T.C. CELAL BAYAR ÜNİVERSİTESİ* FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

SİMİTSONİT CEVHERİNDEN ÇİNKO FOSFAT ÜRETİMİNİN OPTİMİZASYONU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Sevim ÖZGÜNDE

Anabilim Dalı : Kimya

Programı: Fizikokimya

MANİSA-2014

CELAL BAYAR ÜNİVERSİTESİ* FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

SİMİTSONİT CEVHERİNDEN ÇİNKO FOSFAT ÜRETİMİNİN OPTİMİZASYONU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Sevim ÖZGÜNDE

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih :
Tezin Savunulduğu Tarih

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Yüksel ABALI

Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Cengiz ÖZMETİN

Yrd. Doç. Dr. Kamil ŞİRİN

MANİSA-2014

İÇİNDEKİLER

Tablo Listesi V
Şekil Listesi VI
KISALTMALAR LİSTESİ VII
SEMBOLLER VIII
TEŞEKKÜR IX
ÖZET X
ABSTRACT XI
1.GİRİŞ 1
1.1.Çinko 2
1.2. Çinko Mineralleri 3
1.3.Çinkonun Önemi ve Kullanım Alanları 6
1.4.Metal Çinko Tüketim Alanları 9
1.5.Çinko Üretiminden Elde Edilen Yan Ürünler 9
1.6. Türkiyede Çinko Madenciliği 10
1.7.Dünya'da Çinko Madenciliği: 11
1.8.Deney Tasarımı ve Taguchi Methodu 12
1.8.1.Denysel Tasarım 12
1.8.1.1.Deney tasarımı sürecinde kullanılan genel kavramlar 13
1.8.1.2.Deney tasarımında bulunması istenen özellikler 14
1.8.2.Deney Tasarımında uygulanması gereken basamaklar 15
1.8.2.1.Problemin tanımlanması: 15
1.8.2.2.Faktör ve seviyelerinin belirlenmesi: 15
1.8.2.3.Cevap (bağımlı) değişkenin seçimi: 15
1.8.2.4.Deney tasarımının yönteminin seçimi: 15
1.8.2.5.Deneylerin yapılması: 15
1.8.2.6.Veri analizinin yapılması: 15
1.8.2.7.Sonuçların elde edilmesi ve doğrulanması: 16
1.8.2.TAGUCHi TEKNĞİ 16
1.8.2.1.Taguchi Methodu: 16
1.8.2.2.Taguchi, felsefesi 17
1.8.2.3.Taguchi yönteminin gelişimi 18
1.8.2.4.Taguchi'nin Kayıp Fonksiyonu: 18
1.8.2.5.Performans karakteristigi: 19
1.8.2.6.Sinyal / Gürültü Oranı: 19
1.8.2.7.Taguchi'nin Kalite Kontrol Sistemi: 20
1.8.2.8.Taguchi Metodu Uygulama Adımları 21

1.8.2.8.1.Problemin Tespiti ve ifade Edilmesi: 22
1.8.2.8.2.Kalite Karakteristiklerinin Tespiti: 22
1.8.2.8.3.Performans karakteristiğini etkileyen faktörlerin ve seviyelerinin belirlenmesi. 23
1.8.2.8.4. Faktörlerin kontrol edilebilen ve kontrol edilemeyen faktörler olarak ayrılması. 24
1.8.2.8.5. Etkileşimlerin belirlenmesi 24
1.8.2.8.6. Uygun ortogonal dizinin seçilmesi ve faktörlerin bu dizinlere atanması 25
1.8.2.8.7. Performans istatistiklerinin belirlenmesi 27
1.8.2.8.8. Deneylerin yapılması ve sonuçların kaydedilmesi 28
1.8.2.8.9.Verilerin analizi 28
1.8.2.8.9.1.Sütun farkları metodu 28
1.8.2.8.9.2.Varyans analizi 28
1.8.2.8.9.3.Faktör etkilerinin grafiksel gösterim metodu 32
1.8.2.8.10.Deney sonuçlarının yorumlanması 32
1.8.2.8.11. Doğrulama deneyinin yapılması 34
1.9.Taguchi yöntemi ile diğer deney tasarımı türleri arasındaki farklar, ... 34
1.10. Taguchi Metoduna Yönelik Eleştiriler 34
1.11.Litaratür Özeti.....37
2.MATERYAL VEMETOT 37
2.1.Materyallerin Temini veHazırlanmas……..37
2.2.Kimyasallar 37
2.3.Cihazlar 37
2.4.Çözünme Deneylerinin Yapılışı: 37
2.5.Çözeltiye Geçen Zn+2’ nin Analitik Yöntemlerle Tayini 38
2.6.Fosforik asit 39
2.7.Metot.....39
2.8.Çinko fosfatın Üretimi 44
3.Sonuç ve Tartışmalar 47
3.1.Sonuç 50
4. KAYNAKLAR 52
ÖZGEÇMİŞ.....55

Tablo Listesi

Tablo1.1. Saf Çinkonun Fiziksel Özellikleri 1
Tablo1.2.Çinko Mineralleri 5
Tablo1.3.Deney tasarımında bulunması istenilen özellikler 16
Tablo1.4.Taguchi puko sürecinde yer alan faaliyetleri 22
Tablo.1.5. L8 ortogonal dizi örneği 27
Tablo 2.1.Fosforik asidin Fiziksel Özellikleri 39
Tablo 2.2. parametreler ve her bir parametreye karşılık gelen seviyeler 40
Tablo 2.3. Toplam Serbeslik derecesi 40
Tablo2.4. Deneyde kullanılan L9 (3^4) ortogonal dizi 41
Tablo2.5. Analiz sonucu elde edilen ortalama değerleri 41
Tablo2.6.Minitab program çıktısı 42
Tablo2.7. S/N oranına göre hesaplanan en iyi faktör-seviye kombinasyonu 44
Tablo3.1. XRF ile simitsonit cevherinin kimyasal bileşimi 46
Tablo3.2. XRF ile simitsonitin içerisinde bulunan elementlerin % miktarı 47
Tablo3.3. Simitsonit cevherine ait Peak List 48

Şekil Listesi

Şekil 1.1. Bakır simitsonit 6
Şekil 1.2. Çeşitli simitsonit şekilleri..... 7
Şekil1.3. Türkiye Cu-Pb-Zn yataklar: 13
Şekil 1.4. Dünya Çinko Rezervleri..... 14
Şekil1.5.İki faktörün etkileşimsiz olduğunu gösteren durum grafiği 26
Şekil1.6.İki faktör arasındaki etkileşimin zayıf olduğunu gösteren durum grafiği 26
Şekil1.7. İki faktör arasında etkileşim olduğunu gösteren grafik..... 27
Şekil2.1. Deney Düzeneği..... 38
Şekil2.2.Fosforik Asit..... 39
Şekil2.3.Minitab program çıktısı S/N oranına göre sonuç grafiği 43
Şekil 2.4.Çinkonun saflaştırılması 45
Şekil 2.5.Çinko hidroksit ve çinko fosfat eldesi 46
Şekil3.1.XRD analiz sonuçları.....47

KISALTMALAR LİSTESİ

MTA : Maden Tetkik Arama

DNA : Deoksiribonükleikasit

RNA :Reoksiribonükleikasit

PVC :Polivinil Klorür

LOI : Kızdırma Kaybı

EVA ; Etilenvinilasetat kopolimer

MH : Magnezyum hidrat

SEM : Taramalı Elektron Mikroskobu

AAS : Atomik Absorpsiyon Spektrumu

SEMBOLLER

K : Kelvin

mL :Mililitre

dk: Dakika

µm:Mikrometre

R: İdeal Gaz Sabiti

Ea: Aktivasyon Enerjisi

Mm: Milimetre

N:Newton

Ohm:Direnç birimi

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans çalışmalarım sırasında anlayışı ve önerileri ile yol gösteren, karşılaştığım her sorunda hoşgörü ile yaklaşan ve fikirleriyle ufkumu aydınlatan saygıdeğer hocam, değerli danışmanım Prof. Dr. Yüksel ABALI' ya en içten teşekkür ve saygılarımı sunarım.

Özellikle çalıştığım cihazlarda çıkan problemlerde büyük bir sabırla yardımlarını esirgemeyen Prof.Dr. KenanDOST'a, laboratuar çalışmalarımda bilgisiyle beni aydınlatan ve her türlü yardımı esirgemeyen Arş. Gör. Dr. Fadim YEMİŞ ve Murat ÇANLI' ya ve çalışmalarım boyunca manevi desteklerini esirgemeyen arkadaşlarım Gülçin KARACA, Tuğba DURMAZ, Aslı ÖZLÜ, Seda YETİM, Uğur KONUK, Melike ÜNAL, Pelin KUTLU, Senem YUNAK ve Akile Çelik'e teşekkür ederim.

Öğrenim hayatım boyunca maddi ve manevi her türlü desteği sunan aileme sonsuz teşekkürler.

Bu çalışma Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) Koordinatörlüğü tarafından desteklenmiş (Proje No.2013-104) olup katkılarından dolayı BAP Koordinatörlüğüne teşekkürü bir borç bilirim.

Sevim ÖZGÜNDE

ÖZET

Yapılan bu çalışmada; Hakkâri yöresinden temin edilen simitsonit ($ZnCO_3$) cevherindeki çinkonun fosforik asit çözeltisi ile çözünme koşullarının optimizasyonu Taguchi metodu ile belirlenmiştir. Optimum koşullar belirlemek için Taguchinin geliştirdiği standart deney planı olan 4parametre 3 seviyeli L9 (3^4) ortogonal deney tasarımı seçilmiştir. Çözünmeye ait parametreler reaksiyon sıcaklığı, katı-sıvı oranı, asit konsantrasyonu ve süre olarak belirlenmiştir. Kullanılan cevherin tanecik boyutu -200 +160 µm aralığında seçilmiştir. Yapılan deneyeler sonucunda çözeltiye geçen çinko derişimi, atomik absorpsiyon spektrometresi (AAS) cihazıyla tayin edilmiştir. Taguchi metoduna göre istatiksel hesaplamalar Minitab-16 programı ile yapılmıştır. AAS sonuçlarına bakılarak elde edilen optimum koşullar reaksiyon sıcaklığı 50^oC, katı-sıvı oranı 5/100 (g/mL) , konsantrasyon %20 reaksiyon süresi 60 dk şeklindedir. Çözünmede etkin parametre sırasıyla süre, konsantrasyon, sıcaklık ve katı-sıvı oranıdır. Optimum şartlar altında, doğrulama deneyleri ile çinkonun çözünme miktarı AAS ile % 95,89 olarak hesaplanmıştır. Taguchi metodu ile hesaplanan tahmini değer ise % 95,39olup elde edilen sonuçların AAS ile elde edilen sonuçla uyumlu olduğu gözlenmiştir.

Anahtar Kelimeler:,Taguchi metodu ,simitsonit ,fosforik asit, çinko fosfat,

ABSTRACT

İn this study,the optimization of dissolution conditions of the smithsonite ore ($ZnCO_3$) which was provided from a region of Hakkari , in phosphoric acid solution was determined by Taguchi method.The orthogonal array experimental design plan, L9(3^4) with four parameters and three levels Taguchi's developed from the standard test plans,was chosen to determine the optimum temperature, solid-to-liquid ratio,acid concentration and reaction time.The particle size of the used was chosen in the range of -200+160 µm.as a result of the experiments, the zinc concentration was analyzed for using Atomic Absorption Spectrometer (AAS).Statistical calculation was performed using Minitab-16 software package by Taguchi Method.The optimum condition based on the result was found as reaction temperature 50^{o}C ,solid-to-liquid ratio 5/100 (g.ml^{-1}),acid concentration 20 % and reaction time 60 min.The most significantly effective parameter in the process of the dissolution is time and then the influence of the other parameters are determined as stirring acid concentration, temperature and solid-to-liquid.Under the optimum dissolution conditions, verification experiments showed dissolution amount of zınc as 95,89% for AAS.Ifestimated value of Taguchi method calculated the95,39 and by AAS results obtained are predict in harmony with the result.

Key words : Taguchi method, smithsonite, phosphoric acid ,zinc phosphate

1.GİRİŞ

Türkiye'deçeşitli maden yatakları ve rezervler bulunmaktadır. Bu açıdan ülkemiz maden bakımından oldukça zengin bir ülkedir. Aynı zamanda ülkemiz birçok madende dünyanın en büyük rezervlerine sahip ve dünya sanayi maden sıralamasında 6. sırada yer almaktadır. Çinkoda ülkemizde yer alan madenlerden biridir. Cevher yataklarının oluşumuna bakılarak, Türkiye'de çinko-kurşun cevher ve konsantreleri oksitli ve sülfürlü olarak bulunmaktadır.

Çinko;atom ağırlığı 65,39 g/mol ve atom numarası 30 olan gümüş renge sahip olan bir metaldir. Önemli fiziksel özellikleri Tablo1.1' de verilmiştir.

Tablo1.1. Saf Çinkonun Fiziksel Özellikleri

Ergime sıcaklığı	419.47^{o}C
Kaynama sıcaklığı	906 ^{o}C
Kristal yapısı	Hegzagonal
Kafes parametreleri (%99.99 Zn)	a= 2.66 A, b= 4.936 A, c/a= 1.856
Yoğunluk	20^{o}C'de 7.14 g/cm3, erg.nok.da 6.56 g/cm3
30^{o}C sıkıştırılabilirlik katsayısı	ß= 1.69 x 10-6 cm2/kg
Elastiklik modülü	E=10000 kg/mm2 (20^{o}C)
Lineer genleşme	29.05 10-3 (20-100^{o}C)
Elektrik direncinin sıcaklık katsayısı	0.00417
Yüzey gerilimi (%99.99 Zn)	420oC'de 750, 500^{o}C'de 790 mN/m.

Düşük kaynama sıcaklığına sahip olması dikkat çekici bir özelliğidir. Bu durum özellikle pirometalurjik metal üretiminde belirleyici bir etmendir. Dökülmüş halde sert ve kırılgandır. Sıcaklık 120^{o}C olduğunda şekil alabilmektedir. Elektrokimyasal potansiyeli demirden daha negatif değerdedir. Böylece çinko anot olarak katodik korozyon korumada önemli bir kullanımına sahip olmuştur[2].

Ülkemizde bulunan bu değerli madenlerin değerlendirilmesi ve cevherlerdeki metallerin elde edilmesinde optimum koşulların belirlenmesi için metotlar geliştirilmiştir. Taguchi metodu da bunlardan biridir. Hammadde elde ederken oluşan giderler ve üretim maliyetleri, sanayi alanında sorunlar oluşturmuş ve bu sorunları gidermede sanayiciler farklı çözümler bulmaya yönelmiştir. Maliyeti arttırmadan kaliteyi artırma yolunda tercihler yapılmaktadır. Toplam kalite yönetiminin ana hedeflerinden biri de üründeki kaliteyi ürün tasarım aşamasında sağlamaktır. Bu durumun en çok kullanılan yolarında bir de deneysel tasarımdır. Deney planlaması en az maliyetle yapılmalıdır. Taguchi metodu bu durumu gerçekleştirmek için tasarlanan bir metodudur.

Taguchi kalite geliştirme çalışmalarına kaliteden ziyade kalite kayıpları açısından olaya yaklaşır. Kalite kayıpları, üretim anından müşteriye geçene kadar üründe meydana gelen kayıplar olarak tanımlanır. Bu kayıplar bozuk ürün performansı ve azalan güvenirliğin müşteride yaptığı etkilerden doğan kayıplar ve pazar payının düşüşü ile üreticilerin karsılaştığı ayıpları da içerir. Bu kayıplar, kayıp fonksiyonları ve bunların sürece etkileri ile de açıklanmaktadır[3].

1.1.Çinko

Çinko hakkında doğru olduğu düşünülen bilgiler son 200 yıl içinde öğrenilmiştir. Çinko aktif bir metaldir ve çinko filizlerinin metabolik bir hal dönüştürülmesindeki zorluktan dolayı çinkonun keşfedilmesi gecikmiştir.2000 yıl önceleri Romalılar ve bazı Ortadoğu ile Uzakdoğu medeniyetleri tarafından pirincin (sarı) bir bileşimi olarak çinko kullanılmıştır. Ancak çok uzun yıllar sonra ayrı bir metal olduğu anlaşılmıştır. Philippus Aurealup Aracelsus (1493-1541) kurşun-gümüş eritme fırınlarında üretilen bir maddeyi sahte bakır addederek çinko (zinc) ismini vermeyi uygun görmüştür. Daha sonra 1721'de Alman J Henckel (1679-1744) çinkoyu elde etmeyi başarmıştır. Bu durumu ile birlikte çinkonun bat dünyasında keşfi gerçekleşmiştir.

Çinkonun fiziksel görünümü parlak mavimsi, beyaz renkte olan atom ağırlığı 65,38 özgül ağırlığı 20 °C'de7,137 gr/$cm^{3,}$ ergime noktası 419,5°C ve 907 °C, ergime ısısı 24,09 Cal/gr ve buharlaşma ısısı 425,6 Cal/gr dır. Çinkonun ticari döküm saflığı %98,3-99.995 Zn arasında bulunur. Resmi çinko standartları her ülkenin ilgili kuruluşları tarafından tespit edilmektedir.[4]

Çinko, yerkabuğunda en çok bulunan elementler arasında 23. sırada yer alan bir elementtir ve yerkabuğunun % 0,13'ünü oluşturduğu tahmin edilmektedir[6]. Ayrıca Günümüzde çinko, çelik, alüminyum ve bakırdan sonra dünyada miktar olarak bir yılda tüketilen en fazla metal olarak bilinmektedir. Kimyasal yönünden aktif olmasıyla metallerle kolayca alaşım yapabilmekte ve endüstrinin temel girdisi ana maddesi çinko alaşım ve bileşiklerin üretiminde kullanılmaktadır. Kuvvetli elektropozitif özelliği ile demir-çelik ürünlerinde aşınmaya karşı korumada kullanılmaktadır. Üretilen çinko metalinin ana ürün olarak tüketildiği beş alan bulunmaktadır;

- Galvanizleme
- Pres döküm alaşımları
- Pirinç alaşımlar
- Bronz alaşımlar

Galvanizleme bunların en çok kullanıldığı alandır, galvanizlemeden sonra pres döküm alaşımlarıda kullanılmaktadır.[4]

1.2. Çinko Mineralleri

Çinko yerkabuğunda bol miktarda buluna bir elementtir. Çinkonun büyük bölümü volkanik kayalarda bulunduğu ve volkanik kayaların %0,13'ünü oluşturduğu tahmin edilir. Genel olarak sülfürlü ender olarak oksitli ve silikatlı şekilde bulunmaktadır. Sfalerit doğada çinko metalinin üretildiği önemli minerallerdir Sülfürlü cevherler, çinko ve bileşiklerinin elde edildiği temel kaynaklardan olmasına karşın, bu cevherlerin tükenmesinin yanı sıra islenmeleri esnasında kükürt emisyonları oluşturmaları nedeniyle diğer çinko içeren cevherlerde cazip hale gelmiştir.

