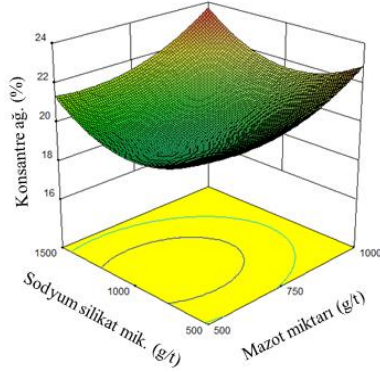
Sonuçların daha iyi anlaşılması amacıyla, kaba konsantre ağırlığı için üç boyutlu tahmini modeller Şekil 5-7'de sunulmaktadır. Şekil 5 MIBC ve mazot miktarının (sodyum silikat miktarı orta noktası olan 1.000 g/t miktarında sabit tutularak) kaba konsantre ağırlığına etkisini göstermektedir. MIBC miktarı ve mazot miktarı arttıkça kaba konsantre ağırlığı hızlı bir şekilde artmaktadır.

Mazot miktarının en yüksek olduğu 1.000 g/t seviyesinde 210-230 g/t MIBC miktarında kaba konsantre ağırlığı yükselmekte bu seviyeden sonra bir miktar düşme gözlenmektedir. Şekilden MIBC miktarındaki değişimin kaba konsantre ağırlığına etkisinin mazot miktarındaki değişmeye göre daha fazla olduğunu söylemek mümkündür.

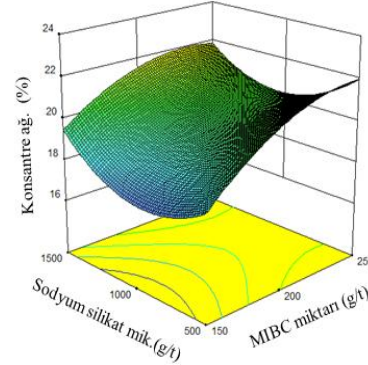


Şekil 5. Kaba konsantre ağırlığının mazot ve MIBC miktarına göre değişimini gösteren üç boyutlu grafiği.

Şekil 6 mazot ve sodyum silikat miktarının (MIBC miktarı orta nokta olan 200 g/t miktarında sabit tutularak) kaba konsantre ağırlığına etkisini göstermektedir. En düşük mazot miktarında (500 g/t), 820 g/t ve 1.170 g/t arasındaki sodyum silikat miktarı değerlerinde kaba konsantre ağırlığının yaklaşık aynı değerde olduğu (~%20) görülmektedir.



Şekil 6. Kaba konsantre ağırlığının mazot ve sodyum silikat miktarına göre değişimini gösteren üç boyutlu grafiği.



Şekil 7. Kaba konsantre ağırlığının MIBC ve sodyum silikat miktarına göre değişimini gösteren üç boyutlu grafiği.

Mazot miktarı artışına bağlı olarak kaba konsantre ağırlığı da artmaktadır. Sodyum silikat miktarındaki değişimin kaba konsantre ağırlığı üzerindeki etkisi azdır. Şekil 7'den de görüleceği üzere 150 g/t MIBC miktarında ve 500 g/t sodyum silikat miktarında konsantre ağırlığı %21,24'tür. MIBC miktarı sabit tutulduğunda 1.100 g/t sodyum silikat düzeyine kadar kaba konsantre miktarında bir düşüş gözlenmektedir (%17,50). Bu değerden sonra kaba konsantre kül oranında tekrar artma görülmektedir.

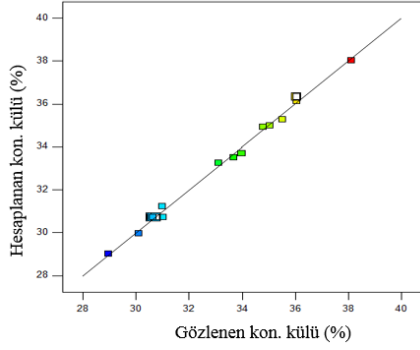
Tablo 5'de kaba flotasyon konsantre külü için varyans analizi (ANOVA) verilmektedir Kaba flotasyon konsantre külü oranı için 166,8 F-değeri modelin önemli olduğunu göstermektedir. Konsantre külü için x_1 , x_2 , x_1x_2 , x_1x_3 , x_2x_3 , x_1^2 , x_2^2 ve x_3^2 önemli model terimleridir. Kaba flotasyon konsantresi kül oranı için ikinci dereceden polinom denklemi aşağıdaki şekilde formüle edilebilir:

