



# Kahramanmaraş Sütçü İmam University

## Journal of Engineering Sciences



Geliş Tarihi : 13.04.2024  
Kabul Tarihi : 22.05.2024

Received Date : 13.04.2024  
Accepted Date : 22.05.2024

### ESPEY KOLEMANİT ATIKLARININ MİKRODALGA YÖNTEMİYLE ZENGİNLEŞTİRİLMESİNDE CEVAP YÜZEY YÖNTEMİNİN (RSM) UYGULANMASI

#### APPLICATION OF THE RESPONSE SURFACE METHODOLOGY (RSM) TO THE ENRICHMENT OF ESPEY COLEMANITE WASTES BY MICROWAVE

Arzu KAHVECİOĞLU<sup>1\*</sup> (ORCID: 0000-0002-6570-6456)  
Kırali MÜRTEZAOĞLU<sup>2</sup> (ORCID: 0000-0002-0810-2816)  
Zehra ZEYBEK<sup>3</sup> (ORCID: 0000-0002-1715-0844)  
Ahmet AYDIN<sup>4</sup> (ORCID: 0009-0004-4368-8244)

<sup>1</sup> Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Ankara, Türkiye

<sup>2</sup> Gazi Üniversitesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, Ankara, Türkiye

<sup>3</sup> Ankara Üniversitesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, Ankara, Türkiye

<sup>4</sup> Kütahya Dumlupınar Üniversitesi, Maden Mühendisliği Bölümü, Kütahya, Türkiye

\*Sorumlu Yazar / Corresponding Author: Arzu KAHVECİOĞLU, arzu.kahvecioglu@gazi.edu.tr

#### ÖZET

Bu makalede, Türkiye'deki Espey konsantratör tesisinde atık barajlarına gönderilen ince (-3 mm), %15.22 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> içeren atıkların kimyasal, termal, mineralojik, tane boyutu özellikleri belirlenmiş ve atıklardaki borun zenginleştirilmesi, mikrodalga yöntemi uygulanarak araştırılmıştır. Çalışmada B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'ün zenginleştirilmesini, etkileyen bağımsız değişkenler olarak, mikrodalga cihazında kalma süresi ve mikrodalga gücü seçilmiştir. (+0.045) mm tane boyutu için kolemanit konsantre B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tenörü (Y<sub>1</sub>), konsantre ürün verim (Y<sub>2</sub>), atık tenörü (Y<sub>3</sub>) ve atık verimi (Y<sub>4</sub>) bağımlı değişkenlerdir. (-0.045) mm tane boyutu için ise konsantre B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tenörü (Y<sub>5</sub>), ürün verimi (Y<sub>6</sub>), atık tenörü (Y<sub>7</sub>) ve atık verimi (Y<sub>8</sub>) olarak tanımlanmıştır. Deneylerin istatistiksel tasarımı ve cevap yüzey yöntemi ile bu değişkenler, ikinci dereceden modellere uymuştur. Modelin yeterliliğini doğrulamak için design expert 12 paket programıyla varyans analizi ANOVA testi ve optimizasyonu yapılmıştır. (+0.045) mm ve (-0.045) mm tane boyutlarındaki Y<sub>1</sub> – Y<sub>8</sub>'e kadar olan 8 modelin optimizasyonu sonucunda 490 watt mikrodalga gücü ve 35 dakika cihazda kalma süresi optimum değer olarak bulunmuştur. ANOVA varyans analizine göre modellerin geçerliliği Y<sub>1</sub>, Y<sub>2</sub>, Y<sub>3</sub>, Y<sub>4</sub>, Y<sub>5</sub>, Y<sub>6</sub>, Y<sub>7</sub>, Y<sub>8</sub> verimi için belirlenen regresyon katsayıları R<sup>2</sup> değeri sırasıyla 0.9601, 0.8810, 0.9332, 0.8245, 0.8381, 0.8074, 0.7259 ve 0.8825 olarak bulunmuştur. Bu, deneysel değerlerin %95'inin modelden tahmin edilenlerle eşleştiğini göstermiştir. Çalışmanın sonucunda konsantre tenörü %33.33 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'e yükselmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Kolemanit, mikrodalga, bor zenginleştirme, cevap yüzey yöntemi, optimizasyon

#### ABSTRACT

In this article, the chemical, thermal, mineralogical and grain size properties of fine (-3 mm), 15.22 % B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> containing wastes sent to tailings dams at the Espey concentrator facility in Turkey were determined and the enrichment of boron in the wastes was investigated by applying the microwave method. In the study, residence time in the microwave device and microwave power were selected as independent variables affecting the enrichment of B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. For (+0.045) mm grain size, colemanite concentrated B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> grade (Y<sub>1</sub>), concentrated product yield (Y<sub>2</sub>), waste grade (Y<sub>3</sub>) and waste yield (Y<sub>4</sub>) are dependent variables. It was defined as concentrated B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> grade (Y<sub>5</sub>), concentrated product yield (Y<sub>6</sub>), waste grade (Y<sub>7</sub>) and waste yield (Y<sub>8</sub>) for (-0.045) mm grain size. By the statistical design of the experiments and the response surface method, these variables fit quadratic models. To verify the adequacy of the model, variance analysis, ANOVA test and optimization were performed with the design

ToCite: KAHVECİOĞLU, A., MÜRTEZAOĞLU, K., ZEYBEK, Z., & AYDIN, A., (2024). ESPEY KOLEMANİT ATIKLARININ MİKRODALGA YÖNTEMİYLE ZENGİNLEŞTİRİLMESİNDE CEVAP YÜZEY YÖNTEMİNİN (RSM) UYGULANMASI. *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 27(4), 1529-1543.

expert 12 package program. As a result of the optimization of 8 models from  $Y_1$  to  $Y_8$  with grain sizes of (+0.045) mm and (-0.045) mm, 490 watts of microwave power and 35 minutes of residence time in the device were found to be the optimum value.. According to ANOVA analysis of variance, the  $R^2$  value of the regression coefficients determined for the validity of the models  $Y_1, Y_2, Y_3, Y_4, Y_5, Y_6, Y_7, Y_8$  efficiency were found to be 0.9601, 0.8810, 0.9332, 0.8245, 0.8381, 0.8074, 0.7259 and 0.8825, respectively. This showed that 95% of the experimental values matched those predicted from the model. As a result of the study, the concentrate grade increased to 33.33% of  $B_2O_3$ .

**Keywords:** Colemanite, microwave, boron enrichment, response surface methodology (RSM), optimization

## GİRİŞ

Bor elementi metalle ametal arasında yarı iletken, farklı bileşik yapma kapasitesi ve nötronları absorbe özellikleri olan sanayide birçok alanda kullanılan hammaddedir. Bor mineralleri ise yapılarında farklı oranlarda bor oksit ( $B_2O_3$ ) içeren doğal bileşiklerdir. Tinkal, kolemanit, üleksit ve kernit ticari yönden önemli bor mineralleridir. Madencilik sektöründe kullanılan çeşitli yöntemler ile bor mineralleri elde edildikten sonra fiziksel işlemlerden geçirmek suretiyle zenginleştirme yapılarak bor konsantrasi elde edilir. 2021 yılı için tahminen dünya bor ürünleri tüketiminin sektörel bazda dağılımını %50 cam, %17 tarım, %15 seramik firit ve %2 deterjan-temizlik sektörü oluşturmaktadır (Eti Maden İşletmeleri Bor Sektör Raporu, 2022).

İnşaat sektöründe yapılan bir çalışmada bor jipsinin harçlar üzerindeki etkisini anlamak için bor jipsinin mineral katkı olarak kullanılacağını araştırmışlardır. Bor jipsi içeren harç numunelerinin akış tablosu, eğilme ve basınç dayanımı, aşınma, karbonatlaşma, içine alma ve büzülme testleri yapılmış ve bor jipsinin harçta kütlece çimentonun %5-10'u kadar katkı maddesi olarak kullanılması tavsiye edilmiştir. Harcın sertleştirilmiş özellikleri, varyans analizi ve cevap yüzeyi yöntemi (RSM) regresyon modelleriyle belirlenmiştir. ANOVA sonuçlarına göre eğilme ve basınç dayanımının bor jipsini değiştirme oranından doğrudan etkilendiği belirlenmiştir (Sevim vd., 2019).

Yapılan başka bir çalışmada ham öğütülmüş kolemanit mineralinin beton dayanımına etkisi araştırılmış beton dayanımı üzerine etkisi araştırılmış %5 kadar ham öğütülmüş kolemanit katıldığında C30-37 beton sınıfı için istenen basınç dayanımı sağladığı bulunmuştur. Optimal kolemanit katkı oranı %3 olarak belirlenmiştir (Kara vd., 2023).

Borun sulu çözeltilerden verimli bir şekilde geri kazanılmasının araştırıldığı bir çalışmada yanıt yüzey yöntemi ile elde edilen (RSM) temas süresi, bor konsantrasyonu, adsorban dozajı ve pH'ı kapsayan temel işletim parametrelerinin bor geri kazanım verimliliğini elde etmek için en uygun koşulları araştırmışlardır. Bunun sonucunda 200 dakikalık bir temas süresi 1450 mg/lit'lik bir bor derişimi, 800 mg/lit'lik adsorban dozajı ve pH=7'yi optimum değer olarak bulmuşlardır. Ayrıca çalışma sonuçları sulu çözeltilerden bor geri kazanımında B Mg-Al-LDH'nin etkinliğini göstermektedir (Al-dhawi vd., 2023).