Tablo1.2. Çinko Mineralleri [5]

Mineral Grubu	Mineral Adı	Kimyasal Formülü
Sülfürler	Sfalerit (Çinko blend, zinkblend)	ZnS
	Vurtzit(Strahlblend)	ZnS
	ZnS	$4ZnS+ZnO.Zn_5S_4O-4ZnS.ZnO$
	Zink-Teallite	$(Pb, Zn)SnS_2$
Sülfatlar	Goslarit(Zincvitriol)	$ZnSO_4.7H_2O$
	Zinc-Melanterit	$(Fe, Zn)SO_4.7H_2O$
	Zinc-Copper Melanterit	$(Fe, Zn)SO_4.5H_2O$
Karbonatlar	Simitsonit(Galmay,Zinkspat)	$ZnCO_3$
	Hidrozinkit(Zincblute)	$ZnCO_3.3Zn(OH)_2$
	Zinkokalsit	$(Ca,Zn)CO_3$(Bir kalsit çeşitidir)
	Nicholsonite	$Ca, Zn)CO_3$ (Bir aragonit çeşiti)
	Aurichalcite	$2(Zn, Cu)CO_3.3(Zn, Cu)\ OH_2$
Silikatlar	Hemimorfit(Kalamin, Kieselzinkers)	$H_2Zn_2SiO_5(ZnOH)_2SiO_3$
	Vilemit(Troostite)	$Zn_2SiO_4.2ZnO.SiO_2$
	Hardystonite	$Ca_2ZnSi_2O_7.2CaO.ZnO.2SiO_2$
	Danalite	$3(Fe,Zn,Mn)\ Be\ SiO_4\ ZnS$
Oksitler	Zinkit (Rotzinkerz, Çinko Beyazı	ZnO
	Zinkspinel(Gahnit, Automolit)	$ZnO.Al_2O_3$
	Zincdibraunite	$ZnO.2MnO_2.2H_2O$
	Hetaerolite(Zinc,Hausmanite)	$ZnO.Mn_2O_3$
	Kreittonite(Zinc, Irongahnit)	$(Zn, Fe, Mg)O.(Al, Fe)_2$
	Dysluite(Zinc, Manganes-Irongahnit)	$(Zn,Fe,Mg)O.(Al, Fe)_2O_3$
Diğer Mineraller	Fanklinit(Zincoferrit)	$(Zn,Fe,Mn).(Fe,Mn_2)O_4$
	Colusit	(Cu,Fe,Mo,Sn,Zn).4(S,As,Te,Sb)
	Zincaluminit	$2ZnSO_4.4Zn(OH)26Al(OH)_3.5H_2O$
	Hopeite	$Zn_3P_2O_8.4H_2O$
	Tarbuttite	$Zn_3(PO_4)2.Zn(OH)_2$
	Descloizite	$Pb(Zn,Cu)(OH/VO_4)$

Smithsonite ($ZnCO_3$), willemiyte (Zn_2SiO4), hydrozincite ($2ZnCO_3.3Zn(OH)_2$), zincite (ZnO) ve hemimorphite (Zn_2SiO_3H2O) gibi oksitli cevherler sülfürlü cevherlere alternatif olan diğer önemli çinko içeren cevherlerdir. Türkiye'de Kayseri, Niğde, Adana, Konya ve Malatya yörelerinde önemli miktarlarda oksitli cevherlere rastlanmaktadır[4;5]

Simitsonit (galmay, Zincspat): Kimyasal formülü $ZnCO_3$'dir. Hegzagonal hemiedri sisteminde kristalleşmektedir.Genellikle yumrulu,böbreğimsi veya damla taşlarını andıran şekildedir.Önemli bir çinko minerali olan Simitsonit,kalamin, hidrozinkit, kalsit, dolomit, gibi minerallerle birlikte bulunur.Renksiz, beyaz ,sarımsı kahverengi, yeşilimsi, mavimsi renklerde bulunmakta , sertliği 5, özgül ağırlığı ise 4,3 dür.Dilinimli gevrek cam cilalı ve yarı saydam görünüştedir. Bileşiminin %52 si Zn ve önemli miktarda Fe ve Mn bulunmaktadır. Sıcak asitte çözünür, kömür üzerinde ısıtıldığında beyaz bir leke bırakmaktadır. Simitsonit sfaleritin bozulmasından ileri gelen çinko sülfat ayrışmasından meydana gelen çinko sülfat eriğinin kalker veya dolomiti ornatması yoluyla oluşmaktadır. Kuzey İspanya, Almanya , ABD ve Türkiye'de önemli simitsonit yatakları bulunmaktadır[5]

Cevherin renkli türlerinin olması onun yapısındaki kirlilikten yani safsızlıktan kaynaklanmaktadır. Bu safsızlar, farklı bileşik türlerinden ileri gelmektedir. Örneğin; yapıda safsızlık olarak bakır bulunuyorsa cevherle birlikte, simitsonitin rengi yeşildir. Magnezyum simitsonite mavilik, kadmiyum sarı rengi, demir ise kırmızı-kahverengi vermektedir. Minör ve eser mineraller de simitsonitin farklı renk almasına neden olmaktadırlar. En saf olan mineral beyaz renklidir. Sarı, yeşil, mavi, pembe, mor, kahverengi ve karışık renkteki türlerine rastlanmıştır [6]



Şekil 1.1. Bakır simitsonit



Şekil 1.2. Çeşitli simitsonit şekilleri

Çinko blend (Sfalerit, zinkblend): Kimyasal formülü ZnS olup teorik olarak %67 çinko, %33 kükürt içermektedir. Koyu kahverengi, siyahımsı olabildiği gibi, renksiz veya açık sarı renklerde de olabilmektedir. Çizgi rengi sarımsı veya sarı kahverengidir. Kendine özgü blend cilalıdır. En büyük sfalerit yatakları Kuzey Amerika, Almanya, Meksika, Avustralya, Kanada, Macaristan ve Türkiye'de bulunmaktadır.[5]

Hemimorfit (Kieselzinkerz, Kalamin) : Formülü $H_2Zn2SiO_5$ veya $(ZnOH)_2SiO_2$olup,rombik hemiedrid sistemde kristalleşmektedir

Zinkit (Rotzinker, Çinko Beyazı): Formülü ZnO olup, dihekzagonal piramidaldir.Genellikle toprağımsı ve yaprağımsı görünüştedir

Vilemit: Formülü Zn_2SiO_4 veya $2ZnOSiO_2$ olup, hegzagonal hemihedrik istemde kristalleşmiştir. Kristalleri küçük, agregaları tanelidir. Yağlımsı cilalı, saydam veya yarı saydamdır. Genellikle renksiz bazen yeşilimsi sarı renklidir.

Vurtzit (Strahlbland): Formülü ZnS olup, hekzagonal hemiedri sistemde kristalleşmektedir. Genellikle kabuklar ve saçaklar halinde, ince telsel yapıda bulunmaktadır.

Voltzin (Voltzit): Formülü 4ZnS.ZnO veya Zn5S4O şeklinde olup, yuvarlağımsı,böbreğimsi agregalar halinde bulunmaktadır

Franklinit(Zincoferrit): Formülü (Zn, Mn)O, Fe_2O_3 veya (Fe, Zn, Mn)O, $(Fe, Mn)_2O_3$şeklinde olup, kübik sistemde kristalleşmiştir. Genellikle yuvarlağımsı taneler halinde bulunmaktadır.

Hidrozinkit (Zincblute): Formülü 2ZnCO3.3Zn(OH)2 veya ZnCO3.2Zn(OH)2 olup,genellikle amorf halde bulunmaktadır.

1.3.Çinkonun Önemi ve Kullanım Alanları

Günümüzde sanayileşmenin önemli göstergesi olarak sayılan çinko tüketimi oranları sanayileşmiş batı ülkelerinde kişi başına tüketim 6,3 kg/kişi, Kuzey Amerika 3,9 kg/kişi düzeyindedir. Dünya ortalaması ise 1,2 kg/kişi civarlarında bulunmaktadır.

Çinko bileşiklerinin kullanım alanları;

Çinko Karbonat: Boyacılıkta ve seramik endüstrisinde.

Çinko Klorür: Koku giderici ve ahşap koruyucu olarak ve dezenfeksiyon, tekstil boyacılığı.

Çinko Sülfür: Boyacılıkta beyaz pigment olarak litofonlar diye adlandırılan $ZnS+BaSO_4$karışımında %30–60 ZnS içeriğinde ve x-ray, televizyon ekranı, floresan üretiminde.

Çinko sülfat:Ahşap üretiminde, derinin korunmasında ve kâğıt beyazlatma kullanılır.

Çinko Oksit: Sulu boyalarda beyaz pigment ve lastik sanayinde aktivatör olarak, kauçuk endüstrisinde, pigmentlerin elde edilmesinde, seramik yapımında ve tıpta merhem olarak kullanılır. İnce bir tabaka halinde uygulandığında cildin su kaybetmesini önler. Yazın güneş, kışında soğuk yanıklarına karsı koruyucudur. Yasa bağlı göz hastalıklarının tedavisinde de kullanılır.

Çinko Metil: Birçok organik maddenin sentezinde kullanılır

Çinko Fosfat:Çinko fosfat genelde uzun süreli korozyon ve darbe direnci gerektiren metal parçalarında kullanılan bir maddedir.Dış ortamda kullanılacak boyalı parçalar için tercih edilir. Otomotiv sektörü amalgam yapımında, kaplamada kullanılmaktadır.[5]

Çinko Alaşımları: Çinkonun büyük bir bölümü de alaşımlarda kullanılmaktadır. Bualaşımları şu şekilde sıralayabiliriz;

- **Pirinç:** % 5-45 Zn içeren bir bakır alaşımdır. En fazla kullanılan alaşım pirinçtir. Mimari işlerde, telekomünikasyon ve bilgisayar, televizyon endüstrilerinde,otomobil endüstrisinde kondansatör tüplerinde, kaynak çubuklarında, valf millerinde,cıvatalarda, pres ve haddeleme işlemlerinde, radyatör peteklerinde ve borularda, perçin çivilerinde, ızgaralarda, yaylarda zincirlerde, çeşitli halka ve tüplerde, kartuşlarda esnek hortumlarda, elektrik tellerinde, tesviye işlerinde, dövme bükme ve şekil verme işlerinde, bazı mücevherlerde çeşitli pirinç tipleri kullanılmaktadır
- **Bronz:** Bakır karışımı olmasına rağmen %2-4 oranında çinko ilavesiyle bronz akıcılığı artmaktadır.
- **Basınçlı Döküm Alaşımlar:** Son yıllarda basınçlı döküm alaşımları için harcanan çinko miktarı, kaplama işlerinde kullanılan çinko miktarını aşmaktadır. Nikelaj veya kromajlar kolayca düzleştirilerek, çok düzgün yüzeyler elde edilebilmektedir.

Bu alaşımlar ile yapılan dökümler, otomobillerin mekanik bölümlerinde, karbüratör yakıt pompalarında, hızölçerlerde, dişli takımlarında, radyatör ızgaralarında, kapı tokmaklarında vs. kullanılmaktadır. Döküm alaşımları ayrıca otomobil ve uçak endüstrisinde kullanılan kalıpların yapımında kullanılmaktadır.[2]

Çinko, dünyada yıllık kullanım miktarı açısından demir, alüminyum ve bakırdan sonra gelir. Çinkonun kullanım alanları şunlardır:

1. Korozyondan korunma amacıyla, çelik gibi diğer metallerin galvanize edilmesinde,

2. Pirinç, nikelli gümüş, değişik lehimler, alman gümüşü gibi alaşımların yapımında,

3. Otomotiv endüstrisinde döküm kalıplarında,

4. Pillerin gövdelerinin yapımında,

5. Birçok günlük vitamin ve mineral ilaçlarının bileşenidir[5]

Çinko organizma için esansiyel bir mineraldir. Optimal sağlık için her gün belli miktar alınması gereken biyolojik bir eser elementtir. İnsan vücudunda meydana gelen biyokimyasal reaksiyonların gerçekleşmesini sağlayan yaklaşık 100 çeşit enzimi aktif hale gelmesi için uyarır. Çinko sağlıklı bir bağışıklık sisteminin oluşmasında etkilidir. Yaraların iyileşmesi için gereklidir, vücudun tat ve kokuları algılamasına yardımcı olur ve DNA sentezi için gereklidir. Ayrıca hamilelik, çocukluk ve büyüme döneminde normal büyüme ve gelişmeyi sağlar. Avrupa Birliğince tavsiye edilen miktar günde 15 mg'dır

Çinko eksikliğinde ortaya çıkan klinik durumlar şunlardır;

1. DNA Sentezi: DNA sentezinde rolü olan bazı enzimlerin sentezi için çinko gerekmektedir.

2. RNA Sentezi: Çinko eksikliği hücrelerin total RNA içeriğini değiştirmez fakat mRNA sentezinin kompozisyonunu değiştirir.

3. Çinko ve antioksidan sistemik etkiler: Çinkonun serbest radikal oluşumu ve oksidatif stresten koruyucu rolü vardır. Oksidatif hasarın neden olduğu dermatolojik,romatolojik inflamatuar hastalıklar, alkolizm, karaciğer sirozu ve kardiyovasküler hastalıkların ortaya çıkmasında rol oynar

4. Enfeksiyonlara duyarlılık artısı: Antijen uyarısına yanıtta azalma, timus, lenf bezleri ve dalak gelişiminin yavaşlaması çinko eksikliğinde ortaya çıkan immün sistem defektleridir.

5. Nöroanatomik gelişimsel anomaliler: Netsin, nöral kök hücreler ve genç nöronlarda yer alan ara bir proteindir. Çinko eksikliğinin, fetal fare beyinlerindeki netsin düzeylerini azaltarak nöroanatomik ve davranışsal anomalilere neden olduğu gösterilmiştir.

6. Büyüme ve gelişme geriliği: DNA sentezinde görevli olan çinko normal büyüme ve gelişme için esansiyeldir. İştahsızlık çinko eksikliğinde ilk ortaya çıkan belirtilerdendir

7. Çinko ve anemi: Çinko sentezinde görevli olan alfa-aminolevülinik asit dehidrataz enzim aktivitesinde katalitik rol oynar.

8. Çinko ve ishal: Çinko eksikliğinin barsaktaki üroguanilin seviyesini artırarak ishale neden olduğu veya mevcut olan ishali artırdığı düşünülmektedir.

9. Çinko ve görme bozuklukları: Konjuktivit, blefarit, korneal ödem, keratomalazi çinko eksikliğinde görülen göz anomalilerdir.

10. Çinko ve koku-tat duyusu bozuklukları: Çinko eksikliği koku ve tat duyusu bozukluklarına neden olur. Diyetteki çinko eksikliğinin epiteli destekleyici hücrelerdeki antioksidan enzimi azalttığı gösterilmiştir.

11. Çinko ve deri: Deri ve ekleri çinkoca zengindir. Yaklaşık olarak tüm vücut çinkosunun %20'si deride yer alır. Dermatit, kellik, keratin artısı ve yara iyileşmesinde gecikme çinko eksikliğinde gözlenen deri bulgularıdır. Antioksidanlar deri sağlığında kritik rol oynarlar. Çinkonun derideki antioksidan etkileri ile ilgili çalışmalar yeni gündeme gelmiştir. Çinko UV radyasyondan korur, yara iyileşmesini hızlandırır .[5]

1.4.Metal Çinko Tüketim Alanları

Ülkemizde üretilen oksitli cevherler Çinkur tarafından çinko ve kadmiyum üretilmektedir. Yurt içinde sülfürlü konsantreleri işleyecek tesis yokluğundan dolayı bu ürünlerin hammadde bazında tüketim alanı bulunmaktadır.Bu nedenle, sektörün tüketim alanın ve miktarının tespitinde metal bileşikleri göz önüne alınmaktadır. Bu metallerin tüketim alanlarının ve miktarının tespitinde metal ve bileşikleri göz önüne alınmaktadır. Bu metallerin tüketim alanları aşağıda verilmiştir.

Çinko

- Boru ve nakil hatları galvanizlenmesi (%55-60)
- Pirinç imali (%15-20)
- Çinko levha imali(%3)
- Pil imali (%3)
- Pres döküm sanayi (%6-7)
- Tekstil seramik sanayi
- Kimya sanayi[2]

1.5.Çinko Üretiminden Elde Edilen Yan Ürünler

Kurşun-çinko madeni işletmeciliğinde endüstriyel asgari tenörün hesaplanmasında rol oynayan faktörler son derece değişken olmakla beraber, kolay zenginleştirilebilen normal işletme koşullarına sahip cevherlerin %4-5 Zn-Pb ortalama tenörü ile ekonomik olabileceğini, jeolojik eşiğin %2 Pb ve Zn tenörü civarında olabileceği söylenebilmektedir

Pb-Zn cevherlerini, yukarıda belirtilen asgari tenörlerden daha düşük tenörlerde de ekonomik yapabilecek başka faydalı bileşenler de bulunmaktadır. Bunlar; Kadmiyum, Bizmut, İndiyum,Galyum, Germanyum, Kobalt, Molibden, Selenyum, Talyum, Antimuan ve Pirittir.

Kadmiyum: Genellikle sfalerite bağlı olarak bulunur ve sfaleritteki tenörü % 0.08-0.55 arasında değişmektedir. %0.3-0,4 Cd tenörlü cevher, zengin kadmiyumlu cevher olarak sayılmaktadır. Kadmiyum zenginleştirme işlemleri sırasında çinko konsantresinde toplanmaktadır.

Bizmut:%0.001 Bi tenörünün üzerindeki cevher tenörleri ekonomik olmaktadır. Bizmut, zenginleştirme işlemleri sırasında kurşun konsantresi içinde toplanmaktadır.

İndiyum: %0,0002 In tenörü üzerindeki cevherler ekonomik olmaktadır.

Galyum:Cevherde en az %0.001 Ga olması durumunda ekonomik olmaktadır.

Germanyum:Sfalerit cevherinde nadiren bulunan Germanyum, %0.001-0.01 arasında bir değişim göstermektedir.

Kobalt:Pb-Zn parajenezleri ve çeşitli minerallere dahil olabilir. Sfaleritte %0.01-0.02 Co tenörü ekonomik öneme sahiptir. Zenginleştirmede kısmen bakır, kuşun ve çinko konsantrelerinde toplanmaktadır.

Molibden:Karmaşık Pb-Zn cevherlerinde %0.001-0.03 oranlarında bulunabilmektedir.

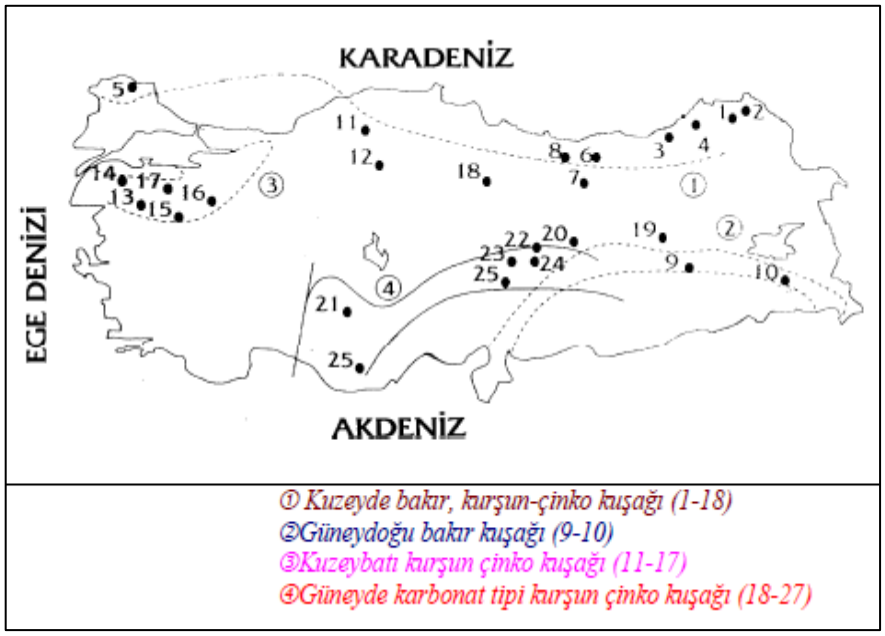
Selenyum:Pb-Zn cevheri konsantreleri %0.03 Se içeriyorsa yan ürün olarak zenginleştirilmeleri ekonomik olabilmektedir.

