T.C.
İSTANBUL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

DOKTORA TEZİ

TEK VİDALI EKSTRUDERLERİN PERFORMANS TESPİTİ VE İDEAL VİDA TASARIMI

Mustafa Fatih ERGİN

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Proses ve Reaktör Tasarımı Programı

DANIŞMAN
Prof. Dr.İsmail AYDIN

Haziran, 2017

İSTANBUL

Bu çalışma 15.06.2017 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı Proses ve Reaktör tasarımı Programında Doktora Tezi olarak Kabul edilmiştir.

Tez Jürisi

Prof.Dr. İsmail AYDIN (Danışman)
İstanbul Üniversitesi
Mühendislik Fakültesi

Prof.Dr. Paşa YAYLA
Marmara Üniversitesi
Mühendislik Fakültesi

Doç.Dr. Ali DURMUŞ
İstanbul Üniversitesi
Mühendislik Fakültesi

Prof.Dr. Mustafa ÖKSÜZ
Yalova Üniversitesi
Mühendislik Fakültesi

Doç.Dr. Tuncer YALÇINYUVA
İstanbul Üniversitesi
Mühendislik Fakültesi

ÖNSÖZ

Onun rehberliği ve motivasyonu sadece araştırma konum üzerinde olmamış, aynı zamanda dürüst ve güvenilir bir akademisyen olarak gelişip ilerlememde de yardımcı olmuştur. Düştüğünde kaldıran, kızdığında bile sürekli destekleyen, araştırma ve diğer deneyimlerini cömertçe paylaşan yeni bir zihniyet ve yaklaşım sağlamıştır. Ayrıca yılmadan savaşmayı öğrettiği ve yazamayacağım her şey için Danışmanım Dr. İsmail AYDIN'a en içten teşekkürlerimi sunarım. Hiç bir zaman yardımlarını esirgemeyen ve çalışma sırasında farklı pencerelerden bakmamı sağlayan Hocam Prof. Dr. Paşa YAYLA, Doç. Dr. Ali DURMUŞ'a, ve her zaman öğrencisini destekleyen **İstanbul Üniversitesi**'ne teşekkürü borç bilirim.

Hammadde tedariğinde katkılarından dolayı DuPont ve Ravago'ya, ekstruderin yapımındaki katkılarından dolayı Mikrosan A.Ş.'ye ve Emena Ekstruder'e teşekkür ediyorum.

Zor, karanlık günlerde sağlam bir ele ihtiyaç duyduğunuz zamanlarda ki elin sahibi Nusret Hocam herşey için sağolun...

Annem, babam ve kardeşim Mihrace sizlerin sürekli dualarınızı almak ve bitmeyen desteklerinizi hissetmek hep bana güç verdi. İyi ki varsınız.

Uzun, karanlık ve çıkmaz günlerde yılmadan usanmadan destek olan ve dört duvarı bana yuva yapan Eşim AYFER. Bana hem arkadaş, hem en yakın dost oldun. Uzun bir çalışma ve mücadele döneminin her aşamasında Hâk için Hak mücadelesinde beni yalnız bırakmayan Oğullarım Mustafa Yavuz ve Ahmet Ömer ve bana rehberlik yapan eşim…

Bu eser sizlere adamıştır,

Haziran, 2017 Mustafa Fatih ERGİN

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖNSÖZ ..... **i**
İÇİNDEKİLER ..... **ii**
ŞEKİL LİSTESİ ..... **vi**
TABLO LİSTESİ ..... **xv**
SİMGE VE KISALTMA LİSTESİ ..... **xvi**
ÖZET ..... **xvii**
SUMMARY ..... **xix**
1. GİRİŞ **1**
1.1. POLİMERLERİN SINIFLANDIRILMASI 4
1.2. POLİMER İŞLEME YÖNTEMLERİ 5
1.3. FİZİKSEL MODELLEME VE OPTİMİZASYON: TEZİN AMACI 6
2. GENEL KISIMLAR **8**
2.1. GİRİŞ 8
2.2. EKSTRUZYON VE EKSTRUDER VİDA GEOMETRİSİ 8
2.2.1. Katı taşıma bölgesi 10
2.2.2. Erime bölgesi 11
2.2.3. Aktarma bölgesi 15
2.3. EKSTRÜZYON SIRASINDA GERÇEKLEŞEN KARIŞTIRMA DAVRANIŞI 17
2.4. TEK VİDALI EKSTRÜZYONUN KARIŞTIRMA ÖZELLİKLERİ 19
2.4.1. Karıştırma çalışmalarındaki incelenen değişkenler 19
2.4.1.1. Çalışma koşulları: 19
2.4.1.2. Vida tasarımı 20
2.5. EKSTRÜZYON PROSESİNİN İZLENMESİ 22
2.5.1. Near-Infrared Spektrokopisi (NIR) 24
2.5.2. Mıd-Kızılötesi Spektroskopi (MIR) 26
2.5.3. Raman Spektrokopisi 27
2.5.4. UV/VIS Spektrokopisi 29
2.5.5. In-Situ Görselleştirme Çalışmaları 29

2.6. EKSTRUDERDE KALMA SÜRESİ DAĞILIMI (RESIDINCE TIME DISTRIBUTION) 31
2.6.1. Kalma Zamanı Dağılımı Hesaplama Yöntemleri 33
2.7. DENEYSEL TASARIM 36
2.8. DENEY TASARIMINDA KULLANILAN BAZI TANIMLAR 37
2.8.1. Faktöriyel Tasarım 37
2.8.2. Varyans Analizi (ANOVA) 38
2.8.3. Karışım Dizaynı 38
2.9. ÖZET 41
3. MALZEME VE YÖNTEM 42
3.1. GİRİŞ 42
3.2. CİHAZLAR 42
3.2.1. Ekstruder Sistemi 42
3.2.1.1. Şeffaf" ekstruder kovanı 45
3.2.1.2. Vida tasarımı 46
3.2.2. AR-G2 Reometresi 49
3.2.3. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (Azaltılmış Toplam Reflektans – ATR) 51
3.2.4. Termal Gravimetrik Analiz (TGA) 51
3.3. MALZEMELER 52
3.3.1. Etilen Vinil Asetat (EVA) Kopolimeri 52
3.3.2. Polistiren Boncuk 53
3.4. YÖNTEM 53
3.4.1. Reolojik Denemeler 53
3.4.1.1. Yüzey Sınır Koşullarının Hazırlanması 54
3.4.1.2. Akış Prosedürünün Hazırlanması 55
3.4.1.3. AR-G2 Reometre Cihazında Denemenin Yapılması 57
3.4.2. Kalma Süresi Dağılımının Belirlenmesi 58
3.4.3. Deneysel Tasarım 62
3.4.3.1. Faktoriyel Tasarım 62
3.4.3.2. Karışım Deney Tasarımı (Mixture Design) 63
3.5. SONUÇ 65
4. BULGULAR 66
4.1. GİRİŞ 66
4.2. ETİLEN VİNİL ASETAT ANALİZİ 66

4.2.1. Fourier Dönüşümlü Infrared Spektrofotometre (FT - IR) Analizi 66
4.2.2. Termal Gravimetrik Analiz (TGA).....67
4.2.3. Reolojik Analiz.....68
4.2.3.1. Kullanılan polimer model malzemelerin uzama testi sonuçları.....70
EVA40W uzama testi sonuçları 71
EVA150W uzama testi sonuçları 73
EVA210W uzama testi sonuçları 75
4.2.3.2. Kullanılan polimer model malzemelerin frekans testi sonuçları 77
4.2.3.3. Kullanılan polimer model malzemelerin viskozite testi sonuçları 85
4.2.3.4. Kullanılan polimer model malzemelerin titreşim süresi denemeleri 100
4.3. KALMA SÜRESİ DAĞILIMI 102
4.3.1. EVA40W Kalma Süresi Dağılımı 102
4.3.1.1. EVA40W Vida Seti 1 Kalma Süresi Dağılımı.....102
4.3.1.2. EVA40W Vida Seti 2 Kalma Süresi Dağılımı.....108
4.3.1.3. EVA40W Vida Seti 3 Kalma Süresi Dağılımı.....110
4.3.2. EVA150W Kalma Süresi Dağılımı 112
4.3.2.1. EVA150W Vida Seti 1 Kalma Süresi Dağılımı.....112
4.3.2.2. EVA150W Vida Seti 2 Kalma Süresi Dağılımı.....118
4.3.2.3. EVA150W Vida Seti 3 Kalma Süresi Dağılımı.....120
4.3.3. EVA210W Kalma Süresi Dağılımı 122
4.3.3.1. EVA210 Vida Seti 1 Kalma Süresi Dağılımı.....122
4.3.3.2. EVA210W Vida Seti 2 Kalma Süresi Dağılımı.....128
4.3.3.3. EVA210W Vida Seti 3 Kalma Süresi Dağılımı.....130
4.4. EKSTRUDER İÇERİSİNDEKİ AKIŞ DAVRANIŞININ GÖRSEL OLARAK İNCELENMESİ.....132
4.5. DENEYSEL TASARIMIN EKSTRÜZYONDA UYGULANMASI 140
4.5.1. Full Faktöriyel Metodunun Tek Vidalı Ekstrüzyonda Uygulanması 140
4.5.1.1. EVA40W model malzemesi için full faktöriyel metodunun uygulanması 140
4.5.1.2. EVA150W model malzemesi için full faktöriyel metodunun uygulanması 145
4.5.1.3. EVA210W model malzemesi için full faktöriyel metodunun uygulanması 151
4.5.2. Karışım Dizaynı (MIXTURE DESIGN) Metodu.....155
4.5.2.1. EVA 40W model malzemesi için full faktöriyel metodunun uygulanması 157

4.5.2.2. EVA150W model malzemesi için full faktöriyel metodunun uygulanması 170
4.5.2.3. EVA210W model malzemesi için full faktöriyel metodunun uygulanması 183
5. TARTIŞMA VE SONUÇ 195
5.1. GÖRSEL SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ 196
5.2. REOLOJİK SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ 197
5.3. OPTİMİZASYON SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ 198
5.4. İLERİDE YAPILACAK ÇALIŞMALAR 201
KAYNAKLAR 202
EKLER 214
ÖZGEÇMİŞ 216

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa No

Şekil 1.1: Dünya plastik / çelik üretim kıyaslaması (1950-2015). 1

Şekil 1.2: Dünya ve Avrupa'da polimer tüketimi (1950-2015). 2

Şekil 1.3: Toplam plastik atık/geri dönüşüm grafiği (2006 – 2014) 2

Şekil 1.4: Tez adı ve Tez çalışmasının temel kavramları. 4

Şekil 1.5: Polimerlerin sınıflandırılması. 5

Şekil 2.1: Tek vida taşıma mekanizması. 9

Şekil 2.2: Tek vidalı ekstruder ve temel bileşenleri. 10

Şekil 2.3: Tadmor Erime Modeli: (a) Erime bölgesindeki ekstruder vida kanalının ideal kesit alanı (b) Kırılan katı yatağın erimesi. 12

Şekil 2.4: Farklı erime modelleri için ekstruder vida kanalının şematik kesit alanı: (a) Tadmor Modeli (b) Donovan Modeli (c) Edmonson ve Fenner Modeli (d) Shapio ve arkadaşları Modeli (e) Lindt Modeli. 13

Şekil 2.5: Vida kanalına ait düz plaka modelinin şekli. 15

Şekil 2.6: Dağılma (dispersive) ve yayılma (distributive) karışım etkileri 18

Şekil 2.7: Ekstrüzyon denemeleri sırasında in-line, on-line ve off-line ölçümleri. 23

Şekil 2.8: Atış yöntemi. 35

Şekil 2.9: Kalma zamanı dağılım eğrisi. 36

Şekil 2.10: Deney tasarımı proses modeli. 37

Şekil 2.11: Üç bileşen faktör uzayı. 39

Şekil 2.12: Üç bileşen için simpleks merkez tasarım. 40

Şekil 2.13: Üç bileşen için simpleks kafes 1.derece tasarım. 40

Şekil 2.14: Üç bileşen için simpleks kafes 2.derece tasarım. 40

Şekil 3.1: Deney çalışmasına ait akış şeması. 43

Şekil 3.2: Ekstruder bileşenlerinin yer aldığı ekstruder sistemi. 44

Şekil 3.3: Cam ana kovan. 45

Şekil 3.4: Dış ceket kovan.....45

Şekil 3.5: Isıtma bölgelerinin gösterildiği kovan. 45

Şekil 3.6: Tez çalışmasında kullanılan erime bölgesi sabit vidalar. 46

Şekil 3.7: Bu tez çalışmasında kullanılan katı taşıma bölgesi sabit vidalar.....47

Şekil 3.8: Bu tez çalışmasında kullanılan aktarma bölgesi sabit vidalar. 47

Şekil 3.9:Çalışmalarda kullanılan AR-G2 reometresi.....50

Şekil 3.10: Kullanılan reometrenin şematik gösterimi.....50

Şekil 3.11: Cam yüzeyli alt taban. 54

Şekil 3.12: Gerçekleştirilen mapping işlemi. 55

Şekil 3.13: Geometriye uygulanan boşluk alma (zero gap) işlemi. 55

Şekil 3.14: Reolojik akış çalışma prosedürünün hazırlanması.....56

Şekil 3.15: Malzemenin alt plakaya yerleştirilmesi. 57

Şekil 3.16: Malzemenin paralel plakalar arasındaki tam olarak erimiş hali. 57

Şekil 3.17: Malzemenin paralel plakalar arasında katılaşmaya başlaması. 57

Şekil 3.18: Deneysel çalışmanın şematik gösterimi.....59

Şekil 3.19: Sıcak baskı yöntemi ile film haline getirilmiş model malzeme – belirteç malzeme karışımı.....59

Şekil 3.20: Belirteç malzemenin Matlab programı ile sayılması. 60

Şekil 3.21: Matlab programı ile bakteri sayılması. 60

Şekil 3.22: Şeffaf kovanlı tek vidalı ekstruderlerde kalma süresi dağılımını deneysel olarak gösteren akış şeması. 61

Şekil 3.23: Kullanılan deneysel çalışma için faktör seviyeleri. 63

Şekil 3.24: Kullanılan deneysel çalışma için deney tasarımı.....63

Şekil 3.25: Mixture Design için tasarım türünün seçilmesi. 64

Şekil 3.26: Mixture Design için deney tasarım örgüsü.....64

Şekil 4.1: Model polimer malzemelerin FT–IR spektrumları.....67

Şekil 4.2: Her bir polimer model malzemeye ait azot atmosferindeki termogravimetrik ağırlık kaybı eğrileri. 68

Şekil 4.3: Polimer model malzemelere ait toplu termogravimetrik ağırlık kaybı eğrisi. 68

Şekil 4.4: Polimer malzeme - ekstruder ve malzemenin ortaya koymuş olduğu performans ilişkisinde reolojinin oynamış olduğu rol. 69

Şekil 4.5: Cam tabana sahip reoloji cihazı. 70

Şekil 4.6: Deformasyona ortaya koymak için kullanılan G' - %Uzama grafiği. 71

Şekil 4.7: Model malzeme EVA40W'nin depolama modülün (G') uzama ile değişimi. 72

Şekil 4.8: Model malzeme EVA 40W'nin kritik uzama sıcaklık ile değişimi. 73

Şekil 4.9: Model malzeme EVA150W'nin depolama modülün (G') uzama ile değişimi. 74

Şekil 4.10: Model malzeme EVA 150W'nin kritik uzama sıcaklık ile değişimi. 74

Şekil 4.11: Model malzeme EVA210W'nin depolama modülün (G') uzama ile değişimi. 75

Şekil 4.12: Model malzeme EVA 210W'nin kritik uzama sıcaklık ile değişimi. 76

Şekil 4.13: Kullanılan model malzemelerinin (%VA olarak) uzama değişimleri. 77

Şekil 4.14:EVA 40W depolama modülünün (G') açısal frekans (ω) ile değişimi. 78

Şekil 4.15:EVA 40W kayıp modülünün (G") açısal frekans (ω) ile değişimi. 78

Şekil 4.16:EVA 150W depolama modülünün (G') açısal frekans (ω) ile değişimi. 79

Şekil 4.17:EVA 150W kayıp modülünün (G") açısal frekans (ω) ile değişimi. 79

Şekil 4.18:EVA 210W depolama modülünün (G') açısal frekans (ω) ile değişimi. 80

Şekil 4.19:EVA 210W kayıp modülünün (G") açısal frekans (ω) ile değişimi. 80

Şekil 4.20: Model malzemelerin depolama (G') ve kayıp modül değerlerinin (G") açısal frekans (ω) ile değişiminin gösterimi. 81

Şekil 4.21: TTS uygulandıktan sonra elde edilen genel G' ve G" grafiği. 82

Şekil 4.22: EVA 40W G' ve G" modüllerinin frekansa bağlı TTS eğrisi, referans sıcaklık 85 °C. 84

Şekil 4.23: EVA150W G' ve G" modüllerinin frekansa bağlı TTS eğrisi, referans sıcaklık 85 °C. 84

Şekil 4.24: EVA210W G' ve G" modüllerinin frekansa bağlı TTS eğrisi, referans sıcaklık 85 °C. 85

Şekil 4.25: EVA40W viskozite ve kayma gerilmesinin kayma hızı ile değişimi. 87

Şekil 4.26: EVA150W viskozite ve kayma gerilmesinin kayma hızı ile değişimi. 87

Şekil 4.27: EVA210W viskozite ve kayma gerilmesinin kayma hızı ile değişimi. 88

Şekil 4.28: Kullanılan model malzemeler için viskozite oranları. 90

Şekil 4.29: EVA 40W viskozite profili a) 30rpm b) 50 rpm c) 70 rpm. 91

Şekil 4.30: EVA 150W viskozite profili a) 30rpm b) 50 rpm c) 70 rpm. 94

Şekil 4.31: EVA 210W viskozite profili a) 30rpm b) 50 rpm c) 70 rpm. 97

Şekil 4.32: EVA 40W'nın depolama modülünün süreyle değişimi. 100

Şekil 4.33: EVA 150W'nin depolama modülünün süreyle değişimi. 101

Şekil 4.34: EVA 210W'nun depolama modülünün süreyle değişimi. 101

Şekil 4.35: EVA40W 55 °C'de 30, 50 ve 70 devirlerde, vida seti 1 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.....104

Şekil 4.36: EVA40W 65 °C'de 30, 50 ve 70 devirlerde, vida seti 1 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.....105

Şekil 4.37: EVA40W 75 °C'de 30, 50 ve 70 devirlerde, vida seti 1 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.....106

Şekil 4.38: EVA40W Vida seti 1 vida tasarımlarının farklı vida hızları ve a) 55 °C b) 65 °C ve c) 75 °C MRT etkisi. 107

Şekil 4.39: EVA40W için 65 ve 75 °C'de 50 ve 70 rpm devirlerde, vida seti 2 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi. 109

Şekil 4.40: EVA 40W Vida seti 2 vida tasarımlarının farklı vida hızları ve a) 65 °C ve b) 75 °C MRT etkisi. 110

Şekil 4.41: EVA40W için 65 ve 75 °C'de 50 ve 70 rpm devirlerde, vida seti 3 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi. 111

Şekil 4.42: EVA 40W Vida seti 3 vida tasarımlarının farklı vida hızları ve a) 65 °C ve b) 75 °C MRT etkisi. 112

Şekil 4.43: EVA150W 75 °C'de 30, 50 ve 70 devirlerde, vida seti 1 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.....114

Şekil 4.44: EVA150W 85 °C'de 30, 50 ve 70 devirlerde, vida seti 1 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.....115

Şekil 4.45: EVA150W 95 °C'de 30, 50 ve 70 devirlerde, vida seti 1 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.....116

Şekil 4.46: EVA150W Vida seti 1 vida tasarımlarının farklı vida hızları ve a) 75 °C b) 85 °C ve c) 95 °C MRT etkisi. 117

Şekil 4.47: EVA150W için 85 ve 95 °C'de 50 ve 70 rpm devirlerde, vida seti 2 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi. 119

Şekil 4.48: EVA 150W Vida seti 2 vida tasarımlarının farklı vida hızları ve a) 85 °C ve b) 95 °C MRT etkisi. 120

Şekil 4.49: EVA150W için 85 ve 95 °C'de 50 ve 70 rpm devirlerde, vida seti 3 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi. 121

Şekil 4.50: EVA 150W Vida seti 3 vida tasarımlarının farklı vida hızları ve a) 85 °C ve b) 95 °C MRT etkisi. 122

Şekil 4.51: EVA210W 65 °C'de 30, 50 ve 70 devirlerde, vida seti 1 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.....124

Şekil 4.52: EVA210W 75 °C'de 30, 50 ve 70 devirlerde, vida seti 1 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.....125

Şekil 4.53: EVA210W 85 °C'de 30, 50 ve 70 devirlerde, vida seti 1 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.....126

Şekil 4.54: EVA210W Vida seti 1 vida tasarımlarının farklı vida hızları ve a) 65 °C b) 75 °C ve c) 85 °C MRT etkisi. 127

Şekil 4.55: EVA210W için 75 ve 85 °C'de 50 ve 70 rpm devirlerde, vida seti 2 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi. 129

Şekil 4.56: EVA 210W Vida seti 2 vida tasarımlarının farklı vida hızları ve a)75 °C ve b) 85 °C MRT etkisi. 130

Şekil 4.57: EVA210W için 75 ve 85 °C'de 50 ve 70 rpm devirlerde, vida seti 3 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi. 131

Şekil 4.58: EVA 210W Vida seti 3 vida tasarımlarının farklı vida hızları ve a) 75 °C ve b) 85 °C MRT etkisi. 132

Şekil 4.59: Katı yatak profili ve bu profilin ayrışmasının gözlenmesi. 134

Şekil 4.60: Gecikme bölgesinin cam ekstruder içerisinde gösterimi. 135

Şekil 4.61: 55, 65 ve 75 °C'de tüm vida hızları için belirteç malzeme dağılımları. 138

Şekil 4.62: Kovan içerisinde gerçekleşen laminer akış. 139

Şekil 4.63: EVA40W model malzemesi için deney faktörleri ve seviyeleri.....140

Şekil 4.64: EVA40W model malzemesine ait çalışma için kullanılan deney tasarımı. 140

Şekil 4.65: EVA40W model malzemesi için tahmin edilen regresyon katsayıları ve Anova tablosu. 141

Şekil 4.66: EVA40W model malzemesi için vida tasarımı, vida hızı ve sıcaklık değişkenleri için ana etki grafikleri. 142

Şekil 4.67: EVA40W model malzemesine ait kullanılan deney için faktörlerin etki dağılımını gösteren pasta grafiği. 142

Şekil 4.68: EVA40W model malzemesi için proses değişkenlerinin çoklu değişken grafiği. 143

Şekil 4.69: EVA40W model malzemesi için MRT ve tahmin edilen (FITS) değerlerinin karşılaştırılmalı gösterimi. 145

Şekil 4.70: EVA150W model malzemesine ait çalışma için kullanılan deney tasarımı. 146

Şekil 4.71: EVA150W model malzemesi için tahmin edilen regresyon katsayıları ve Anova tablosu. 147

Şekil 4.72: EVA150W model malzemesi için vida tasarımı, vida hızı ve sıcaklık değişkenleri için ana etki grafikleri. 148

Şekil 4.73: EVA150W model malzemesine ait kullanılan deney için faktörlerin etki dağılımını gösteren pasta grafiği. 148

Şekil 4.74: EVA150W model malzemesi için proses değişkenlerinin çoklu değişken grafiği. 149

Şekil 4.75: EVA150W model malzemesi için MRT ve tahmin edilen (FITS) değerlerinin karşılaştırılmalı gösterimi. 150

Şekil 4.76: EVA210W model malzemesine ait çalışma için kullanılan deney tasarımı. 151

Şekil 4.77: EVA210W model malzemesi için tahmin edilen regresyon katsayıları ve Anova tablosu. 152

Şekil 4.78: EVA210W model malzemesi için vida tasarımı, vida hızı ve sıcaklık değişkenleri. 153

Şekil 4.79: EVA210W model malzemesine ait kullanılan deney için faktörlerin etki dağılımını gösteren pasta grafiği. 153

Şekil 4.80: EVA210W model malzemesi için proses değişkenlerinin çoklu değişken grafiği. 154

Şekil 4.81: Mixture Design tasarım programının seçilmesi. 157

Şekil 4.82: EVA 40W Vida set 1 için bileşen ve proses değişkenlerin girilmesi. 158

Şekil 4.83: EVA 40W model malzemesi Vida seti 1 için tasarlanan deney seti.....158

Şekil 4.84: EVA 40W model malzemesi Vida seti 1 için MRT ve Erime için hedef değerlerin belirlenmesi. 158

Şekil 4.85: EVA 40W model malzemesi Vida seti 1 için response optimizer değerleri. 159

Şekil 4.86: EVA 40W model malzemesi Vida seti 1 için response optimizer grafikleri a) Vida 1, b) Vida 2 c) Vida 3. 160

Şekil 4.87: EVA 40W Vida set 2 için bileşen ve proses değişkenlerin girilmesi. 162

Şekil 4.88: EVA 40W model malzemesi vida seti 2 için tasarlanan deney seti.....162

Şekil 4.89: EVA 40W model malzemesi Vida seti 2 için MRT, erime ve viskozite için hedef değerlerin belirlenmesi. 163

Şekil 4.90: EVA 40W model malzemesi Vida seti 2 için response optimizer değerleri. 163

Şekil 4.91: EVA 40W model malzemesi Vida seti 2 için response optimizer grafikleri a) Vida 3, b) Vida 4 c) Vida 5. 164

Şekil 4.92: EVA 40W model malzemesi Vida seti 2 için response optimizer tarafından önerilen vida tasarımı. 165

Şekil 4.93: EVA 40W model malzemesi vida seti 3 için tasarlanan deney seti.....166

Şekil 4.94: EVA 40W model malzemesi Vida seti 3 için MRT ve Erime için hedef değerlerin belirlenmesi. 167

Şekil 4.95: EVA 40W model malzemesi Vida seti 3 için response optimizer değerleri. 167

Şekil 4.96: EVA 40W model malzemesi Vida seti 3 için response optimizer grafikleri a) Vida 3, b) Vida 6 c) Vida 7. 168

Şekil 4.97: EVA 40W model malzemesi Vida seti 3 için response optimizer tarafından önerilen vida tasarımı. 169

Şekil 4.98: EVA 150W Vida set 1 için bileşen ve proses değişkenlerin girilmesi. 171

Şekil 4.99: EVA 150W model malzemesi Vida seti 1 için tasarlanan deney seti.....171

Şekil 4.100: EVA 150W model malzemesi Vida seti 1 için MRT, erime ve viskozite için hedef değerlerin belirlenmesi. 172

Şekil 4.101: EVA 150W model malzemesi Vida seti 1 için response optimizer değerleri. 172

Şekil 4.102: EVA 150W model malzemesi Vida seti 1 için response optimizer grafikleri a) Vida 1, b) Vida 2 c) Vida 3. 173

Şekil 4.103: EVA 150W Vida set 2 için bileşen ve proses değişkenlerin girilmesi. 175

Şekil 4.104: EVA 150W model malzemesi vida seti 2 için tasarlanan deney seti.....175

Şekil 4.105: EVA 150W model malzemesi Vida seti 2 için MRT, erime ve viskozite için hedef değerlerin belirlenmesi. 176

Şekil 4.106: EVA 150W model malzemesi Vida seti 2 için response optimizer değerleri. 176

Şekil 4.107: EVA 150W model malzemesi Vida seti 2 için response optimizer grafikleri a) Vida 3, b) Vida 4 c) Vida 5. 177

Şekil 4.108: EVA 150W model malzemesi vida seti 3 için tasarlanan deney seti.....179

Şekil 4.109: EVA 150W model malzemesi vida seti 3 için tasarlanan deney seti.....179

Şekil 4.110: EVA 150W model malzemesi Vida seti 3 için MRT, Erime ve Viskozite için hedef değerlerin belirlenmesi. 180

Şekil 4.111: EVA 150W model malzemesi Vida seti 3 için response optimizer değerleri. 180

Şekil 4.112: EVA 150W model malzemesi Vida seti 3 için response optimizer grafikleri a) Vida 3, b) Vida 6 c) Vida 7. 181

Şekil 4.113: EVA 210W model malzemesi Vida seti 1 için tasarlanan deney seti.....183

Şekil 4.114: EVA 210W Vida set 1 için bileşen ve proses değişkenlerin girilmesi. 184

Şekil 4.115: EVA 210W model malzemesi Vida seti 1 için MRT, Erime ve Viskozite için hedef değerlerin belirlenmesi. 184

Şekil 4.116: EVA 150W model malzemesi Vida seti 2 için response optimizer değerleri. 184

Şekil 4.117: EVA 210W model malzemesi Vida seti 1 için response optimizer grafikleri a) Vida 1, b) Vida 2 c) Vida 3. 185

Şekil 4.118: EVA 210W model malzemesi Vida seti 2 için tasarlanan deney seti.....187

Şekil 4.119: EVA 210W Vida set 2 için bileşen ve proses değişkenlerin girilmesi. 188

Şekil 4.120: EVA 210W model malzemesi Vida seti 2 için MRT, Erime ve Viskozite için hedef değerlerin belirlenmesi. 188

Şekil 4.121: EVA 210W model malzemesi Vida seti 2 için response optimizer değerleri. 188

Şekil 4.122: EVA 210W model malzemesi Vida seti 2 için response optimizer grafikleri a) Vida 3, b) Vida 4 c) Vida 5. 189

Şekil 4.123: EVA 210W model malzemesi Vida seti 3 için tasarlanan deney seti.....191

Şekil 4.124: EVA 210W Vida set 3 için bileşen ve proses değişkenlerin girilmesi. 191

Şekil 4.125: EVA 210W model malzemesi Vida seti 3 için MRT, Erime ve Viskozite için hedef değerlerin belirlenmesi. 192

Şekil 4.126: EVA 150W model malzemesi Vida seti 2 için response optimizer değerleri. 192

Şekil 4.127: EVA 210W model malzemesi Vida seti 3 için response optimizer grafikleri a) Vida 3, b) Vida 6 c) Vida 7. 193

Şekil 5.1: Vida içerisindeki malzemenin erime performansının çıplak göz ile takip edilmesi.....197

TABLO LİSTESİ

Sayfa No

Tablo 2.1: Optik spektroskopi ultraviyole görünür spektroskopi dalgaboyu aralıkları. 23

Tablo 3.1: Kullanılan vidaların boyut bilgileri. 48

Tablo 3.2: Tez çalışmasında kullanılan etilen vinil asetat (EVA) kopolimerlerine ait temel özellikler. 52

Tablo 3.3: Tez çalışmasında "belirteç partikül" olarak kullanılan genleşebilen polistiren (EPS).....53

Tablo 3.4: Steady state flow testi çalışma koşulları. 56

Tablo 3.5: Ekstruder sistemi için çalışma koşulları. 58

Tablo 4.1: Model malzeme EVA'ya ait karakteristik pikler. 67

Tablo 4.2: EVA40W'nin farklı sıcaklıklarda ortaya koyduğu plato modül (Gp') ve kritik uzama değerleri. 72

Tablo 4.3: EVA150W'nin farklı sıcaklıklarda ortaya koyduğu plato modül (Gp') ve kritik uzama değerleri. 74

Tablo 4.4: Model malzeme EVA210W'nin farklı sıcaklıklarda ortaya koyduğu plato modül (Gp') ve kritik uzama değerleri. 76

Tablo 4.5: EVA 40W kopolimerine ait yüksek ($\eta\omega$=100) ve düşük frekans ($\eta\omega$=0.1) viskoziteleri ve viskozite oranları (ηr=$\eta\omega$=0.1/$\eta\omega$=100). 88

Tablo 4.6: EVA 150W kopolimerine ait yüksek ($\eta\omega$=100) ve düşük frekans ($\eta\omega$=0.1) viskoziteleri ve viskozite oranları (ηr=$\eta\omega$=0.1/$\eta\omega$=100). 89

Tablo 4.7: EVA 210W kopolimerine ait yüksek ($\eta\omega$=100) ve düşük frekans ($\eta\omega$=0.1) viskoziteleri ve viskozite oranları (ηr=$\eta\omega$=0.1/$\eta\omega$=100). 89

Tablo 4.8: EVA 40W'nin vida ve proses koşullarına bağlı erime noktaları. 135

Tablo 4.9: EVA 210W'nin vida ve proses koşullarına bağlı erime noktaları. 136

Tablo 4.10: EVA 150W'nin vida ve proses koşullarına bağlı erime noktaları. 136

SİMGE VE KISALTMA LİSTESİ

Simgeler	**Açıklama**
$E(t)$	: Kalma Zamanı Dağılım Fonksiyonu (RTD, sn)
τ	: Ortalama Kalma Zamanı (MRT, sn)
t_{min}	: Minimum Kalma Zamanı (sn)
t	: Zaman (sn)
Δt	: Zaman Değişimi (sn)
gr	: Gram
rpm	: Dakikadaki Devir Sayısı (Revolution Per Minute)
γ	: Kayma Hızı (Shear Rate, sn^{-1})
$C(t)$	: Belirteç Malzeme (Tracer) Miktarı (adet/10sn)
N_0	: Belirteç Malzeme (Tracer) Miktarı (gram)
ΔN	: Belirteç Malzeme (Tracer) Değişim Miktarı (gram)
$\dot{V}$	: Volumetrik Akış Hızı (m^3/sn)
N	: Vida Hızı (rpm)
θ	: Normalleştirilmiş zaman

Kısaltmalar	**Açıklama**
EVA	: Etilen Vinil Asetat
EPS	: Genleşebilen Polistiren
MRT	: Ortalama Kalma Süresi (Mean Residence Time)
RTD	: Kalma Zamanı Dağılımı (Residence Time Distribution)
wt	: Ağırlıkça (Weight)
Dc	: Vida Çapı
DOE	: Deneysel Tasarım (Design of Experiment)

ÖZET

DOKTORA TEZİ

TEK VİDALI EKSTRUDERLERİN PERFORMANS TESPİTİ VE İDEAL VİDA TASARIMI

Mustafa Fatih ERGİN

İstanbul Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman : Prof. Dr.İsmail AYDIN

Plastik endüstrisinde kullanılan vidalı ekstrüzyon prosesi, plastik malzemenin vida-kovan çeperlerinde yoğrulması ve eritilmesi ile basınç altında kalıptan geçirilerek şekil verilmesi işlemidir. Plastik malzeme; soğumasına neden olmayacak sıcaklığa sahip olduğu kabul edilen kalıptan çıkarken, tamamen plastize olmuştur.

Ekstrüzyon prosesinden elde edilen verimin artırılması bu alandaki çalışmalar için motive edici faktör olmuştur. Bu amaçla genelde sabit ve kontrol edilebilir hızda, üniform sıcaklıkta plastize olmuş malzemenin sürekli olarak elde edilmesinde kullanılan vidalı ekstruderlerin geliştirilmesi çalışmaları daima devam etmiştir ve günümüzde de güncelliğini korumaktadır. Oysa vidalı ekstruder makinası içinde yer alan "motor-redüktör-besleme-vida ve kovan" sistemi için "çalışan, başarılı bir kapalı analitik çözüm" maalesef henüz mevcut değildir. Sistem oldukça karmaşıktır ve bu sistem içinde muhatap alınan "malzemenin, kendisine mahsus işlenebilme proses koşullarında gösterdiği vida-kovan çeperlerindeki karakteristik davranışı" ekstruder veriminin artırılmasında çalışılması gereken temel konudur. Daha net deyimle; "ekstruderlerde malzemenin kalma süresinin, reolojik akışının ve erime mesafesinin tespiti"önemlidir. İşte bu Tez; bu konuyu amaç edinmiştir. Vida yapısı olarak da "tek vidalı ekstruder sistemi" ele alınmıştır. Bu amaçla; çalışma süresince kullanılan ekstruder; katı taşıma, erime ve aktarma bölgeleri olmak üzere değerlendirilmiştir. Plastikleştirme görevinin yerine getirebilmesi için ayrı vida konfigrasyonlarına sahip olan her bir bölgedeki malzeme akışının tespit edilmesi amacıyla özel bir ekstruder tasarlanmıştır.

Model malzeme olarak; polimerlerin özellikle termoplastiklerin sergiledikleri Carreu - Yassuda Model Genelleştirilmiş Newtonian reolojik akış karakteristiği gösteren üç farklı kopolimer kullanılmıştır. Bu malzemelerin Carreu - Yassuda Modeli'ne uyumu bu Tez kapsamında tespit edilmiştir. Ayrıca kalma süresi denemelerinde belirteç malzeme olarak akış özelliklerini etkilemeyecek ve dışarıdan bakıldığında kolaylıkla belirlenebilecek strafor malzeme kullanılmıştır.

Bu tez çalışmasında kullanılan ekstrelerin kovanı ısıl şoklara dayanımlı şeffaf camdan oluşmaktadır. Böylece çalışılan malzemenin reolojik akışı ve dolayısıyla (katı taşıma, erime ve eriyik taşıma olmak üzere) tüm pratikleştirme prosesi açıkça görülebilmiş ve fotoğraf makinesi veya kamera kullanılarak transparan cam kovan ardından kayıt yapılabilmiştir. Tezin "görsel inceleme" kısmını oluşturan bu deneysel çalışmalar kapsamında; katı yatak profili (X/W), üst eriyik filmin ve eriyik havuzunun şekil almış pozisyonları, katı yatak kırılması (ayrışması) ve gecikme bölgesi büyük bir hassasiyetle gözlemlenmiş ve proses değişkenlerine bağlı olarak tespit edilerek ölçülmüştür. Böylece ekstrüzyon prosesinin dinamik özellikleri, katı taşıma, katı bloğun kırılma prosesi, katının kırılan parçalarının eriyerek yok olması aşamaları ayrıntılı olarak gözlemlenerek ilgili veriler kaydedilmiştir.

Tez'in "optimizasyon" çalışması Minitab optimizasyon paket programı kullanılarak iki aşamada gerçekleştirilmiştir. İlk aşamada, ekstruder için en uygun proses koşulları belirlenmiştir. İkinci aşamada ise deneysel çalışmalardan elde edilen "malzemelerin kalış süresi", "ekstruder içerisinde malzemelerin erime mesafesi" ve "viskozite" değerleri kullanılarak herhangi bir ekstruder vida-kovan sistemi için gerekli olan tasarım kıstaslarının elde edilebilmesi mümkün olmuştur.

Ayrıca çalışmada; herhangi bir polimerin ortalama kalış süresi, reolojik model ve malzemenin erime mesafesi açısından ne tür bir ideal bir vida geometrisi oluşturabileceği sonuç olarak gösterilmektedir.

Haziran 2017, 246. sayfa.

Anahtar kelimeler: Tek vidalı ekstruderler, reoloji, deneysel tasarım, EVA

SUMMARY

Ph.D. THESIS

DETERMINATION OF PERFORMANCE OF SINGLE-SCREW EXTRUDERS AND DESIGN OF IDEAL SCREW

Mustafa Fatih ERGİN

İstanbul University

Institute ofGraduate Studies inScience and Engineering

Department of Chemical Engineering

Supervisor : Prof. Dr.İsmail AYDIN

Screw extrusion process used in plastic industries is a forming process where plastic material is kneaded and melted and then passed through a mould under a defined pressure. Plastic material is completely plasticised while leaving the mould which is supposed to have enough temperature not to let the material to get solidified.

Main motivation for the current studies in the field of extrusion process has become the increasing of yield (output). For this purpose, the studies performed for the development of screw extrusion process used to obtain plasticised material at a uniform temperature and a controllable constant speed continued and is still continuing. On the other hand, unfortunately, there is no "successfully working closed form analytical solution" for the extrusion process composed of "motor-gearbox-feeder-screw and barrel" component parameters. The process is enormously complicated and the characteristic behavior of material within the boundaries (walls) of screw-barrel system under specified processing conditions necessary for the shapability of that material is the basic subject to be studied. In another clear word, "the determination of residence time distribution, rheological and melting distance behaviors of materials while extruding" is important. That is the aim of this Thesis. "Single screw extruding system" is taken into consideration within the content of the screw structure. For this purpose, the extruder used throughout this Thesis is evaluated under "solid conveying", "melting" and "melt conveying (pumping)" sections (zones). A special extruder is designed to detect the flow

of materials in each zone that has separate screw configurations so that the plasticizing task can be performed.

Three different types of ethylene vinyl acetate copolymers (EVA) was used as the model material, which exhibits a Carreu - Yasuda Model generalized Newtonian rheological behavior as shown mainly by various thermoplastic polymers. In addition, strapor (EPS) which will not affect the flow properties as marking material in the residence time experiments and which can be easily visualized from the outside of the transparent barrel is preferred.

A special extruder was designed for the determination of material flow at each zone which had different screw configurations in order to achieve plastication. The barrel of this extruder used throughout this study is composed of a transparent glass barrel which is resistant to thermal shocks. Hence, rheological flow of studied material and the whole plastication process (including solid conveying, melting and melt conveying) could be clearly observed and the process was enabled to be recorded behind the transparent barrel by means of cameras. Within the scope of these experimental studies which constitute the "visual inspection" part of the thesis a solid bed profile (X/W), speed of solid bed (V_{sz}), the positions of upper melt film and melt pool and especially the position of solid bed breakup were observed with a high sensitivity and the experimental values were recorded for further perusal. These studies constituted the “physical modeling part” of this Thesis. Hence, dynamical properties of extrusion process which are solid transportation, the breakup process of solid bed and disappearance of broken up pieces of solids by melting were recorded and reported within the physical modeling part of the Thesis.

In the “optimization part” of this study, Minitab optimization package program was implemented in two stages. At the first stage, the most suitable process conditions for the extruder have been determined.In the second stage, it was possible to obtain the design criteria required for any extruder screw-barrel system by using the "residence time distribution", "melting distance of materials in extruder" and "viscosity" values obtained from experimental studies.

Furthermore, it is clearly shown in the current study that any polymer can make an ideal screw geometry in terms of mean residence time, rheological model and melting distance of the material.

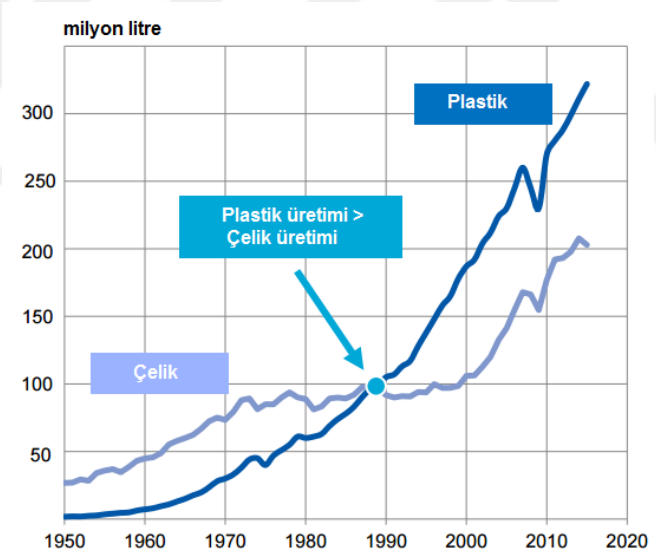
June 2017,246.pages.

Keywords: Single screw extruders, rheology, design of experiment, EVA

1. GİRİŞ

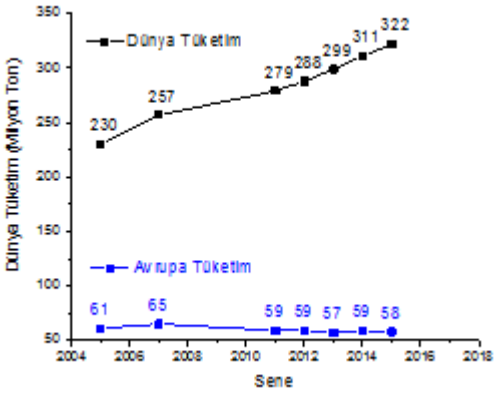
Malzemeler ile iç içe yaşayan insanoğlunun bunlarla olan ilişkisi; malzeme özelliklerine ve niteliklerine göre değişerek çağlar boyu devam etmiştir ve edecektir. Nitekim bazı insanlar bin yıllık çağları bazen malzeme adlarına göre adlandırmayı tercih etmişlerdir. Çağlar boyu insan yaşamında ihtiyaç duyulan malzemelerin gelişimi öncelikle doğada yaratılmış olan mevcut canlı/cansız varlıkların özellik ve niteliklerinin benzeştirilmesi ile başlamıştır.

1950'li yıllardan itibaren özellikle polimer endüstrisinde görülen büyüme dikkat çekici seviyelerde olmuş ve giderek de artmıştır (bkz: Şekil 1.1). Polimerlerin özellikle çelik gibi doğal bir malzeme ile kıyaslandığında gelecekte global malzeme pazarında daha ne kadar büyük bir oyuncu olabileceğini tahmin etmek güç değildir [1].



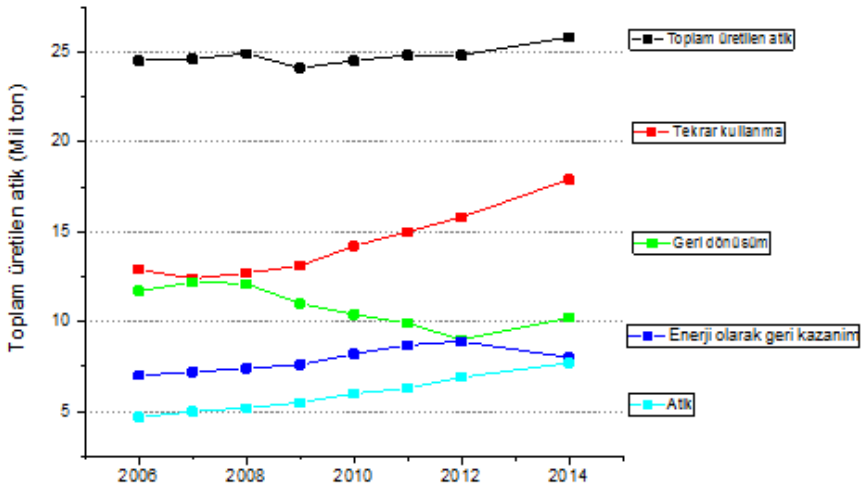
Şekil 1.1: Dünya plastik / çelik üretim kıyaslaması (1950-2015).

Bir malzeme türü olan polimerlerin diğer malzeme türlerine oranla, genel olarak; kolay işlenebilir ve ekonomik olması insanoğlunun yaşamındaki yerini arttırmıştır ve arttırmaya da devam ettirecektir (bkz: Şekil 1.2). Dolayısıyla polimer ürünlerin eldesinde kullanılan proseslerde bu malzemenin akış özelliklerinin bilinmesi ayrıca önem kazanmaktadır.



Şekil 1.2: Dünya ve Avrupa'da polimer tüketimi (1950-2015).

Polimer malzemelere ait tüketim grafiğindeki pozitif artış doğal kaynaklardan polimer kaynaklara olan talepteki büyük yönelimi ifade ederken polimer kaynakların atık problemi sorununu da hemen yanı başında getirmektedir (bkz: Şekil 1.3). Çünkü son ürününün kazanımı/imhası yanı sıra hatalı üretim sırasında meydana gelen atık ürünün ne olacağı da çok önemlidir. Ayrıca üretim aşamasına geçinceye kadar harcanan polimer malzeme miktarı oldukça büyük miktarlara tekabül etmektedir. Dolayısıyla ilk aşamada bunun minimize edilmesi yani polimer malzemenin işlenmesi sırasında en az bir kere uğradığı ekstruder vidasının optimize edilmesi çok önemlidir.

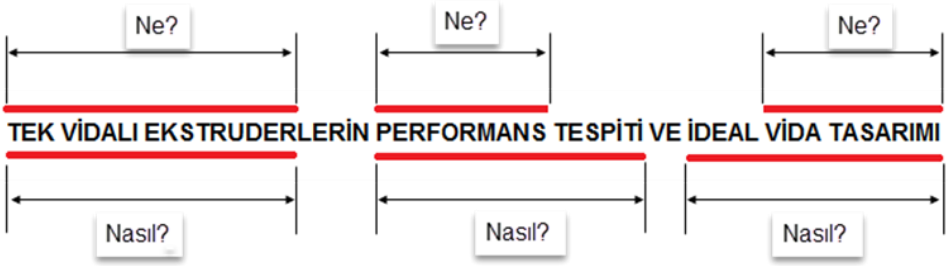


Şekil 1.3: Toplam plastik atık/geri dönüşüm grafiği (2006 – 2014) [1].

Günümüzde, ekstrüzyonda kaliteli ürün eldesi temel amaçtır. Kaliteli ürün ise genellikle yüksek çıkış hızı ile ters orantılı olarak hareket etme eğilimindedir. Yani, artan hız düşük kalite, düşük hız ise yüksek kalite anlamına gelmektedir. Rekabetin üst düzeyde olduğu bir zamanda talep edilen aslında şudur; ürün kalitesini kaybetmeden nasıl yüksek üretim oranlarını elde edebilirim? Bu sorunun cevabı, hem polimer üretiminin hem de ürün kalitesini arttırmak için yüksek teknolojiye sahip bilgisayarlar ve uygun yazılımlar ile ekstrüzyonun kontrolü/izlenebilmesi ve elde edilen ürünün kontrolünün sağlanılmasıyla mümkündür.

Polimer malzemelerin, özellikle bazı termoplastiklerin, tek vidalı ekstruderlerde işlenmesi; yoğun olarak kullanılan bir polimer şekillendirme prosesidir. Maalesef bu alanda oturmuş genel geçer bir reolojik model veya tamamen çelik bir kovanı görselleştirip buna ait bir performans tespitinin ortaya konulup ideal vida tasarımının tercih edilmesi verimli bir şekilde mevcut değildir.

Bu Tez kapsamında “tek vidalı ekstruderlerin performans tespiti ve ideal vida tasarımı” çalışılmıştır. Bu çalışmanın, özellikle görsel çalışma kısmında verilerin ileride çalışılacak/tasarlanacak ekstrüzyon proseslerine ait modelleme çalışmalarına fayda sağlayacağı düşünülmektedir. Bu Tez çalışması ve yazımında kullanılan aşamalar Şekil 1.4’de verilmiştir. Şekil 1.4’de Tez adı ve bu Tez çalışmasının temel kavramlarının nasıl kurgulandığı belirtilmektedir. “Tek vidalı ekstruder”, “performansı” ve “vida tasarımı” kavramlarının ne olduğu belirtilirken, çalışma süresince nasıl bir “tek vidalı ekstruder” kullanıldığı, “performans tespitinin” nasıl yapıldığı ve bu “ideal vida tasarımı”nın nasıl optimize edildiği Tez çalışması süresince irdelenmiş ve bu Tez içeriğinde yazılmıştır.



Şekil 1.4: Tez adı ve Tez çalışmasının temel kavramları.

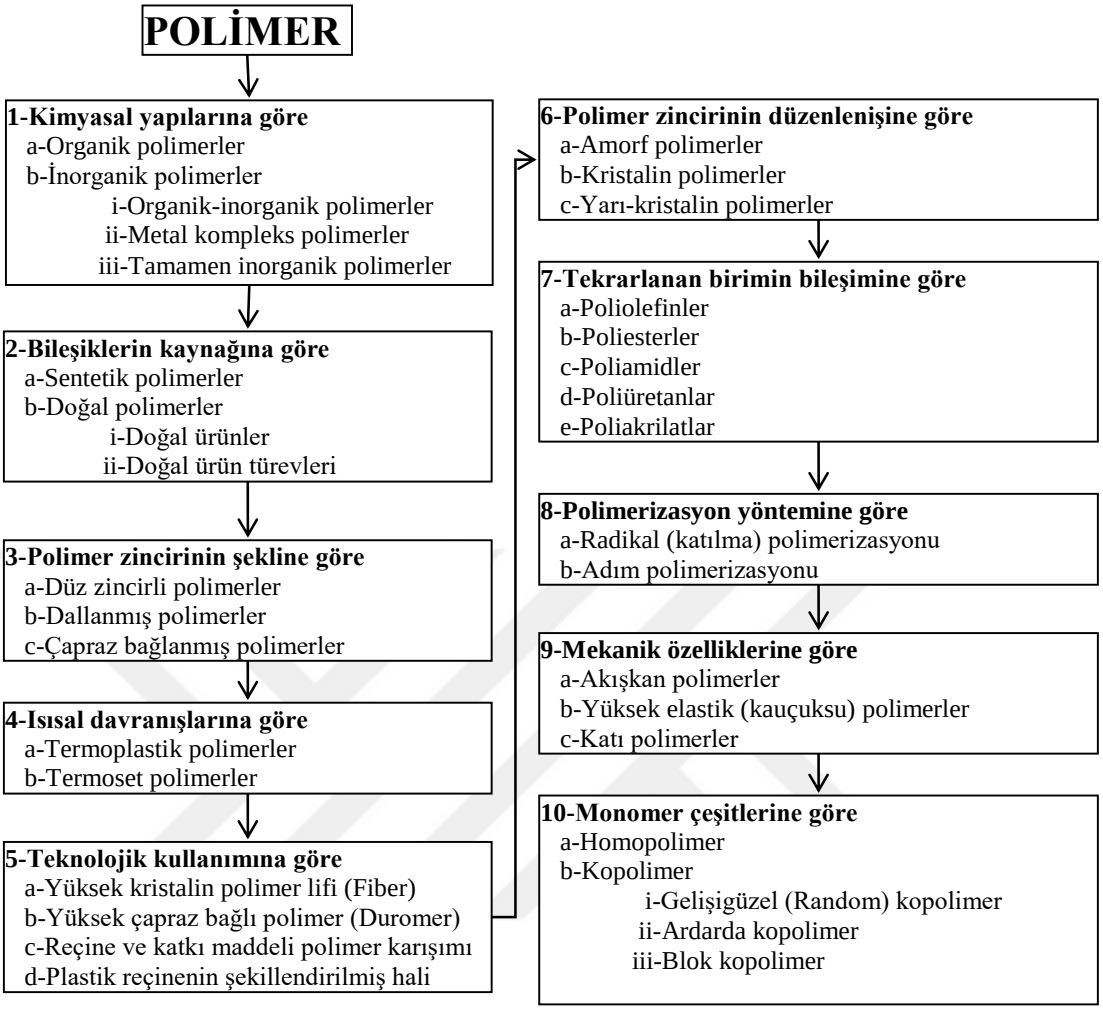
1.1.POLİMERLERİN SINIFLANDIRILMASI

Önceki bölümde, kolay işlenebilir ve ekonomik olmaları nedeniyle insan yaşamındaki kullanımı artan polimerler çeşitli özelliklere sahip oldukları için geniş bir sınıflandırma altında incelenebilirler [2]. Polimerlerin bu sınıflandırılması (bkz: Şekil 1.5);

i. Kimyasal yapılarına göre,
ii. Bileşiklerin kaynağına göre,
iii. Polimer zincirinin şekline göre,
iv. Isısal davranışlarına göre,
v. Teknolojik kullanımına göre,
vi. Polimer zincirinin düzenlenişine göre,
vii. Tekrarlanan birimin bileşimine göre,
viii. Polimerizasyon yöntemine göre,
ix. Mekanik özelliklilerine göre ve
x. Monomer çeşitlerine göre

yapılabilir.

Polimerlerin sınıflandırılması ve/veya bir malzeme türü olarak incelenmesi bu Tez kapsamı dışındadır. Bu Tez "polimer" sözcüğüne bir malzeme türü olarak bakmaktadır ve bu malzeme türünün tek vidalı ekstruderlerde "sıcak ekstrude (plastifikasyon) edilmesi" prosesi esnasındaki akışının reolojik modellenmesini ele almaktadır.



Şekil 1.5: Polimerlerin sınıflandırılması.

1.2.POLİMER İŞLEME YÖNTEMLERİ

Bir önceki bölümde bir malzeme türü olarak ele alındığı ifade edilen polimerlerin işleme teknikleri başlıca şunlardır:

i. Ekstrüzyon,
ii. Şişirme yöntemi,
iii. Basınçla kalıplama,
iv. Enjeksiyon kalıplama ve
v. Döküm kalıplama.

Yarı veya bitmiş mamul halindeki bir polimer, elde edilmek istenilen ürünün geometri ve özelliklerine göre yukarıdaki herhangi bir üretim yöntemi kullanılarak üretilebilir. Bu üretim yöntemlerin arasında "sürekli" olan en etkin üretim yöntemi ekstrüzyondur ve bu konu detaylı bir şekilde ilerleyen bölümlerde aktarılacaktır. Bu Tez kapsamında incelenen üretim yöntemi "tek vidalı ekstrüzyon" prosesidir.

1.3.FİZİKSEL MODELLEME VE OPTİMİZASYON: TEZİN AMACI

Bu tezin amacı; polimerlerin ekstrüzyon prosesi sırasında, ekstruder girişindeki soğuk katı formundan ekstruder vida sonu çıkışındaki sıcak eriyik formuna dönüşümü süresince performans tespiti ve ideal vida tasarımının optimize edilmesidir. Bilindiği üzere polimerlerin vidalı ekstrüzyon prosesini modelleyebilen “kapalı form tek bir model” mevcut değildir [3]. Bu tez kapsamında yapılan çalışma;

i. Görsel inceleme
ii. Reolojik modelleme
iii. Performans ölçümü
iv. Optimizasyon

olmak üzere dört aşamadan meydana gelmektedir.

Görsel inceleme; farklı model polimerler malzemelerin ekstrüzyon prosesi sırasında, ekstruder girişindeki soğuk katı formundan ekstruder vida sonu çıkışındaki sıcak eriyik formuna dönüşümü süresince malzemelerin hatasız olarak, erimeye başladıkları vida hatvelerini, gecikme bölgelerini, eriyik havuzlarını, katı yatak kırılmalarını ortaya koyarken, reolojik modelleme; oluşan "akışın reolojisini gözlemlemek ve bu hususta ilgili her türlü fiziksel verilerin toplanmasını" hedefler. Performans ölçümü ile kullanılan vidaların proses koşullarına bağlı olarak hem kalite hem de çalışma süreleri ortaya konmaya çalışılır. Peki; bu proses süresince elde edilen bu fiziksel verileri nasıl kullanabiliriz? Elde edeceğimiz bu verilerin bu Tez kapsamında kullanımı mümkün olabilecek mi? Sorularının cevap verilmesi gerekliliği düşünülmektedir. Vida uzunluğu, kovan sıcaklığı ve vida hızı, ölçülebilecek proses değişkenleri olarak belirlenmiştir. Sıcaklık değeri kovan üzerinden ölçülebilir. Bu konuda yapılan kovandan yapılan sıcaklık ölçüm değerlerinin "gerçek malzeme/eriyik sıcaklık değeri"'nden farklı olacağı her zaman tartışma konusu olmuştur. Üstelik her hatvedeki malzemenin gerçek sıcaklık

değerini ölçmek pratik olarak mümkün değildir. Bu ölçümün nasıl yapılacağı, eğer bir termokapl kullanılacaksa ölçüm ucunun ne kadar işlenen malzeme ile temas halinde olacağı tartışma konusudur. Ekstruderler için bir diğer önemli parametre olan basınç parametresinin ölçülebilirliğine gelince; ekstrüzyon prosesinde basınç parametresi sanayide genellikle sadece "adaptör"'de kalıba girmeden önce ölçülmektedir. Adaptör, içinde hareket mekanizması bulunmayan bir sistemdir. Basınç ve sıcaklık sensörlerinin lokasyonu konusu akılda soru işaretleri bırakmasına rağmen yine de adaptörde basınç değeri ölçülmektedir. Oysa vida-kovan ikilisi hareketli mekanizma içerir. Sürekli dönen vida ortamında "hatve içinde (hatve içinin neresinde?) hareket eden malzemenin" basınç değerinin vida boyunca in-line olarak prob kullanılarak ölçülmesini içeren çalışmalar literatürde mevcuttur [4, 5]. Nitekim; "her hatve aynı zamanda eksenel bir karıştırma bölgesi olup" dinamik bir proses alanıdır... [3].

Bu Tez çalışmasında ise; Prof. Dr. İsmail Aydın tarafından tasarlanan şeffaf bir kovana sahip tek vidalı ekstrüzyon sistemi kullanılmaktadır. Sıcaklık, infrared teknoloji ile hassas bir şekilde ölçülebilmekte, dolayısıyla da set point ayarlanabilmektedir. En önemlisi ve şu ana kadar ekstrüzyon proseslerinde "olayın olduğu an ve mekânda (in situ)" faz değişiminin görüldüğü ve ekstrüzyon modellerinde temel olarak alınan katı faz kırınım noktasının tespiti en hassas bir şekilde görsel olarak yapılabilmekte ve sayısal olarak bu fiziksel veriler ölçülebilmektedir. Bu tür bir fiziksel modelleme dünya literatürüne öncülük etmektedir. Bu amaçla model malzeme olarak üç çeşit etil vinil asetat kopolimeri kullanılmıştır. Bu malzemenin, özellikle termoplastik polimerlerin çoğunluğunun sergilediği "Genişletilmiş Newtonian Akış Modelleri"'nden Carreu - Yassuda Model'i davranışı sergilemesi ayrıca bir tercih konusudur. Böylece diğer termoplastik malzemelerin ortaya koyacağı davranış kullanılan malzemeye benzeştirilerek ifade edilebilecektir.

Görsel inceleme/kalma süresi aşamasında, "katı taşıma", "erime" ve "aktarma/pompalama" bölgeleri ayrı ayrı gözlenmiş ve daha sonra bu değerler kalma süresinden elde edilen sayısal sonuçlar ile birleştirilmiştir/karşılaştırılmıştır. Bu Tez çalışması kapsamındaki veriler; hem tek vidalı ekstruderlerde polimer malzemeler için kullanılan vidaların optimizasyon çalışmalarına, hem de reoloji bilimi kapsamında fiziksel modelleme tekniklerinin uyarlanmasına yeni bir kapı açması bağlamında katkılarda bulunacaktır. Detaylar Tez kapsamında verilmektedir.

2. GENEL KISIMLAR

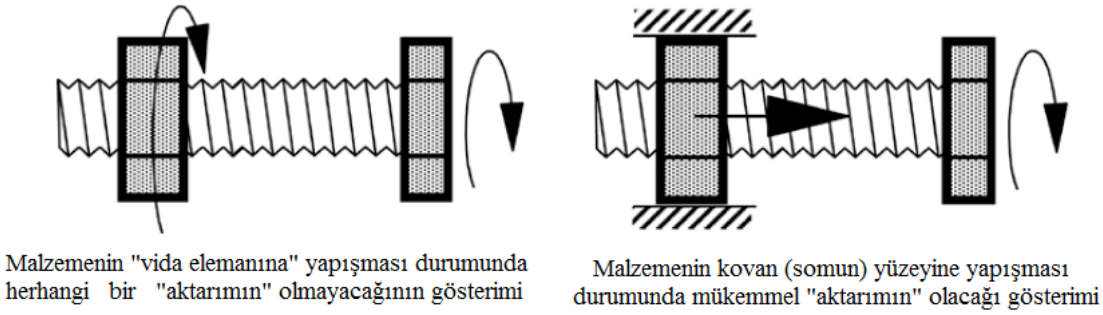
2.1.GİRİŞ

Tek vidalı ekstruderlerin performans tespiti ve ideal vida tasarımı ile ilgili literatür tarama makaleleri (1) ekstruder, (2) sistem parametre çalışmaları olmak üzere iki grup halinde incelenmiştir. Ekstruder bölümünde ekstruder ile ilgili yapılan çalışmalar ayrıntılarıyla irdelenmiştir. Sistem parametre çalışmaları bölümünde kovan-malzeme-vida arasında gerçekleşen fiziksel olaylar on-line, in-line, off-line olarak kalma süresi dağılımı ve reoloji konuları bakımından ele alınmıştır.