Şişen bir sistemde yeni bir sinerjistik ajan olarak kolemanitin etkisinin optimizasyonu çalışmasında (Atikler vd., 2006) polipropilenin alev geciktiriciliğini artırmak için asit kaynağı ve şişirme maddesi olarak amonyum polifosfat, karbofik madde olarak pentaeritriol ve sinerjistik madde olarak kolemanit madde içeren şişen bir sistem kullanılmış ve çalışmalarda D-optimal karışım tasarımı kullanılmıştır. Sınırlayıcı oksijen indeksini (LOI) tanımlayan kübik modelin istatistiksel analizine göre R-kare belirleme katsayısı 0.9881 bulunmuştur. Bu yanıtta göre optimum alev geciktiricili polipropilen kompozitleri belirlenmiştir.

Kolemanit mineraline ani olarak ısıtma ve soğutma ya da belirli bir sıcaklığa kadar ısıtma işlemleri yapıldığında kristal sularını kaybederek dağılma ve ufalanma özelliği göstermektedirler. Kolemanit cevherine ısı işlem uygulandığında belirli sıcaklıklarda kristal suyunu kaybedip ince boyutlara geçerek, tane boyutuna göre elek analizi gerçekleştirildiğinde, iri boyutlardaki gang ve ince boyutlarda konsantrasyon bor ürünü elde edilmektedir. (Çiftçi ve Atik, 2015).

Emet Bor İşletmesinin Hisarcık konsantratör tesisindeki kolemanit artığı 350-500°C sıcaklık ve 15-60 dakika zaman aralıklarında kalsinasyon işlemine tabi tutularak kalsine ürün elde edilmiştir. Pilot ölçekli testlerin sonucunda, kalsine konsantrasyon üretiminin optimum 450°C sıcaklık ve 25 dakika sürede %30  $B_2O_3$  tenör ve %92.96  $B_2O_3$  verim ile gerçekleştirileceği bulunmuştur (Büyükyıldız, 2007).

Bor cevheri genellikle fiziksel, kimyasal ve fizikokimyasal prosesleri içeren konsantrasyon teknikleri ile iyileştirilmektedir. Bir yöntem olarak mikrodalga ile ısıtma önerilebilir bu yöntem, malzemeler arasındaki etkileşime dayanması nedeniyle sentez ve malzeme proseslerinde daha geniş uygulamalara sahiptir. Mikrodalgalar önemli miktarda enerji ve işlem süresi tasarrufu sağlayabilir. Ayrıca mikrodalga ile ısıtmada malzemeye aktarılan enerjinin mekânsal dağılımının kontrol edilmesi mümkündür. Mikrodalgalarla enerji transferi geleneksel ısıtmada olduğu gibi öncelikli iletim veya konveksiyona değil dielektrik kaybına dayalıdır. Bu nedenle bir numunenin mikrodalga ısıtmaya maruz kalma eğilimi büyük ölçüde dielektrik özelliklerine bağlıdır. Yapılan bir çalışmada düşük dereceli Espey (-10 mm)'li kolemanitin zenginleştirilmesi amaçlanmıştır. Kullanılan Emet-Espey -Türkiye havzasındaki kolemanitin 10 mm boyutunda %28.87 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> olduğu belirtilmektedir. Yaptıkları mikrodalga deneylerinde %88.13 verimli, %50.82 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> konsantrasyonu elde etmişlerdir (Bütüner ve Aydın, 2016).

Bu çalışmanın temel amacında mikrodalga çalışmalarında düşük dereceli Espey kolemanitin boyutu (-3 mm) seçilmiştir. Bu boyuttaki numuneler maksimum 800 watt minimum 180 watt gücünde bir mikrodalga cihazında maksimum 60 dakika minimum 10 dakika süre ile tutularak daha önce denenmemiş eşanlı değişimini ele alan iki faktöriyel deneylerin merkezi kompozit tasarımına göre B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'ün zenginleştirilmesi deneyleri gerçekleştirilmiştir. Ve cevap yüzey yöntemine göre optimum mikrodalga gücü ve süresi bu çalışmada elde edilmiştir.

## MATERYAL VE YÖNTEM

### Atık Barajından Numune Alınması

DeneySEL çalışmalarda kullanılan ince (-3 mm) atık numunesi, Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü Emet Bor İşletme Müdürlüğü, Espey konsantratör tesisi atık barajından numune alma teknikleri uygulanarak alınmıştır. Atık barajının değişik konumlarından alınan 100 kg atık numunesi Teknik Ateş Mukavim Malzeme San. ve Tic. Ltd. Şti. (Çorum) Kimyasal Analiz Laboratuvarında bir hafta dinlendirildikten sonra etüvde 106 °C'de yaklaşık 2 saat kurutulmuştur. Atık numunesi, bölücü ve konileme-dörtleme yöntemi ile temsili olarak ayrılmış, 1'er kg'lık torbalara konularak analiz ve deneylerde kullanılmak üzere hazır hale getirilmiştir.

### Bor Numunesi Karakterizasyon Testleri

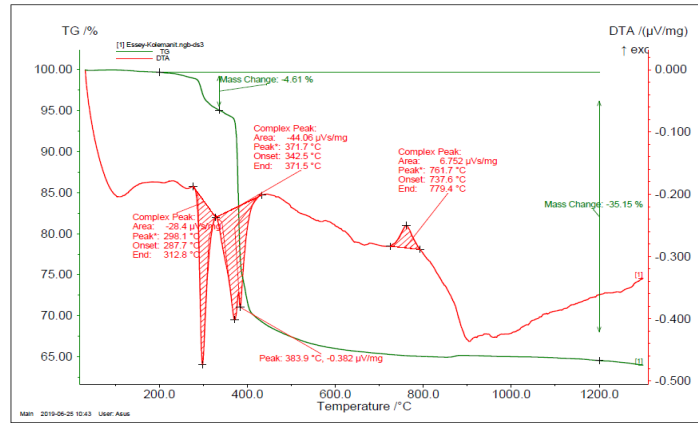
Karakterizasyon testleri kapsamında Emet Bor İşletme Müdürlüğü, Espey konsantratör tesisi ince (-3 mm) atıklarının kimyasal, ısıl ve mineralojik özellikleri incelenmiştir.

### Kimyasal İnceleme

Karakterizasyon testleri kapsamında ilk olarak Ankara Üniversitesi Yer Bilimleri Uygulama ve Araştırma Merkezinde XRF Analizi ile Espey atık barajı numunesinin Specto X-Lab 2000 marka cihaz ile kimyasal analizi yapılmıştır. Tablo 1'de kimyasal analiz sonucu gösterilmiştir.

### Isıl Özelliklerin İncelenmesi

Termo Gravimetrik Analiz (TGA) cihazı ile Diferansiyel Termal Analiz (DTA) cihazı ile analizler Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü laboratuvarında bulunan, Netzsch marka Jupiter 449 F3 model 1650°C'ye kadar çıkabilen Rodyum fırına sahip TG/DTA cihazlarında gerçekleştirilmiştir. Çekimler Argon atmosferinde 25-1300°C aralığında yapılmıştır. Şekil 1'deki TGA ve DTA grafiğindeki difraktogramda toplamda %35.15'lik bir kütle kaybı gözlenmiştir. Şekil 2'deki TGA ve DSC grafiğindeki difraktogramda ise toplamda %57.11'lik bir kütle kaybı gözlenmiştir.



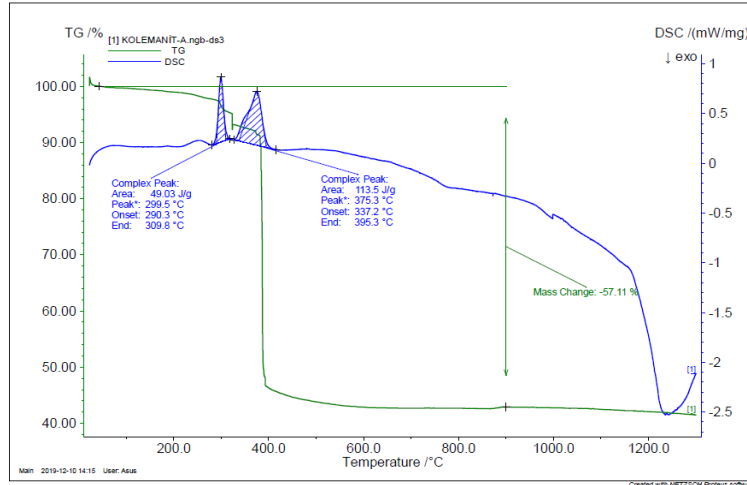
Şekil 1. Espey Atık Barajı Kolemanit Numunesinin TGA ve DTA Grafiği