$$y_2 = 30,72 + 1,14x_1 + 1,84x_2 - 1,11x_1x_2 - 0,83x_1x_3 - 0,82x_2x_3 + 3,0x_1^2 - 0,61x_2^2 + 2,32x_3^2 \quad (3)$$

Tablo 5. Kaba konsantre külü için varyans analizi (ANOVA).

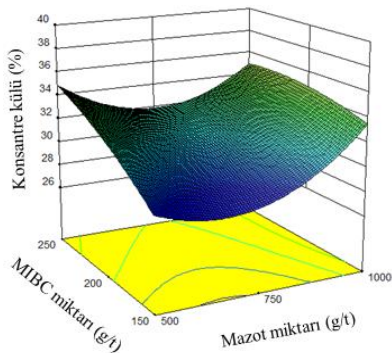
Kaynak	Kareler toplamı	df	Ort. karesi	F değeri	p-değeri Prob > F
Model	113,97	9	12,66	166,83	< 0,0001
Mazot miktarı (x_1)	10,31	1	10,31	135,77	< 0,0001
MIBC miktarı (x_2)	27,12	1	27,12	357,32	< 0,0001
Sodyum silikat miktarı (x_3)	0,29	1	0,29	3,86	0,0904
x_1x_2	4,93	1	4,93	64,93	< 0,0001
x_1x_3	4,28	1	4,28	56,45	0,0001
x_2x_3	2,67	1	2,67	35,22	0,0006
x_1^2	37,99	1	37,99	500,5	< 0,0001
x_2^2	1,56	1	1,56	20,56	0,0027
x_3^2	22,69	1	22,69	298,89	< 0,0001
Artık	0,53	7	0,076		
Uyum eksikliği	0,4	3	0,13	3,98	0,1078
Hata	0,13	4	0,033		
Düzeltilmiş toplam	114,5	16			

Şekil 8'de gözlenen kaba konsantre kül oranları ile hesaplanan kaba konsantre kül oranları verilmektedir. Şekilden sonuçların birbiri ile uyumlu olduğu görülmektedir.



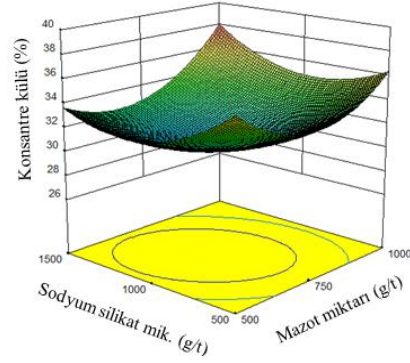
Şekil 8. Gözlenen kaba konsantre kül oranları ile hesaplanan kaba konsantre kül oranları.

Şekil 9 MIBC ve mazot miktarının (mazot miktarı orta noktası olan 750 g/t miktarında sabit tutularak) kaba konsantre külüne etkisini göstermektedir. 150 g/t MIBC miktarında ve 500 g/t mazot miktarında kaba konsantre külü %29,10 iken aynı MIBC miktarında mazot miktarı arttıkça kaba konsantre kül oranı da belirli bir seviyeye kadar (710-730 g/t mazot miktarı) azalmakta, sonra hızla artmaktadır. Benzer durumlar diğer MIBC ve mazot miktarları içinde geçerlidir. 600-800 g/t mazot miktarında kaba konsantre kül oranı daha azdır.



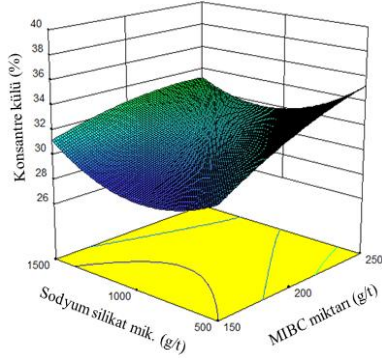
Şekil 9. Kaba konsantre külünün mazot ve MIBC miktarına göre değişimini gösteren üç boyutlu grafiği.