Talyum:Cevherde %0.001 talyum tenörleri ekonomik olmaktadır.

1.6. Türkiye'de Çinko Madenciliği

Ülkemizde sedimenter,volkanik ve metamorfik birimler içinde her yerde mostra, zuhur ve yatak olarak kurşun ve çinkoya rastlanmaktadır.Bunun belli başlı üç önemli olayla yakından ilgisi bulunmaktadır. bunlardan birincisi Doğu Alplerin Macaristan Romanya Yugoslavya ve Bulgaristan üzerinden Sinop dolaylarından Türkiye'ye giren ve Doğu Karadeniz sahili boyunca uzanarak, Kafkas üzerinden İran'a giren Volkano- sedimenter formasyonların oluşturduğu ve üzerinde birçok bakır yatağının da yer aldığı damar ve ye kuroko tipi sayısız sülfürlü yatak zuhurlarını içermesi, ikincisi Yunanistan 'ı boyuna kat ederek güneybatıdan Türkiye'ye giren Toroslar kuşağı üzerindenyer alan missipi vadisi tipi Pb- Zn yatakları ile kıyaslanabilecek karbonatlı ve sülfürlü yine sayısız fakat küçük rezervli zuhur yatakları, üçüncüsü ise;özellikle kuzeybatı Anadolu' da karbonatlı sedimanlar arasında sokulum yaparak, değişik boyutlarda birçok yatak ve zuhurların oluşmasında neden olan Alpin intrüziflerinin bulunmasıdır.Bu bağlamda Türkiye Cu-Pb-Zn yataklar:

A. Kuzey Türkiye bakır, kurşun, çinko kuşağı
B. Güneydoğu Türkiye ofiyolit kuşağı
C. Kuzey batı Türkiye kurşun kuşağı
D. Güney Türkiye karbonat tipi çinko-kurşun kuşağı[2]



Şekil1.3.Türkiye Cu-Pb-Zn yataklar:

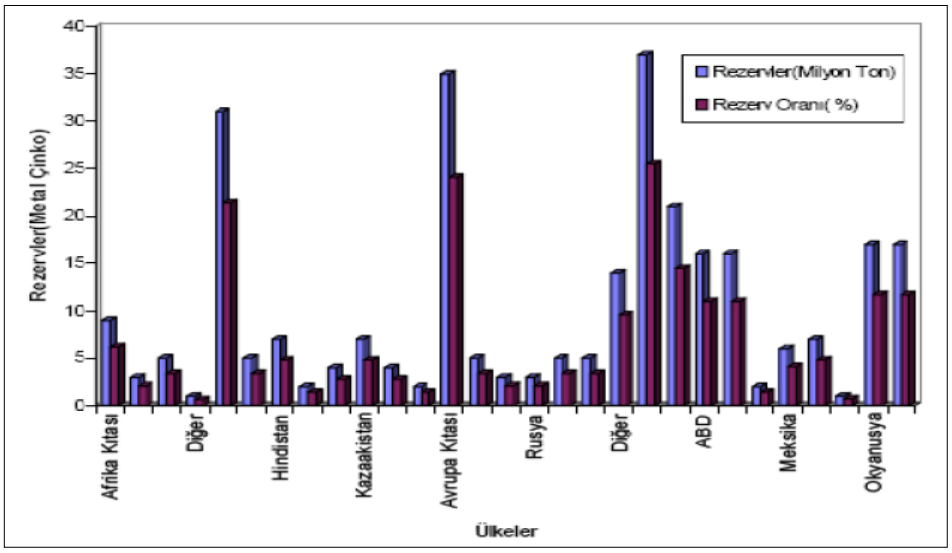
1.7.Dünya'da Çinko Madenciliği:

Dünya'da mevcut çinko ocaklarının büyük bir kısmı yeraltı işletmelerinde çalışılmaktadır. Buna neden olarak çinko yataklarının açık işletmeye elverişli olmadığı görülmektedir. Yeraltı maden işletmeciliği,maden yatağının şekli, boyutuyla cevher ve yan taşının jeomekanik özelliklerine bağlı olarak farklı yöntemler uygulanmaktadır.Çinko madenciliği genellikle damar tipi ve masif cevherlerde yatay dilimli dolgulu ayak(cut and fill) ve ambarlama(caving) yöntemleri, tabakalı ve yatay damarlarda ise; oda topuk(room and pillar) yöntemler uygulanmaktadır.Ara kat kazı ve arakat göçertme yöntemleri kullanılmaktadır. Son zamanlarda değişik bir dolgu tavan ayak yöntemi olan basamak kazısı yöntemi(bench stoping) yaygın olarak kullanılmaktadır.

Gelişen teknolojiye bağlı olarak özellikle kazı- yükleme taşıma elde edilen büyük aşamalar sonucunda maden üretim kapasiteleri 7,000-10,000 ton/gün seviyesine çıkmıştır. Yeraltı maden işletmelerinde LHD ve kamyonların ve Jumbo denilen büyük delicilerin kullanılması olağan bir hale gelmiştir. Ayrıca otomasyon sonucunda oldukça pahalı olan işçilik giderleri düşürülmüş ve üretim Randımanları artırılmıştır. Uzaktan kumandalı bu araçların kullanılması ile tehlikeli bölgelerde bile üretim yapılmakta işletme kayıpları azaltılmaktadır.[2]

Dünya'daki çinko rezervi; 1984 yılı dünya çinko bazı rezervleri 290 milyon ton metal çinko civarındadır. 1984-1993 yılları arasında 108,7 milyon ton civarında yeni rezervler bulunmuştur. Aynı yıllar arasında 68,7 milyon ton üretim yapılmış olup, 1994 yılı çinko rezervleri 330 milyon ton metal çinko civarındadır.

Şu anda Dünya'da bilinen çinko kaynakları 1,8 milyar ton civarında olup ekonomik olmayan kaynaklarda dikkate alındığında bu miktar 4,4 milyar tona kadar çıkmaktadır. Şekil 1.4' de dünya çinko rezervleri verilmiştir



Şekil 1.4. Dünya Çinko Rezervleri

1.8.Deney Tasarımı ve Taguchi Methodu

1.8.1.Deneysel Tasarım

D.T 1920'lerde İngiliz istatistikçi "Sir Ronald Fisher" tarafından tarım alanında üretimde verimi arttırmak amacıyla araştırmalar yaparken bulunmuş ve geliştirilmiştir. Fisher, ayrıca deney verilerinin analizi için bugün klasik sayılan "Varyans Analizi" (ANOVA) yöntemini de geliştirmiştir. Yöntem, kısa bir süre içinde Amerika'da tarım sektöründe üretimin geliştirilmesi için uygulanmış ve Amerika'nın bu alanda lider konuma gelmesine büyük katkıda bulunmuştur. Yöntem özellikle tarım alanında, çeşitli gübre ve dozları ile iklim koşullarının ve sulama yüzeylerinin çeşitli ürünlere olan etkilerini belirlemek üzere uygulanmıştır [7]. Deney tasarımı (D.T.), 20. yüzyılda geliştirilen en güçlü istatistiksel araçlardan biri olup, mühendislik uygulamaları için vazgeçilmez nitelikteki deneysel çalışmanın bilimsel ve sistematik bir yaklaşımla kurgulanmasına olanak olanak sağlamaktadır.[8]

Deney tasarımı;proses performansını optimize eden,değişkenlerin sağlanması ve çıktılarda etkili olan değişkenlerin bulunmasında,ürün kalitesi ve performansını geliştirmek için kullanılan ileri düzeyde istatistik tekniğidir[3].Deney tasarımı aynı zamanda kaliteyi geliştirme ve kalitenin tasarım sırasında sağlanmasını amaçlamaktadır.

Taguchi kendi hazırladığı yaklaşım ile deneyleri gerçekleştirmek ve değerlendirmedeki verimliliği artıracak bir yol geliştirmiştir. Böylece deney öncesinde yapılan ayrıntılı analiz deney sırasındada yapılabilmektedir [9].

Deney tasarımında teknikleri kullanarak üretimde istenmeyen faktörlerin etkisini en aza indirdiği proses tasarlamak mümkündür. Deney tasarımını temel amaçlarından biride deneyde yapılan hataları en aza indirmektir.Uygulamada getirdikleri avantajlar; performans ve kalitenin artırılması, kaynakların verimli kullanılması, araştırma ve geliştirme faaliyetlerinin hızlandırılması, ürünün ve prosesin kalite özelliklerini belirleyen değerlerin kontrol edilemeyen veya edilmesi zor ve maliyetli faktörlere karşı daha az duyarlı olması şeklinde sıralanmaktadır [10].

Deney tasarımı, proses performansını optimize eden değişkenlerin sağlanması,çıktılarda etkili olan proses değişkenlerinin bulunması için kullanılır. Taguchi metodu, gerçek üretim şartları süresince kontrol edilemeyen ve istenmeyen dış etkiler sebebiyle varyasyonun azaltılması ile ürün ve proses sağlamlığını maksimize etmek için kullanılır. Deney tasarımının yararlı uygulamalarından bazıları aşağıda verilmiştir.

a) Ürün ve proses davranışlarını çalışması

b) Bir ürün ya da prosesin çıkış karakteristiklerinde etkili olan farklı faktör ya da proses değişkenlerinin nasıl bulunacağı

c) Devam eden imalat prosesinin sürekliliğini ve güvenilirliğini, toplam Kazancının geliştirilmesi

d) Çalışma altında bir kesin prosesin optimal parametre ayarlarının belirlenmesi

Taguchi metodu çoğunlukla, düşük maliyette ürün kalitesini ve proses performansını geliştirmek hakkındadır. Bu metodu kullanmanın amacı, sıkıntı veren dış faktörlerin istenmeyen etkilerini bastırarak ürün ve proses sağlamlığını yapmaktır. Bu standart üretim şartları süresince kontrol edilebilen proses parametrelerinin optimal kombinasyonlarının belirlenmesi ile başarılabilinir. Taguchi metodunun bazı yararlı uygulamaları şöyledir;

a) Çevresel değişkenlerden etkilenmeyen ürün ve proseslerin sağlanması

b) İmalat değişkenlerinin etkilemediği ürünlerin sağlanması

c) Prosesin hızlı bir şekilde anlaşılması

d) Proses değişkenliğinin sürekli bir şekilde azaltılması [3]

1.8.1.1.Deney tasarımı sürecinde kullanılan genel kavramlar

Kalite (Respons) Değişkeni: Deney tasarımı yapılarak tanınmak istenen ve üzerindeki farklı etkilerin araştırıldığı değişkendir.

Faktör: Tasarlanan deneyde kalite değişkeni üzerinde etkisi bulunan, kontrol

Edilebilir ya da kontrol dışı değişkenler faktör olarak adlandırılır

Seviye: Kalite değişkeni üzerinde etkili olan faktörlerin deneyde alacakları farklı

Değerler faktör seviyeleri olarak adlandırılır[3]

1.8.1.2.Deney tasarımında bulunması istenen özellikler

Deney tasarımının amacı genel olarak bir sürecin gösterdiği davranışlar hakkında

Bilgi toplayarak, bu sürecin kalite karakteristiklerini etkileyen faktörleri belirlemek

Ve sürecin kalitesinin iyileştirilebilmesi için hangi faktörlerin hangi seviyede olması gerektiğini tespit etmektir. Böylece süreçten beklenen performansın elde edilmesi için optimum faktör seviyeleri belirlenmiş ve sürecin kalitesi geliştirilmiş olur.

Tablo1.3. Deney tasarımında bulunması istenilen özellikler

Özellikler	Yöntemler
Deneyin kapsamı, amacı açık şekilde tanımlanmış olmalıdır	Kapsamın tanımlanması, deneyin gerektirdiği tüm ayrıntıların deney tasarımı ekibi tarafından biliniyor Olmasını ifade eder. Ayrıca;Faktörlerin ve seviyelerinin seçimini, -Deneyde kullanılacak malzemelerin, ekipmanınveprosedürün seçimini, -Ölçüm metodunun belirlenmesini gerektirir
Mümkün olduğunca faktörlerin etkilerinin Diğerdeğişkenlerlekarıştırılmamasına dikkat Edilmelidir.	Uygun bir deney örneğinin seçimi kontrol edilemeyen Değişkenlerin etkilerinden arındırılmasına ve analiz Sonuçlarınınbasitleştirilmesine yardım eder.
Mümkün olduğunca, deneyin sebebi bilinen Ya da bilinmeyen sapmalardan arındırılması Gerekir.	Rassallastırmanın kullanımı sapmaların önlenmesine Yardımcı olur.
Deneylerin, deneysel hata sapmalarının (varyans) ölçümüne elverişli olması gerekir.	Tekrarlı deneylerin yapılması varyansın ölçümünü ve rassallastırma da deneyin geçerliliğini mümkün kılar.
Deneyin doğruluğu sonuçların belirlenen amaçları sağlamasıyla mümkündür.	Doğruluğun arttırılması ölçümlerin hassaslığı ve deneylerin tekrarıyla gerçekleştirilir

1.8.2.Deney Tasarımında uygulanması gereken basamaklar

Deney tasarımı uygulamaları yedi adımdan oluşmakta olup bu adımlar aşağıda açıklanmaktadır[11]

1. Problemin tanımlanması
2. Faktör ve seviyelerinin belirlenmesi
3. Cevap (bağımlı) değişkenin seçimi
4. Deney tasarımının yönteminin seçimi
5. Deneylerin yapılması
6. Veri analizinin yapılması
7. Sonuçların elde edilmesi ve doğrulanması

1.8.2.1.Problemin tanımlanması: Problem; amaçlara zarar veren, istenilen koşullarda ürün–hizmet anlayışını engelleyen, ürün-hizmetlerin birbiriyle uyumlu olmasını engelleyen durum olarak tanımlanır. Deney tasarım aşamasının ilk basamağı olan 'problem tanımlama' kolay bir nokta gibi görünse de tasarımın en önemli ve dikkat edilmesi gereken adımlarındandır. Deney tasarımında en iyi sonucu alabilmek için yapılacak deneylere konu olan sorunun tam olarak belirlenmesi gerekir [11]

1.8.2.2.Faktör ve seviyelerinin belirlenmesi: Problem tanımlanması yapılmasıyla, ikinci basamakta deney tasarımının faktör ve seviyelerinin belirlemesi aşaması yer alır. Faktör ve seviyeler belirlenirken daha önce konuyla ilgili yapılmış çalışmalar incelenir. Seviyeler sonuç üzerindeki etkisine göre ve uygun aralıklarla seçilmelidir.

1.8.2.3.Cevap (bağımlı) değişkenin seçimi: Cevap (bağımlı) değişkeninin seçimi sırasında deney tasarımcısı cevap değişkeni olarak seçtiği değişkeni, deneyin amacı hakkında net bilgiler verdiğine emin olması gerekir. Cevap değişkenin nasıl ölçüleceği ve bu ölçümlerin kesinlik derecelerinin güvenilirliği konusunda çok dikkatli olunmalıdır. Cevap değişkeni olarak genellikle ölçülen karakteristiğin ortalaması veya standart sapması seçilir [11].

1.8.2.4.Deney tasarımının yönteminin seçimi:İlk üç basamak yapıldıktan sonra dördüncü basamakta problemin çözümüne yönelik istenen sonuca ulaşabilmek için en uygun deney tasarım yöntemi seçimi yapılır. Deney tasarım yöntemi belirlenirken deney sayısına, tekrar sayısına dikkat edilmeli, uygun maliyet ve zaman hesaplaması da yapılmalıdır.

1.8.2.5.Deneylerin yapılması: Beşinci basamak deney verilerinin toplanacağı aşamadır. Rassallık, tekrarlama ve bloklama gibi deney tasarımı ilkelerine dikkate alınmalıdır. Bu aşamada yapılacak deney hataları deney geçerliliğinin bozulmasına sebep olur [11,12].

1.8.2.6.Veri analizinin yapılması: Bu aşamada yapılan deneylerden elde edilen veriler çeşitli istatistiksel metotlarla analiz edilir. En çok kullanılan analiz yöntemleri grafiksel yöntem ve varyans analizi yöntemleridir [12].

1.8.2.7.Sonuçların elde edilmesi ve doğrulanması: Son aşamada istatistiksel metotlarla analiz edilen sonuçlar değerlendirilir. Sonuçların güvenilirliği için doğrulama testi yapılır

1.8.2.TAGUCHi TEKNİĞİ

1.8.2.1.Taguchi Methodu:

Kaliteyi iyileştirme ve maliyet düşürme yöntemi olarak bilinen ‘’ Taguchi Tekniği’’, Japon mühendis ve bilim adamı Dr. Genichi Taguchi’nin 1940 yılların başladığı çalışmalarının 1980 sonrası tüm dünyada genişi yankı uyandıran kalite geliştirme metodudur[3].Klasik deney tasarım yöntemlerinin kullanımı endüstriyel için verimli olmadığı görülmüştür. Sistemi etkileyen faktörlerin sayısı artıkça gerekli olan deney sayısı da artmakta,maliyetler yükselmekte, yapılan uygulamalar zorlaşmaktadır. Böyle durumlar için Taguchi metodu (T.M.) uygulanması verimli ve kolay olacaktır[13].

Dr. Taguchi geleneksel hata denetleme yaklaşımlarında önemli eksikler olduğunu tespit etmiştir. Bu nedenle deney tasarımı yöntemlerinde başarılı olarak kullanılan belirli bir sisteme sahip ve temeli istatistik yöntemlerine dayanan yeni bir yöntem geliştirmiştir [11]. Taguchi’ nin geliştirdiği yöntem, kalite ile uğraşan bilim adamlarının çalışmalarından farklı bir yöntemdir. Taguchi’ ye göre kalite, ürün ve prosesteki değişkenliğin azaltılarak hedef değere yaklaştırılması ve buna bağlı olarak tüketici gereksinimlerinin optimum düzeyde karşılanmasıdır [14].

Üretim endüstrisindeki önemli gelişmelerinden bir tanesi de kalite kontrol tekniklerinin ürün veya proses mühendisliğine uygulanması ile ilgilidir. Düşük maliyette, yüksek kalitede ve güvenilir ürünler üretmek ve ya hizmet sunmak bugünün ekonomisinde hayatta kalabilmenin bir yoludur. Birçok kalite uzmanı bu durumu sağlamanın en iyi yolunun ürün tasarımının odak noktası yapılması gerektiğini bilmektedir. Bu da kaliteyi kontrol ederek sağlamak yerine tasarım aşamasında sağlamanın daha kolay olması gerektiğini göstermektedir. Bu kalite tekniklerinin büyük kısmı W.E. Deming tarafından şekillendirilmiştir. Taguchi yönteminin felsefesi bu kalite teknikleri üzerine hazırlanmıştır. Taguchi’ye göre kalitenin sağlanabileceği en önemli nokta, üretim öncesinde yapılan tasarım faaliyetleridir[11]

Taguchi metodu ülkemizde 1990’lı yılların basında kullanılmaya başlanmış ve sanayideki uygulamalara dönük olarak yapılan çalışmalarda oldukça geniş bir yelpazede kullanım alanına ulaşılmıştır.Taguchi Metodu ağırlıklı olarak bilim çevrelerince benimsenmiş ve kullanılmış,endüstriyel uygulamalar son derece kısıtlı kalmıştır.Taguchi Metodu uygulamaları hizmet sektöründe pek fazla rastlanmamaktadır. Bunun sebepleri şu şekilde sıralanmaktadır;

• Hizmet faaliyetlerinin göreceli olması nedeniyle hizmet performansının ölçümünün güç olması,

• Hizmet performansının çoğu zaman hizmeti sağlayan kişinin davranış ve yaklaşımına bağlı olması ve zamanla değişiklik göstermesi,

• Kontrol faktörleri ve bunların performans özelliği üzerindeki etkilerinin tespitinin ve ölçümünün güç olması[8]

1.8.2.2.Taguchi, felsefesi

Taguchi kaliteli ürün geliştirmenin en iyi yolu kaliteyi tasarım aşamasında ürünün doğasına katmak olduğunu savunan bir metottur.kalite geliştirme ,en başlarda bir ürünün ya da prosesin tasarım aşamasının başlayıp, süregelen diğer üretim safhasında devam ettirilmesiyle olmaktadır[11]. Taguchi kaliteli ürün geliştirmek için üç temel anlayış üzerinde durmuştur ve bu anlayışlar ile tüm teknikler bu kavramlar doğrultusunda oluşturulmuştur. Taguchi felsefesini geliştiren üç temel anlayış;

- ✓ Kalite; ürünün tasarımı aşamasında göz önünde bulunması gereken bir kriterdir,sonradan ürüne katılmaz.
- ✓ Kaliteye, hedef değerden sapmaların en aza indirilmesiyle en mükemmel düzeyde hesaplamalı ve kayıplarda sistem çapında ölçülmelidir.
- ✓ Kalitenin maliyeti standart değerlerden bir fonksiyonu olarak hesaplanmalı ve kayıplar da sistem çapında ölçülmelidir[3].