**Tablo 1.** Espey Atık Barajı Kolemanit Numunesinin Kimyasal Analiz Sonucu

İçerik	Miktar (%)	İçerik	Miktar (ppm)	İçerik	Miktar (ppm)	İçerik	Miktar (ppm)
B2O3	15.22	Co	16.5	Cd	2	Bi	2.9
SiO2	24.86	Ni	55.1	In	2.3	Th	5.3
CaO	13.27	Cu	11.2	Sn	1.1	U	16.3
MgO	4.869	Zn	49.3	Sb	1.1		
Fe2O3	2.283	Ga	8	Te	1.4		
K2O	1.95	Ge	5.2	I	2.4		
Na2O	0.035	As	1647	Cs	638.8		
Al2O3	6.781	Se	0.6	Ba	181.8		
TiO2	0.2714	Br	2.5	La	7.3		
P2O5	0.0895	Rb	332.6	Ce	33.6		
SO3	0.1745	Sr	5558	Hf	3.1		
Cl	0.00408	Y	3.1	Ta	3.2		
V2O5	0.0155	Zr	96	W	6.3		
Cr2O3	0.0085	Nb	13.1	Hg	1.6		
MnO	0.0478	Mo	3.4	Tl	3.5		
K.K.	29.55	Ag	5.4	Pb	37.6		

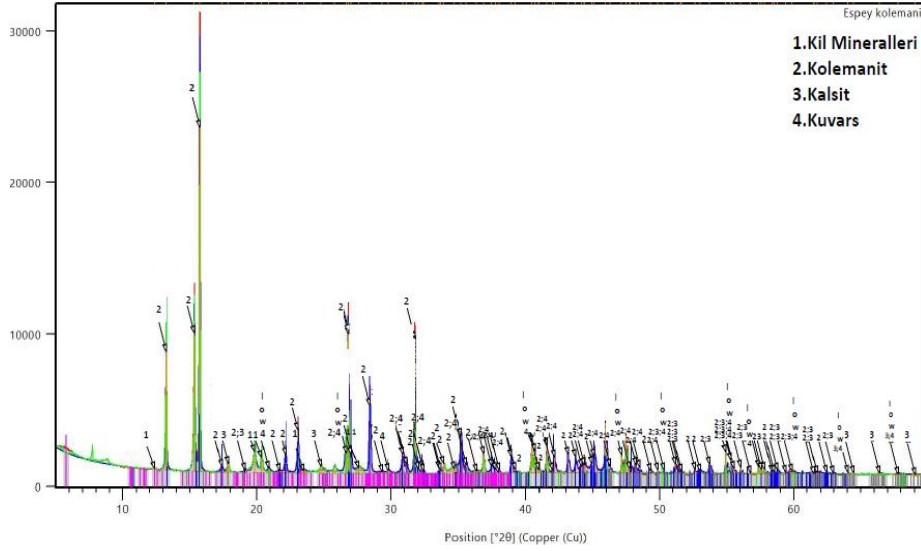
**Tablo 2.** Espey Atık Barajı Kolemanit Numunesinin Mineral Bileşimi

Mineral Bileşimi	Mineral (%)	Tane boyu (Mikron)
Kuvars	11	150
Kolemanit	14	210
Amfibol	12	180
Piroksen	11	175
Mika	09	135
Kil mineralleri	22	50
Kalsit	14	190
Diğerleri	7	-

**Şekil 2.** Espey Atık Barajı Kolemanit Numunesinin TGA ve DSC Grafiği

### Mineralojik İnceleme

(-3 mm) atık numunesi üzerinde mineralojik yapının belirlenmesi için XRD (X-Işını Kırınımı) analizi yapılmıştır. Kolemanit numunelerinin mineralojik analizleri Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü laboratuvarında bulunan, Panalytical marka Empeyan model XRD cihazı ile 5-70 °C (2θ) aralığında çekilmiş olup X ışın kaynağı olarak Cu tüp (1.54 nm) kullanılmıştır. Şekil 3'e göre difraktogramdaki piklere bakılacak olursa yapının büyük çoğunluğunun kolemanit olduğu görülmüştür. Tablo 2'de Espey atık barajı numunesinin mineral bileşimi yer almaktadır.



Şekil 3. Espey Atık Barajı Kolemanit Numunesinin XRD Grafiği

### Tane Boyutu İncelemeleri

Deneylerde kullanılacak olan Espey Atık Barajı numunesinin %15.22  $B_2O_3$  içeren (-3 mm) atığın tane boyutunu dağılımını belirlemek amacıyla Espey atık barajı numunesinin elek analizi Çelikler Tunçbilek Termik Santrali Laboratuvarında yapılmıştır. Tablo 3’de Espey atık barajı kolemanit numunesinin tane boyutlarına göre tenör dağılımları verilmiştir. Bu barajına ait numunelerde  $B_2O_3$  dağılım tenörleri birbirine yakın olduğu için (+0.045) mm ve (-0.045) mm olmak üzere 2 fraksiyona ayrılarak mikrodalga deneyleri yapılmıştır.  $B_2O_3$  miktarını artırmak için yapılan mikrodalga deneylerinde kullanılan Espey atık barajı kolemanit numunesinin (+0.045) mm ve (-0.045) mm tane boyutlarına göre tenör dağılımları Tablo 4’de verilmiştir. (+0.045) mm boyutundaki atık, toplam atığın ağırlıkça %76.19’ünü oluştururken ortalama tenör değeri %15.78  $B_2O_3$  olarak bulunmuştur. (-0.045) mm boyutundaki atık, toplam atığın ağırlıkça %23.81’ini oluştururken ortalama tenör değeri %12.63  $B_2O_3$  olarak bulunmuştur. Bu sonuçlara göre tane boyutu incelidikçe tenör değeri, belirli boyuta kadar yükselmekte ve (-0.075) mm’den sonra azalmaktadır. Bor Trioksit analizlerinde Türk Standardları Enstitüsünün TS 13665:2017 Sanayide kullanılan borik asit ve bor trioksit-Bor trioksit tayini -Titrimetrik yöntemi kullanılmıştır.

Tablo 3. Espey Atık Barajı Kolemanit Numunesinin Tane Boyutlarına Göre Tenör Dağılımları

Tane boyutu (mm)	Ağırlık (%)	ΣEÜ (%)	ΣEA (%)	$B_2O_3$ (%)
+2	0.00	0.00	100.00	
-2+1	0.06	0.06	100.00	
-1+0.5	7.57	7.63	99.94	13.60
-0,5 +0.425	5.482	13.11	92.37	15.35
-0.425+0.300	9.454	22.56	86.89	17.07
-0.300+0.212	20.692	43.25	77.44	15.67
-0.212+0,125	17.916	61.17	56.75	17.75
-0,125+0.075	9.336	70.51	38.83	15.36
-0.075+0.045	5.68	76.19	29.49	15.64
-0.045	23.81	10.00	23.81	12.63
TOPLAM	100.00			

Tablo 4. Espey Atık Barajı Kolemanit Numunesinin (+0.045) mm ve (-0.045) mm Tane Boyutlarına Göre Tenör Dağılımları

Tane boyutu (mm)	Ağırlık (%)	ΣEÜ (%)	ΣEA (%)	$B_2O_3$ (%)
+0,045	76,19	76,19	100,00	15,78
-0,045	23,81	100,00	23,81	12,63
TOPLAM	100,00			

### Mikrodalga Cihazı ile Deneysel Tasarım Çalışmaları

Mikrodalga cihazı ile 2 farklı tane boyutunda olan atık numuneleri zenginleştirilmiştir. Bunun için mikrodalga deneylerinde kullanılan cihaz 2450 MHz sabit frekans özelliğine ve maksimum 800 watt çıkış gücüne sahip

Samsung marka MS23F300EEK / TR modelindedir. Zenginleştirme sürecinin optimal koşulları B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oranı (+0.045) mm ve (-0.045) mm tane boyutlarına ait mikrodalga deneyleri için konsantre ve atık olmak üzere optimum B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve onun verim değerleri gibi izleme değişkenlerine dayalı olarak deney tasarım yöntemi (DTY) kullanılarak araştırılmıştır. Bu çalışmada B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zenginleştirmeyi etkileyen değişkenler, kolemanit atığının mikrodalga cihazında kalma süresi ve mikrodalga gücü iki değişken olarak atanmıştır. Kalma süresi için 10 ile 60 dakika arasındaki değerler mikrodalga gücü için 180 ile 800 watt arasındaki değerler seçilmiştir. Bu değerlerin deney tasarımında kullanılması için kodlanmış olarak her değişken için 5 seviye faktörü belirlenmiştir. Böylelikle sembolleri ile her değişkenin seviyeleri Tablo 5’de gösterilmiştir.

**Tablo 5.** Deneysel Ölçeğin Seviyeleri ve Bağımsız Test Değişkenleri

Gerçek değişkenler (x <sub>j</sub> )	Sembol	Kodlanmış değişkenler X <sub>1</sub> , X <sub>2</sub>				
		-1,41421	-1	0	+1	+1,41421
ξ <sub>1</sub> : Zaman	dk	10	17,32	35	52,68	60
ξ <sub>2</sub> : Güç	watt	180	270,80	490	709,20	800

Çalışmanın prensibi regresyonun varyansını ANOVA yöntemiyle analiz etmektedir. Bu yöntem 2.dereceden modellerin uyumunu doğrulamaktadır. Güven düzeyine göre (%95, %99 veya %99.99) en pratik terimler belirlendikten sonra regresyon denklemleri elde edilmiştir. Cevap Yüzey Yöntemine göre eşyanıt eğrileri ve yanıt yüzeyleri oluşturmak için sıralı bir süreç olarak kullanılmıştır (Yi vd., 2010). Bu sonuçlar doğrusal etkileri incelemek için kullanılmıştır. 2 gruba ayrılan deney matrisi 13 deneyden oluşmaktadır. Design-Expert 12.0 programı tarafından elde edilen 3 boyutlu grafiklerle işletim parametrelerinin sistem cevapları üzerindeki çoklu etkileri verilmiştir. Eşitlik 1 ile deney sayısı elde edilmiştir.

k: faktör sayısı (k=2)

$$N_f = 2^k = 4 \quad (1)$$

Deneysel tasarım yapılırken, kaç adet deneyin yapılacağı k < 5 için Eşitlik 2 ve k > 5 için Eşitlik 3’e göre hesaplanmıştır.

$$N = 2^k + 2k + n_0 \quad (k < 5) \quad (2)$$

$$N = 2^{k-1} + 2k + n_0 \quad (k > 5) \quad (3)$$

N: deney sayısı, k: bağımsız değişken sayısı ve n<sub>0</sub>: merkezdeki deney sayısını göstermektedir (Duman, 2010).