2.2.EKSTRUZYON VE EKSTRUDER VİDA GEOMETRİSİ

Bir malzemenin veya malzeme bileşenlerinin homojen bir şekilde akış bütünlüğünün sağlanarak sürekli şekil verilebildiği veya başka bir forma dönüştürülebildiği en önemli proseslerden birisi “ekstruzyon”dur. Artık günümüzde, ekstrüzyon prosesi, bir çok üretim alanı için (polimer, ilaç, gıda, vb.) neredeyse yeri doldurulamayan bir teknik haline gelmiştir [6-10].

Kovan ve içinde dönen vida kombinasyonundan oluşan bir ekstruderde öncelikle giren malzemenin “ilerleyebilmesi” gereklidir. Bu nedenle ekstrüzyon prosesinin temel prensibi; malzemenin vida hatvelerinde ilerleyebilmesi için kovan yüzeyindeki sürtünmenin maksimize edilmesidir. Bunun tersinin iddia edilmesi ekstruzyon prosesinin bilinmediğini göstereceğinden bu durum vida – somun ilişkisi ile Şekil 2.1’de izah edilmiştir.

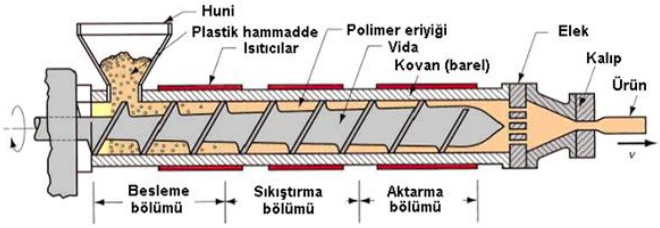


Şekil 2.1: Tek vida taşıma mekanizması.

Tek vidalı bir ekstruderde bir polimer eriyiğinin ilerlemesi, dönen sabit bir vidadan somumun ilerlemesi analojisi ile izah edilir. Bu basit analoji ile benzer şekilde polimer, ekstruderden akış yönünde dışarı itilir.

Bir ekstruderin en önemli elemanlarından biri vidadır. Bir malzemeyi, başka bir malzeme için tasarlanmış vida ile işleyerek istenilen düzeyde ürün elde etmek zordur. Bu nedenle vida tasarımını etkileyen en önemli etkilerden birisi de malzeme nitelikleridir.Tek vidalı ekstruderlerde performans tespiti ve ideal vida tasarımının belirlenmesini amaç edinen bu Tez'in amacı dahilinde olmasa da polimer akışının fiziksel (görsel) ve reolojik modellenmesi diğer bir yan çıktı olarak literatüre katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

Vida ise ekstruderlerin en önemli parçalarından biridir ve katı taşıma veya besleme, erime veya sıkıştırma ve eriyik taşıma veya pompalama olmak üzere üç ana fonksiyonel/geometrik bölgeye ayrılır (bkz: Şekil 2.2).Tasarlanan ekstruder vidası, beslenen malzemeyi ileri doğru üniform olarak hareketli tutabilmelidir. Besleme bölgesinde toz ve/veya granül şekilli malzeme sıkıştırılır ve ileri doğru hareket ettirilirler. Belirli bir basınç altında katı taşıma bölgesinden erime bölgesine doğru malzeme ilerler. Erime bölgesinde eğimden dolayı ezme ve ergime olayı için gerekli kayma işlemi gerçekleşir. Malzemeyi tamamen dolu kanallardan aktarma bölgesine geçirmek için ek bir basınca ihtiyaç duyulur. Aktarma bölgesinde malzemeyi matris sistemine ilerletmek için gerekli basınç arkadan gelen malzeme ve o bölgenin geometrisi ile oluşturulur ve malzemenin özelliklerini geliştirmek için sıcaklık yükseltilir.



Şekil 2.2: Tek vidalı ekstruder ve temel bileşenleri.

2.2.1. Katı taşıma bölgesi

Katı taşıma bölgesindeki kuvvet ve tork dengesi ile ilgili ilk çalışma Darnell ve Mol [11] tarafından yapılmıştır. Bu çalışma, katı – katı sürtünme modelini ortaya koyan ve ekstruder içerisinde polimer granüllerinin blok halinde (plug flow) aktığını gösteren bir çalışmadır. Bu çalışmanın ardından günümüze kadar birçok araştırmacı katı taşıma bölgesi hakkında inceleme yapmıştır [12-25].

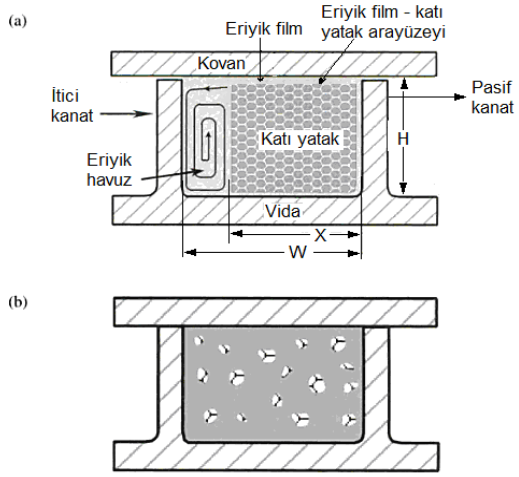
Bazı araştırmacılar elde ettikleri sonuçlar neticesinde, Darnell ve Mol'un blok akış teorisinde basınç ve enerji tüketimine ait gerçekçi olmayan sonuçlar ortaya koyduğunu vurgulamışlardır. Bu farklılığı ortadan kaldırmak için bazı araştırmacılar katı taşıma bölgesi ile ilgili yeni modeller ortaya koymuşlardır [14, 16, 19, 24-28]. Zhu ve ark. [29] katı taşıma bölgesi için tamamen farklı bir çalışma yapmışlardır. Bu çalışmada, şeffaf bir ekstruder ile çalışarak yeni bir deneysel teknik geliştirmişlerdir. Bu deneysel teknik ile ekstruderin katı taşıma bölgesinin ilk başlangıcında blok olmayan "non-plug" bir akış meydana geldiğini ortaya koymuşlardır. Katı taşıma bölgesinin ilerleyen bölümlerinde ise Darnel ve Mol'un modelinde tarif edildiği gibi malzemenin sıkıca bastırılmış olduğu sonucuna varılmıştır. Zhu'nun teorisi [29] deneysel olarak doğrulanmıştır ve Wong ve ark. [30] tarafından yapılan çalışma ile birkaç yıl sonra desteklenmiştir.

Bu çalışmaların dışında polimer granüllerinin katı taşıma bölgesindeki önemini ortaya koymak için Längauer, M. ve ark. [18] önemli bir çalışma yapmıştır. Tek vidalı bir ekstruder içerisinde farklı kütle akış hızı, eriyik sıcaklığı ve basınç değerlerinde farklı granül boyutlarındaki malzemelerin katı taşıma bölgesi içerisindeki durumunu incelemişlerdir. Elde edilen sonuçlar, vida geometrisi ve granül şeklinin sistem üzerine önemli etkilere sahip olduğunu ortaya koymuştur.

2.2.2. Erime bölgesi

Ekstruderlerde, katı polimerler ekstruder çıkışındaki kalıp içerisine girmeden önce eritilirler. Erime için gerekli enerji; birincil olarak ısıtılan kovan yüzeyinden aktarılan ısıdan, ikincil olarak ise kovan yüzeyi ile katı yatak arasındaki sürtünmeden olmak üzere başlıca iki kaynaktan elde edilir. Erime prosesinin modellenmesinin amacı, vida kanalındaki katı yatak profiline ulaşmaktır. Böylece vida erime bölgesi için malzemenin katı fazdan sıvı faza geçişinin nasıl ve nerede olduğu bilgisi reolojik olarak proses koşullarında elde edilmiş olunacaktır.

Ekstruderlerde, besleme ve aktarma bölgesinin aksine erime bölgesinin modellenmesi, görsel analizi referans alan bazı fiziksel modelleme çalışmaları yapılmadan gerçekleştirilemez. Erime prosesinin kalitatif olarak anlaşılması Maddock [31] ve Street [32]'in vidalı ekstruderdeki polietilenin erimesini kendilerinin ortaya koyduğu "dondurma" yöntemini kullanarak görsel olarak analiz etmesiyle sağlanmıştır. Onların denemeleri, ilk olarak kararlı hal çalışma koşullarının sağlanmasıyla başlamış, daha sonra birdenbire ekstruder durdurularak, kovan ve vida soğutulmuş böylece polimer katılaştırılmıştır. Daha sonra katılaşan bu polimerden kanatlara dik olan yüzey bölümlerdeki burgusal şeritler dilimlenmiştir. Bu deneysel yöntemi takiben Tadmor [33] tarafından polimer eriyiğinin ani soğutularak dondurulması (katılaştırılması) ile görsel incelemeler yapılmıştır. "Tadmor Erime Modeli" olarak bilinen bu model, literatürde ortaya konmuş olan birçok erime modeli için temel oluşturmuştur. Tadmor'a göre vidanın erime bölgesine ait kesit alanı Şekil 2.3'de gösterilmiştir. Bu model, aşağı kanal yönündeki yatak hızının sabit olduğunu ve katı yatak ile kovan yüzeyi arasındaki üst eriyik filmin kalınlığının, katı yatak genişliği üzerinde sabit olduğunu kabul eder. Üst eriyik filmdeki akış, tamamiyle geliştirilmiş izotermal Newtonian sürüklenme akışı olarak davranır. Tadmor ve ark. [34], sonraki çalışmalarında eriyik filmde izotermal Newtonian akış yerine non-izotermal non-Newtonian akışı kullanmışlardır. Erimenin sadece üst eriyik film ile katı yatak arayüzeyinde gerçekleştiğini kabul etmişlerdir. Eriyik film ve katı yatak üzerindeki kütle ve enerji dengelerinden, katı yatak profili ve erime hızı için elde edilen ilişkilere ulaşılmaktadır.



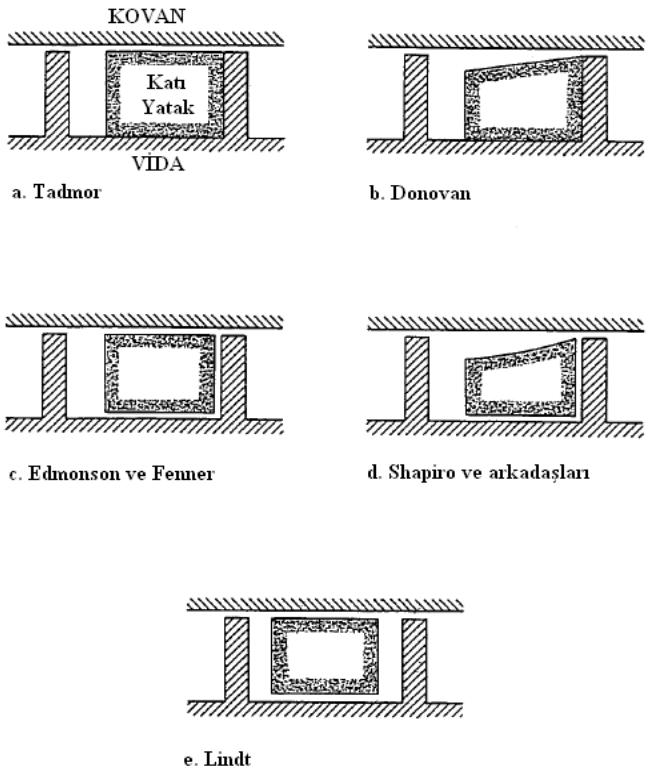
Şekil 2.3: Tadmor Erime Modeli: (a) Erime bölgesindeki ekstruder vida kanalının ideal kesit alanı (b) Kırılan katı yatağın erimesi.

Tadmor ve arkadaşları, Tadmor erime modelinin kullanımı ve gelişimi ile ilgili birçok çalışma yapmıştır. Tadmor'un [33]orijinal makalesi, sınırlı sayıdaki deneysel doğrulama ile izotermal Newtonian erime modelini tarif etmektedir. Benzer çalışmalarda, Marshall ve Klein [35, 36] daha fazla erime deney sonuçları ortaya koymuş ve Klein ve Marshall [35, 36] plastikleştirici vida için bir bilgisayar programı geliştirmeyi tartışmışlardır. Tadmor, Duvdevani ve Klein [34] tarafından yapılan daha sonraki çalışma, eriyik filmdeki nonizotermal, non-Newtonian akışı gösteren modifiye bir erime modelini ortaya koymuş ve detaylı olarak teorik ve deneysel sonuçları karşılaştırmıştır. Klein ve Marshall [35, 36] tarafından yazılan kitap, ekstruder programı için algoritma ve modifiye edilmiş bir erime modeli kullanılarak hazırlanmıştır. Tadmor ve Klein [37] kitaplarında; kanal eğimi için düzeltme faktörünü ve kaçak akış faktörünü ilave modifikasyonlar olarak vermiştir. Sonuç olarak, Tadmor ve Klein [37, 38]ekstruderdeki çalışma parametrelerinin değişimini (akış hızı, vida hızı, kovan sıcaklığı, kanal boyutları, burgu açısı ve kanat açıklığı) ve farklı tasarımların etkilerini incelemek için kendi erime modellerinin en son versiyonunu kullanmıştır.

Diğer araştırmacılar, Tadmor erime modeline farklı katkılarda bulunmuştur. Chung [28], katı yatağın belli bir kalınlıkta olduğunu ve vida yüzeyinin yataktaki sıcaklık profilini analiz etmek amacıyla izole olması gerektiğini kabul etmiştir. Tadmor modelinde ise katı yatağın kalınlığı yarı sonsuz olarak kabul edilmiştir. Bundan dolayı vidada gerekli sıcaklık sınır koşullarını belirlemekten kaçınmıştır. Hinrichs ve Lilleleht [39]vida kanal eğimi için bir düzeltme faktörü

türetmişler, kaçak akışa izin vermişler ve katı yatak hızını hesaplamak için daha hassas bir model kullanmışlardır. Vermeulen ve ark.[40]üst eriyik filmin kalınlığının x kanal pozisyonunda değişebildiği bir model geliştirmişlerdir. Model, viskoz dağılım terimini, üst eriyik filmi için kullanılan enerji denklemi dışında tutmak haricinde diğer tüm yönleriyle Tadmor'un modeline benzemektedir.

Tadmor modeli için çok daha önemli değişiklikler Donovan [41]tarafından yapılmıştır. Erime modelinin ideal kesit alanı Şekil 2.4'de gösterilmiştir. Katı yatak akışı, vida kanalının eğimli kısmında yatağın hızlanmasına izin veren katı yatak hızlanma parametresi ile gösterilmiştir. Ayrıca katı yatak, ısıl konveksiyonu da içermektedir. Bu, yığın haldeki yatağın kademeli olarak ısınmasına izin verir. Eriyik film kalınlığının, yatağın genişliğine karşı lineer olarak değiştiği kabul edilir (bkz: Şekil 2.4).



Şekil 2.4: Farklı erime modelleri için ekstruder vida kanalının şematik kesit alanı: (a) Tadmor Modeli (b) Donovan Modeli (c) Edmonson ve Fenner Modeli (d) Shapio ve arkadaşları Modeli (e) Lindt Modeli.

Edmonson ile Fenner [42] ve Shapiro ile ark.[43, 44] z yönündeki yatak hızını, z kanal mesafesinin bilinmeyen bir fonksiyonu olarak ele almış ve bir erime modeli olarak geliştirmiştir (daha önceki modellerde, bu hız, birçok durumda sabit ve z'nin bilinen bir fonksiyonu olarak kabul edilmekteydi). Katı yatak genişliğinde önemli bir azalma görülürken, aynı zamanda erimenin büyük bir kısmı da üst eriyik filmin arayüzeyinde meydana gelmektedir. Ayrıca z yönünde uzama gerçekleşmektedir. Sonuç olarak, stres analizi hem Edmonson ve Fenner hem de Shapiro ve ark. tarafından katı yatak üzerinde yapılmıştır. Onlara ait ideal kesit alanları Şekil 2.4'de gösterilmiştir. Her iki durum da, ince eriyik filmin, vida ile kanat yüzeyleri ve katı yatak arasında kaldığını işaret etmektedir. İki model arasındaki temel farklılık; Edmonson ve Fenner'in aşağı kanal yönündeki değişiklik için üst eriyik film kalınlığını kabul etmeyi tercih ederken Shapiro ve ark.'nın diğer alternatifi almaları ve x kanal yönündeki değişimi yeğlemeleridir. Her iki modelde de, eriyik filmdeki akış tam gelişmiş olarak davranır. Modelde eriyik havuzundaki akış izotermal ve Newtonian olarak davranır.

Dinamik bir erime modeli de Lindt [45] tarafından geliştirilmiştir. Bu modelin diğerlerinden farkı katı yatağı çevreleyen filmlerde önemli miktarda eriyik biriktiğinin kabul edilmesidir. Şekil 2.4'de gösterildiği gibi eriyik filmin kalınlığı diğer modellerde gösterilenlerden daha kalındır. Ancak katı yatak hızı sabit olarak davranır.

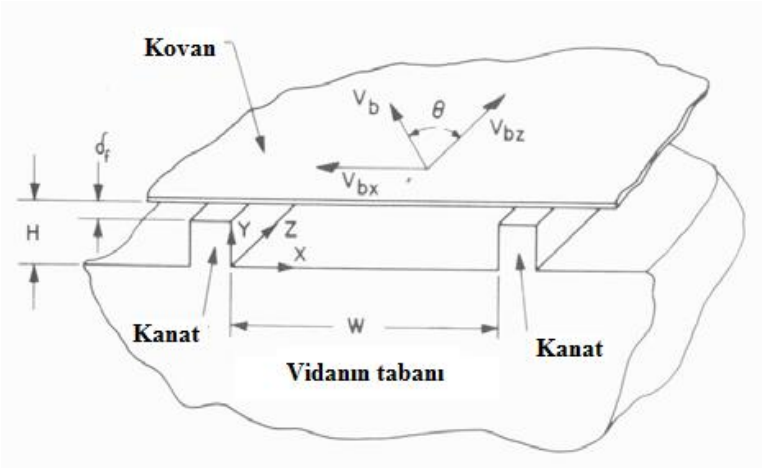
Günümüzde birçok araştırmacı tek vidalı ekstruderlerde erime bölgesini incelemeye halen devam etmektedir [46-50]. Altınkaynak, A. ve ark. [50] tek vidalı bir ekstruderde akrilonitril bütadien stiren (ABS) reçinesinin erime bölgesindeki durumunu üç boyutlu sonlu elemanlar yöntemini kullanarak simüle etmiştir. Sonuç olarak elde edilen nümerik sonuçların Maddock erime mekanizması ve sayısal sonuçları ile uyumlu olduğunu ortaya koymuştur. Del Pilar ve ark. [49] ekstruder içerisindeki malzemenin erime davranışını incelemek için farklı bir deneysel teknik geliştirmişler ve içerisinin dinamik olarak gözlenebildiği küçük quartz pencerelere sahip bir ekstruder yapmışlardır. Polietilen ve polipropilen'in erime davranışını görsel olarak izlemiş ve eriyik davranışları arasındaki farkı ortaya çıkarmışlardır.

2.2.3. Aktarma bölgesi

Ekstruder prosesinin içerisinde gerçekleşen eriyik akışı, literatürde önemli bir yer tutmaktadır. Ekstruder performansını analiz etmek için ilk girişimler eriyik akışını inceleyerek yapılmıştır. Bunun sebebi aktarma bölgesindeki eriyik akış özelliklerinin öncelikle ekstruder verimine doğrudan bağlı olduğunun düşünülmesidir. Bundan daha iyi bir neden olarak da akışkanın teorik analizinin, katı taşıma veya erimeden çok daha kolay yapılabileceği verilebilir. Ayrıca, eriyik taşıma bölgesindeki sıcaklık ve basınç, katı taşıma ve erime bölgesine nazaran çok daha kolay ölçülerek fiziksel modellemeler yapılabilir. Sonuç olarak ekstruderlerdeki eriyik akışı tanımlayan modeller, katı taşıma veya erime bölgesini tanımlayanlara göre daha gelişmiştir.

Vida kanalındaki eriyik akışının modellenmesi ve teorik analizi ile ilgili birçok polimer ekstruzyon kitabı yazılmıştır. Bu kitaplar, başlıca Bernhardt [51], McKelvey [52], Schenkel [53], Klein ve Marschal [54], Tadmor ve Klein [37], Tadmor ve Gogos [55], Rauwendaal[56]'a aittir. Ayrıca bu konu ile ilgili çeşitli inceleme makaleleri de literatürde yer almaktadır.

Plastikleştirici ekstruderlerin birçoğunda, aktarma bölgesi ekstruder vida kanalının sığ tarafını ifade etmektedir. Bu nedenle, aktarma bölgesini modellemek için yapılan ilk çalışmalarda, basitleştirilmiş düzlem modeli (bkz: Şekil 2.5), bahsedilen kanal içerisindeki akış temel alınarak kurulmuştur. Bu model, iki vida kanadı, kovan yüzeyi ve vida yüzeyi sınırları arasında sığ bir dikdörtgen prizma şeklinde kanal meydana getirir.



Şekil 2.5: Vida kanalına ait düz plaka modelinin şekli.

Düz plaka modeli, Newtonian ve Newtonian olmayan akışkanlar için kanallardaki akışı teorik olarak analiz etmede önde gelen araştırmacılar [55, 57-65] tarafından kullanılmıştır. Ayrıca bu araştırmacılar bir (aşağı kanal) ve iki boyutlu (aşağı ve çapraz kanal) akış modelleri ile de ilgilenmişlerdir. Ayrıca kanal açıklığının etkileri ve vidanın geometrik etkileri de bu araştırmaların bazılarında ortaya konmaya çalışılmıştır. Bu modeller, vida kanallarındaki laminar eriyik taşımasını sağlamak için akış hızı profilleri, verim oranları ve güç gereksinimlerine ilişkin malzeme akışının temel olarak anlaşılmasını sağlar.

Eriyik taşıma davranışı üzerine vida kanalının kavis etkileri, derin kavis modelleri ile birlikte daha sonra yapılan çalışmalarda incelenmiştir [37, 55, 59, 60, 64, 65]. Modeller, hem sarmal koordinatlarda hem de silindirik koordinatlarda oluşturuldukları için proses içerisinde sarmal açıların etkileri tam olarak analiz edilebilmiştir. Newtonian olmayan malzemelerin iki boyutlu akış ve kavis etkileri incelenmek istendiğinde hâlen kullanılan matematiksel formülasyonları ile akış davranışı yeterince hassas olarak tespit edilememiştir. Dolayısı ile bunun yerine sayısal yöntemler kullanılmaya başlanmıştır.

Sonlu farklar yöntemi (FDM) ve Sonlu elemanlar yöntemi (FEM) kantitatif olarak tek vidalı ekstrüzyonlarda aktarma bölgesini araştırmak için kullanılmıştır[55, 65-71]. Bu çalışmalar, aktarma bölgesi için sadece hassas incelemeler yapmamış, aynı zamanda bu bölge için tahminler de ortaya koymuştur. Ancak, bu çalışmalara göre, FEM'in karmaşık vida geometrilerinde meydana gelen akış olaylarını tahmin etmek için daha uygun olduğu ifade edilmiştir.

Modelin doğruluk gereksinimlerini hassas tutmak, akış modellerinin karmaşıklığını da arttırmaktadır. Üç boyutlu (aşağı, çapraz kanal ve radyal akışlar) modeller, vida kanalı içerisinde eriyik akış davranışını daha hassas tahmin etmek için geliştirilmiştir [65-71]. Bu modeller, bilgisayar simülasyon programları yardımı ile oluşturulmaktadır. Böylece, bu çalışmalar detaylı akış analizi için görsellik sağlamaktadır. Bu simülasyon çalışmalarının çoğu deneysel çalışmalar kullanılarak doğrulanmaktadır.

Bu kısımda, tek vidalı bir ekstruderin üç fonksiyonel bölgesi üzerine yapılan araştırmalar incelenmiştir. Bu incelemeler, ekstrüsyona ait bazı temel bilgiler vermeyi amaçlamaktadır. Bu çalışmalarda, bazı araştırmacıların ekstruderlerin genel performansını incelemek için üç

fonksiyonel bölgeyi birbirine entegre ederek kapsamlı bir model geliştirmeye çalıştıklarını görmekteyiz [63, 72-75].

Üç fonksiyonel bölgenin yanı sıra, tek vidalı ekstrüzyon içerisinde nadir olarak saf malzeme ile çalışıldığından dolayı ekstruder içerisinde malzemenin karıştırılması oldukça önemlidir. Bu karıştırma ya da homojenizasyon işlemi, ekstruderin temel fonksiyonel proseslerindeki malzeme taşıma işlemine bağlıdır. Bundan dolayı, erime ve eriyik taşıma davranışı üzerine yapılan çalışmalarda ekstrüzyon prosesi boyunca karıştırma özelliklerinin incelenmesi referans olarak alınmıştır.

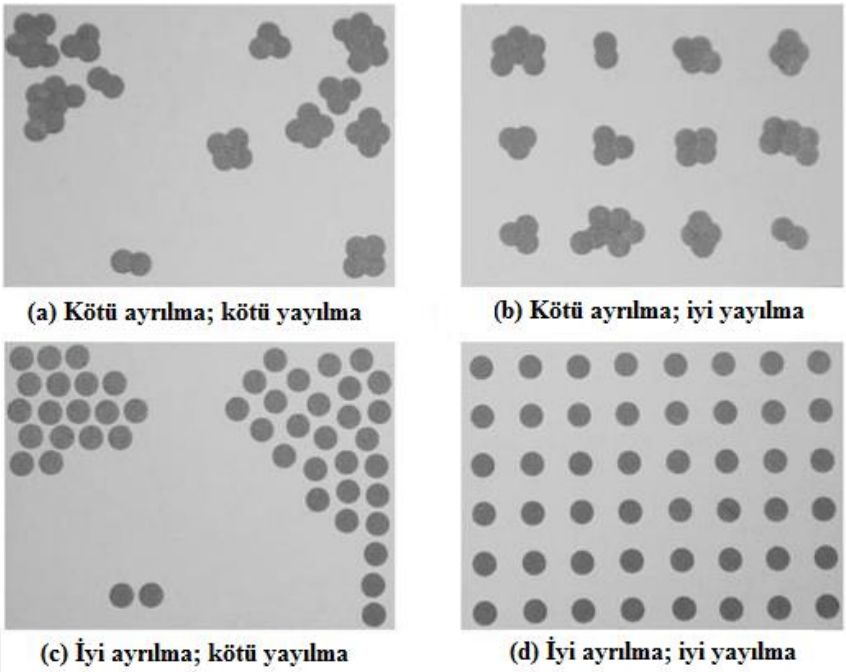
2.3.EKSTRÜZYON SIRASINDA GERÇEKLEŞEN KARIŞTIRMA DAVRANIŞI

Tek vidalı ekstrüzyonun çalışması sırasında polimer içerisine katkı maddelerinin karıştırılması ve bunların homojenizasyonu üzerine yarım yüzyıldan fazla çalışılmıştır. Karıştırma işlemi, vida kanalındaki polimerin erimesi ile başlar, vida içerisinde eriyik akış esnasında laminar akış mekanizması ortaya çıktığı için [76-80], laminar akışın karıştırma süreci boyunca hakim olan akış mekanizması olduğu kabul edilmiştir [58, 79, 81, 82].

Polimer prosesinde kullanılan katkı malzemeleri sadece katı halde olmayabilir, bunlardan bazıları sıvı haldedir. Bundan dolayı, malzemelerin karıştırma türleri, sıvı/sıvı ve katı/sıvı karışımı olarak sınıflandırılabilir [79, 83-89]. Karışımdaki katkı malzemeleri partikülleri, genellikle karışım sistemindeki ikincil malzeme veya ufak partiküller olarak adlandırılır.

Tek vidalı ekstrüzyonun karıştırma özelliklerinin incelendiği birçok çalışmada karışımın homojenitesi esas kabul edilmiştir. Bu da prosesin karıştırma performansı olarak ifade edilir. Böylelikle homojenliğin daha iyi olması, karıştırmanın daha iyi olmasına dolayısıyla daha kaliteli ürünlerin eldesi anlamına gelmektedir.

Bir ürünün ekstrüzyonu sırasında bir mikser gibi davranan tek vidalı ekstruderin olanakları ve sınırları dikkate alındığında, proses içerisinde iki tür karışma görülmektedir (bkz: Şekil 2.6). Karışmayı, ayrışmanın miktarı ve ayrışmanın yoğunluğu olarak Danckwerts [90] iki sınıfa ayırmıştır. Şekil 2.6 (d)'de hem ayrılma hem de yayılma yönünden iyi bir karışım gösterilmektedir.



Şekil 2.6: Dağılma (dispersive) ve yayılma (distributive) karışım etkileri [89].

Boyut olarak küçük topakların daha küçük partiküllere dönüştürüldüğü ayrılma işleminin (dispersive) verimli olduğu karışım etkileri Şekil 2.6 (b) ve (d) gösterilmiştir. Birçok önde gelen araştırmacı [70, 79, 91-99] ayrılma işlemi üzerine detaylı araştırmalar yapmıştır. Karbon karası topaklarının ayrılma davranışı üzerine Rwei ve ark. [100-103] yapmış olduğu çalışmalarda dağılımlı karıştırma detaylı olarak incelenmiştir. Yapılan bu çalışmalarda, karbon karası topaklarının kırılma ve aşınma davranışı ile dağılımlı karışım üzerindeki gerilimin etkilerini kantitatif olarak ortaya koymuştur. Günümüzde karbon karası tozunun poliolefinler ile karıştırılarak polimer içerisindeki dağılımı ve homojen dağılımının malzemeye olan katkıları incelenmiştir [104-106].

2.4.TEK VİDALI EKSTRÜZYONUN KARIŞTIRMA ÖZELLİKLERİ

Karıştırma özelliklerinin mevcut çalışmalarında, karıştırma işlemleri için kullanılan metotlar ve sistemi etkileyen değişkenler ele alınarak incelenmiştir.

2.4.1. Karıştırma çalışmalarındaki incelenen değişkenler

2.4.1.1.Çalışma koşulları:

Ekstrüzyon sırasında gerçekleşen karışma işlemi gibi, ekstrüzyonun çalışma koşulları da karışma işlemini doğrudan etkilemektedir. Bundan dolayı, bazı araştırmacılar yapmış oldukları çalışmalarda değişkenlerin karıştırma işlemleri üzerine olan etkilerini incelenmiştir. Bu konu üzerinde en fazla çalışılan değişkenler sıkıştırma oranı, vida hızları, kovan ve eriyik sıcaklıklarıdır.

Karıştırma davranışı üzerine sıkıştırma oranının etkisi bazı araştırmacılar tarafından incelenmiştir [37, 58, 107-110]. Mohr ve ark. [58] tarafından ekstrudatların dilimlendiği deneysel bir çalışma ortaya koymuştur. Tadmor ve Klein [37], 1970'de karıştırma işleminde gerinim ile ilgili olarak deneysel bir çalışma yapmıştır. Yapılan her iki çalışmada da arttırılan sıkıştırma oranının karıştırmayı iyileştirdiği ifade edilmiştir. Sıkıştırma oranına benzer olarak kalıptaki basınç ile ilgili Maddock [31] tarafından yapılan deneysel bir çalışmanın sonucunda daha yüksek basınç altında daha kaliteli bir karışım elde edilebileceği ortaya konmuştur. Hem kafa basıncı hem de sıkıştırma oranının daha yüksek değerlerinde malzemenin ekstruder içerisinde daha fazla kalacağı (daha yüksek kalma süresi) belirlenmiştir.

Vida hızının etkisi de karıştırma çalışmalarında incelenen konulardan biri olmuştur. Bigio ve ark. [82] "soğuk vida ekstrüzyon" tekniğini kullanarak karıştırma üzerine vida hızının etkilerini incelemiştir. Yapmış olduğu çalışmada karışma kalitesi üzerine toplam ortalama gerilmenin etkisini incelemiştir. Sonuç olarak, kanal içerisinde daha yüksek gerilme ile daha iyi bir karışma elde edilebileceğini ifade etmiştir.

Akabinde Benkreira ve ark. [111] ile Wong ve ark. [30, 112-114] yapmış olduğu çalışmalarda sırasıyla ekstrudat ve kanal içerisindeki malzemenin kalitesi üzerine hızın etkisini ele almıştır. Benkreira ve ark. [111] malzemelerin karıştırma kalitesini belirlemek için şerit kalınlığındaki azalmayı kullanmıştır. Ekstrudatların dilimlenerek kantitatif gözlemlenmesi tekniği ise Wong ve ark. [30, 112-114] tarafından ele alınmıştır. Bu iki araştırmacının çalışmalarından elde edilen sonuçlarda ise daha yüksek vida hızının daha zayıf karıştırma kalitesi ortaya koyduğunu göstermiştir. Ortaya konan bu sonuçlar Bigio ve ark. [82]'nın ifade ettiği sonuçları doğrulamıştır. Ayrıca ekstruderde karıştırma davranışı üzerine vida hızının etkisinin önemini de ortaya koymuştur.

Bunların yanı sıra sıcaklık etkisi de birçok araştırmacı tarafından dikkate alınmıştır. Maddock [31] kanal içerisinde gerçekleşen karıştırma performansı üzerinde vidanın soğutma etkisini dikkate alan bir çalışma yapmıştır. Bu, çalışma görsel olarak, soğuk vidanın üzerine tabakanın nispeten daha yavaş hareket etmesi ile kanalın etkin derinliğinin azalarak karıştırma kalitesini geliştirmesine yardım ettiğini ortaya koymuştur. Bu malzemenin reolojik özellikleri ile ilgili değildir. Benkreira ve ark. [111]'da kanal içerisindeki karışma davranışı üzerinde kovan sıcaklığının etkilerini inceleyen bir çalışma yapmıştır. Ancak, kanal içerisindeki karışma kalitesinin, kovan sıcaklığının azalması ile bir dereceye kadar gelişmiş olduğu tespit edilmiştir. Bu çalışma, karışma kalitesinin malzemelerin eriyik sıcaklığına önemli derecede bağlı olmadığını ortaya koyar. Dolayısı ile yapılan bu çalışma, malzemenin reolojik özelliklerinin vidanın karıştırma özelliklerine göre daha az etkili olduğunu ortaya çıkarmıştır.

2.4.1.2.Vida tasarımı

Yapılan araştırmalara göre, geleneksel bir vidanın kanatları arasında meydana gelen laminar akış malzemenin etkin bir şekilde karışması için yeterli değildir. Erwin [115] tarafından 1978'de yapılan kinematik çalışmada, basit kesme akışının iyi bir karışım elde etmek için etkili olmadığı ifade edilmiştir. Yapmış olduğu çalışmada, boyuna akışa kıyasla laminar akışda karışım sağlamak için beş kat daha fazla enerji harcanması gerektiği belirtilmiştir.

Erwin [116] malzemenin yeniden oryantasyonunu sağlayan bir vida tasarımı ile daha iyi bir karışım kalitesi elde edileceğini teorik olarak ifade etmiştir. Malzemenin yeniden oryantasyonunu sağlayan karıştırma tasarımının, karışma etkinliğine olan etkisi Chella ve Ottino[110] tarafından vurgulanmıştır. Akışkanlar mekaniğine ait bir karıştırma modelini kullanarak, karıştırma tasarımı ile elde edilen karışma etkinliğinin, geleneksel bir vida tasarımından daha iyi olacağını ortaya koymuşlardır.

Bu çalışmalarda, vidaların karıştırma tasarımlarının etkileri sayesinde laminer karışmanın yetersizliğinin giderilebileceği belirtilmiştir. Karıştırma tasarımlarının veya karıştırma bölgelerinin uygulamaları karıştırma çalışmaları alanı ile ilgilenen araştırmacılar için yeni bir çalışma alanı oluşturmuştur [30, 89, 114, 117-122]. Bu çalışmalarda genellikle, daha yüksek malzeme homojenizasyonu elde etmek için farklı vida tasarımları denenmiştir ve bu tasarımlardan elde edilen verimler karşılaştırılarak kullanılan farklı vida tasarımları arasında birbirlerine göre "en iyi" tasarım belirlenmiştir.

Gale[89], çalışmasında kullanmış olduğu tek vidalı ekstruder sistemine ait vidaların karıştırma tasarımını karşılaştırılmıştır. İki farklı noktadan malzeme beslenebilen bu sistem ile karıştırma bölgesinin karıştırma performansını değerlendirmeyi amaçlamıştır. Malzeme olarak siyah ve beyaz renkli yüksek yoğunluklu polietilen(HDPE) kullanmıştır. Kalitatif olarak elde edilen sonuçlarda; pin, kavite ve ananas karıştırıcı'nın 60 rpm'de karıştırma kalitesi olarak iyi değerler ortaya koyduğu ifade edilmiştir. Sistemin tüm performansı değerlendirildiğinde ise cavity karıştırıcı, daha az tahrik gücü, daha az basınç düşmesi ve daha az sıcaklık değişimi ile yapılan çalışmalarda en iyi karıştırma özelliğine sahip en iyi vida karıştırıcı bölümü olarak bulunmuştur.

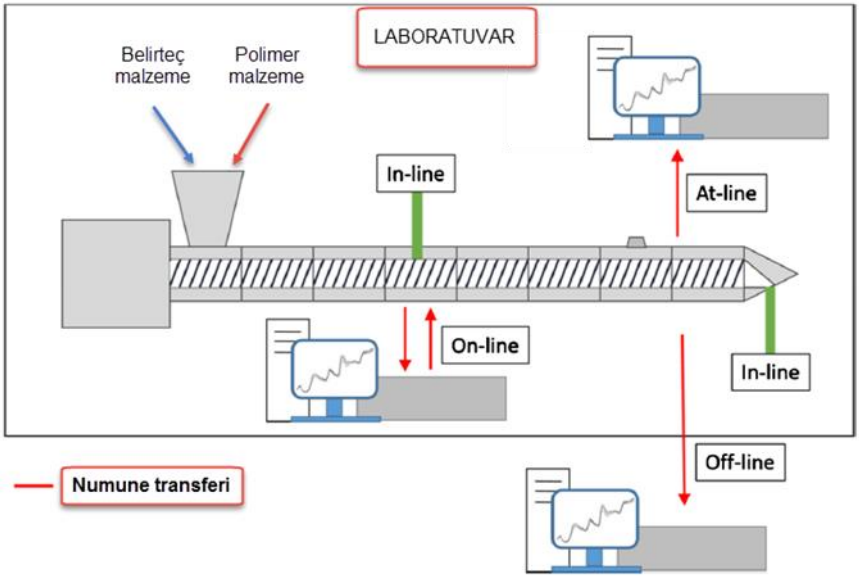
Vida karıştırıcı tasarımlarının 4 tipine ait karıştırıcı performansların kalitatif olarak incelendiği bir diğer çalışma Rios ve Ossеald [122] tarafından yapılmıştır. HDPE ve yüksek darbe dayanımlı polistiren (HIPS) karışımlarından elde edilen ekstrudatların kesilerek karıştırma tasarımlarından elde edilen ürünün homojenitesi değerlendirilmeye çalışılmıştır. Elde edilen sonuçlara göre Maddock ve ananas karıştırma tasarımları daha iyi karıştırma performansı ortaya koymuştur. Ayrıca Wong [30, 114] karıştırma kafasına sahip vida tasarımlarının, karıştırma kafasına sahip olmayan vida tasarımlarına göre daha iyi karıştırma performansı ortaya koyduğunu kalitatif olarak ispatlamıştır. Wong tarafından, Maddock kafalı vida tasarımlarının en iyi karıştırma performansı gösterdiği ifade edilmiştir.

Bu çalışmalar sonucunda ortaya konan karşılaştırmalar, vida tasarımlarının karıştırma performansı üzerinde oldukça etkili olduğunu göstermiştir. Ekstrüzyon prosesinde elde edilen karıştırma kalitesi, kullanılan vida tasarımlarına bağlı olarak farklılık göstermektedir. Bundan dolayı, karıştırma üzerine yapılan çalışmalarda farklı vida tasarımları ile çalışmak günümüzde oldukça ilgi çeken bir konu haline gelmiştir.

2.5.EKSTRÜZYON PROSESİNİN İZLENMESİ

Ekstrüzyon prosesi, nihai ürünün kalitesini garanti edecek şekilde çalıştırılan sürekli bir prosestir. Ancak, bu proses tekniğinin iyi anlaşılabilmesi için vida hızı, sıcaklık ve basınç gibi parametrelerinin kontrolü gerekmektedir. Ekstrüzyon prosesinin izlenmesi ve bilgi edinilebilmesi için Raman ve yakın kızıl ötesi spektroskopi (NIR) teknikleri günümüzde halihazırda kullanılmakta olan proses analitik teknolojisi (PAT) araçlardır. 2004'te ABD Gıda ve İlaç Dairesi (FDA) endüstriyel PAT için rehberlik yayınladı [130]. Yayınlanan bu kılavuz, farmasötik üretim proseslerinde yenilikçi, etkin ve verimli PAT araçlarının uygulanmasını teşvik etmektedir. Bilindiği üzere ilaç endüstrisi, uygulama alanının insandır ve ikinci el ürün olarak bir terim kullanmamaktadır. Dolayısıyla son ürünün kalitesi noktasında ve laboratuvar aşamalarında örnek alınabilecek bir sektördür. Yapılan bu çalışmanın laboratuvar ve son ürün eldesi konusunda da ilaç sektöründe kullanılan PAT uygulamalarına başvurulmuştur.

Proses analitik algılama, in-line, on-line, off-line şeklindedir. Şekil 2.7, ekstruder prosesindeki bu ölçüm belirleme durumunu göstermektedir.Gerçek zamanlı izleme için sadece on-line ve in-line yaklaşımlar uygundur. Numune alma çalışmaları, In-line: örnekleme doğrudan işlem akışında gerçekleşir ve ölçüm gerçek zamanlı olarak yapılır.On-line: numune üretim sürecinden alınır ve değerlendirilir; at-line: örnek hattan uzaklaştırılır ve prosesden izole edilir ve proses akışı yakınında analiz edilir.Off-line: numune alınır ve prosesden izole edilir ve ayrı bir yerde analiz edilir[123].



Şekil 2.7: Ekstrüzyon denemeleri sırasında in-line, on-line ve off-line ölçümleri.

Ekstruder çalışmalarında, proses bilgilerini iyileştirmek/geliştirmek, hammadde varyasyonları yapmak, ekstrüzyon parametreleri ve nihai ürün kalitesi arasındaki karşılıklı bağımlılıkları açıklamak için literatürde optik spektroskopiden yararlanılmıştır. Çalışmalar sırasında kullanılan in-line optik teknikler genellikle ürüne zarar vermez, numune hazırlığı gerektirmez ve çalışma sırasında verimli taramaya izin verir.Optik spektroskopi ultraviyole görünür spektroskopi (UV / VIS), short-NIR (sNIR) ve NIR spektroskopisi gibi bazı teknikleri içerir.Kullanılan bu cihazlar,Tablo 2.1'de gösterilen dalga boyu aralıklarına göre değişiklik gösterirler. Dolayısıyla, ürüne ait kimyasal karakterizasyon işlemi üretim aşamasında doğrudan gerçekleştirilebilir.

Tablo 2.1: Optik spektroskopi ultraviyole görünür spektroskopi dalgaboyu aralıkları.

Cihaz	Dalgaboyu (nm)
UV	200 – 400
VIS	400 – 700
sNIR	700 – 1100
NIR	1000 – 2500
MIR	2500 – 25000

Böylece,kaliteli ürün eldesi, tek tek numunelerin ölçülmesi yerine üretimin sürekli izlenmesi ile in-situ olarak geliştirilir. Ayrıca, anında yapılankontrol, sürekli üretimde gerçek zamanlı ürün kalitesinin temelini oluşturur. Buna ilave olarak, prosesin gerçek zamanlı olarak izlemesinin sonucunda hatanın/sapmanınerkenden algılanabilmesive bunların derhal proses kontrolü ile düzeltilmesi mümkündür.

Özetlemek gerekirse, ekstruder için in-line sistemkullanılması, ürün güvenliğini/kalitesini arttırma, istenen spesifikasyonları daha küçük varyasyonlar ile karşılama, toplu kayıpları azaltma ve hem müşteri memnuniyetini hem de kar marjını arttırma potansiyeline sahiptir.

2.5.1. Near-Infrared Spektrokopisi (NIR)

NIR spektroskopisi, bir çok endüstride geniş uygulanabilirliği sayesinde geniş kullanım alanına sahiptir [124]. NIR spektroskopisi, hızlı, kesintisiz, on-line ve in-line numune ölçümüne izin veren spektroskopik bir tekniktir.Bu nedenle, ekstrüzyon prosesi gibi bir işlemi izlemek için çok uygundur.

NIR spektroskopisinin in-line ve on-line uygulamaları üzerineekstruder kullanılarak yapılan ilk yayın Apruzzese ve ark.[125] tarafından 2003 yılında yapılmıştır. Burada, kalma süresi dağılımı (RTD), ekstruder içerisine belirteç malzeme olarak boyar maddenin enjekte edilmesi ve ekstruder kalıbına yerleştirilen VIS-NIR spektrometresine ait fiber optik probu ile in-line olarak belirlenmiştir. Bir ekstruder prosesinde in-line NIR spektroskopisine dayanan diğer çalışma ise Wahl ve ark. [126] tarafından yayımlandı. Bu çalışmada, NIR spektrometresine ait prob kalıp ile vida arasında, en düşük ölçüm hatalarını ve numuneyle ilgili en iyi bilgiyi üretmek amacıyla optimum prob konumlandırmasını araştırılmıştır.

Hansen ve Vedula [127, 128] polimer eriyik akış indeksi (MFI) ile anlık olarak EVA kopolimerinin bir sistem içerisinde komonomer (vinil asetat) değişim konsantrasyonunu göstermek için in-line yakın infrared spektroskopisini (NIR) kullanmıştır. NIR absorbsiyon spektrumunda, kimyasal bileşim içerisindeki değişimler baskın etkilerdir, oysa reolojik akış etkileri NIR spektrumları sadece ince farklılıklar meydana getirirler.

Akışın anizotropik yapısı, moleküler oryantasyona ve akan polimer eriyiğinin oryantasyon dağılımına bağlıdır. Moleküler oryantasyon ve oryantasyon dağılımındaki farklılıklar NIR absorbans spektrumunu etkiler ve spektral değişimlerin olmasına neden olur, böylece fiziksel özellikler hakkında sağlanan bilgiler polimer eriyik akış indeksi (MI) moleküler ağırlık parametreleri ile doğrudan ilişki içerisindedir. İkinci çalışmasında, Vedula ve Hansen erimiş EVA kopolimerinin VA monomer miktarını ve kompleks viskoziteyi tahmin edebilmek için bir kısmi en küçük kareler(PLS) modeli geliştirmişlerdir.

Nagata ve ark. [129] NIR spektrofotometresi kullanarak bir in-line yoğunluk sensörü geliştirmişler ve akış halindeki erimiş polietilenin NIR spektrumlarını okumak için tek vidalı bir ekstrudere fiber optik bir cihaz bağlanarak gerekli spektrumlar elde edilmiştir. Böylece, bu model ile ekstrüzyon kalıbında in-line olarak PE yoğunluğunu izlemek mümkün olmuştur.

Witschnigg ve ark. [130] on-line gerilmeli rheometrenin sonuçlarının kullanıldığı bir NIR yöntemi geliştirmiştir. Bu yönteme göre, elastisitemodülü (çekme testi üzerinden hesaplanmıştır) ve tabakalar arası mesafe (küçük açılı X-ışını sapması ile belirlenmiştir) in-line NIR spektrumları ile ilişkilidir. İki farklı vida geometrisi kullanarak propilen ve organik-kil karışımı aynı yönde dönen çift vidalı ekstruderde ekstrude edilmiş olup NIR probu kalıptan hemen önce yerleştirilmiştir.

Bir başka çalışma, Kelly ve ark.[131]tarafından transflektansNIR spektroskopisini in-line olarak kullanarak yayınlanmıştır. NIR spektrometresine ait prob kalıba yerleştirilmiştir. Bu çalışmada, poli(vinilpirolidon-ko-vinil asetat) kopolimerine ait polimer eriyiklerindeki karbamazepin ve plastikleştirici polietilen glikolün eş zamanlı olarak opasite değerlerinin ölçülmesine odaklanmıştır. Yine çalışmada materyalin morfolojisini anlamaya yardımcı olmak için reolojik ve termal karakterizasyonlar kullanılmıştır.

Almeida ve ark.[132] yaptığı bir araştırma çalışmada; laboratuar ölçekli bir ekstruderden pilot ölçekli bir ekstrüzyona ölçeklemenin etkileri, etilen vinil asetat (EVA)/ilaç formülasyonları kullanılarak araştırılmıştır. Ekstrüzyon kovanındaki malzeme davranışını moleküler seviyede değerlendirebilmek için Raman ve NIR spektroskopisinibirlikte sisteme bağlamıştır. Kararlı akış elde edebilmek için vida hızı ve besleme hızında ayarlamalar yapmıştır. Burada bildirilen Raman ve NIR ölçümleri, moleküler düzeyde materyal davranışının daha iyi anlaşılmasına yardımcı olmuştur.

Ekstrüzyon prosesi sırasında NIR kullanımı ile ilgili bu alanda yapılan ilave bir çalışma Saerens ve ark.[133]tarafından ortaya konmuştur. Çalışmada ekstrüzyon kullanarak polimer/ilaç katı hal davranışını ve moleküler etkileşimlerini belirlemek için NIR spektroskopisini in-line olarak kullanmışlardır. Elde edilen sonuçları Raman spektroskopisi ile de doğrulamışlardır.

Baronsky-Probst ve ark. [134] ekstrüzyon ile tablet üretimi sırasında prosesi izlemek için NIR spektroskopisini kullandılar. Bu çalışmada, diğer çalışmalardan farklı olarak tasarım maliyetlerinden tasarruf etmek amacıyla probu şeritlerin soğutma hattına yerleştirmişlerdir. Ayrıca deney tasarımı (DOE) ile tablet üretimi için optimize edilmiş bir modeli oluşturmuşlardır.

2.5.2. Mıd-Kızılötesi Spektroskopi (MIR)

MIR, diğer titreşim spektroskopik tekniklerine yardımcı teknik olarak kullanılmaktadır. Müdahalesiz, sisteme tahribatı olmayan ve örnek hazırlamanın az veya hiç ihtiyaç duyulmadığı bir sistemdir. Bununla birlikte, MIR'ın diğer titreşim spektroskopik tekniklerine göre dalgaboyu etkisi daha büyüktür [135]. En çok kullanılan ölçüm tekniği zayıflamış toplam yansıma (ATR) 'dir.Burada örnek, radyasyonun numune içerisinden geçtiği hareketsiz bir malzeme yüzeyine yerleştirilir.Bununla birlikte, bu ölçüm için penetrasyon derinliği sadece birkaç mikron'dur ve numune ile yüzey arasında iyi temas olması gerekir.

Haberstroh ve ark. [136] yaptığı bir çalışmada, reaktif bir polimer ekstrüzyon prosesinde çinko selenit optikli bir ATR-MIR daldırma probu kullanılarak izlenmiştir.Prob, özel olarak modifiye edilmiş bir ekstruder kovanına yerleştirilmiş. Bir ayna bağlantısının yardımıyla, MIR ışını, kızıl ötesi kaynağından ATR kristaline ve tekrar dedektöre geri yansıtılmıştır.Sonuç olarak, yapılan çalışmada, MIR'ın sadece izleme için kısmen uygun olduğunu bulunmuştur. ATR kristalinin yüzeyinde malzeme tortulaşması ve reaksiyonsisteminin viskozitesi gibi sorunlar nedeniyle ölçümler belirli işlem parametreleri ile sınırlandırılmıştır. Bununla birlikte, spektroskopik ölçümleri optimize etmek için proses parametrelerinin ayarlanmasının, RTD'nin yanı sıra proses stabilitesi üzerinde de olumsuz bir etkisi olacakğı belirtilmiştir.

Coates ve ark.[136]yapmış oldukları çalışmada; yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE)/polipropilen (PP) harman bileşimini belirlemek için MIR ile bir HME prosesinin

izlenmesi kullanıldı. On-line MIR işlemi, özel olarak tasarlanmış bypass sisteminde gerçekleştirildi.Sistem, eriyiği ekstruderden direkt olarak çekmek için sıcaklık kontrollü bir transfer kanalına bağlı dişli pompası kullanmaktadır.Eriyik daha sonra spektrumların elde edildiği ayarlanabilir bir MIR hücresinden geçer. Grup, işlemi başarıyla izlemiş ve ayrıca eriyikteki malzeme davranışı hakkında bilgi vermiştir.Bununla birlikte, çalışmanın sınırları için HDPE / PP harman oranındaki% 1'lik değişiklikleri tespit etmenin mümkün olmadığını belirtmiştir. Ayrıca, bu spesifik ölçüm değeri için, eriyiğin ekstruderden çekilmesi ile gerçek ölçüm arasında 7 dakikalık bir gecikme olduğunu ifade etmiştir. Dolayısıyla, süreç parametrelerini gerçek zamanlı olarak ayarlamak veya ürün kalitesindeki dalgalanmaları düzeltmenin mümkün olmadığını makalelerinde göstermişlerdir.

Bir HME prosesinde MIR spektroskopisinin kullanıldığı bir diğer çalışma, Fischer ve ark.[137] tarafından gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmanın amacı, MIR spektroskopisinin HME prosesi sırasında polimerizasyonun in-situ ölçümü için kullanılabili bir araç olduğunu göstermektir.MIR'nin, polimerizasyon dönüşümünün bitiş noktasının belirlenmesinin yanı sıra,%0 ila%100 polistiren aralığındaki polietilen/polistiren bileşimlerininkarışım oranlarının belirlenmesi için de uygun olduğunu gösterilmiştir.

Bununla birlikte, MIR spektroskopisinin ürünleri ve ekstrüzyon özelliklerini ölçmek ve karakterize etmek için off-line kullanıldığı birkaç çalışma daha vardır[138-140].

2.5.3. Raman Spektrokopisi

Raman spektroskopisi, yukarıda bahsedilen MIR ve NIR gibi titreşimli bir spektroskopik tekniktir. UV/VISdalgaboyu aralığında moleküller tek renkli bir ışık kaynağı ile uyarıldığında, ışın kaynağı ile aynı dalga boyunda ışınlar saçılır. Bunlara Rayleigh saçılması adı verilir ve elastik çarpışmalara neden olur.Aynı zamanda, esnek olmayan çarpışmalar sonucunda Stokes ve Anti Stokes Saçılımı çok daha az yoğunlukla gerçekleşir.Elastik çarpışmalarla bir molekülün enerjisi değişmeden kalır, elastik olmayan çarpmalar, molekülün taban durumundan (Stokes Raman saçılması) ya da molekülün halihazırda uyarılmış halinden (anti-Stokes Raman saçılımı) yayılan titreşimleri ve dönüşleri harekete geçirir.Çoğu molekül temel hallerinde gözüktüğü için genellikle ölçülen Stokes spektrumudur.Bu tür bir molekül uyarımı sırasında, o molekülün titreşimlerini ve dönüşlerini harekete geçirmek için gerekli olan enerji miktarıyla tam olarak

eşleşen bir enerji kaybı vardır.Işınlanan ışığın frekansı ile Raman saçılması frekansı arasındaki fark, spektrumdaki emilim bandlarının frekansı ile eşleşir[141].

Raman spektroskopisi, zarar vermeyen ölçüm metodu ve küçük miktarda numune hazırlama gibi avantajlarıyla diğer titreşim tekniklerinegöre tercih edilmektedir. Ancak bu teknik bazıdezavantajlara sahiptir, numunedeki yabancı maddelere veya numunenin renk değişikliklerine, düşük sinyal yoğunluğu ve lazerin küçük spot boyutundan dolayı floresans meydana gelmektedir.

Coates ve ark. [142], ekstruder için in-line Raman spektroskopisinin kullanımına öncülük ettiler. Bu çalışmada, bir Raman probu da dahil olmak üzere çeşitli problar, polimer / polimer harmanlarının değişen bileşimini ölçmek için tek vidalı bir ekstrüzyon kalıbına monte edilmiştir. Coates, ayrıca kullanılan diğer tekniklerle Raman spektroskopisinin karşılaştırmasını yapmış ve her bir tekniğin zorluklarını vurgulamıştır.

Barnes ve ark. tarafından yapılan diğer çalışmalar [143-145] [53-55] farklı polimer harmanlarını karakterize etmek için ekstrüzyon kalıbına monte edilmiş Raman spektroskopi problarını kullanmışdır. Barnes [143] çalışmasında, HDPE/PP harmanlarını bir ekstrüzyon işlemi sırasında karakterize etmiştir.Bu çalışmada sistemin proses izleme ve kontrolüne uygunluğunu gösteren, eriyik ekstrüzyon sırasında oluşan yüksek sıcaklıklar ve basınçlara karşı direci izlenmiştir. Barnes'ın [144] ve [145] nolu çalışmalarında EVA'nın kopolimerizasyonu ekstruder prosesi sırasında in-line Raman spektroskopisi ile incelenmiştir. Raman spektroskopisi, vinil asetat (VA)konsantrasyonunun yanı sıra eriyik kompozisyonunu katkı maddeleri ile belirlemek için uygulanmıştır.

Farmasötik alanda, Tumuluri ve ark. [146], ekstrüzyon çalışmaları sırasında klotrimazol ve ketoprofen miktarının belirlenmesi için gerçek zamanlı bir ölçüm kurulumu ile in-line Raman spektroskopisini ilk kullananlardan biridir. Bu amaçla, veri elde etmek için Raman probunu ekstrüzyon filminin üzerine yerleştirmişlerdir. Malzeme kantifikasyonu için PLS modelleri sayesinde, pilot ölçekli bir ekstruder ilelaboratuar ölçekli ekstruderden elde edilen sonuçlarda ihmal edilebilir bir fark olduğunu bulmuşlardır.

Krier ve ark. [147], birlikte çekilmiş implantlarda etil vinil asetat ve selekoksibin miktarını belirlemek için sıralı Raman spektroskopisini kullandılar.Ölçümler ile implantlar arasında homojen bir API konsantrasyonu sağlamak için gerçek zamanlı kontrol sağlanmıştır.

Saerens tarafından yapılan çalışmada [148],farklı proses parametrelerinin in-line Raman ölçümleri üzerindeki etkisi gösterilmiştir. Ekstruder kovanının her bölümünein-line Raman probu yerleştirilmiş böylece kovan sıcaklığı ve vida hızı gibi parametrelerin API / polimer etkileşimlerini nasıl etkilediğinin daha iyi anlaşılmasını sağlanmıştır. Çalışmada, vida hızının da Raman spektrumlarında dikkate değer bir etkisi olduğu bulunmuştur.Bu tür bir ölçüm ekstrüzyon işlemlerini optimize etmeye ve her bir ilaç / polimer sistemi için vida hızı, sıcaklık ve vida tasarımı için en iyi tasarımı bulmaya yardımcı olmuştur.

Aynı grup tarafından gerçekleştirilen ek çalışmada[149], ekstruder prosesi boyunca kritik proses parametreleri incelenmiştir. Bu makalede, her faktörünprosese olan etkisini belirlemek için, vida konfigürasyonu, tek tek ekstruder kovan sıcaklığı ve ilaç oranındaki değişiklikleri içeren tam faktöryel (full-factorial) bir DoE gerçekleştirilmişdir. In-line Raman spektroskopisi ekstruder içerisindeki ürünün katı halini karakterize etmek için kullanılmıştır.

2.5.4. UV/VIS Spektrokopisi

In-line UV / VIS spektroskopisi, polimer [150] ve gıda[151]ile ilgili çalışmalarda ekstrüzyonun içerisinde in-line renk izlenmesi için günümüzde uygulanmaktadır. Çalışmalarda tam bir UV / VIS spektrumu elde edilse de, yalnızca spektrumlardan türetilen renk koordinatları verilir ve proses kontrolü için kullanılır.

Ekstrüzyonda UV / VIS in-line spektroskopi ile konsantrasyon, katı hal ve bileşen parçacık boyutlarına ilişkin renk bilgilerine ek olarak: Wang ve ark.[152] erimiş halde ekstrüzyon sırasında poli (L-laktik asit) 'in termal bozunması in-line olarak ölçmüşlerdir.Becker ve ark. [153] eriyik içinde bir in-line prob ile VIS spektroskopisi ile parçacık boyutlarının belirlenmesini başarıyla göstermiştir.Yukarıda bahsedilen titreşim spektroskopileri ile karşılaştırıldığında, UV / VIS, ekstruderin özelliklerini izlemek ve proses kontrolü için anında geri bildirim elde etmek için en uygun maliyetli yol olduğu söylenebilir.

2.5.5. In-Situ Görselleştirme Çalışmaları

Tek vidalı ekstruderlerde karışmanın erimenin başlaması ile görüldüğü ifade edilmektedir. Maddock [31] “soğuk vida ekstrüzyon” tekniği kullanarak bir vidanın karışma prosesinin

erimenin başlaması ile ortaya çıktığını görsel olarak ispatlamıştır. Kovan içerisinde malzemelerin karışma süreci Rauwendall [56] tarafından ortaya konmuştur.

Lidor ve Tadmor [98], karışma performansı üzerine malzemelerin erime sürecinin etkilerini inceleyen önemli bir araştırma yapmıştır. Ekstrüzyon prosesinin sıcaklık homojenitesi, ilgili çalışmada dikkate alınmıştır. Çalışmalarda, tek vidalı ekstruzyondaki erime davranışlarını incelemek için kalma süresi dağılım fonksiyonlarının (Residence Time Distribution Functions, RTDF) ve gerinim dağılım fonksiyonunun (Strain Distribution Function, SDF) kullanılması önerilmiştir. Prosesin karıştırma kalitesinin, sıcaklık homojenitesinden ve eriyik uzunluğu kararlılığından doğrudan etkilendiği elde edilen sonuçlardan tespit edilmiştir.

Vida ekseni boyunca karıştırma özelliklerinin deneysel olarak incelenmesi Benkreira ve ark.[111] tarafından karışımı oluşturan büyük ve küçük bileşenler arasındaki mesafenin belirlenmesinin "soğuk vida ekstrüzyon" tekniği kullanılarak kantitatif olarak yapılmıştır. Vida boyunca karışma kalitesinin değişimi üzerine odaklanmamasına rağmen, elde edilen sonuçlarda vida ekseni boyunca malzemenin karışma kalitesinin arttığı gözlenmiştir. Ekstruderin besleme ucundan daha uzağa doğru karıştırma kalitesinin giderek arttığı belirlenmiştir. Bu da muhtemelen vida boyunca malzemenin sürekli olarak karışması ile ilgilidir.

Malzemenin ekstruzyon ile işlenmesi sırasında vidada meydana gelen karışmanın dinamik bir davranış olduğu bilinmektedir. Ancak, vida ekseni boyunca gerçekleşen karışmanın incelendiği çalışmalar teorik veya dinamik olmayan yaklaşımlar kullanılarak yürütülmüştür [29, 154-158]. Ekstruder içerisinde gerçekleşen dinamik davranış ise yapılan çalışmalarda bütünüyle ortaya konamamıştır. Diğer taraftan Wong ve ark. [30, 112] farklı tasarımlara sahip vidalar ile karıştırma davranışını incelemek için dinamik bir deneysel yaklaşım ortaya koymuştur.