Taguchi felsefesinde ;

- Rekabetin olduğu bir ekonomide kaliteyi sürekli geliştirmede ve maliyetleri azaltmak işletmelerin kalıcılığında zorunludur. Sürekli bir kalite geliştirme programı ürün hedef değerlerinden sapmaları devamlı bir azalma izler.
- Bir ürünün kalitesine ait önemli bir boyut da o ürünün toplumun tamamında meydana getirdiği kayıptır. Bir ürünün performansındaki bir sapmadan dolayı tüketicide meydana getirdiği kayıp sapmanın karesi ile orantılıdır.
- Bir ürünün kalitesi ve maliyeti,ürünün tasarımı ve prosesi tarafından belirlenir.Ürünün imalat öncesinin(pazar araştırma, tasarım ve proses geliştirme) imalatı esnasında yapılan faaliyetler ile sonrasını ayıran ve bu safhalara sırasıyla offline ve on-line kalite kontrol adlarını veren taguchi her iki aşamayı da kendi içlerinde sistem parametrelere ve tolerans tasarımı safhalarına bölünmüştür.
- Bir ürünün performansındaki sapmayı azaltmak için ürünün performans karakteristikleri üzerinde etkili olan parametrelerin lineer olmayan etkilerini kontrol altına almak gerekir. İstatiksel olarak tasarlanan deneyler ürün veya proseslere ait performans sapmalarını azaltmak için kullanılmaktadır[11]

1.8.2.3.Taguchi yönteminin gelişimi

Deneysel Tasarım 1920'lerde İngiliz istatistikçi Ronald Fisher tarafından tasarım yapılan araştırmalar sırasında bulunmuş ve geliştirmiştir. Yöntem sonraki yıllarda Amerika'da, çeşitli gübre ve dozları ile iklim koşullarının ve sulama düzeylerinin çeşitli ürünler üzerindeki etkilerini belirtmek üzere yoğun biçimde kullanılmış; ancak uygulama tarım sektörü ile sınırlanmıştır[8]. Dr. Taguchi, Ronald Fisher'în geliştirdiği deney tasarımı yöntemine kattığı yeniliklerle, ikinci dünya savaşı sonrasında Japonya'daki en önemli projelerden birisi olan Japon telefon sisteminin geliştirilmesi projesinde yaptığı çalışmadaki başarısıyla adını dünya ya duyurmuştur[13].

İkinci Dünya Savası sonrasında Japonya'daki en önemli projelerden birisi olan Japon telefon sisteminin geliştirilmesi projesinde yaptığı çalışmalardaki başarısıyla adını dünyaya duyurmuştur. Projenin amacı, ABD'deki AT&T Bwll telefon şirketinin laboratuarında kullanılan iletişim sisteminin aynısı Japonya da kurulmuştur. Ancak Nippon telefon ve telgraf araştırma merkezinin büyüklüğü AT&Tnin % 2 si kadar olduğundan projenin bitirilmesinin yaklaşık 20 yıl süreceği tahmin edilmekteydi. Dr. Taguchi robust tasarım ve kesirli faktöriyel tasarım yöntemlerinin kullanılmasını önererek projenin sadece 4 yılda bitirilmesi sağlanmıştır. Rubust tasarımı geliştiren ve birçok ürünün geliştirilmesinde kullanılan taguchi1962'de kalite alanındaki en önemli ödüllerden biri olarak kabul edilen Deming ödülüne Layık görülmüştür[11].

Klasik ya da geleneksel yöntem ile yapılan deney çalışmalarında, her seferinde bir parametre değiştirilir ve diğer bağımsız parametreler sabit tutulur. Bu yöntemde sistemin parametrelerin arasında o anda değiştirilen parametrenin sisteme etkisinin araştırılması yapılır. Bu metot her bir parametre için bir başlangıç noktası ya da temel seviye seçmekle baslar. Seçilen parametre dışındaki diğer parametreler kendi temel seviyesinde sabit tutulur. Seçilen parametreler kendi aralığı içerisinde değiştirilerek deneye etkisi araştırılır [29]

Klasik metodoloji ile yapılan deney çalışmasında, deneyin parametreleri niceliksel ise o zaman deneyin seviye skalasının dışındaki bir değerin deneye olan etkisi hesaplanabilir. Ancak deney parametresi niteliksel ise parametreye ait seviye skalasının dışındaki bir değeri tahmin etmek mümkün değildir. Geleneksel yöntemler ile yapılan deneysel çalışmalarda parametreler arasındaki etkileşim göz ardı edilmektedir. Aynı zamanda çok zaman harcanmakta ve daha pahalıya mal olmaktadır[19]

1.8.2.4.Taguchi'nin Kayıp Fonksiyonu

Kalite, uzun yıllar bir ürünün tasarlandığı gibi üretilmesi olarak tanımlanmaktadır. Bir ürün tasarımcısının belirttiği ölçü ve normlara, belirlenmiş toleranslara uyuyorsa kaliteli kabul edilir. Bu yaklaşım, tolerans limitleri arasında olan ürünü simgelemesi açısından Goalpost (Kale Diregi) yaklaşımı adını almış ve uzun süre kabul görmüştür.

Oysa günümüzde kalite kavramı içerisinde müşteri beklentileri büyük yer tutmaktadır. Bir ürün, tasarımcısının öngördüğü kriterlere ne kadar uygun üretilse de müşteri tarafından kabul edilmedikçe kaliteli olarak nitelenemez ve pazar bulamaz. Bu yeni durum Taguchi'nin kalite mühendisliğine kazandırdığı bir baksa kavram olan kayıp fonksiyonu ile izah edilebilir[8].Taguchi'nin kayıp fonksiyonu, hedeflenen değerden sapmanın maliyetini değerlendirme fırsatını sağlamaktadır. Geleneksel kalite kontrolde, parçalar, hedef değerden sağmalarına bakılmaksızın, spesifikasyon sınırları içinde olup olmadıklarına göre değerlendirilmektedir[13]

Yakın geçmişte,ürün boyutlarını spesifikasyon limitleri dâhilinde tutmak yeterli görülmektedir. Kalite kayıpları hem finansal hem de sosyal kayıplar olmaktadır.Ayrıca müşteri memnuniyetsizliğine neden olmaktadır.Kalite kayıplarının minimizasyonu bugünün uluslar arası iş çevrelerinde rekabete dayanma ve hayatta kalmanın için tek yoldur [48].

Kayıp fonksiyonu yönetimine iki temel görev vermektedir.

a) Üretim başlamadan önce varyansın belirlenmesi ve zamanla kaybı azaltacak şekilde çalışmalarını geliştirme görevini yerine getirmeleri,
b) Üretim görevlerinin dağılımının nominal bir değer etrafında toplanmasını sağlamada sorumludur.[3]

1.8.2.5.Performans karakteristigi

Performans karakteristiğinin hedef değer civarındaki değişkenliği performans değişkenliği olarak bilinmektedir. Hedef değer civarında daha küçük performans değişkenliği daha iyi kalite anlamına taşımaktadır[5].

Performans karakteristiği, bir ürün veya prosesin kalitesini belirleyen özellikleridir. Taguchi yönteminin amacı, bu karakteristiklerin hedef değer etrafındaki değişkenliğini azaltmaktır. Bir ürünün birden çok performans karakteristiği olabilir. Bu karakteristiklerin her biri ürünün ayrı bir özelliğini temsil eder. Bu özelliklerin içinden tüketici gereksinimlerine göre ve ürünün kullanım amaçlarına göre en uygun olan özellik performans karakteristiği olarak seçilmelidir[11].

1.8.2.6.Sinyal / Gürültü Oranı

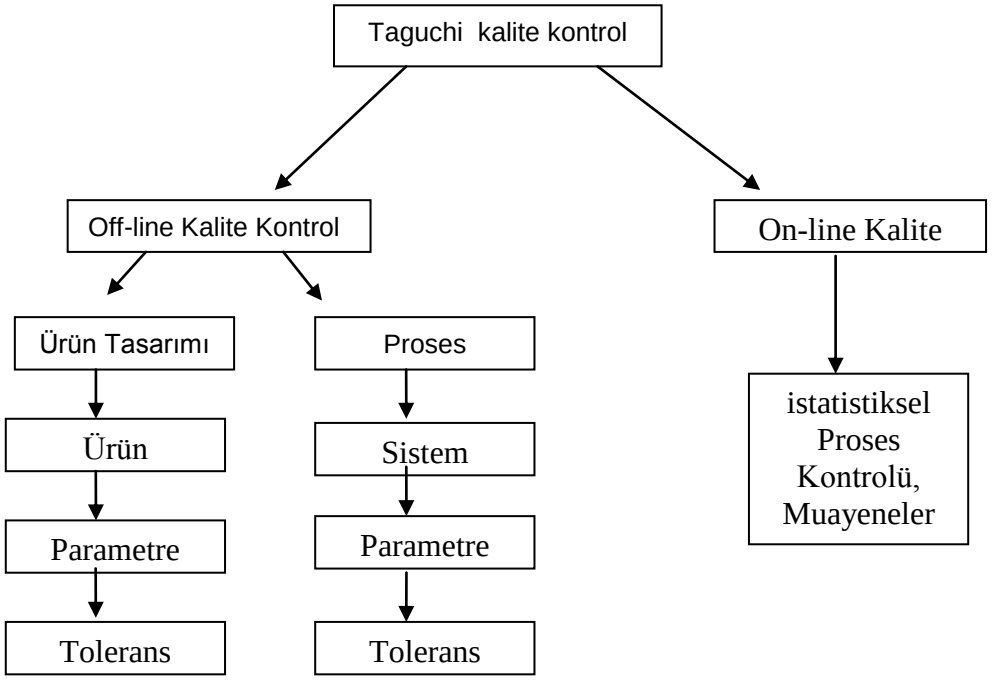
Deney tasarımı 1930'larda Sir Ronald Fisher tarafından geliştirilmiş olmasına rağmen, deney tasarımını, varyasyonun azaltılması için ilk uygulayan Taguchi'dir. Taguchi, deney tasarımında analiz değişkeni ya da performans kriteri olarak kullanılması amacıyla, bir dizi, adına "sinyal/gürültü oranı" denilen, kriter tanımlamıştır[13]. S/N oranlarının bir kaç farklı şekli, optimizasyon prosesinin amaçları esasına göre kullanılmaktadır. Bununla beraber bütün S/N oranları şu özelliklere sahiptir

a) S/N oranı, gürültü faktörleriyle neden olunan sistem yanıtındaki değişkenliği gösterir.
b) S/N oranı ortalamanın düzeltilmesinden bağımsızdır. Bu ölçüm(metrik) hedef değer değişse bile kalitenin tahmininde faydalı olacaktır.
c) S/N oranı nispi kaliteyi ölçer, çünkü karşılaştırma amacı için kullanılmaktadır.
d) S/N oranı, ürün kalitesinde pek çok faktörün etkileri analiz zaman kontrol faktörleri etkileşimi gibi gereksiz karamsarlıklara neden olmaz [3].

1.8.2.7.Taguchi'nin Kalite Kontrol Sistemi

Toplam kalite yönetiminin (TKY) temelini oluşturan ''sürekli geliştirme (kaizen)'' yaklaşımının genel çalışma çerçevesi olarak PUKO(planla,uygula, kontrol et, önlem al) çemberi kullanılır.Taguchi PUKÖ sürecinde yer alan faaliyetleri iki bölüme ayırmaktadır.Pazar araştırması ile ürün ve üretim prosesinin geliştirilmesi sırasında gerçekleştirilen kalite faaliyetlerini içeren Off-line kalite kontrol, üretim başlamadan önce gerçekleştirilen tasarım çalışmalarını kapamaktadır. On - line kalite kontrol ise ürünün imalat sırasındaki ve imalat sonrasındaki kalite kontrol faaliyetleri olup istatiksel proses kontrolü, test ve muayeneler bu kapsamdaki faaliyetleridir.[9]

Tablo1.4. Taguchi puko sürecinde yer alan faaliyetleri



- **Çevrim İçi (On-Line) Kalite Kontrol**

  Ürünün imalatına geçilmesinden sonra çevrim içi kalite kontrol başlar. Ürünün imalatı sırasındaki ve imalat sonrasındaki (servis, bakım vb.) kalite kontrol faaliyetleri olup istatistiksel proses kontrolü, test ve muayeneler bu kapsamdaki faaliyetlerdir.

Aynı zamanda müşteriye iletildikten sonra kusurlu olarak geri gelen ürünün servis ve bakım aşamasıdır [13].

- **Çevrim Dışı (Off-Line)Kalite Kontrol**
  Müşteri istek ve beklentilerinin doğru olarak tanımlanması, müşteri beklentileriyle uyum sağlayacak bir ürünün tasarımı, tutarlı ve ekonomik olarak üretilebilecek bir ürünün tasarımı imalat için açık ve yeterli spesifikasyonların, standartların, yöntem ve ekipmanların, geliştirilmesi ile faaliyetleri içermektedir [16].

Taguchi Metodu Off-Line Kalite Kontrol içinde ürün ve proses tasarımı aşamalarında kullanılmaktadır.

- ***Ürün tasarımı aşamasında;***mühendislik bakış açısı ve teknik bilgiyi kullanarak müşteri gereklerini karşılayacak şekilde ürün geliştirilir veya mevcut üründe değişiklik/değişiklikler yapılır.
- ***Proses tasarımı aşamasında;*** ürün tasarımı aşamasında ürün hakkındaki verilere ve mevcut imalat teknolojisine dayanarak uygun imalat süreci seçilir
- ***Sistem Tasarımı:*** Sistem tasarımı, Taguchi Çevrim Dışı (Off–Line) Kalite Kontrol stratejisinin ilk aşamasıdır. Sistem tasarımında amaç; en ideal kalite ve en düşük maliyetle belirlenen tolerans sınırları içerisinde üretebilecek bir üretim sistemi tasarlamaktır.[3]
- ***Parametre Tasarımı:*** Taguchi' ye göre ürün kalitesinin en belirleyici aşaması parametre tasarımı aşamasıdır. Parametre tasarımında amaç, üründe ve proseste değişkenlik (varyasyon) meydana getiren kontrol edilemeyen faktörlere karşı, kontrol edilebilen faktörlerin optimum koşullarının seçilerek ürün ve prosesteki varyasyonu minimuma indirgemektir.[17]
- **Tolerans Tasarımı:** Parametre tasarımının yetersiz kaldığı durumlarda varyasyonu azaltmada Taguchi Çevrim Dışı (Off–Line) Kalite Kontrol stratejisinin üçüncü aşaması olan tolerans tasarımı uygulanır. Tolerans tasarımı parametre çalışmaları sonucu istenilen hedefe ulaşılamadığı takdirde yapılan ilave çalışmalardır.[18]

1.8.2.8.Taguchi Metodu Uygulama Adımları

1. Problemin belirlenmesi.

2. Performans karakteristiğinin ve ölçüm sistemlerinin belirlenmesi.

3. Performans karakteristiğini etkileyen faktörlerin ve seviyelerinin belirlenmesi.

4. Faktörlerin kontrol edilebilen ve kontrol edilemeyen faktörler olarak ayrılması.

5. Etkileşimlerin belirlenmesi.

6. Uygun ortogonal dizinin seçilmesi ve faktörlerin bu dizinlere atanması.

7. Performans istatistiklerinin belirlenmesi.

8. Deneylerin yapılması ve sonuçların kaydedilmesi.

9. Verilerin analizi.

10. Doğrulama deneyinin yapılması.

1.8.2.8.1.Problemin Tespiti ve ifade Edilmesi

Sistemdeki problemin belirlenmesi ve net bir şekilde ifade edilmesi, deney tasarımındaki en önemli basamağını oluşturmaktadır. Çünkü bütün deney bu basamağın çıktıları üzerine inşa edileceğinden yapılacak hata tekrar basa dönülmesine neden olabilecektir. Sorunlar, çoğu zaman istenilen durum ile gerçek durum arasındaki farktan ileri gelmektedir. Genellikle ürün uygunsuzlukları veya verimsizlik (makine arızaları, yüksek enerji sarfiyatları ya da ıskarta ürünler) şeklinde, piyasa, müşteri ya da operatör şikâyeti olarak karsımıza çıkmaktadır. Örneğin bir prosesten her zaman tasarımdaki toleranslar dâhilinde ürün çıksa bile ürünler arasındaki varyasyonun büyük olması bir sorundur ve azaltılması için bir deney tasarımı gerçekleştirilebilir. Yapılacak çalışmaya konu olan problem, yeni bir ürün veya proses geliştirme çalışmaları olabilir. Böyle durumlarda tasarımcı, konu ile ilgili gerekli bilgileri, pazarlama departmanından ve mühendislerden temin ederek, konu ile ilgili teknolojik gelişmeleri de göz önünde tutarak ürün veya prosesin tasarlanmasına başlamalıdır. Eğer yapılacak çalışmanın konusu, var olan bir ürünün veya prosesin kalitesinin geliştirilmesi ise, problem ürün veya prosesin aksayan yönlerinin tespit edilmesi ve müşteri beklentilerine göre ürün veya prosesin yeniden tasarlanması olacaktır[11]

1.8.2.8.2.Kalite Karakteristiklerinin Tespiti

Kalite karakteristiği seçilirken prosesin niteliği dikkate alınmalıdır. Ürünün tanıması, sağlaması beklenen kalite karakteristiği bir sistem için bir ya da daha fazla olabilir. Ancak birden fazla kalite karakteristiği seçilmesi halinde analiz ayrı ayrı yapılmalı, sonuçlar gerekirse daha sonra bir ağırlık çarpanı kullanarak birleştirilmelidir. Örneğin bir araç lastiği tasarımında kalite karakteristiği hem lastik sürtünme katsayısı hem de lastik ömrü olabilir. Her iki karakteristik farklı müşteri gruplarının taleplerine göre ağırlıklandırılabilir[11].

Performans karakteristiklerinin ve deney tamamlandığında ulaşılmak istenen sonucun tanımlanmasını içerir. Aslında hedef belirlemekle problemin tanımlanması aynı şeylerdir. Potansiyel bir problemin çözüm bekler hale getirilmesi bir bakıma etrafı çizilmiş, soyluktan kurtarılmış ve hedefi belirlenmiş olması demektir.