2. derece eğrisel model için kodlanmış değerler gerçek değerlerle Eşitlik 4, 5 ve 6’ya göre hesaplanmıştır.

$$x_i = \frac{\xi_i - \xi_i^0}{\Delta \xi_i} \quad (4)$$

$$\Delta \xi_i = \frac{\xi_i^{max} - \xi_i^{min}}{2} \quad (5)$$

$$\xi_i^0 = \frac{\xi_i^{max} + \xi_i^{min}}{2} \quad (6)$$

Genel olarak deneylerin istatistiksel planlamasında matematiksel modellerin oluşturulması doğrusal ve doğrusal olmayan regresyon denklemleri şeklinde çoğu zaman 1. ve 2. dereceden polinomlarla ifade edilmiştir. Doğrusal model Eşitlik 7’de verilmiştir.

$$y = \beta_0 + \beta_1 \xi_1 + \beta_2 \xi_2 + \dots + \beta_k \xi_k + \varepsilon \quad (7)$$

Eşitlik 7’de; bağımlı değişken, y bağımsız değişken, ξ<sub>i</sub> regresyon katsayısı, β<sub>i</sub> ve deneysel hata, ε olarak ifade edilir. Modeldeki regresyon katsayıları elde edilen deney verilerinin regresyonu ile bulunur. Eşitlik 7’de bağımsız

değişkenlerde gerçek değerler ve kodlanmış olarak verilir. Birçok uygulamada gerçek değişkenler kodlanarak kullanılmaktadır. Bu kodlamada boyutsuz koordinat sisteminde en yüksek seviye +1, en düşük seviye -1 ve merkez noktası 0'dır (Köfter, 2021). Etkileşim terimlerini de içermektedir (Eşitlik 8).

Doğrusal Model

$$Y = f(X) = \beta_0 + \sum_{i=1}^2 \beta_i X_i + \sum_{\substack{j=1 \\ i < j}}^2 \beta_{ij} X_i X_j \quad (8)$$

Eşitlik 9'da Eşitlik 7'den farklı olarak bağımlı değişken üzerine bağımsız değişkenlerin birbiriyle etkileşimi ve kuadratik etkisi gösterilmiştir.

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^2 \beta_i X_i + \sum_{i=1}^2 \beta_{ii} X_i^2 + \sum \sum_{i < j} \beta_{ij} X_i X_j + \varepsilon \quad (9)$$

y: Tahmin edilen cevap,  $X_i$ : Bağımsız değişken,  $X_{i2}$ : Değişkenlerin kare etkileri,  $X_i X_j$ : Değişken etkileşim etkileri,  $\beta_0$ : Sabit katsayı,  $\beta_i$ : Doğrusal regresyon katsayısı,  $\beta_{ii}$ : İkinci dereceden regresyon katsayısı,  $\beta_{ij}$ : Etkileşim regresyon katsayısı verilmiştir (Myers vd., 2016).

## BULGULAR VE TARTIŞMA

### *Deney Tasarımı ve Merkezi Kompozit Tasarımı*

Tüm araştırmalar Cevap Yüzey Yenileme (CYY), Merkezi Kompozit Tasarımı (MKT)'ye göre yapıldı. Tasarım yazılımı Dizayn Expert 12 kullanılarak  $B_2O_3$ 'ün mikrodalga ile zenginleştirilmesi işleminde toplanan tüm deneysel veriler incelenmiştir. Deney tasarımında, (+0.045) mm ve (-0.045) mm tane boyutları için konsantre ve atık numunede olmak üzere, konsantre  $B_2O_3$  tenörü, konsantre ürün verimi, atık  $B_2O_3$  tenörü ve atık verimi olmak üzere toplam 8 yanıtın, 2 bağımsız değişken sırasıyla konsantrenin mikrodalgada kalma süresi ( $X_1$ ) ve mikrodalga gücü ( $X_2$ ) ile arasındaki ilişkiyi bulmada bir merkezi kompozit tasarım seçilmiştir. Çalışılan sekiz yanıt  $Y_1$ : (+0.045) mm tane boyutunda konsantre  $B_2O_3$  tenörü,  $Y_2$ : (+0.045) mm tane boyutunda konsantre ürün verimi,  $Y_3$ : (+0.045) mm tane boyutunda atık tenörü ve  $Y_4$ : (+0.045) mm tane boyutunda atık verimi,  $Y_5$ : (-0.045) mm tane boyutunda konsantre  $B_2O_3$  tenörü ve  $Y_6$ : (-0.045) mm tane boyutunda konsantre ürün verimi  $Y_7$ : (-0.045) mm tane boyutunda atık tenörü ve  $Y_8$ : (-0.045) mm tane boyutunda atık verimidir. Tablo 6'da gösterildiği gibi faktör sayısı  $k=2$ 'dir ve her faktör 5 seviyeye yükseltilmiştir. Toplam deney sayısı  $2^k + 2k + n_0$  denkleminde  $2^2 = 4$  faktöriyel deney +  $2 \times 2 = 4$  eksenel +  $n_0 = 5$  merkezi noktadan oluşan toplam deney sayısı 13 olarak hesaplanmıştır. Bağımlı değişken ile bağımsız değişken arasındaki deneysel verilerin 2.dereceden bir polinom regresyon modeline uydurulması ile belirlenmiştir. Aşağıdaki yanıt yüzey analizi kullanılarak oluşturulan 2.dereceden polinom regresyon modeli  $Y_1, Y_2, Y_3, Y_4, Y_5, Y_6, Y_7, Y_8$  için bulunmuştur.

### *İkinci Derece Regresyon Modellerinin Uygunluğu*

Deneysel parametreler cevap yüzey yöntemiyle birlikte merkezi kompozit tasarımı kullanılarak başarı ile optimize edilmiştir. Bu deney tasarımı kolemanit atığını mikrodalgada kalma süresi ve mikrodalga gücü parametrelerinin doğrusal, etkileşim ve ikinci dereceden etkilerinin  $B_2O_3$  en yüksek zenginleştirme verimini bulan kombinasyonuna dayalı olarak optimize edilmiştir. Çoklu belirleme katsayıları incelenerek ve varyans analizleri yapılarak ikinci dereceden polinom modeline deneysel verilerin uygunluğu ve türetilen denklemin yanıtlardaki değişkenliği açıklayıp açıklamayacağını görmek için değerlendirilmiştir. Analitik gücü değerlendirmek için tek yönlü varyans analizi (ANOVA) testi kullanılmıştır. F testi ve p testi kullanılarak katsayıların anlamlılığı %95 güven düzeyinde ölçülmüştür (Lakens, 2013). F değeri artarken p değeri azalırsa bu tahmin edilen modelin önemini gösterir (Wu vd., 2011). Önemli olarak p değerleri  $< 0.05 < 0.01$  ve  $< 0.0001$  olduğunda model terimleri sırasıyla anlamlı, son derece anlamlı ve etkileyici bir şekilde anlamlı olduğunu göstermektedir.

### *(+0.045) mm Tane Boyutunda Konsantre $B_2O_3$ Tenörü ( $Y_1$ )*

$$Y_1 = 33.28 + 0.4251X_1 + 0.0468X_2 - 0.0625X_1X_2 - 0.3075X_1^2 - 0.1550X_2^2 \quad (R^2 = 0.9601) \quad (10)$$

Eşitlik 10'a göre mikrodalgada kalma süresi ( $X_1$ ), karesel terim  $X_1^2$  ve mikrodalga gücünün karesi ( $X_2^2$ ), katkısının önemi p değerleri  $< 0.05$ 'den olduğu Tablo 7'de de görülmektedir.