Polimer işleme endüstrisinde, ürün kalitesini arttırmak, gerçek zamanlı hata tespitini sağlamak, sistemin izlenmesi ve kontrol edilmesi ve polimer malzeme sürecini geliştirmek için birçok sayıda işlem uygulanmıştır [29, 154-158]. Akış görselleştirme cihazları kalıp doldurma işlemi için geliştirilmiştir [154, 159-161]. Yokoi ve ark. tarafından [159-161] camdan tasarlanan bir kalıp ile kalıp boşlukları içerisindeki eriyik akışının görsel incelemesi yapılmıştır. Benzer bir cihaz Bress and Dowling [154] tarafından geliştirilmiş ve kalıbın üç yönden dolması sırasında polimer akışı gözlemlenmiştir.

Wong ve ark. [30] kullandıkları ekstruder kovanına sekiz (8) adet pencere açarak çalışan bir ekstruder içerisindeki dinamik davranışı çıplak göz ile gözlemlemeyi başarmışlardır. Böylece, vidanın kovan içerisindeki gerçek davranışını inceleyebilmişlerdir. Farklı vidalara ait renk dağılımlarının uzunlukları bu şeffaf pencerelere sahip ekstruder kullanılarak gözlenmiştir [30]. Sonuçlar, dağılımın daha derin bölgede tamamlandığı vida tasarımlarında karıştırma kalitesinin daha kötü olduğunu göstermiştir. Dolayısıyla, daha homojen bir karışım elde etmek için vida boyunun daha kısa olması önerilmiştir.

Ortaya konan renk dağılımının dinamik davranışının, vidanın uç kısmında bulunan karıştırma kafası ile yakından ilişkili olduğu ortaya konmuştur.

Son olarak, Wahl ve ark. [162]yapmış olduğu çalışmada, kalma süresi dağılımı aktif farmasötik malzeme kullanılarak belirlenmeye çalışılmıştır. Çalışmada kalıp sökülerek basınç ortadan kaldırılmış ve kamera ile malzeme akışı görüntülenmiştir. Deneysel tasarım (DOE) ile kalma süresinin en kısa tercih edildiği şartlar belirlenmiştir.

2.6.EKSTRUDERDE KALMA SÜRESİ DAĞILIMI (RESIDINCE TIME DISTRIBUTION)

Ekstrüzyon prosesinin sistem analizlerinde, tüm değişkenler girdi parametreleri, sistem parametreleri ve ürün parametreleri olmak üzere üç gruba ayrılmıştır[163, 164]. Sistem parametresi(örneğin, spesifik mekanik enerji, ısı enerjisi girişi, eriyiğin viskozitesi ve kalma süresi), girdi parametresi(örneğin, malzeme türü, besleme hızı, vida hızı ve kovan sıcaklığı) ile ürün parametresini (örneğin, yoğunluk, nem içeriği ve ürünün elastik özellikleri) birbirine bağlayan bir parametre olarak tanımlanır. Kalma süresi dağılımı (RTD) bir sistem parametresi olarak kabul edilir. Bir malzemenin ekstrüzyon içerisinde kalma süresi olarak tanımlanır ve özel proses koşullarına tabi tutulur.

RTD'nin ölçümü ve analizi, sürekli akış sistemleri için kullanılan önemli testlerde biridir.RTD'den, malzemenin ekstruder içinden geçişi sırasında uygulanan ortalama toplam gerilimi kullanarak gerçekleşen karıştırmayı tanımlamak mümkündür[165].Dhanasekharan ve Kokini [166] RTD'yi ölçekleme operasyonları (scale up) için kullanmıştır.Karıştırma derecesi,

reaksiyonların derecesi (örn., protein denatürasyonu, nişasta jelatinleşmesi ve dekstrinizasyon, denatürasyon ve vitamin kaybı) dağılımın özelliklerinden de hesaplanabilir [167].

RTD genellikle bir darbe izleyici sokulması veya konsantrasyonda bir basamak değişikliğinin uygulanması ile elde edilir. Belirteç malzeme (tracer) ekstürdere atış (pulse input), basamak (set input), periyodik (periodic input) ve rastgele (random input) yöntemleri kullanılarak enjekte edilir. Bu tez çalışmasında belirteç (tracer) ekstrudere atış (pulse input) yöntemi kullanılarak ilave edilmiştir [167]. Ganjyal ve Hanna [168], RTD ölçümünde kullanılan çeşitli yöntemleri özetlemiştir. Belirteç malzeme çoğunlukla renkli bir boya olup ekstrüzyondaki konsantrasyonu absorpsiyon spektroskopisi veya yansıtma renkölçümüyle belirlemektedir[169].Gogoi ve Yam [170] çalışmasında belirteç malzeme olarak kırmızı boya kullanmıştır. Çift vidalı ekstruderde gerçekleştirilen çalışmada elde edilen ürün öğütüldükten sonra, kolorimetre tarafından L*a*b renk koordinatlarını ölçmüşlerdir. a* değeri kızarıklık ölçüsü olarak dikkate alınmıştır. Numunenin, belirteç olmadan a* değeri, ekstrüzyondaki belirteçkonsantrasyonunu belirlemek için referans olarak alınmıştır. Ziegler ve Aguilar [171], bir çift vidalı ekstruderde çikolata işleme için RTD'yi belirlemede negatif step değişim metodu kullandılar; burada step değişimi, sütlü çikolatadan beyaz çikolatayakısa sürede geçiş yapılmıştır.

Ekstrüzyon birçok önemli etkileme parametresine sahip olan karmaşık bir süreçtir(örneğin, vida hızı, besleme hızı, sıcaklık, vida tasarımı, kalıp konfigürasyonu, ürün bileşimi vs.) [172]. Ekstruder içerisinde işlenen polimer, farmasötik veya gıda endüstrisine ait bileşenlerin yüksek kesme kuvvetlerine maruz kalma süresi, ekstrüzyon sırasında basınç, sıcaklık ve vida tasarımına bağlı olarak değişir. Örneğin, farmasötik ürünlerin uzun süre ekstruder içinde kalması aktif ürünün bozulmasına neden olabileceği için proses şartları ayarlanarak daha kısa kalma süreleri ile daha iyi karışımlar sağlanabilir. Ancak polimer ürünler için kalma sürelerinin daha uzun olması istenir. Buna karşın, bir matris karışımının içerik homojenliği, kalma süresi dağılımının (RTD) uzatılması ile sağlanabilir. Basınç gradiyentleri dolayısıyla geri karıştırma, karıştırma elemanları ile dağılma ve malzemenin vida ve kovan duvarı üzerine yapışması, ekstrüzyon esnasında akışkan olmayan davranışa neden olarak daha geniş bir RTD'ye neden olur [162, 173].

Takviyeli polimerler için mekanik özellikler, matris polimer zincirleri içerisinde homojen olarak dolgu maddesinin zarar vermeden güçlü bir şekilde dağılmasına bağlıdır [174].

RTD’lerin bu faktörler üzerindeki etkisinin anlaşılması [175], özellikle scale up için oldukça önemlidir [176].

RTD'yi belirlemek için off-line ve in-line analizlerin kullanıldığı çeşitli yöntemler vardır. Genel olarak, RTD eğrileri, ekstruder içerisinde gerçekleşen sıkıştırma dağılımının adım adım izlenmesi ile elde edilir. Sistemin tanımlanması, prosesin dinamik olarak ortaya koyduğu cevabın daha kapsamlı görülebilmesini sağlar.

2.6.1. Kalma Zamanı Dağılımı Hesaplama Yöntemleri

Ekstruder içerisinde kalma süresi dağılımının tespit belirlenebilmesi için sisteme uygulanan etki ve gösterdiği tepki arasındaki ilişki kullanılır. Bu ilişkide, ekstruder içerisinde erimiş olan malzemeye t=0 anında belirli bir miktarda (konsantrasyon/sayı/ağırlık) belirteç malzeme (tracer) beslenerek çıkış akımında zamanın bir fonksiyonu olarak incelenir.

Kullanılan belirteç malzeme, malzeme ile reaksiyona girmemeli, seçilebilir olmalı, karışım ile benzer fiziksel özelliklere sahip olmamalıdır. Ayrıca ekstruder yüzeyine ve duvarlarına tutunmamalıdır. En yaygın kullanılan belirteç malzemeler(tracerlar) renkli ve radyoaktif malzeme içeren inert malzemeler olmuştur.

Kalma süresi dağılımı, belirteç malzeme (tracer) kullanılarak başlıca; atış (pulse input), basamak (set input), periyodik (periodic input) ve rastgele (random input) olmak üzere dört yöntem kullanılarak beslenir. Bu çalışmada belirteç malzemeler ekstrudere pulse yöntemi kullanılarak beslenmiştir [167, 177].

2.6.1.1. Pulse Yöntemi

Pulse yöntemi, N_o miktarında belirteç, ekstruder besleme akımına mümkün olan en kısa sürede ve tek seferde beslenir. Çıkış akımı konsantrasyonu C (gr/m^3) zamanın bir fonksiyonu olarak

ölçülür (Şekil 2.18). Kalma zamanı dağılımı analizinde çıkış konsantrasyonu - zaman eğrisi C eğrisi olarak ifade edilir. Atış (puse input) yönteminde belirteç malzeme konsantrasyonu C(t) giriş akımınına beslenir ve zaman belirli miktarda arttırarak (Δt) çıkış akımındaki tepki gözlenir. t ve t+Δt zaman aralığında ekstruder çıkışındaki belirteç madde miktarı ΔN;

$$\Delta N = C(t)\upsilon\, \Delta t \tag{2.1}$$

elde edilir. Burada υ, volumetrik akış hızdır (m^3/sn). Diğer bir deyişle ΔN; t ve t + Δt zaman aralığında ekstruder içerisinde kalan belirteç malzeme (tracer) miktarıdır. Denklem toplam belirteç malzeme miktarına bölünürse;

$$\frac{\Delta N}{No} = \frac{\upsilon C(t)}{No}\, \Delta t \tag{2.2}$$

elde edilir. Bu denklem, ekstruder içerisinde t ve t + Δt zaman aralığı süresince kalma zamanına sahip malzemenin fraksiyonunu ifade eder.

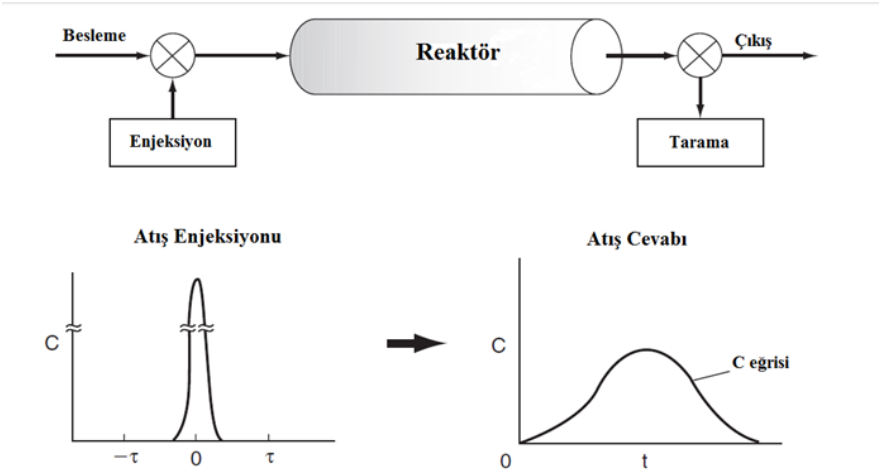
Atış yöntemi için tanımlanan;

$$E(t) = \frac{\upsilon C(t)}{No} \tag{2.3}$$

ve

$$\frac{\Delta N}{No} = E(t)\Delta t \tag{2.4}$$

elde edilir. E(t), kalma zamanı dağılımı fonksiyonu olarak belirlenir. E(t)dt ifadesi de t ve t+Δt zaman aralığı süresince sistem içerisinde kalan malzemenin çıkış akımının fraksiyonudur [167].



Şekil 2.8: Atış yöntemi.

N_o besleme akımı içerisinde bilinmese dahi çıkış akımından t=0 sn ve t=∞ zaman aralığında (ΔN) hesaplanabilir.

Verimin diferansiyel denklemi ise;

$$dN = \upsilon C(t)dt \tag{2.5}$$

İntegral uygulanırsa;

$$No = \int_0^\infty \upsilon C(t)dt \tag{2.6}$$

denklemi elde edilir.

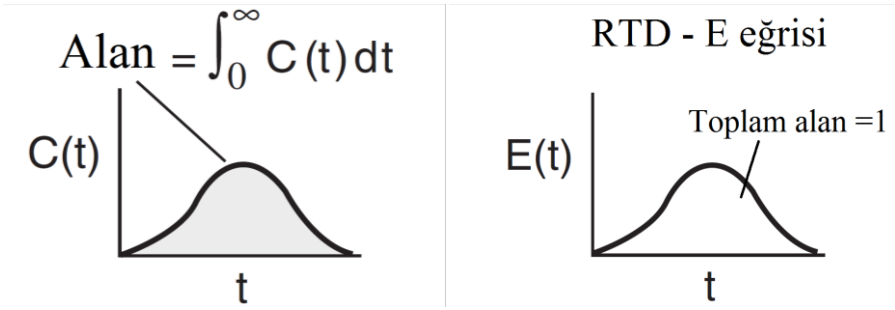
Volumetrik akış hızı sabittir ve belirteç malzeme miktarından kalma zamanı dağılım fonksiyonu E(t);

$$E(t) = \frac{C(t)}{\int_0^\infty C(t)dt} \tag{2.7}$$

denklemi ile bulunur.$\int_0^\infty C(t)dt$ ifadesi C(t)-t grafiğinde eğrinin altında kalan alanı bulunur ve buradan elde edilen eğriye de kalma zamanı dağılımı eğrisi olarak isimlendirilir (Şekil 2.9) [167].

Belirteç malzeme (tracer) ekstruder içerisinden geçirdiği ortalama süre ise ***ortalama kalma zamanı (τ)*** olarak 2.8'de ifade edilen denklem ile bulunur [167].

$$\tau = \int_0^\infty tE(t)dt \tag{2.8}$$



Şekil 2.9: Kalma zamanı dağılım eğrisi.

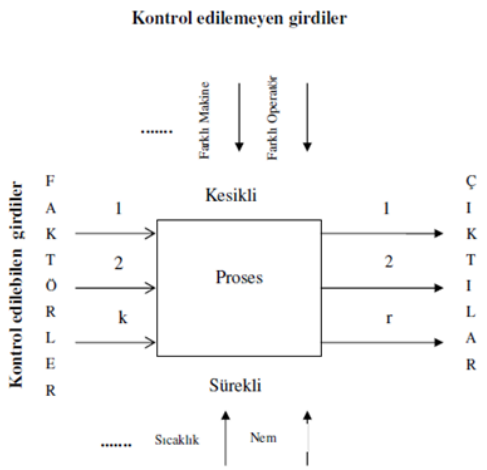
2.7.DENEYSEL TASARIM

Deneyler, bilim ve teknik alanlarında önemli rol oynamaktadır. Deneylerin gerçekleşmesi aşamasında ise başvurulan "Deney tasarımı" yöntemi, hem tasarım hem de üretim aşamalarında geniş biçimde kullanılmaktadır. Yeni/mevcut ürün ve/veya proseslerin tasarımında sistemi etkileyen faktörleri incelemek, bu proseslerin optimizasyonunu sağlamak, yeni malzemeler/ürünler geliştirmek ve kullanım süresini arttırmak gibi süreçler için anahtar bir role sahiptir [178].

Deney tasarımı, Ronald Fisher [179] tarafından ortaya konmuştur. Fisher yapmış olduğu deneylerden elde ettiği sonuçlara varyans analizi uygulamış ve sistemi için kullandığı faktörlerin istatistiksel olarak anlamını belirlemeye çalışmıştır. Yaptığı çalışmalarla tarım üretiminde ilaçlamanın dışında başka faktörlerinde etkili olduğunu ifade etmiştir. İlk olarak tarım alanında kullanımı yaygınlaşan bu teknik daha sonra hayvancılık, eczacılık, mühendislik gibi birçok alanda kullanım alanı bulmuştur [180-182].

Yapılan bir çalışmada, sistemi etkileyen faktörler veya seviyeleri değiştirilerek girdi-çıktı ilişkisi Şekil 2.10'de gösterildiği gibi değerlendirilir. Deney tasarımından elde edilen sonuçlara göre sistemi değerlendirebilecek objektif çıktılar elde edilir. Ancak bu aşamaya gelmeden önce

sistemin oldukça iyi değerlendirilmesi ve detaylı olarak gözden geçirilmesi gerekmektedir. Çünkü deney tasarımı, bilgiyi kullanılan proses sayesinde ekonomi ile buluşturur.



Şekil 2.10: Deney tasarımı proses modeli.

2.8.DENEY TASARIMINDA KULLANILAN BAZI TANIMLAR

Deney tasarımında kontrol edilebilir deneysel değişkenlere bağımsız değişken ya da faktör denir. Faktörler nitel veya nicel değişken olabilir. Deney birimleri, denemelerin rastgele olarak atandığı varlıklar olarak tanımlanır. Deney birimlerinin, hakkında bilgi elde edilmek istenen karakteristik özelliklerine yanıt veya bağımlı değişken adı verilir, Bağımlı değişken nitel olabileceği gibi nicel de olabilir. Deney birimleri arasındaki kontrol edilemeyen farklılıklara deneysel hata denir. Bloklama, rastgeleleştirme ve tekrar deney tasarımının ilkeleridir. Bu ilkeler deneysel hatanın azaltılması için kullanılırlar [183].

2.8.1. Faktöriyel Tasarım

Deneyde birden fazla faktör olduğu durumlarda, faktör düzeylerinin kombinasyonları deneme olarak adlandırılır. Bu gibi birden fazla faktörün mevcut olduğu deneylerde temel amaç, faktörlerin ana etkileri ile beraber etkileşim etkilerini de test etmektir. Fisher tarafından önerilen Faktöriyel deneyler veya birçok kaynakta belirtildiği gibi faktöriyel tasarımlar, iki ya da ikiden fazla faktörün ana etkilerini ve etkileşim etkilerini aynı anda araştırmak için kullanılan oldukça

popüler tasarımlardır. Özellikle mühendislik alanında yaygın bir kullanıma sahiptirler. Faktöriyel tasarımlar, zaman ve para tasarrufu sağlamak bakımından, her seferinde bir tane faktörün etkisini araştıran geleneksel tasarımlara göre çok daha etkindirler. Bunun yanı sıra, faktörler arasındaki etkileşim veya etkileşimleri araştırmak bakımından da her seferinde bir tane faktörün etkisini araştıran tasarımlara göre avantaj sağlarlar [181].

2.8.2. Varyans Analizi (ANOVA)

Deney tasarımı prosesinin son aşaması deney sonuçlarının analizi aşamasıdır. Ürün ya da prosesin performansını hangi faktörlerin hangi derecelerle etkilediği kararını vermek için deney sonuçlarının çözümlenmesi gerekir. Literatürde bu amaçla kullanılan birçok yöntem vardır. Bu yöntemlerden bazıları doğası gereği öznel iken bazıları da nesnel karar üretme araçlarıdır. Varyans analizi (ANOVA), en nesnel yöntem olduğu için deneysel sonuçların yorumlanmasında ve gerekli kararların verilmesinde baskın olarak kullanılan istatistiksel yöntemdir [184].

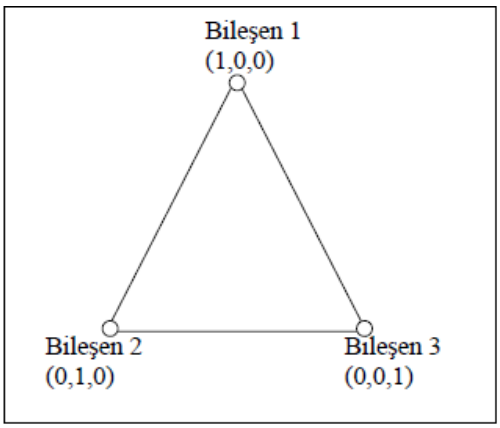
Varyans analizi, istatistiksel olarak üç ya da daha fazla grup arasında farklılık olup olmadığını test etmek için başvurulan bir yöntemdir. Ortalamaların birbiri ile karşılaştırılması, çalışma sonunda bağımlı değişkende meydana gelen değişimin ne kadarının faktör(ler)den, ne kadarının hatadan kaynaklandığının belirlenmesi, bir başka deyişle toplam varyansın bileşenlerine ayrılması yardımıyla yapılır. [181].

2.8.3. Karışım Dizaynı

Birçok ürün, bazı maddelerin karışımından meydana gelir ve bu tür ürünlere ait kalite kontrol parametrelerinin istenilen değerlerde olabilmesi için, ürünü oluşturan bileşenlerin oranlarının ne olacağını belirlemek önemli bir problemdir. Karışım deneylerinde, ürünün özellikleri ile ürünü oluşturan bileşen oranları arasındaki ilişki incelenir ve ürünün özellikleri üzerinde hangi bileşenlerin daha etkili olduğuna karar verilir.

Karışım deneylerinin amacı, ürün özelliklerini (yanıt) karışım oranları cinsinden temsil edebilecek bir model bulmaktır. Genel karışım probleminde, yanıt sadece karışımdaki

bileşenlerin oranlarına bağlıdır, karışımın miktarına bağlı değildir. Karışımda yer alan maddelerin oranları “bileşen oranı” olarak adlandırılır.



Şekil 2.11: Üç bileşen faktör uzayı.

Karışım problemi için koordinat sistemi “simpleks koordinat sistemi” olarak adlandırılır. Şekil 2.11’de verilen eşkenar üçgenin köşeleri saf bileşeni tanımlar ve (1,0,0; 0,1,0; 0,0,1) şeklinde gösterilir. Üçgenin içindeki noktaların her biri farklı karışım oranlarını tanımlamaktadır. Örneğin üçgenin merkezi üç bileşeninde eşit oranlarda olduğu karışımı ifade eder ve (1/3,1/3,1/3) şeklinde gösterilir.

(X1,X2,X3) = (1,0,0),(0,1,0),(0,0,1),(1/2,1/2,0),(1/2,0,1/2),(0,1/2,1/2)

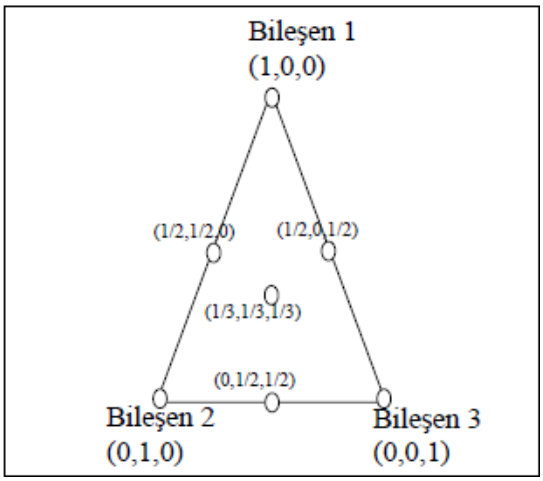
Burada ,

X1:1.bileşenin karışımda aldığı oran,

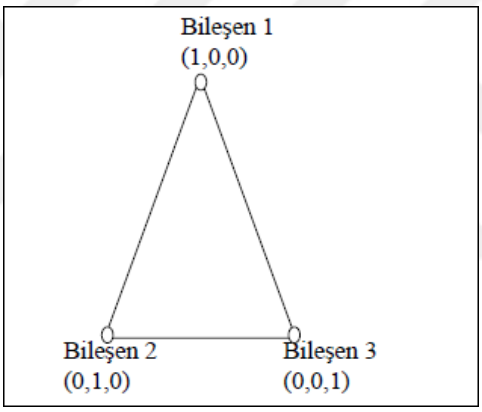
X2: 2.bileşenin karışımda aldığı oran,

X3: 3.bileşenin karışımda aldığı oran,

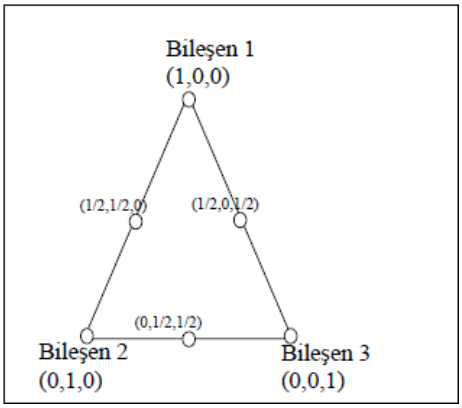
Şekil 2.12’de üç bileşen için simpleks merkez, Şekil 2.13’de simpleks kafes 1.derece ve Şekil 2.14’de ise simpleks kafes 2.derece tasarımlar verilmektedir [185].



Şekil 2.12: Üç bileşen için simpleks merkez tasarım.



Şekil 2.13: Üç bileşen için simpleks kafes 1.derece tasarım.



Şekil 2.14: Üç bileşen için simpleks kafes 2.derece tasarım.

Şekil 2.12'den de ifade edildiği gibi 3 bileşenden oluşan simpleks merkez tasarımı için 7 nokta gösterilmiştir. Tasarım 3 adet saf, 3 adet ikili ve 1 adet üçlü karışımdan meydana gelmektedir. Simpleks merkez tasarım ise en fazla dördüncü dereceden regresyon denkleme uygun bir tasarımdır. Şekil 2.13'den de görüleceği üzere 3 bileşenden meydana gelen simpleks kafes 1.derece tasarımı için 3 nokta gösterilmiştir. Buna göre tasarım 3 adet saf karışımdan oluşmaktadır. Simpleks kafes 1.derece tasarım maksimum birinci dereceden (doğrusal) regresyon denklem tahminlerine uygun bir tasarımdır. Şekil 2.14'dan da görüldüğü gibi 3 bileşenden oluşan 2.derece simpleks kafes tasarımı için 6 nokta belirlenmiştir. Buna göre tasarım 3 adet saf karışım ve 3 adet ikili karışımdan oluşmaktadır. Simpleks kafes 2.derece tasarım maksimum ikinci dereceden regresyon denklem tahminlerine uygun bir tasarımdır.

2.9.ÖZET

Bu bölümde, tek vidalı ekstrüzyona ait vida geometrisi ve vidaların karıştırma davranışları üzerine yapılan araştırmalar üzerine bir inceleme yapılmıştır. Yapılan bu çalışma, vida konfigürasyonları, ekstruder proses koşulları ve vida mesafe mesafesi gibi proses için önemli çalışma değişkenleri göz önüne alınarak ayrıntılı olarak tartışılmıştır.Ayrıca, çalışmada ekstruderin dinamik çalışma koşullarının ne şekilde araştırmaya ihtiyaç duyulduğu ve incelendiği belirtildi. Deneysel tasarım programı ile çalışmalardan optimum çalışma koşullarının ve vida konfigrasyonlarının farklı yöntemlerle belirlendiği görüldü. Yapılan bu araştırmalar sonucunda ideal vida tasarımı ve optimum performans tespiti için yapılan çalışma güvenilir bazı literatürsel destekler elde edilmiş olduğu düşünülmektedir. Çalışmanın 3. bölümünde tasarlanan yeni sistem, kullanılan malzemeler, vida konfigrasyonları, proses koşulları ve deneysel tasarım hakkında geniş bilgi verilecektir.

3. MALZEME VE YÖNTEM

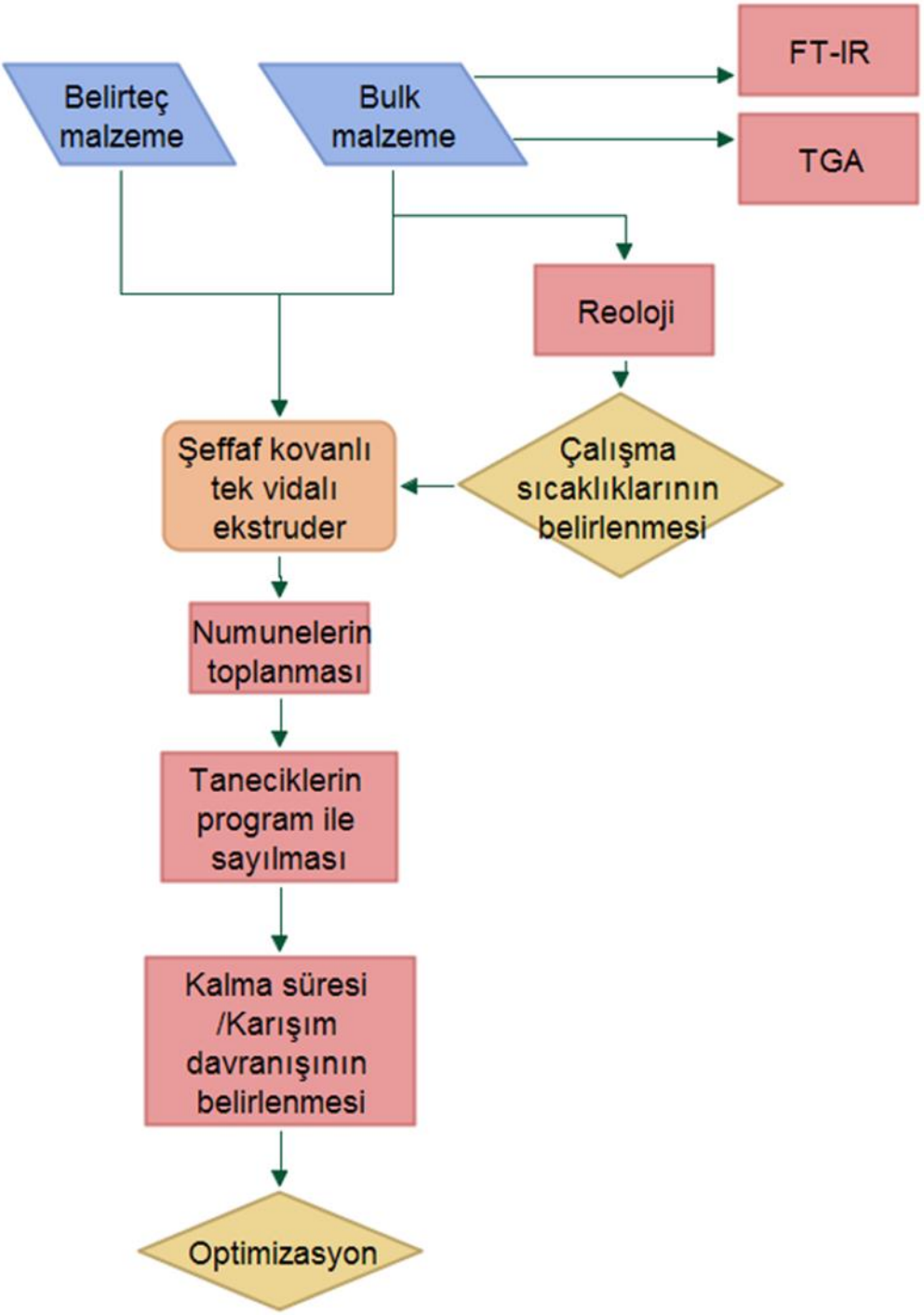
3.1.GİRİŞ

Bu Doktora Tezi için deneysel çalışmalar, hatve içinde hareket eden model polimer malzemenin kovan boyunca tüm hareketinin gözlenebildiği ve kalma süresi dağılımının hem in-line (sistem içi) hem de off-line (sistem dışı) olarak belirlendiği şeffaf kovanlı tek vidalı ekstruderde gerçekleştirilmiştir. Deneysel çalışmalar dört bölüme ayrılmıştır; bunlar 1) model - belirteç malzeme karışımlarının toplanması ve film haline getirilmesi, 2) tanecik sayılarının yazılan bir program ile belirlenmesi, 3) kalma süresi dağılımı ve 4) Minitap paket programı ile optimizasyon yapılması şeklindedir. Ayrıca çalışma boyunca kullanılan model malzemelerimizin (EVA 40W, 150W ve 210W) akış davranışını incelemek için reoloji denemeleri, yapısal ve morfolojik analizler için Fourier Transform Infrared (FT-IR) analizi ve termal gravimetrik analiz (TGA) yapılmıştır. Yapılan çalışmalar Şekil 3.1'de akış şemasında basitçe gösterilmiştir.

3.2. CİHAZLAR

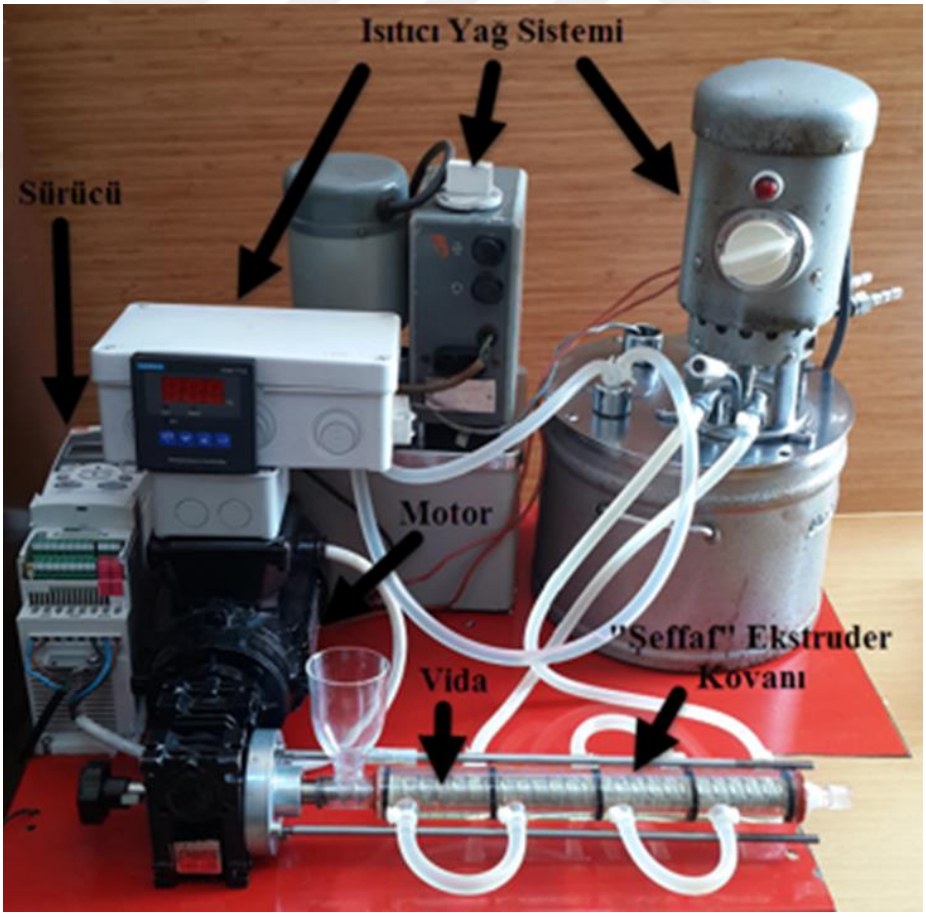
3.2.1. Ekstruder Sistemi

Doktora Tez'ine ait deneysel çalışma süresince özel olarak tasarlanmış 29 cm uzunluğunda tamamen "şeffaf" cam kovana sahip tek-vidalı ekstruder kullanılmış olup bu sistem yaklaşık 600 °C'ye dayanabilmektedir. Literatürde vidanın kovan içerisindeki gerçek davranışını çıplak göz ile inceleyebilmek amacıyla Wong [30, 114] ve Zhu [29, 186]kullandıkları metal malzemeden yapılmış ekstruder kovanına pencereler açmış ve çalışan bir ekstruder içerisindeki dinamik davranışı gözlemlemeyi başarmışlardır. Bu Tez'de kullanıldığı üzere, öngörüsü ve tasarımı Prof. Dr. İsmail AYDIN tarafından yapılan, tamamen şeffaf camdan imal edilmiş bir kovana sahip plastik ekstruder sistemine literatürde rastlanılmamıştır.



Şekil 3.1: Deney çalışmasına ait akış şeması.

Çalışma boyunca kullanılan sistemde, ekstruder motoru ve redüktör birbirlerine dikey olarak bağlanmıştır. Cam kovanın sabit durması amacıyla çelik flanşlar ve dört adet çelik mil çektirme olarak kullanılmıştır. Bunların bir diğer önemli görevi ise cam kovana destek olmaktır. Böylece sabitlenen şeffaf cam kovan gövdesi içerisinde hareket eden malzemelerin hareketi kolayca gözlemlenebilecek ve sıcaklık ölçümü infrared termometre ile kolaylıkla yapılacaktır. Kullanılan ekstruder vidaları nitrasyon çeliği olup ısıl işleme tabi tutulmuşlardır. Bu vidalar redüktöre doğrudan bağlı olup hız değeri dakikadaki devir (rpm) olarak sürücü tarafından kontrol edilmektedir. Şeffaf cam ekstruder kovanı teflon O-ring ile birbirinden ayrılmış 4 adet sıcaklık bölgesine sahiptir. İlk bölge bağımsız ve üç bölge birbirine silikon hortumlarla bağlı olmak üzere ısı transfer yağı kullanılarak beslenir. Isıtma sisteminde ilk bölge için ısıtmaya gerek duyulmazken diğer bölgeler için ısıtma işlemi yağı pompalayan kızgın yağ kazanı aracılığı ile yapılır. Deneysel çalışmaların yapıldığı ekstruder sistemi Şekil 3.2'de gösterilmiştir.

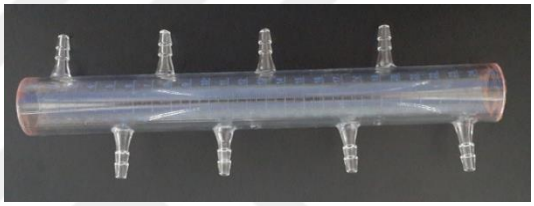


Şekil 3.2: Ekstruder bileşenlerinin yer aldığı ekstruder sistemi.

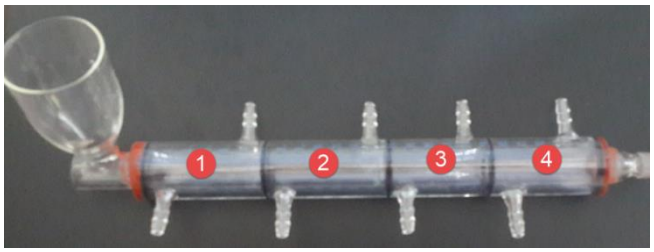
3.2.1.1.Şeffaf" ekstruder kovanı

Bu Tez denemelerinde kullanılan ekstruder kovanı iki kısımdan meydana gelmektedir, ilk kısım olan cam ana kovan (Şekil 3.3) vidayı çevrelemektedir.İkinci cam kısmın bulunduğu ceket kovan(Şekil 3.4) ise çalışmada kullanılantermoplastik polimer model malzemelerin ihtiyaç duyduğu ısıyı sağlamaktadır. Dış kovan ile iç kovan arası her biri diğerinden teflon seperatörlerle ayrılmışve ısıtma işlemi içinfaydalanılanısı transfer yağının devir daimi sırasında giriş ve çıkış bölümleri ile birbirlerinden ayrılan dört adet bölgeden oluşmaktadır (Şekil 3.5). Bu bölgelerin ısıtılmasında kullanılan Silikon yağ, her bir bölgeye, istenilen sıcaklığa geldikten sonra kızgın yağ tankının pompası yardımı ile basılır. Katı taşıma bölgesinin, erime bölgesinin ve aktarma bölgesinin sıcaklığı kendi içerisinde sabit tutulur.

Şekil 3.3: Cam ana kovan.



Şekil 3.4: Dış ceket kovan.



Şekil 3.5: Isıtma bölgelerinin gösterildiği kovan.

Bu saydam tasarım ile katı taşıma, erime ve aktarma bölümleri açıkça görülebilecek ve fotoğraf makinesi veya kamera ile camlar ardından kayıt yapılarak ekstrüzyon prosesinin kalma süresi dağılımının belirlemesi sırasında belirteç malzemenin model malzeme içerisindeki dağılımının da görsel olarak değerlendirilmesi ve kayıt altına alınması mümkün olacaktır. Ayrıca vida modellenmesi için gerekli olan katı profil X/W değeri, katı yatağın hızı Vsz, üst eriyik filmin ve eriyik havuzunun şekil almış pozisyonları ve katı yatağın kırılmasının meydana geldiği pozisyon büyük bir hassasiyette gözlemlenebilecektir (Şekil 3.5).

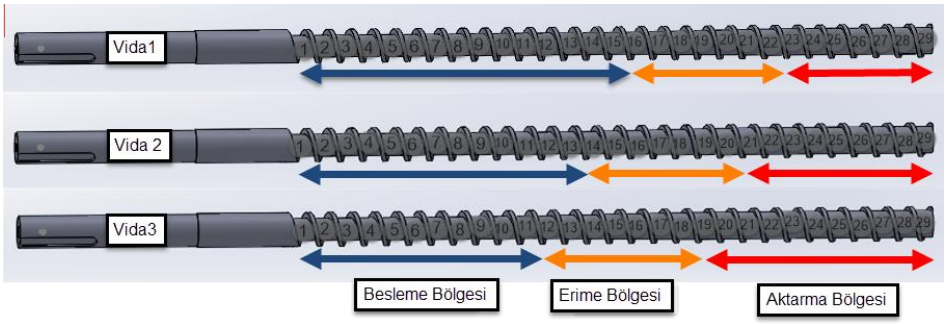
3.2.1.2.Vida tasarımı

Vida, ekstrüzyon işlemi için olmazsa olmaz bir elemandır. Bir vidanın başarılı olabilmesi için geometrik tasarımının yanı sıra, imal edildiği malzemesinin de kaliteli olması gerekir. Vidalar genellikle 4140, 4340 ve büyük kapasiteli ekstrüzyon vidası ise nitrasyon ve 8620 çeliklerinden imal edilirler. Ancak malzemenin iyi olması yeterli değildir. Ayrıca polisaj ve/veya krom – nikel kaplama yapılarak vida sağlamlaştırılır ve eriyen plastiğin vida üzerine yapışması önlenir.

Vida; besleme, sıkıştırma ve aktarma bölgelerini içine alacak uzunlukta olmalıdır. Böylece plastik, istenildiği gibi erimiş haldede adaptöre/çıkışa ulaşır. Vida boyutları, hatve açısı, kanal derinliği ve genişliği burada önemlidir. Genel olarak vida uzunluğunun vida çapına oranı; erimiş plastikteki aranan özellikleri belirlemede ortaya konan bir yaklaşımdır.

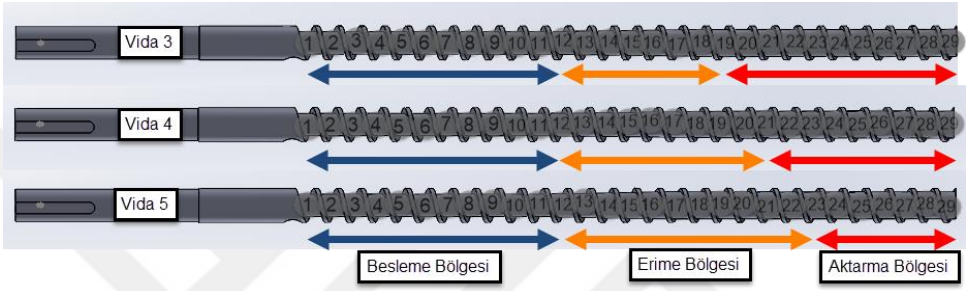
Bu tez çalışmasında üç set vida kullanılmış olup bunlar;

a) Erime bölgesi sabit olan vidalar (Vida e1, Vida e2 ve Vida ebp3): Kullanılan bütün vidaların sıkıştırma bölümleri tamamen sabit tutularak (7D) ilk vida için katı taşıma bölgesi bölgesi 15D, aktarma bölgesi 7D, ikinci vida için katı taşıma bölgesi 13D, aktarma bölgesi 9D ve üçüncü vida için için katı taşıma bölgesi 11D, aktarma bölgesi 11D olarak Şekil 3.6'da görüleceği üzere Solidworks® programında resmi çizilerek Mikrosan A.Ş. tarafından imalatı gerçekleştirilmiştir. Bu vidalara ait boyut bilgileri Tablo 3.1'de verilmiştir.



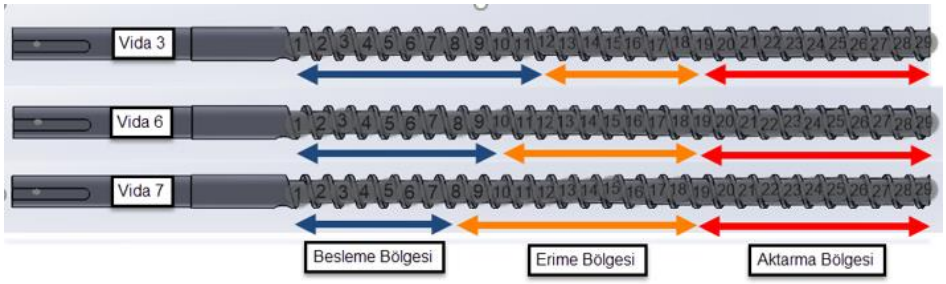
Şekil 3.6: Tez çalışmasında kullanılan erime bölgesi sabit vidalar.

b) Katı taşıma bölgesi sabit olan vidalar (Vida ebp3, Vida b4 ve Vida b5): Kullanılan bütün vidaların katı taşıma bölümleri tamamen sabit tutularak (11D) üçüncü vida için erime bölgesi 7D, aktarma bölgesi 11D, dördüncü vida için erime bölgesi 9D, aktarma bölgesi 9D ve beşinci vida için için erime bölgesi 11D, aktarma bölgesi 7D olarak Şekil 3.7'de görüleceği üzere Solidworks® programında resmi çizilerek Mikrosan A.Ş. ve Emena Ekstrüzyon A.Ş. tarafından imalatı gerçekleştirilmiştir. Bu vidalara ait boyut bilgileri Tablo 3.1'de verilmiştir.



Şekil 3.7: Bu tez çalışmasında kullanılan katı taşıma bölgesi sabit vidalar.

c) Aktarma bölgesi sabit olan vidalar (Vida ebp3, Vida p6 ve Vida p7): Kullanılan bütün vidaların aktarma bölümleri tamamen sabit tutularak (11D)üçüncü vida için katı taşıma bölgesi 11D, erime bölgesi 7D, altıncı vida için katı taşıma bölgesi 9D, erime bölgesi 9D ve yedinci vida için için katı taşıma bölgesi 7D, erime bölgesi 11D olarak Şekil 3.8'de görüleceği üzere Solidworks® programında resmi çizilerek Mikrosan A.Ş. ve Emena Ekstrüzyon A.Ş. tarafından imalatı gerçekleştirilmiştir. Bu vidalara ait boyut bilgileri Tablo 3.1'de verilmiştir.



Şekil 3.8: Bu tez çalışmasında kullanılan aktarma bölgesi sabit vidalar.

Tablo 3.1: Kullanılan vidaların boyut bilgileri.

Vida	Ekstruder boyu (L/D)	Katı taşıma bölgesi (D)	Erime bölgesi (D)	Aktarma bölgesi (D)	Sıkıştırma oranı	Hatve boyu (mm)	Kanat aralığı (mm)	Kanat genişliği (mm)	Ekstruder çıkış çapı (mm)
Vida e1	29	15	7	7	2,5/1,5	10	0,2	1,8	10
Vida e2	29	13	7	9	2,5/1,5	10	0,2	1,8	10
Vida ebp3	29	11	7	11	2,5/1,5	10	0,2	1,8	10
Vida b4	29	11	9	9	2,5/1,5	10	0,2	1,8	10
Vida b5	29	11	11	7	2,5/1,5	10	0,2	1,8	10
Vida p6	29	9	9	11	2,5/1,5	10	0,2	1,8	10
Vida p7	29	7	11	11	2,5/1,5	10	0,2	1,8	10

Tek vidalı ekstruderler temel olarak hacimsel bir pompa olarak düşünülebilir. Ancak bu proses, beslenen malzemenin bir konumdan bir diğer konuma sürekli olarak aynı şekilde hareket ettiği bir cihaz değildir. Örneğin; vidanın herhangi bir bölümünde yapılan bir değişiklik verimde pozitif veya negatif bir değişiklik ile sonuç vermektedir. Tek vidalı ekstruderler, temel olarak istenilen oranda, homojenlikte ve kalitede bitmiş ürün üretmek için granül polimer kullanır. Çalışan prosesin performansının ise tek bir ölçüsü vardır, o da; elde edilen eriyiğin kalitesidir. Eriyik kalitesi; sıcaklık dağılımı, basınç dağılımı, karışım ve kalma süresi dağılımı ile belirlenir.

Bu çalışmada, farklı geometriye sahip yedi adet vida kullanılmasındaki temel amaç; bir polimer ekstrüzyon prosesinde ideal vida tasarımında yapılması gereken vida bölgeleri uzunlukları ve proses parametrelerinde yapılan değişikliklerin etkilerinin incelenmesidir. Dolayısıyla bu Tez çalışması kapsamında yapılan bu değişiklerin sonuçları; kalma süresi dağılımı ve ekstruder içerisinde gerçekleşen polimer akışı üzerinde doğrudan incelenmiştir. Kullanılan yedi vida arasından performans açısından en iyi vida bu şekilde belirlenmiştir.

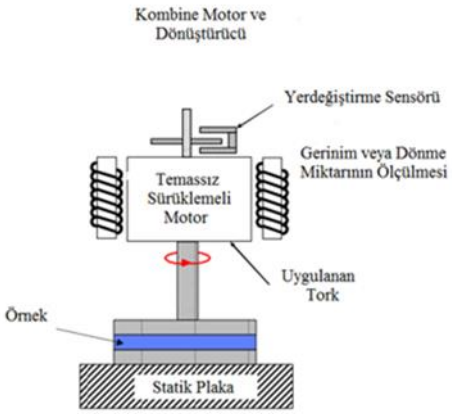
3.2.2. AR-G2 Reometresi

Reoloji, malzemenin deformasyonunu ve akmasını inceleyen bir bilimdir. Başka bir deyişle reoloji, malzemeye uygulanan etki ile malzemenin gösterdiği deformasyonu arasındaki ilişkiyi tespit eder. Bu ilişkinin tanımlanması, formüle edilmesi ve neticesinde malzemenin ne tür özellikler sergilediğinin anlaşılabilmesi için gerekli olan cihaz ise reometredir.

Bu Doktora Tez çalışmasında yapılan tüm reolojik çalışmalar AR-G2 reometresi (TA intruments, New Castle) kullanılarak yapılmıştır. Kullanılan cihaz Şekil 3.9’da gösterilmiştir.

Şekil 3.9: Çalışmalarda kullanılan AR-G2 reometresi.

Denemeler için kullanılan AR-G2 reometresi, hava yatağı yerine manyetik yatağın kullanıldığı dünyadaki en iyi ve gelişmiş Kombine Motor Dönüştürücü (KMD) türü reometrelerden birisidir (bkz: Şekil 3.10). Cihazda, malzemenin strese maruz bırakıldığı geometrinin kesin pozisyonunu ve hareketini belirlemek için optik bir okuyucu kullanılmaktadır. Ayrıca, dönmenin sağlandığı yatak manyetik olarak kontrol edilmektedir. Çalışmaya başlamadan önce; seçilen geometri, cihaza "mapping" eşleme işlemi yapılarak tanınır. Eşleme işlemi sırasında, geometri cihaz tarafından 360° dönderilerek hareket için gerekli tork belirlenir. Elde edilen tork değeri geometrinin yapısında mevcut olan herhangi bir eksikliği gidermek için kullanılır ve geometrinin tam yerine bağlı olarak tork değeri hesaplanır. Cihaz bütün ölçümler için tork değerindeki düzeltmeyi yapar. Ayrıca, düzeltme değerini en aza indirir ve aletin hassasiyetini artırır.



Şekil 3.10: Kullanılan reometrenin şematik gösterimi.

Mapping işleminin ardından cihazda hareketli üst plaka ile sabit alt plaka arasında boşluk alma "zero gap" işlemi yapılır. Bu işlem sırasında cihazın normal kuvvet değeri "normal force" kalibre edilebilmektedir. Daha sonra plakalar arasına malzeme yerleştirilir. Bu aşamada normal kuvvet/boşluk değerinin kontrolü çalışan tarafından değerlendirilir.

Bu Tez çalışmasında kullanılan model polimer malzemelerin reolojik tavrı, deneylerde kullanılan fiziksel koşullar benzeştirilerek, AR-G2 reometresi ile tespit edilmiştir. Detaylı bilgi "3.3. YÖNTEMLER" kısmında verilmektedir.

3.2.3. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (Azaltılmış Toplam Reflektans – ATR)

FT–IR analizi, malzeme üzerine bir kızıl ötesi kaynağından üretilen farklı dalga boylarındaki ışınların gönderilmesi ve bu ışınların bazılarının absorbe edilmesi bazılarının ise yansıtılması ile gerçekleşir. Absorbe edilen ışınların dalga boyları dedektör yardımıyla tespit edilir. Farklı moleküller farklı dalga boylarında ışınımlar yaptıkları için insanların parmak izleri gibi bunların da ortaya koydukları grafikler birbirlerinden farklıdır.

Çalışma için kullanılan FT–IR spektroskopisine adapte edilmiş olan azaltılmış toplam reflektans (ATR) özelliği, analizi yapılan malzemelerin ince film haline getirilmeden incelenmesini sağlayan bir tekniktir. Çalışmada kullanılan malzemelerin FT–IR analizleri, Perkin Elmer Spectrum Two ATR – FT–IR cihazında, 4000 – 450 cm^{-1} dalga boyu aralığında gerçekleştirilmiştir.

3.2.4. Termal Gravimetrik Analiz (TGA)

TGA, kontrol edilebilen bir ısıl ortamda malzeme kütlesinin zamana göre değişiminin incelenmesidir. Yapılan analizlerde analizi yapılan malzeme sabit bir sıcaklık değerinde ısıtılarak içerisindeki nem, uçucu madde içeriği, dolgu malzemesi içeriği ve ısıl kararlılık gibi özelliklerinin belirlenmesine çalışılır.

Doktora tezi boyunca çalışılan malzemelerin ısıl bozunma davranışları, Shimadzu DTG-60H TGA cihazı kullanılarak analiz edilmiştir. Analizlerde her bir malzeme 35–600 °C sıcaklık aralığında 20°C/dak ısıtma hızı ile hava ve N_2 akımı altında ısıtılarak termal-oksidatif bozunma davranışları incelenmiştir.

3.3. MALZEMELER

3.3.1. Etilen Vinil Asetat (EVA) Kopolimeri

Çalışma boyunca yığın (bulk) malzeme olarak kullanılan etilen vinil asetat (EVA) kopolimeri yapıştırıcılar, ayakkabı tabanı üretimi, kablo üretimi gibi farklı alanda kullanılmakta olup hotmelt yapıştırıcılar için de temel bileşeni oluşturmaktadır. EVA reçineleri esnek, sağlam ve stres çatlaklarına karşı dayanıklı bir yapıya sahiptir. Bunların yanısıra EVAdüşük sıcaklıklarda kolaylıkla işlenebilir olması ile çalışmamızda kullanım kolaylığı sağlamıştır.

Doktora Tez çalışması boyunca EVA 40W, EVA 150W ve EVA 210W olmak üzere üç tür EVA kopolimeri (DuPont, Belçika) kullanılmıştır. Bu malzemelere ait temel özellikler Tablo 3.2'de verilmiştir.

Tablo 3.2: Tez çalışmasında kullanılan etilen vinil asetat (EVA) kopolimerlerine ait temel özellikler.

Özellikler	**EVA 40W**	**EVA 150W**	**EVA 210W**
VA miktarı (%ağırlık)	40	32	28
Yoğunluk (g/cm^3)	0,965	0,957	0,951
Eriyik akış hızı (g/10 dak) (190 °C/2,16 kg)	52	43	400
Erime noktası (°C) (DSC)	47	63	60

3.3.2. Polistiren Boncuk

Genleşebilen Polistiren (EPS), stiren monomerinin polimerizasyonuyla petrol aromatiklerinden elde edilen, reçine halde genellikle beyaz renkli bir termoplastik malzemedir.

Doktora tez çalışması boyunca belirteç malzeme olarak EPS 100 (Ravago, Türkiye) kullanılmış olup malzemeye ait özellikler Tablo 3.3'de verilmiştir. Yapılan çalışmada ana malzeme ile belirteç malzeme birbirleri ile kovan içerisinde sıvı/katı karışımı meydana getirmiş olup kullanılan EPS'nin miktarı ve yapısı itibariyle ana malzemenin ekstruder içerisindeki akış özellikleri üzerinde herhangi bir etkisi olmamıştır.

Tablo 3.3: Tez çalışmasında "belirteç partikül" olarak kullanılan genleşebilen polistiren (EPS).

Taneciklerin Boyut Aralığı (mm)	**0,4–0,7**
Elek Analizi (min %99) (mm)	0,4–0,85
Kütle Yoğunluğu (kg/m^3)	≈ 615

3.4. YÖNTEM

3.4.1. Reolojik Denemeler

Model polimer malzemelerinin (Elvax 40W – 150W ve 210W) reolojik ölçümleri, ülkemizde bu Tez'in yazıldığı tarih itibariyle sadece İstanbul Üniversitesi Kimya Mühendisliği Reoloji Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan AR-G2 cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Ölçümler sonucunda kullanılan polimer malzemelerin ekstruder içerisindeki reolojik tavırları belirlenmiş olacaktır.

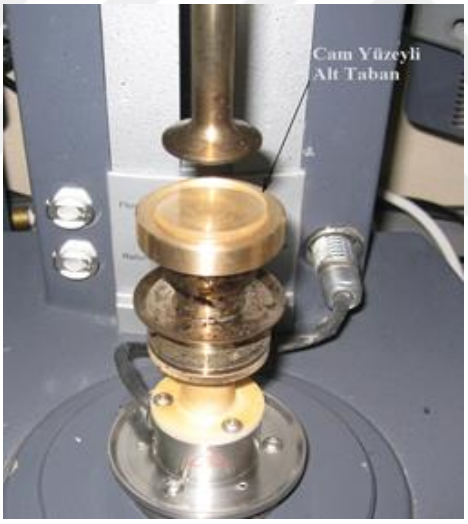
Bu ölçümler gerçekleştirilirken "Metal vida – cam kovan" yüzey sınır koşulu kullanılmıştır. Cam kovanda çalıştığımız şartları daha iyi benzeştirebilmek amacıyla 25 mm çaplı bir cam geometri reometremizin alt zeminine monte edilerek model malzemeler, hareket eden üst zemin ve sabit cam yüzeyin olduğu alt zemin arasında her bir malzeme için farklı çalışma sıcaklıklarında test edilmiştir.

Reolojik ölçümün yapılabilmesi için temel olarak dört adet basamak vardır;

i. Kullanılan geometrinin “Mapping” işlemi ile tanınması.
ii. Sabit alt zeminin hazırlanarak aradaki boşluğun kalibre edilmesi (zero gap).
iii. Yapılacak çalışma ile ilgili verilerin (iki plaka arası boşluk,sıcaklık vb.) girilmesi.
iv. Numunenin hazırlanan alt zemine yerleştirilerek çalışmanın başlatılması.

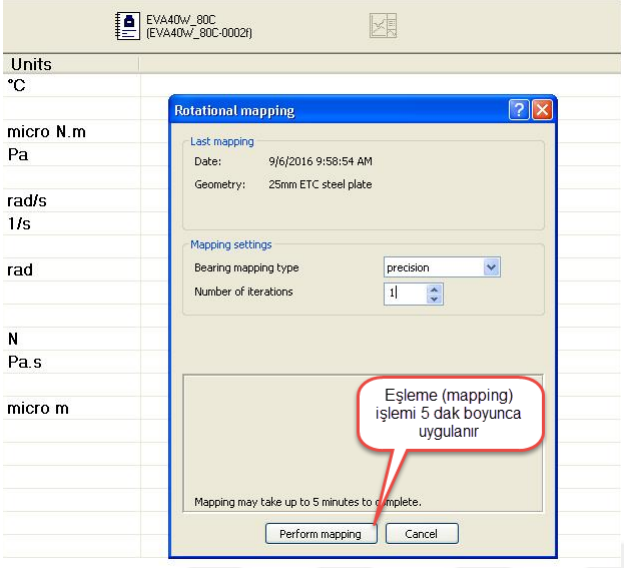
3.4.1.1.Yüzey Sınır Koşullarının Hazırlanması

Bu Tez çalışmasında kullanılan model polimer malzemelerin reolojik ölçümlerinin yapılabilmesi için AR-G2 reometresine uygun olan 25 mm geometri’ye sahip cam yüzeyli alt taban (Şekil 3.11) kullanılmıştır.

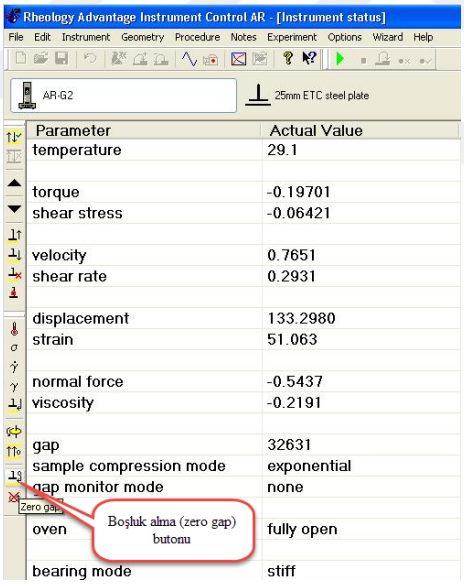


Şekil 3.11: Cam yüzeyli alt taban.

Geometri yerleştirildikten sonra cihaz otomatik olarak mapping işlemine geçmektedir (bkz: Şekil 3.12). Mapping işlemi geometrinin cihaz tarafından algılandığını göstermektedir. Daha sonra geometriyi kalibre etmek amacıyla boşluk alma (zero gap) işlemi uygulanır (bkz: Şekil 3.13).



Şekil 3.12: Gerçekleştirilen mapping işlemi.



Şekil 3.13: Geometriye uygulanan boşluk alma (zero gap) işlemi.

3.4.1.2.Akış Prosedürünün Hazırlanması

Çalışma boyunca kullanılacak model malzemelerimiz için çalışmaya özgü bir akış prosedürünün hazırlanması gerekmektedir. Bunun için “Procedure”, “New”, Flow” seçilir (bkz: Şekil 3.14). Ardından açılan pencere “Flow Step” için gerekli şartlar girilir. Flow Step şu denemeleri içermektedir:

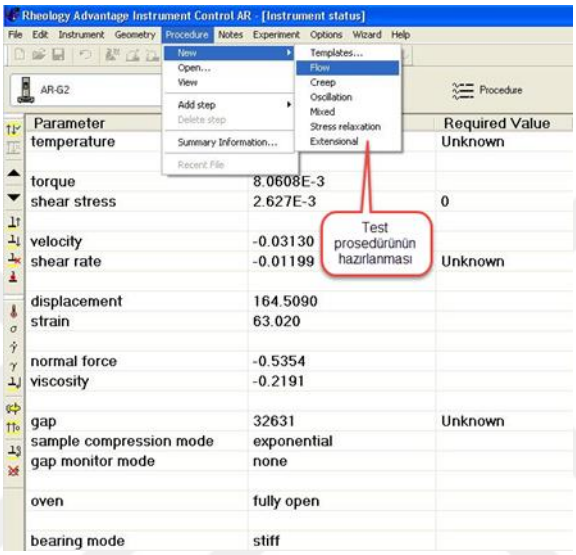
i. Peak hold

ii. Continuous stress/rate ramp

iii. Stepped flow

iv. Steady state flow

v. Temperature ramp



Şekil 3.14: Reolojik akış çalışma prosedürünün hazırlanması.