Şekil 10 mazot ve sodyum silikat miktarının (MIBC miktarı orta noktası olan 200 g/t miktarında sabit tutularak) kaba konsantre külüne etkisini göstermektedir. Açıkça görülmektedir ki; düşük sodyum silikat ve mazot kullanımında kaba konsantre kül oranı yüksek olmaktadır. Maksimum kaba konsantre kül oranı (%38), 1500 g/t sodyum silikat ve 1.000 g/t mazot kullanımında elde edilmektedir.



Şekil 10. Kaba konsantre külünün mazot ve sodyum silikat miktarına göre değişimini gösteren üç boyutlu grafiği.

Şekil 11 MIBC ve sodyum silikat miktarının (mazot miktarı orta noktası olan 750 g/t miktarında sabit tutularak) kaba konsantre külüne etkisini göstermektedir. Şekilden sodyum silikat miktarı arttıkça kaba konsantre kül oranında düşüş olmakta ancak yüksek sodyum silikat değerlerinde tekrar artış gözlenmektedir. MIBC miktarı arttıkça kaba konsantre kül oranı da artmaktadır.



Şekil 11. Kaba konsantre külünün MIBC ve sodyum silikat miktarına göre değişimini gösteren üçboyutlu grafiği.

Kaba flotasyon devresinde temel hedef en yüksek ağırlıkta ve en az kül oranında konsantre elde etmektir. Bu amaçla yazılım programı ile yapılan optimizasyon sonucuna göre en yüksek kaba konsantre ve en düşük küllü kaba konsantre değerleri %21,42 ağırlığında ve %32,49 kül oranında konsantre elde etmek için kullanılması gereken mazot miktarı 714,3 g/t, MIBC miktarı 212,87 g/t ve sodyum silikat miktarı 1.451,52 g/t olarak hesaplanmıştır.

4. Tartışma ve Sonuç

Grafit flotasyonunda işletme parametreleri mazot miktarı, MIBC miktarı ve sodyum silikat miktarının kaba konsantre ağırlığı ve külüne olan etkisi Box-Behnken deneysel tasarımı ile araştırılmıştır.

Varyans analizinde ikinci derece regresyon denklemi çoklu belirtme katsayısı (R^2) kaba konsantre ağırlığı için 0,995 ve kaba konsantre kül oranı için bu da %99,5 olarak hesaplanmıştır. Bu da modelin kullanılabilir bir model olduğunu belirtmektedir. Ayrıca her iki bağımlı değişken için ayarlamalı R^2 değerleri ile tahmini R^2 katsayıları da birbirini ile uyum içerisindedir. F-değerleri (kaba konsantre ağırlığı için 152,03 ve kaba konsantre külü oranı

için 166,83 modellerin önemli olduğunu göstermektedir.

Optimizasyon sonucuna göre %21,42 ağırlığında ve %32,49 kül oranında kaba konsantre elde etmek için kullanılması gereken mazot miktarı 714,3 g/t, MIBC miktarı 212,87 g/t ve sodyum silikat miktarı 1.451,52 g/t olarak hesaplanmıştır.

Teşekkür

Bu çalışma Uşak Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) Birimi Koordinatörlüğü tarafından desteklenmektedir. Proje No: 2014/MF015.

Kaynakça

- [1] Kaya, Ö. 2006. Grafit Zenginleştirme Yöntemleri ve Zenginleştirmeye Etki Eden Parametrelerin Araştırılması, Doktora Tezi: Sivas, Cumhuriyet Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, s.250.
- [2] Graffin, G.D. 1983. Graphite, Industrial Minerals and Rocks (Nonmetallics other than Fuels); Lefond, S. J., Volume 2, Fifth Edition, Society of Mining Engineers of The American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, Inc., New York, s.757-773.
- [3] Vasumathi, N., Vijaya Kumar, T.V., Nayak S.R., Prabhakar S., Bhaskar Raju G. 2014. Beneficiation of low grade graphite ore of eastern India by two-stage grinding and flotation, *Journal of Mining and Metallurgy*, Cilt.1, s.9-17.
- [4] Wakamatsu, T., Numata, Y. 1991. Flotation of Graphite. *Minerals Engineering*, Cilt. 4, No. 7-11, s.975-982.
- [5] Acharya, B.C., Rao D.S., Prakash, S., Reddy, P.S.R., Biswal, S.K. 1996. Processing of lowgrade graphite