**Tablo 6.** (+0,045) mm ve (-0,045) mm Tane Boyutlarında Güç ve Zaman Değişkenlerine Karşı Konsantre B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Tenörü ve Konsantre Ürün Verimi, Atık Tenörü ve Atık Verimi Değerlerini Açıklayan Doğrusal Olmayan Model İçin Deneysel Tasarımı

Deneysel No	Faktör 1: X <sub>1</sub> A: Zaman dakika	Faktör 2: X <sub>2</sub> B: Güç watt	Gerçek t, dakika t, ξ <sub>1</sub>	Gerçek E, watt E, ξ <sub>2</sub>	(+0,045) mm tane boyutu Cevap 1: Y <sub>1</sub> Konsantre B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Tenör R <sub>1</sub> (%)	(+0,045) mm tane boyutu Cevap 2: Y <sub>2</sub> Konsantre Ürün Verim R <sub>2</sub> (%)	(+0,045) mm tane boyutu Cevap 3: Y <sub>3</sub> Atık Tenör R <sub>3</sub> (%)	(+0,045) mm tane boyutu Cevap 4: Y <sub>4</sub> Atık Verim R <sub>4</sub> (%)	(-0,045) mm tane boyutu Cevap 5: Y <sub>5</sub> Konsantre B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Tenör R <sub>5</sub> (%)	(-0,045) mm tane boyutu Cevap 6: Y <sub>6</sub> Konsantre Ürün Verim R <sub>6</sub> (%)	(-0,045) mm tane boyutu Cevap 7: Y <sub>7</sub> Atık Tenör R <sub>7</sub> (%)	(-0,045) mm tane boyutu Cevap 8: Y <sub>8</sub> Atık Verim R <sub>8</sub> (%)
1	0	0	35	490	33,28	85,58	22,80	14,60	32,31	93,80	26,60	6,35
2	-1	-1	17,32	270,80	32,45	83,80	25,50	15,80	32,29	93,05	27,80	6,90
3	-1,41421	0	10	490	31,92	82,20	27,93	17,83	32,50	93,14	27,30	6,85
4	1,41421	0	60	490	33,37	85,78	22,30	14,25	32,28	94,30	26,00	5,80
5	1	-1	52,68	270,80	33,25	85,20	22,80	14,78	32,13	93,47	28,00	6,50
6	0	1,41421	35	800	33,10	85,30	23,80	15,10	32,30	93,60	27,00	6,58
7	0	0	35	490	33,28	85,58	22,80	14,60	32,31	93,80	26,60	6,35
8	0	-1,41421	35	180	32,80	84,00	24,00	16,00	32,24	93,50	27,50	6,70
9	0	0	35	490	33,28	85,58	22,80	14,60	32,31	93,80	26,60	6,35
10	-1	1	17,32	709,20	32,55	83,80	25,00	16,00	32,35	92,80	27,60	7,00
11	1	1	52,68	709,20	33,10	84,70	23,50	15,20	32,25	93,60	27,00	6,43
12	0	0	35	490	33,28	85,58	22,80	14,60	32,31	93,80	26,60	6,35
13	0	0	35	490	33,28	85,58	22,80	14,60	32,31	93,80	26,60	6,35



Tek başına değişken  $X_2$  mikrodalga gücü anlamlı değildir. Regresyon katsayısı  $R^2$  0.9601 olarak bulunmuştur. Bulunan modelden elde edilen yanıt değerlerinin anlamlı ve yüksek oranda deneysel verilerle uyumlu olduğunu göstermektedir.  $R^2$  1'e yakın olduğunda deneysel ve tahmin edilen değerler arasında iyi bir uyum olduğunu gösterir (Myers vd., 2016). Benzer şekilde modellerin uyumu düzeltilmiş belirleme katsayısı ( $R^2_{adjusted}$ ) 0.9316 olarak bulunmuştur. Bir modelin çok iyi uygun olduğu bu katsayıyla onaylanır ve korelasyon veya otokorelasyon arasındaki hataların olup olmadığı da Durbin Watson istatistiği ile belirlenir. Bu durumda düzeltilmiş belirleme katsayısının değeri kabul edilebilirdir.

Tablo 7 (+0.045) mm tane boyutunda konsantre  $B_2O_3$  tenörü için varyans analizini (ANOVA) özetlemektedir. Fisher'in F-testi, ana faktörlerin ve bunların etkileşimlerini gösteren yanıtlar üzerindeki etkilerini incelemek için bu analizi gerçekleştirir. %95 güven düzeyi için p değerleri ne kadar küçükse ( $< 0.05$ ), F istatistik oranı ne kadar büyükse karşılık gelen katsayı terimi de o kadar önemlidir. İncelenen faktörlerin tüm doğrusal ve etkileşim etkileri için F istatistik oranı p değeri Tablo 7'de de görüldüğü gibidir. F değerinin 1.32 ve 1.18'e sahip olduğu sırasıyla  $X_2$ ,  $X_1X_2$  mikrodalga gücünün ve mikrodalga gücü ile mikrodalgada kalma süresinin etkileşimi model için önemsizdir. Şekil 4'de gözlenen ile tahmin edilen değerler arasındaki korelasyonu (+0.045) mm tane boyutunda konsantre  $B_2O_3$  tenörü için verilmektedir. Şekil 4.(a)'da  $Y_1$  için gözlenen ile deneysel verileri arasındaki korelasyonun çok iyi olduğunu göstermektedir. Bu grafikler hizalaması düz çizgiye yakın olan nokta bulutları ile karakterize edilir. Buda, modelin yanıt için yeterli olduğunu gösterir. Şekil 4.(b) ve 4.(c) kontur ve yüzey grafiklerinden (+0.045) mm tane boyutunda maksimum konsantre  $B_2O_3$  tenörü ( $Y_1$ ) 33.4'e karşılık gelen optimum mikrodalga cihazında kalma süresi ( $X_{1opt}$ ) 35 dakika ve 490 watt ( $X_{2opt}$ ) mikrodalga gücüne karşılık geldiği görülmektedir.

#### (+0,045) mm Tane Boyutunda Atık Numuneden Elde Edilen Konsantre Ürün Verimi ( $Y_2$ )

$$Y_2 = 85.58 + 0.9204X_1 + 0.1673X_2 - 0.1250X_1X_2 - 0.7812X_1^2 - 0.4512X_2^2 \quad (R^2 = 0.8810) \quad (11)$$

Tablo 8'deki RSM tasarımının istatistiksel analizine ve model denklemlerine dayanarak konsantre verimi doğrusal terimleri  $X_1$ : mikrodalgada kalma süresi, sırasıyla  $X_1^2$ ,  $X_2^2$ : mikrodalgada kalma süresinin ve mikrodalga gücünün ikinci dereceden terimleri her verim üzerinde önemli etkilere sahiptir. Ek olarak mikrodalgada kalma süresi ( $p < 0.05$ ) olduğundan önemli ölçüde etkilemiştir.  $Y_1$ 'deki gibi aynı terimlerin ( $X_2$ ,  $X_1X_2$ ) uyum eksikliği için karşıt gelen p değerleri ise sırasıyla 0.3613, 0.6218'dir. Tablo 8'de görülmektedir. Eşitlik (11) için  $R^2$  0.8810 bulunmuştur. ( $R^2 \gg 0.7$ ) regresyon katsayısının yüksek değeri iyi bir uyumu olduğunu Şekil 4.(d) göstermektedir. (+0.045) mm tane boyutunda atık numuneden elde edilen maksimum konsantre verimi ( $Y_2$ ) 85.5 dir. Şekil 4.(e) ve 4.(f)'deki grafiklerden  $Y_2$ 'nin bu değerine karşılık gelen optimum değerler, maksimum konsantre  $B_2O_3$  oranı ( $Y_1$ ) için bulunan optimum değerler ile aynı bulunmuştur.

**Tablo 7.** (+0.045) mm Tane Boyutunda Konsantre  $B_2O_3$  Tenör İçin İkinci Dereceden Polinom Modu İçin Varyans Analizi (ANOVA)

Faktörler	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Ortalama kare	F değeri	p değeri
Model	2.23	5	0.4460	33.69	< 0.0001
$x_1$	1.45	1	1.45	109.19	< 0.0001
$x_2$	0.0175	1	0.0175	1.32	0.2879
$x_1x_2$	0.0156	1	0.0156	1.18	0.3133
$x_1^2$	0.6578	1	0.6578	49.69	0.0002
$x_2^2$	0.1671	1	0.1671	12.62	0.0093

**Tablo 8.** (+0.045) mm Tane Boyutunda Konsantre Ürün Verimi İçin İkinci Dereceden Polinom Modu İçin Varyans Analizi (ANOVA)

Faktörler	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Ortalama kare	F değeri	p değeri
Model	12.17	5	2.43	10.37	0.0039
$x_1$	6.78	1	6.78	28.86	0.0010
$x_2$	0.2239	1	0.2239	0.9536	0.3613
$x_1x_2$	0.0625	1	0.0625	0.2662	0.6218
$x_1^2$	4.25	1	4.25	18.08	0.0038
$x_2^2$	1.42	1	1.42	6.03	0.0437

**(+0.045) mm Tane Boyutunda Atık B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Tenörü (Y<sub>3</sub>)**

$$Y_3 = 22.80 - 1.52X_1 - 0.0104X_2 + 0.3000X_1X_2 + 1.08X_1^2 + 0.4731X_2^2 \quad (R^2 = 0.9332) \quad (12)$$

Eşitlik 12 için regresyon katsayısı R<sup>2</sup> 0.9332 bulunmuştur. R<sup>2</sup>'nin 1'e daha yakın değeri olması regresyonun çok iyi olduğunu ifade etmektedir. (+0.045 mm) tane boyutunda atıkta bulunan B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tenörü (Y<sub>3</sub>)'ü ifade eden model denklemde yine aynı terimler (X<sub>2</sub>, X<sub>1</sub>X<sub>2</sub>) önemsizdir. Bunu bu terimler için Tablo 9'daki p değerlerine bakarak 0.05'den büyük olmasından anlayabiliriz. Sırasıyla 0.9577 ve 0.2973'dür. F testi değerleri de bu terimler için F<sub>kritik</sub> 3.69 değerinden küçük kalmaktadır. Sırasıyla 0.0030, 1.27'dir. Model mikrodalgada kalma süresi X<sub>1</sub> ve onun karesi X<sub>1</sub><sup>2</sup>, mikrodalga gücünün karesi X<sub>2</sub><sup>2</sup> olarak daha yalın ifade edilebilir. Modelin uyumluluğu Şekil 4.(g)'de verilerin doğru üzerindeki yakın dağılımından anlaşılmaktadır. Şekil 4.(h) ve 4.(i)'de sırasıyla kontür ve yüzey grafiklerinden atıktaki minimum B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tenörü 23 olarak okunmaktadır. Bu değer için optimum değerler X<sub>1</sub> ve X<sub>2</sub> sırasıyla 35 dakika ve 490 watttır.