Bunlardan model malzememizi denemek için test türü olarak “Steady State Flow” seçilir ve Tablo 3.4’de verilen çalışma koşulları girilir. Steady state flow testi süresince, bağımlı değişkeni (kontrol edilen stres modundaki hız ve kontrol edilen kesme/kayma hız modundaki tork) belirlemek için kararlı hale ulaşana kadar zamana bağlı olarak izlenir. Bağımlı değişken için ortalama bir değer kaydedilir. Birbirini takip eden ortalama değerler tolerans içinde ise veriler kabul edilir. Her bir deneme 3 kez tekrarlanır.

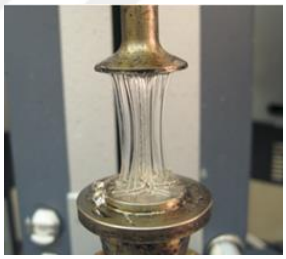
Tablo 3.4: Steady state flow testi çalışma koşulları.

	EVA40W	**EVA150W**	**EVA210W**
Kayma hızı (1/s)	0,1-100	0,1-100	0,1-100
Çalışma sıcaklığı (°C)	55 – 65 – 75	75 – 85 – 95	65 – 75 – 85

3.4.1.3.AR-G2 Reometre Cihazında Denemenin Yapılması

Çalışılacak malzeme alt plakanın yüzeyini örtecek şekilde yerleştirilir (bkz: Şekil 3.15). Ardından cihaz, çalışılacak malzeme için istenilen çalışma sıcaklık değerine ayarlanır. Daha sonra üst plaka aşağı doğru adım adım indirilir. Bu sıkıştırma 1 µm mesafe kalıncaya kadar devam eder. Gerekli sıkıştırma aralığına ulaşıldığında girilen koşullarda teste başlanır. Sonuç alındıktan sonra geometri yukarı kaldırılır.Şekil3.16'da malzemenin tam olarak erimiş hali görülmektedir. Yine Şekil 3.16'da alt tabanın soğumaya başlamasıyla malzemedeki kristallenme görülürken Şekil 3.17'de malzeme oda sıcaklığında tamamen katı hale ulaşmıştır.

Şekil 3.15: Malzemenin alt plakaya yerleştirilmesi.



Şekil 3.16: Malzemenin paralel plakalar arasındaki tam olarak erimiş hali.

Şekil 3.17: Malzemenin paralel plakalar arasında katılaşmaya başlaması.

3.4.2. Kalma Süresi Dağılımının Belirlenmesi

Bu deneysel çalışma sırasında bölüm 3.2.1.2 Vida tasarımı'nda ayrıntılı olarak bahsedilen üç set yedi adet vida, bölüm 3.3 Malzemeler'de bahsedilen üç farklı model malzeme kullanılarak özel olarak tasarlanmış "şeffaf" kovanlı tek vidalı bir ekstruder içerisindeki kalma süresi dağılımı tespit edilecektir. Ekstruderde her bir malzeme için çalışma koşulları Tablo 3.5'de ayrıntılı olarak verilmiştir.

Tablo 3.5: Ekstruder sistemi için çalışma koşulları.

	EVA 40W	**EVA 150W**	**EVA 210W**
Proses sıcaklığı (°C)	55 – 65 – 75	75 – 85 – 95	65 – 75 – 85
Vida hızı (rpm)	30 – 50 – 70	30 – 50 – 70	30 – 50 – 70

Proses en az 15 dakika boyunca model malzeme ile çalıştırılır. Erime sıcaklığında ve/veya sistem içerinde meydana gelebilecek herhangi bir dalgalanma;

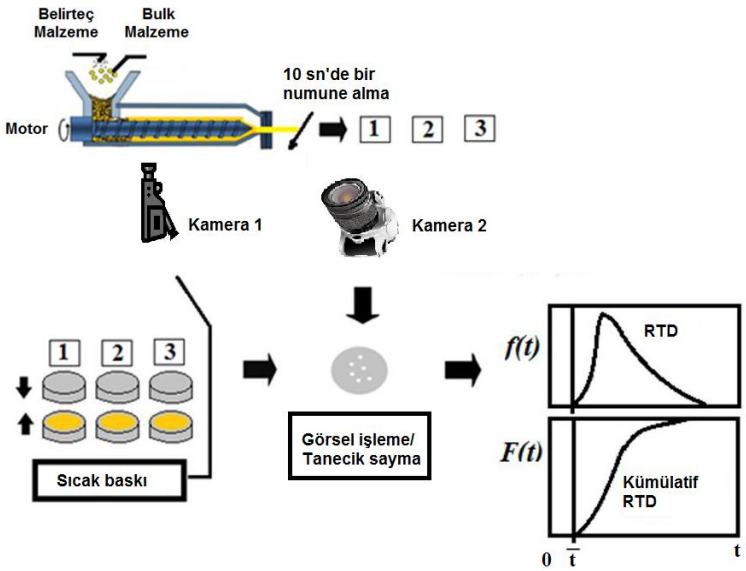
- lazer sıcaklık ölçer ile her bir bölgenin sıcaklığını sürekli kontrol ederek,
- görsel olarak cam kovan içerisinde dönen vida ile malzeme ilişkisini takip ederek
- ekstruder ağzından dakikada bir numune alarak (iki tartım arasındaki fark % ±2 olduğunda çalışmaya başlanır)

olup olmadığı kontrol edilir ve gerekirse müdahale edilir.

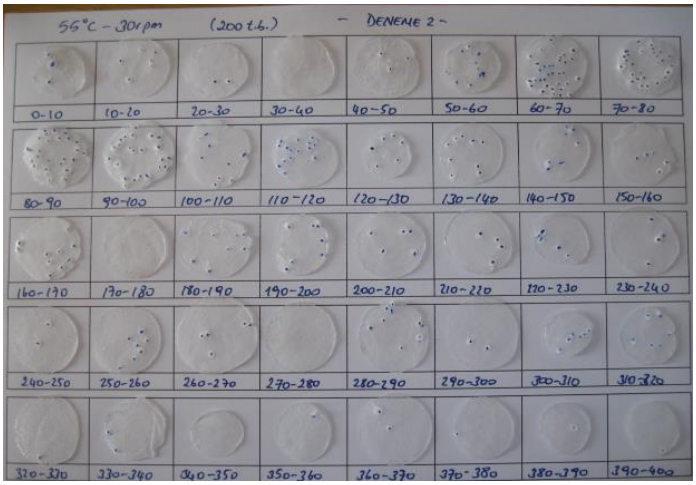
Sistem içerisinde malzemelerin katı halden eriyik hale geçişini ve erimiş polimer içerisinde belirteç malzemenin akışını gözlemleyebilmek ve kayıt altına alabilmek için bir kamera sistemi kurulmuştur. Bu sistemde kamera ekstruder kovanını kayıt altına alırken bir diğer kamera ekstruder ağzından çıkan ve daha sonra tanecik hesaplaması için kullanılacak film halindeki ürünleri kayıt altına almaktadır.

Sistem kararlı hale geldiğinden emin olunduktan sonra, deneysel çalışmalara ilk olarak her bir malzeme için vida seti 1 (Vida 1, 2 ve 3) ile Tablo 3.5'de belirtilen proses koşullarında başlanır sistem içerisine yaklaşık 0,250 g belirteç malzeme aniden beslenir ve ekstruder ağzından ilk tanecik gelene kadar beklenir ve taneciklerin sistem içerisinde dağılımları kayıt altına alınır. Daha sonra ilk tanecik ekstruderin ağzından dışarı çıkarken kronometre ile süre tutulmaya

başlanır ve her 10 sn'de bir numune alınarak sıcak baskı yöntemi ile film haline getirilir ve ikinci kamera sistemi tarafından kayıt altına alınır. Yapılan deneysel çalışmaya ait yöntem Şekil 3.18'de gösterilmiştir. Kalma süresinin hesaplanması için film içerisindeki belirteç tanecikler (bkz: Şekil 3.19) MATLAB 2015a (The MathWorks, Inc., Natick, MA, USA) programı vasıtasıyla yazılan image programı ile işlenerek sayılır (bkz: Şekil 3.20). Her bir deneme üç kez tekrarlanmış ve ortalama değerleri alınmıştır. Yazılan programın scripti ekler bölümünde verilmiştir.

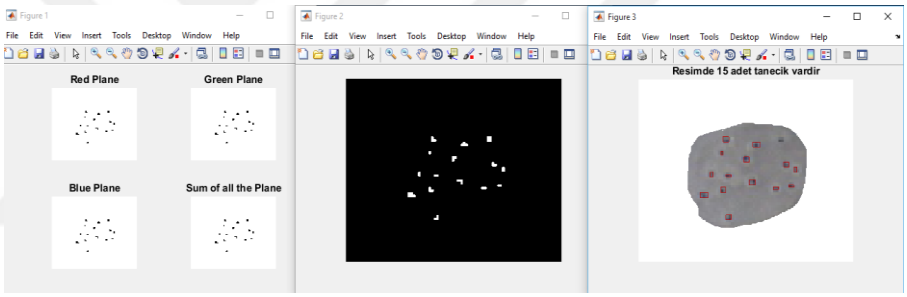


Şekil 3.18: Deneysel çalışmanın şematik gösterimi.

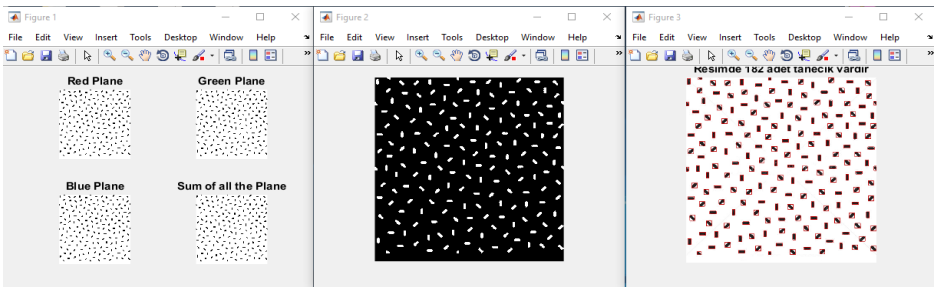


Şekil 3.19: Sıcak baskı yöntemi ile film haline getirilmiş model malzeme – belirteç malzeme karışımı.

Matlab'da geliştirilen bu programda taneciklerin yaklaşık çapı girilir ardından kırmızı, yeşil, mavi ve bunların toplam seviyeleri için tanecikler işaretlenir. Daha sonra siyah beyaz ortamda tanecikler ayrılır ve son olarak bulk malzeme içerisindeki belirteç malzemeler kırmızı kareler ile belirlenerek kaç adet olduğu yazılır. Kullanılmakta olan programların modifikasyonu ile oluşturulan bu yazılım sayesinde taneciklerin sayılmasında insan hatası minimuma indirilmiştir. Bir ekstruder denemesi için taneciklerin manuel olarak sayılmasına göre sürecin daha hızlanmasını sağlamıştır. Program, istenilen tanecik boyutunda çalışma konusunda geniş bir yelpaze sunmaktadır (Şekil3.21'de literatür kapsamında çalışılan bakterilerin sayımı gösterilmektedir). Ayrıca, programda yapılacak L*a*b modifikasyonu ile boyar maddeler ile de çalışılabilecektir. Bu sayede ileride yapılacak çalışmalar için daha küçük tanecik boyutu ve boyar maddeler ile insan hatası ve zaman kaybı olmaksızın belirteç malzemelerle kolayca çalışma imkânı sağlanacaktır.

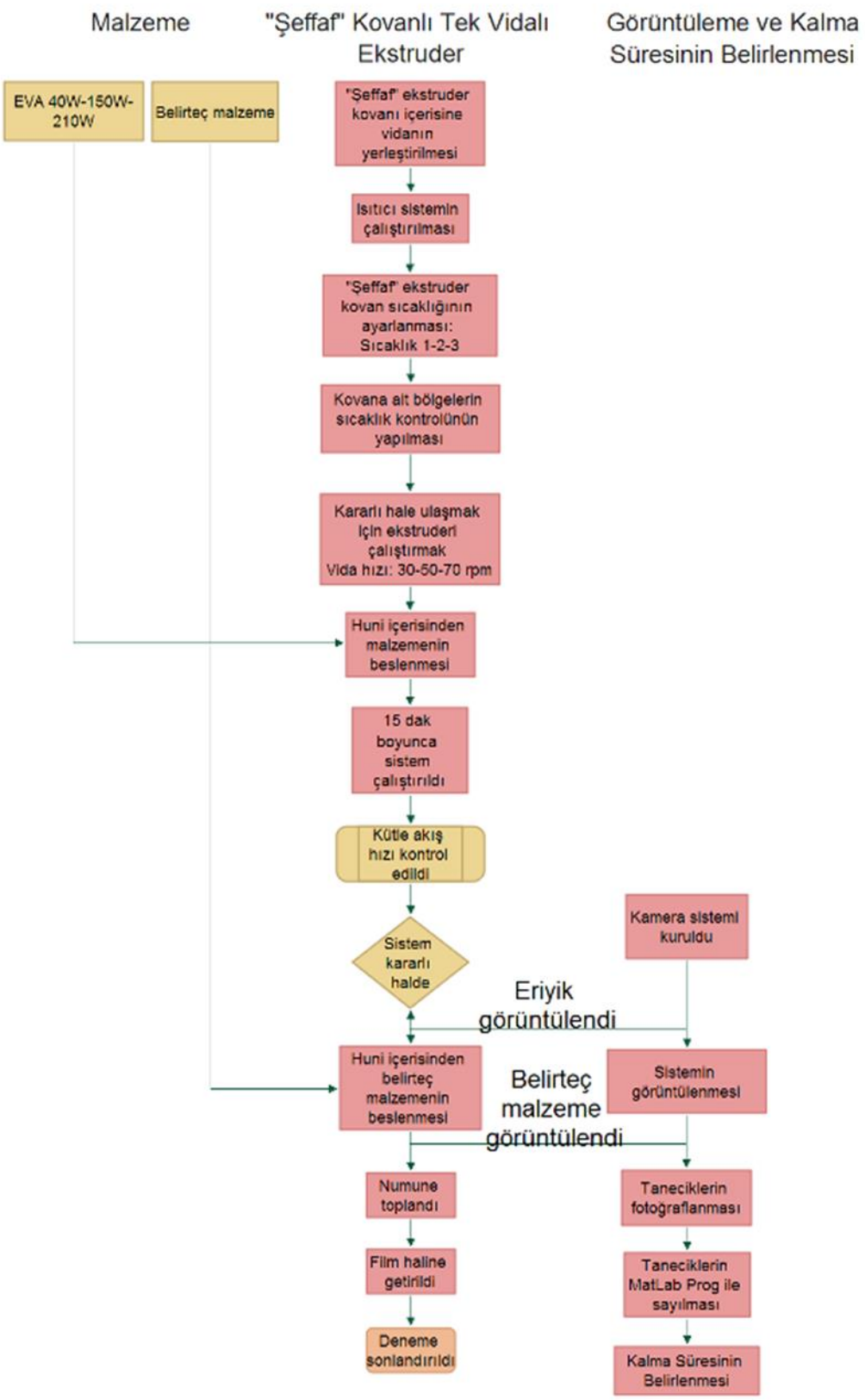


Şekil 3.20: Belirteç malzemenin Matlab programı ile sayılması.



Şekil 3.21: Matlab programı ile bakteri sayılması.

Şeffaf kovanlı tek vidalı ekstruderlerde kalma süresi dağılımını deneysel olarak gösteren akış şeması Şekil 3.22'de gösterilmiştir.



Şekil 3.22: Şeffaf kovanlı tek vidalı ekstruderlerde kalma süresi dağılımını deneysel olarak gösteren akış şeması.

3.4.3. Deneysel Tasarım

Bu çalışmada, Minitab17.0paket programı kullanılarak, cam kovanlı tek vidalı bir ekstruder sistemi içinfarklı vida tasarımları ve farklı proses koşulları için kalma süresi dağılımı kullanılarak laboratuvar boyutlu ekstruder sistemi içinen uygun vida tasarımı optimize edilmeye çalışılmıştır. Bu çalışma kalma süresinin minimum olduğu noktaya göre yapılmıştır.

3.4.3.1.Faktoriyel Tasarım

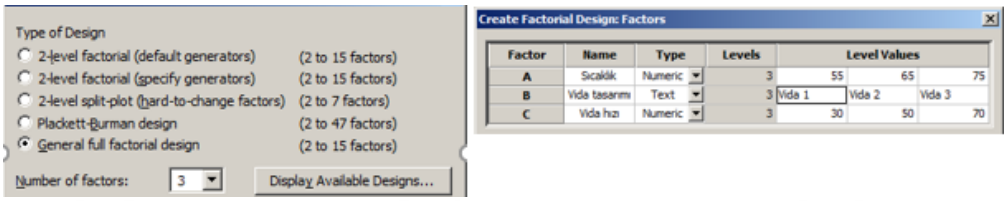
Doktora Tezi'ne ait çalışmalar esnasında sistemin başarılı olarak değerlendirilebilmesi için denemelerin bir plan çerçevesinde yapılması gerekmektedir aksi takdirde fark edilmeden yapılan ufak hatalar zaman kaybına, ekonomik kayıplara ve deneysel olarak geçerliliğin ortadan kalkmasına neden olacaktır. Dolayısıyla iyi bir deneysel plan çerçevesinde çalışmak başarı için anahtar faktörlerden biridir.

Kullanılan ekstruder sisteminin daha önce hiçbir çalışmada kullanılmamış olması ve kullanılacak olan malzemeler ile proses koşulları arasında nasıl bir ilişki ortaya koyacağı – her ne kadar reolojik olarak denemeler yapılsa da– pratik olarak bilinmediğinden farklı vida hızları kullanılarak birkaç deneme ve diğer pilot denemeler yapılmıştır. Yapılan bu pilot denemeler ile "kullanılan malzeme–sistem–proses koşulları" arasındaki ilişki gözden geçirilmiş olup meydana gelebilecek hatalar, zaman ve ekonomik kayıplar ortadan kaldırılmaya çalışılmıştır.

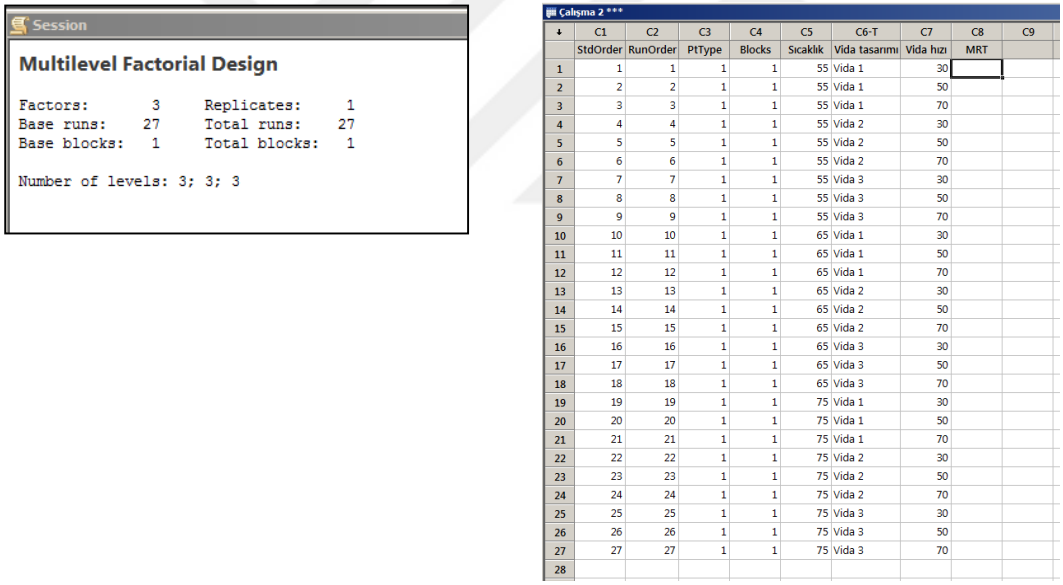
Tek vidalı ekstrüzyon prosesinde kullanılan çalışma parametrelerinin sistem üzerine olan etkilerini ortaya koymak için "general full factorial" tasarımı kullanılmıştır. Bu deney tasarımları ikiden fazla seviyeye sahip çoklu faktörleri değerlendirmek için tasarlanmıştır. Bu çalışmanın kullanılmasındaki temel amaç; daha az deneme ile daha iyi sonuçlar elde etmektir. Ardından, çalışma için üç faktörlü (vida tasarımı, vida hızı ve kovan sıcaklığı) ve üç seviyeli (her bir faktör için üç farklı değişken) bir deney tasarımı oluşturulmuştur.

Tek vidalı ekstrüzyon prosesinde kullanılan çalışma parametrelerinin sistem üzerine olan etkilerini ortaya koymak için "general full factorial" tasarımı kullanılmıştır. Bu deney tasarımları ikiden fazla seviyeye sahip çoklu faktörleri değerlendirmek için tasarlanmıştır. Bu çalışmanın kullanılmasındaki temel amaç; daha az deneme ile daha iyi sonuçlar elde etmektir. Ardından, çalışma için üç faktörlü (vida tasarımı, vida hızı ve kovan sıcaklığı) ve üç seviyeli

(her bir faktör için üç farklı değişken)bir deney tasarımı oluşturulmuştur (bkz: Şekil 3.23). Paket program, her bir faktörün her bir seviye ile eşleştiği toplam 27 adet (3^3) deneme (bkz: Şekil 3.24) önermiştir. Bu denemelerin ardından her bir malzeme için en kısa ortalama kalma süresinin göz önünde bulundurulduğu en iyi proses koşulları belirlemiştir.



Şekil 3.23: Kullanılan deneysel çalışma için faktör seviyeleri.

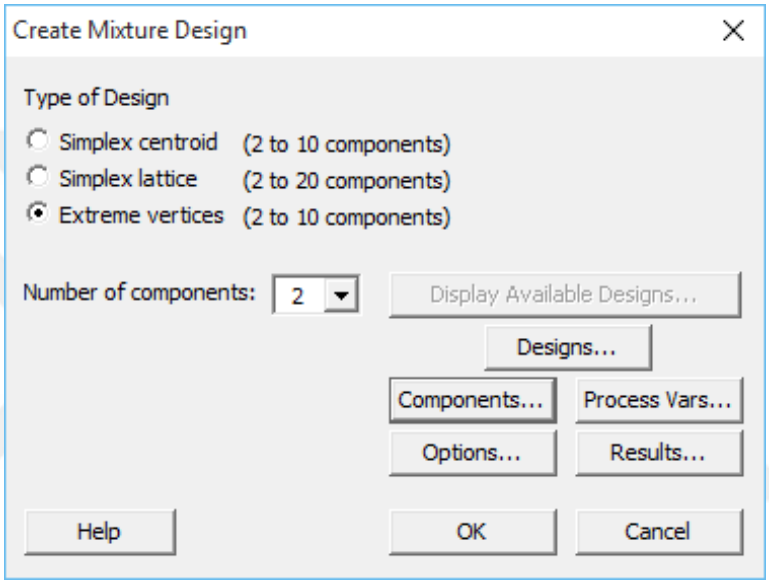


Şekil 3.24: Kullanılan deneysel çalışma için deney tasarımı.

3.4.3.2.Karışım Deney Tasarımı (Mixture Design)

Vida tasarımları içerisinde katı taşıma, erime ve aktarma bileşenlerinin toplamı sabit kalmak üzere oranları/sayıları değişirken buna bağlı olarak kalma süresi dağılımının nasıl etkilendiği incelendiğinden dolayı “Mixture Design” deney tasarımı kullanılmıştır.

Bu tasarımda üç adet vida seti olmasından dolayı (katı taşıma bölgesi sabit vidalar, erime bölgesi sabit vidalar, aktarma bölgesi sabit vidalar) üç farklı deney tasarımı oluşturulmuştur. Deney tasarımı oluşturulurken ilk olarak tasarım türüne “extreme vertices” olarak karar verilmiştir (bkz: Şekil 3.25). Ardından karışımı oluşturan bölümler tasarıma girilir. Daha sonra bir önceki adımda karar verilen vida hız ve sıcaklık değerleri programa verilir ve tasarım oluşturulur (bkz: Şekil 3.26). Her bir vida setinden elde edilen veriler ışığında laboratuvar boyutlu ekstruder için çalışılan proses koşullarında optimum vida tasarımı belirlenmiştir.



Şekil 3.25: Mixture Design için tasarım türünün seçilmesi.

1.deney seti.MTW ***

↓	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10	C11-T
	StdOrder	RunOrder	PtType	Blocks	Katı taşıma	Aktarma	Sıcaklık	Vida hızı	MRT	Vida No	
1	1	1	1	1	11	11	65	50	66.7	3	1.deney seti Erime =7 sabit alındı
2	2	2	1	1	15	7	65	50	77.6	1	
3	3	3	0	1	13	9	65	50	73.6	2	
4	4	4	1	1	11	11	75	50	57.9	3	
5	5	5	1	1	15	7	75	50	78.8	1	
6	6	6	0	1	13	9	75	50	65.3	2	
7	7	7	1	1	11	11	65	70	52.0	3	
8	8	8	1	1	15	7	65	70	51.3	1	
9	9	9	0	1	13	9	65	70	55.1	2	
10	10	10	1	1	11	11	75	70	47.4	3	
11	11	11	1	1	15	7	75	70	50.7	1	
12	12	12	0	1	13	9	75	70	49.5	2	

Şekil 3.26: Mixture Design için deney tasarım örgüsü.

3.5. SONUÇ

Doktora Tez çalışması, üç farklı model malzeme EVA 40W – 150W ve 210W, 3 set ve yedi adet vida, her bir malzeme için üç farklı sıcaklık ve üç farklı vida hızı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Bu kısımda öncelikle model malzemelerimiz olan EVA 40W – 150W ve 210W'nın reometrede analizi sonucu hem çelik yüzey geometri hem de cam yüzey geometri kullanılarak bünye denklemleri deneysel olarak bulunmuştur. Model malzemelerimizin her iki geometride de Cross modeli akış özelliği gösterdiği model parametreleri ile birlikte kullanılan reometrenin yazılımı tarafından verilmiştir. Ardından TGA ve FT – IR testleri uygulanarak model malzemelerimizin termal oksidatif bozunma davranışları ve yapısal/morfolojik analizleri için moleküler yapıları incelenmiştir.

Ekstruderin performansını ortaya koymak için kullanılan en önemli parametre olan kalma süresi dağılımı, farklı sıcaklıklar (EVA 40W için; 55, 65 ve 75 °C, EVA 150W için; 75, 85 ve 95 °C, EVA 210W için: 65, 75 ve 85 °C), farklı hızlar (30, 50 ve 70 rpm)ve farklı vida geometrileri (Vida 1, 2, 3, 4, 5, 6 ve 7) strafor tanecikleri kullanılarak belirlenmiştir.

Bu çalışmanın görsel inceleme kısmında ise; çalışılan proses koşullarında ekstruder içerisinde "bir malzemenin nasıl ilerlediği"'nin tespiti incelenmiştir. Bugün bile bu alanın uygulayıcı tasarımcıları ve üretici firmaları, bu durumu "büyük sorun" olarak ifade etmektedirler (Sönmez, 2010). Özellikle sıcak ekstrüzyon proseslerinde malzemenin nasıl ilerlediği ve "zaman – yer" tespiti oldukça büyük bir sorundur. Bu tespitin "görsel olarak yapılabilmesi şu ana kadar ekstrüzyon proseslerinde "bilinmeyen" bir noktaya ışık tutulmaktadır. Ayrıca kullanılan belirteç malzemeler vasıtasıyla "partikülün ekstruder içinde nasıl hareket ettiği" de belirlenmiş olacaktır. Hatve veya kanatlarda ne tür etkilere maruz kaldığının görülebilmesi/bilinebilmesi sağlanacaktır.

Son olarak, farklı besleme, erime ve aktarma bölge uzunluklarına sahip vidalar ile yapılan tüm deneysel çalışmalar neticesinde elde edilecek olan kalma süresi dağılım değerleri Minitab deney tasarımı paket programı ile işlenecek ve kullanılan laboratuvar boyutlu ekstruder için ideal vida ve proses koşulları tasarlanacaktır.

4. BULGULAR

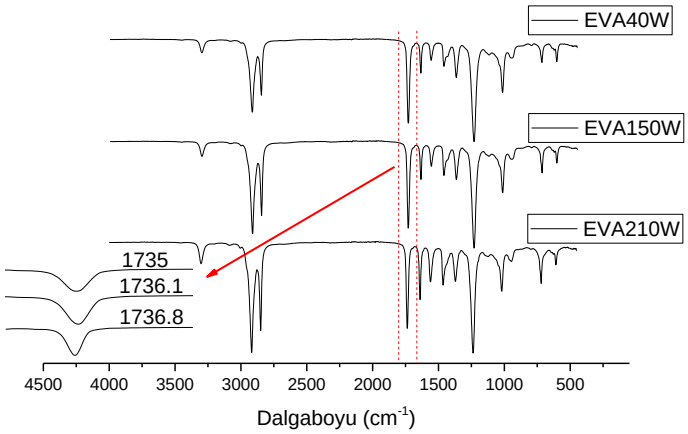
4.1. GİRİŞ

Çalışmamızdan elde edilen sonuçlar bu bölüm içerisinde üç aşamada incelencektir; ilk aşamada, model polimer malzemeler olarak kullanılan EVA 40W, EVA 150W ve EVA 210W'nin reolojik davranışının TA AR - G2 reometresi ile ölçüm sonuçları ardından yapısal ve morfolojik yapıyı ortaya koymak için FT - IR analizleri ve son olarak ise TGA cihazı ile elde edilen termal gravimetrik ölçüm sonuçları verilecektir. İkinci aşamada ise çalışmanındeneysel kısmının temelini oluşturan, cam ekstruder içerisinde belirteç malzemenin farklı vida tasarımları ve farklı proses koşulları altında kalma süresi dağılımları denemeleri süresince elde edilen veriler sunulacaktır. Üçüncü aşamada ise bir önceki bölümde elde edilen veriler kullanılarak Minitap Paket Programı ile laboratuvar boyutlu cam kovanlı tek vidalı ekstruder için en uygun vida seçilecektir.

4.2. ETİLEN VİNİL ASETAT ANALİZİ

4.2.1. Fourier Dönüşümlü Infrared Spektrofotometre (FT - IR) Analizi

Etilen vinil asetat (EVA) kopolimerlerinin yapısının aydınlatılması için başvurulan en önemli tekniklerden birisi de infrared spektroskopisidir. FT - IR spektroskopisi ayrıca çalışılan EVA kopolimerlerine ait vinil asetat (VA) miktarlarının belirlenmesine de yardımcı olmaktadır. VA miktarı, EVA kopolimerleri için çok önemli bir değişkendir. Çünkü bu değişken, malzemenin fiziksel/kimyasal özelliklerini doğrudan etkilemektedir. Tez çalışmasında kullanılan üç adet polimer model malzemeye ait özellikler Tablo 4.1'de verilmiştir. Kullanılan model malzemeler olan EVA 40W, 150W ve 210W için VA (%) miktarları sırasıyla 40, 32 ve 28'dir. Bu malzemeler için elde edilen pikler Şekil 4.1'de verilmiştir. Bu pikler içesinde üç numaralı pikler (C=O), altı numaralı pikler (C-O-C), yedi numaralı pikler (C-O-C) ve dokuz numaralı pikler (C-O) vinil asetat gruplarını göstermekte iken bir, iki, dört, beş ve sekiz numaralı pikler etilen gruplarını ifade etmektedir. Üç numaralı pikler (1735 cm^{-1}) vinil asetatın karbonil gruplarını göstermektedir. Bu piklerin dalga boyu, kullanılan model malzemelerin VA miktarını göstermektedir. Buradaki fark; grupların uygun bir hidrojen donor molekülü ile hidrojenlerin bağlanmasıdır.



Şekil 4.1: Model polimer malzemelerin FT–IR spektrumları.

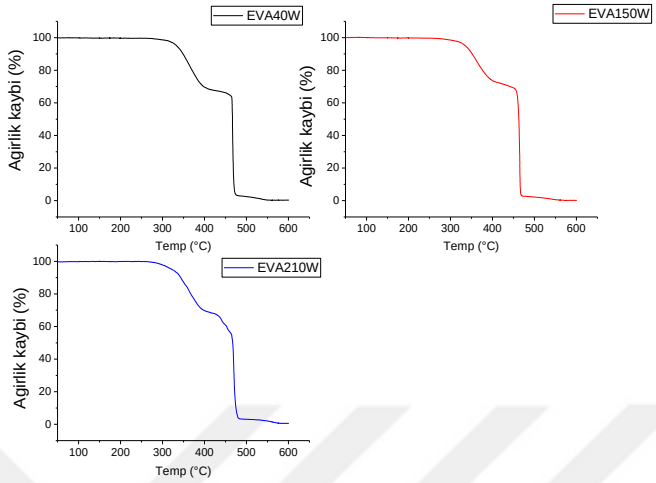
Tablo 4.1: Model malzeme EVA'ya ait karakteristik pikler.

Pik Numarası	EVA 40W	EVA 150W	EVA 210W
	A (cm^{-1})	A (cm^{-1})	A (cm^{-1})
1	2920.07	2918.79	2918.62
2	2850.92	2850.25	2850.05
3	1735.03	1736.10	1736.77
4	1464.56	1465.20	1464.70
5	1370.65	1370.84	1371.35
6	1236.26	1236.99	1237.48
7	1019.57	1019.73	1019.76
8	720.99	720.48	720.49
9	607.67	608.01	608.04

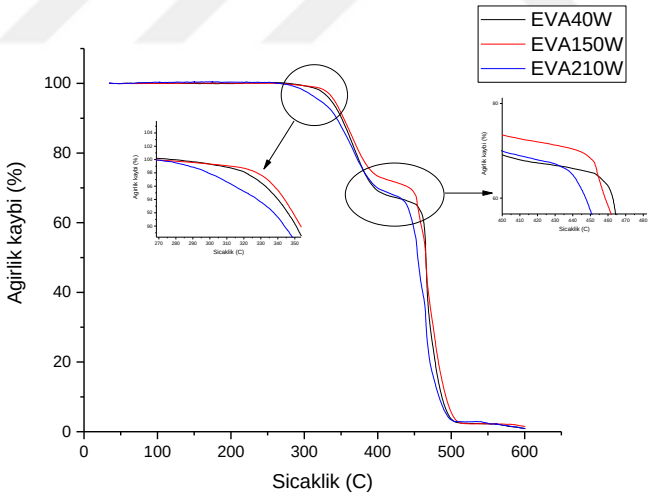
4.2.2. Termal Gravimetrik Analiz (TGA)

Tez çalışması sırasında kullanılan polimer model malzemelerimizin azot atmosferindeki TG ağırlık kaybı eğrileri Şekil 4.2'de verilmiştir. Grafikler incelendiğinde her bir EVA kopolimerinin ilki 300 – 430 °C ve ikincisi 430 – 490 °C arasında gerçekleşen iki basamaklı bir bozunma prosesine sahip olduğu görülmüştür. Bozunmanın ilk aşaması vinil asetat gruplarının (asetilasyon) ayrışması ile sonuçlanmaktadır. İkinci aşamada ise sıcaklık artışının devam etmesiyle hidrokarbon omurgasının parçalanması şeklindedir [187]. Polimer model malzemelerine ait ağırlık kaybı grafiklerinin toplu olarak verildiği Şekil 4.3'de vinil asetat

oranının en yüksek olduğu EVA 40W'nın (% 40 VA) vinil asetat miktarı kaybının yüksek olmasından dolayı düşüşün de o denli yüksek olduğu görülmektedir.



Şekil 4.2: Her bir polimer model malzemeye ait azot atmosferindeki termogravimetrik ağırlık kaybı eğrileri.



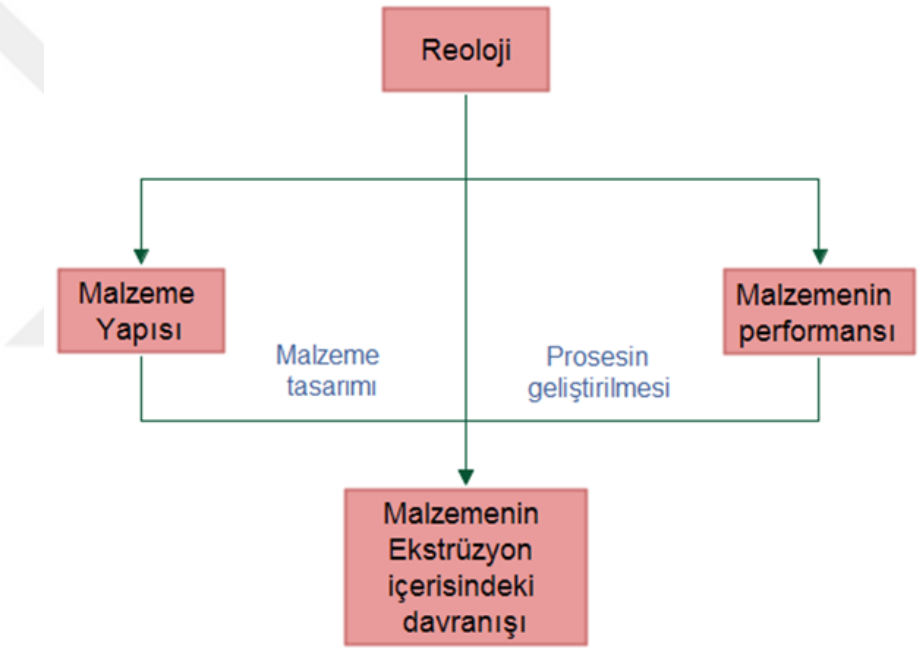
Şekil 4.3: Polimer model malzemelere ait toplu termogravimetrik ağırlık kaybı eğrisi.

4.2.3. Reolojik Analiz

Reoloji analizi; malzemenin, polimer yapısı içerisinde gerçekleşen yapısal değişimlere oldukça duyarlıdır dolayısıyla malzemenin, polimer karakterizasyonunun ortaya konması açısından

önemli analizlerdendir. Reoloji - yapı ilişkisi, yeni malzemelerin geliştirilmesinde oldukça önemli rol oymaktadır. Çalışmamız sırasında kullanmış olduğumuz proses olan ekstruder sisteminin polimer yapısına olan hassasiyeti nedeniyle, belirteç malzemenin kullanılan polimer malzemeler ile verimli bir şekilde karışmasını sağlamak için polimer malzemenin sıkı toleranslar içerisinde kontrol edilmesi gerekmektedir.

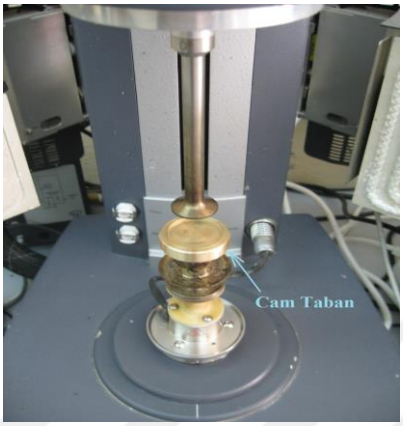
Şekil 4.4'de kullanmış olduğumuz polimer malzeme - ekstruder ve malzemenin ortaya koymuş olduğu performans ilişkisinde reolojinin oynamış olduğu rol gösterilmiştir. Yapılan reolojik analiz ile erimiş polimer malzemelerin işlenebilirlikleri hakkında doğrudan bilgi alınmış ve eriyik fazın reolojisi ile son ürünün performansı arasında ilişki kurulmaya çalışılmıştır.



Şekil 4.4: Polimer malzeme - ekstruder ve malzemenin ortaya koymuş olduğu performans ilişkisinde reolojinin oynamış olduğu rol.

Reoloji ölçümünün ayrıntılı bir şekilde anlatıldığı Bölüm "3.4.1. Reolojik Denemeler"'de polimer model malzemelerin reolojik ölçümleri farklı çalışma sıcaklıkları için cam alt taban kullanılarak alınmıştır. Ölçüm sisteminde alt geometri sabitlenmiş ve üst bileşen, tork üretmek için dönen şafta eklenmiştir. Böyle bir cihazın düşük tork performansı üzerindeki kısıtlama, sabit ve hareketli bileşenler arasındaki sürtünme kuvvetidir. Bu Tez çalışmasında farklı

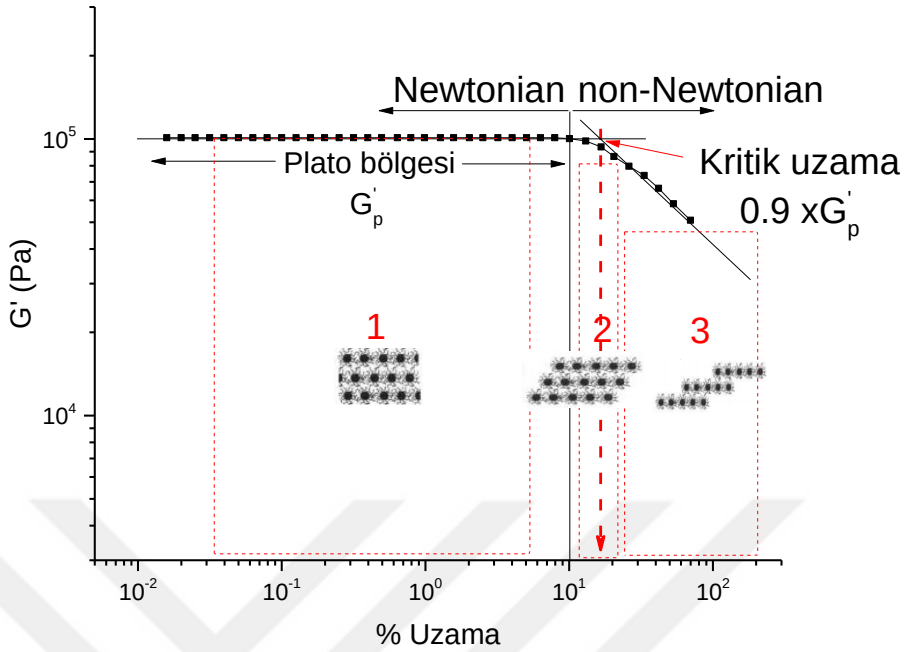
sıcaklıklar için cam kovan ile çelik vida arasındaki (bkz: Şekil 4.5) reolojik değerler ortaya konmuş ve elde edilen değerler birbirleri ile ilişkilendirilmeye çalışılmıştır.



Şekil 4.5: Cam tabana sahip reoloji cihazı.

4.2.3.1.Kullanılan polimer model malzemelerin uzama testi sonuçları

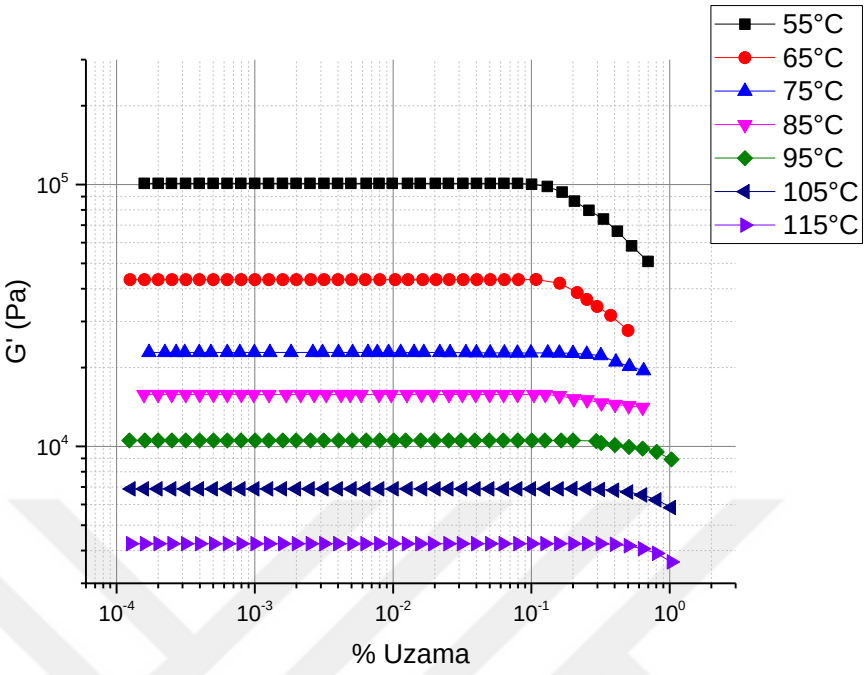
Çalışmanın bu bölümünde reolojik olarak incelenen polimer model malzemelere ait uzama testi sonuçları verilmiştir. Uygulanan bu reolojik testte belirlenen uzama değeri esnasında malzemenin deformasyon değişimi takip edilmiştir. Uzama testi sonuçları için Depolama modülü (G') malzemenin yapısal değişimlerine kayıp modülünden (G") daha duyarlı olduğu için çalışmada sadece depolama modülü eğrileri kullanılmıştır. Düşük deformasyon değerlerinde G' ve G" sabittir ve malzemenin yapısı rahatsız edilmemiştir. Bu bölge Şekil 4.6'de 1 no'lu bölge ile gösterilmiştir ve lineer viskoelastik bölge (LVE) olarak adlandırılır. Modül değeri azalırken, malzeme rahatsız edilmeye veya bozulmaya başlar ardından LVE bölgenin sonuna ulaşılmış olur bu bölge Şekil 4.6'de 2 no'lu bölge ile gösterilmiştir. LVE bölgesindeki G''nin plato değeri malzemenin durağan haldeki sertliğini (rigidity) göstermektedir. G" plato değeri ise kesme uygulanmamış (unsheared) malzemenin viskozitesini ifade etmektedir. İki modülün birbirlerine olan oranı ise malzemenin karakteristiği hakkında bilgi vermektedir. Model malzemelerimizin ortaya koymuş olduğu gibi depolama modülü kayıp modülünden daha büyük ise malzeme daha katı bir viskoelastik davranış sergiler. Aksi bir durumda ise daha sıvı bir viskoelastik davranış ortaya konar [188, 189].



Şekil 4.6: Deformasyona ortaya koymak için kullanılan G' - %Uzama grafiği.

EVA40W uzama testi sonuçları

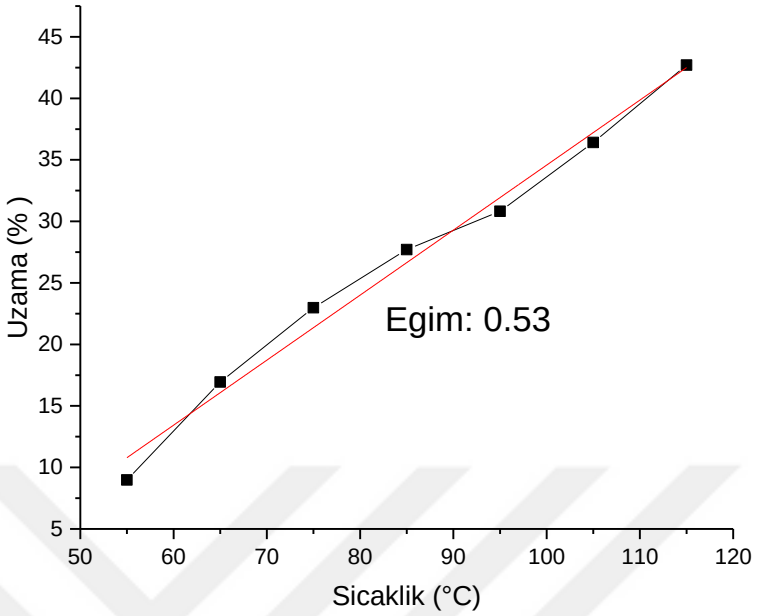
Şekil 4.7'de EVA40W malzemesinin farklı sıcaklık değerleri için (55 ila 115 °C arasında 5 °C arttırılarak) ortaya koyduğu uzama testi sonuçları verilmiştir. Malzemenin depolama modülünün geniş bir uzama bölgesi için Newtonian davranış gösterdiği ardından daha yüksek uzama değerleri için non-Newtonian davranışa doğru geçiş yaptığı belirlenmiştir. Şekil 4.7 incelendiğinde model malzememizin çalışma sıcaklığı arttırıldıkça Newtonian bölgeden non-Newtonian olan bölgeye olan geçişin (% uzama olarak) sıcaklık ile beraber arttığı gözlenmektedir. Kullanılan model malzeme için farklı sıcaklık değerlerine ait plato modül değerleri (G'_p) ve buna karşılık gelen kritik uzama değerleri Tablo 4.2'de verilmiştir. Tablo 4.2'de görüleceği üzere 55 °C'de malzemenin ortaya koyduğu G' değerinin diğer tüm sıcaklıklarda elde edilen modül değerinden daha yüksek olduğu görülmektedir. Şekil 4.8, model malzeme EVA 40W'nin çalışılan sıcaklıklarda ortaya koyduğu kritik uzama değişimini göstermektedir. Davranışın lineer olarak arttığı görülmüştür. Bunun nedeni olarak sıcaklık artışı ile birlikte malzeme üzerinde yapının gevşediği ve elastik özellikten viskoz özelliğe doğru bir yönelmeye sebep olduğunu söyleyebiliriz.



Şekil 4.7: Model malzeme EVA40W'nin depolama modülün (G') uzama ile değişimi.

Tablo 4.2: EVA40W'nin farklı sıcaklıklarda ortaya koyduğu plato modül ($\mathbf{G'_p}$) ve kritik uzama değerleri.

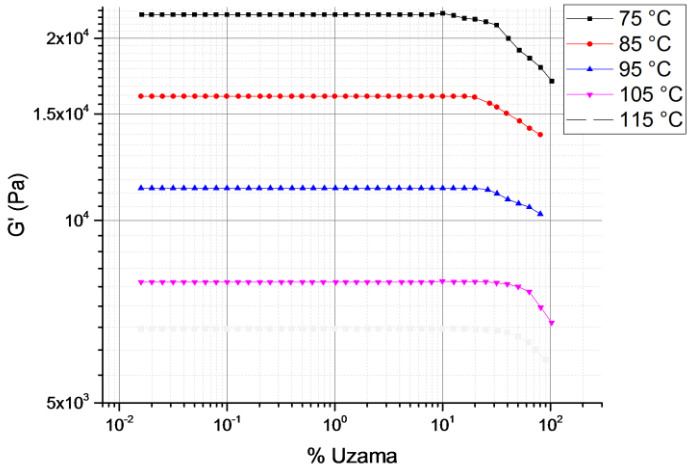
Sıcaklık (°C)	G'_p (Pa)	Kritik uzama
55	101100	8.9
65	43300	16.9
75	22840	22.9
85	15790	27.7
95	104.257	30.8
105	6883	36.4
115	4250	42.7



Şekil 4.8: Model malzeme EVA 40W'nin kritik uzama sıcaklık ile değişimi.

EVA150W uzama testi sonuçları

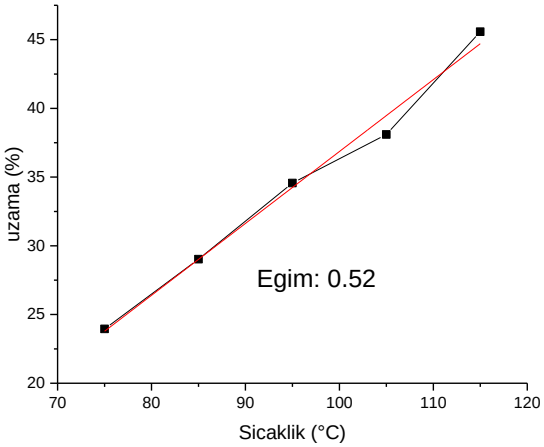
Şekil 4.9'de EVA150W malzemesinin farklı sıcaklık değerleri için (75 ila 115 °C arasında 5 °C arttırılarak) ortaya koyduğu uzama testi sonuçları verilmiştir. Malzemenin depolama modülünün geniş bir uzama bölgesi için Newtonian davranış gösterdiği ardından daha yüksek uzama değerleri için non-Newtonian davranışa doğru geçiş yaptığı belirlenmiştir. Şekil 4.9 incelendiğinde model malzememizin çalışma sıcaklığı arttırıldıkça Newtonian bölgeden non-Newtonian olan bölgeye olan geçişin (% uzama olarak) sıcaklık ile beraber arttığı gözlenmektedir. Kullanılan model malzeme için farklı sıcaklık değerlerine ait plato modül değerleri (G'_p) ve buna karşılık gelen kritik uzama değerleri Tablo 4.3'de verilmiştir. Tablo 4.3'de görüleceği üzere 75 °C'de malzemenin ortaya koyduğu G' değerinin diğer tüm sıcaklıklarda elde edilen modül değerinden daha yüksek olduğu görülmektedir. Şekil 4.10, model malzeme EVA 150W'nin çalışılan sıcaklıklarda ortaya koyduğu kritik uzama değişimini göstermektedir. Davranışın lineer olarak arttığı görülmüştür. Bunun nedeni olarak sıcaklık artışı ile birlikte malzeme üzerinde yapının gevşediği ve elastik özellikten viskoz özelliğe doğru bir yönelmeye sebep olduğunu söyleyebiliriz.



Şekil 4.9: Model malzeme EVA150W'nin depolama modülün (G') uzama ile değişimi.

Tablo 4.3:EVA150W'nin farklı sıcaklıklarda ortaya koyduğu plato modül ($\mathbf{G'_p}$) ve kritik uzama değerleri.

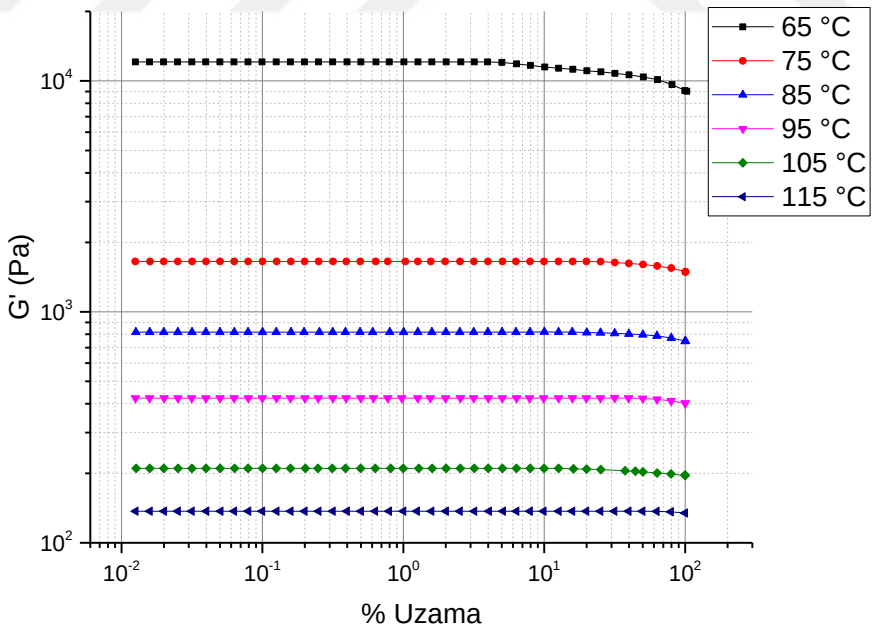
Sıcaklık (°C)	$\mathbf{G'_p}$ (Pa)	Kritik uzama
75	21880	23.9
85	16040	29.0
95	11310	34.5
105	7915	38.1
115 °C	6624	45.5



Şekil 4.10: Model malzeme EVA 150W'nin kritik uzama sıcaklık ile değişimi.

EVA210W uzama testi sonuçları

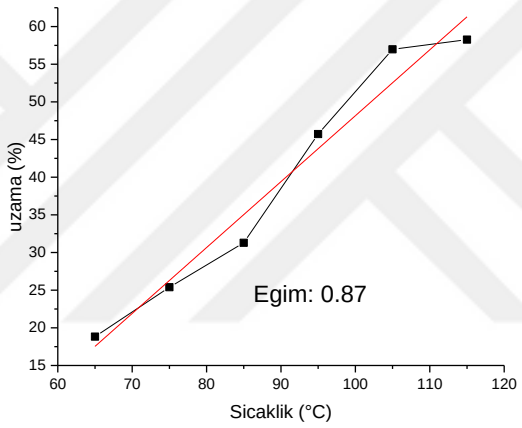
Şekil 4.11'da EVA150W malzemesinin farklı sıcaklık değerleri için (65 ila 115 °C arasında 5 °C arttırılarak) ortaya koyduğu uzama testi sonuçları verilmiştir. Malzemenin depolama modülünün geniş bir uzama bölgesi için Newtonian davranış gösterdiği ardından daha yüksek uzama değerleri için non-Newtonian davranışa doğru geçiş yaptığı belirlenmiştir. Şekil 4.11 incelendiğinde model malzememizin çalışma sıcaklığı arttırıldıkça Newtonian bölgeden non-Newtonian olan bölgeye olan geçişin (% uzama olarak) sıcaklık ile beraber arttığı gözlenmektedir. Kullanılan model malzeme için farklı sıcaklık değerlerine ait plato modül değerleri (G') ve buna karşılık gelen kritik uzama değerleri Tablo 4.4'de verilmiştir. Tablo 4.4'de görüleceği üzere 65 °C'de malzemenin ortaya koyduğu G' değerinin diğer tüm sıcaklıklarda elde edilen modül değerinden daha yüksek olduğu görülmektedir. Şekil 4.12, model malzeme EVA 210W'nin çalışılan sıcaklıklarda ortaya koyduğu kritik uzama değişimini göstermektedir. Davranışın lineer olarak arttığı görülmüştür. Bunun nedeni olarak sıcaklık artışı ile birlikte malzeme üzerinde yapının gevşediği ve elastik özellikten viskoz özelliğe doğru bir yönelmeye sebep olduğunu söyleyebiliriz.



Şekil 4.11: Model malzeme EVA210W'nin depolama modülün (G') uzama ile değişimi.

Tablo 4.4: Model malzeme EVA210W'nin farklı sıcaklıklarda ortaya koyduğu plato modül ($\mathbf{G'_p}$) ve kritik uzama değerleri.

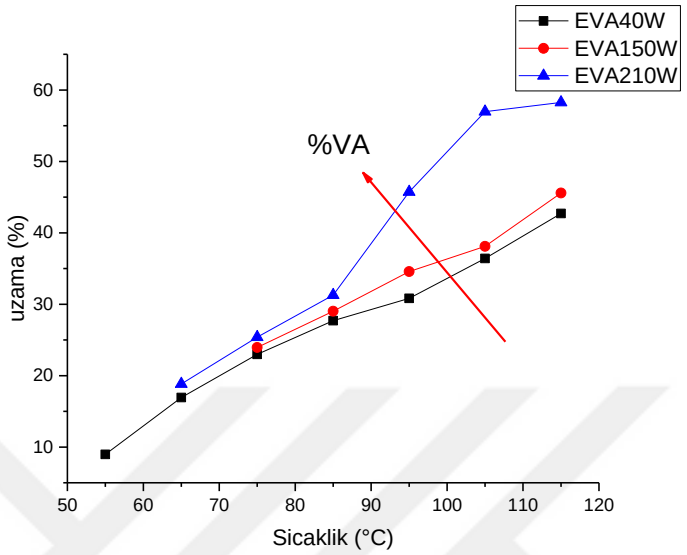
Sıcaklık (°C)	$\mathbf{G'_p}$ (Pa)	Kritik uzama
65	43300	18.8
75	22840	25.4
85	15790	31.3
95	10537	45.7
105	6883	56.9
115	4250	58.3



Şekil 4.12: Model malzeme EVA 210W'nin kritik uzama sıcaklık ile değişimi.

Çalışmada kullanılan model malzemelerin elde edilen modül - uzanım ve sıcaklık - uzanım değerleri Şekil 4.13'de karşılaştırmalı olarak incelenmiştir. Şekil 4.13'de kullanılan model malzeme içerisindeki %VA (Vinil Asetat) miktarı ile uzama arasında ters bir ilişki olduğu tespit edilmiştir. Kullanılan malzemeler arasındaki en büyük uzama değerleri %VA değerinin 28 olduğu EVA210W'da görülürken en küçük uzama değeri %VA değerinin 40 olduğu EVA40W'da olduğu belirlenmiştir. Dolayısıyla %VA miktarı arttıkça malzemenin ortaya koyduğu uzama azalmıştır. Sıcaklığın uzamaya olan etkisi incelendiğinde ise; kullanılan tüm model malzemeler için sıcaklığın arttırılması ile birlikte uzamanın arttığı görülmektedir. Ancak sıcaklığa EVA210W'nun verdiği uzama tepkisi Şekil 4.8, Şekil 4.10 ve Şekil 4.12'de gösterilen eğimlerden de (sırasıyla 0,53, 0,52 ve 0,87) anlaşılacağı üzere diğer model malzemelerden

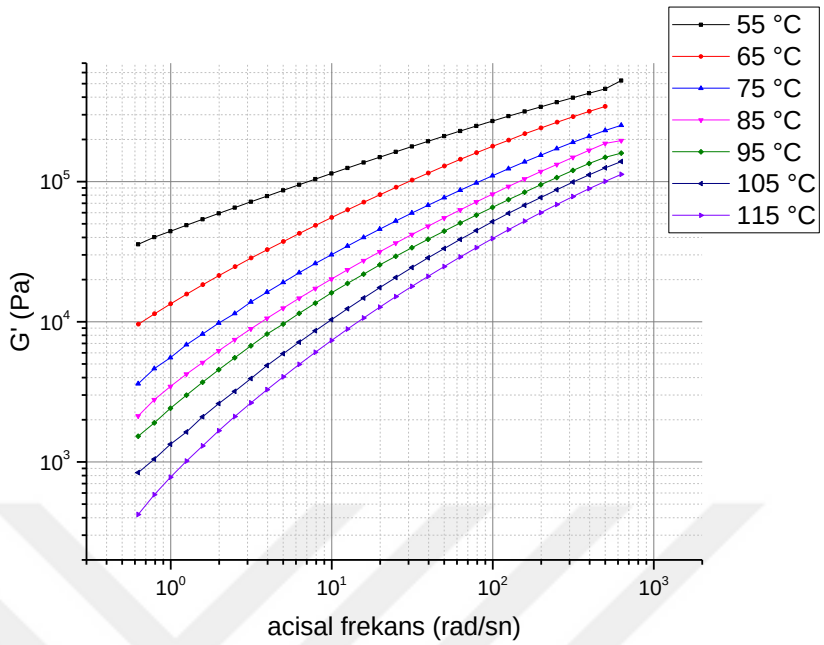
oldukça fazla olduğu ifade edilebilir. Özellikle 95°C'de malzemenin yapısını oluşturan bağların gevşediğini ve elastiktik yapıdan uzaklaştığını söyleyebiliriz.



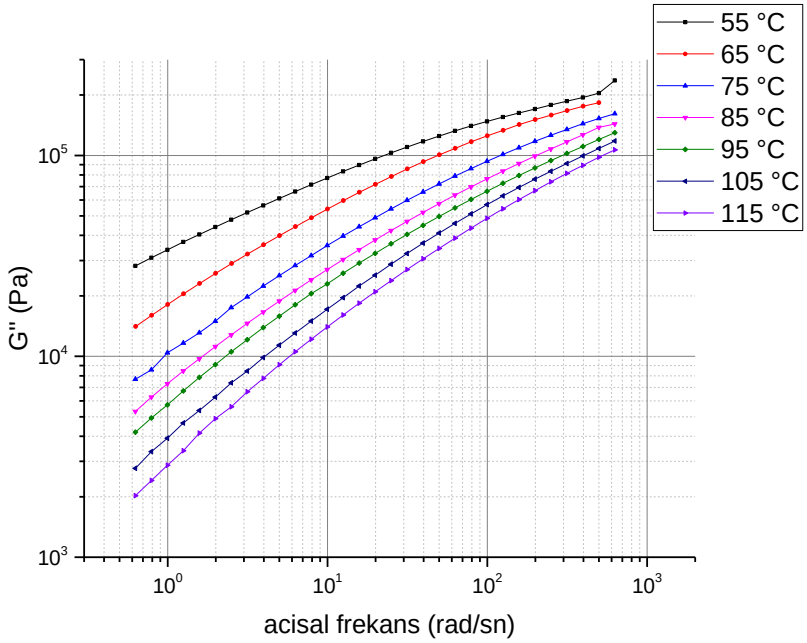
Şekil 4.13: Kullanılan model malzemelerinin (%VA olarak) uzama değişimleri.