Hedef belirlenmiş çalışmalarına daha önce belirlenmiş ölçülerle başlanır. Eğer mümkünse müşteri görüşleri ve eğilimlerinden faydalanılarak hedef daha hassaslaştırılır.

Meydana gelen sapmaların ne gibi kayıplar getirdiği iyice belirlenir. Söz konusu kayıplar itina kaybı, maliyetlerin yükselmesi, müşteri tatminsizliği olabilir. Bunlar arasından maliyet kaybını ölçmek kolay iken diğerlerini ölçmek gayet zordur,tesirleri uzun dönemde ortaya çıkar. Taguchi'nin üzerinde özellikle durduğu kayıplarda esasında uzun dönemde etkilerini göstermesi beklenen bu tür kayıplardır.

Zorlu rekabet şartlarında itibarda ve dolayısıyla müşterilerde meydana gelebilecek kayıplar uzun dönemde önemli maliyet kayıpları haline dönüşür. Dolayısı ile hedefin bu tür kayıpları önleyebilecek hassasiyette olmasına ve de müşteri tatminini azami derecede sağlayabilmesine özen göstermek gerekir[3]

1.8.2.8.3.Performans karakteristiğini etkileyen faktörlerin ve seviyelerinin belirlenmesi

Bu aşamada, meydana gelen hedef değerden sapmaların kaynakları araştırılır. Ürün performansına etki eden bu faktörler belirlenirken, deney tasarımcısı daha önceden bu konu ile ilgili yapılan çalışmalara ve kendi bilgi birikimine dayanarak hedef değerden sapmalara neden olabileceğini düşündüğü belirli faktörleri seçer. Bu faktörleri belirlerken beyin fırtınası, sebep-sonuç diyagramı gibi kalite araçları kullanılabilir. Faktörler belirlendikten sonra bu faktörlerin seviye sayıları da belirlenmelidir. Taguchi seviye sayılarının mümkün olduğunca 2 veya 3 olarak seçilmesi gerektiğini belirtmektedir. Çünkü seviye sayıları yapılacak deney sayısını doğrudan etkilemektedir. Deneyler sonucunda elde edilen verilerle faktörlerin, performans karakteristiği üzerine etkisinin önemli veya önemsiz olduğu anlaşılabilir.[11]

Hedefi belirlenmiş bir problemin çözümüne bu adımdan itibaren aktif olarak başlanır.İlk olarak meydana gelen hedeften sapmaların kaynakları araştırılır. Bu kaynaklara faktör adını veriyoruz. Faktör sonuç değişkenleri üzerinde belli etkilere sahip olan herhangi bir etken olabilir. Bu bakımdan prosesi çok iyi tetkik etmek gerekir. Faktör tespiti yapılırken mamul ve prosesle ilgili kişilerden bir grup kurulur ve bütün proses göz önüne alınır Hedefler net ve açık tanımlanmalıdır;Ölçümlerin güvenilirliği sağlanmalıdır[13].

Kalite karakteristiği seçilirken prosesin niteliği dikkate alınmalıdır. Ürünün taşıması,sağlaması beklenen kalite karakteristiği bir sistem için bir ya da daha fazla olabilir.Ancak birden fazla kalite karakteristiği seçilmesi halinde analiz ayrı ayrı yapılmalı,sonuçlar gerekirse daha sonra bir ağırlık çarpanı kullanarak birleştirilmelidir. Örneğin bir araç lastiği tasarımında kalite karakteristiği hem lastik sürtünme katsayısı hem de lastik ömrü olabilir. Her iki karakteristik farklı müşteri gruplarının taleplerine göre agırlıklandırılabilir[8]

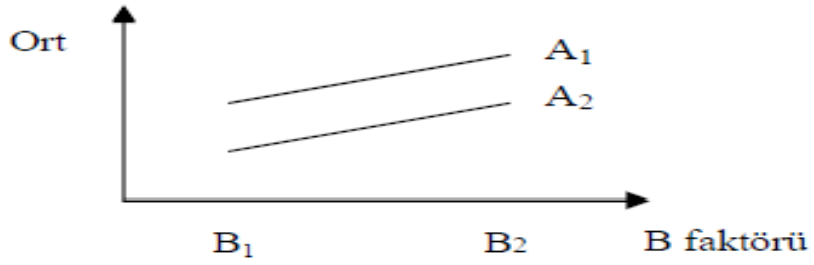
1.8.2.8.4. Faktörlerin kontrol edilebilen ve kontrol edilemeyen faktörler olarak ayrılması

Taguchi yöntemi kontrol edilebilen faktörleri kullanarak kontrol edilemeyen faktörlerin etkisini azaltmaya çalışacaktır. Seçilen faktörler en az iki seviyeli olmalıdır. Seviye sayıları ölçülebilen ve seviyelerinin ayarlanması kolay olan faktörler kontrol edilebilir faktörler, seviyesi olmayan veya kontrolü zor olan faktörler ise kontrol edilemeyen (hata) faktörleri olarak ayrılır[11]

1.8.2.8.5. Etkileşimlerin belirlenmesi

Etkileşim, bir faktörün (A), performans karakteristiği üzerindeki etkisinin diğer bir faktöre (B) bağlı olduğu durumlardır. (A faktörünün etkisinin B Faktörünün durumuna bağlı olarak değişmesi gibi.) Bu durum AxB seklinde gösterilir. İki faktör arasında bir etkileşim olup olmadığı, bu iki faktörle yapılacak bir deneyle anlamak mümkündür. İki faktör arasındaki etkileşimi en açık olarak grafiksel gösterim metodu ile anlaşılabilir.

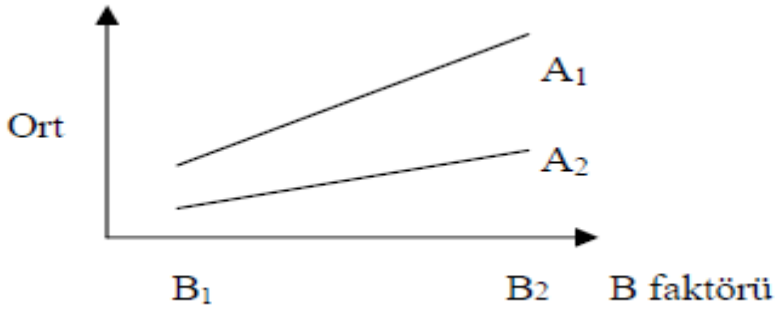
- iki faktör çizgisi arasında paralellik varsa bu iki faktör arasında bir etkileşim yoktur



Şeki1.5.İki faktörün etkileşimsiz olduğunu gösteren durum grafiği

- İki faktör çizgisi arasında paralellik yok fakat kesişmiyorlarsa, belirlenen değerler

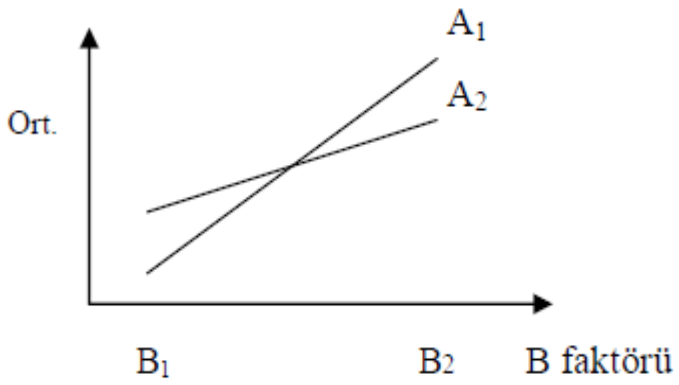
Civarında zayıf bir etkileşim vardır.



Şekil1.6.İki faktör arasındaki etkileşimin zayıf olduğunu gösteren durum grafiği

- İki faktör çizgisi belirlenen değerler içerisinde birbiri ile kesişiyorsa bu iki faktör

Arasında kuvvetli bir etkileşim vardır.



Şekil1.7. İki faktör arasında etkileşim olduğunu gösteren grafik[11]

Performans karakteristiğini etkileyen faktörler belirlendikten sonra bu faktörlerin düzey sayısı belirlenmektedir. Faktörlerin seviyeleri iki, üç veya daha çok olabilmektedir. Faktör seviyeleri serbestlik dereceleriyle ilişkili bir fonksiyondur.Serbestlik derecesi, faktör seviyelerinden hareketle hesaplanmaktadır. Serbestlik derecesi, deneyin büyüklüğünü tespit etmek açısından önemlidir. Bir faktörün serbestlik seviyesi, o faktörün seviyesinin bir eksiğidir[13].

1.8.2.8.6. Uygun ortogonal dizinin seçilmesi ve faktörlerin bu dizinlere atanması

Ortogonal dizinin kullanımı sadece Taguchi'ye mahsus değildir. Ancak Taguchi,kullanımları basitleştirmiştir. Ortogonal dizinin ilk kullanılması, 1930'lu yıllarda,İngiltere'de Fisher tarafından olmuştur. Ortogonal dizi, dengelenmiş dizi anlamında kullanılmaktadır [13,17]

Ortogonal dizinin seçiminde faktör gurubunun toplam serbestlik derecesine bakılır. Faktör gurubunun serbestlik derecesi, tüm faktör ve etkileşimlerin serbestlik dereceleri toplamına eşittir. Toplam serbestlik derecesi dizilerden hangisine uygunsa o tercih edilir. Toplam serbestlik derecesine 1 eklendiğinde deneme sayısına eşitse uygunluk sağlanır. Toplam serbestlik derecesi deneme sayısından büyük veya eşitse bir üst dizi uygundur[13]

Ortogonal dizinler, Taguchi yönteminin önemli adımlarından biridir. Deney tasarımında kullanılacak ortogonal dizinin seçimi her bir faktörün serbestlik derecelerinin toplamı ile bulunur.

Faktör grubunun serbestlik derecesi belirlendikten sonra, serbestlik sayısının uygun düştüğü deneme sayısına sahip olan tasarım seçilir. Serbestlik sayısı en fazla, seçilecek olan ortogonal dizinin deneme sayısından bir eksik olabilir.

Ortogonal dizinler seçilirken dikkat edilecek diger bir nokta ise sütun seviye sayılarıdır.Örnek olarak 3 seviyeli bir faktör 2 seviyeli bir sütuna atanamaz. Bu yüzden serbestlik dereceleri bulunduktan sonra ortogonal dizinlerin deney sayılarına ve seviye sayılarına dikkat etmek gerekir. Karışık seviyeli tasarımlar için gerekli görüldüğü durumlarda kullanılan standart ortogonal dizinin sütun seviye sayıları arttırılabilir veya azaltılabilir[11].

Ortogonal diziler ile bir deneyde birden fazla sayıda parametre ve her birine karşılık gelen seviyenin etkisi ölçülebilmektedir. Ortogonal diziler; kontrol edilemeyen faktörlerin etkilerini minimize, kontrol edilenlerin ise maksimize etmek için kullanılmaktadır. Ortogonal diziler, faktör seviyelerini teker teker değiştirmek yerine eş zamanlı değiştirmeyi önermektedir. Ortogonal dizilere tasarım matrisi de denilmektedir. Genel gösterimi;

d: *Toplam deney sayısı,* ***k:*** *Faktör sayısı*

a: *Faktörlerin düzey sayısı* ***L:*** *Ortogonal dizi*

olmak üzere,

$$L_d\,(a)^k \text{ ya da } L_d$$

şeklinde ifade edilmektedir. Genel olarak kullanılan diziler 2 seviyeliler için L4, L8, L16 ve L32 ve 3 seviyeliler için L9, L18 ve L27 dizileri olmaktadır. Dizilerin seçimi düzey sayısı ve toplam serbestlik derecesine göre yapılmaktadır.

Ortogonal dizi, ürün ortalaması ve varyansında etkili olan birçok faktörle aynı anda ve daha kısa sürede çalışmayı sağlamaktadır [13]. Aşağıda **Tablo 2.3.'** de örnek olarak 2 parametreli 7 seviyeli bir L8 ortogonal dizi ve parametrelerin yerleşimi verilmektedir [19]

Tablo.1.5.L8 ortogonal dizi örneği

L8 Ortogonal Dizi												
Deneme No	Parametreler							Sonuçlar (3 Tekrar)				
	A	B	C	D	E	F	G	Y1	Y2	Y3	Ortalama	S/N Oranı
1	1	1	1	1	1	1	1	*	*	*	*	*
2	1	1	1	2	2	2	2	*	*	*	*	*
3	1	2	2	1	1	2	2	*	*	*	*	*
4	1	2	2	2	2	1	1	*	*	*	*	*
5	2	1	2	1	2	1	2	*	*	*	*	*
6	2	1	2	2	1	2	1	*	*	*	*	*
7	2	2	1	1	2	2	1	*	*	*	*	*
8	2	2	1	2	1	1	2	*	*	*	*	*

Taguchi, çok sayıda deneysel durumu açıklamak için ortogonal dizileri oluşturmuştur. Ortogonal düzenin en önemli özelliği, birçok faktörün minimum sayıda test ile değerlendirilmesini sağlanması ve klasik metottan farklı olarak faktör kademelerini teker teker değiştirmek yerine es zamanlı olarak değiştirme yapmayı önermesidir [20,21].Taguchi tarafından geliştirilen 8 denemeli L8 dizisi bu deney için uygundur. Yapılacak 8 deney ile istenilen analizler yapılabilir ve 128 – 8 =120 deney yapmak

İçin geçen süre ve maliyetten tasarruf edilir. Aynı zamanda istatistiksel açıdan da proses ya da tasarımların genellikle bağıl olarak daha az parametre ile de uygun olarak ifade edilebileceği göz önüne alındığında tam faktöriyel tasarım ve denemenin çok gerekli olmadığı da bir gerçektir[3].

1.8.2.8.7. Performans istatistiklerinin belirlenmesi

İlgilenilen problemin geliştirilmesi sırasında birden fazla performans karakteristiği olabilir.

Deneyler yapıldıktan sonra elde edilecek verilerin analizi seçilen performans istatistiklerine göre yapılacaktır. Performans istatistiklerinin hatalı seçilmesi seçilecek faktör seviye kombinasyonun hatalı belirlenmesine ve analizin başarısız olmasına neden olacaktır.

Taguchi tasarımlarında en çok kullanılan performans istatistiği S/N oranıdır. S/N oranı

en iyi robust tasarım performansını ölçmek için kullanılır. Ancak bu aşamada seçilecek olan

S/N oranının kullanılıp kullanılmaması değil, S/N oranının performans karakteristiklerinin

Hedef değerine ve yapısına göre belirlenen farklı tipleridir[11].

1.8.2.8.8. Deneylerin yapılması ve sonuçların kaydedilmesi

Yapılacak deneyler, seçilen ortogonal dizinlerin sütunlarına yerleştirilen faktör kombinasyonlarına göre oluşturulacaktır. Deneylerin yapılış sırası belirlenirken rassallığın sağlanması gerekir.

Deneyler yapılırken seçilen her bir deney tasarımının birden fazla sayıda test edilmesi istatistiksel olarak deneyin güvenilirliğini arttıracaktır. Tekrarlamalar yapılarak hata payının azaltılmasının sağlanacağı gibi kontrol edilemeyen faktörlerin deney sonuçları üzerindeki etkisinin azaltılması ve bu etkilerin daha kolay ölçülmesi sağlanır[11].

Deney ortogonal dizinin öngördüğü denemelerden oluşur. Bu denemelerin her biri faktörlerin değişik şartlarına göre ayarlanmış olup hangi şartın karakteristik üzerinde nasıl etki yaptığını belirler. Her deneme sonucunda elimize bir takım veriler geçmiş olur.

Deneyin yapılması faktör şartlarının sağlanması ile başlar. Faktörler her denemeye tek bir kademelerindeki değerleri ile katılırlar. Her denme faktörlerin değişik kombinasyonlarının denenmesidir[3]

Deney sonucunda ölçülen kalite karakteristiği sürekli bir veri ise (sıcaklık, basınç, hız gibi) deneyleri tekrarlamak sadece güvenilirliğini artıracaktır. Ancak kalite karakteristiği açık-kapalı, var-yok, 1-0 gibi süreksiz bir veri ise deneyler muhakkak tekrarlı şekilde yapılmalıdır. Çünkü en ufak bir hata sonuçları büyük ölçüde etkileyecektir. Eğer mümkünse kalite karakteristiğinin sınıf sayısı da artırılmalıdır.(açık-yarı açık-kapalı gibi) [8].

1.8.2.8.9.Verilerin analizi

Deneysel çalışmalardan elde edilen gözlem değerlerinin veri analizinin yapılabilmesi için sütun farkları metodu, varyans analizi metodu, faktör etkilerinin grafiksel gösterimi metodu yöntemleri izlenir [11].

1.8.2.8.9.1.Sütun farkları metodu

Sütun farkları metodu Taguchi tarafından kullanılan basitleştirilmiş bir varyans analizi yöntemidir. Sütun farkları metodu her bir sütun için 1. düzeyin kullanılması ile ortaya çıkan deney sonuçlarının toplamının 2. düzeyin kullanılması ile ortaya çıkan deney sonuçları toplamından çıkarılması esasına dayanmaktadır. Bu metot her bir sütun için, sayısal bir değer elde edilmesi ile bu değerin büyüklüğü ilgili sütunda incelenen faktör ya da seviyenin etki derecesine karar vermektedir [8].

1.8.2.8.9.2.Varyans analizi

Bazı deney tasarımlarında parametreler arasındaki etkileşimler araştırma sonuçlarını etkileyebilmektedir. Bu nedenle bir deneydeki parametreler arasındaki etkileşimler varyans analizleriyle araştırılması gerekmektedir. Varyans analizi, test edilen faktör ve etkileşimlerinin

ortalama performansları arasındaki farklılığı ortaya koymak için kullanılan istatistiksel bir metot olup güvenirliliğinin ve farklı seviyelerin deneyde nasıl bir değişkenlik meydana getirdiğinin belirlenmesi amacıyla yapılır [18].

Varyans analiz metodu 1930'larda ingiliz istatistikçisi Fisher tarafından geliştirilmiştir. İsminin baş harfi F' ye dayanılarak yönteme F testi diyenlerde bulunmaktadır. Varyans analizi tek faktörlü, iki faktörlü ve çok faktörlü olmak üzere geniş bir kullanım yelpazesi sunmaktadır. Taguchi ortogonal dizileri iki ve üç kademeli olduklarından çoğunlukla ikili veya üçlü kademe için varyans analizi bu aşamada kullanılmaktadır [3].

Varyans analizi; serbestlik derecesi, kareler toplamı, ortalama kareler (varyans) ve F testi gibi değerlerin hesaplanmasıyla bulunur [11].

i. ***Kareler Toplamı (Varyasyon):***Toplam varyans bileşenlerine, performans karakteristiğini etkileyen faktörlere göre varyasyon, bu faktörlerin etkileşimlerine göre varyasyon, hataya göre varyasyon olmak üzere 3' e ayrılır.