**Tablo 9.** (+0.045) mm Tane Boyutunda Atık Tenör İçin İkinci Dereceden Polinom Modu İçin Varyans Analizi (ANOVA)

Faktörler	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Ortalama kare	F değeri	p değeri
Model	27,75	5	5,55	19,55	0,0006
x <sub>1</sub>	18,49	1	18,49	65,12	< 0,0001
x <sub>2</sub>	0,0009	1	0,0009	0,0030	0,9577
x <sub>1</sub> x <sub>2</sub>	0,3600	1	0,3600	1,27	0,2973
x <sub>1</sub> <sup>2</sup>	8,12	1	8,12	28,61	0,0011
x <sub>2</sub> <sup>2</sup>	1,56	1	1,56	5,48	0,0517

**(+0.045) mm Tane Boyutunda Atık Numuneden Elde Edilen Atık Verimi (Y<sub>4</sub>)**

$$Y_4 = 14.60 - 0.8604X_1 - 0.0816X_2 + 0.0550X_1X_2 + 0.6325X_1^2 + 0.3875X_2^2 \quad (R^2 = 0.8245) \quad (13)$$

Atık numunede konsantr verimini mikrodalgada kalma süresi (X<sub>1</sub>) ve mikrodalga gücü (X<sub>2</sub>)'ye bağlayan 2. dereceden model Eşitlik 13 ile verilmiştir. Bu modelin uyumluluğu R<sup>2</sup> 0.8245 bulunmuştur. Model katsayılarının ANOVA analizine göre geçerliliği Tablo 10'da sunulmuştur. Bu tabloya göre yine doğrusal etki olarak tek başına X<sub>1</sub>'in etkisi, X<sub>1</sub>X<sub>2</sub>'nin birbirini etkilediği etkileşim teriminin p değerlerinin 0.05'den küçük bulunmasıyla önemsiz oldukları kanıtlanmıştır. Şekil 4.(j) modelin deneysel verilerle uyumluluğunu göstermektedir. Şekil 4.(k) ve 4.(l)'de yüzeyin minimum değerine yani 14.5'i karşılayan optimum değerler 35 dakika kalma süresi ile yine 490 watt mikrodalga gücüdür.

**Tablo 10.** (+0.045) mm Tane Boyutunda Atık Verim İçin İkinci Dereceden Polinom Modu İçin Varyans Analizi (ANOVA)

Faktörler	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Ortalama kare	F değeri	p değeri
Model	9,43	5	1,89	6,58	0,0141
x <sub>1</sub>	5,92	1	5,92	20,65	0,0027
x <sub>2</sub>	0,0533	1	0,0533	0,1858	0,6794
x <sub>1</sub> x <sub>2</sub>	0,0121	1	0,0121	0,0442	0,8431
x <sub>1</sub> <sup>2</sup>	2,78	1	2,78	9,70	0,0170
x <sub>2</sub> <sup>2</sup>	1,04	1	1,04	3,64	0,0980

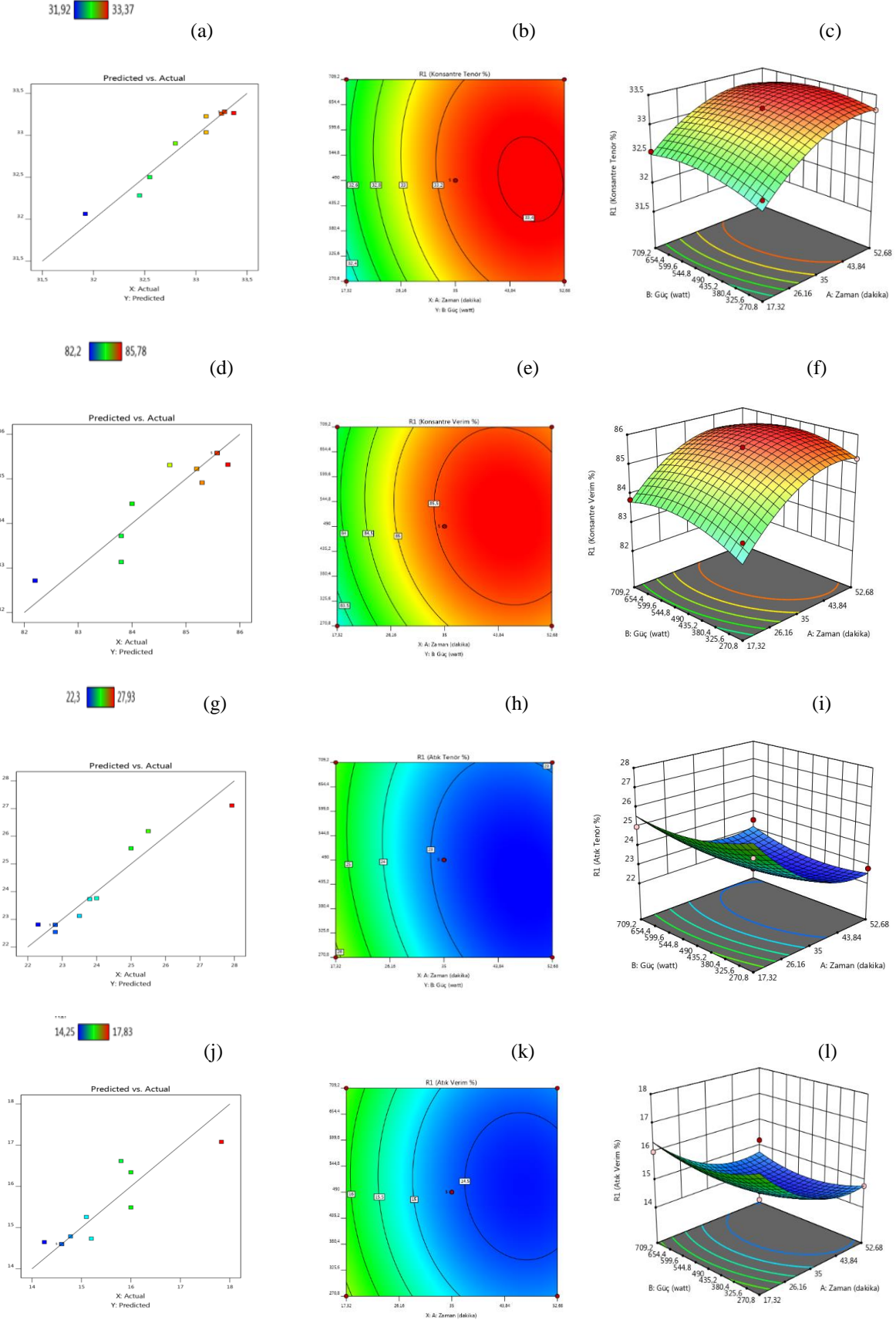
**(-0.045) mm Tane Boyutunda B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'ün Konsantr ve Atıkta Olmak Üzere Tenör, Verim Modelleri (Y<sub>5</sub>, Y<sub>6</sub>, Y<sub>7</sub>, Y<sub>8</sub>)**

$$Y_5 = 32.31 - 0.0714X_1 + 0.0331X_2 + 0.0150X_1X_2 + 0.0213X_1 - 0.0387X_2^2 \quad (R^2 = 0.8381) \quad (14)$$

$$Y_6 = 93.80 - 0.3576X_1 + 0.0027X_2 + 0.0950X_1X_2 + 0.1412X_1^2 - 0.2262X_2^2 \quad (R^2 = 0.8074) \quad (15)$$

$$Y_7 = 26.60 - 0.2798X_1 - 0.2384X_2 - 0.2000X_1X_2 + 0.1875X_1^2 + 0.4875X_2^2 \quad (R^2 = 0.7259) \quad (16)$$

$$Y_8 = 6.35 - 0.3069X_1 + 0.0175X_2 - 0.0425X_1X_2 + 0.0438X_1^2 + 0.2012X_2^2 \quad (R^2 = 0.8825) \quad (17)$$



Şekil 4. (+0.045) mm Tane Boyutunda Modelin (a), (d), (g), (j) Korelasyon, Güç ve Zamanın Konsantr Tenörüne, Konsantr Verimine, Atık Tenörüne, Atık Verimine Etkisini Gösteren (b), (e), (h), (k) Kontur ve (c), (f), (i), (l) 3D YüzeYi Grafikleri