4.2.3.2.Kullanılan polimer model malzemelerin frekans testi sonuçları

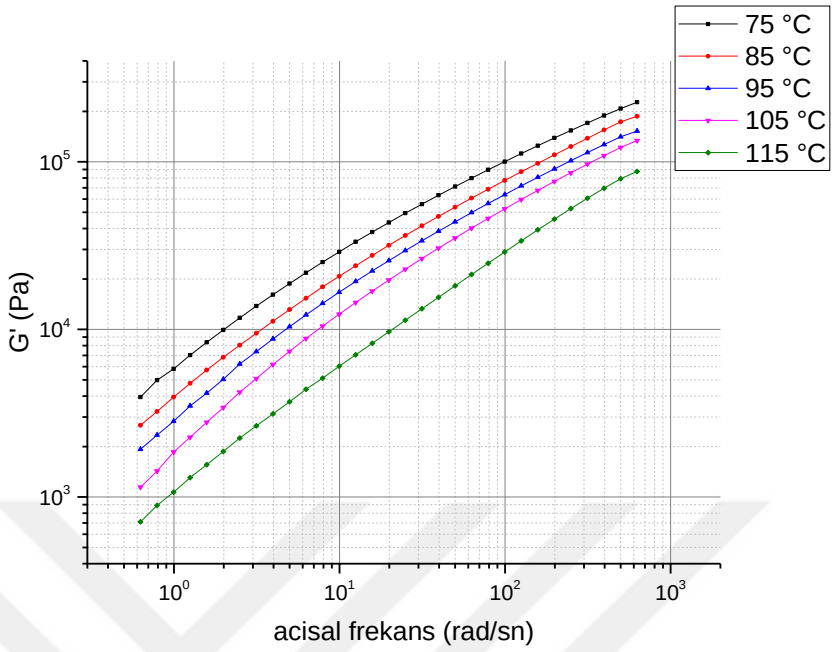
Çalışmanın bu bölümünde reolojik olarak incelenen polimer model malzemelere ait frekans testi sonuçları verilmiştir. Uygulanan bu reolojik testte belirlenen frekans değeri esnasında malzemenin depolama ve kayıp modülü değişimi takip edilir. Malzemenin düşük frekanslarda ortaya koyduğu modül değerleri, stresin küçük değişimlerinde ortaya koyduğu davranışı ifade ederken yine malzemenin yüksek frekanslarda gösterdiği modül değerleri, stresin büyük değişimlerini işaret etmektedir. Frekans testi polimer eriyikleri için uygulanan önemli bir testtir. Bu testten elde edilen veriler ile kullanılan malzemeler için viskozite bilgilerine, malzemelerin elastiklik değerlerine ve TTS (time–temperature superposition) ile genişletilmiş frekans aralığındaki malzeme davranışları ortaya konmuştur. Yapılan çalışmalarda kullanılan model malzemeler için farklı proses sıcaklıklarına göre depolama modüllerinin frekansla değişimi Şekil 4.14, Şekil 4.16 ve Şekil 4.18'de verilmektedir. Grafiklerde, model mazelemelerin depolama modüllerindeki değişimin frekansın fonksiyonu olarak verilmiştir.Aynı malzemelerin frekans testinden elde edilen kayıp modüllerinin frekansla değişimi Şekil 4.15, Şekil 4.17 ve Şekil 4.19'de görülmektedir.



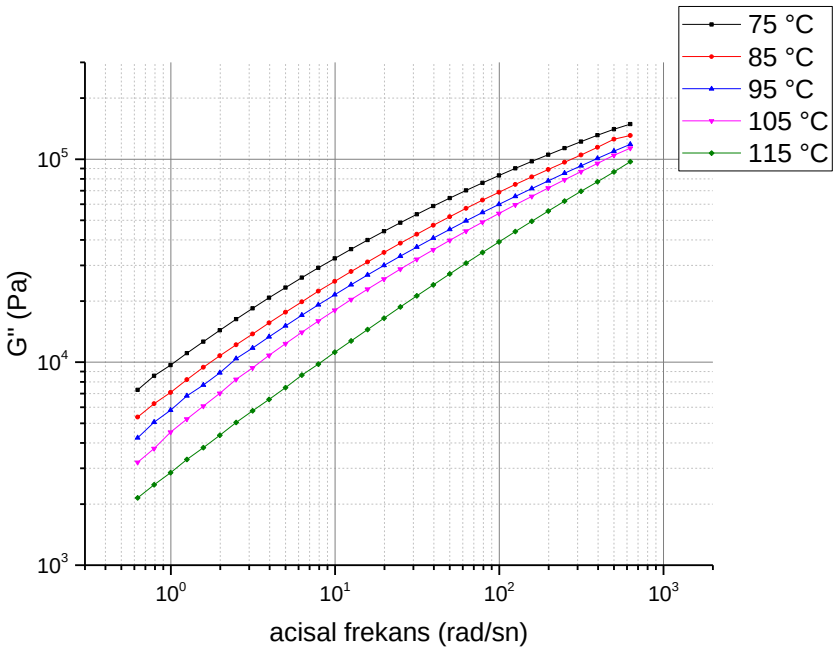
Şekil 4.14: EVA 40W depolama modülünün (G') açısal frekans (ω) ile değişimi.



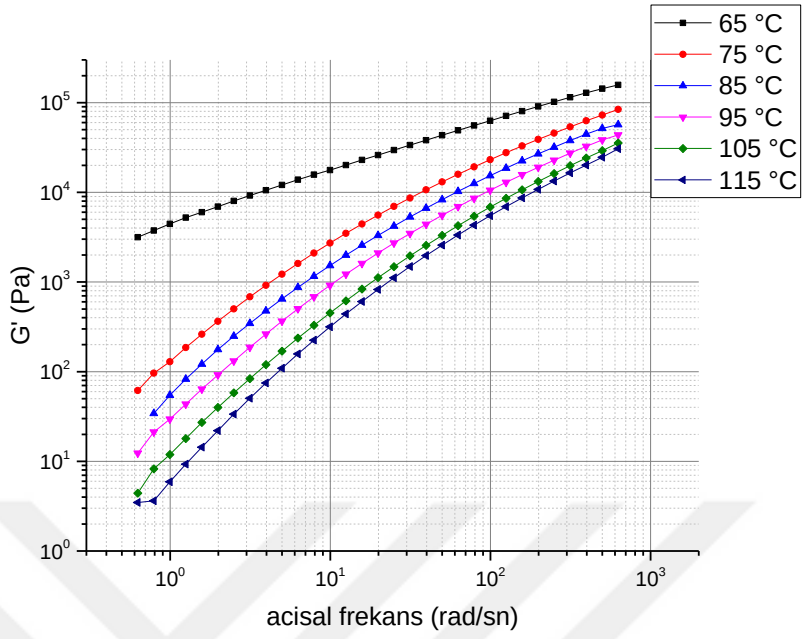
Şekil 4.15: EVA 40W kayıp modülünün (G'') açısal frekans (ω) ile değişimi.



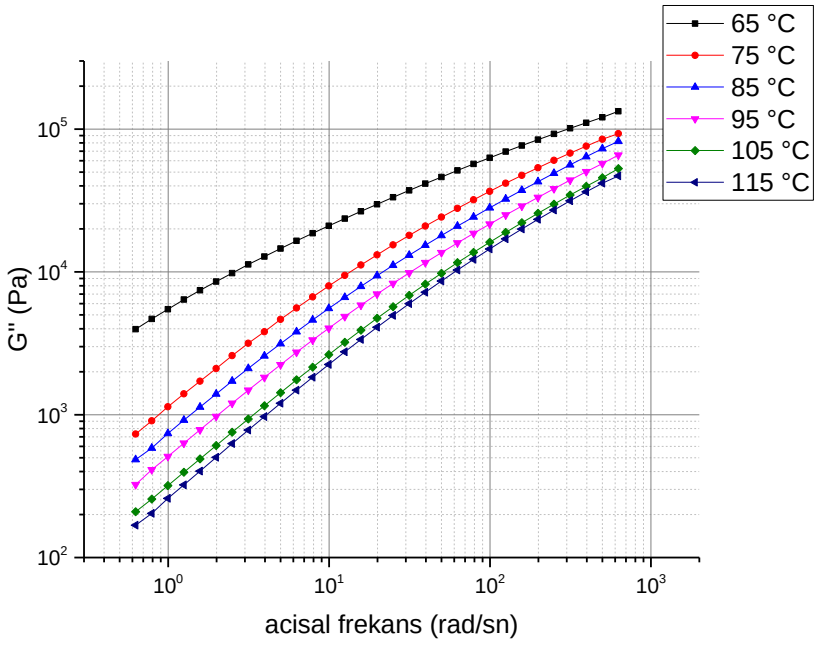
Şekil 4.16: EVA 150W depolama modülünün (G') açısal frekans (ω) ile değişimi.



Şekil 4.17: EVA 150W kayıp modülünün (G'') açısal frekans (ω) ile değişimi.

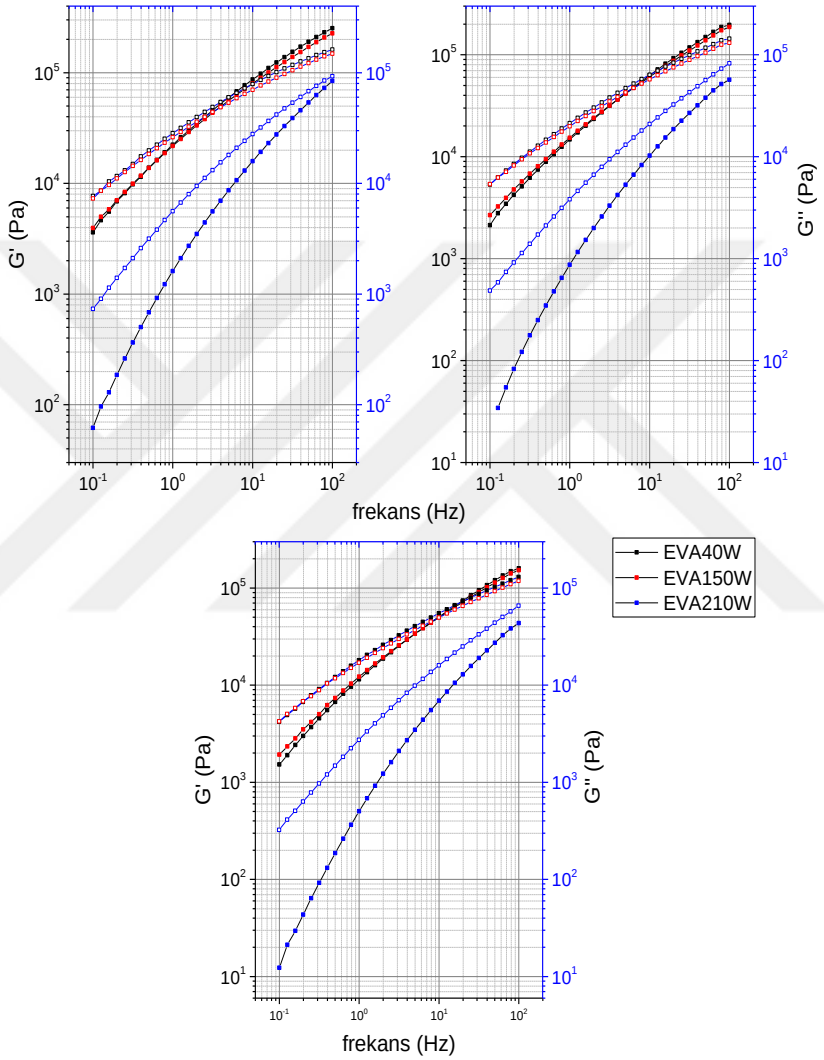


Şekil 4.18: EVA 210W depolama modülünün (G') açısal frekans (ω) ile değişimi.



Şekil 4.19: EVA 210W kayıp modülünün (G'') açısal frekans (ω) ile değişimi.

Elde edilen sonuçlar çerçevesinde her üç model malzeme için de yüksek frekanslardaki modül değerleri sıcaklık arttıkça birbirlerine yakınlaştığı belirlenmiştir ayrıca EVA 40W ve EVA 150W'nin depolama ve kayıp modülünün birbirlerine çok yakın olduğu EVA 210W'nun ise içerisindeki antioksidan olarak katılan di butil hidroksi tolüenden (BTH) dolayı farklı sonuçlar ortaya koyduğu çalışılan sıcaklık değerleri Şekil 4.20'de gösterilmiştir.

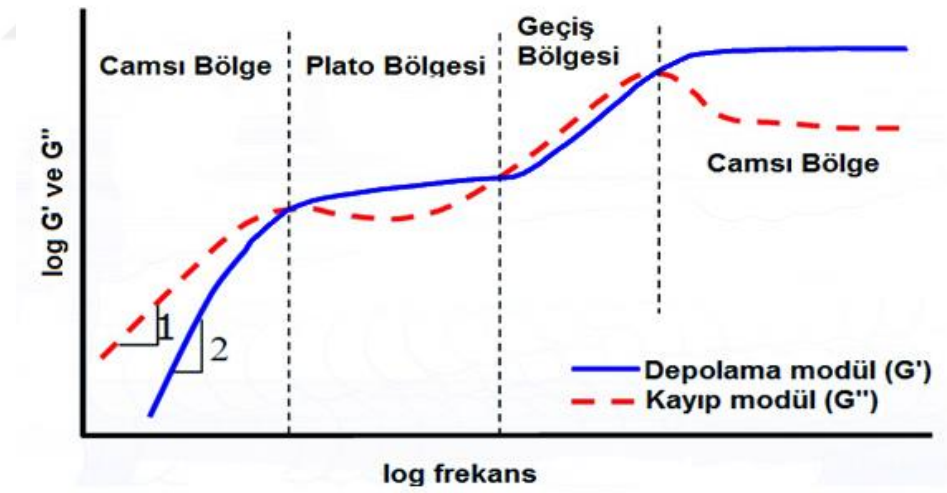


Şekil 4.20: Model malzemelerin depolama (G') ve kayıp modül değerlerinin (G'') açısal frekans (ω) ile değişiminin gösterimi.

Model malzemelerin düşük frekanslarda ortaya koydukları modül değerleri sıcaklık değerlerinin artması ile birlikte gözle görülür bir artış sergilemektedir. Kullanmış olduğumuz malzemelerin homopolimer olması nedeniyle düşük frekanslardaki depolama modül değerleri

frekansın karesiyle ($G'\alpha\omega^2$), kayıp modülleri ise frekansın 1. kuvveti ile ($G''\alpha\omega^1$) orantılıdır [189]. Dolayısıyla depolama modülünde saklama modülüne göre hızlı bir düşüş belirlenmiştir.

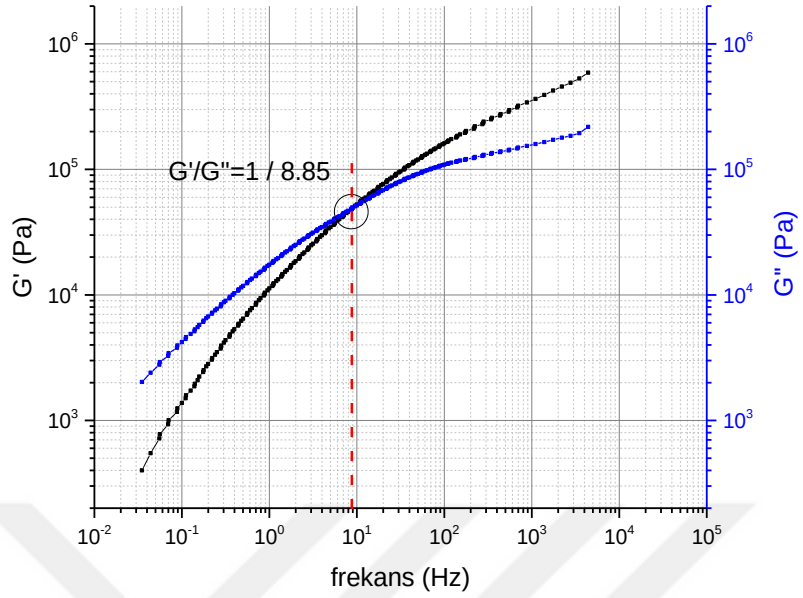
Reolojik çalışmalar genellikle sıcaklığa bağlı olarak yapılmaktadır. Malzemenin ortaya koyduğu davranışın resmini tam olarak ortaya koyabilmek için ki bu doğrusal bir davranış olsa bile her zaman farklı sıcaklıkta gerçekleştirilmektedir. Reoloji testlerinin gerçekleştirildiği TA AR - G2 cihazının TTS yazılımı, osilasyon modunda bulunan ve çalışma kapasitesini (frekans olarak) genişleten bir seçenektir. Kullanılan bu yazılım ile farklı model malzemelerin çalışılan her bir sıcaklığından elde edilen G', G" eğrilerini almalarını ve bu eğrileri, seçilen bir referans sıcaklık eğrisi üzerine üst üste bindirmek üzere kaydırmasına olanak bilinir. Bu kaydırma işlemi, otomatik olarak yazılım tarafından gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.21, TTS uygulandıktan sonra elde edilen genel bir grafiği göstermektedir.



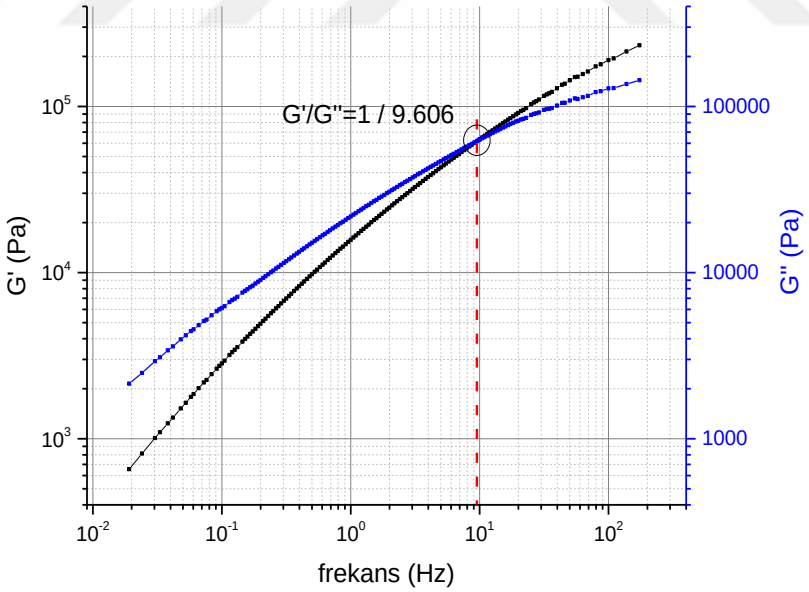
Şekil 4.21: TTS uygulandıktan sonra elde edilen genel G' ve G" grafiği.

Model malzemelere ait Şekil 4.22, Şekil 4.23, ve Şekil 4.24 incelendiğinde geçiş bölgesi için G"'in bir zirveye sahip olduğu tahmin edilmekte ve daha sonra plato bölgesi boyunca depolama modülünün altına düştüğü görülmektedir. Buna neden olarak karışık haldeki (entangled) eriyik yapısı gösterilebilir. Sıcaklık ve frekans arasında bir ilişki vardır. Malzemenin yüksek

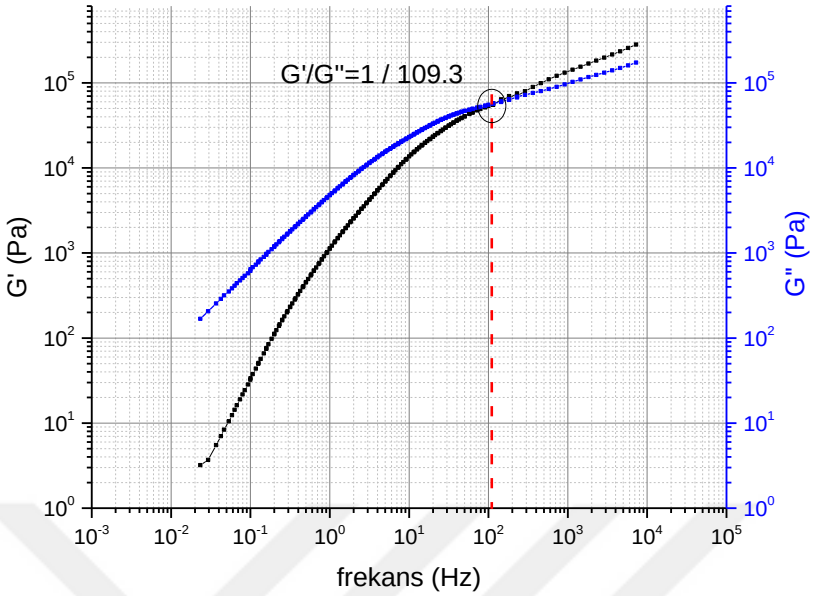
sıcaklıklarda daha hareketli olduğu görülürken sıcaklık değeri düştükçe hareketin azaldığı belirlenmektedir. Yüksek frekans değerlerinde malzeme kısa süreli bir davranış ortaya koyarken düşük frekans değerlerinde uzun süreli davranış karakteri ortaya koymaktadır. Frekans açısından incelendiğinde ise tamamen tersi bir davranış bizi beklemektedir. Düşük frekans değerlerinde veya daha uzun sürelerde, erimiş haldeki malzeme moleküllerinin birbirleri boyunca hareket etmeleri ve kaymaları için zamanları vardır (enerji depolanmaz). Yüksek frekans değerleri veya daha kısa sürelerde kayma için gereken zaman yoktur. Şekil 4.14 ve Şekil 4.15 farklı sıcaklıklarda frekansın bir fonksiyonu olarak EVA 40W için elde edilen G' ve G" eğrilerini göstermektedir. Başlangıç eğrilerinin 85 °C referans sıcaklığa göre kaydırıldıktan sonra ortaya çıkan ana eğri Şekil 4.22'de gösterilmiş ve TTS eğrisi elde edilmiştir. Şekil 4.16 ve Şekil 4.17 farklı sıcaklıklarda frekansın bir fonksiyonu olarak EVA 150W için elde edilen G' ve G" eğrilerini göstermektedir. Başlangıç eğrilerinin 85 °C referans sıcaklığa göre kaydırıldıktan sonra ortaya çıkan ana eğri Şekil 4.23'de gösterilmiş ve TTS eğrisi elde edilmiştir. Şekil 4.18 ve Şekil 4.19 farklı sıcaklıklarda frekansın bir fonksiyonu olarak EVA 210W için elde edilen G' ve G" eğrilerini göstermektedir. Başlangıç eğrilerinin 85 °C referans sıcaklığa göre kaydırıldıktan sonra ortaya çıkan ana eğri Şekil 4.24'de gösterilmiş ve TTS eğrisi elde edilmiştir. Şekil 4.22, Şekil 4.23 ve Şekil 4.24'den görüleceği üzere gevşeme zamanı (G'/G") en yüksek EVA 40W'de 1/8.85 sn. olarak görülürken en düşük 1/109.3 sn. olarak EVA 210W'da belirlenmiştir. Dolayısıyla elde edilen bu değerler bize EVA 40W'nin moleküllerinin harekete geçirilmesi için daha çok enerji harcanması gerektiğini EVA 210W'nun moleküllerinin harekete geçirilmesi için ise daha az enerji gerektiğini göstermektedir. Başka bir ifadeyle ise kullanılan model malzeme içerisinde ki VA oranının azaldıkça malzeme içerisindeki moleküllerin harekete geçmesi için gereken enerji miktarının da azaldığını göstermektedir.



Şekil 4.22: EVA 40W G' ve G" modüllerinin frekansa bağlı TTS eğrisi, referans sıcaklık 85 °C.



Şekil 4.23: EVA150W G' ve G" modüllerinin frekansa bağlı TTS eğrisi, referans sıcaklık 85 °C.



Şekil 4.24: EVA210W G' ve G" modüllerinin frekansa bağlı TTS eğrisi, referans sıcaklık 85 °C.

4.2.3.3.Kullanılan polimer model malzemelerin viskozite testi sonuçları

Viskozite, termoplastik reçinelerinin rahat ölçülebilen reolojik özelliklerinden biri olması nedeniyle bu tür malzemeleri karakterize etmek için en çok başvurulan testlerden biridir. Daha önce bahsedilen reolojik özellikler gibi viskozite de başlıca; kayma hızı, sıcaklık ve basınca (akış özellikleri olarak) bağlıdır. Çalışmada kullanılan model malzemeler bu çerçevede incelenmiş olup elde edilen veriler her bir model malzeme için en uygun vida tasarımının belirlenmesinde kullanılacaktır.

Şekil 4.25, Şekil 4.26 ve Şekil 4.27'de çalışmada kullanılan model malzemelere ait viskozite değerlerinin kayma hızına karşı değişimleri çalışma sıcaklıkları haricinde farklı sıcaklıklar da kullanılarak toplu olarak verilmiştir. Böylece sıcaklık artışı ile birlikte malzemelerin nasıl bir akış davranışına sahip olduğu ortaya konmuştur. Yapılan testlerde malzemenin tamamen eridiği belirlenmiştir. Grafikler incelendiğinde her bir malzeme için viskozite değeri, kayma hızı arttıkça keskin bir şekilde azalmaktadır. Ancak düşük kesme hızlarında, viskozite normal olarak kayma hızından bağımsızdır ve sabit bir değer gösterir buna "Sıfır kayma viskozitesi" adı verilir. Yine malzemenin çalışma sıcaklık değeri arttırıldığında düşük kayma hızı bölgesinde lineer olarak davrandığı (Newtonian davranışı gösterdiği) belirlenmiştir. Sıcaklık değerindeki

azalma ile birlikte malzemelerin düşük kayma hızı bölgesindeki viskozite değerleri hızla artmakta ve Newtonian davranıştan power-law davranışa geçmekte ve belirgin bir kesme incelmesi (shear thinning) gözlenmektedir:

$$\eta = \boldsymbol{K\dot{\gamma}^{n-1}} \tag{4.1}$$

Kayma gerilmesi ise şu şekilde ifade edilir:

$$\sigma = \boldsymbol{K\dot{\gamma}^{n}} \tag{4.2}$$

Birçok polimer için, denklem 4.1 ve 4.2matematiksel basitliği nedeniyle eriyiklerin viskozitelerinin kontrolünde oldukça yaygın olarak kullanılmaktadır ancak denklemin yapısı itibariyle kabul aralığı oldukça geniştir. Dolayısıyla bu denklemin özelleştirilmesisudan çeliğe oldukça geniş bir yelpazedeki malzemelerin akış durumunu açıklayan yeni denklemlerin türetilmesine imkân sağlamaktadır.

Şekil.4.25'de gösterildiği gibi, her bir malzemenin çalışılan sıcaklık değerleri için reolojik denemelerin gerçekleştirildiği TA AR - G2 cihazının kütüphanesinde ölçülen reolojik verilere Carreau-Yasuda modeli [190]uygun görülmüştür. Model ve deney verileri arasında iyi bir uyum olduğu belirlenmiştir.

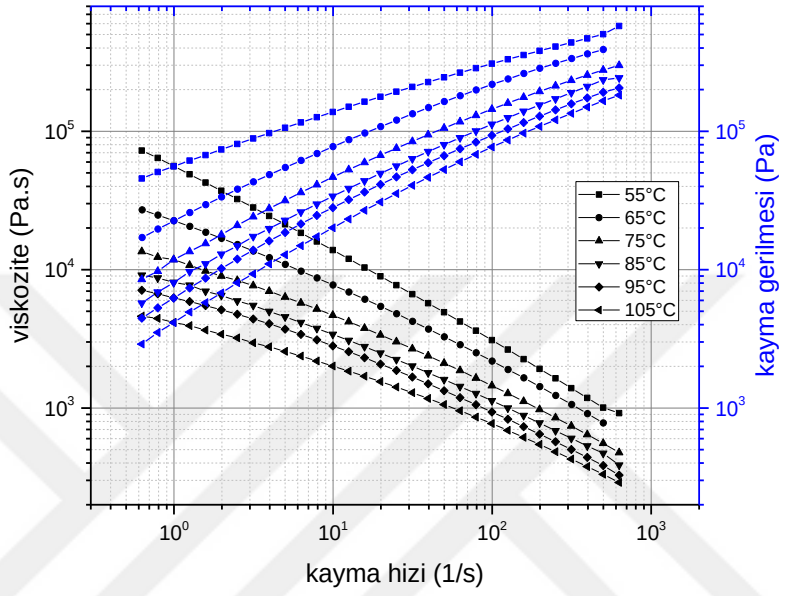
$$\frac{\eta-\eta_\infty}{\eta_0-\eta_\infty} = [\mathbf{1} + (\lambda\dot{\boldsymbol{\gamma}})^{\boldsymbol{a}}]^{(\boldsymbol{n}-\mathbf{1})/\boldsymbol{a}} \tag{4.3}$$

Cihaz tarafından malzeme için uygun bulunan model daha sonra malzemeye, ait viskoziteyi hesaplamak için kullanılmıştır. Malzemelerin vida içerisinde tamamen eriyik olarak hareket ettiği eriyik ve aktarma bölümü içindeki kesme hızını[191]hesaplamak için aşağıdaki denklem kullanılmıştır:

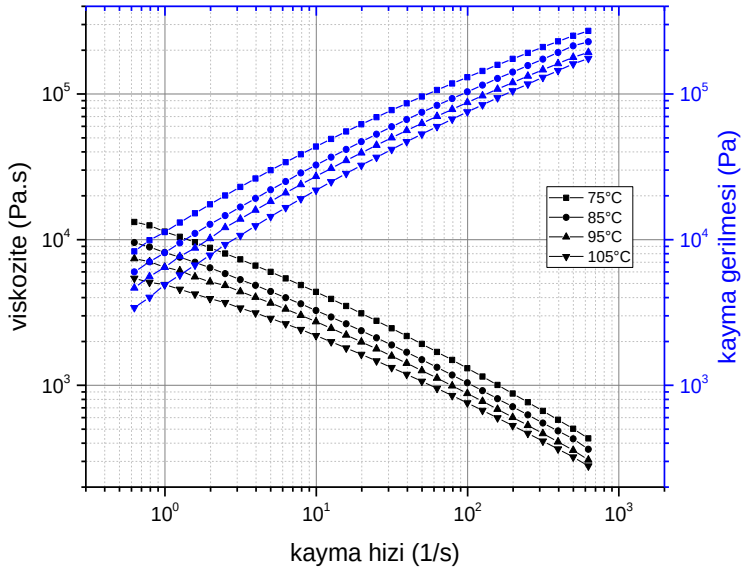
$$\dot{\gamma} = \frac{\boldsymbol{\pi DN}}{\boldsymbol{60h}} \tag{4.4}$$

Burada D; vida çapı (mm), N; rpm cinsinden vida hızı ve h; kanal derinliği (mm) cinsindendir.

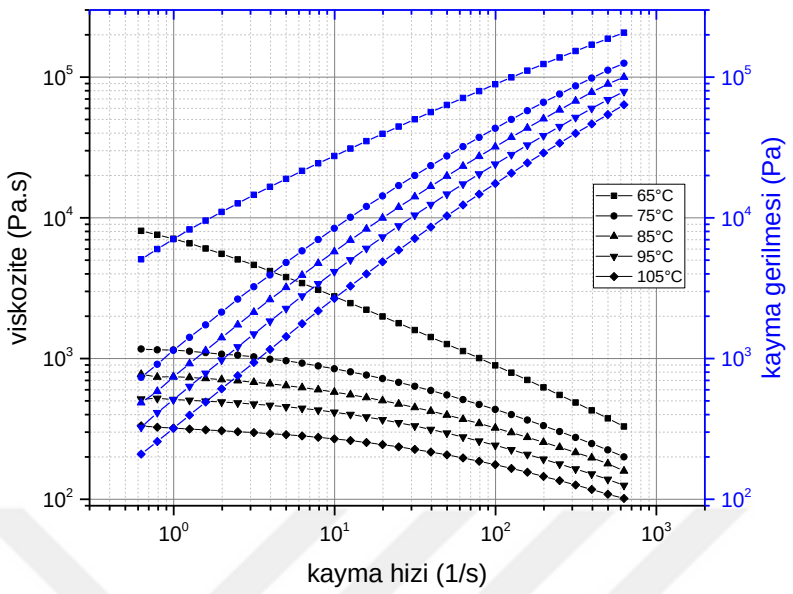
Yukarıdaki denklemler 4.3 ve 4.4 kullanılarak her bir deneysel koşul için ekstruder vidası içerisindeki erime viskozitesini tahmin etmek için reolojik veriler modellenmiştir [192].



Şekil 4.25: EVA40W viskozite ve kayma gerilmesinin kayma hızı ile değişimi.



Şekil 4.26: EVA150W viskozite ve kayma gerilmesinin kayma hızı ile değişimi.



Şekil 4.27: EVA210W viskozite ve kayma gerilmesinin kayma hızı ile değişimi.

Çalışma boyunca kullanılan EVA40W, EVA150W ve EVA210W model malzemelerinin, tüm kayma hızı aralığı boyunca düşük ve yüksek kayma hızlarındaki viskoziteleri ve viskozite oranları Tablo 4.5, 4.6 ve 4.7'de görülmektedir

Tablo 4.5: EVA 40W kopolimerine ait yüksek (ηω=100) ve düşük frekans (ηω=0.1) viskoziteleri ve viskozite oranları (ηr=ηω=0.1/ηω=100).

Sıcaklık (°C)	ηω=100 (Pa.s)	ηω=0.1 (Pa.s)	ηr
55	3049.24	156005.21	51.16
65	2135.29	41052.76	19.23
75	1320.48	22870.71	17.32
85	1103.72	18001.53	16.31
95	925.93	13805.61	14,91
105	751.94	1000.82	13.30

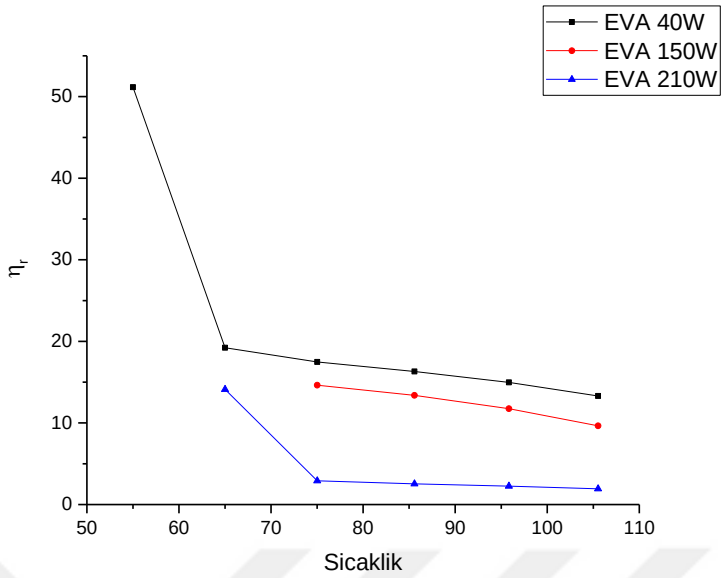
Tablo 4.6: EVA 150W kopolimerine ait yüksek ($\eta_{\omega=100}$) ve düşük frekans ($\eta_{\omega=0.1}$) viskoziteleri ve viskozite oranları ($\eta_r=\eta_{\omega=0.1}/\eta_{\omega=100}$).

Sıcaklık (°C)	ηω=100 (Pa.s)	ηω=0.1 (Pa.s)	ηr
75	1287.37	18827.89	14.63
85	1026.12	13736.17	13.39
95	868.02	10204.66	11.76
105	748.31	7224.67	9.65

Tablo 4.7: EVA 210W kopolimerine ait yüksek ($\eta_{\omega=100}$) ve düşük frekans ($\eta_{\omega=0.1}$) viskoziteleri ve viskozite oranları ($\eta_r=\eta_{\omega=0.1}/\eta_{\omega=100}$).

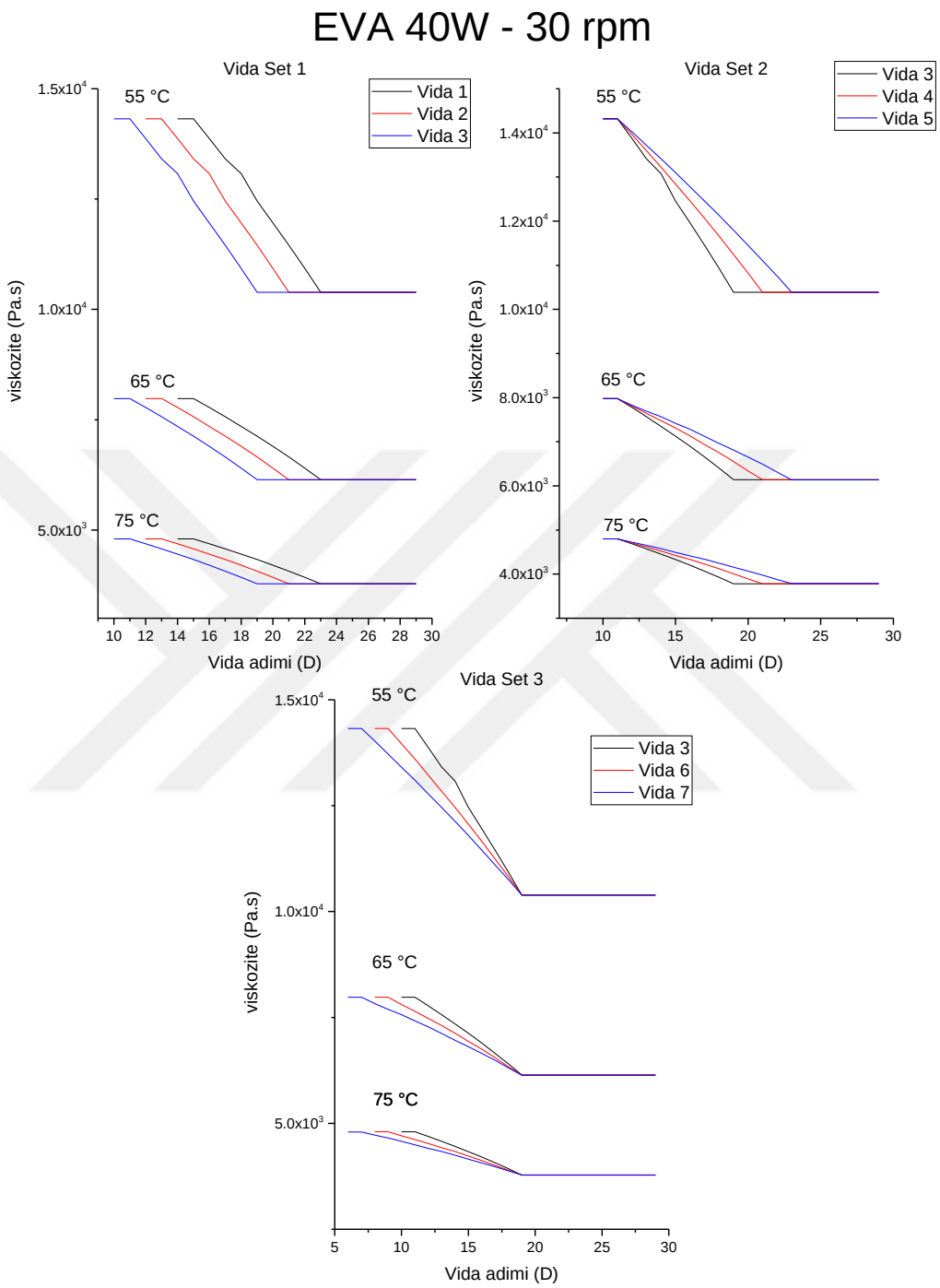
Sıcaklık (°C)	ηω=100 (Pa.s)	ηω=0.1 (Pa.s)	ηr
65	886.44	12519.35	14.12
75	434.48	1267.64	2.92
85	322.28	815.12	2.53
95	241.86	544.21	2.25
105	179.34	340.77	1.90

Model malzemeler için Bölüm 4.2.3 ve Şekil 4.14– Şekil 4.19 arasında bahsedilen düşük frekanslarda görülen elastik davranış yine viskozite – kayma hızı arasında çizilen grafiklerde de (bkz: Şekil 4.26-27) ortaya çıkmaktadır. Model malzemeler için erime noktasına yaklaştıkça düşük kayma hızlarında ki viskoziteleri, beklendiği şekilde önemli bir artış gösterirken sıcaklık arttıkça viskozite değeri düşmektedir. Kullanılan malzemelerin düşük ve yüksek kayma hızlarında ortaya koymuş oldukları viskozite oranları Şekil 4.28'de karşılaştırmalı olarak gösterilmektedir. Model malzemeler için VA değişim miktarının viskosite değişimi üzerindeki etkisini daha sağlıklı ortaya koyabilmek için viskozitede gerçekleşen düşüşün daha lineer olduğu belirlenmiştir. EVA 40W için 65 - 105 °C arasındaki değişim %31, EVA 150W için 75 - 105°C arasındaki değişim %34 ve EVA 210W için 65 - 105°C arasındaki değişimin ise %35 olduğu belirlenmiştir. Dolayısıyla malzeme içerisinde VA miktarının artışı malzemeyi hem sıcaklığa hem de kesme hızına karşı daha hassas bir hale getirdiği söylenebilir.

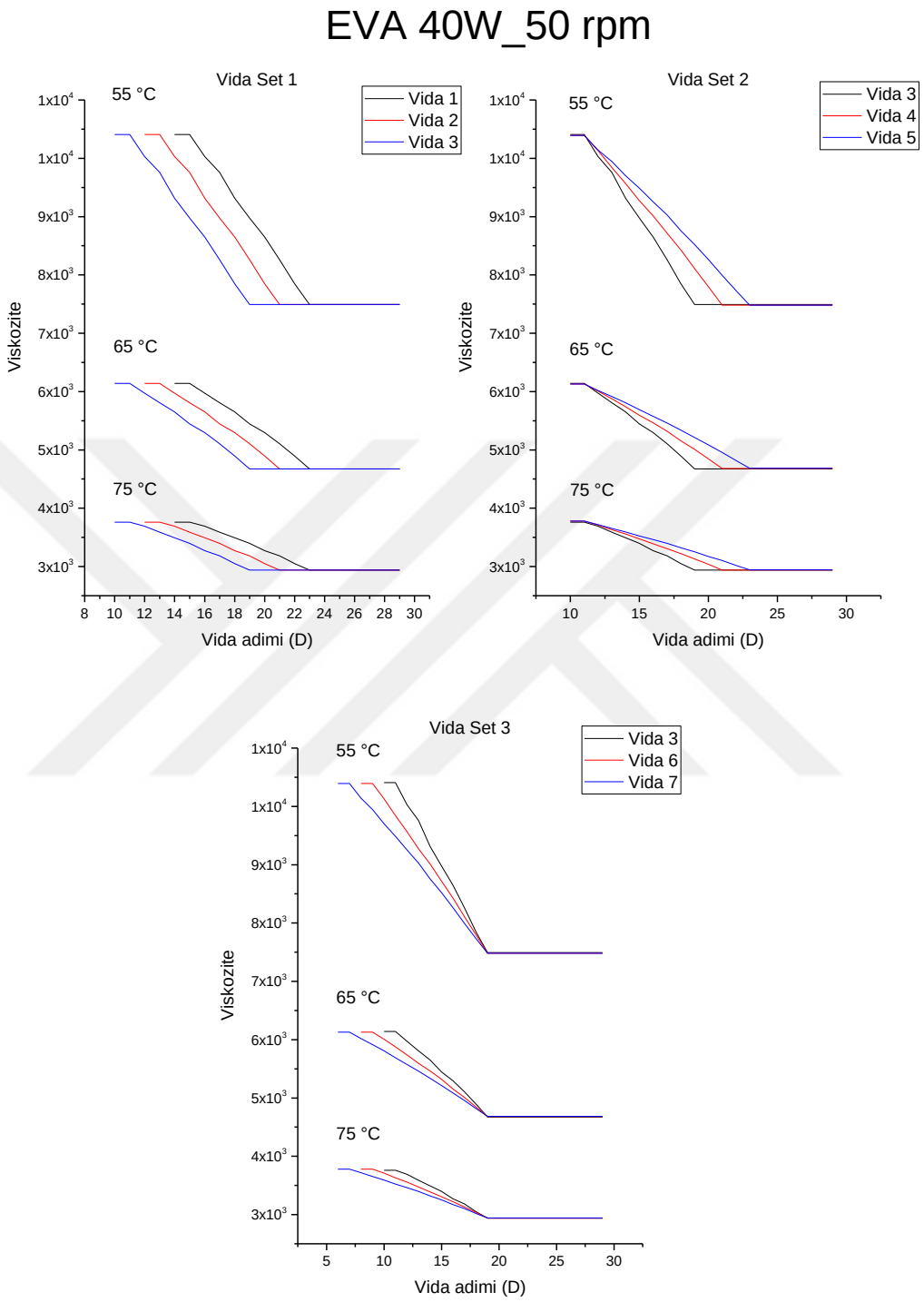


Şekil 4.28: Kullanılan model malzemeler için viskozite oranları.

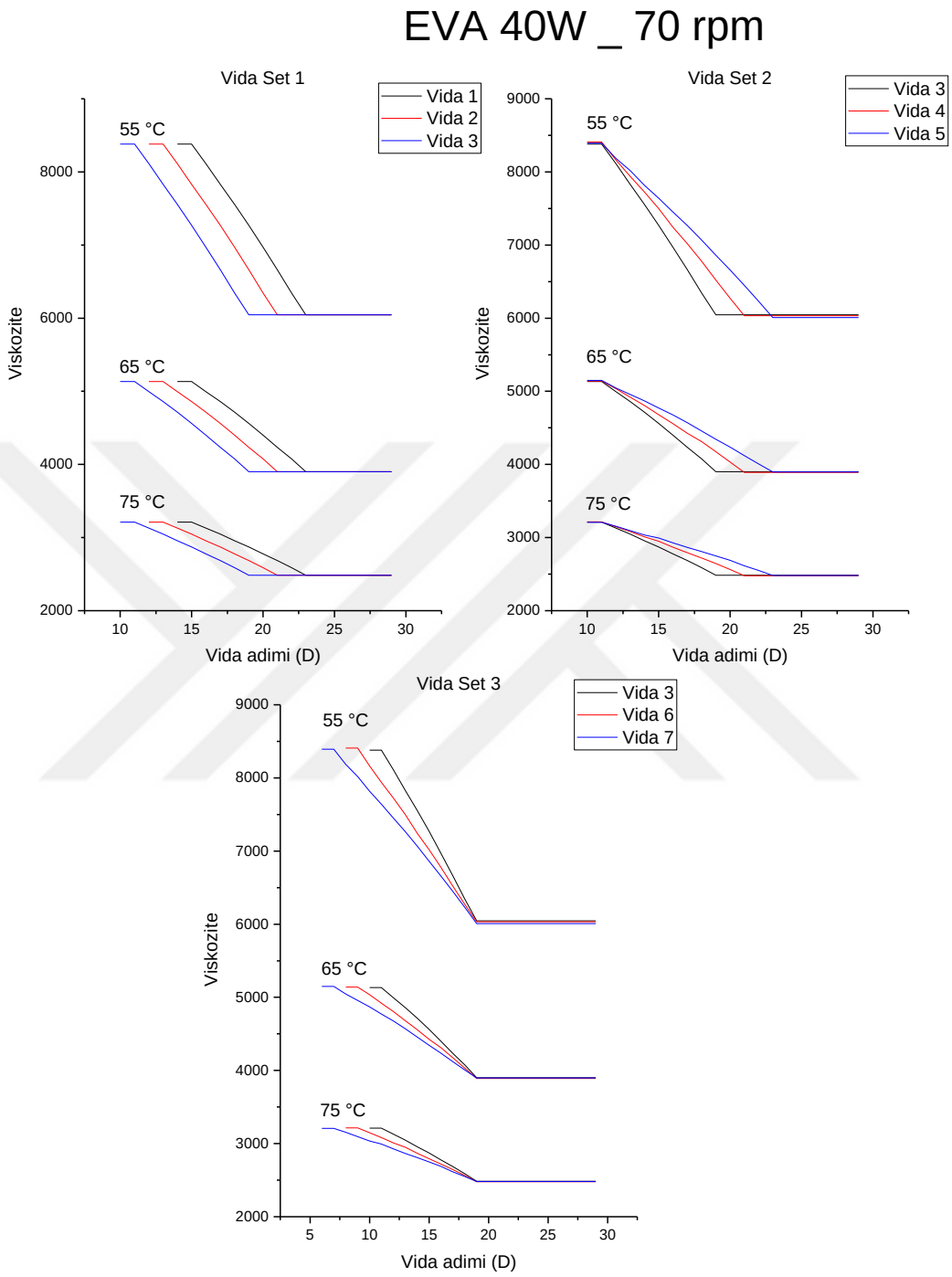
Bu reolojik veriler kullanılarak, -çalışmada sadece model malzemeler için gösterilmekle beraber- ektstruder cihazında işlenebilecek tüm polimer malzemeler için malzemenin tamamen eriyik halde bulunduğu aktarma bölgesinde gerçekleşen sıcaklık ve kayma hızı göz önüne alınarak "viskozite profili" çıkarılabilmiştir. Kullanılan model malzemelere ait "viskozite profilleri" Şekil 4.29 – 31'de verilmiştir. Elde edilen bu veriler ışığında belirlenen viskozite değerleri Minitab Paket Programı ile en uygun vida/proses koşullarının optimizasyonu sırasında "viskozite" çıktısı olarak kullanılmıştır. Kullanılan bu yöntem ile kalite/maliyet oranı dengeli bir şekilde malzemeye ait reolojik karakterizasyon belirlenerek vida tasarımları yapılabilecektir.



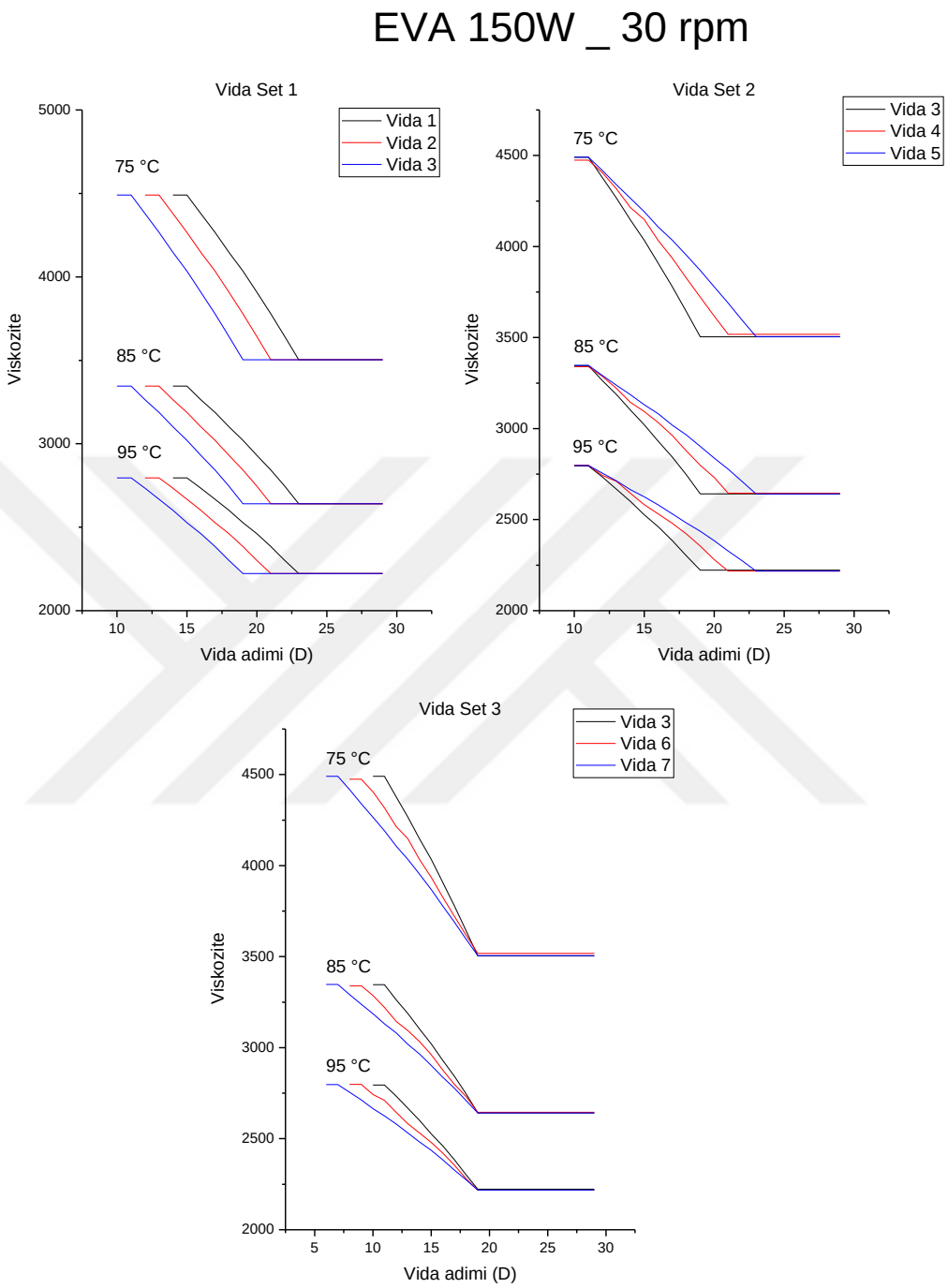
Şekil 4.29a):EVA 40W viskozite profili a) 30rpm b) 50 rpm c) 70 rpm.



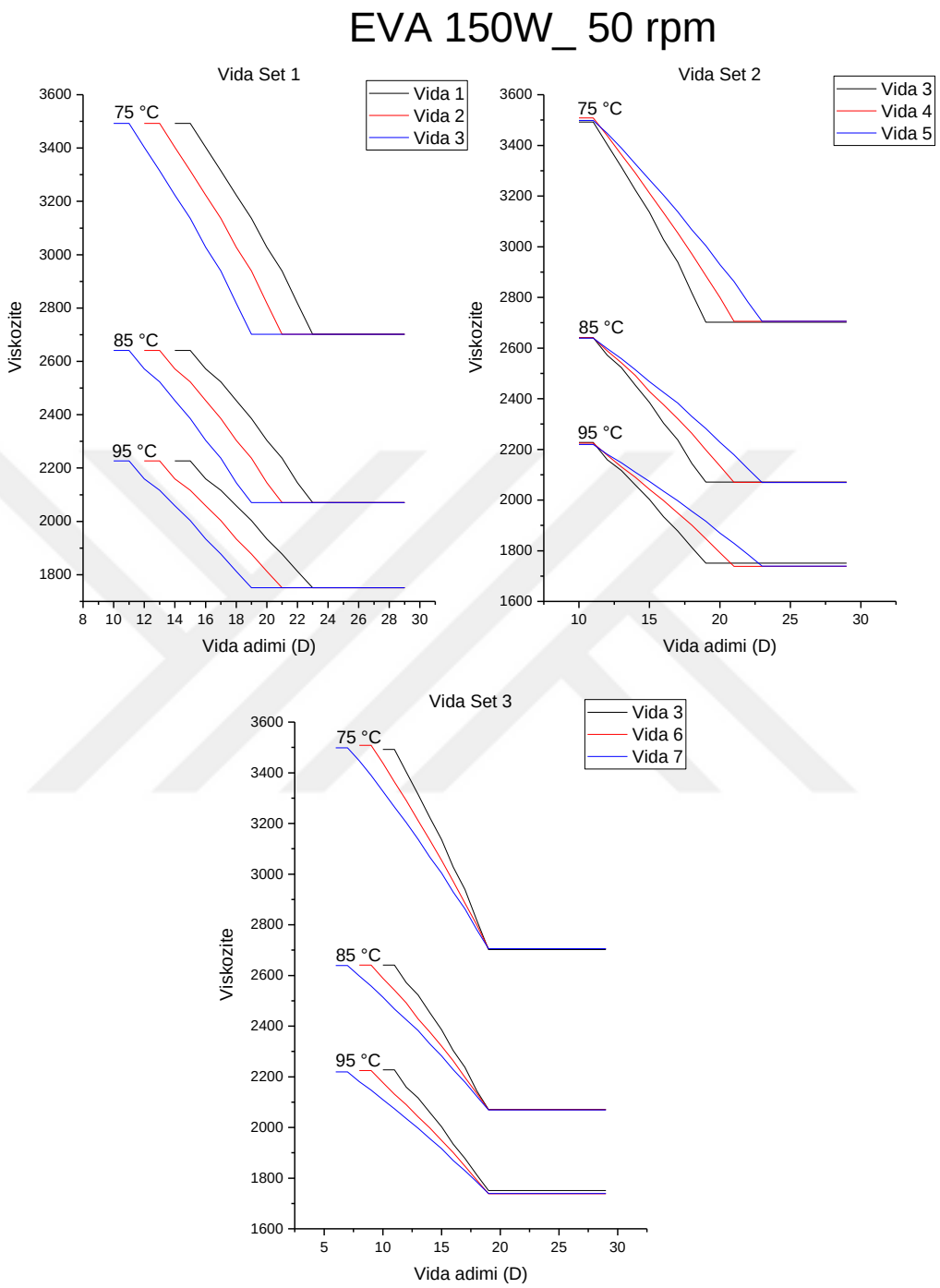
Şekil 4.29b): EVA 40W viskozite profili a) 30rpm b) 50 rpm c) 70 rpm.



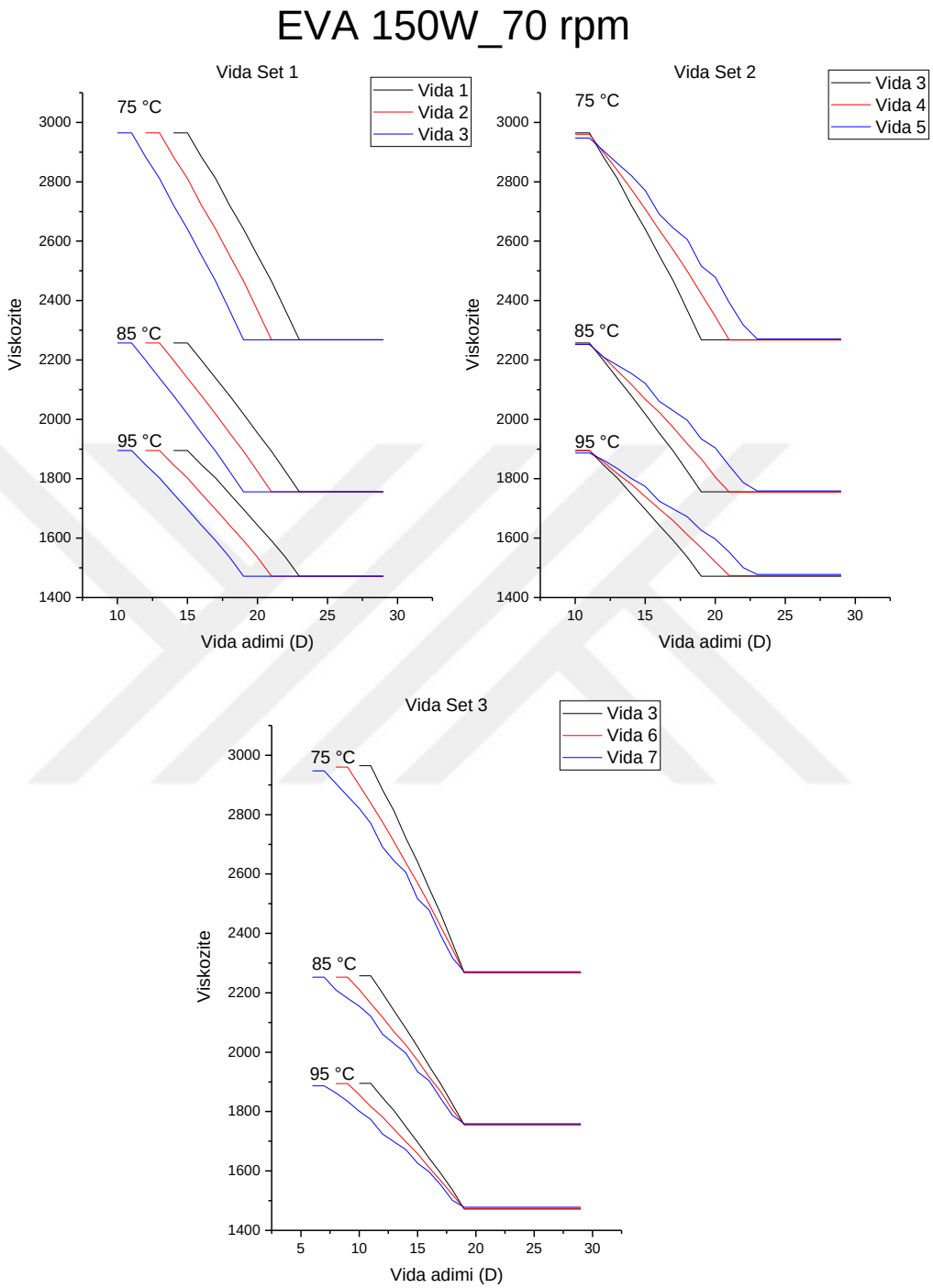
Şekil 4.29c): EVA 40W viskozite profili a) 30rpm b) 50 rpm c) 70 rpm.



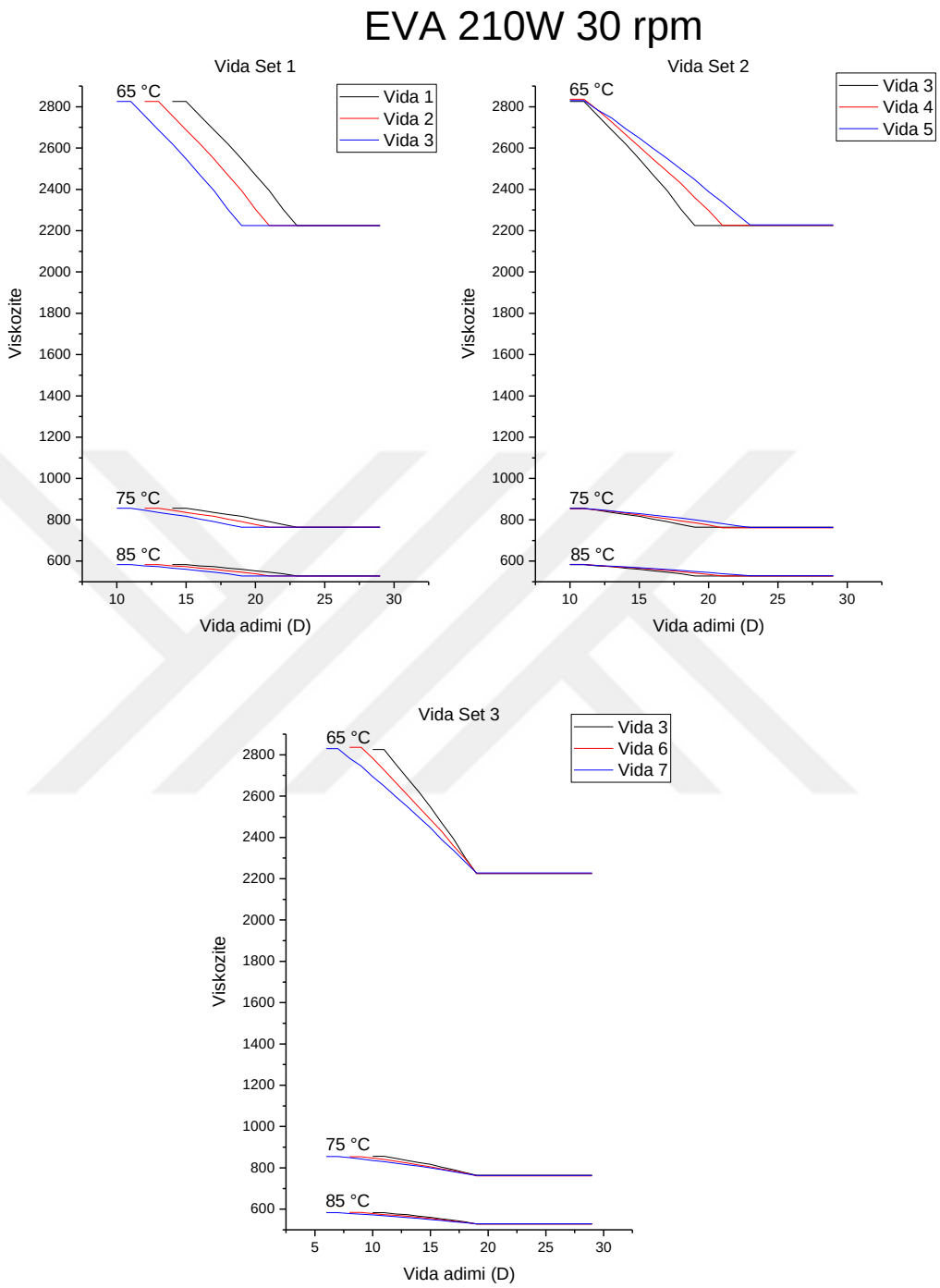
Şekil 4.30a): EVA 150W viskozite profili a) 30rpm b) 50 rpm c) 70 rpm.