✓ A ve B gibi iki faktör ve bu faktörler arasında bir etkileşim bulunuyorsa toplam varyasyon aşağıdaki gibi yazılır:

$$GKT = KT_A + KT_B + KT_{AxB} + KT_e$$

- ***GKT:*** *Genel kareler toplamı*
- ***KT_A:*** *A faktörüne ait kareler toplamı*
- ***KT_e:*** *Hata kareler toplamı*
- ***KT_{AxB}:*** *B faktörlerinin etkileşim faktörüne ait kareler toplamı*

$$GKT = \left[\sum_{i=1}^{n} y^{\ 2}\right] - \frac{T^{\ 2}}{N}$$

$$KT_A = \left[\sum_{i=1}^{k_A} \left(\frac{A_1^2}{n_{A_1}}\right)\right] - \frac{T^{\ 2}}{N}$$

$$KT_{AXB} = \left[\sum_{i=1}^{e} \frac{(AXB)_i^2}{n_{AXB_1}}\right] - \frac{T^{\ 2}}{N} - KT_A - KT_B$$

- ***N*** *: Gözlemlerin toplam sayısı*
- ***y_i*** *: i. Gözlem değeri*

- ***T*** *: Tüm gözlemlerin toplamı*
- ***kA*** *: A faktörünün seviye sayısı*
- A_i *: A_i seviyesindeki gözlemlerin toplamı*
- n_{Ai} *: A_i seviyesi altındaki gözlem sayısı*
- ***c*** *: Etkileşim faktörlerinin kombinasyon sayısı*
- $(AxB)_i$ *: A ve B faktörlerinin i. koşulu altındaki verilerin toplamı*

ii. ***Serbestlik Derecesi:***Varyans analizi hesaplarını yapabilmek için gerekli diğer bir değer serbestlik dereceleridir. Serbestlik derecesi, bir sonuca varabilmek için yapılması gereken bağımsız karşılaştırmaların sayısı olarak tanımlanabilir [3].

$$Sd_T = Sd_A + Sd_B + Sd_{AxB} + S_{de}$$

- Sd_T *: Toplam serbestlik derecesi*
- Sd_A *: A faktörünün serbestlik derecesi*
- Sd_{AxB} *: AxB faktörünün serbestlik derecesi*
- Sd_e *: Hata serbestlik derecesi*

✓ Toplam serbestlik derecesi deneme sayısının bir eksiğidir.

$$Sd_T = N\text{-}1$$

✓ Bir faktör ya da sütunun serbestlik derecesi de seviye sayısının bir eksiğidir.

$$Sd_A = k_A - 1$$

✓ Etkileşimin serbestlik derecesi ise etkileşim faktörlerinin serbestlik derecelerine eşittir.

$$Sd_{AxB} = (Sd_A).\ (Sd_B)$$

✓ Hata serbestlik derecesi ise toplam serbestlik derecesinden tüm faktör ve etkileşimlerinin serbestlik derecelerinden çıkartılması ile bulunur [36,52].

$$Sde = Sd_T - Sd_A - Sd_B - Sd_{AxB}$$

✓ Denemelerin tekrarları söz konusu olduğunda ise toplam serbestlik derecesi;

$$Sd_T = (\text{Deneme sayısı})\ .\ (\text{Tekrar sayısı}) - 1$$

iii. ***Ortalama Kareler (Varyans):***Varyans analizi hesaplarını bir diğer tanımlayıcı istatistiği ise ortalama kareler***(***varyans)dir. Faktör varyansları, faktör kareler toplamının faktörün serbestlik derecesine bölümü ile bulunur.

- A faktörünün varyansı;

$$v_A = \frac{KT_A}{Sd_A}$$

Hata varyansı da hata kareler toplamının, hata serbestlik derecesine bölümü ile bulunmaktadır. Hata varyansı, hata (kontrol edilemeyen) faktörlerden kaynaklanan değişimin ölçüsüdür. Aynı zamanda deneylerdeki ölçüm hatalarını da kapsamaktadır [11].

$$v_e = \frac{KT_C}{Sd_c}$$

iv. ***F Testi:*** Deneyler yapılıp veriler elde edildikten sonra varyans analizi tablosu oluşturulur ve hangi faktörlerin sistem üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğunu belirlemek için F testi uygulanmaktadır. F testi uygulanırken hesaplanan F değerleriyle, istenen güven düzeyindeki F_{tablo} değerleri karşılaştırılmaktadır. F değeri tablodaki değerden büyükse 1-α güvenle kabul edilmektedir. Varyans analizi (ANOVA) tablosundan elde edilen F değeri, faktör ya da etkileşim varyansının hata varyansına oranıdır [11,13].

- A faktörüne ait F değeri aşağıdaki eşitlikten bulunur:

$$F_A = \frac{v_A}{v_e}$$

✓ F-tablolarından F oranı bulunurken seçilen güven düzeyi payın serbestlik derecesi ve paydanın serbestlik derecesi gerekmektedir.

F_{tablo}: *$f_{\alpha,v1,v2}$* ***α:*** *Anlamlılık düzeyi*

v_1: *Faktörün serbestlik derecesi* ***v_e:*** *Hata serbestlik derecesi*

F değeri tablosu standart olarak bilinen bir tablodur. Çıkan sonuç deneyin bir parametresinin serbestlik derecesi “pay”, hatanın serbestlik derecesi ise “payda” olarak hesaba katılır[19].

1.8.2.8.9.3.Faktör etkilerinin grafiksel gösterim metodu

Faktör etkilerinin grafiksel gösterim metodu, faktör ve etkileşimlere ait farklı seviyelerdeki gözlem değerlerinin performans istatistiklerinin belirlenmesi ile gerçekleştirilmektedir. Seçilen faktör için performans istatistiği değeri, büyük ve küçük değerleri belirlemektedir. Düşük ve yüksek seviyedeki her faktörün performans istatistiği değerleri bu grafikte işaretlenmektedir. En son olarak bu grafiklerin incelenmesi sonucu amaçlar doğrultusunda en uygun faktör-seviye kombinasyonu seçilmektedir [11].

1.8.2.8.10.Deney sonuçlarının yorumlanması

Deney sonucunda elde edilen verilerin yorumlanmasında kullanılan bazı metotlar aşağıda açıklanmıştır [11].

a. **Katkı yüzdesi**
b. **Ortalamanın tahmini**
c. **Tahmin edilen ortalama etrafında güven aralığı**

a. ***Katkı yüzdesi:*** Yapılan deneyde gözlenen her bir önemli faktör ve etkileşime yüklenen toplam değişkenlik oranı katkı yüzdesi olarak ifade edilmektedir. Katkı yüzdesi önemli faktörlerin karelerinin toplamının bir fonksiyonudur.

✓ Bir faktör veya etkileşimin varyansı, aynı zamanda hata varyansını da içerdiği kabul edilmektedir. Bu durumda;

- V_A' *: A faktörüne ait beklenen varyans*

$$V_A = V_A' + Ve$$

$$V_A' = V_A - Ve$$

A faktörü için varyans;

$$v_A = \frac{KT_A}{Sd_A} \text{ ise}$$

$$v_A' = \frac{KT_A'}{Sd_A'}$$

$$\frac{KT_A'}{Sd_A'} = \frac{KT_A}{Sd_A} - V_e \text{olduğunagöre,}$$

$$KT_A' = KT_A - (V_e)\,(S_{dA}) \text{ dır.}$$

- KT_A' *:A faktörüne göre kareler toplamının beklenen değeri*
- V_e *:Hata varyansı*

✓ Buradan toplam varyanstaki katkı yüzdesi (P) hesaplanabilir

- A faktörü için katkı yüzdesi **eşitlik…**'deki gibi bulunur.

$$P_A = \frac{KT_A'}{GKT} X\ 100$$

Hatanın katkı yüzdesi, deneyin yeterliliği ile ilgili bir tahmin değerinin bulunmasını sağlamaktadır. Hata katkı yüzdesi düşük çıkması, bu deney tasarımında hiçbir önemli faktörün etkisinin gözden kaçırılmadığı ancak hata katkı yüzdesinin yüksek çıkması durumunda bazı önemli faktörlerin etkisinin deneylere dahil edilmediğini göstermektedir [11].

b. ***Ortalamanın tahmini:*** Ortalamanın tahmini, belirlenen en iyi faktör-seviye kombinasyonu için performans karakteristiğinin beklenen değerinin hesaplanabilmesini sağlamaktadır. Belirlenen kombinasyondaki faktör seviyelerinin ortalama değerleri formüle göre hesaplanır [22].

$$\mu_{A1B2} = A_1 + B_1 – (n\text{-}1)\ \bar{T} \quad (1.33)$$

n *:Belirlenen faktör-seviye kombinasyondaki faktör sayısı*

T *:Seçilen faktör-seviye kombinasyonundaki faktörlerin tüm seviyelerinin ortalaması*

c. ***Tahmin edilen ortalama etrafında güven aralığı:***Ortalamanın tahmini (μ), deneyden elde edilen sonuçların ortalamalarına dayandırılan bir nokta tahminidir. Güven aralığı belirlenen güven düzeyinde, gerçek ortalamanın, arasına düşmesi beklenen maksimum ve minimum değerler aralığıdır. Güven düzeyi istatistiksel anlamda hata payının bırakılması anlamına gelmektedir [22].

✓ Ortalama etrafındaki güven aralığı aşağıdaki formül ile hesaplanır [46].

$$G.A = \sqrt{F_{a,sdt,sde}.V_e\left[\frac{1}{n_{off}} + \frac{1}{r}\right]}$$

$$n_{off} = \frac{N}{1+c}$$

- ***c*** *: μ bulunurken kullanılan tüm faktörlerin toplam serbestlik derecesi*
- ***r*** *: Yapılan doğrulama deneyi sayısı*
- sd_T *: Ortalamaya ait serbestlik derecesi olup daima 1 dir.*
- Sd_e *: Hata serbestlik derecesi*
- V_e *: Hata varyansı*
- ***N*** *: Deney sayısı*

1.8.2.8.11. Doğrulama deneyinin yapılması

Son aşamada deney seçilen en iyi şartlar altında tekrarlanır. Bu doğrulama deneyleri sonucunda elde edilen değerler beklenen güven aralığının içinde ise bulunan faktör-seviye kombinasyonu en iyi performans karakteristiği değerini veren kombinasyondur ve deney tasarımı amacına ulaşmıştır.[11]

Deney analiz sonucunda seçilen en iyi şartlar altında tekrarlanmaktadır. En iyi şartları belirleyerek yapılan deney doğrulama deneyidir. Deney sonucunda bulunan faktör-seviye kombinasyonu en iyi performans karakteristiği değerine ulaştırırsa istenen durum gerçekleşmiş ve deney amacına ulaşmış olur.[13]

1.9.Taguchi yöntemi ile diğer deney tasarımı türleri arasındaki farklar,

Klasik yöntemlerde sadece performans karakteristiğinin ortalaması en iyilenirken, Taguchi yönteminde hem performans karakteristiği hem de değişkenlik en iyileşmektedir.Klasik yöntemlerde performans karakteristiğinin sadece sürekli biçimi incelenebilirken, Taguchi yönteminde hem sürekli hem de kesikli biçimleri incelenebilmektedir.Klasik yöntemlerde daha fazla deney yapmak gerekirken, Taguchi yönteminde çok daha az sayıda deney yaparak aynı sonuçlara ulaşmak mümkündür Taguchi yöntemi ile bulunan sonuçlar her zaman tam doğru sonuçlar olmayabilir. Ancak zaman ve maliyet kazanımları nedeniyle, göz ardı edilen bilgi kaybının hatalı çıkarsamalara yol açmaması için doğrulama deneyleri yapılır. Bu tür olumsuz fikirlere rağmen Taguchi yöntemi, endüstride deneysel çalışmaların yapılabilirliğini arttırmış ve bu sayede çözülemeyen veya teşhis konulamayan birçok problemin çözümüne de olanak sağlanmıştır.

1.10. Taguchi Metoduna Yönelik Eleştiriler

Taguchi Metodu, faktörler arasındaki etkileşimlerin çoğu zaman ihmal edildiği tasarım biçimi, S/G oranlarının bazı uygulamalarda yetersiz kalması ve bazı varyans analizi uygulamaları nedeniyle eleştirilmektedir. Deney sayısının azaltılması mutlak surette deneyler ile elde edilecek bir takım bilgilerden vazgeçilmesi anlamına gelmektedir.

Ancak yüksek maliyetli denemelerde bu bilgi kaybı dengelenebilir bir unsurdur.Özellikle eniyileme problemlerinde tasarımcının bilgi ve deneyiminin ön planda olması gerekliliği de yöntemin sorgulanan yanlarındandır. Bu nedenle Taguchi Metodunu uygulayacak araştırmacı ve mühendislerin konularında yetkin olması veya yetkin kişilerin görüşlerini alarak tasarım yapmaları kaçınılmazdır.Yüksek hacimli, düşük maliyetli üretim yapılan endüstriyel ortamlarda yöntemin performansı yüksek iken, düşük hacimde ve yüksek maliyetli uygulamalarda metodolojik olarak daha verimsizdir [2]. Taguchi felsefesinde, istatistiksel pek çok konu henüz yerleşmemişse de Deney Tasarımına bir "yemek kitabı" yaklaşımı kazandırılması dünya çapında deney tasarımı kullanımı üzerinde güçlü bir etki yapmıştır [25]

1.11.Literatür Özeti

Dhawan ve arkadaşları, simitsonit cevherinin HCl çözeltisi içerisinde çözünme kinetiğini araştırmışlardır.Partikül boyutu (−180 + 150, −250 + 180, −320 + 250, −450 + 320 μm), reaksiyon sıcaklığı (25, 30, 35, 40 ve 45°C), katı/sıvı oranı (25, 50, 100 ve 150 g/L) ve asit konsantrasyonu(0,25, 0,5, 1 ve 1,5 M) parametrelerini kullanarak çinkonun çözünme oranını belirlemişlerdir.Reaksiyonun aktivasyon enerjisini59,58kJ/mol olarak hesaplamışlardır. Simitsonitin HCl çözeltisi içerisindeki çözünmesinin hızlı ve kolay bir şekilde olduğunu gözlemlemişlerdir. Bu çalışmalarında optimum koşulları partikül boyutu −180 + 150μm, reaksiyon sıcaklığı 45°C, katı/sıvı oranı25g/L, asit konsantrasyonu 1,5 M olarak belirlemişlerdir. Bu optimum koşullar altında % 95' den daha fazla çinko kazanımı elde etmişlerdir [20]

Ju ve arkadaşları, çalışmalarında amonyum klorür çözeltisi içerisinde Guangxi yöresinden temin ettikleri simitsonit cevherinin çözünme kinetiğini incelemişlerdir. Amonyum klorür içerisinde çinkonun çözünme oranına etki eden karıştırma hızı, asit konsantrasyonu, reaksiyon sıcaklığı ve cevherin partikül boyutu gibi parametreleri belirlemişlerdir Asit konsantrasyonu 5 mol/L, reaksiyon sıcaklığı 90^{o}C, katı/sıvı oranı 1:10 g/mL, reaksiyon süresi 240 dakika, cevherin partikül boyutu 84–110 μm kullanılarak çözeltide % 91,2 çinko kazanımı elde etmişlerdir. Reaksiyonun aktivasyon enerjisini21,3 kJ/mol olarak hesaplamışlardır[21.]

Mehtap Hurşit, çalışmasında Kayseri yöresinden temin edilen simitsonit cevherinin glukonik asitle çözünme kinetiğini incelenmiş bununla beraber çözünme hızı üzerine ultrases enerjisinin etkisini araştırmıştır.İlk aşamada simitsonit cevherinin glukonik asit çözeltilerinde karıştırma hızı, asit konsantrasyonu, tane boyutu ve reaksiyon sıcaklığı parametrelerini kullanarak çözünme kinetiğini incelenmiştir.Simitsonitin çözündürülmesinin kimyasal kontrollü ve aktivasyon enerjisinin 47,92 kJ/mol olduğu bulmuştur[5]

Ramazan Gümüş, çalışmasında Hakkâri yöresinden getirilen simitsonit cevherinin borik asit çözeltisi içerisindeki çözünme kinetiğini kesikli reaktörde; sıcaklık, asit konsantrasyonu, partikül boyutu ve karıştırma hızı parametrelerini kullanılarak incelemiştir.Simitsonitin çözünme

kinetiğinin 2. derece yalancı mertebeye uyduğu görmüştür. En etkili parametrenin sıcaklık parametresi olduğunu ve karıştırma hızında büyük bir değişim görülmediğini vurgulamıştır.Reaksiyonun aktivasyon enerjisini 67kj/mol olarak hesaplamıştır[25].

Zhao ve Stanforth, çalışmalarında simitsonit cevherinden alkali işlemle çinko tozunu üretim prosesini çalışmışlardır.Simitsonit cevherinin 95^{o}C' de 5M NaOH içerisinde çözünmesiyle %85 Zn ve Pb, %10' dan az Al çözündüğünü belirlemişlerdir[21].

Erdem ve arkadaşları çalışmalarında Taguchi metodu kullanılarak plastik parçaların üretiminde etkili olan; farklı ürün tasarımı, giriş sayısı, giriş ölçüleri ve yolluk tasarımı parametreleri ile üründe oluşan çarpılmanın en aza indirilmesi sağlanmıştır.

Hamzaçebi ve Kuntay çalışmalarında Dizdar'ın (1998) olası iş kazalarını belirtmek için geliştirdiği 'Tehlike Erken Uyarı Modeli' 'nin testi için dört katagorili on iki faktörlü çalışmadan yola çıkarak üretim sistemindeki olası iş kazalarının tahminine yönelik araştırmasında derlediği verilerden sadece kazaya ait vardia ve kazaya ait tecrübe, kaza zamanına ait vardiya, kazaya ait hafta günü faktörlerini ele almış ve bu faktörlerin kaza olması etkilerini Taguchi methodu ile incelemiştir.[17]

Semra Durmaz çalışmasında kauçuk prosesine Taguchi metodu uygulanarak kalite kayıpları önlenmeye çalışılmıştır. Kalitenin ürüne tasarım aşamasında kazandırıldığı düşünülerek Taguchi deneysel tasarım metodu uygulanmıştır[3]

Boral ve Baynal çalısmalarında çok yanıtlı problemler (ÇYP) için Taguchi yöntemi ile yapılacak çözümlemelerde ilk olarak, kalite karakteristiklerinin birleştirilmesi ve daha sonra birleştirilen kalite karakteristiğinin (Toplam Fayda) en iyilenmesi ile ilgili bir örnek problemin çözümü araştırmışlardır. Bu kapsamda alüminyum profil imalatı yapan bir firmada boya işleminin maliyetini azaltmak amacıyla boya bölümünde proses iyileştirme çalışması yapmışlardır.

Ghani ve Choudhury ,çalışmalarında üzerine kalsiyum karbür ilave edilmiş AISI H 13 paslanmaz çeliği üzerinde, P10 sert metal uç takımı kullanılarak yapılan bir tornalama işlemi için kullanılan en iyi tornalama parametrelerinin seçimi için Taguchi yöntemi uygulanmışlardır.[19]

Küçük ve arkadaşları makalelerinde sodyum kalsiyum karışımı bor minerallerinden olan Ulueksit hammaddesinin $(NH4)_2SO4$ çözeltisindeki çözünme oranının en yüksek olduğu parametreleri tespit etmek için taguchi yöntemini kullanmışlardır[10].

2.MATERYAL VE METOT

2.1.Materyallerin Temini ve Hazırlanması

Tez çalışmasında kullanılan simitsonit ($ZnCO_3$) cevheri Hakkâri yöresinden temin edilmiştir. Cevher çeneli bir kırıcıda öğütüldükten sonra -200 +160 µm boyutunda elendi ve yaptığımız denemelerde bu tanecik boyutu sabit alındı. Cevherden alınan numunenin kimyasal analizi İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü' nde XRF (X-RAY Fluorescence) ve XRD (Phillips X'Pert PRO) cihazları ile yapıldı.