Eşitlik 14 (-0.045) mm tane boyutundaki konsantre  $B_2O_3$  tenörü ( $Y_5$ ) için mikrodalgada kalma süresi ve mikrodalga gücünün fonksiyonu olarak 2.dereceden bir modelle ifade edilmektedir. Regresyon katsayısı  $R^2 = 0.8381$  elde edilmiştir. Yine  $R^2$ 'nin 0.7 den büyük olması nedeniyle eşitliğin 2.derece modele uygun olduğu görülmektedir. Ayrıca doğrusal model için yapılan faktöriyel deney tasarımı sonucu  $R^2=0$  bulunmuştur. Bu nedenle (-0.045) mm tane boyutundaki konsantre  $B_2O_3$  verim ( $Y_6$ ), atık numunede konsantre  $B_2O_3$  tenörü  $Y_7$  ve atık numunede atık verimi  $Y_8$  için bulunan sırasıyla Eşitlik 15, 16 ve 17'nin regresyon katsayılarının da  $R^2 > 0.7$  olması 2.derece modele daha uygun olduklarını Şekil 5.(m)'deki deneysel veri ile model uyum doğrusundaki verilerin sıklığından kanıtlamaktadır. Tablo 11'de  $Y_5$  modeli için  $X_1$  mikrodalga kalma süresi ve  $X_2$  mikrodalga gücünün tek başlarına doğrusal etkisi ve  $X_2^2$  mikrodalga gücünün quadratik etkisinin önemli olduğunu, onların p değerlerine baktığımızda 0.05'den küçük ve aynı terimlere karşılık gelen F değerlerinede bakıldığında  $F_{kritik} = 3.69$  değerinden büyük olmasından anlaşılmaktadır. Bu model (-0.045) mm tane boyutunda, (+0.045) mm tane boyutunda farklı olarak her iki parametrenin doğrusal etkisinin yanında mikrodalga gücünün quadratik etkisinin Şekil 5.(n) ve 5.(o)'daki kontur ve cevap yüzeyi grafiklerinden görülmektedir. Optimum değerler  $X_1$  35 dakika,  $X_2$  290 watt olarak aynı bulunmuştur.

**Tablo 11.** (-0.045) mm Tane Boyutunda Konsantre Tenör İçin İkinci Dereceden Polinom Modu İçin Varyans Analizi (ANOVA)

Faktörler	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Ortalama kare	F değeri	p değeri
Model	0,0658	5	0,0132	7,25	0,0108
$x_1$	0,0408	1	0,0408	22,46	0,0021
$x_2$	0,0088	1	0,0088	4,83	0,0640
$x_1x_2$	0,0009	1	0,0009	0,4957	0,5041
$x_1^2$	0,0031	1	0,0031	1,73	0,2298
$x_2^2$	0,0104	1	0,0104	5,75	0,0476

Tablo 12'de  $Y_6$  konsantre atık verimi için yine  $Y_5$  deki modelin geçerliliğini gösteren p ve F değerlerine bakıldığında  $Y_6$  içinde aynı terimler uygundur.

**Tablo 12.** (-0.045) mm Tane Boyutunda Konsantre Verim İçin İkinci Dereceden Polinom Modu İçin Varyans Analizi (ANOVA)

Faktörler	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Ortalama kare	F değeri	p değeri
Model	1,50	5	0,3007	5,87	0,0191
$x_1$	1,02	1	1,02	19,96	0,0029
$x_2$	0,0001	1	0,0001	0,0011	0,9742
$x_1x_2$	0,0361	1	0,0361	0,7045	0,4290
$x_1^2$	0,1388	1	0,1388	2,71	0,1438
$x_2^2$	0,3561	1	1,3561	6,95	0,0336

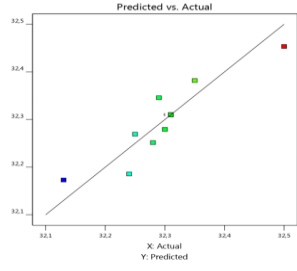
Bunu takip eden  $Y_7$  atık tenörü ve  $Y_8$  atık verimi Tablo 13 ve Tablo 14'e göre aynı terimler önemli olmuştur.

**Tablo 13.** (-0.045) mm Tane Boyutunda Atık Tenör İçin İkinci Dereceden Polinom Modu İçin Varyans Analizi (ANOVA)

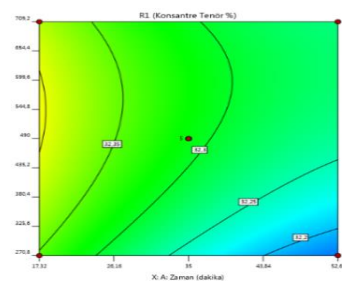
Faktörler	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Ortalama kare	F değeri	p değeri
Model	3,00	5	0,6006	3,71	0,0585
$x_1$	0,6263	1	0,6263	3,87	0,0900
$x_2$	0,4546	1	0,4546	2,81	0,1378
$x_1x_2$	0,1600	1	0,1600	0,9876	0,3534
$x_1^2$	0,2446	1	0,2446	1,51	0,2589
$x_2^2$	1,65	1	1,65	10,21	0,0152

32,13 

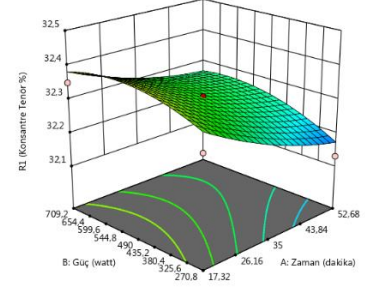
(m)



(n)

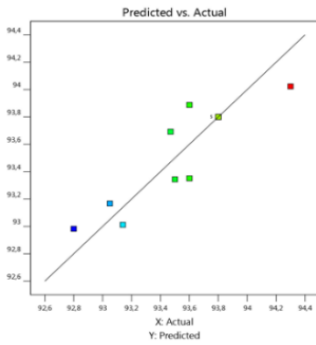


(o)

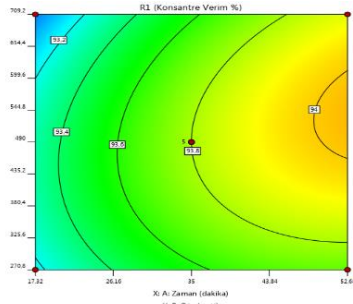


92,8 

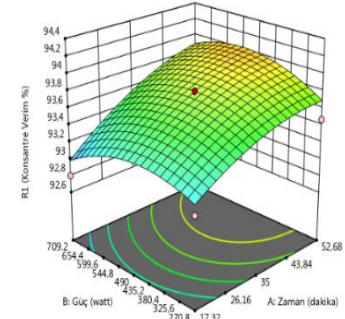
(p)



(r)

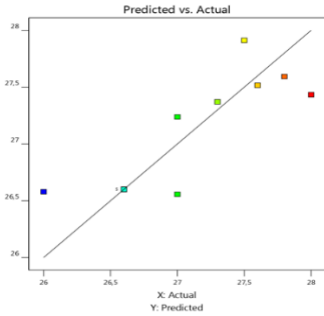


(s)

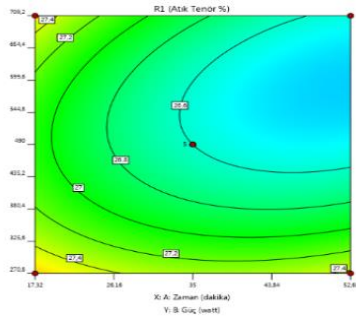


26 

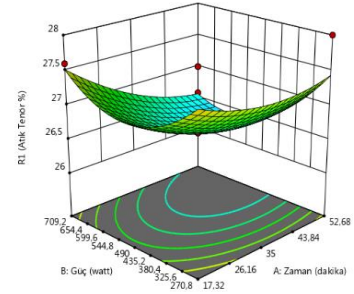
(t)



(u)

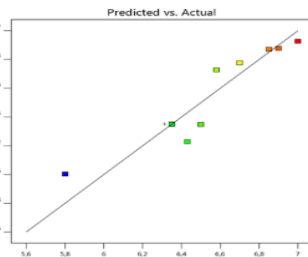


(v)

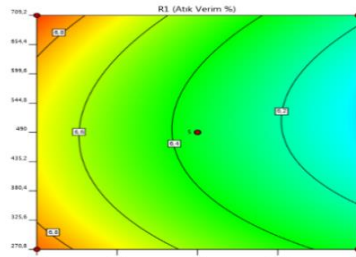


5,8 

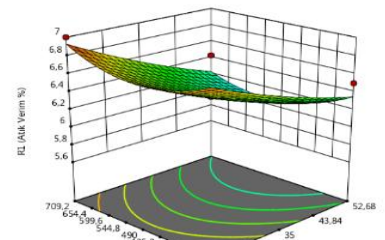
(w)



(y)



(z)



**Şekil 5.** (-0.045) mm Tane Boyutunda Modelin (m), (p), (t), (w) Korelasyon, Güç ve Zamanın Konsantrite Tenörüne Konsantrite Verimine, Atık Tenörüne, Atık Verimine Etkisini Gösteren (n), (r), (u), (y) Kontur ve (o), (s), (v), (z) 3D Yüzeyi Grafikleri

**Tablo 14.** (-0.045) mm Tane Boyutunda Atık Verim İçin İkinci Dereceden Polinom Modu İçin Varyans Analizi (ANOVA)

Faktörler	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Ortalama kare	F değeri	p değeri
Model	1,05	5	0,2094	10,52	0,0037
x <sub>1</sub>	0,7533	1	0,7533	37,83	0,0005
x <sub>2</sub>	0,0024	1	0,0024	0,1225	0,7366
x <sub>1</sub> x <sub>2</sub>	0,0072	1	0,0072	0,3629	0,5659
x <sub>1</sub> <sup>2</sup>	0,0133	1	0,0133	0,6687	0,4404
x <sub>2</sub> <sup>2</sup>	0,2818	1	0,2818	14,15	0,0071

Y<sub>5</sub>, Y<sub>6</sub>, Y<sub>7</sub>, Y<sub>8</sub> için Şekil 5'de (m), (n), (o), (p), (r), (s), (t), (u), (v), (w), (y), (z) grafiklerine bakıldığında optimum değer aynı bulunmuştur. Bütün grafikler için watt gücü ve zaman arttıkça konsantre tenörü ve verimi artmıştır. Atıkta da watt gücü ve zaman arttıkça konsantre tenörü ve verimi azalmıştır.