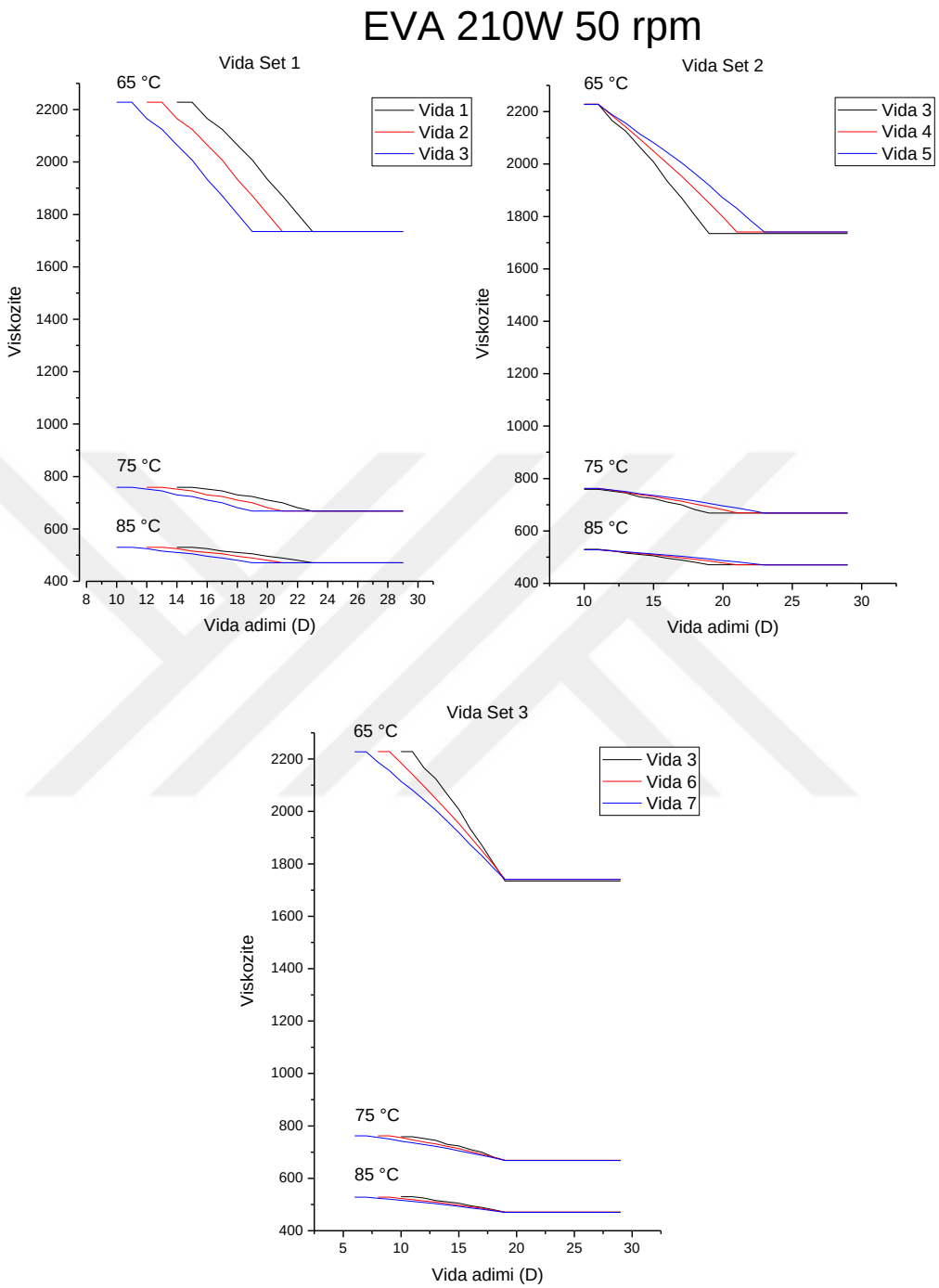
Şekil 4.30b): EVA 150W viskozite profili a) 30rpm b) 50 rpm c) 70 rpm.



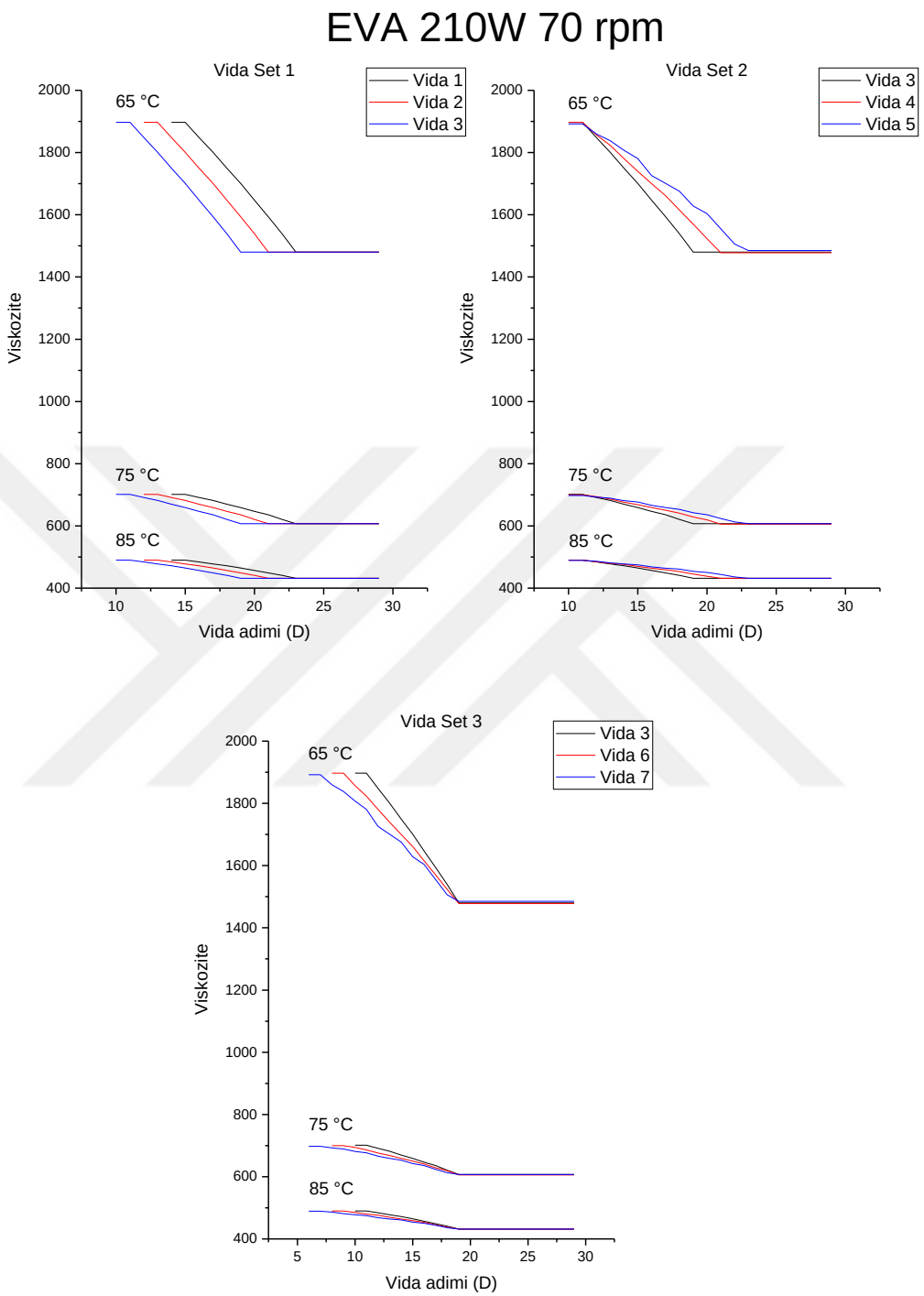
Şekil 4.30c): EVA 150W viskozite profili a) 30rpm b) 50 rpm c) 70 rpm.



Şekil 4.31a): EVA 210W viskozite profili a) 30rpm b) 50 rpm c) 70 rpm.



Şekil 4.31b):EVA 210W viskozite profili a) 30rpm b) 50 rpm c) 70 rpm.

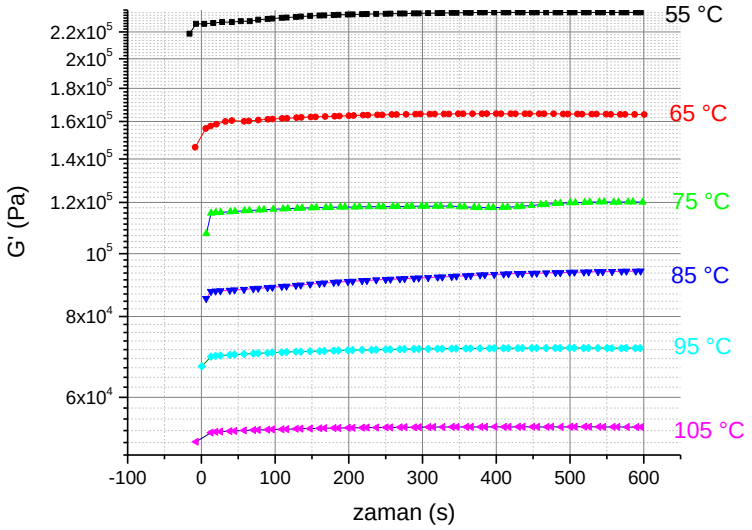


Şekil 4.31c): EVA 210W viskozite profili a) 30rpm b) 50 rpm c) 70 rpm.

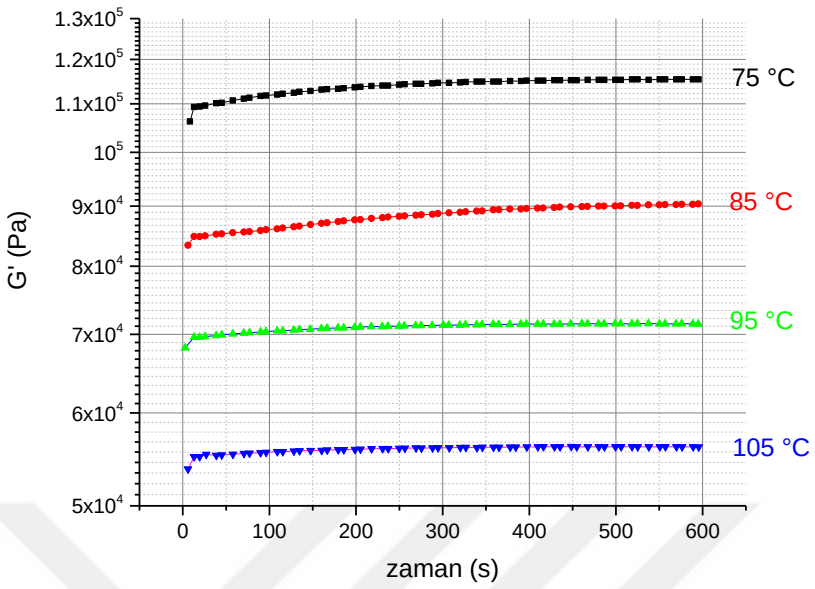
4.2.3.4.Kullanılan polimer model malzemelerin titreşim süresi denemeleri

Titreşim süre testi (time sweeps), model polimer malzemelerin ekstrüzyonu sırasında kalma süresi dağılımı testleri yapılırken zamanla makro veya mikro olarak yeniden yapısal bir düzenlenmeye maruz kalıp kalmadığının test edilmesi açısından uygulanmıştır. Malzemelerin yapısının yeniden düzenlenmeleri reolojik davranışı direkt olarak etkiler. Titreşim süresi testi, malzemenin zamanla nasıl değiştiği hakkında doğrudan bilgi vermektedir. Test edilen malzemeye bağlı olarak, ekstruder içerisinde polimer bozunumu süresine ilişkin bilgiler alınmıştır.

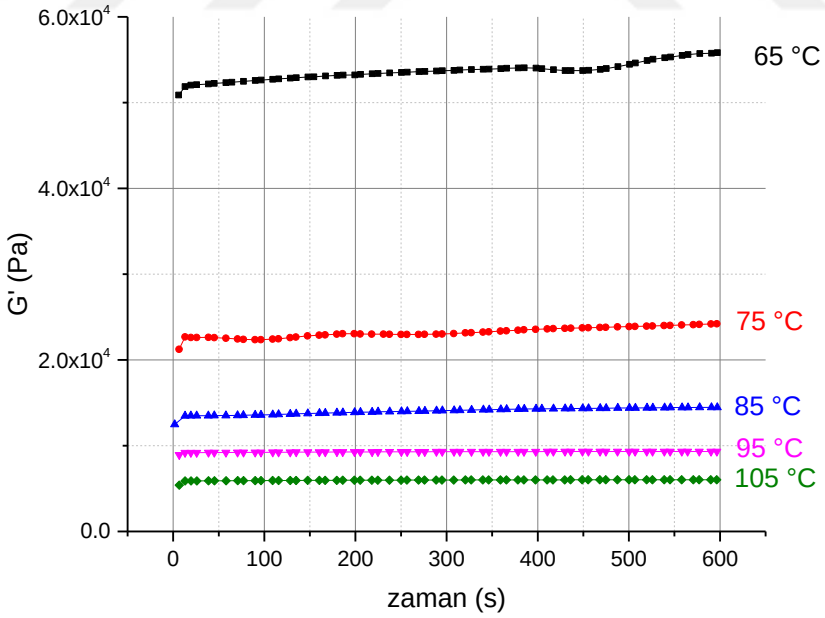
EVA 40W, EVA 150W ve EVA 210W üzerinde titreşim süre testi grafikleri sırasıyla Şekil 4.32, Şekil 4.33 ve Şekil 4.34'de gösterilmektedir. Burada depolama modülü (G ') (logaritmik ölçek), süreye (s) karşı değişimi ortaya konmaktadır. 0,1 gibi bir gerilimde elde edilen bu doğrusal viskoelastik bölge testin uygulandığı 600 sn boyunca yapının az veya hiç değişmediğini gösterir. Dolayısıyla kalma süresi dağılımı esnasında bulk malzeme olarak kullandığımız model polimer malzemelerin hiçbirinde yapısal olarak bir bozunda olmadığını reolojik olarak söyleyebiliriz. Ayrıca, bu test kullanılarak daha hassas yapılara sahip farmasötik ve gıda aktif maddelerinin ekstruder içerisinde işlenirken yapısal bir bozunmaya uğrayıp uğramadığı hakkında oldukça yardımcı olmaktadır.



Şekil 4.32: EVA 40W'nın depolama modülünün süreyle değişimi.



Şekil 4.33: EVA 150W'nin depolama modülünün süreyle değişimi.



Şekil 4.34: EVA 210W'nun depolama modülünün süreyle değişimi.

4.3. KALMA SÜRESİ DAĞILIMI

Bölüm 3.2.1.2.'de bahsedilen üç set vida tasarımı (erime bölgesi sabit vidalar, katı taşıma bölgesi sabit olan vidalar ve aktarma bölgesi sabit olan vidalar) için kalma süresi dağılım (RTD) fonksiyonları, kullanılan üç model polimer malzeme ile Tablo 3.5'de gösterilen sıcaklık ve vida hızı proses koşullarına bağlı olarak ayrı ayrı çalışılmıştır.

4.3.1. EVA40W Kalma Süresi Dağılımı

4.3.1.1.EVA40W Vida Seti 1 Kalma Süresi Dağılımı

EVA 40W vida seti 1 (Vida 1, 2 ve 3) için 55, 65 ve 75 °C'deki farklı vida hızlarına ait kalma süresi dağılım grafikleri sırasıyla Şekil 4.35, Şekil 4.36 ve Şekil 4.37'de gösterilmektedir. Şekil 4.35'den, EVA 40W model malzemesi için kullanılan vida seti 1'e ait tüm vida geometrilerinde vida hızlarının 55 °C'den itibaren arttırılmasıyla birlikte RTD'lerin daha daraldığı belirlenmiştir. Ayrıca, Şekil 4.38 (a)'da görüleceği üzere aynı sıcaklıkta artan vida hızı ile birlikte MRT azalmaktadır. Vida 1 ve 2'nin RTD grafikleri 30 rpm ve 55 °C'de birbirine benzemektedir, ancak vida hızının artması ile birlikte, özellikle 50 ve 70 rpm değerlerinde, her bir vidanın ortaya koymuş olduğu RTD eğrisi karakteristik olmaktadır.

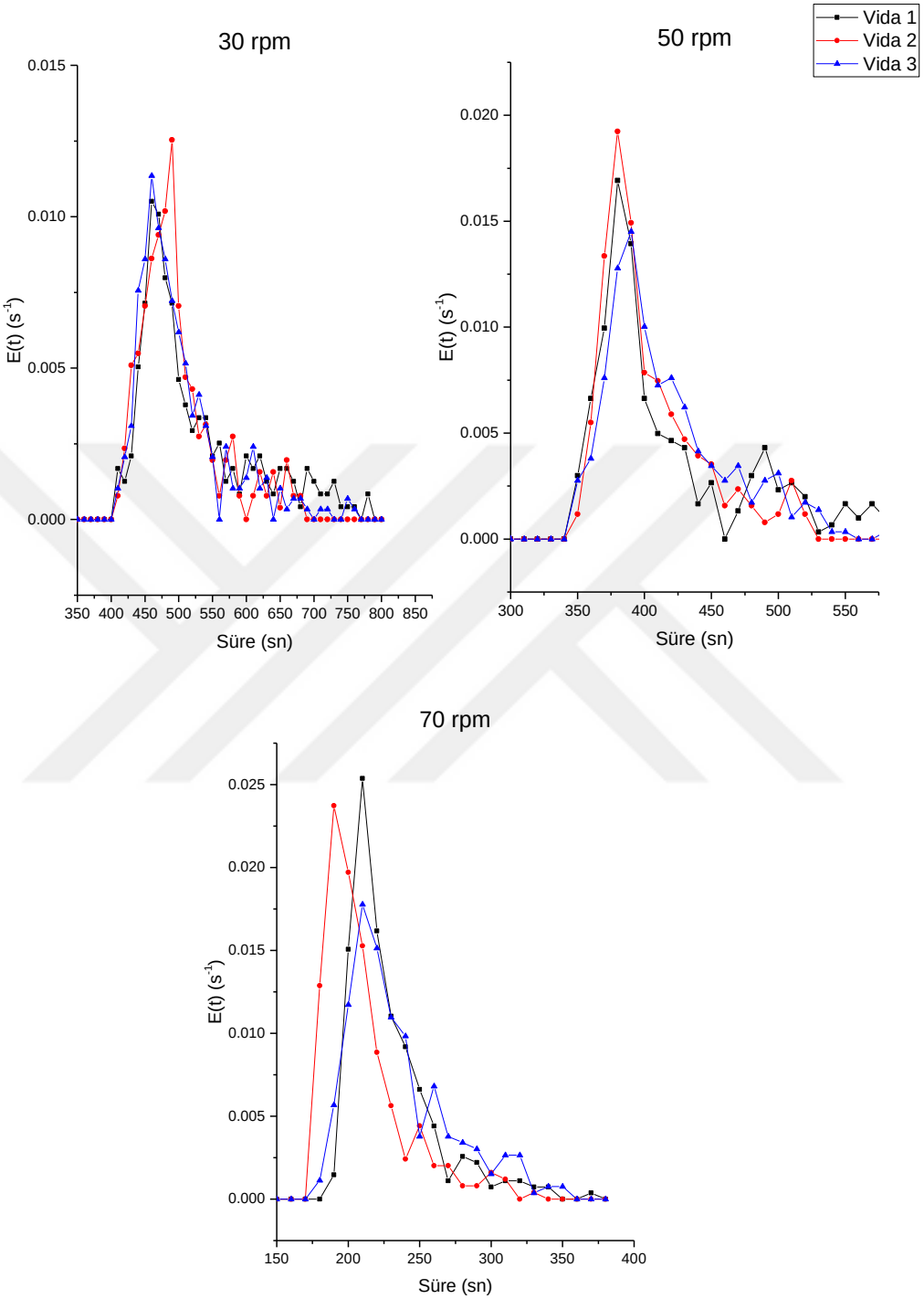
Şekil 4.36'dan görüleceği üzere, sıcaklığın 65 °C'ye arttırılması ile birlikte 55 °C'ye kıyasla daha dar bir RTD grafiği elde edilir ve bu da MRT'de azalmaya neden olur. Şekil 4.38 (b)'de görüleceği üzere, vida hızı 65 °C'ye arttırıldığında vida setine ait tüm vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi özellikle 70 rpm'de azaldığı gözlemlenmektedir.

Vida hızı, yine bu grup içerindeki tüm vida geometrileri için 30 rpm'den - 70 rpm'e yükseltildiğinde, Şekil 4.37'de gösterilen RTD'ler daralır ve dolayısıyla MRT'lerin Şekil 4.38 (c) 'de görüldüğü gibi azalmasına neden olur. Şekil 4.38(c) 'de, vida geometrilerinin 75 °C'de 30 ve 70 rpm'de elde edilen RTD'ler üzerinde hafif bir etkiye sahip olduğu gözlemlenmektedir. Bununla birlikte, bu sıcaklıktaki RTD'ler 50 rpm için önemli derecede farklıdır. En geniş RTD, vidalı 1 kullanılarak elde edilmiştir. Şekil 4.37'ten, en dar RTD'nin tüm sıcaklıklar için 50 rpm'de vidalı 3 kullanılarak elde edildiği anlaşılmaktadır. Bunun nedeni, vidanın 3 katı taşıma uzunluğunun diğer vidalı geometrilerden daha küçük olmasıdır.

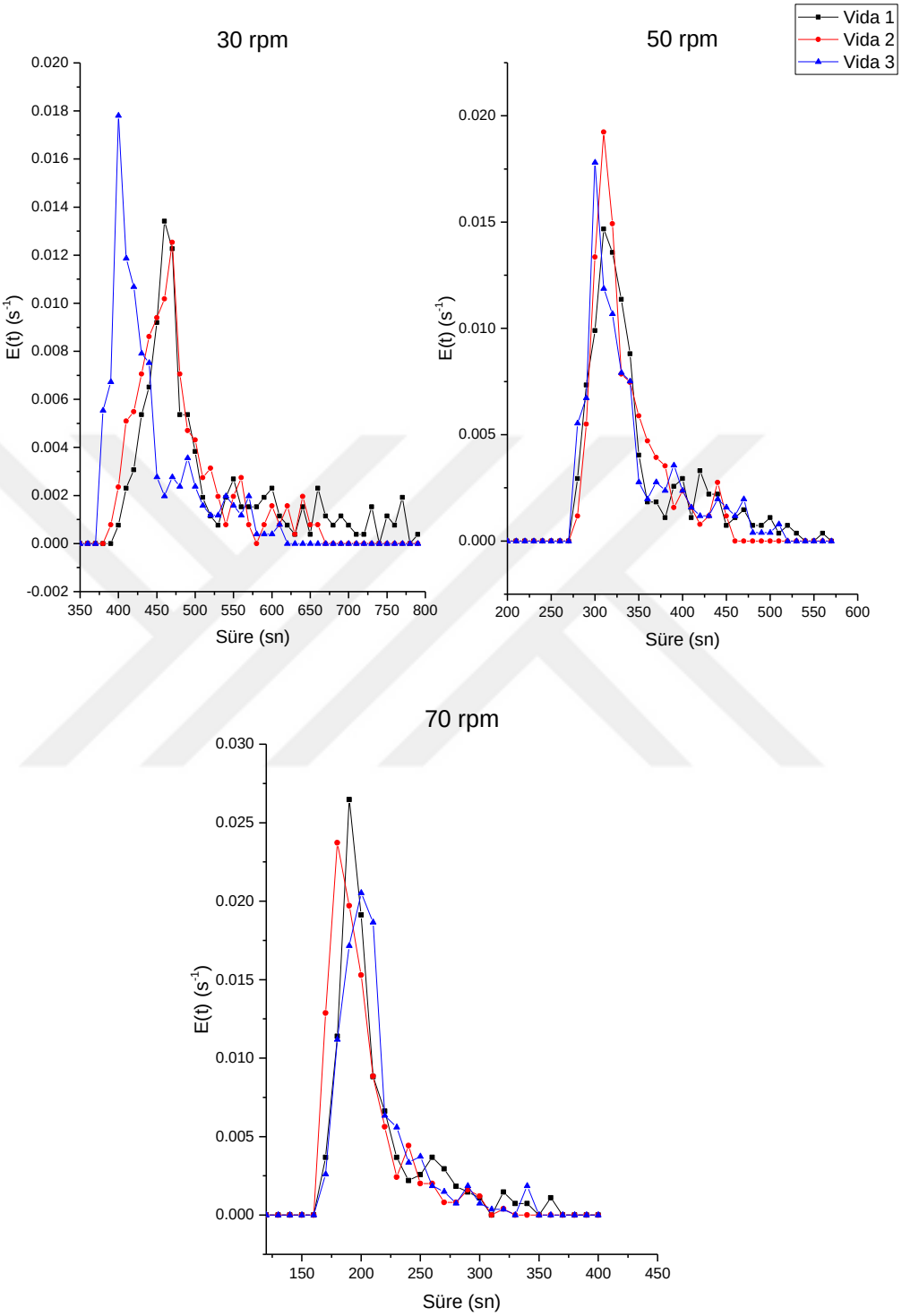
Vida hızını 70 rpm'e yükseltmek, karıştırma için gereken süre azaldığından daha az eksenel karıştırmaya neden olur. Bu çalışmada tüm sıcaklıklar için 70 rpm'de elde edilen MRT'ler 30 ve 50 rpm'dekilere kıyasla daha düşüktür. Yüksek hızlarda vida içerisinde dağılım derecesi düşük olmakla birlikte, 70 rpm'lik bir vidalı hız en iyi çalışma koşulları olmayabilir.

30 rpm ve 55 °C'de, üç vidanın akış rejimleri birbirinden farklı olduğu belirlenmiştir, ancak 75 °C'ye doğru artan sıcaklık ile RTD eğrileri birbirine yaklaşır. 50 rpm'de akış, yüksek dönme hızı nedeniyle plug flow'a benzer ve böylece karıştırmada azalmaya neden olur. Karışımın 75 °C'deki tüm vidalar için neredeyse aynı olduğu belirlenmiştir. 70 rpm'de karıştırma, diğer düşük ve orta vida hızlarına göre büyük ölçüde azalır. Bu vida hızında ve 55 ve 65 °C'de karıştırma, vida 2 için daha da azalmaktadır.

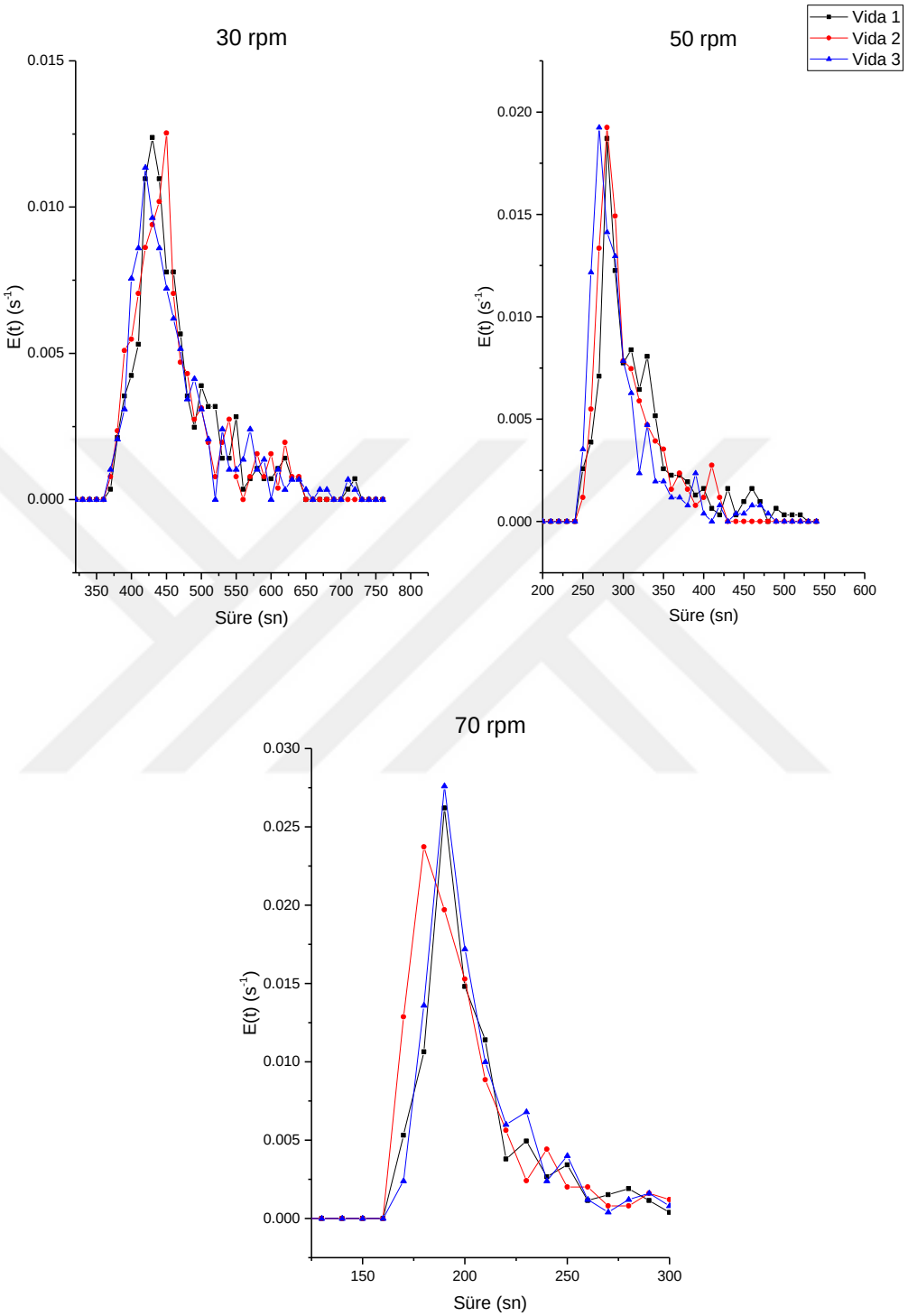
Özetleyecek olursak; sıcaklığın vida 1 üzerindeki etkisi nispeten daha azdır çünkü vida 1'in katı bölümü vidalar arasında en uzundur (15D) dolayısıyla vidalar 2 ve 3 sıcaklığa daha duyarlıdır. Çünkü aktarma bölümleri vida 1'den daha uzundur. Vida hızı arttıkça eksensel karıştırmanın azaldığı da açıktır. Vida hızlarının RTD'ler üzerine olan etkisi, sıcaklığa kıyasla çok daha belirgindir. Her vida hızı için, yüksek sıcaklık değeri polimer malzemenin viskozitesini düşürdüğünden dolayı daha fazla akışkan hale gelmektedir. Buna göre, akış rejimleri, tüm vida hızlarında vida türüne ve EVA 40W için 75 °C'ye bakılmaksızın neredeyse aynıdır. Bunun nedeni, aktarma bölümünde sürtünme ısısının en yüksek olması ve yüksek kesme (shear) etkisi, eriyik sıcaklığını arttırır, bu da plug flow'un etkisinin artmasına neden olur. Sıcaklık 55 °C'den 65 °C'ye yükseldiğinde, karışım hemen hemen artar, daha sonra 75 °C'de düşer. Deneylerde en uzun ölçme bölümüne sahip vida 3 kullanıldığında, 75 °C hariç tüm vida hızlarında ve ilgili sıcaklıklardaki akışlarda, 55 °C'ye göre 65 °C'de görülen akış karıştırmalı akışa daha yakın olduğu tespit edilmiştir.



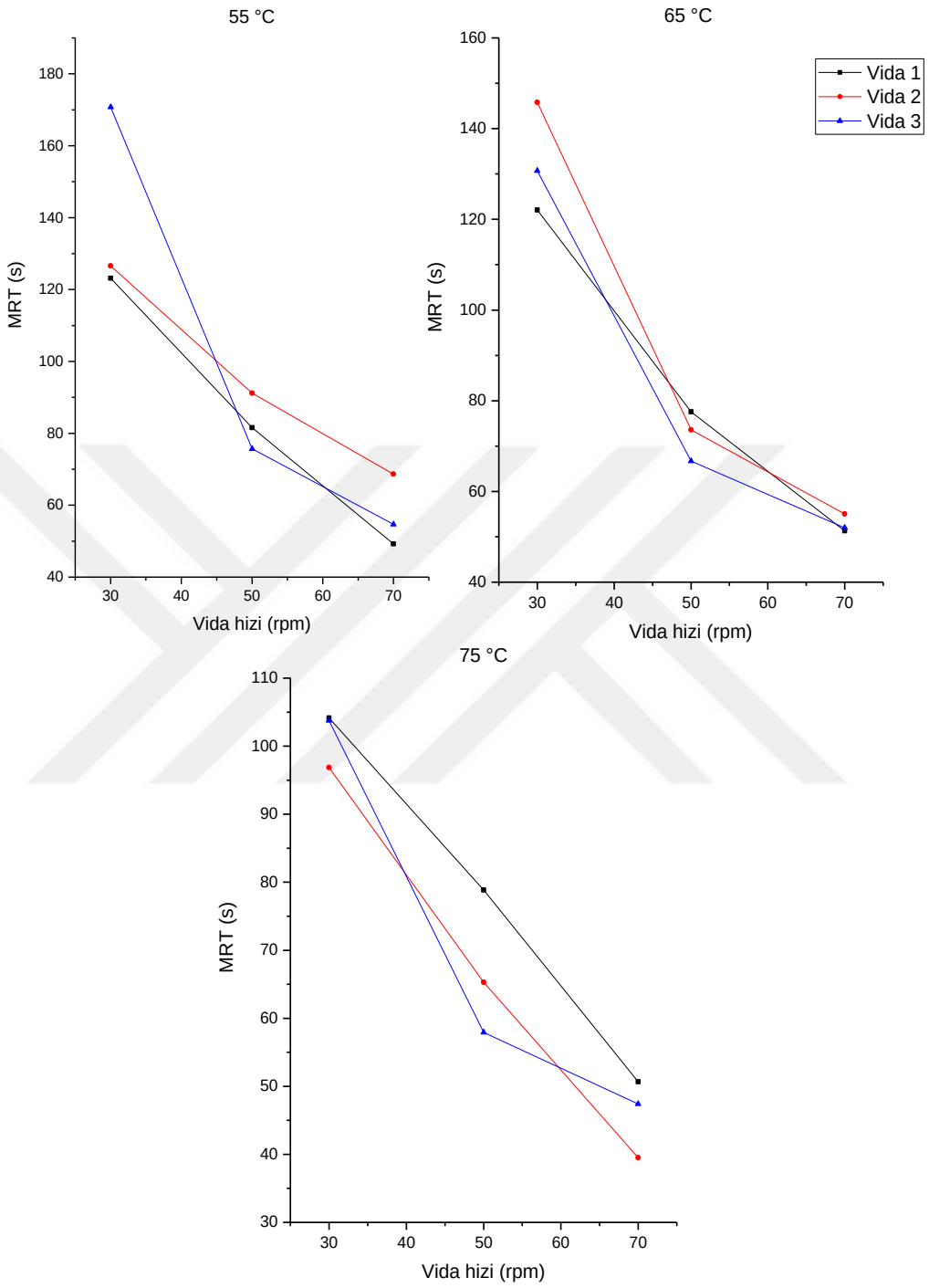
Şekil 4.35:EVA40W 55 °C'de 30, 50 ve 70 devirlerde, vida seti 1 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.



Şekil 4.36: EVA40W 65 °C'de 30, 50 ve 70 devirlerde, vida seti 1 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.



Şekil 4.37: EVA40W 75 °C'de 30, 50 ve 70 devirlerde, vida seti 1 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.



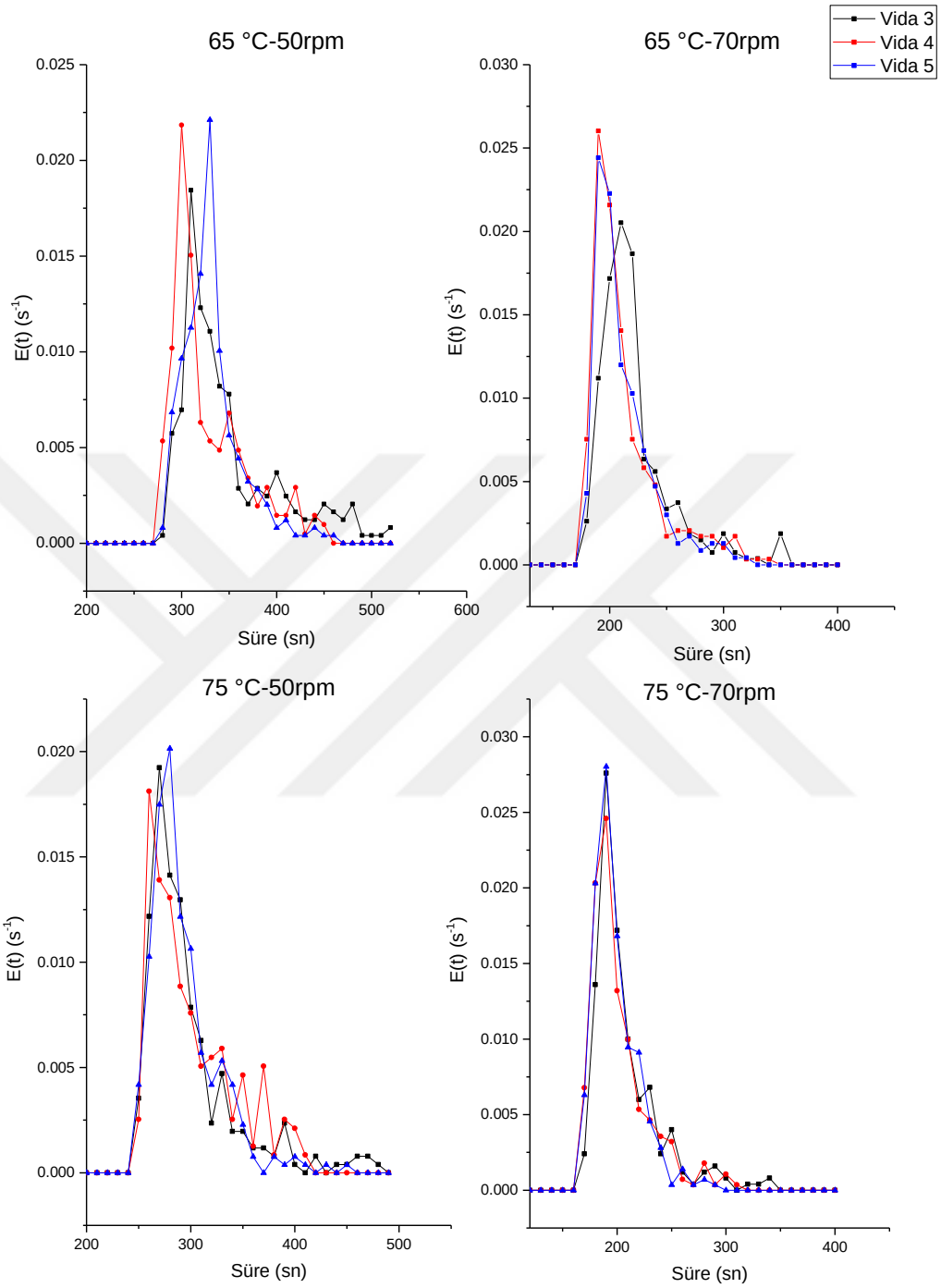
Şekil 4.38: EVA40W Vida seti 1 vida tasarımlarının farklı vida hızları ve a) 55 °C b) 65 °C ve c) 75 °C MRT etkisi.

4.3.1.2.EVA40W Vida Seti 2 Kalma Süresi Dağılımı

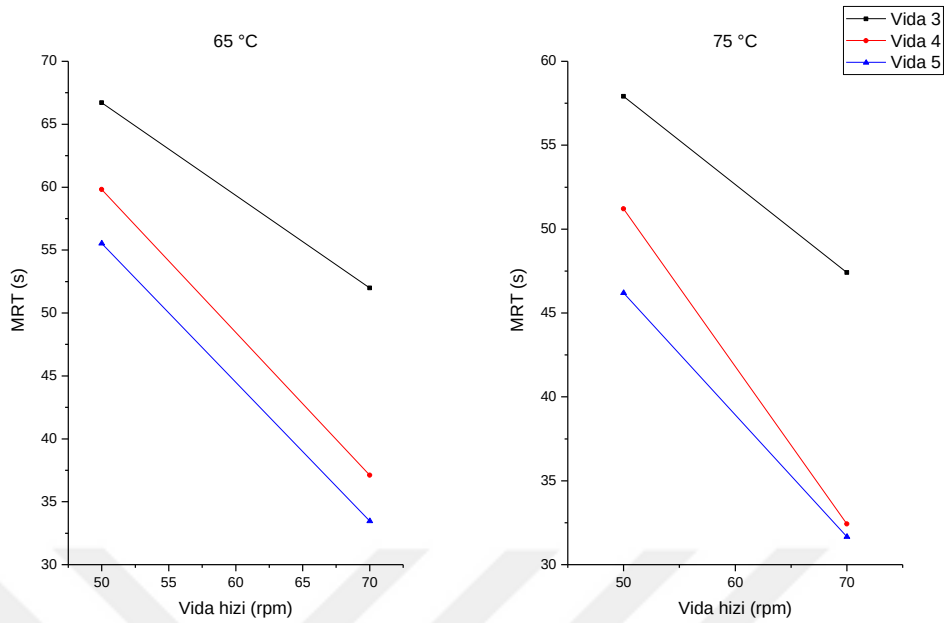
EVA 40W vida seti 2 (Vida 3, 4 ve 5) için Bölüm 4.5.1.1'de belirlenen proses çalışma koşulları olan 65 ve 75 °C'deki farklı 50 ve 70 rpm vida hızlarına ait kalma süresi dağılım grafikleri sırasıyla Şekil 4.39'da gösterilmektedir. Şekil 4.39'dan, EVA 40W model malzemesi için kullanılan vida seti 2'ye ait tüm vida geometrilerinde vida hızlarının 65 °C'den itibaren arttırılmasıyla birlikte RTD'lerin daha daraldığı belirlenmiştir. Ayrıca, Şekil 4.40'de görüleceği üzere artan sıcaklık ve vida hızı ile birlikte MRT'nin beklendiği şekilde azaldığı belirlenmiştir. Ancak MRT üzerinde vida hızı etkisinin daha etkin olduğu görülmüştür. Vida 3, 4 ve 5'in RTD grafikleri özellikle 75 °C ve 70 rpm değerlerinde, birbirlerine oldukça benzemektedir. Dolayısıyla vida hızı ve sıcaklık değerlerinin artması ile birlikte tasarım etkisinin en aza indiği görülebilmektedir.

Vida hızı, yine bu grup içerindeki tüm vida geometrileri için 50 rpm'den - 70 rpm'e yükseltildiğinde, Şekil 4.39'de gösterilen RTD'ler daralır ve dolayısıyla MRT'lerin Şekil 4.40'da görüldüğü gibi azalmasına neden olur. Şekil 4.39'da, vida geometrilerinin 75 °C'de 50 ve 70 rpm'de elde edilen RTD'ler üzerinde hafif bir etkiye sahip olduğu gözlemlenmektedir. Bununla birlikte, bu sıcaklıktaki RTD'ler 70 rpm'e göre 50 rpm için önemli derecede farklıdır. Seçilen sıcaklık ve vida hızı için RTD grafiklerinin genişlikleri genel olarak birbirlerine yakın olmakla beraber, vida 3'ün 65 °C ve 50 rpm kullanılarak elde edilmiştir. Şekil 4.39'ten, en dar RTD'nin tüm sıcaklıklar için 70 rpm'de vida 5 kullanılarak elde edildiği anlaşılmaktadır. Bunun nedeni, vidanın 5 katı taşıma uzunluğunun diğer vidalı geometrilerden daha küçük olmasıdır.

Vida hızını 70 rpm'e yükseltmek, karıştırma için gereken süre azaldığından daha az eksenel karıştırmaya neden olur. Bu çalışmada tüm sıcaklıklar için 70 rpm'de elde edilen MRT'ler 50 rpm'dekilere kıyasla daha düşüktür. Yüksek hızlarda vida içerisinde dağılım derecesi düşük olmakla birlikte, 70 rpm'lik bir vidalı hız en iyi çalışma koşulları olmayabilir.



Şekil 4.39:EVA40W için 65 ve 75 °C'de 50 ve 70 rpm devirlerde, vida seti 2 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.



Şekil 4.40: EVA 40W Vida seti 2 vida tasarımlarının farklı vida hızları ve a) 65 °C ve b) 75 °C MRT etkisi.

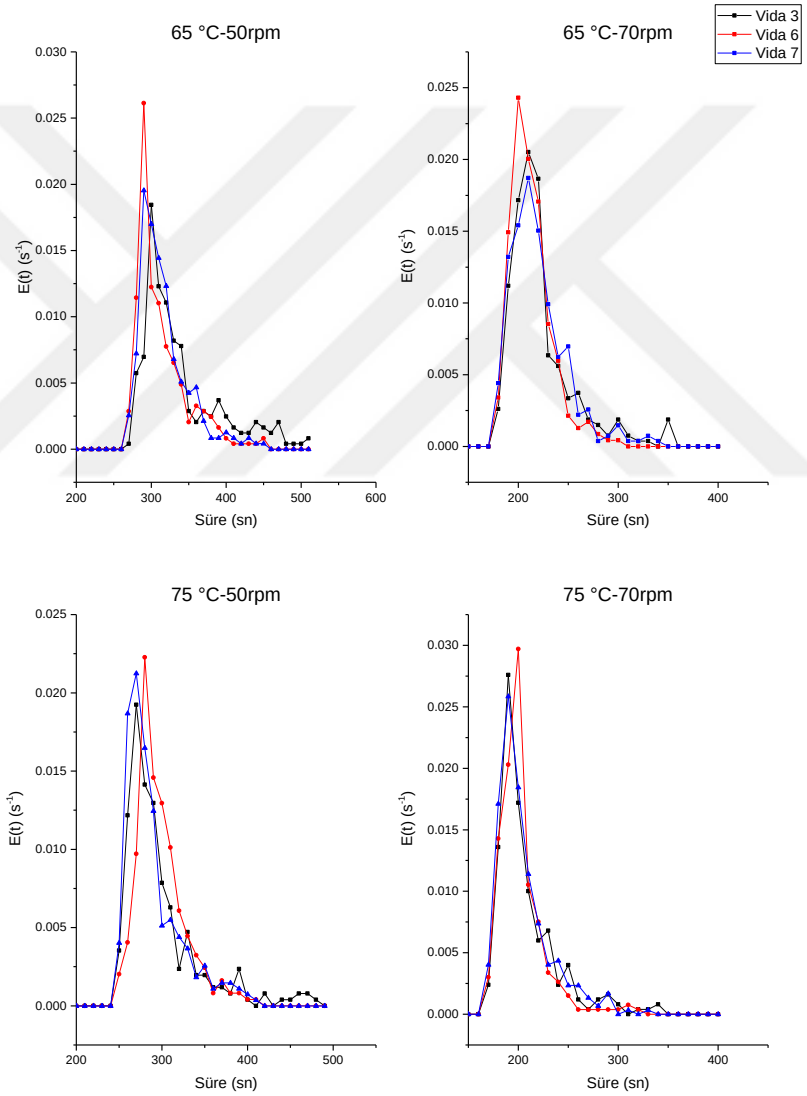
4.3.1.3.EVA40W Vida Seti 3 Kalma Süresi Dağılımı

EVA 40W vida seti 3 (Vida 3, 6 ve 7) için Bölüm 4.5.1.1'de belirlenen proses çalışma koşulları olan 65 ve 75 °C'deki farklı 50 ve 70 rpm vida hızlarına ait kalma süresi dağılım grafikleri sırasıyla Şekil 4.41'de gösterilmektedir. Şekil 4.41'den, EVA 40W model malzemesi için kullanılan vida seti 3'e ait tüm vida geometrilerinde vida hızlarının 65 °C'den itibaren arttırılmasıyla birlikte RTD'lerin daha daraldığı belirlenmiştir. Ayrıca, Şekil 4.42'de görüleceği üzere artan sıcaklık ve vida hızı ile birlikte MRT'nin beklendiği şekilde azaldığı belirlenmiştir. Ancak MRT üzerinde vida hızı etkisinin daha etkin olduğu görülmüştür. Vida 3, 6 ve 7'nin RTD grafikleri özellikle 75 °C ve 70 rpm değerlerinde, birbirlerine oldukça benzemektedir. Dolayısıyla vida hızı ve sıcaklık değerlerinin artması ile birlikte tasarım etkisinin en aza indiği görülebilmektedir.

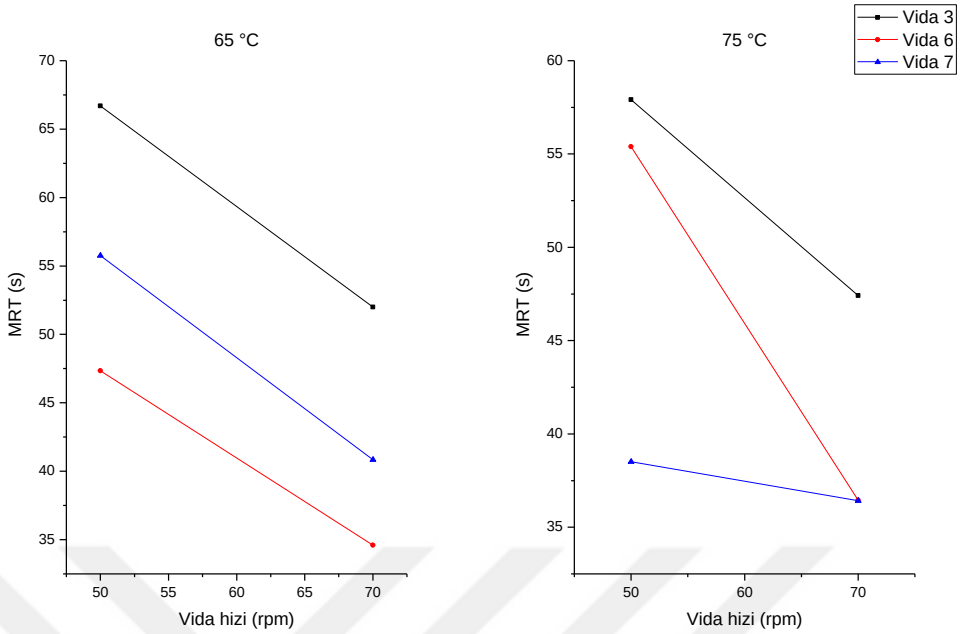
Vida hızı, yine bu grup içerindeki tüm vida geometrileri için 50 rpm'den - 70 rpm'e yükseltildiğinde, Şekil 4.41'de gösterilen RTD'ler daralır ve dolayısıyla MRT'lerin Şekil 4.42'de görüldüğü gibi azalmasına neden olur. Şekil 4.41'de, vida geometrilerinin 75 °C'de 50 ve 70 rpm'de elde edilen RTD'ler üzerinde hafif bir etkiye sahip olduğu gözlemlenmektedir. Bununla birlikte, bu sıcaklıktaki RTD'ler 70 rpm'e göre 50 rpm için önemli derecede farklıdır. Seçilen sıcaklık ve vida hızı için RTD grafiklerinin genişlikleri genel olarak birbirlerine yakın olmakla

beraber, vida 3'ün 65 °C ve 50 rpm kullanılarak elde edilmiştir. Şekil 4.41'den, en dar RTD'nin tüm sıcaklıklar için 70 rpm'de vida 6 kullanılarak elde edildiği anlaşılmaktadır.

Vida hızını 70 rpm'e yükseltmek, karıştırma için gereken süre azaldığından daha az eksenel karıştırmaya neden olur. Bu çalışmada tüm sıcaklıklar için 70 rpm'de elde edilen MRT'ler 50 rpm'dekilere kıyasla daha düşüktür. Yüksek hızlarda vida içerisinde dağılım derecesi düşük olmakla birlikte, 70 rpm'lik bir vidalı hız en iyi çalışma koşulları olmayabilir.



Şekil 4.41: EVA40W için 65 ve 75 °C'de 50 ve 70 rpm devirlerde, vida seti 3 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.



Şekil 4.42: EVA 40W Vida seti 3 vida tasarımlarının farklı vida hızları ve a) 65 °C ve b) 75 °C MRT etkisi.

4.3.2. EVA150W Kalma Süresi Dağılımı

4.3.2.1.EVA150W Vida Seti 1 Kalma Süresi Dağılımı

EVA 150W vida seti 1 (Vida 1, 2 ve 3) için 75, 85 ve 95 °C'deki farklı vida hızlarına ait kalma süresi dağılım grafikleri sırasıyla Şekil 4.43, Şekil 4.44 ve Şekil 4.45'de gösterilmektedir. Şekil 4.43'den, EVA 150W model malzemesi için kullanılan vida seti 1'e ait tüm vida geometrilerinde vida hızlarının 75 °C'den itibaren arttırılmasıyla birlikte RTD'lerin daha daraldığı ve sola doğru yanaştığı belirlenmiştir. Ayrıca, Şekil 4.46 (a)'da görüleceği üzere aynı sıcaklık ve artan vida hızı ile birlikte MRT azalmaktadır. Vida 1'in RTD grafiklerinin diğer vidalara göre 75 °C'de daha solda ve daha yüksek grafikler verdiği belirlenmiştir. Ancak vida hızının artması ile birlikte, özellikle 50 ve 70 rpm değerlerinde, her bir vidanın ortaya koymuş olduğu RTD eğrisi karakteristik olmakla birlikte Vida 1'e ait grafikler daha solda değerler verirken Vida 2 ve 3'e ait grafikler daha yüksek değerler ortaya koymuşlardır.

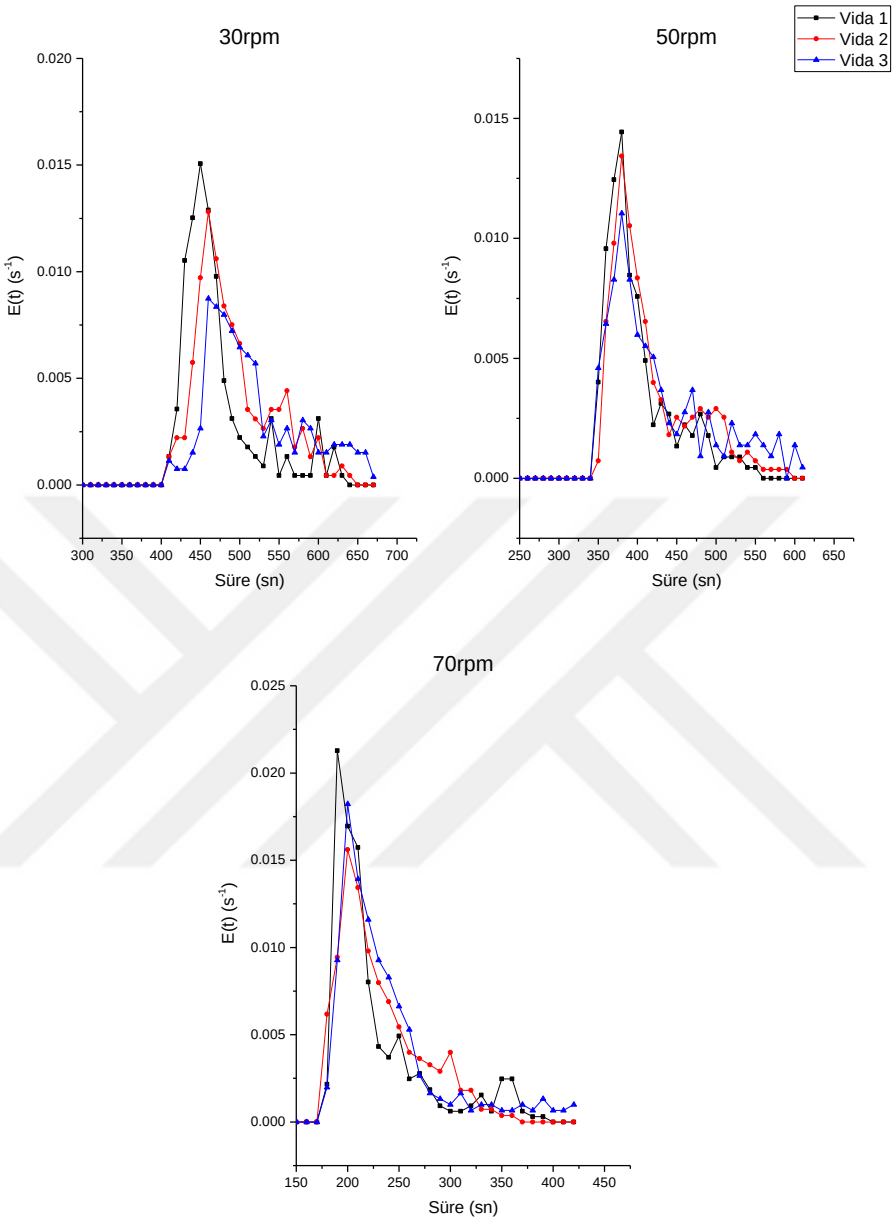
Şekil 4.44'dan görüleceği üzere, sıcaklığın 85 °C'ye arttırılması ile birlikte 75 °C'ye kıyasla daha dar bir RTD grafikleri elde edilmiştir ve bu da MRT'de azalma olarak kendini ifade etmiştir. Şekil 4.46 (b)'de görüleceği üzere, vida hızı 65 °C'ye arttırıldığında vida setine ait tüm vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi özellikle 70 rpm'de azaldığı gözlemlenmektedir.

Vida hızı, yine bu grup içerindeki tüm vida geometrileri için 30 rpm’den - 70 rpm’e yükseltildiğinde, Şekil 4.45'de belirlendiği gibi RTD'ler daralır ve dolayısıyla MRT'lerin Şekil 4.46(c)'de görüldüğü gibi azalmasına neden olur. Şekil 4.46(c)'de, vida geometrilerinin 95 °C'de 30 ve 70 rpm'de elde edilen RTD'ler üzerinde hafif bir etkiye sahip olduğu gözlemlenmektedir. Bununla birlikte, bu sıcaklıktaki RTD'ler 50 rpm için önemli derecede farklıdır. En geniş RTD, vida 1 kullanılarak elde edilmiştir. Genel olarak bakıldığında, en dar RTD'nin tüm sıcaklıklar için 70 rpm'de vidalı 3 kullanılarak elde edildiği anlaşılmaktadır. Bunun nedeni, vida 3’e ait katı taşıma uzunluğunun diğer vida geometrilerden daha kısa olmasıdır.

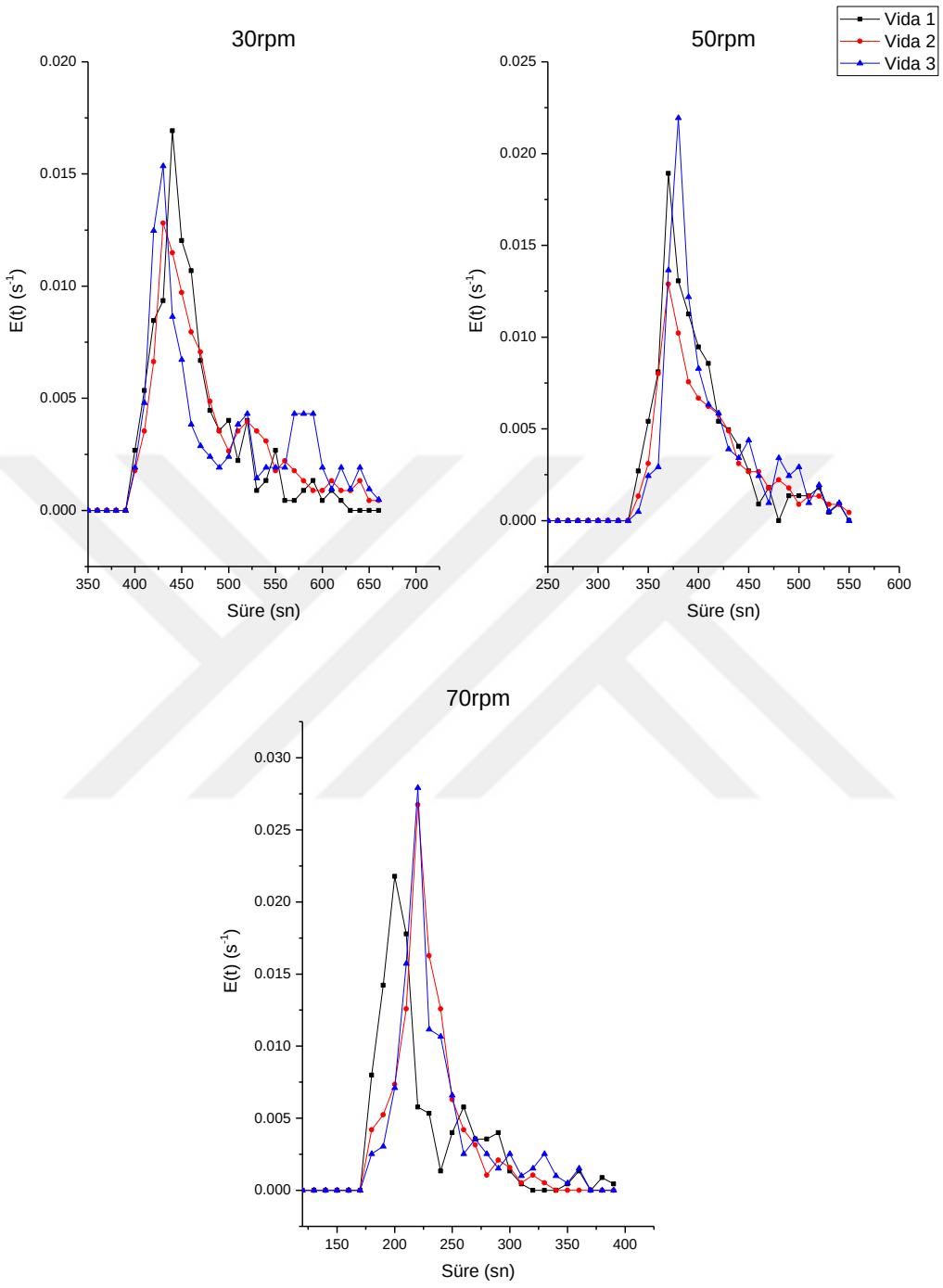
Vida hızını 70 rpm'e yükseltmek, karıştırma için gereken süre azaldığından daha az eksenel karıştırmaya neden olur. Bu çalışmada tüm sıcaklıklar için 70 rpm'de elde edilen MRT'ler 30 ve 50 rpm'dekilere kıyasla daha düşüktür. Yüksek hızlarda vida içerisinde dağılım derecesi düşük olmakla birlikte, 70 rpm'lik bir vidalı hız en iyi çalışma koşulları olmayabilir.