2.2.Kimyasallar

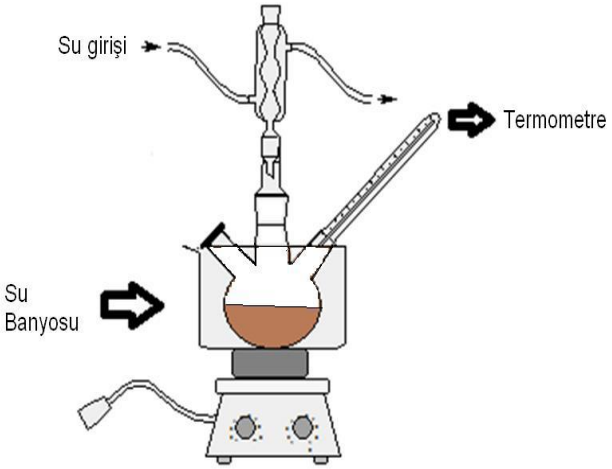
Deneyde kullanılan kimyasallar H_3PO_4, ve $ZnCl_2$ olup Merck markadır.

2.3.Cihazlar

Karıştırma ve ısıtma işlemleri için Heidolph marka manyetik karıştırıcı ve ısıtıcı, santrifüj işlemi için Hettich Universal 16R marka santrifüj cihazı, analizler için Varian Spektra AA FS 220 model Atomik Absorpsiyon Spektrometresi (AAS), Spectro IQ II XRF ve eleme işlemi için ASTM standart elek (-200 +160 µm) kullanılmıştır.

2.4.Çözünme Deneylerinin Yapılışı:

Çözünme deneyleri, manyetik karıştırıcılı ısıtıcı üzerine yerleştirilmiş su banyosu ve su banyosunu içerisine yerleştirilen üç boyunlu 500 ml' lik bir cam bir reaktörde gerçekleştirilmiştir. Üç boyunlu balonun ortadaki boynuna bir geri soğutucu, sağdaki boyun kısmına bir termometre yerleştirilmiş, soldaki boyun kısmının ağzı ise bir tıpa ile kapatılmıştır. Reaksiyon sıcaklığı termal dengeye geldikten sonra önceden belirlenmiş miktardaki simitsonit cevheri, içerisinde fosforik asit çözeltisi bulunan reaktöre eklenerek reaksiyon başlatılmıştır. Karıştırma işlemi bir magnetik karıştırıcı ile yapılmıştır. Belirlenen reaksiyon süreleri sonunda deney sonlandırılmıştır. Ayırma işlemi santrifüj ile yapılmıştır.Santrifüj işlemi tamamlandıktan sonra süzüntünün çözelti kısmı alınıp analitik yöntemle (AAS) Zn^{+2} tayini yapılmıştır. Çözündürme işlemlerinin yapıldığı deney düzeneği Şekil2.1.' de verilmiştir.



Şekil2.1. Deney Düzeneği

Simitsonit ($ZnCO_3$) cevherinin nitrik asit içerisinde çözünmesi sonucu aşağıdaki reaksiyon meydana gelmiştir.

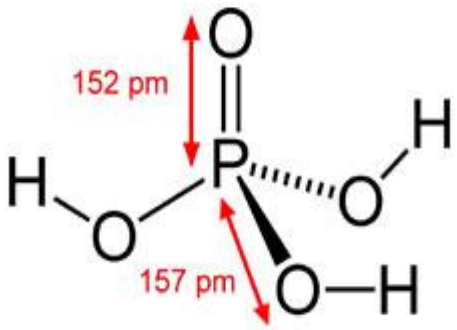
- ✓ $ZnCO_{3(s)} + 2H^+(aq) \rightarrow Zn^{+2}_{(aq)} + CO_2 + H_2O$
- ✓ $3ZnCO_{3(s)} + 2H_3PO_4 \rightarrow Zn_3(PO_4)_2 + 3CO_2 + 3H_2O$
- ✓ $H_3PO_4 + H_2O \Leftrightarrow H_2PO_4^- + H_3O^+$
- ✓ $H_2PO_4 + H_2O \Leftrightarrow HPO_4^{-2} + H_3O^+$
- ✓ $HPO_4^{-2} + H_2O_{(s)} \Leftrightarrow PO_4^{-3} + H_3O^+$

2.5.Çözeltiye Geçen Zn+2' nin Analitik Yöntemlerle Tayini

Simitsonit ($ZnCO_3$) cevherinin fosforik asit içerisinde çözünmesi sonucu çözeltiye geçen Zn^{+2}, nin tayini Atomik Absorpsiyon Spektrometresi (AAS) ile yapılmıştır.

Çözeltideki Zn^{+2} iyonlarının derişimi AAS ile ölçülmüştür. Çinko oyuk katot lambası cihaza yerleştirilip 214 nm' ye ayarlanmıştır. Kalibrasyon eğrisi için önceden hazırlanan 0,5 ile 3 ppm arasında dört ayrı çözelti (0,5, 1, 2, 3 ppm) için absorbans değerleri okunmuştur.

2.6.Fosforik asit



Şekil 2.2.Fosforik asit

Kullanım alanı çok yaygın ve çok iyi asit düzenleyici olan fosforikasit (H_3PO_4)sıvı halde renksiz, kokusuz bir asittir. İçeriğinde hidrojen, fosfor ve oksijen atomları vardır. Sulu çözeltisi kıvamlı ve renksiz olup tehlikeli bir asittir. Fosforik asit tuzlarına fosfat denir.

Tablo 2,1. Fosforik asidin Fiziksel Özellikleri

Kimyasal Adı	**Fosforik Asit**
Kimyasal Formülü	**H3PO4**
Molekül Ağırlığı	98.00 g/mol
Renk / Koku / Form	Şeffaf / Kokusuz / Sıvı
Yoğunluk	1.685 g/cm³
Kaynama Noktası	158 ° C (316,4 ° F)
Erime Noktası	21 ° C (69.8 ° F)

2.7.METOT

Hakkâri yöresinden temin edilen simitsonit ($ZnCO_3$) cevherinin fosforikasit içerisinde çözünmesinin optimum koşulları araştırılmıştır. Yapılan ön denemeler ve analizler sonucunda simitsonitin fosforik asit içerisinde çözünmesine etki eden parametreler; sıcaklık; ^oC, katı-sıvı oranı; g/mL, asit konsantrasyonu; % w/v ve süre; dakika olarak belirlenmiştir.

4 parametre ve her birine karşılık gelen 3 seviye belirlenmiştir. Parametreler ve her bir parametreye karşılık gelen seviyeleri Tablo 5.1 de verilmiştir.

Tablo 2.2. parametreler ve her bir parametreye karşılık gelen seviyeler

Parametre	1	2	3
A(sıcaklık)	20^{o}C	35^{o}C	50^{o}C
B(konsantrasyon)	%5	%10	%20
C(katı-sıvı oranı)	1/100	5/100	10/100
D(süre)	15dk	30dk	60dk

Deneyde kontrol edilemeyen faktörler, cevherin nem içermesi, çözünmeden kalan katının çözünen çinkoyu bir miktar absorplaması olarak belirlenmiştir. Kontrol edilebilen faktörler ise sıcaklık, katı- sıvı oranı, asit konsantrasyonu ve süre olarak belirlenmiştir.

Probleme uygun ortogonal dizinlere serbestlik derecesine göre belirlenmekte olup her bir faktörün serbestlik derecesi faktör seviyesi sayısının bir eksiğidir. Bu durumda toplam serbestlik derecesi Tablo 5.2de gösterildiği gibi bulunacaktır.

Tablo 2.3. Toplam Serbestlik derecesi

Simge	**Faktör**	**Serbestlik Derecesi**
A	Sıcaklık	3-1=2
B	Katı-Sıvı oranı	3-1=2
C	Asit konsantrasyonu	3-1=2
D	Süre	3-1=2
	Toplam serbestlik derecesi	8

Toplam serbestlik derecesi8 olduğun için bu durumda en küçük ortogonal dizin L9 (3^4) seçilmiştir. Deneyde belirlenen standart L9 (3^4) ortogonal dizisi Tablo5.3 de verilmiştir.,

Tablo 2.4. Deneyde kullanılan L9 (3^4) ortogonal dizi

Deney no	***Parametre seviyeleri***			
	A	B	C	D
1	20^{o}C	%5	1/100	15dk
2	20^{o}C	%10	5/100	30dk
3	20^{o}C	%20	10/100	60dk
4	35^{o}C	%5	5/100	60dk
5	35^{o}C	%10	10/100	15dk
6	35^{o}C	%20	1/100	30dk
7	50^{o}C	%5	10/100	30dk
8	50^{o}C	%10	5/100	60dk
9	50^{o}C	%20	1/100	15dk

Yaptığımız çalışmalarda performans istatistiği olarak ‘’Ortalama’’ ve yaklaşım kullanılmıştır. 4 parametre ve her parametreye karşılık gelen 3seviyeli L9 (3^4) ortogonal dizi kullanılarak 9 adet deney ve her bir seri tekrarlanarak toplam 18 deney yapılmıştır. Yapılan deneylerde AAS ile elde edilen sonuçlar Tablo 5,4da verilmiştir.

Tablo2.5. Analiz sonucu elde edilen ortalama değerleri

Deney no	A	B	C	D	1	2	ort
1	1	1	1	1	25,46	25,62	25,54
2	1	2	2	2	61,28	61,17	61,225
3	1	3	3	3	61,57	66	63,785
4	2	1	2	3	84	84,56	84,28
5	2	2	3	1	43	38,31	40,655
6	2	3	1	2	67	67,09	67,045
7	3	1	3	2	51,93	56,25	54,09
8	3	2	2	3	67,51	70,48	68,995
9	3	3	1	1	68,44	66,87	67,655

Deney sonuçlarından elde edilen veriler Minitab 16 programıyla analiz edilmiştir. AAS değerlerine göre Minitab program çıktısı Tablo5.5. de verilmiştir.

Tablo2.6.. Minitab program çıktısı

Taguchi Design

```
Taguchi Orthogonal Array Design

L9(3**4)

Factors:  4
Runs:     9


Columns of L9(3**4) Array

1 2 3 4
```

Taguchi Analysis: 1; 2; ort-aas versus A; B; C; D

```
Response Table for Signal to Noise Ratios
                                Larger is better

Level      A      B      C      D
1      33,32  33,77  33,81  32,30
2      35,73  34,89  36,95  35,64
3      36,01  36,41  34,30  37,12
Delta   2,69   2,64   3,14   4,82
Rank       3      4      2      1


Response Table for Means

Level      A      B      C      D
1      50,18  54,64  53,86  44,62
2      63,99  56,96  71,05  60,79
3      63,58  66,16  52,84  72,35
Delta  13,81  11,52  18,21  27,74
Rank       3      4      2      1
```

Taguchi Analysis: 1; 2; ort-aas versus A; B; C; D

Predicted values

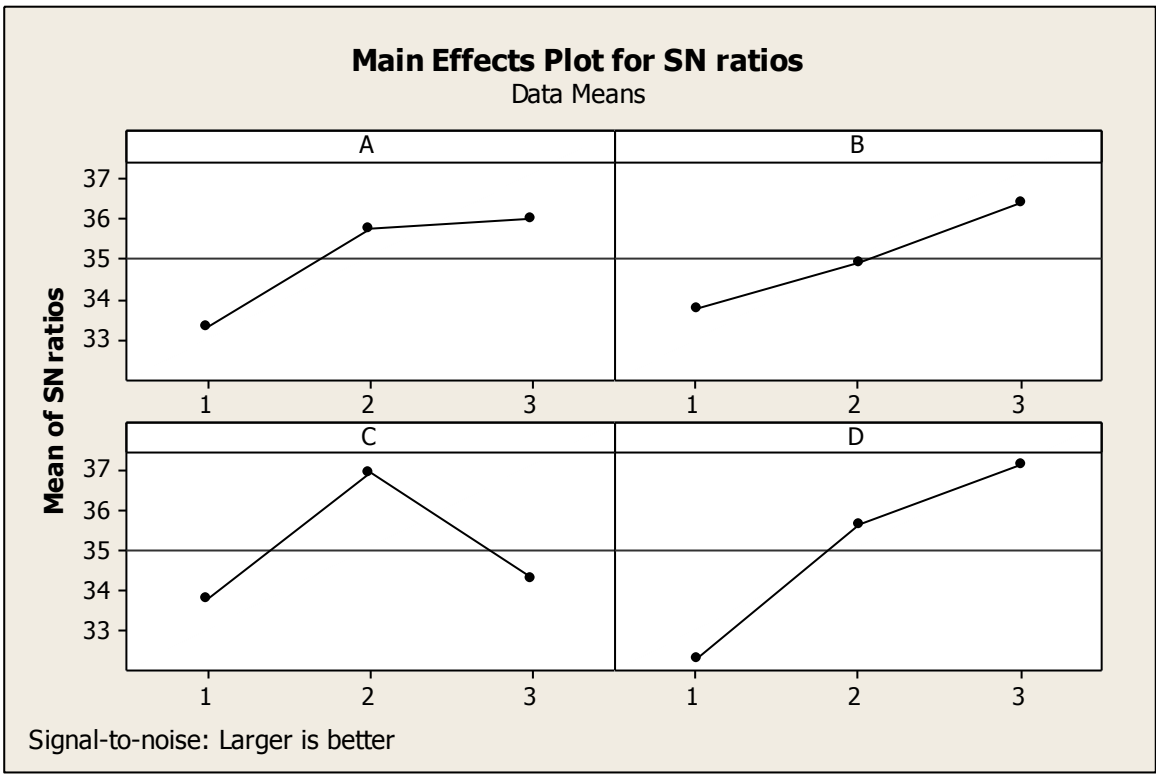
```
S/N Ratio     MeanStDevLn(StDev)
  41,4275  95,3917  1,04167   0,369001


Factor levels for predictions

A  B  C  D
3  3  2  3
```

Şekil 2.3. Minitap program çıktısı S/N oranına göre sonuç grafiği

(A: Sıcaklık, B: Katı/Sıvı oranı, C: Asit konsantrasyonu, D: Reaksiyon süresi)



Şekil 5.1' ye göre $A_2B_3C_2D_4$ kombinasyonu, ortalama kapasitenin en yüksek değerini vermektedir. En iyi faktör-seviye kombinasyonu Tablo5.6 ' de verilmiştir.

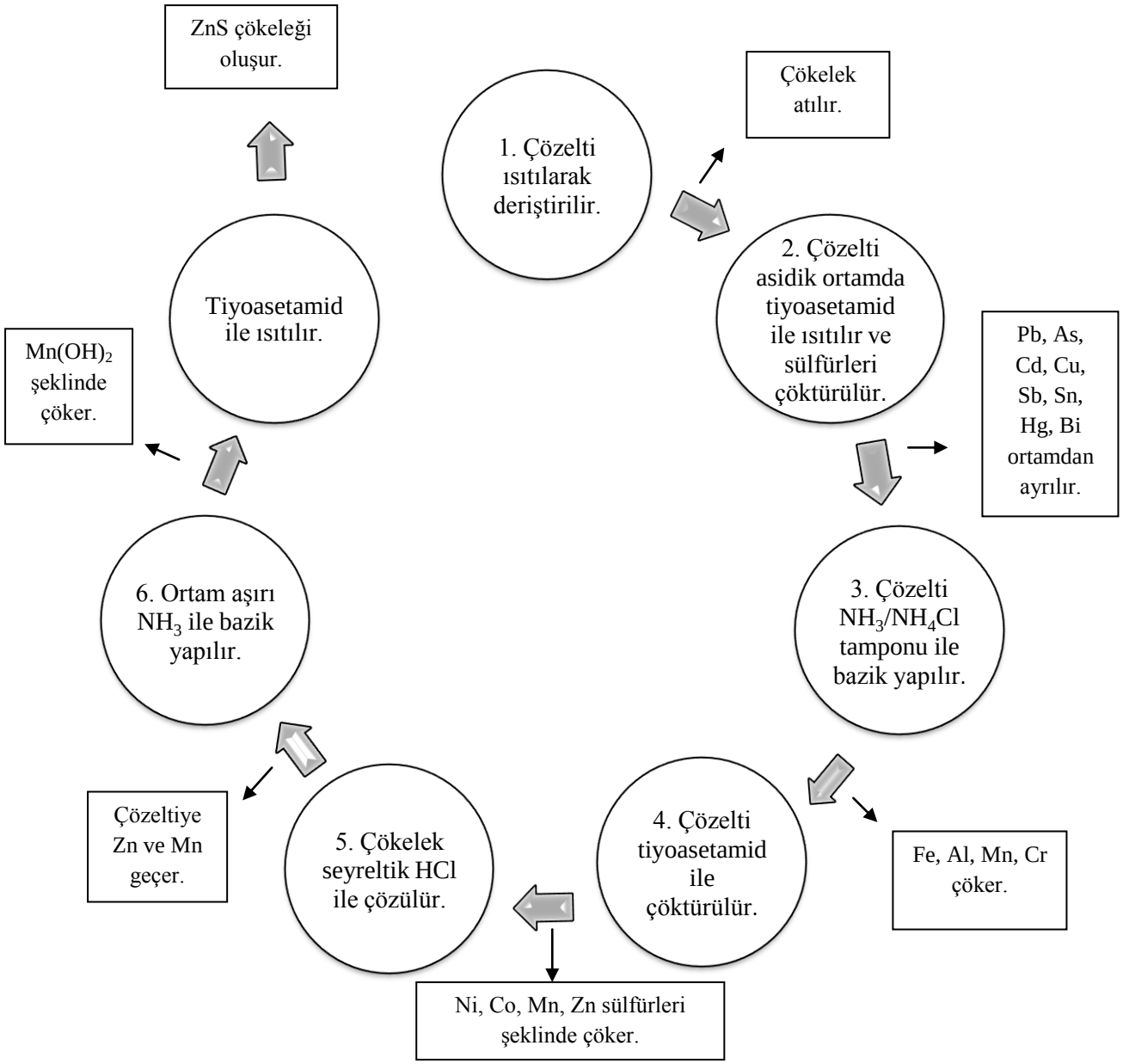
Tablo2.7.S/N oranına göre hesaplanan en iyi faktör-seviye kombinasyonu

Seviye	***A***	***B***	***C***	***D***
	5	2	3	4
	$50^{o}C$ Sıcaklık	5/100 gr/mL Katı-Sıvı Oranı	% 20 Asit Konsantrasyon	60 dakika Süre

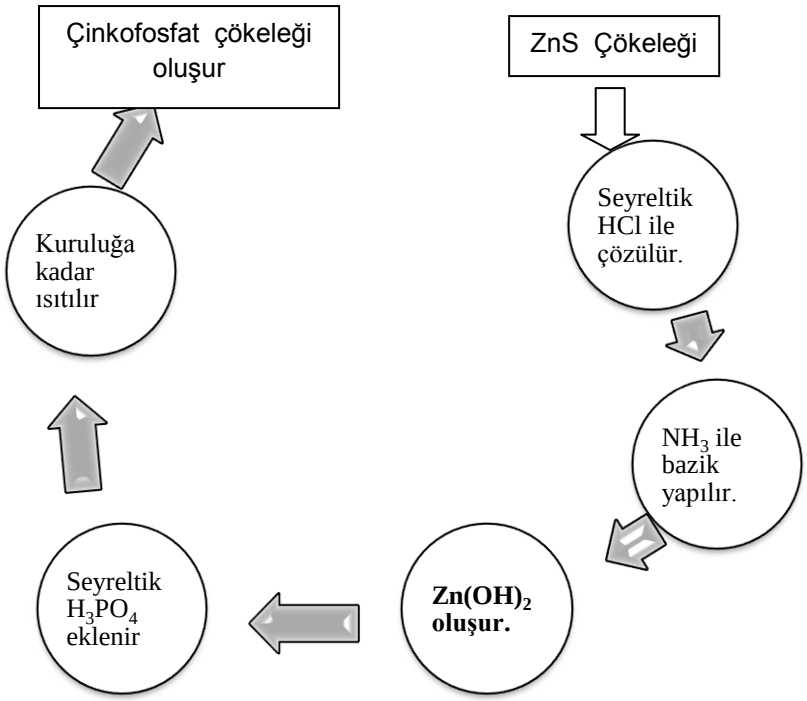
Minitab 16 programına göre faktör seviyeleri $A_2B_3C_2D_4$ olarak belirlenmiştir. Bu kombinasyona göre yeniden bir deney yapılarak bulunan sonuç değerlendirilmiştir. Buna göre optimum koşullar altında çözeltiye geçen çinko miktarı; %95,89'dır. Program çıktısında tahmin edilen değerler ise %95,39'tür. Doğrulama deneyi sonuçları ile analiz sonuçlarının uyumlu olduğu görülmektedir.