## SONUÇ

Bu çalışmada geliştirilen modellerin yeterliliğini doğrulamak için değişkenlerin varyans analizi regresyon (ANOVA) yapılmıştır. ANOVA aşağıdakileri değerlendirmek için kullanılır. Değişken faktörler arasındaki etkileşimler ve bunların ilgili yanıtlarıdır (Adelodun vd., 2019). Model şu şekilde bulunabilir: p değeri 0.05'ten düşük olduğunda anlamlı model Tablo 8 sonuçları modelin öngörülebilirliğinin %99.9'luk güven düzeyi tahmin edilen yanıtın deneysel olarak elde edilen yanıtla karşılık geldiğini gösterir. Modellerin deneysel Fisher % değerleri (+0.045) mm tane boyutunda konsantre tenörü ve konsantre verimi için sırasıyla 28.37 ve 10.88, atık tenörü ve atık verimi için 15.68 ve 6.00 mertebesindedir.

F testi deneysel bir değer için daha dikkat çekici olduğunu ve F kritik değerinden (=3.69) daha yüksek olması modelin anlamlı olduğunu gösterir. Aslında modellerin önemli olduğunu görüyoruz. ( $F_{\text{konsantre tenör}} > F_{\text{kritik}}$ ,  $F_{\text{konsantre verimi}} > F_{\text{kritik}}$ ) Böylece p değeri ne kadar küçükse (< 0,05) model o kadar anlamlıdır. Bu nedenle küçük p değerleri modellerin konsantre tenörü zenginliği ve konsantre tenörü verimliliği açısından istatistiksel olarak anlamlıdır. Model seçilen değişken aralığında tahmin için yeterlidir. Süreç değişkenlerinin anlamlılığı p ve F değeri ile kontrol edilmiştir. Sonuçlar yüksek F değerleri, düşük p değerlerine sahip olduğu için kullanılan modellerin anlamlı olduğunu göstermektedir. Konsantre (+0.045) mm tane boyutunda tenör zenginliği ve tenör verimine yönelik varyans analizi ANOVA Tablolarında özetlenmektedir.

Dolayısıyla bu optimizasyon çalışmasından elde edilen yüksek R<sup>2</sup> değerleri nihai indirgenmiş modeller kullanılarak yapılan tahminler için yeterlidir. Ayrıca düzeltilmiş R<sup>2</sup>'nin yaklaşık yüksek değeri geliştirilen modellerin tahmin edici bir şekilde tanımlama yeteneğini gösterir. Tahmin edilen regresyon modelindeki bir değişken, değişkenin p değeri 0.005 den küçükse anlamlı olarak belirtilir. Bir tane doğrusal değişken (X<sub>1</sub>), 2 tane 2.dereceden terim (X<sub>1</sub><sup>2</sup>, X<sub>2</sub><sup>2</sup>) hem konsantre ve atık tenörü hem de konsantre ve atık verimi üzerinde önemli etkiler (p < 0.05) olduğunu göstermiştir. Konsantre zenginleştirmesinde yer alan tüm faktörlerin (X<sub>1</sub>, X<sub>2</sub>) doğrusal, ikinci dereceden etkisi olarak önemli olduğundan, mikrodalgada kalma süresi ve mikrodalga gücü konsantre tenörünün zenginleştirilmesinde önemli ölçüde katkıda bulunmuştur.

Çoklu belirlenen katsayıların irdelenmesiyle ve varyans analizi performansı ile deneysel veri ikinci derece polinom modele uymuştur ve çıkartılan eşitlikler, cevaptaki geçerliliği tanımlayabilmek için değerlendirilmiştir.

ANOVA, bulunan regresyon eşitliğini analiz etmek için kullanılmıştır. F testi ve p testi kullanarak, katsayıların önemi %95 güven aralığında ölçülmüştür. F testinin sonuçları her bir katsayı değişkeninin anlamlılığını göstermiştir, Mikrodalga kalma süresi ile mikrodalga gücü r arasındaki etkileşimin önemsizliği ortaya çıkan p değeri ile belirlenmiştir.

Eğer p değeri, F değeri artarken azalıyorsa tahmin edilen modelin anlamlı olduğunu göstermektedir. Daha da önemlisi, p değerleri < 0.05, < 0.01 ve < 0.001 olduğunda model terimleri, sırasıyla anlamlı, son derece anlamlı ve etkileyici derecede anlamlıdır. Ek olarak, model terimleri, p değeri 0.05'den büyük değerleri için anlamsız olduğu bulunmuştur.

Optimizasyon sonucunda Kolemanit atığındaki B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oranı %15.22'den %33.33'e 490 watt mikrodalga gücü ve 35 dakika kalma süresinde ulaşılmıştır.

## KAYNAKLAR

- Atikler, U., Demir, H., Tokatlı, F., Tıhminlioğlu, F., Balköse, D., Ülkü, S., (2006). Optimisation of the effect of colemanite as a new synergistic agent in an intumescent system. *Polymer Degredation and Stability* . 91, 1563-1570.
- Adelodun, B., Ajibade, F.O., Ogunshina, M.S., Choi, K., (2019). Dosage and settling time course optimization of Moringa oleifera in municipal wastewater treatment using response surface methodology. *Desalin. Water Treat.* 167, 45–56.
- Büyükyıldız, E. (2007). Emet Borik Asit Fabrikası Atıklarından Bor'un Kazanılması. Yüksek lisans tezi, Dumlupınar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 52s, Kütahya.
- Bütüner, R., Aydın, A., (2016). Enrichment of Low Grade Eti Mine-Espey Colemanite Stocks Using Microwave Methods, *Journal of Environmental Science and Engineering A5* 327-332.
- B. Al-dhawi, S. Kutty, N. Almahbashi, A. Alawag, N. Almahbashi, F. Al-Towayti, A. Algamili, N. Aminu, A. Al-Mekhlafi, A. Birniwa, A. Jagaba, (2023) Optimal parameters for boron recovery in a batch adsorption study: Synthesis, characterization, regeneration, kinetics, and isotherm studies, *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering*. 8, 100508.
- Çiftçi, H., Atik, S., (2015). Kolemanit Artığının Mekanik Aşındırma ve Isı ile Dağıtma Yöntemleri ile Zenginleştirilmesi. 19(1), 57-62.
- Duman, N. (2010). AISI 1040 ve AISI 4140 Çeliklerinin Dinamik Sürtünme Katsayısının Cevap Yüzey Metodu ile İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Cumhuriyet Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 40s, Sivas.
- Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü, (2021 Yılı bor sektör raporu, (Mayıs 2022)
- Köfter, B. (2021). Yün Yıkama Atık Suyunun Koagülasyon Flokülasyon Prosesiyle Arıtımının Cevap Yüzey Metodolojisiyle Optimizasyonu ve Arıtma Tesisi Tasarımı. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 48-49, Ankara.
- Kara, C., Küçük, S., Küçük Sert, T., (2023). Improvement of the durability of concrete by substitution of raw ground colemanite. *Case Studies in Construction Materials*. 19, e02393
- Lakens, D., (2013). Calculating and reporting effect sizes to facilitate cumulative science: a practical primer for t-tests and ANOVAs. *Front. Psychol.* 4, 863. <https://doi.org/10.3389/fpsyg.2013.00863>.
- Myers, R.H., Montgomery, D.C. and Anderson - Cook, C.M. (2016). Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments. John Wiley and Sons.
- Sevim, U.K., Öztürk, M., Ontürk, S., Balçıklanlı Bankır, M., (2019). Utilization of boron waste borogypsum in mortar. *Journal of Building Engineering*. 22, 496-503.
- TS 13665, (2017). Sanayide kullanılan borik asit ve bor trioksit-Bor trioksit tayini -Titrimetrik yöntem. Türk Standartları Enstitüsü. Ankara.
- Wu, M.C., Lee, S., Cai, T., Li, Y., Boehnke, M., Lin, X., (2011). Rare-variant association testing for sequencing data with the sequence kernel association test. *Am. J. Hum. Genet.* 89, 82–93. <https://doi.org/10.1016/j.ajhg.2011.05.029>.
- Yi, S, Su, Y, Qi, B, Su, Z, Wan, Y, (2010). Application of response surface methodology and central composite rotatable design in optimizing the preparation conditions of vinyltriethoxysilane modified silicalite/polydimethylsiloxane hybrid pervaporation membranes. *Separation and Purification Technology* 71(2), 252- 262.