30 rpm ve 55 °C'de, üç vidanın akış rejimleri birbirinden farklı olduğu belirlenmiştir, ancak 75 °C'ye doğru artan sıcaklık ile RTD eğrileri birbirine yaklaşır. 50 rpm'de akış, yüksek dönme hızı nedeniyle plug flow’a benzer ve böylece karıştırmada azalmaya neden olur. Karışımın 75 °C'deki tüm vidalar için neredeyse aynı olduğu belirlenmiştir. 70 rpm'de karıştırma, diğer düşük ve orta vida hızlarına göre büyük ölçüde azalır. Bu vida hızında ve 55 ve 65 °C'de karıştırma, vida 2 için daha da azalmaktadır.

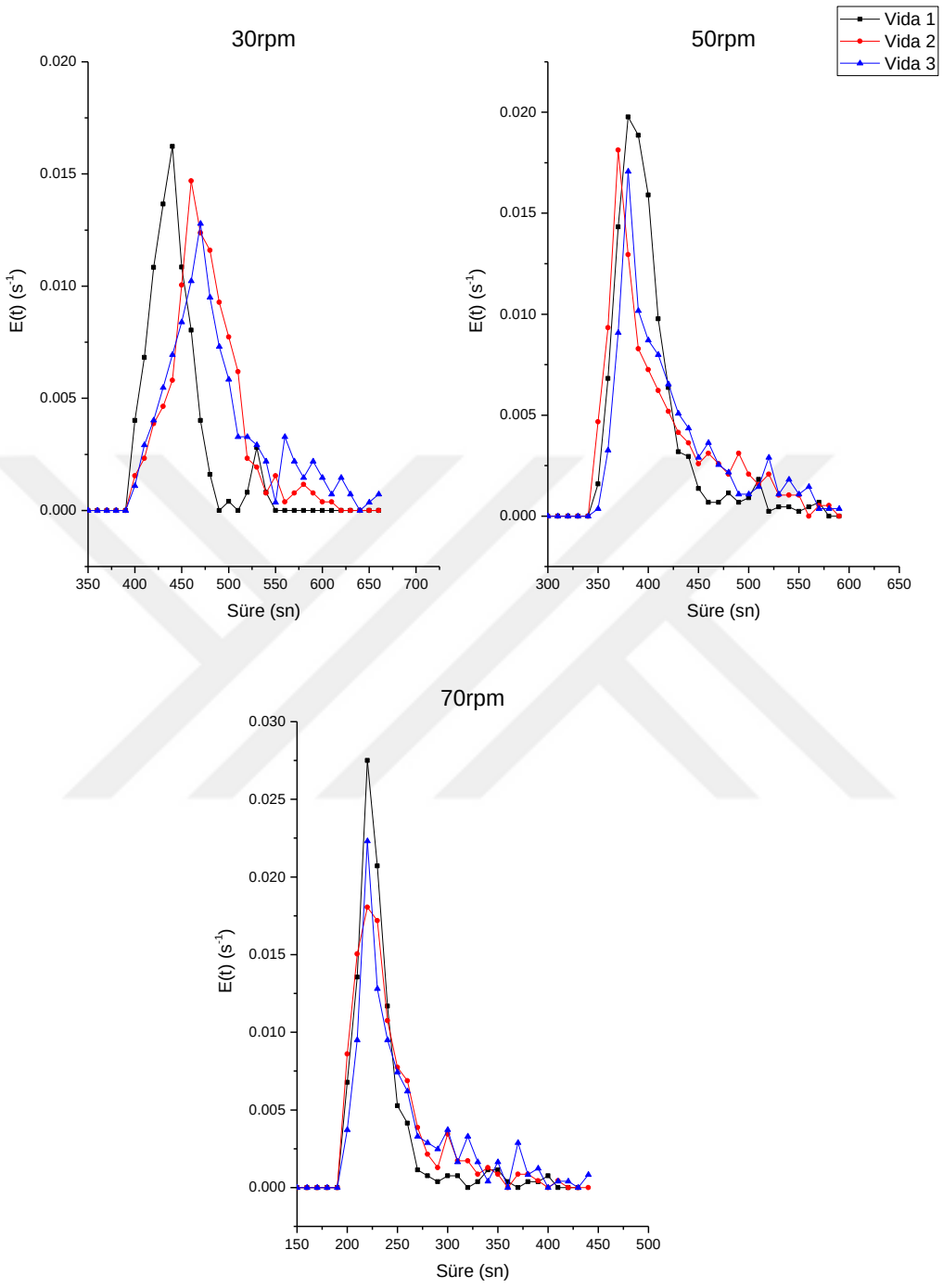
Özetleyecek olursak; sıcaklığın vida 1 üzerindeki etkisi nispeten daha azdır çünkü vida 1’in katı bölümü vidalar arasında en uzundur (15D) dolayısıyla vidalar 2 ve 3 sıcaklığa daha duyarlıdır. Çünkü aktarma bölümleri vida 1'den daha uzundur. Vida hızı arttıkça eksensel karıştırmanın azaldığı da açıktır. Vida hızlarının RTD'ler üzerine olan etkisi, sıcaklığa kıyasla çok daha belirgindir. Her vida hızı için, yüksek sıcaklık değeri polimer malzemenin viskozitesini düşürdüğünden dolayı daha fazla akışkan hale gelmektedir. Buna göre, akış rejimleri, tüm vida hızlarında vida türüne ve EVA 150W için 95 °C'de bakılmaksızın neredeyse aynıdır. Bunun nedeni, aktarma bölümünde sürtünme ısısının en yüksek olması ve yüksek kesme (shear) etkisi, eriyik sıcaklığını arttırır, bu da plug flow’un etkisinin artmasına neden olur. Sıcaklık 75 °C'den 95 °C'ye yükseldiğinde, karışım hemen hemen artar, daha sonra 95 °C'de düşer. Deneylerde en uzun ölçme bölümüne sahip vidalı 3 kullanıldığında, 95 °C hariç tüm vida hızlarında ve ilgili sıcaklıklardaki akışlarda, 75 °C'ye göre 85 °C'de görülen akış karıştırmalı akışa daha yakın olduğu tespit edilmiştir.



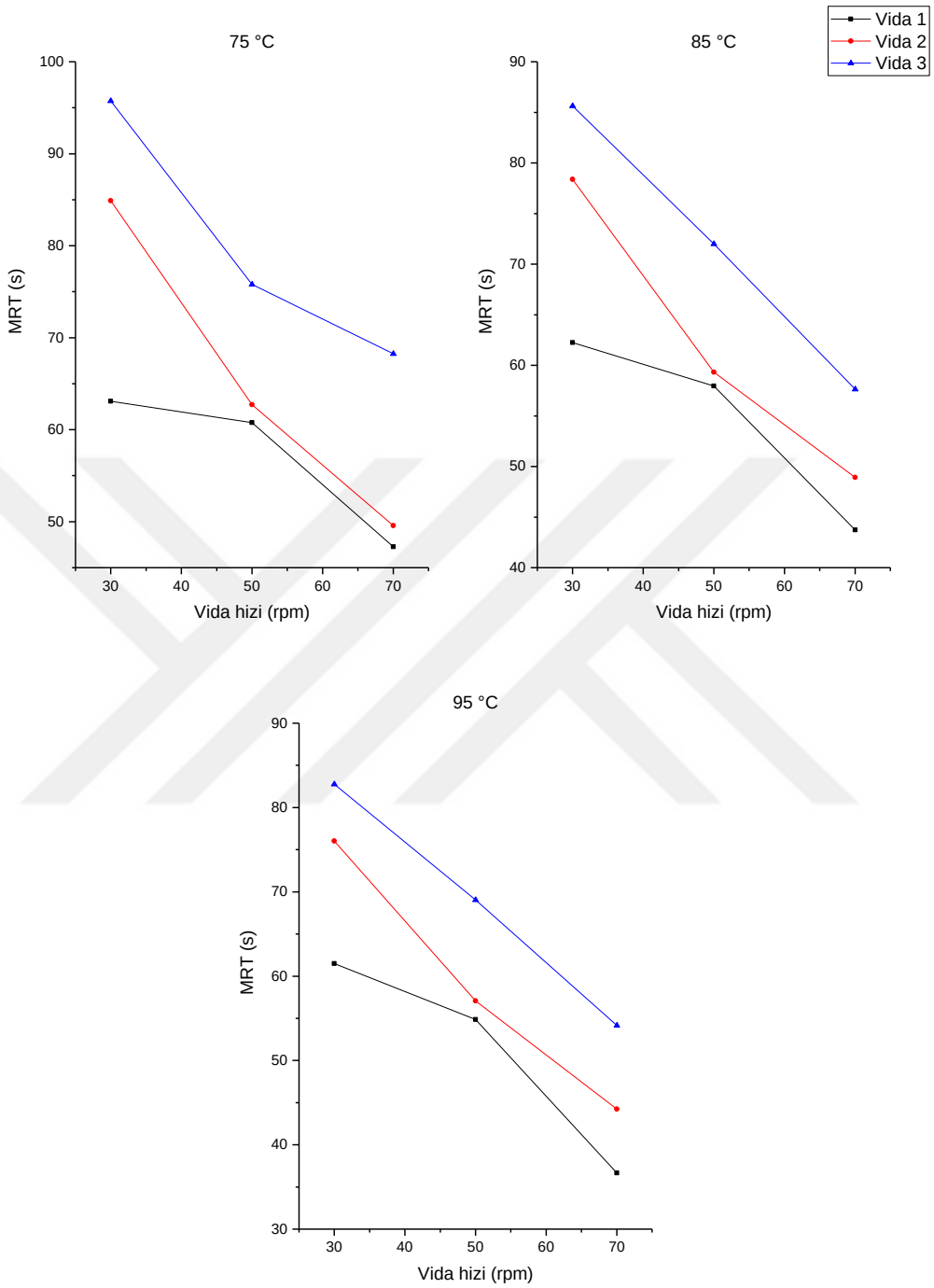
Şekil 4.43: EVA150W 75 °C'de 30, 50 ve 70 devirlerde, vida seti 1 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.



Şekil 4.44: EVA150W 85 °C'de 30, 50 ve 70 devirlerde, vida seti 1 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.



Şekil 4.45: EVA150W 95 °C'de 30, 50 ve 70 devirlerde, vida seti 1 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.



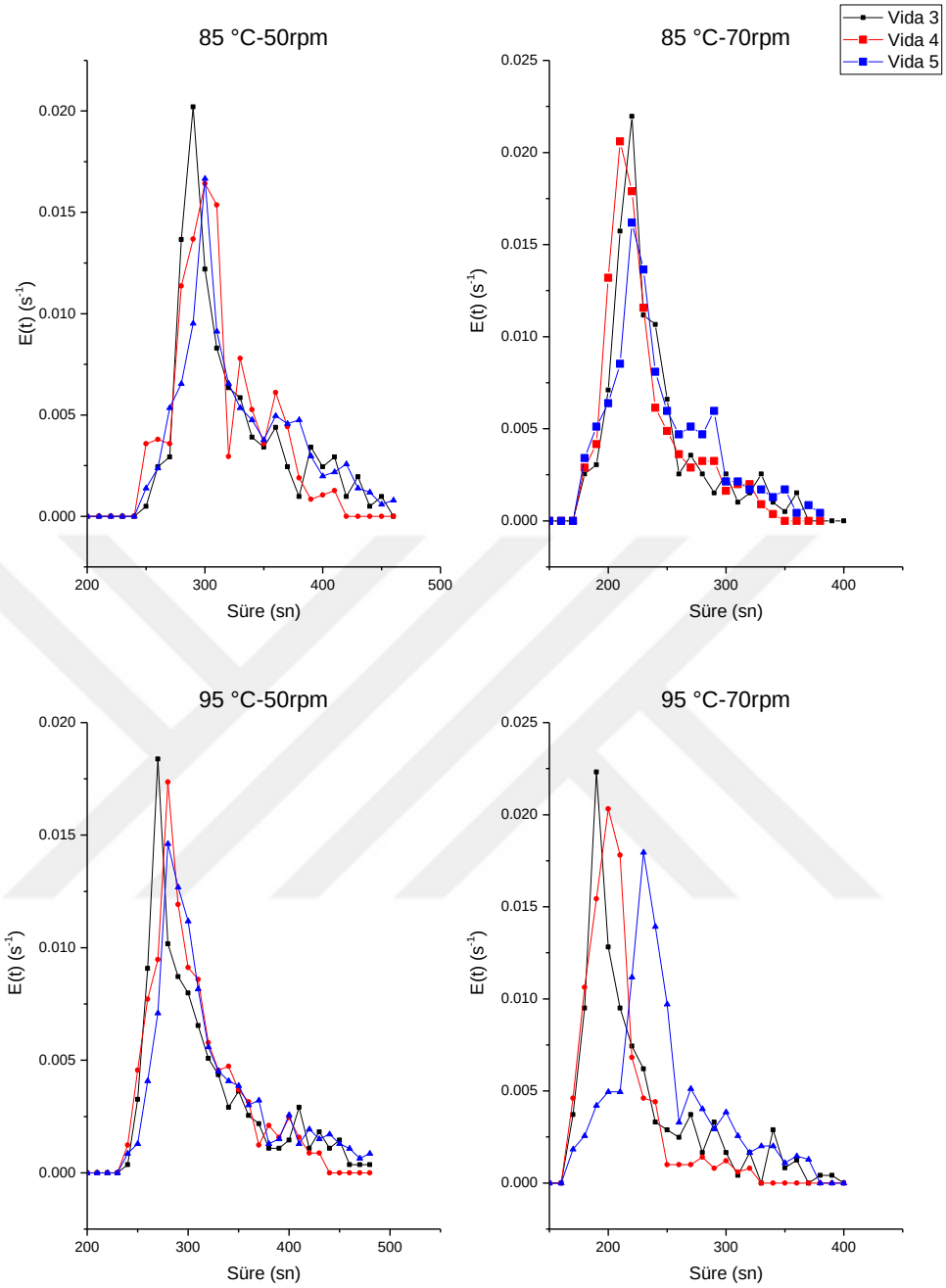
Şekil 4.46: EVA150W Vida seti 1 vida tasarımlarının farklı vida hızları ve a) 75 °C b) 85 °C ve c) 95 °C MRT etkisi.

4.3.2.2.EVA150W Vida Seti 2 Kalma Süresi Dağılımı

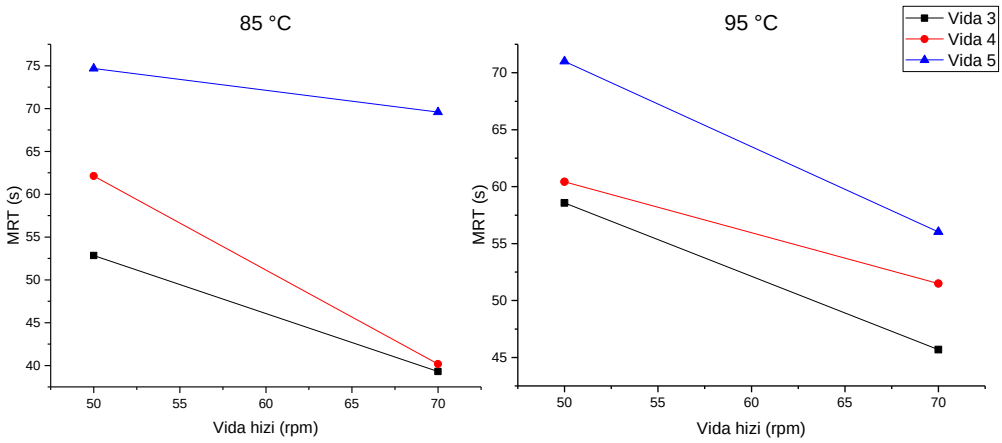
EVA 150W vida seti 2 (Vida 3, 4 ve 5) için Bölüm 4.5.1.2'de belirlenen proses çalışma koşulları olan 85 ve 95 °C'deki farklı 50 ve 70 rpm vida hızlarına ait kalma süresi dağılım grafikleri sırasıyla Şekil 4.47'de gösterilmektedir. Şekil 4.47'den, EVA 150W model malzemesi için kullanılan vida seti 2'ye ait tüm vida geometrilerinde vida hızlarının 85 °C'den itibaren arttırılmasıyla birlikte RTD'lerin daha daraldığı belirlenmiştir. Ayrıca, Şekil 4.48'de görüleceği üzere artan sıcaklık ve vida hızı ile birlikte MRT'nin beklendiği şekilde azaldığı belirlenmiştir. Ancak MRT üzerinde vida hızı etkisinin daha etkin olduğu görülmüştür. Vida 3, 4 ve 5'in RTD grafikleri özellikle 95 °C ve 70 rpm değerlerinde, birbirlerine oldukça benzemektedir. Dolayısıyla vida hızı ve sıcaklık değerlerinin artması ile birlikte tasarım etkisinin en aza indiği görülebilmektedir.

Vida hızı, yine bu grup içerindeki tüm vida geometrileri için 50 rpm'den - 70 rpm'e yükseltildiğinde, Şekil 4.47'de gösterilen RTD'ler daralır ve dolayısıyla MRT'lerin Şekil 4.48'de görüldüğü gibi azalmasına neden olur. Şekil 4.47'de, vida geometrilerinin 75 °C'de 50 ve 70 rpm'de elde edilen RTD'ler üzerinde hafif bir etkiye sahip olduğu gözlemlenmektedir. Bununla birlikte, bu sıcaklıktaki RTD'ler 70 rpm'e göre 50 rpm için önemli derecede farklıdır. Seçilen sıcaklık ve vida hızı için RTD grafiklerinin genişlikleri genel olarak birbirlerine yakın olmakla beraber, vida 3'ün 65 °C ve 50 rpm kullanılarak elde edilmiştir. Şekil 4.47'ten, en dar RTD'nin tüm sıcaklıklar için 70 rpm'de vida 3 kullanılarak elde edildiği anlaşılmaktadır.

Vida hızını 70 rpm'e yükseltmek, karıştırma için gereken süre azaldığından daha az eksenel karıştırmaya neden olur. Bu çalışmada tüm sıcaklıklar için 70 rpm'de elde edilen MRT'ler 50 rpm'dekilere kıyasla daha düşüktür. Yüksek hızlarda vida içerisinde dağılım derecesi düşük olmakla birlikte, 70 rpm'lik bir vidalı hız en iyi çalışma koşulları olmayabilir.



Şekil 4.47: EVA150W için 85 ve 95 °C'de 50 ve 70 rpm devirlerde, vida seti 2 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.



Şekil 4.48: EVA 150W Vida seti 2 vida tasarımlarının farklı vida hızları ve a) 85 °C ve b) 95 °C MRT etkisi.

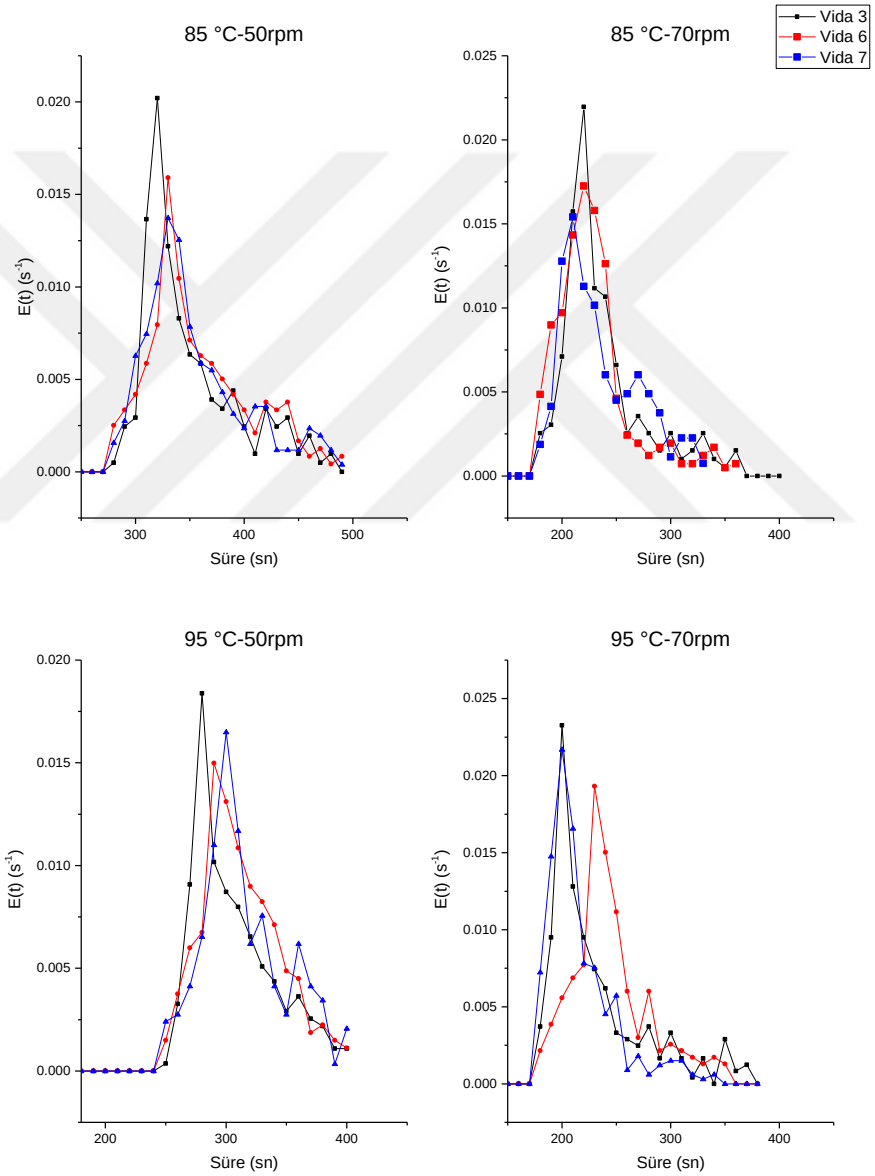
4.3.2.3.EVA150W Vida Seti 3 Kalma Süresi Dağılımı

EVA 150W vida seti 3 (Vida 3, 6 ve 7) için Bölüm 4.5.1.2'de belirlenen proses çalışma koşulları olan 65 ve 75 °C'deki farklı 50 ve 70 rpm vida hızlarına ait kalma süresi dağılım grafikleri sırasıyla Şekil 4.49'de gösterilmektedir. Şekil 4.49'dan, EVA 150W model malzemesi için kullanılan vida seti 3'e ait tüm vida geometrilerinde vida hızlarının 85 °C'den itibaren arttırılmasıyla birlikte RTD'lerin daha daraldığı belirlenmiştir. Ayrıca, Şekil 4.50'de görüleceği üzere artan sıcaklık ve vida hızı ile birlikte MRT'nin beklendiği şekilde azaldığı belirlenmiştir. Ancak MRT üzerinde vida hızı etkisinin daha etkin olduğu görülmüştür. Vida 3, 6 ve 7'nin RTD grafikleri özellikle 95 °C değerlerinde, birbirlerine oldukça benzemektedir. Dolayısıyla vida hızı ve sıcaklık değerlerinin artması ile birlikte tasarım etkisinin en aza indiği görülebilmektedir.

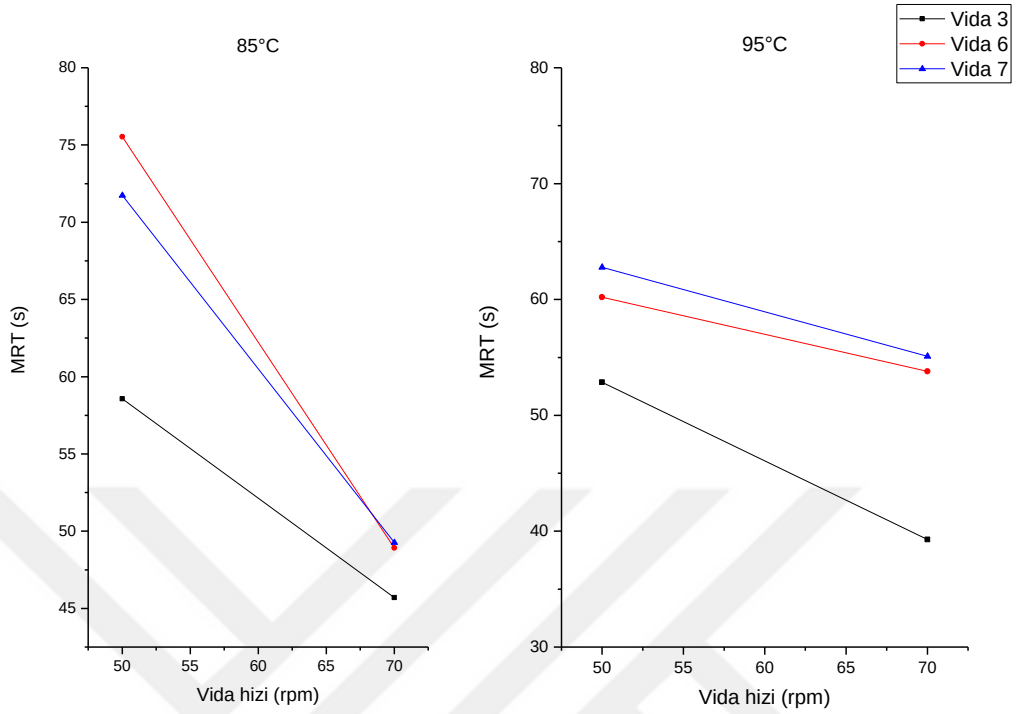
Vida hızı, yine bu grup içerindeki tüm vida geometrileri için 50 rpm'den - 70 rpm'e yükseltildiğinde, Şekil 4.49'de gösterilen RTD'ler daralır ve dolayısıyla MRT'lerin Şekil 4.50'de görüldüğü gibi azalmasına neden olur. Şekil 4.49'da, vida geometrilerinin 95 °C'de 50 ve 70 rpm'de elde edilen RTD'ler üzerinde hafif bir etkiye sahip olduğu gözlemlenmektedir. Bununla birlikte, bu sıcaklıktaki RTD'ler 70 rpm'e göre 50 rpm için önemli derecede farklıdır. Seçilen sıcaklık ve vida hızı için RTD grafiklerinin genişlikleri genel olarak birbirlerine yakın olmakla

beraber, vida 3'ün 95 °C ve 70 rpm kullanılarak elde edilmiştir. Şekil 4.49'dan, en dar RTD'nin tüm sıcaklıklar için 70 rpm'de vida 3 kullanılarak elde edildiği anlaşılmaktadır.

Vida hızını 70 rpm'e yükseltmek, karıştırma için gereken süre azaldığından daha az eksenel karıştırmaya neden olur. Bu çalışmada tüm sıcaklıklar için 70 rpm'de elde edilen MRT'ler 50 rpm'dekilere kıyasla daha düşüktür. Yüksek hızlarda vida içerisinde dağılım derecesi düşük olmakla birlikte, 70 rpm'lik bir vidalı hız en iyi çalışma koşulları olmayabilir.



Şekil 4.49: EVA150W için 85 ve 95 °C'de 50 ve 70 rpm devirlerde, vida seti 3 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.



Şekil 4.50: EVA 150W Vida seti 3 vida tasarımlarının farklı vida hızları ve a) 85 °C ve b) 95 °C MRT etkisi.

4.3.3. EVA210W Kalma Süresi Dağılımı

4.3.3.1.EVA210 Vida Seti 1 Kalma Süresi Dağılımı

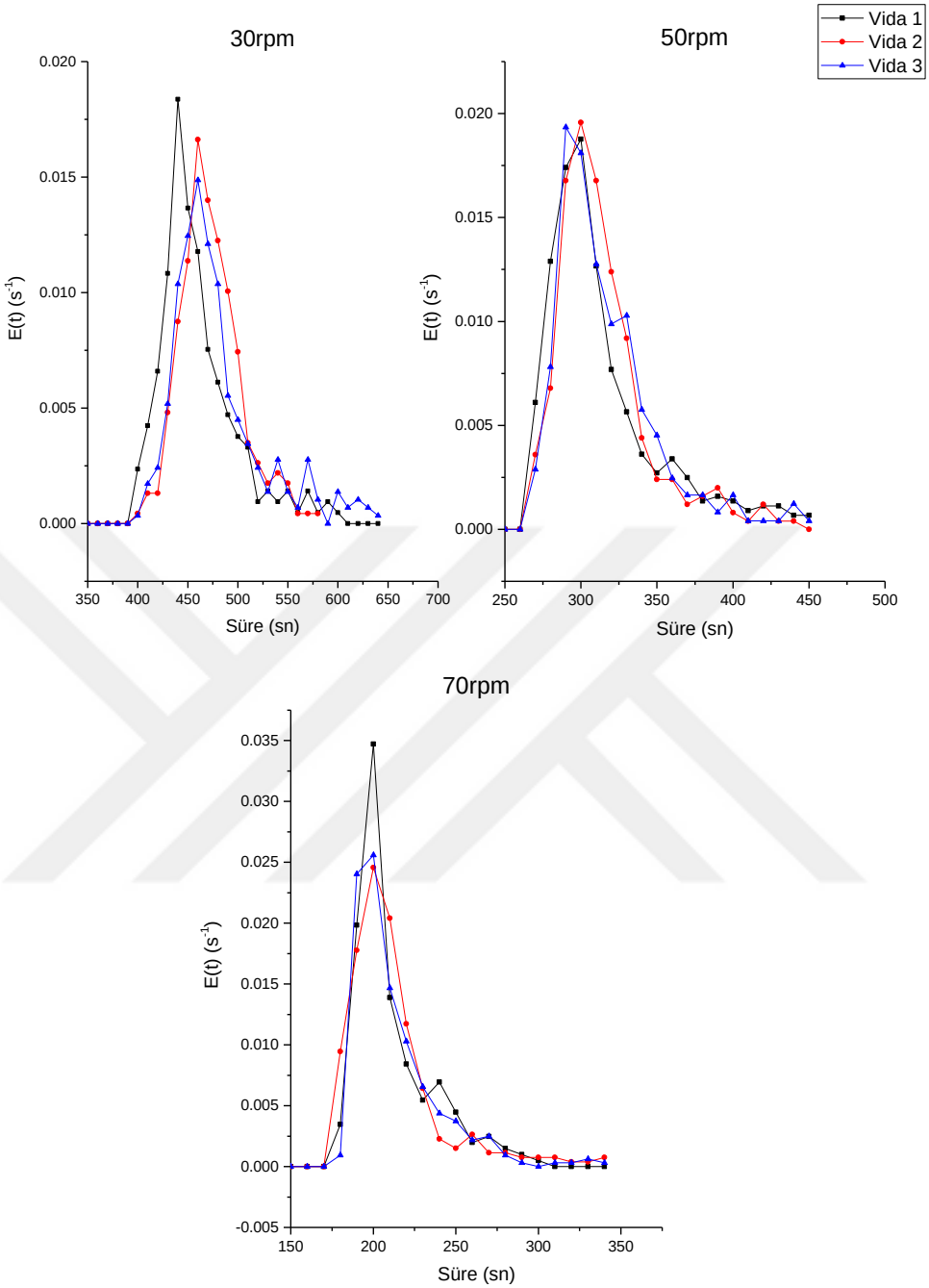
EVA 210W vida seti 1 (Vida 1, 2 ve 3) için 65, 75 ve 85 °C'deki farklı vida hızlarına ait kalma süresi dağılım grafikleri sırasıyla Şekil 4.51, Şekil 4.52 ve Şekil 4.53'de gösterilmektedir. Şekil 4.51'den itibaren, EVA 210W model malzemesi için kullanılan vida seti 1'e ait tüm vida geometrilerinde vida hızlarının 65 °C'den itibaren arttırılmasıyla birlikte RTD'lerin daha daraldığı ve sola doğru yanaştığı belirlenmiştir. Ayrıca, Şekil 4.54 (a)'da görüleceği üzere aynı sıcaklıkta artan vida hızı ile birlikte MRT azalmaktadır. Vida 1'in RTD grafiklerinin diğer vidalara göre 65 °C'de daha solda ve daha yüksek grafikler verdiği belirlenmiştir. Ancak vida hızının artması ile birlikte, özellikle 50 ve 70 rpm değerlerinde, her bir vidanın ortaya koymuş olduğu RTD eğrisi karakteristik olmakla birlikte Vida 1'e ait grafikler daha solda değerler verirken Vida 2 ve 3'e ait grafikler daha yüksek değerler ortaya koymuşlardır.

Şekil 4.53'den görüleceği üzere, sıcaklığın 85 °C'ye arttırılması ile birlikte 75 °C'ye kıyasla daha dar bir RTD grafiği görülmüştür ve bu da MRT'de azalma olarak kendini ifade etmiştir. Şekil 4.54(b)'de görüleceği üzere, vida sıcaklığı arttırıldığında vida setine ait tüm vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi özellikle 70 rpm'de azaldığı gözlemlenmektedir.

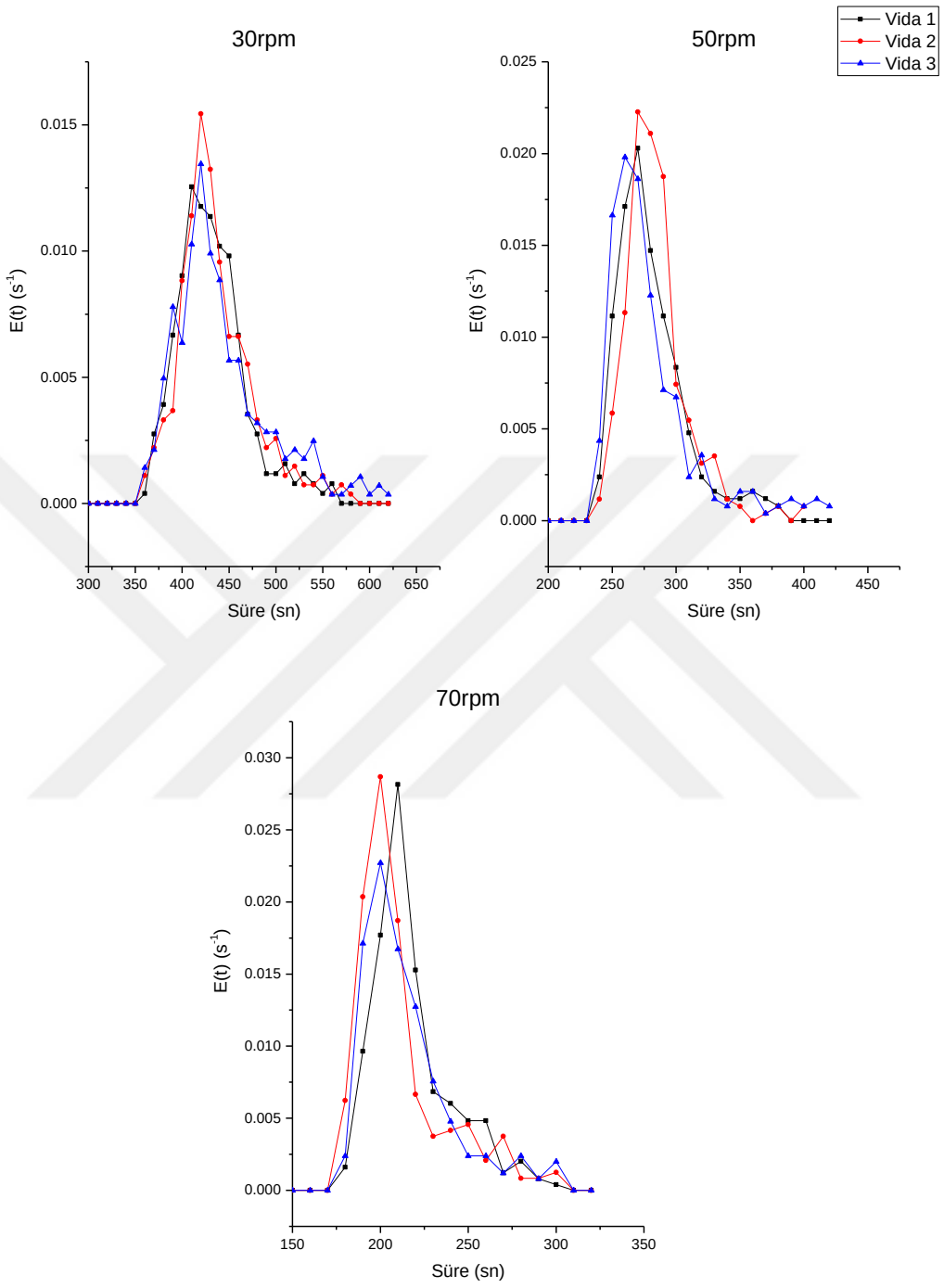
Vida hızı, yine bu grup içerindeki tüm vida geometrileri için 30 rpm'den - 70 rpm'e yükseltildiğinde, Şekil 4.53'de gösterilen RTD'ler daralır ve dolayısıyla MRT'lerin Şekil 4.54(c) 'de görüldüğü gibi azalmasına neden olur. Şekil 4.54(c) 'de, vida geometrilerinin 85 °C'de 30 ve 70 rpm'de elde edilen RTD'ler üzerinde hafif bir etkiye sahip olduğu gözlemlenmektedir. Bununla birlikte, bu sıcaklıktaki RTD'ler 50 rpm için önemli derecede farklıdır. En geniş RTD, vida 1 kullanılarak elde edilmiştir. Genel olarak bakıldığında, en dar RTD'nin tüm sıcaklıklar için 70 rpm'de vidalı 3 kullanılarak elde edildiği anlaşılmaktadır. Bunun nedeni, vidanın 3 katı taşıma uzunluğunun diğer vidalı geometrilerden daha küçük olmasıdır.

Vida hızını 70 rpm'e yükseltmek, karıştırma için gereken süre azaldığından daha az eksenel karıştırmaya neden olur. Bu çalışmada tüm sıcaklıklar için 70 rpm'de elde edilen MRT'ler 30 ve 50 rpm'dekilere kıyasla daha düşüktür. Yüksek hızlarda vida içerisinde dağılım derecesi düşük olmakla birlikte, 70 rpm'lik bir vidalı hız en iyi çalışma koşulları olmayabilir.

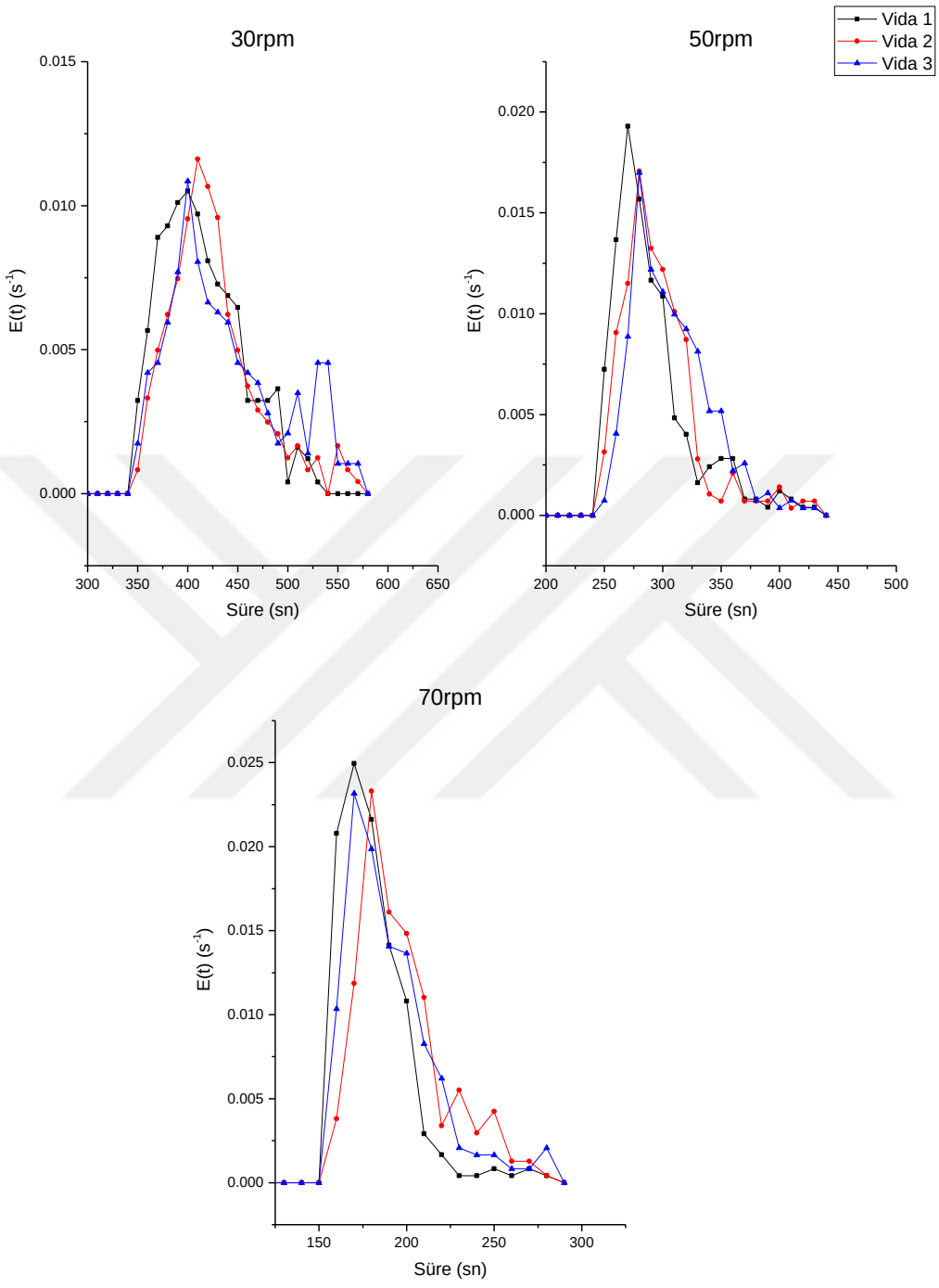
Özetleyecek olursak; sıcaklığın vida 1 üzerindeki etkisi nispeten daha azdır çünkü vida 1'in katı bölümü vidalar arasında en uzundur (15D) dolayısıyla vidalar 2 ve 3 sıcaklığa daha duyarlıdır. Çünkü aktarma bölümleri vida 1'den daha uzundur. Vida hızı arttıkça eksensel karıştırmanın azaldığı da açıktır. Vida hızlarının RTD'ler üzerine olan etkisi, sıcaklığa kıyasla çok daha belirgindir. Her vida hızı için, yüksek sıcaklık değeri polimer malzemenin viskozitesini düşürdüğünden dolayı daha fazla akışkan hale gelmektedir. Buna göre, akış rejimleri, tüm vida hızlarında vida türüne ve EVA 210W için 85 °C'de bakılmaksızın neredeyse aynıdır. Bunun nedeni, aktarma bölümünde sürtünme ısısının en yüksek olması ve yüksek kesme (shear) etkisi, eriyik sıcaklığını arttırır, bu da plug flow'un etkisinin artmasına neden olur. Sıcaklık 65 °C'den 85 °C'ye yükseldiğinde, karışım hemen hemen artar, daha sonra 85 °C'de düşer.



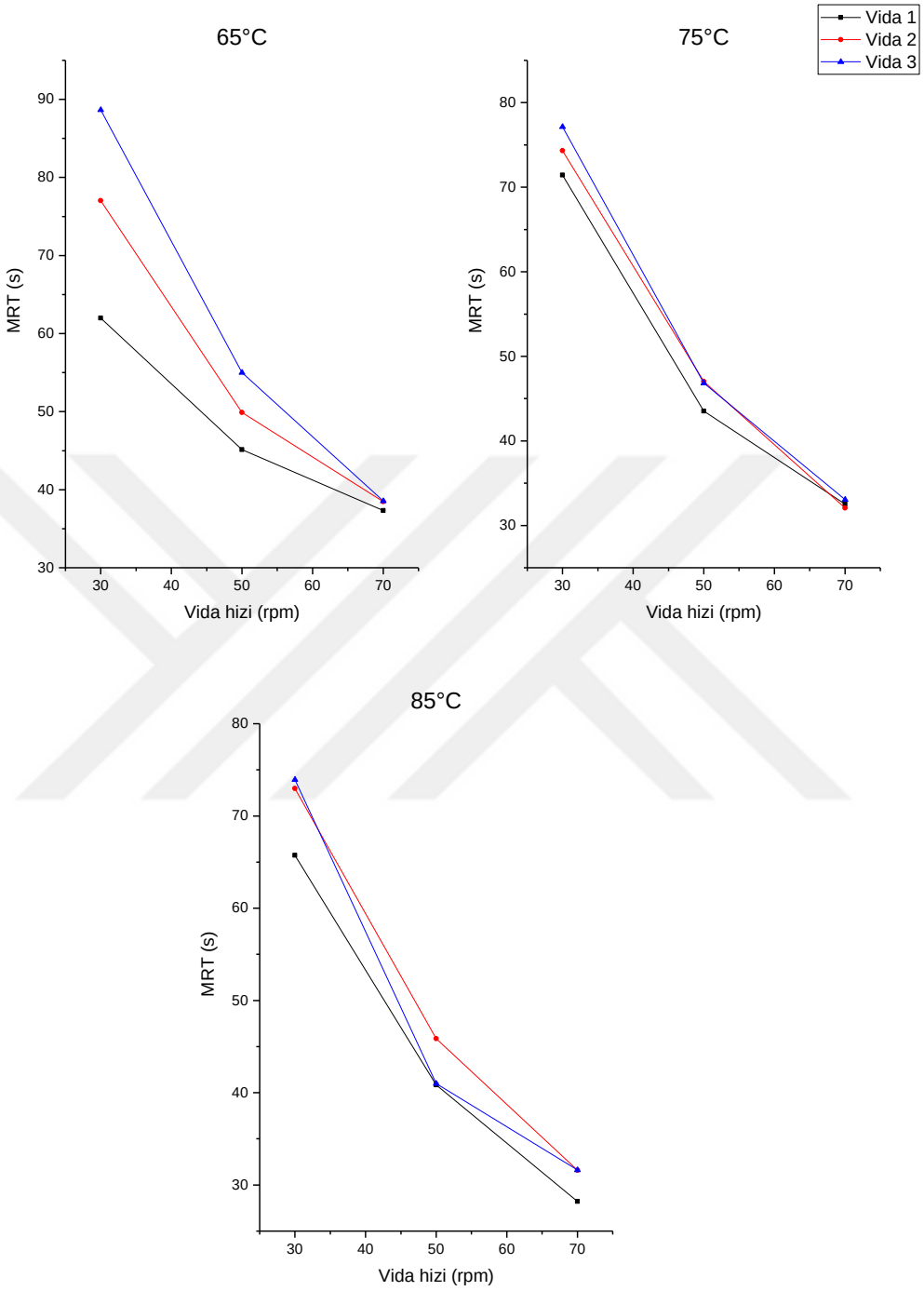
Şekil 4.51: EVA210W 65 °C'de 30, 50 ve 70 devirlerde, vida seti 1 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.



Şekil 4.52: EVA210W 75 °C'de 30, 50 ve 70 devirlerde, vida seti 1 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.



Şekil 4.53: EVA210W 85 °C'de 30, 50 ve 70 devirlerde, vida seti 1 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.



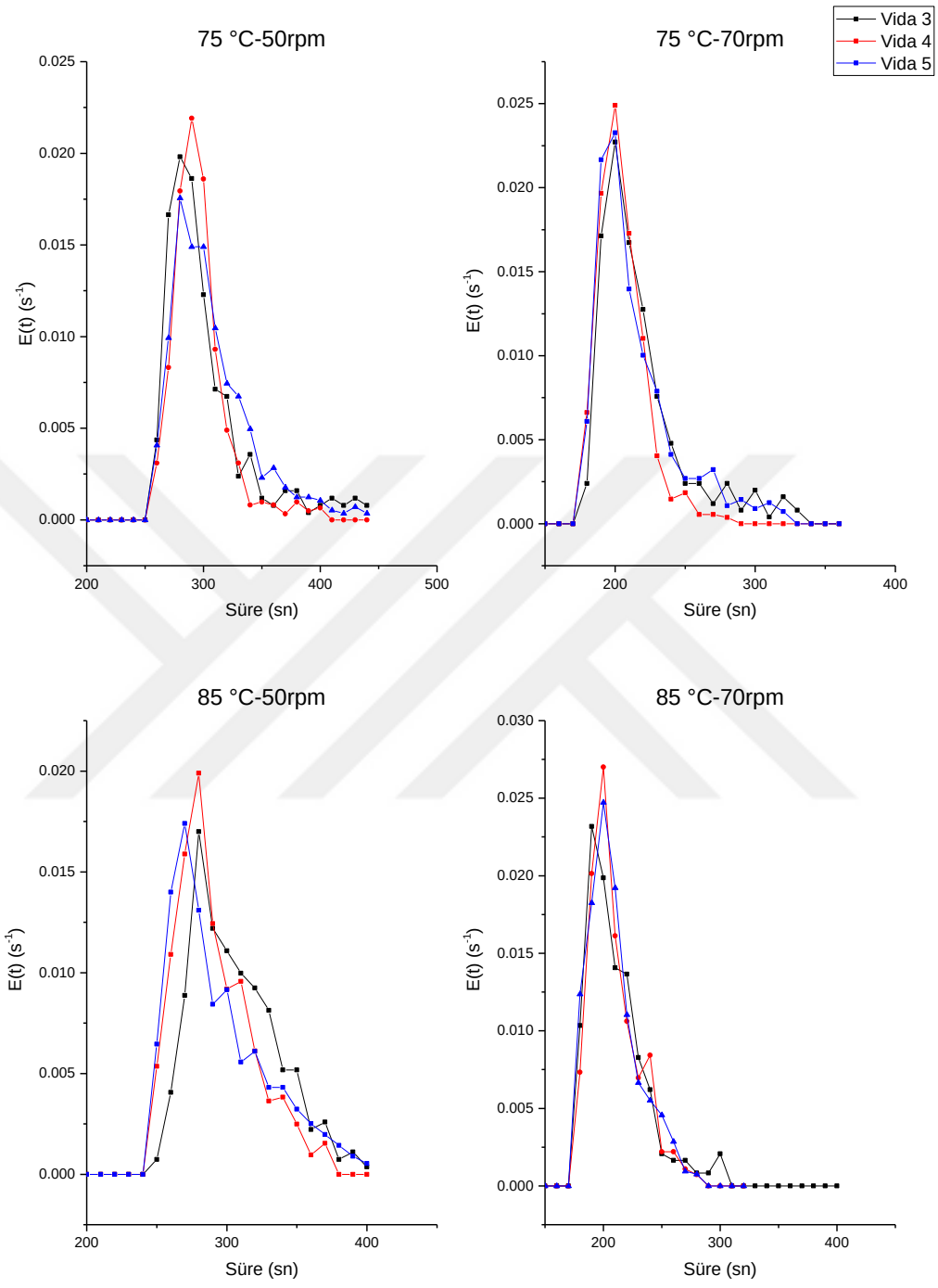
Şekil 4.54: EVA210W Vida seti 1 vida tasarımlarının farklı vida hızları ve a) 65 °C b) 75 °C ve c) 85 °C MRT etkisi.

4.3.3.2.EVA210W Vida Seti 2 Kalma Süresi Dağılımı

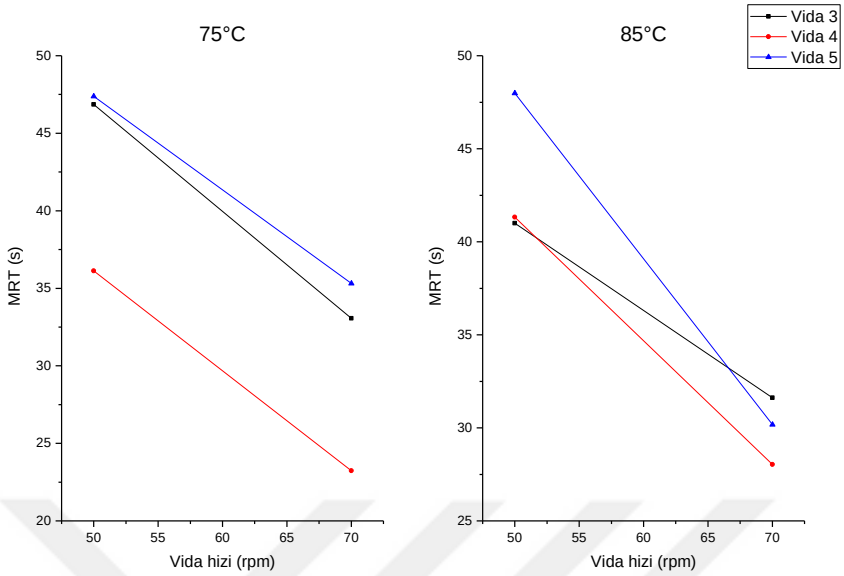
EVA 210W vida seti 2 (Vida 3, 4 ve 5) için Bölüm 4.5.1.3'de belirlenen proses çalışma koşulları olan 75 ve 85 °C'deki farklı 50 ve 70 rpm vida hızlarına ait kalma süresi dağılım grafikleri sırasıyla Şekil 4.55'de gösterilmektedir. Şekil 4.55'den, EVA 210W model malzemesi için kullanılan vida seti 2'ye ait tüm vida geometrilerinde vida hızlarının 85 °C'den itibaren arttırılmasıyla birlikte RTD'lerin daha daraldığı belirlenmiştir. Ayrıca, Şekil 4.56'da görüleceği üzere artan sıcaklık ve vida hızı ile birlikte MRT'nin beklendiği şekilde azaldığı belirlenmiştir. Ancak MRT üzerinde vida hızı etkisinin daha etkin olduğu görülmüştür. Vida 3, 4 ve 5'in RTD grafikleri özellikle 85 °C ve 70 rpm değerlerinde, birbirlerine oldukça benzemektedir. Dolayısıyla vida hızı ve sıcaklık değerlerinin artması ile birlikte tasarım etkisinin en aza indiği görülebilmektedir.

Vida hızı, yine bu grup içerindeki tüm vida geometrileri için 50 rpm'den - 70 rpm'e yükseltildiğinde, Şekil 4.55'de gösterilen RTD'ler daralır ve dolayısıyla MRT'lerin Şekil 4.56'de görüldüğü gibi azalmasına neden olur. Şekil 4.55'de, vida geometrilerinin 85 °C'de 50 ve 70 rpm'de elde edilen RTD'ler üzerinde hafif bir etkiye sahip olduğu gözlemlenmektedir. Bununla birlikte, bu sıcaklıktaki RTD'ler 70 rpm'e göre 50 rpm için önemli derecede farklıdır. Seçilen sıcaklık ve vida hızı için RTD grafiklerinin genişlikleri genel olarak birbirlerine yakın olmakla beraber, vida 4'ün 75 °C ve 50 rpm kullanılarak elde edilmiştir.

Vida hızını 70 rpm'e yükseltmek, karıştırma için gereken süre azaldığından daha az eksenel karıştırmaya neden olur. Bu çalışmada tüm sıcaklıklar için 70 rpm'de elde edilen MRT'ler 50 rpm'dekilere kıyasla daha düşüktür. Yüksek hızlarda vida içerisinde dağılım derecesi düşük olmakla birlikte, 70 rpm'lik bir vidalı hız en iyi çalışma koşulları olmayabilir.



Şekil 4.55: EVA210W için 75 ve 85 °C'de 50 ve 70 rpm devirlerde, vida seti 2 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.



Şekil 4.56: EVA 210W Vida seti 2 vida tasarımlarının farklı vida hızları ve a)75 °C ve b) 85 °C MRT etkisi.

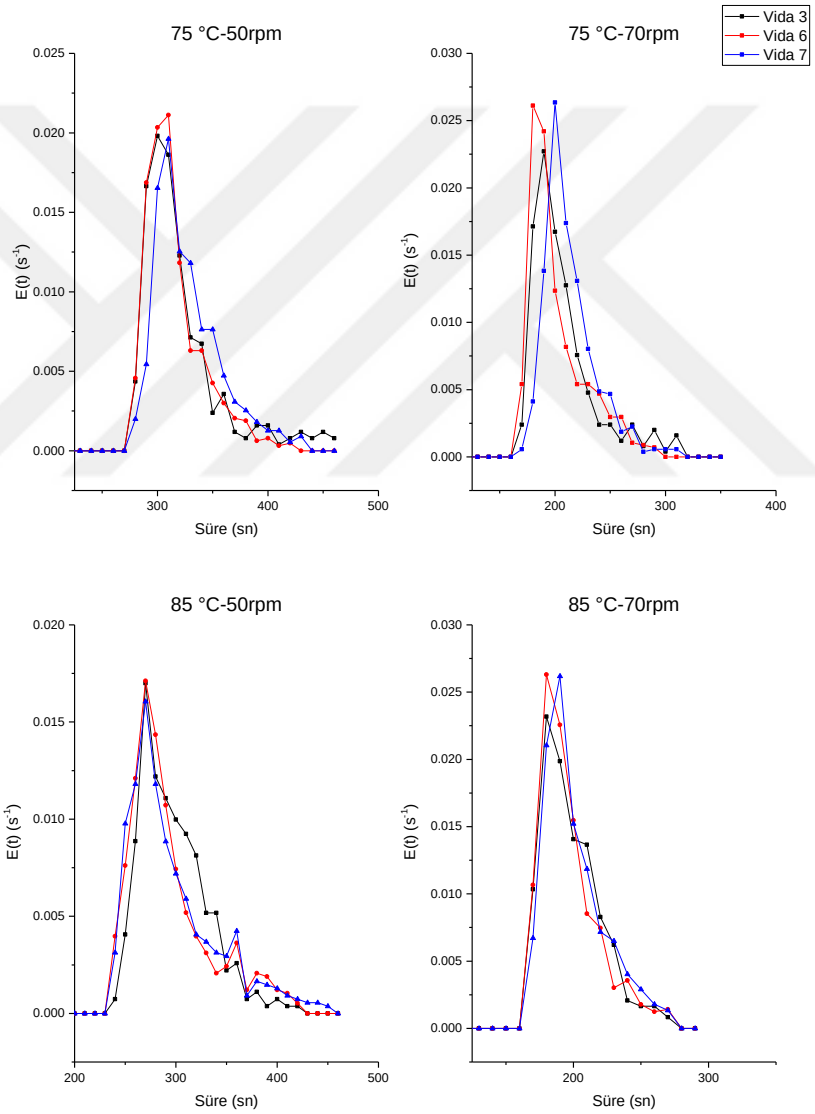
4.3.3.3.EVA210W Vida Seti 3 Kalma Süresi Dağılımı

EVA 210W vida seti 3 (Vida 3, 6 ve 7) için Bölüm 4.5.1.3'de belirlenen proses çalışma koşulları olan 75 ve 85 °C'deki farklı 50 ve 70 rpm vida hızlarına ait kalma süresi dağılım grafikleri sırasıyla Şekil 4.57'de gösterilmektedir. Şekil 4.57'den, EVA 210W model malzemesi için kullanılan vida seti 3'e ait tüm vida geometrilerinde vida hızlarının 75 °C'den itibaren arttırılmasıyla birlikte RTD'lerin daha daraldığı belirlenmiştir. Ayrıca, Şekil 4.58'de görüleceği üzere artan sıcaklık ve vida hızı ile birlikte MRT'nin beklendiği şekilde azaldığı belirlenmiştir. Ancak MRT üzerinde vida hızı etkisinin daha etkin olduğu görülmüştür. Vida 3, 6 ve 7'nin RTD grafikleri özellikle 85 °C değerlerinde, birbirlerine oldukça benzemektedir. Dolayısıyla vida hızı ve sıcaklık değerlerinin artması ile birlikte tasarım etkisinin en aza indiği görülebilmektedir.

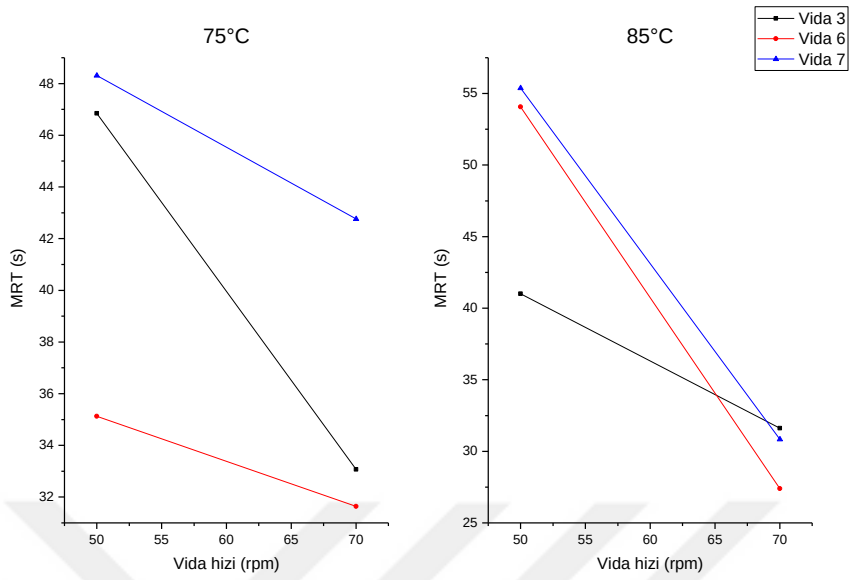
Vida hızı, yine bu grup içerindeki tüm vida geometrileri için 50 rpm'den - 70 rpm'e yükseltildiğinde, Şekil 4.57'de gösterilen RTD'ler daralır ve dolayısıyla MRT'lerin Şekil 4.58'de görüldüğü gibi azalmasına neden olur. Şekil 4.57'de, vida geometrilerinin 85 °C'de 50 ve 70 rpm'de elde edilen RTD'ler üzerinde hafif bir etkiye sahip olduğu gözlemlenmektedir. Bununla birlikte, bu sıcaklıktaki RTD'ler 70 rpm'e göre 50 rpm için önemli derecede farklıdır. Seçilen

sıcaklık ve vida hızı için RTD grafiklerinin genişlikleri genel olarak birbirlerine yakın olmakla beraber, vida 3'ün 85 °C ve 70 rpm kullanılarak elde edilmiştir.

Vida hızını 70 rpm'e yükseltmek, karıştırma için gereken süre azaldığından daha az eksenel karıştırmaya neden olur. Bu çalışmada tüm sıcaklıklar için 70 rpm'de elde edilen MRT'ler 50 rpm'dekilere kıyasla daha düşüktür. Yüksek hızlarda vida içerisinde dağılım derecesi düşük olmakla birlikte, 70 rpm'lik bir vidalı hız en iyi çalışma koşulları olmayabilir.



Şekil 4.57: EVA210W için 75 ve 85 °C'de 50 ve 70 rpm devirlerde, vida seti 3 vida geometrilerinin RTD üzerindeki etkisi.