- ores of Orissa, India, *Min. Eng.*, Cilt.9, No.11, s.1165-1169.
- [6] Glembotski, V.A., Klassen V.I. 1972. Plaksin I. N. Flotation. Tsvetnye Metally, New York, s. 424-427.
- [7] Akar, A., Çilingir, Y., Köktürk, U., AYTEKİN, Y. 1986. Grafit Zenginleştirmesinin Dünyadaki ve Türkiye'deki Önemi. I. Uluslararası Cevher Hazırlama Sempozyumu, s. 685-711.
- [8] Anonim (a). 2016. https://www.chem.mtu.edu/chem_eng/faculty/kawatra/Flotation_Fundamentals.pdf, (Erişim tarihi 20.10.2016)
- [9] Erşan, M., Açıkel, Ü.R.2014. Delemar'ın Asit Fosfaz Üretimi ve Zn(II) Biyobirikiminin Cevap Yüzey Yöntemi Kullanarak Optimize Edilmesi. Gazi Üniv. Müh. Mim. Fak. Der., Cilt. 29, No.2, s.321-329.
- [10] Çilek E.C. 2013. Mineral Flotasyonu, Isparta: Süleyman Demirel Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, No. 59, s.165
- [11] McDonald, R.D., Brison, R.J. 1962. Applied research in flotation, froth flotation 50 th anniversary, AIMME publications, Newyork, s.298-328.
- [12] Gocin, R.J., Smith, M.R. 1987. The methodology of froth flotation testworks, Mineral processing design, Nato ASI series, Martinus Nijhoff Publisher, Dordrecht, s.166-201.
- [13] Crozier, R.D. 1992. Flotation, Pergamon Press, Oxford.
- [14] SriPriya, R., Rao, P.T.V. 2003. Choudhury B.R. Optimisation of operating variables of fine coal flotation using a combination of modified flotation parameters and statistical techniques, Int. J. Min. Process, Cilt.68, s.109-127.
- [15] Turan, M.D., Altundoğan, H.S. 2011. Hidrometalurjik araştırmalarda yanıt yüzeyi yöntemlerinin (yyy) kullanımı. Madencilik, Cilt. 50, No.3, s.11-23.
- [16] Erdoğan, F. 2007. Yükseltmiş D-Optimal Dizayn Yöntemi Kullanılarak Mühendislik Dizaynlarında Etkinliğin Geliştirilmesi: 'Sentetik Jet' Dizayn Optimizasyon Çalışması. Havacılık Ve Uzay Teknolojileri Dergisi, Cilt. 3, No.1, s.51-61.
- [17] Meyers, R.H., Montgomery, D.C. 1995. Response surface methodology; Process and product optimization using designed experiments. John Wiley & Sons, Inc, Newyork,USA.
- [18] Radojkovic, M., Zekovic, Z., Jokic, S., Vidovic, S., Lepovic, Z., Milosevic, S. 2012. Optimization of solid-liquid extraction of antioxidants from black mulberry leaves by response surface methodology, Food Technol. Biotechnol, Cilt.50, No.2, s.167-176.
- [19] Baş, C. 2010. Cevap Yüzeyi Tasarımları Ve Sinir Ağları Yaklaşımı. Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, s.140
- [20] Köksoy, O. 2001 Taguchi ve Cevap Yüzeyi Felsefelerinin Birleştirilmesi: Problem ve Çözüm Teknikleri. Hacettepe Üniversitesi, Ankara.
- [21] Anonim (b). 2016., <http://www.itl.nist.gov/div898/handbook/pri/section3/pri3362.htm> (Erişim Tarihi 27.06.2016).