5.10.Çinko Fosfatın Üretimi

Belirlenen optimum koşullarda simitsonit cevheri fosforik asit çözeltisinde çözündürülmüş ve çözeltiye geçen çinko ; Şekil 5.2 ve Şekil 5.3 diyagramları uygulanarak önce çinko sülfüre daha sonra çinko hidroksite dönüştürülmüştür.



Şekil 2.4.Çinkonun saflaştırılması



Şekil 2.5.çinko hidroksit ve çinko fosfat eldesi

Çinko fosfatın saflaştırılmasında uygun değer koşullarda hazırlanan çözelti ısıtılarak deriştirildi. Çökelek santrifüj ile ayrılarak atıldı ve kalan süzüntü asidik ortamda tiyoasetamid ile ısıtıldı. Bu aşamada Pb, Cu,As, Sb,Sn, Hg,Bi ortamdan ayrılır.Çöken sülfürler ayrılır.Çözelti NH_3/NH_4Cl tamponu ile bazik hale getirilerek Fe, Al,Mn,Cr çöktürülür. Çökelek ayrılarak çözeltiye tiyoasetamid eklenir. Ni,Co,Mn,Zn sülfürleri şeklinde çöker. Çökelek ayrılarak üzerine HCl eklenir. Eklenen HCl ile çözeltiye Zn ve Mn geçer. Çökelek ile çözelti santrifüj ile ayrılır. Ortam aşırı bazik yapılarak $Mn(OH)_2$ çöktürüldü. Çözelti tiyoasatemid ile ısıtalarak ZnS çöktürüldü.

Çökeleğe seyreltik HCl eklendi. Ortam bazik hale getirilerek $Zn(OH)_2$ çökmesi sağlandı.Ortama H_3PO_4 eklenerek kuruluğa kadar ısıtıldı ve çinko fosfat çökeleği elde edildi.

3.SONUÇ ve TARTIŞMA

Çalışmada kullanılan işlem görmemiş simitsonit cevherini XRF analiz sonuçları Tablo5.7 ve Tablo 5.8 de verilmektedir.

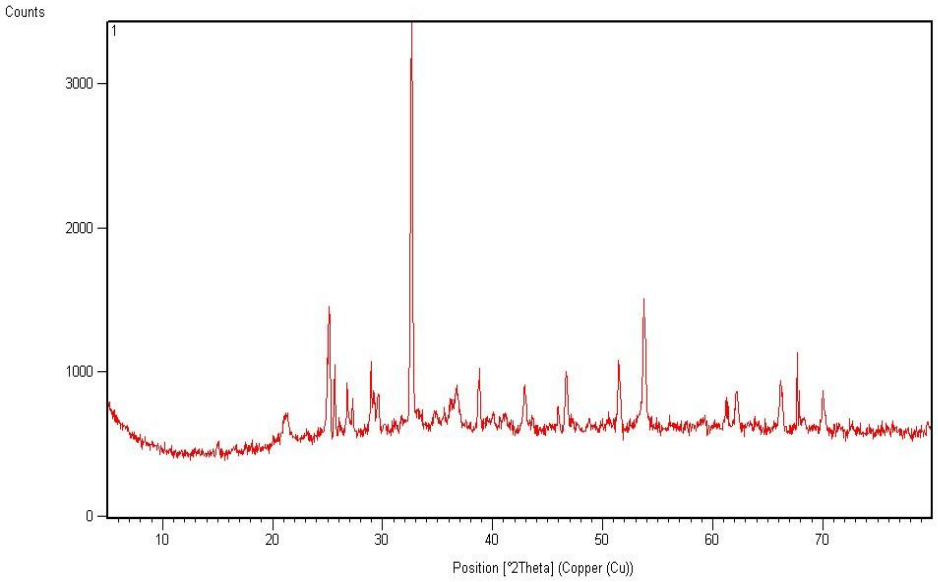
Tablo3.1..XRF ile simitsonit cevherinin kimyasal bileşimi

Bileşen	Konsantrasyon(%)	Bileşen	Kons.(%)	Bileşen	Kons.(%)
Na_2O	8,29	**Ba**	1,058	**Br**	< 0,00010
MgO	3,785	**Cl**	0,00009	**Y**	< 0,00071
Al_2O_3	4,484	**Mo**	0,0169	**La**	< 0,0010%
SO_3	0,4737	**Cd**	0,0396	**WO_3**	< 0,00025
K_2O	0,1127	**Cr_2O_3**	< 0,00074	**Hg**	< 0,00020
CaO	5,528	**ZrO_2**	< 0,068	**Tl**	< 0,00020
ZnO	**36,15**	**Ag**	< 0,00051	**Bi**	< 0,00020
Fe_2O_3	**30,72**	**Nb_2O_5**	< 0,0014	**NiO**	< 0,00026
PbO	**7,383**	**In**	< 0,00051	**CuO**	< 0,00013
Ta_2O_5	0,675	**SnO_2**	< 0,00077	**Ge**	< 0,00010
Sb_2O_5	0,0303	**Te**	< 0,00071	**Se**	< 0,00010
MnO	0,4848	**SiO_2**	< 0,0011	**CoO**	< 0,00039
SrO	0,0097	**V_2O_5**	< 0,00090	**TiO_2**	< 0,00084
As_2O_3	0,763	**P_2O_5**	< 0,00069	**Toplam : % 100**	

Tablo3.2. XRF ile simitsonitin içerisinde bulunan elementlerin % miktarı

Element	Kons. (%)	Element	Kons. (%)	Element	Kons. (%)
Na	6,15	**Fe**	**21,49**	**Si**	< 0,00051
Mg	2,282	**Pb**	**6,854**	**P**	< 0,00030
Al	2,373	**Ta**	0,553	**Ti**	< 0,00051
S	0,1897	**Bi**	< 0,00020	**V**	< 0,00051
K	0,0936	**Hg**	< 0,00020	**Cr**	< 0,00051
Ca	3,951	**Ti**	< 0,00051	**Co**	< 0,00030
Zn	**29,04**	**Tl**	< 0,00020	**Ni**	< 0,00020
As	0,578	**P**	< 0,00030	**Cu**	< 0,00010
Cl	0,00009	**Ge**	< 0,00010	**Se**	< 0,00010
Mo	0,0169	**Br**	< 0,00010	**Y**	< 0,00071
Cd	0,0396	**Zr**	< 0,051	**Nb**	< 0,0010
Ba	1,058	**Ag**	< 0,00051	**In**	< 0,00051
Sb	0,0228	**Sn**	< 0,00061	**Te**	< 0,00071
Mn	0,3755	**La**	< 0,0010	**W**	< 0,00020
Sr	0,0082				
Toplam % : % 75,07		**Kızdırma kaybı:** % 22,73		**Toplam :%** 100	

XRF sonucuna göre çinko miktarı ZnO cinsinden %36,15 , metalik çinko cinsinden % 29,04 olarak bulunmuştur. Simitsonit cevherinin en yüksek oranda içerdiği mineral çinko daha sonra kurşun ve demir gelmektedir. Yapılan XRD analiz sonuçlarına göre; simitsonit cevherin için XRD grafiği Şekil 5.4 de verilmiştir. Ve pik tablosu 5.9 da verilmiştir. Tablo5.9'daki simitsonit cevherine ait pik listesine bakılarak şekil 5.4'teki piklerin simisonit cevherine ait olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 3.1. XRD analiz sonuç

Tablo3.3. Simitsonit cevherine ait Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing[Å]	Rel. Int. [%]
15,0333	75,07	0,1948	5,89336	2,66
21,1781	185,85	0,3897	4,19528	6,59
25,1608	831,74	0,1624	3,53950	29,48
25,6632	328,38	0,1299	3,47134	11,64
26,7740	298,33	0,1299	3,32979	10,57
15,0333	75,07	0,1948	5,89336	2,66
21,1781	185,85	0,3897	4,19528	6,59
25,1608	831,74	0,1624	3,53950	29,48
25,6632	328,38	0,1299	3,47134	11,64
26,7740	298,33	0,1299	3,32979	10,57
27,2751	165,91	0,1948	3,26975	5,88
28,9448	476,69	0,0974	3,08482	16,90
29,6308	236,08	0,2598	3,01494	8,37
32,6370	**2821,30**	**0,1948**	**2,74378**	**100,00**
34,7739	94,66	0,3897	2,57990	3,36
36,7446	274,50	0,1948	2,44594	9,73
38,7774	331,75	0,1948	2,32227	11,76
42,8963	301,44	0,2273	2,10835	10,68
46,6424	332,36	0,2273	1,94738	11,78
51,4717	432,50	0,1624	1,77544	15,33
53,7490	891,59	0,1948	1,70547	31,60
61,2899	84,23	0,3247	1,51248	2,99
62,1614	242,35	0,2273	1,49336	8,59
66,2337	287,84	0,2598	1,41107	10,20
67,7487	193,22	0,3897	1,38316	6,85
70,0232	290,55	0,1584	1,34259	10,30

Çalışmada 4 parametre ve 3 seviye için L9(3^4) li ortogonal dizi kullanarak yapılan deneyler sonucunda çözeltiye geçen çinko miktarı AAS ile ölçülmüştür.

Simitsonit cevherinin fosforik asit ile çözünmesinin optimum şartları belirlenmiştir. Çözündürme işleminde cevherdeki çinkonun ortalama %95,89 demirin ise % 20,15 oranında çözündüğü belirlenmiştir.

Klasik yöntemler kullanılarak 4 parametre 3 seviye deneyleri için 81 deney yapmamız gerekirken, Taguchi'nin geliştirdiği L9(3^4) li ortogonal dizi ile 18 deney yaparak zamandan

tasarruf edilmiş oldu. Elde edilen istatistiksel hesaplamalar Minitab-16 programı yardımıyla yapılmıştır.

L9 (3^4) ortogonal dizini kullanılarak belirlenen şartlarda yapılan deneyler sonucunda, her bir deney konfigürasyonu için 'Ortalama' değerleri hesaplanmıştır. Simitsonitin fosforik asit içerisinde çözünme koşullarına etki eden parametreler, '*en büyük en iyi (Larger is better)'* performans karakteristiği ile optimize edilmiştir. AAS ve voltammetri analiz sonuçlarının S/N oranına göre çizilen grafiklerinde, $A_2B_3C_2D_4$kombinasyonu ortalama kapasitenin en yüksek değerini vermektedir. S/N oranına göre hesaplanan en iyi faktör-seviye kombinasyonu $A_2B_3C_2D_4$ olarak tespit edilmiştir.

AAS sonuçlarından yola çıkılarak yapılan istatiksel hesaplamalara göre ; sıcaklık 50^oC, katı/sıvı oranı 5/100 g/mL, asit konsantrasyonu % 20, süre 60 dakika olarak bulunmuştur. Optimum koşullar altında çözeltiye geçen Zn miktarı AAS için % 95,89 'dur. Minitab 16 programının istatistiksel sonuçlarına göre simitsonit cevherindeki Zn' un fosforik asitte çözünmesinin tahmini değeri AAS için % 95,39'dur.

3.1.Sonuç

Çalıştığımız simitsonit cevherinin XRF analiz sonuçlarına göre içindeki metelik çinko miktarının %26,04 olduğu belirlenmiştir. Simitsonit cevheri yüksek oranda çinko içermektedir.

Yapılan çalışmada belirlenen optimum koşullar ile simitsonit ceheri fosforik asit içerisinde çözün dürülmüş ve elde edilen sonuçlar Minitab 16 programı ile değerlendirilmiştir. Bu programa göre çözeltiye geçen çinko miktarı %95,35 olarak belirlenmiştir. Programa göre elde edilen faktör seviyeleri $A_2B_3C_3D_4$ olarak belirlenmiş, bu kombinasyon ile doğrulama deneyi yapılmıştır. Yapılan doğrulama deneyleri sonucunda çözeltiye geçen çinko miktarı %95,89 olarak hesaplanmıştır. Böylece minitab programın belirlediği çözünen çinko miktarı ile doğrulama deneyinde çinko miktarlarının uyumlu olduğu görülmüştür.

Yapılan analizde en etkili parametrenin süre olduğu tespit edilmiştir .Diğer parametrelerin etkisi ise sırasıyla konsantrasyon, sıcaklık ve katı- sıvı oranıdır.

Uygulanan Taguchi metodu ile kısa zamanda az sayıda deney tasarlanarak optimum koşullar belirlendi. Klasik yollarla 81 deney yapılması gerekirken taguchi metodunun belirlediği deney tasarımı ile 9 deney ve 9 tekrar deneyleri ile 18 deneyde optimum koşullara ulaşıldı.

Çalışmanın birinci aşamasında simitsonit cevherinin fosforik asit çözeltilerinde çözünmesinin optimum şartları tespit edilmiştir. İkinci aşamada ise optimum çözünme şartlarında elde edilen

çözeltiden önce çinko sülfür,daha sonra çinko hidroksit elde edilmiş, son olarak da çinko fosfat elde edilmeye çalışılmıştır. Üretildiği düşünülen çinko fosfatın hızla nem alması ve etonol ile çöktürme sırasında çözünmesi XRD veXRF analizlerinin yapılmasına engel olmuştur.

4. KAYNAKLAR

[1]Anonim 1993, 'Türkiye Kursun-Çinko Envanteri', MTA Yayınları, No:199, Ankara

[2]Anonim 2001, 'Sekizinci Beş Yıllık Kalkınma Planı-Metal Madenler Alt Komisyonu Kurşun-Çinko-Kadmiyum Çalışma Grubu Raporu', Ankara..

[3]Durmaz, S., 2008, 'Taguchi Metodunun Kauçuğun Vulkanizasyonu Prosesine Uygulanması', Sakarya Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi, Sakarya.

[4] Anonim, 2000, Sekizinci Beş Yıllık Kalkınma Planı Demirdışı Metaller Sanayi Özel İhtisas Komisyonu Raporu, Ankara

[5]Hurşit, M., 2008 'Smitsonit (çinko karbonat) Cevherinin Glukonik Asit Çözeltilerinde Çözünme Kinetiği ve Ultrases Enerjisinin Etkisi', Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Doktora Tezi, Erzurum

[6]Ameyhyst Galleries, Inc. 1998, The Mineral Smithsonite..

[7]Şirvancı, M.,1997, ' Kalite için deney tasarımı', Literatür yayınları, 110s, İstanbul.

[8]Öztop, M., 2007, 'Taguchi Deney Tasarım Yöntemi ile Alüminyum Ekstrüzyon Prosesinin İyileştirilmesi' Erciyes Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi, Kayseri.

[9]Özbal, M., 2010, 'Taguchi ve deneysel tasarım metodu', Almatı.

[10] Uslu, T., 2007, 'Faktöriyel Tasarım VE Süreç Optimizasyonu', Dokuz Eylül Üniversitesi , Sosyal Bilimler Enstitüsü Dergisi Cilt 9, Sayı: 1.

[11]Şanyılmaz, M., 2006, 'Deney Tasarımı ve Kalite Geliştirme Faaliyetlerinde Taguchi Yöntemiyle Bir Uygulama', Dumlupınar Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi, Kütahya

[12]Çömlekçi, N., 1988, 'Deney Tasarımı ve Çözümlemesi', Anadolu üniversitesi yayınları, Eskişehir.

[13]Taylan, D.,2009, 'Taguchi Deney Tasarımı uygulaması' Süleyman Demirel Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi, Isparta

[14]Hamzaçebi, Ç., 2000, 'Kalite Yönetiminde Taguchi Felsefesi', Gazi Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi, Ankara..

[15]Oktem, H., Erzurumlu, T., Uzman, İ., 2007, "Application of Taguchi Optimization Technique in Determining Plastic Injection Molding Process Parameters for a Thin-Shell Part",

Metarials and Design,28: 1271-1278

[16]Anagün, A.S., 2000, 'Kalite Kontrolde İleri Teknikler' Ders Notları.

[17]Hamzaçebi, Ç., Kutay, F., 2001, 'Kalite Maliyetlerine Genel Bir Bakış: Taguchi Kayı Fonksiyonu' Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, Cilt: 7, Sayı: 2, 287-293.

[18]Kasman Ş., 2011, 'Lazerle Derin Oyma Tekniğinde EN 7075 Alüminyum Alaşımı için İşlem Parametrelerinin Etkilerinin Taguchi Metodu Kullanılarak İncelenmesi', Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi Cilt: 8, No.2, (41-54).

[19]Gökçe, B., Taşgetiren S., 2009 'Kalite için Deney Tasarımı' Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi" Cilt:6, No.1 (71-83).

[20]Dhawan, N., Safarzadeh, S.M., Birinci, M., (2011) 'Kinetics of Hydrochloric Acid Leaching of Smithsonite', Russian Journal of Non-Ferrous Metals, Vol.52, No.3, p:209-216.

[21]Zhao, Y., Stanforth, R., (2000), ''Production of Zn Powder by Alkaline Treatment of Smithsonite Zn–Pb Ores'', Hydrometallurgy, 56, 237.

[22]Bayrak, Z., 1996, 'Taguchi Yönteminin Kalite Kontrolüne Uygulanması', Kocaeli Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi, Kocaeli.

[23]Bissengaliyeva, M.R., Gogol, D.B., Taimassova, Sh.T., Bekturganov, N.S., 2012,'Experimental Determination of Thermodynamic Characteristics of Smithsonite' J. Chem. Thermodynamics 51, 31–36.

[24]Ju, S., Motang, T., Shenghai, Y., Yingnian, L., 2005, 'Dissolution Kinetics of Smithsonite Ore in Ammonium Chloride Solution' Hydrometallurgy 80 67–74.

[25]Gümüş, R. 2009 'SimitsonitCevherinin Borik Asit Çözeltisi İçerisinde Çözünme Kinetiği' Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi, Manisa.

[26]Özbal, M., 2010, 'Taguchi ve deneysel tasarım metodu', Almatı.

[27] Ross, W., Sykes, S., 1989, 'Optimization of a Hot-stamping Process', American Supplier Institute Inc., Michigan.M., 2010, 'Taguchi ve deneysel tasarım metodu',

[28] Güngör, B., V. 2003 "Genetik Algoritmalarla Optimizasyon ve Bir Örnek Uygulama" İstanbul Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi, İstanbul.

ÖZGEÇMİŞ

ADI SOYADI: Sevim ÖZGÜNDE

DOĞUM YERİ VE TARİHİ: İzmir**-** 13.07.1987

EĞİTİM DURUMU:

2001-2005. Türkbirliği Lisesi (YDA)

2007-2011: Celal Bayar Üniversitesi - Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü

2011- 2012: Celal Bayar Üniversitesi- Pedagojik Formasyon Eğitimi

2011-2014: Celal Bayar Üniversitesi- Fen Bilimleri Enstitüsü- Fizikokimya

İLETİŞİM:

e-mail: sevim.ozgunde@gmail.com