Şekil 4.58: EVA 210W Vida seti 3 vida tasarımlarının farklı vida hızları ve a) 75 °C ve b) 85 °C MRT etkisi.

4.4. EKSTRUDER İÇERİSİNDEKİ AKIŞ DAVRANIŞININ GÖRSEL OLARAK İNCELENMESİ

Polimer model malzemelerin "cam ekstruder" içerisinde dönen vida ekseni boyunca gerçekleşen dinamik erime ve karıştırma davranışının görsel incelemesinden elde edilen sonuçlar bu bölümde gösterilmiştir. Bu çalışmadan elde edilen veriler, en uygun vida tasarımı analizine niteliksel olarak destek sağlaması amacıyla bir sonraki bölümde Minitap Paket Programında sonuç olarak kullanılmıştır. Bu görsel inceleme iki aşamada yapılmıştır; ilk aşamada polimer model malzemelerin erime sürecini görsel olarak tanımlamak için erimenin tamamlandığı mesafeler, kullanılan vidalar ve proses değişkenlerine bağlı olarak gözlemlendi. İkinci aşamada ise kalma süresinin belirlenmesi amacıyla kullanılan belirteç malzemenin polimer model malzemeler içerisinde vidaya bağlı hareketi takip edilmiş ve kaydedilmiştir. Yapılan bu işlemlerin tamamı polimer malzemenin ekstruderin cam hunisinde ilk görüldüğü andan itibaren gözlemlenmeye başlanmış olup cam kovanın içinde malzemenin katı halden eriyik hale geçişi belirlenmiş ardından çıkışa kadar eriyiğin ve belirteç malzemenin vida içerisindeki hareketi ayrıntılı olarak Şekil 4.59 ve Şekil 4.61'de görüleceği üzere takip edilmiş ve kayıt altına alınmıştr.

Vida kanalındaki katı granüllerin hareketi üzerine yapılan çalışmaların birçoğunda “katı blok” yaklaşımının kabul edildiği görülmüştür. Bu yaklaşıma göre, granüller arasında hiçbir hareket/ilişki olmadığı kabul edilmiştir. Başka bir ifadeyle, bütün granüller vida kanalında aynı hızda bir blok gibi hareket ettiği savunulmuştur. Bundan dolayı katı blok herhangi bir deformasyona uğramayan katı bir yapı gibi davranmaktadır. Darnel ve Moll, bu yaklaşıma göre modellerini geliştirmiştir [193], [37], [194], [195].

Ancak, katı blok yaklaşımı gerçek koşullardan uzaktır. Yaptığımız çalışmalarda, sadece katı granüllerin hareketlerini değil aynı zamanda bunların arasındaki boşlukları da tespit edilmiştir. Granül yapısından dolayı vida kanalına ait doluluk oranının çok düşük olduğu belirlenmiştir (bkz: Şekil 4.59). Dolayısıyla katı granüllersadece erimeden hemen önce katı taşıma bölgesinin sonunda çok kısa bir süre için katı blok olarak davrandığı görülmüştür (bkz: Şekil 4.61).

Ancak katı taşıma bölgesinin (soğuk kısım) ilk kısmında bu katı blok hareketi tespit edilmemiştir.Tadmor [196] tarafından yapılan yaklaşıma göre, katı yatak profili *X/W* erime bölgesinde 1 ile 0 arasında değişir. Literatürde genellikle bu yaklaşım kullanılmıştır. Buna rağmen, Tadmor’un da bulunduğu bu yaklaşımı destekleyen bir çok araştırmacı, katı bloğun kırılmasının erime bölgesinde meydana geldiğini ve *X/W* ölçümünün zor olduğunu belirtmiştir.

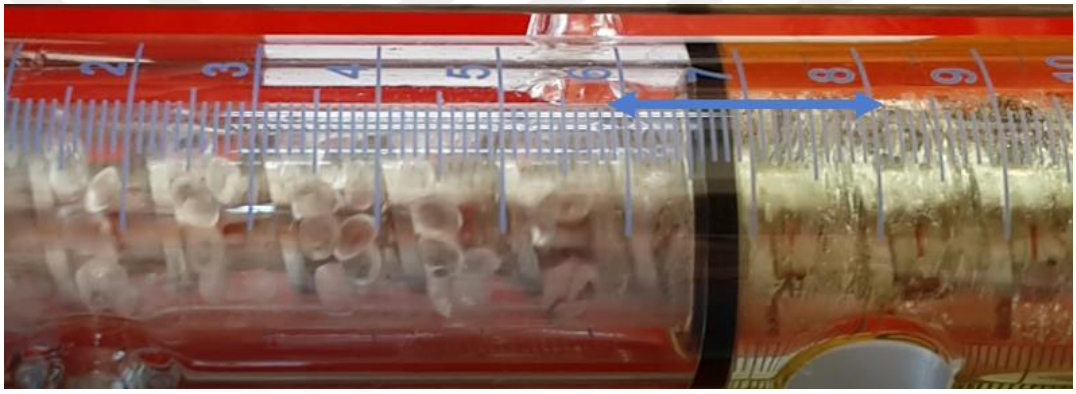
Yaptığımız bu çalışmada ise ekstruder sistemi soğutulmamış sistem içerisinde gerçekleşen fiziksel olaylar in – situ olarak gözlenmiştir. Gerçekleştirdiğimiz denemelerde erimenin üç aşamada gerçekleştiğini gördük. Bunlar; ilk aşamada üst eriyik film gerçekleşmiş ancak eriyik havuzu meydana gelmemiştir. İkinci olarak eriyik havuzu meydana gelmiş ve eriyik havuzu giderek genişmiştir. Üçüncü ve son adım olarak katı yatağın kırılması (ayrışması) meydana gelmiştir (Şekil 4.59).

Şekil 4.59: Katı yatak profili ve bu profilin ayrışmasının gözlenmesi.

Yapılan çalışmalarda elde edilen sonuçlara göre; kullanılan vidalarda malzemenin erime noktası ve belirteç malzemenin polimer malzeme içerisinde dağılmaya başlaması vidanın yaklaşık olarak ilk 8D ila 11D arasında gerçekleştiği belirlenmiştir. Tablo 4.8, 4.9 ve 4.10'daki erime sonuçları ile belirteç malzemenin dağılım sonuçları karşılaştırıldığında her iki fiziksel olay için de başlangıç yerlerinin hemen hemen aynı olduğu belirlenmiştir (bkz: Şekil 4.61).

Bu araştırmanın önemli bulgularından biri de, polimer model malzemelerin erimesi sırasında gerçekleşen fiziksel olayların tam bir tanımlamasının yapılabilmiş olmasıdır. Ancak bu çalışmada, erimenin tam olarak iki aşamada gerçekleştiği tespit edilmiştir. Katı taşımanın ilk aşamasında yani sıcaklığın uygulanmadığı dolayısıyla konveksiyonun olmadığı sadece hareket ve sürtünmeden doğan ısıdan polimer granüllerinin yumuşadığı tespit edilmiştir. Katı taşıma bölgesinin sonunda ve erime bölgesi başlamadan kovan yüzeyinin yakınındaki granüllerde erimenin, erime sıcaklığına yaklaştığında başladığı belirlenmiştir. Bu noktadan itibaren eriyen polimerin cam kovanın tüm yüzeyi boyunca sürtünmeye maruz kaldığı ve ince bir tabaka halinde cam kovana bulaştığı görülmüştür. Polimer eriyiğinin bulaşma uzunluk mesafesi arttıkça eriyik havuzunun meydana gelmesi gecikmektedir, çünkü eriyik havuzu oluşmadan önce eriyik, granüller arasındaki boşlukları doldurmaktadır. Bu bahsedilen bölge, Tadmor [196] ve Agassant [197] tarafından yapılan çalışmalarda ifade edilmiş olup, ancak bu "**gecikme bölgesi**"'nin mesafesi belirlenememiştir. Ancak bu çalışma ile gecikme bölgesi açıkça görülmüştür ve yapılan kayıtlardan bu bölgenin mesafesi kolayca belirlenebilmiştir. Bu bölgede gerçekleşen fiziksel olay ile katı polimerlerin gerek sürtünmeden gerekse konveksiyondan dolayı erimesiyle kovan üzerinde ince bir tabaka meydana gelmektedir. Arkadan gelen katı

polimerler hatve boşluğunu, eriyik ise katı granüller aradaki boşlukları doldurmaktadır. Vida - kovan arasında gerçekleşen bu işlemin sızıntı şeklinde gerçekleştiği belirlenmiştir. Bu aşamadan sonra katı yatak aktif kanada doğru hızlıca hareketlenir. Pasif kanatta ise sızıntıdan meydana gelen bir eriyik katmanı oluşur ve pasiften aktif kanada doğru bir eriyik akışı oluşur. Bu da malzemenin çok daha hızlı erimesine yardımcı olur. Literatürdeki erime modelleri, eriyik havuzunun, eriyik filmin ilk oluştuğu andan itibaren büyüdüğünü ortaya koymuştur ancak yapılan görsel çalışmalarda erimenin gecikme bölgesinin ardından gerçekleştiği belirlenmiştir. Ayrıca literatürde, yukarıda ayrıntılı olarak ifade edilen fiziksel olaylar birçok modelde ayrı ayrı ortaya konmasına rağmen ilk defa bu çalışma ile Şekil 4.60'deki gibi ifade edilmiş ve literatür çalışmalarına yenilik getirmiştir.



Şekil 4.60: Gecikme bölgesinin cam ekstruder içerisinde gösterimi.

Tablo 4.8:EVA 40W'nin vida ve proses koşullarına bağlı erime noktaları.

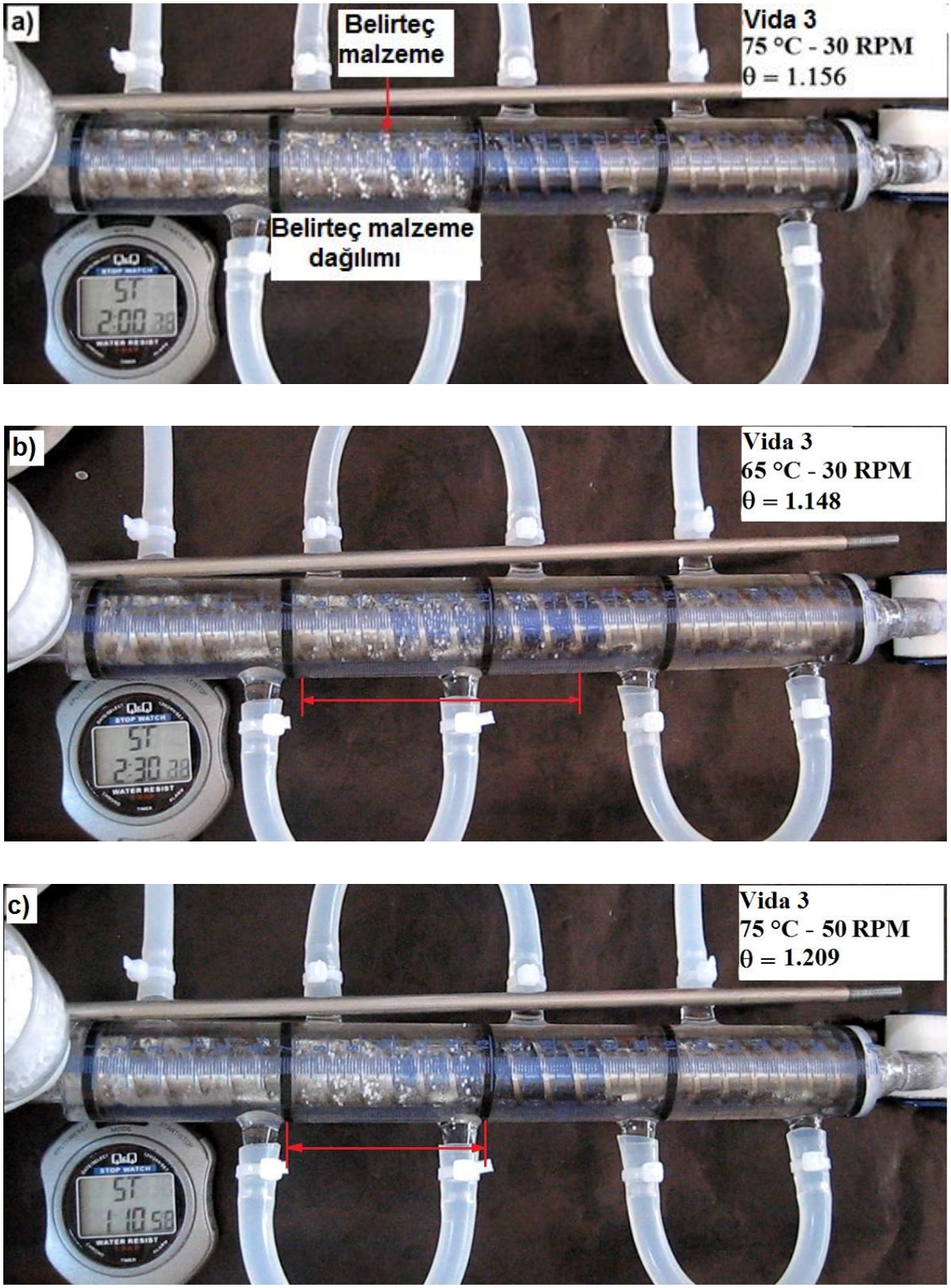
Sıcaklık	Vida hızı	Vida 1	Vida 2	Vida 3	Vida 4	Vida 5	Vida 6	Vida 7
55 °C	30 rpm	9D	9D	8D	9D	10D	9D	10D
	50 rpm	10D	11D	9D	10D	9D	9D	9D
	70 rpm	10D	11D	10D	10D	11D	9D	11D
65 °C	30 rpm	10D	11D	10D	10D	9D	9D	9D
	50 rpm	11D	11D	10D	11D	10D	10D	11D
	70 rpm	11D	11D	9D	10D	11D	11D	11D
75 °C	30 rpm	7D	10D	9D	10D	8D	10D	7D
	50 rpm	8D	10D	10D	11D	9D	11D	9D
	70 rpm	9D	11D	10D	10D	10D	11D	10D

Tablo 4.9:EVA 210W'nin vida ve proses koşullarına bağlı erime noktaları.

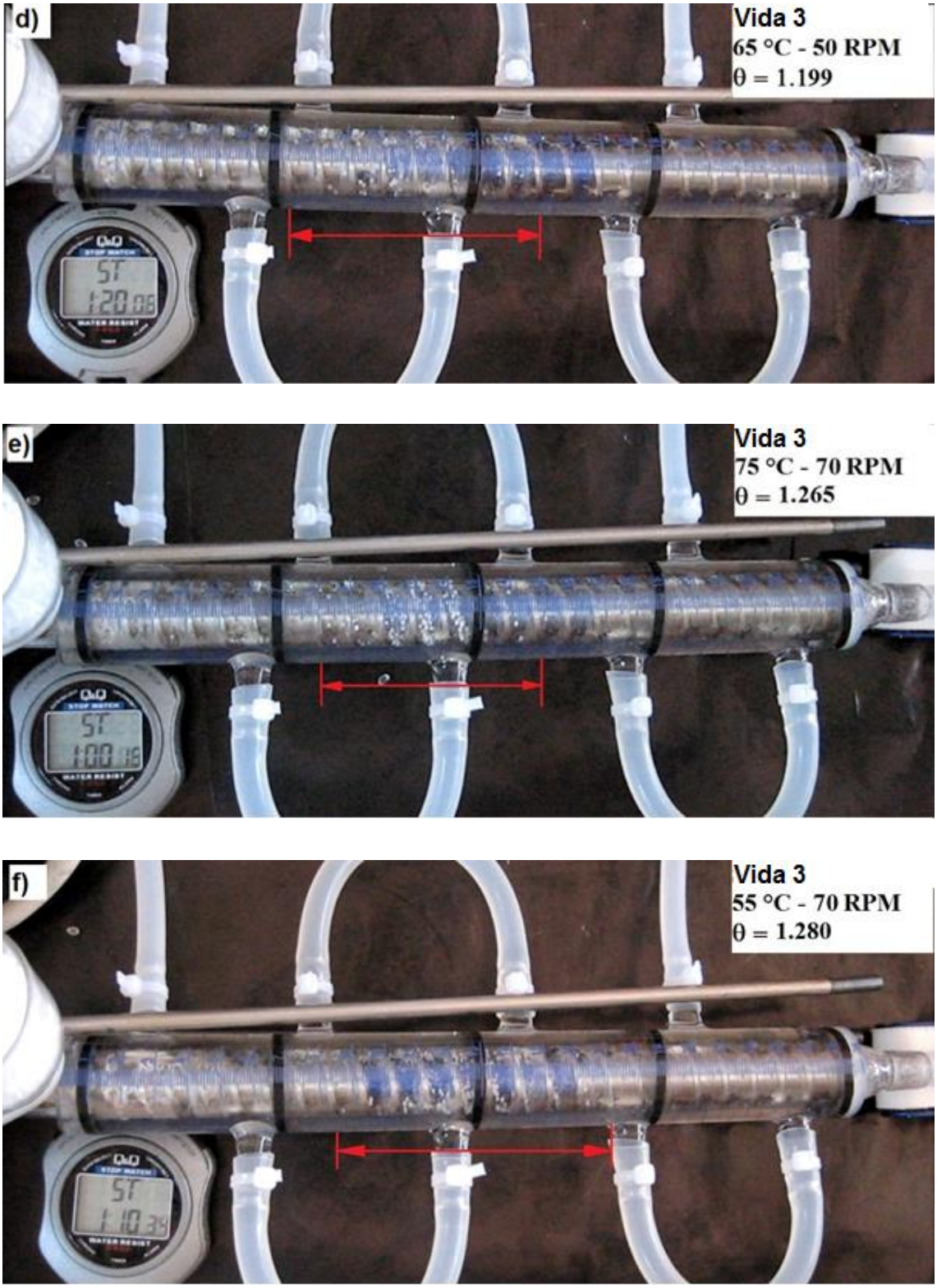
Sıcaklık	Vida hızı	Vida 1	Vida 2	Vida 3	Vida 4	Vida 5	Vida 6	Vida 7
65 °C	30 rpm	9D	9D	9D	8D	9D	9D	9D
	50 rpm	10D	10D	10D	9D	10D	10D	9D
	70 rpm	10D	10D	10D	10D	10D	11D	10D
75 °C	30 rpm	8D	8D	9D	8D	8D	8D	8D
	50 rpm	9D	9D	10D	9D	9D	10D	9D
	70 rpm	9D	9D	11D	9D	9D	10D	9D
85 °C	30 rpm	8D	8D	8D	9D	8D	7D	8D
	50 rpm	9D	9D	9D	10D	9D	8D	9D
	70 rpm	9D	9D	9D	10D	9D	9D	9D

Tablo 4.10:EVA 150W'nin vida ve proses koşullarına bağlı erime noktaları.

Sıcaklık	Vida hızı	Vida 1	Vida 2	Vida 3	Vida 4	Vida 5	Vida 6	Vida 7
75 °C	30 rpm	9D	9D	9D	9D	9D	9D	10D
	50 rpm	10D	9D	10D	10D	10D	10D	11D
	70 rpm	11D	10D	10D	11D	11D	10D	11D
85 °C	30 rpm	8D	10D	9D	9D	9D	9D	9D
	50 rpm	10D	11D	10D	10D	10D	10D	10D
	70 rpm	11D	10D	10D	10D	10D	11D	11D
95 °C	30 rpm	8D	9D	8D	8D	7D	7D	8D
	50 rpm	9D	10D	9D	9D	9D	9D	8D
	70 rpm	9D	10D	10D	9D	9D	9D	9D

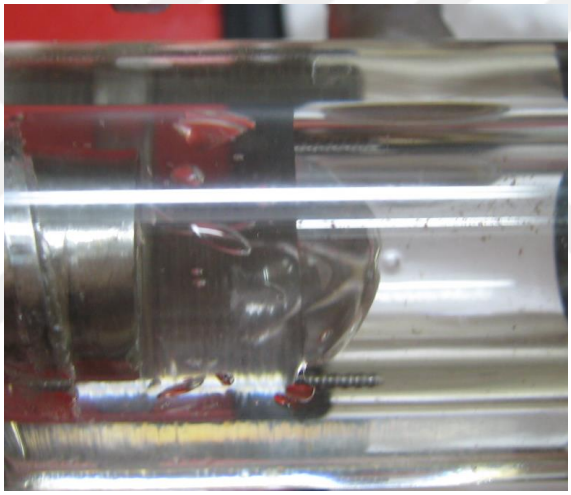


Şekil 4.61 a,b,c):55, 65 ve 75 °C'de tüm vida hızları için belirteç malzeme dağılımları.



Şekil 4.61 d,e,f): 55, 65 ve 75 °C'de tüm vida hızları için belirteç malzeme dağılımları.

Vidalar için erime/karıştırma uzunluğunun vida hızının artması ile birlikte uzadığı Şekil 4.61'de açıkça görülebilir. Bu durum, karıştırma işleminin daha kısa sürmesine ve karıştırma için ihtiyaç duyulan bitiş noktasının uzamasına ve karıştırma ve homojenleştirme için malzemenin vidanın daha kısa bir kısmı ile muhatap olduğu anlamına gelir. Bunun, vida içerisinde meydana gelen laminer karıştırmanın (Şekil 4.62) yetersizliğinden meydana gelmektedir. Ancak çalışılan bu vidalarda herhangi bir karıştırma elemanı olmadığından dolayı belirteç malzemenin model polimer malzeme içerisinde karışması laminer karışma ile sağlanmaktadır. Dolayısıyla bu karışma düzeni ile istenilen seviyede homojenizasyon elde etmek için daha uzun karıştırma süresi gerekmektedir. Bu sağlanamadığında ise istenilen seviyeden karışımın sağlanamadığı kalitesiz bir ürün anlamına gelmektedir.



Şekil 4.62: Kovan içerisinde gerçekleşen laminer akış.

Vida hızının yanı sıra yapılan çalışma sıcaklığın etkisi de Şekil 4.61'de görsel olarak incelenmiştir. Kovan çalışma sıcaklığının arttırılması ile kullanılan vidalarda malzemenin erime noktası ve belirteç malzemenin polimer malzeme içerisinde dağılmaya başlaması daha erken görülmeye başlanmıştır. Buna neden olarak sıcaklık artışına bağlı olarak eriyik malzemenin kovan içerisindeki viskozitesinin azalması dolayısıyla ekstruder içerisinde oluşan sürüklenme akışının basınç akışı ve geri akıştan daha büyük olması verilebilir. Ancak, bu çalışmada kullanılan ekstruderin laboratuvar boyutlu olmasından dolayı basınç ve geri akış etkilerinin daha baskın olacağı daha büyük ekstruderlerde dağılma etkisinin daha farklı olacağı beklenmektedir.

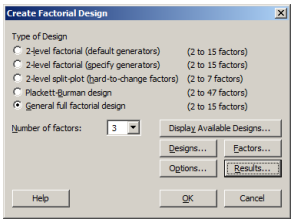
4.5. DENEYSEL TASARIMIN EKSTRÜZYONDA UYGULANMASI

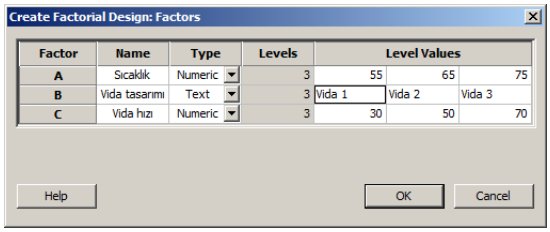
4.5.1. Full Faktöriyel Metodunun Tek Vidalı Ekstrüzyonda Uygulanması

Yapılan bu uygulamada, tek vidalı ekstrüzyon prosesini etkileyen çalışma parametrelerinin etkilerinin bulunması için dikkatli bir çalışma sürdürülmüştür. Öncelikle tam faktöriyel tasarım uygulanmış ve faktörlerin etkileri hakkında bilgi elde edinilmiştir. Deney tasarımı kullanılarak, çok daha az deneme ile veri elde etme imkânları araştırılmıştır. Ancak bu çalışmada bilinen ve rutin olarak kullanılan vida tasarımları için proses parametrelerini değiştirerek iyileştirme hedeflenmiştir.

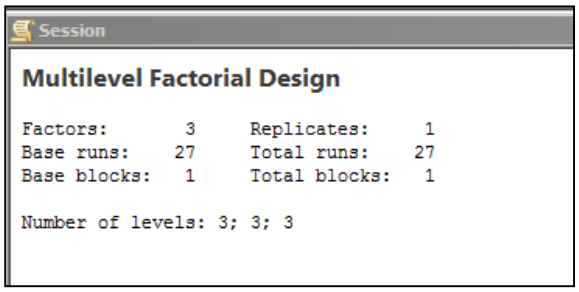
4.5.1.1.EVA40W model malzemesi için full faktöriyel metodunun uygulanması

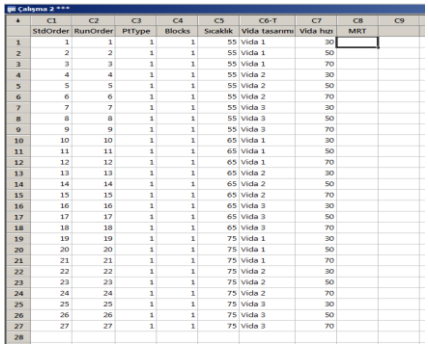
General full factorial metodu, deneysel ekstrüzyon çalışmasında her bir malzeme için 3 ayrı vida tasarımı, 3 farklı sıcaklık ve 3 farklı ekstrüzyon hızı için kullanılmıştır. Üç faktörün de üçer seviyesi ile yapılan deneyde uç noktalar dışında her bir faktöre ait birer adet merkez noktası da eklenmiştir (bkz: Şekil 4.63) ve toplam 27 deney yapılmasına karar verilmiştir (bkz: Şekil 4.64). Yapılan bu çalışmada vida tasarımının seçimine ilişkin bir çalışma yapılmamıştır. Bu çalışmada bu verilerin, proses performansının iyileştirilmesine yönelik kullanımı amaçlanmaktadır.





Şekil 4.63: EVA40W model malzemesi için deney faktörleri ve seviyeleri.





	C1	C2	C3	C4	C5	C6-T	C7	C8	C9
	StdOrder	RunOrder	PtType	Blocks	Sıcaklık	Vida tasarımı	Vida hızı	MRT	
1	1	1	1	1	55	Vida 1	30		
2	2	2	1	1	55	Vida 1	50		
3	3	3	1	1	55	Vida 1	70		
4	4	4	1	1	55	Vida 2	30		
5	5	5	1	1	55	Vida 2	50		
6	6	6	1	1	55	Vida 2	70		
7	7	7	1	1	55	Vida 3	30		
8	8	8	1	1	55	Vida 3	50		
9	9	9	1	1	55	Vida 3	70		
10	10	10	1	1	65	Vida 1	30		
11	11	11	1	1	65	Vida 1	50		
12	12	12	1	1	65	Vida 1	70		
13	13	13	1	1	65	Vida 2	30		
14	14	14	1	1	65	Vida 2	50		
15	15	15	1	1	65	Vida 2	70		
16	16	16	1	1	65	Vida 3	30		
17	17	17	1	1	65	Vida 3	50		
18	18	18	1	1	65	Vida 3	70		
19	19	19	1	1	75	Vida 1	30		
20	20	20	1	1	75	Vida 1	50		
21	21	21	1	1	75	Vida 1	70		
22	22	22	1	1	75	Vida 2	30		
23	23	23	1	1	75	Vida 2	50		
24	24	24	1	1	75	Vida 2	70		
25	25	25	1	1	75	Vida 3	30		
26	26	26	1	1	75	Vida 3	50		
27	27	27	1	1	75	Vida 3	70		

Şekil 4.64: EVA40W model malzemesine ait çalışma için kullanılan deney tasarımı.

Minitab Paket Programı'yla elde edilen sonuçlara göre veriler analiz edilmiş olup başlangıçta elde edilecek modelin birinci dereceden olup olmadığı araştırılmıştır. Birinci dereceden yüzey modeli için tahmin edilen regresyon katsayıları ve Anova tablosu Şekil 4.65'de verilmiştir.

General Factorial Regression: MRT versus Vida tasarımı, Vida hızı, Sıcaklık

Factor Information

Factor	Levels	Values
Vida tasarımı	3	Vida 1, Vida 2, Vida 3
Vida hızı	3	30, 50, 70
Sıcaklık	3	55, 65, 75

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Model	18	25719.6	1428.9	145.39	0.000
Linear	6	24380.9	4063.5	413.47	0.000
Vida tasarımı	2	65.6	32.8	3.34	0.088
Vida hızı	2	22618.1	11309.1	1150.72	0.000
Sıcaklık	2	1697.2	848.6	86.35	0.000
2-Way Interactions	12	1338.7	111.6	11.35	0.001
Vida tasarımı*Vida hızı	4	259.3	64.8	6.60	0.012
Vida tasarımı*Sıcaklık	4	224.3	56.1	5.70	0.018
Vida hızı*Sıcaklık	4	855.2	213.8	21.75	0.000
Error	8	78.6	9.8		
Total	26	25798.2			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
3.13493	99.70%	99.01%	96.53%

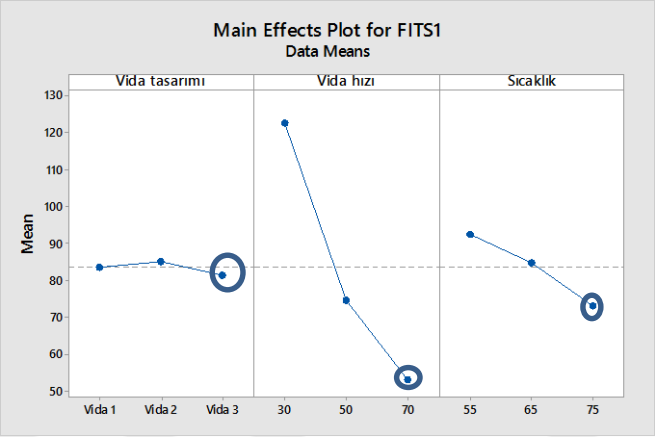
Şekil 4.65: EVA40W model malzemesi için tahmin edilen regresyon katsayıları ve Anova tablosu.

Deney Sonuçları Anaylze Factorial Design makrosu ile analiz edilip, hipotez testinde hipotezi reddetme uygunluğunu belirleyen model p değerlerine göre sadeleştirildiğinde; sıcaklık, vida hızı ve vida tasarımı ana etkilerinin çıktı üzerinde etkili oldukları görülmüştür. Ayrıca bunların ikili etkileşimlerinin yine çıktı üzerinde etkisi olduğu belirlenmiştir. Bunların yanı sıra kurduğumuz model toplam çıktı değişkenliğinin %99,70'ini açıklayabilmektedir.

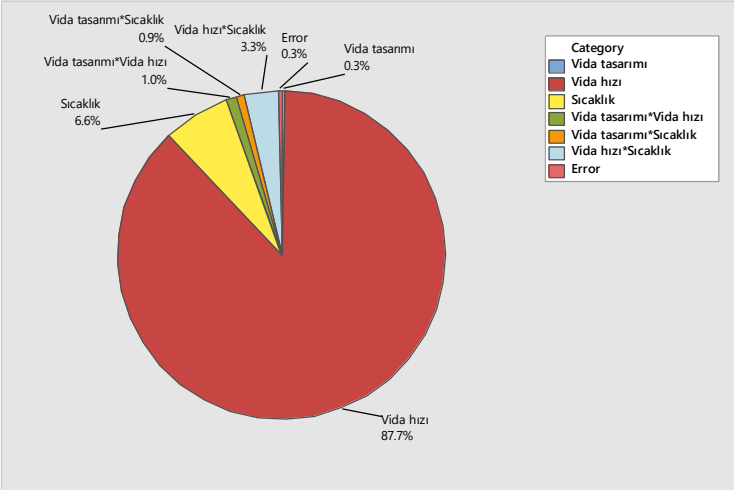
Ana etki grafiği ile etkili olduğu belirlenen faktörlerin, çıktı üzerinde etkisi incelenmiştir. Prosesin çalışma koşullarına bağlı olarak ortalama kalma süresinin en küçük olduğu değerler en iyi çalışma koşulları olarak belirlenmiştir (bkz: Şekil 4.66). Bu da çalışmada minimum kalma süresi anlamına gelmektedir.

Şekil 4.66'da vida hızının üçüncü seviyesinde (70 rpm) minimum kalma süresi görülmekteyken birinci seviyesinde (30 rpm) maksimum kalma süresi görülmüştür. Sıcaklığın üçüncü seviyesinde (75 °C) minimum kalma süresi, birinci seviyesinde (55 °C rpm) maksimum kalma süresi görülmüştür. Bu grafikten vida hızının ve sıcaklığın artmasıyla MRT'de azalmanın

sağlanacağı anlaşılmaktadır. Burada etkinin doğrusal olmadığı, yapılan ara ölçümler sayesinde belirlenmiştir. Vida hızı sonuç üzerinde daha güçlü bir etkiye sahiptir. Hangi faktörün çıktı üzerinde daha etkili olduğu Şekil 4.67'de çizilen pasta grafiğinde ortaya konmuştur. Toplam değişkenlik üzerinde vida hızı %87,7, sıcaklık %6,6, vida tasarımı %0,3 etkilidir. İkili etkileşimler olan vida tasarımı-vida hızı etkisi %1,0, vida tasarımı-sıcaklık %0,9 ve vida hızı-sıcaklık ise %,3,3 olup, diğer etkileşimlerin toplam değişkenlik üzerindeki payı %0,3 seviyesinde olduğu belirlenmiştir. Elde edilen bu değerlerden "vida hızı"'nın en etkin değer olduğu açıkça görülmektedir.



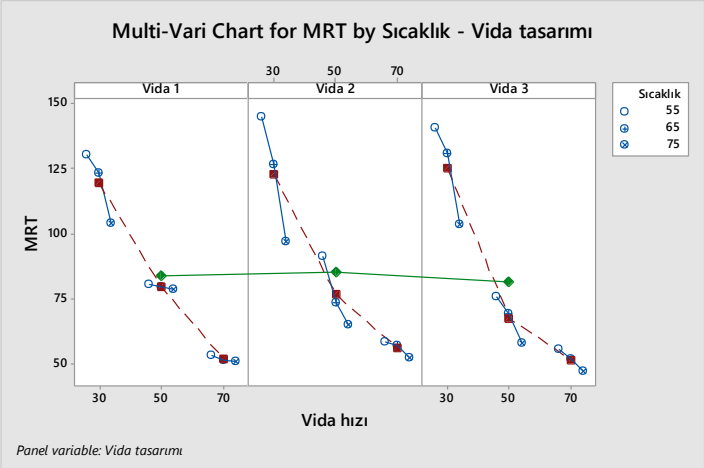
Şekil 4.66: EVA40W model malzemesi için vida tasarımı, vida hızı ve sıcaklık değişkenleri için ana etki grafikleri.



Şekil 4.67: EVA40W model malzemesine ait kullanılan deney için faktörlerin etki dağılımını gösteren pasta grafiği.

Çalışmada kullandığımız verilerimiz arasındaki etkileşimlere bakmak için çok değişkenli grafikler kullanılmıştır. Etkileşim, bir faktörün bir seviyesinden diğer bir seviyeye olan cevaptaki değişim, başka bir faktörün seviyesine bağlı olduğunda ortaya çıkar. Bir faktörün bir seviyesinden diğer bir seviyeye cevabın değişmesi başka bir faktörün seviyesine bağlı olduğu zaman sistem içerisinde bir etkileşim vardır. Çalışmamızda görülen bu etkileşimi test etmek için Şekil 4.68'de gösterilen grafik kullanılmıştır. Bu grafikte kullanılan faktörlerin (vida tasarımı, vida hızı ve sıcaklık) her biri üç seviyeye sahiptir. Çok değişkenli grafik aşağıdakilerden oluşur:

1. Her bir panel, vida tasarımına ait bir faktörü temsil eder. Yeşil elmas, her faktör düzeyi için vida tasarımları temsil etmektedir.
2. Her bir panel, vida hızının her seviyesine tekabül eden bölümlere ayrılmıştır. Kırmızı kareler, her faktör düzeyinin araçlarını temsil etmektedir. Kırmızı kesik çizgi, faktör seviyesi araçlarını birbirine bağlar.
3. Panelin her bölümünde, sıcaklık faktörü için her seviye ortalamasına karşılık gelen mavi renkli sembol bulunur. Farklı simgeler, faktörün her bir seviyesini temsil eder. Mavi çizgi, faktör seviyesi araçlarını birbirine bağlar.



Şekil 4.68: EVA40W model malzemesi için proses değişkenlerinin çoklu değişken grafiği.

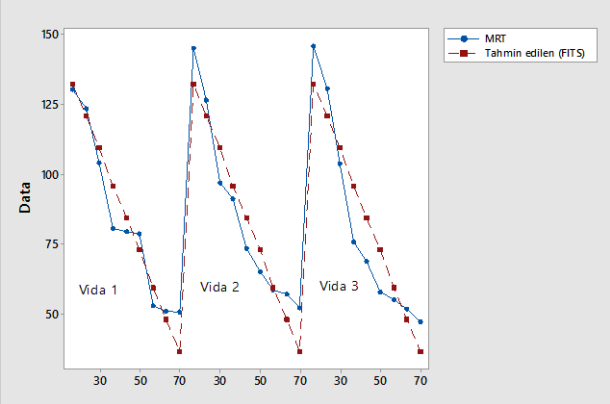
Şekil 4.68'de EVA40W model malzemesine ait MRT değerlerinin her bir vida ve vida hız değeri karşısında etkileşim değeri verilmektedir. Grafikte sol bölüm vida 1, orta bölüm vida 2 ve sağ bölüm ise vida 3 için MRT değerlerini göstermektedir. Vida 1 için soldaki bölüm

incelendiğinde; 30 rpm'deki sıcakların ortaya koyduğu MRT değerlerinin birbirinden oldukça farklı olduğu 50 ve 70 rpm'de ise birbirlerine hemen hemen paralel olduğu belirlenmiştir. Yine Vida 1 bölgesini hızlar açısından değerlendirecek olursak 30 rpm civarından 50 rpm'e inerken kırmızı kesik çizginin eğiminin 50 rpm'den 70 rpm'e inen çizgiden nispeten daha dik olduğu görülmüştür.

Vida 2'nin MRT değerlerinin ortaya konduğu ikinci bölüm incelendiğinde ise sıcaklık değerlerinin hız değerlerine bağlı olarak 30 rpm'den 70 rpm'e yükseldikçe eğimin azaldığı 70 rpm'de ise sıcaklık değerlerin de sistemin ortaya koyduğu MRT değerlerinin birbirlerine oldukça yaklaştığı ve bu hız değeri için sıcaklığın etkisinin ortadan kalktığı görülmektedir. Ayrıca bu bölüm hız değerleri açısından incelendiğinde ise 30 rpm ile 50 rpm arasında daha dik bir eğim ilişkisi varken 50 rpm ile 70 rpm arasında eğimin azaldığı belirlenmiştir.

Vida 3'ün MRT değerlerinin ortaya konduğu üçüncü bölüm incelendiğinde ise sıcaklık değerlerinin hız değerlerine bağlı olarak 30 rpm'den 70 rpm'e yükseldikçe eğimin azaldığı görülmektedir. Ayrıca bu bölüm hız değerleri açısından incelendiğinde ise 30 rpm ile 50 rpm arasında daha dik bir eğim ilişkisi varken 50 rpm ile 70 rpm arasında eğimin azaldığı belirlenmiştir.

Sonuç olarak, grafik tüm proses işlemleri göz önüne alınarak incelendiğinde sistem üzerinde vida hızının daha oldukça etkin olduğu 70 rpm'de tüm vida sıcaklıklarının birbirine hemen hemen yakın olmasından anlaşılacaktır. Ayrıca EVA 40W model malzemesi için Vida 3 tasarımından elde edilen MRT değerlerinin diğer vida tasarımlarına göre daha küçük olduğu yeşil çizgiden anlaşılmaktadır.



Şekil 4.69: EVA40W model malzemesi için MRT ve tahmin edilen (FITS) değerlerinin karşılaştırılmalı gösterimi.

EVA40W model malzemesine ait MRT'ye ait Şekil 4.69'de gösterilen eğride gözlemlerin tolerans sınırının % 95'i olduğunu göstermektedir. Kabul değerleri her bir vida tasarımının üç sıcaklık değeri ve üç hız değeri arasında gerçekleşen ve aslında gerçekleşmesi gereken (FITS) değerleri ifade etmektedir. Burada temel performans seviyesinin bilinmesi, sistem için bir iyileştirme hedeflendiğinde potansiyel olarak hem maddi hem de iş gücü olarak avantajların hesaplanmasına yardımcı olacaktır. Grafik incelendiğinde hatanın en az Vida 1'de olduğu görülürken sapmanın diğerlerine göre en çok Vida 3'de olduğun belirlenmiştir. Sapmaların özellikle vida hızının artmasıyla ortaya çıktığı ancak sıcaklık artışının da sapma üzerinde etkili olduğu görülmüştür.

4.5.1.2.EVA150W model malzemesi için full faktöriyel metodunun uygulanması

General full factorial metodu, deneysel ekstrüzyon çalışmasında her bir malzeme için 3 ayrı vida tasarımı, 3 farklı sıcaklık ve 3 farklı ekstrüzyon hızı için kullanılmıştır. Üç faktörün de üçer seviyesi ile yapılan deneyde uç noktalar dışında her bir faktöre ait birer adet merkez noktası da eklenmiştir ve 27 deney yapılmasına karar verilmiştir (bkz: Şekil 4.70). Yapılan bu çalışmada vida tasarımının seçimine ilişkin bir çalışma yapılmamıştır. Bu çalışmada bu verilerin, proses performansının iyileştirilmesine yönelik kullanımı amaçlanmaktadır.

C1	C2	C3	C4	C5-T	C6	C7	C8
StdOrder	RunOrder	PtType	Blocks	Vida tasarımı	Vida hızı	Sıcaklık	MRT
1	1	1	1	Vida 1	30	75	63.10
2	2	1	1	Vida 1	30	85	62.24
3	3	1	1	Vida 1	30	95	61.49
4	4	1	1	Vida 1	50	75	60.78
5	5	1	1	Vida 1	50	85	57.96
6	6	1	1	Vida 1	50	95	54.87
7	7	1	1	Vida 1	70	75	47.28
8	8	1	1	Vida 1	70	85	43.73
9	9	1	1	Vida 1	70	95	36.66
10	10	1	1	Vida 2	30	75	84.89
11	11	1	1	Vida 2	30	85	78.38
12	12	1	1	Vida 2	30	95	76.03
13	13	1	1	Vida 2	50	75	62.73
14	14	1	1	Vida 2	50	85	59.33
15	15	1	1	Vida 2	50	95	57.07
16	16	1	1	Vida 2	70	75	49.58
17	17	1	1	Vida 2	70	85	48.93
18	18	1	1	Vida 2	70	95	44.24
19	19	1	1	Vida 3	30	75	95.74
20	20	1	1	Vida 3	30	85	85.65
21	21	1	1	Vida 3	30	95	82.76
22	22	1	1	Vida 3	50	75	75.79
23	23	1	1	Vida 3	50	85	72.01
24	24	1	1	Vida 3	50	95	69.05
25	25	1	1	Vida 3	70	75	68.25
26	26	1	1	Vida 3	70	85	57.64
27	27	1	1	Vida 3	70	95	54.16

Şekil 4.70: EVA150W model malzemesine ait çalışma için kullanılan deney tasarımı.

Minitab Paket Programı'yla elde edilen sonuçlara göre veriler analiz edilmiş olup başlangıçta elde edilecek modelin birinci dereceden olup olmadığı araştırılmıştır. Birinci dereceden yüzey modeli için tahmin edilen regresyon katsayıları ve Anova tablosu Şekil 4.71'de verilmiştir.

Deney Sonuçları Anaylze Factorial Design makrosu ile analiz edilip, model p değerlerine göre sadeleştirildiğinde; sıcaklık, vida hızı ve vida tasarımı ana etkilerinin çıktı üzerinde etkili oldukları görülmüştür. Ayrıca bunların ikili etkileşimlerinin yine çıktı üzerinde etkisi olduğu belirlenmiştir. Bunların yanı sıra kurduğumuz model toplam çıktıdeğişkenliğinin %98,42'ini açıklayabilmektedir.

Results for: Worksheet 2

General Factorial Regression: MRT versus Vida tasarımı, Vida hızı, Sıcaklık

Factor Information

Factor	Levels	Values
Vida tasarımı	3	Vida 1, Vida 2, Vida 3
Vida hızı	3	30, 50, 70
Sıcaklık	3	75, 85, 95

Analysis of Variance

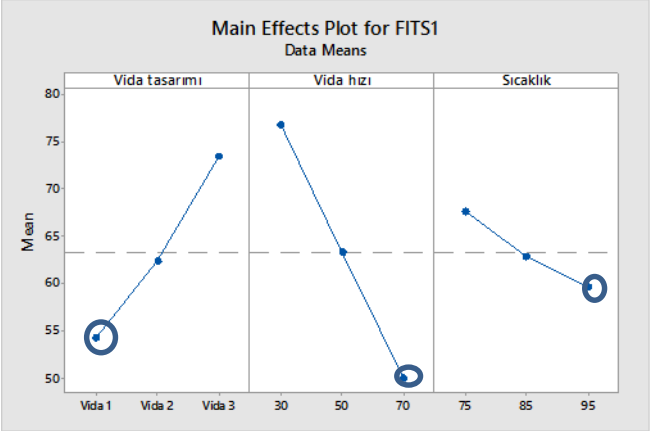
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Model	10	5377.54	537.75	99.41	0.000
Linear	6	5159.68	859.95	158.97	0.000
Vida tasarımı	2	1674.98	837.49	154.82	0.000
Vida hızı	2	3195.13	1597.56	295.32	0.000
Sıcaklık	2	289.57	144.79	26.76	0.000
2-Way Interactions	4	217.86	54.47	10.07	0.000
Vida tasarımı*Vida hızı	4	217.86	54.47	10.07	0.000
Error	16	86.55	5.41		
Total	26	5464.10			

Model Summary

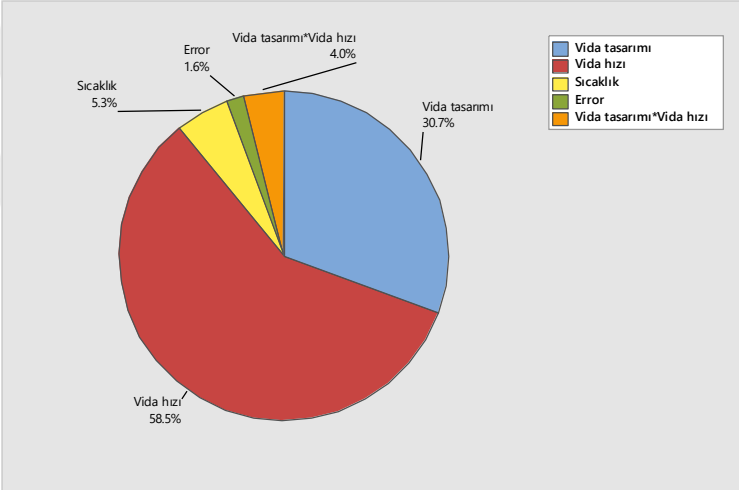
S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
2.32585	98.42%	97.43%	95.49%

Şekil 4.71: EVA150W model malzemesi için tahmin edilen regresyon katsayıları ve Anova tablosu.

Ana etki grafiği ile etkili olduğu belirlenen faktörlerin, çıktı üzerinde etkisi incelenmiştir. Prosesin çalışma koşullarına bağlı olarak ortalama kalma süresinin en küçük olduğu değerler en iyi çalışma koşulları olarak belirlenmiştir (bkz: Şekil 4.72). Bu da çalışmada minimum kalma süresi anlamına gelmektedir. Şekil 4.72'de vida hızının üçüncü seviyesinde (70 rpm) minimum kalma süresi görülmekteyken birinci seviyesinde (30 rpm) maksimum kalma süresi görülmüştür. Sıcaklığın üçüncü seviyesinde (95 °C) minimum kalma süresi, birinci seviyesinde (55 °C rpm) maksimum kalma süresi görülmüştür. Bu grafikten vida hızının ve sıcaklığın artmasıyla MRT'de azalmanın sağlanacağı anlaşılmaktadır. Burada etkinin doğrusal olmadığı, yapılan ara ölçümler sayesinde belirlenmiştir. Vida hızı sonuç üzerinde daha güçlü bir etkiye sahiptir. Hangi faktörün çıktı üzerinde daha etkili olduğu Şekil 4.73'de çizilen pasta grafiğinde ortaya konmuştur. Toplam değişkenlik üzerinde vida hızı %58,5, sıcaklık %5,3, vida tasarımı %30,7 etkilidir. İkili etkileşimler olan vida tasarımı-vida hızı etkisi %4,0 olup, diğer etkileşimlerin toplam değişkenlikteki payı %1,6 seviyesinde olduğu belirlenmiştir. Elde edilen bu değerlerden "vida hızı"nın en etkin değer olduğu açıkça görülmektedir.



Şekil 4.72: EVA150W model malzemesi için vida tasarımı, vida hızı ve sıcaklık değişkenleri için ana etki grafikleri.

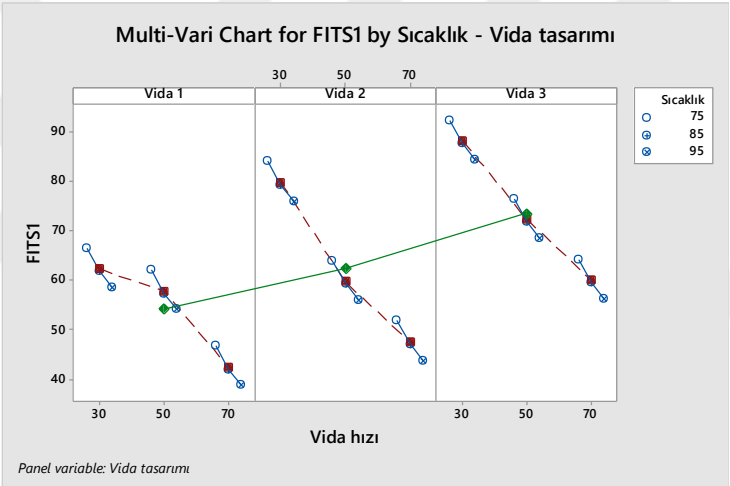


Şekil 4.73: EVA150W model malzemesine ait kullanılan deney için faktörlerin etki dağılımını gösteren pasta grafiği.

Çalışmada kullandığımız verilerimiz arasındaki etkileşimlere bakmak için çok değişkenli grafikler kullanılmıştır. Etkileşim, bir faktörün bir seviyesinden diğer bir seviyeye olan cevaptaki değişim, başka bir faktörün seviyesine bağlı olduğunda ortaya çıkar. Bir faktörün bir seviyesinden diğer bir seviyeye cevabın değişmesi başka bir faktörün seviyesine bağlı olduğu zaman sistem içerisinde bir etkileşim vardır. Çalışmamızda görülen bu etkileşimi test etmek için Şekil 4.74'de gösterilen grafik kullanılmıştır. Bu grafikte kullanılan faktörlerin (vida tasarımı, vida hızı ve sıcaklık) her biri üç seviyeye sahiptir. Çok değişkenli grafik aşağıdakilerden oluşur:

1. Her bir panel, vida tasarımına ait bir faktörü temsil eder. Yeşil elmas, her faktör düzeyi için vida tasarımları temsil etmektedir.
2. Her bir panel, vida hızının her seviyesine tekabül eden bölümlere ayrılmıştır. Kırmızı kareler, her faktör düzeyinin araçlarını temsil etmektedir. Kırmızı kesik çizgi, faktör seviyesi araçlarını birbirine bağlar.

Panelin her bölümünde, sıcaklık faktörü için her seviye ortalamasına karşılık gelen mavi renkli sembol bulunur. Farklı simgeler, faktörün her bir seviyesini temsil eder. Mavi çizgi, faktör seviyesi araçlarını birbirine bağlar.



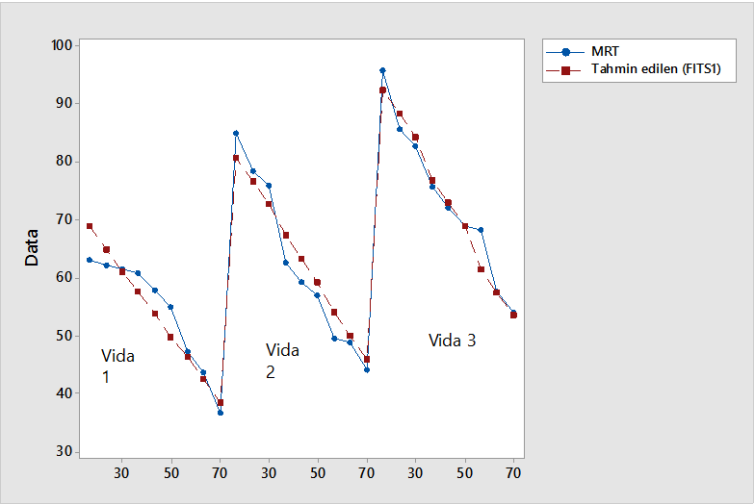
Şekil 4.74: EVA150W model malzemesi için proses değişkenlerinin çoklu değişken grafiği.

Şekil 4.74'de EVA150W model malzemesine ait MRT değerlerinin her bir vida ve vida hız değeri karşısında etkileşim değeri verilmektedir. Grafikte sol bölüm vida 1, orta bölüm vida 2 ve sağ bölüm ise vida 3 için MRT değerlerini göstermektedir. Vida 1 için soldaki bölüm incelendiğinde; sıcaklık artışı ile birlikte MRT değerinin azaldığı görülecektir. Yine bu bölümdeki MRT değişimi hız değişimi açısından incelendiğinde ise 30 rpm'den 70 rpm'e yükseldikçe MRT değeri azalmıştır. Ancak hız değeri 30 rpm civarından 50 rpm'e inerken kırmızı kesik çizginin eğiminin 50 rpm'den 70 rpm'e inen çizgiden nispeten daha dik olduğu görülmüştür.

Vida 2'nin MRT değerlerinin ortaya konduğu ikinci bölüm incelendiğinde ise sıcaklık değerlerinin hız değerlerine bağlı olarak 30 rpm'den 70 rpm'e yükseldikçe eğimin azaldığı 70 rpm'de ise sıcaklık değerlerin de sistemin ortaya koyduğu MRT değerlerinin birbirlerine oldukça yaklaştığı ve bu hız değeri için sıcaklığın etkisinin ortadan kalktığı görülmektedir. Ayrıca bu bölüm hız değerleri açısından incelendiğinde ise 30 rpm ile 50 rpm arasında daha dik bir eğim ilişkisi varken 50 rpm ile 70 rpm arasında eğimin azaldığı belirlenmiştir.

Vida 3'ün MRT değerlerinin ortaya konduğu üçüncü bölüm incelendiğinde ise sıcaklık değerlerinin hız değerlerine bağlı olarak 30 rpm'den 70 rpm'e yükseldikçe eğimin azaldığı görülmektedir. Ayrıca bu bölüm hız değerleri açısından incelendiğinde ise 30 rpm ile 50 rpm arasında daha dik bir eğim ilişkisi varken 50 rpm ile 70 rpm arasında eğimin azaldığı belirlenmiştir.

Sonuç olarak, grafik tüm proses işlemleri göz önüne alınarak incelendiğinde sistem üzerinde vida hızının daha oldukça etkin olduğu 70 rpm'de tüm vida sıcaklıklarının birbirine hemen hemen yakın olmasından anlaşılacaktır. Ayrıca EVA 150W model malzemesi için Vida 1 tasarımından elde edilen MRT değerlerinin diğer vida tasarımlarına göre daha küçük olduğu yeşil çizgiden anlaşılmaktadır.



Şekil 4.75: EVA150W model malzemesi için MRT ve tahmin edilen (FITS) değerlerinin karşılaştırılmalı gösterimi.

EVA150W model malzemesine ait MRT'ye ait Şekil 4.75'de gösterilen eğride gözlemlerin tolerans sınırının % 95'i olduğunu göstermektedir. Kabul değerleri her bir vida tasarımının üç sıcaklık değeri ve üç hız değeri arasında gerçekleşen ve aslında gerçekleşmesi gereken (FITS) değerleri ifade etmektedir. Burada temel performans seviyesinin bilinmesi, sistem için bir iyileştirme hedeflendiğinde potansiyel olarak hem maddi hem de iş gücü olarak avantajların hesaplanmasına yardımcı olacaktır. Grafik incelendiğinde hatanın en az Vida 1'de olduğu görülürken hatanı diğerlerine göre en çok Vida 1'de olduğun belirlenmiştir. Sapmaların özellikle vida hızının artmasıyla ortaya çıktığı ancak sıcaklık artışının da sapma üzerinde etkili olduğu görülmüştür.

4.5.1.3.EVA210W model malzemesi için full faktöriyel metodunun uygulanması

General full factorial metodu, deneysel ekstrüzyon çalışmasında her bir malzeme için 3 ayrı vida tasarımı, 3 farklı sıcaklık ve 3 farklı ekstrüzyon hızı için kullanılmıştır. Üç faktörün de üçer seviyesi ile yapılan deneyde uç noktalar dışında her bir faktöre ait birer adet merkez noktası da eklenmiştir ve toplam 27 deney yapılmasına karar verilmiştir (bkz: Şekil 4.76). Yapılan bu çalışmada vida tasarımının seçimine ilişkin bir çalışma yapılmamıştır. Bu çalışmada bu verilerin, proses performansının iyileştirilmesine yönelik kullanımı amaçlanmaktadır.

C1	C2	C3	C4	C5-T	C6	C7	C8
StdOrder	RunOrder	PtType	Blocks	Vida tasarımı	Sıcaklık	Vida hızı	MRT
1	1	1	1	Vida 1	65	30	71.425
2	2	1	1	Vida 1	65	50	45.124
3	3	1	1	Vida 1	65	70	37.319
4	4	1	1	Vida 1	75	30	65.729
5	5	1	1	Vida 1	75	50	44.472
6	6	1	1	Vida 1	75	70	32.529
7	7	1	1	Vida 1	85	30	61.978
8	8	1	1	Vida 1	85	50	40.849
9	9	1	1	Vida 1	85	70	28.219
10	10	1	1	Vida 2	65	30	77.034
11	11	1	1	Vida 2	65	50	49.895
12	12	1	1	Vida 2	65	70	38.475
13	13	1	1	Vida 2	75	30	74.329
14	14	1	1	Vida 2	75	50	47.031
15	15	1	1	Vida 2	75	70	32.078
16	16	1	1	Vida 2	85	30	72.974
17	17	1	1	Vida 2	85	50	40.277
18	18	1	1	Vida 2	85	70	31.607
19	19	1	1	Vida 3	65	30	88.664
20	20	1	1	Vida 3	65	50	55.003
21	21	1	1	Vida 3	65	70	38.566
22	22	1	1	Vida 3	75	30	77.140
23	23	1	1	Vida 3	75	50	46.852
24	24	1	1	Vida 3	75	70	33.069
25	25	1	1	Vida 3	85	30	73.933
26	26	1	1	Vida 3	85	50	41.004
27	27	1	1	Vida 3	85	70	31.614

Şekil 4.76: EVA210W model malzemesine ait çalışma için kullanılan deney tasarımı.

Minitab Paket Programı'yla elde edilen sonuçlara göre veriler analiz edilmiş olup başlangıçta elde edilecek modelin birinci dereceden olup olmadığı araştırılmıştır. Birinci dereceden yüzey modeli için tahmin edilen regresyon katsayıları ve Anova tablosu Şekil 4.77'de verilmiştir.

Deney Sonuçları Anaylze Factorial Design makrosu ile analiz edilip, model p değerlerine göre sadeleştirildiğinde; sıcaklık, vida hızı ve vida tasarımı ana etkilerinin çıktı üzerinde etkili oldukları görülmüştür. Ayrıca bunların ikili etkileşimlerinin yine çıktı üzerinde etkisi olduğu belirlenmiştir. Bunların yanı sıra kurduğumuz model toplam çıktıdeğişkenliğinin %99,07'sini açıklayabilmektedir.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Vida tasarımı	3	Vida 1, Vida 2, Vida 3
Sıcaklık	3	65, 75, 85
Vida hızı	3	30, 50, 70

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Model	10	8245.89	824.59	171.31	0.000
Linear	6	8126.80	1354.47	281.38	0.000
Vida tasarımı	2	191.76	95.88	19.92	0.000
Sıcaklık	2	352.84	176.42	36.65	0.000
Vida hızı	2	7582.20	3791.10	787.59	0.000
2-Way Interactions	4	119.09	29.77	6.19	0.003
Vida tasarımı*Vida hızı	4	119.09	29.77	6.19	0.003
Error	16	77.02	4.81		
Total	26	8322.91			

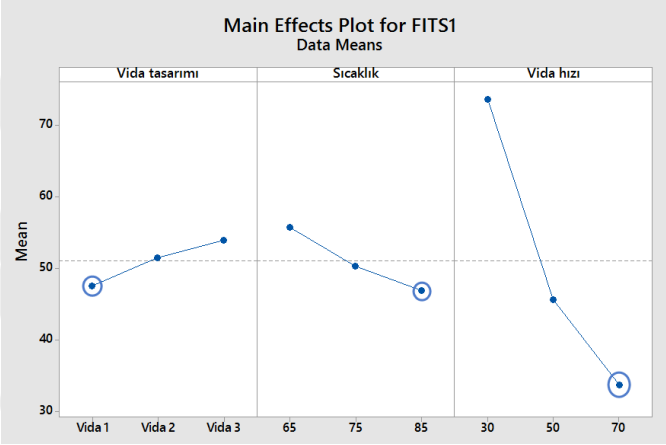
Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
2.19399	99.07%	98.50%	97.36%

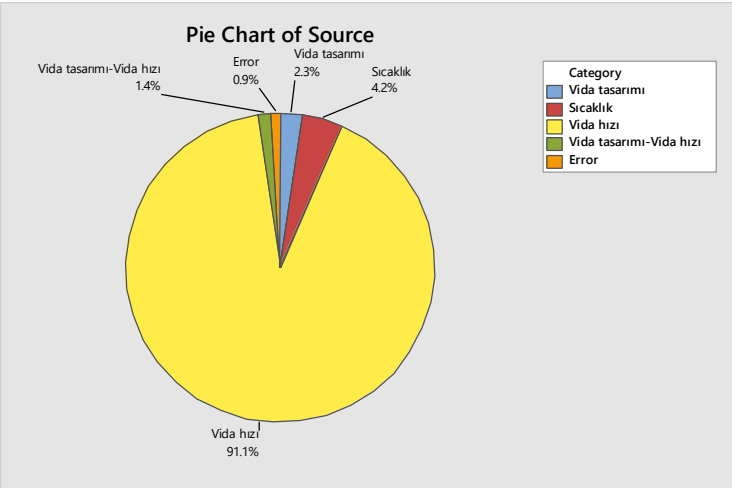
Şekil 4.77: EVA210W model malzemesi için tahmin edilen regresyon katsayıları ve Anova tablosu.

Ana etki grafiği ile etkili olduğu belirlenen faktörlerin, çıktı üzerinde etkisi incelenmiştir. Ana etki grafiği ile etkili olduğu belirlenen faktörlerin, çıktı üzerinde etkisi incelenmiştir. Prosesin çalışma koşullarına bağlı olarak ortalama kalma süresinin en küçük olduğu değerler en iyi çalışma koşulları olarak belirlenmiştir (bkz: Şekil 4.78). Bu da çalışmada minimum kalma süresi anlamına gelmektedir. Şekil 4.78'de vida hızının üçüncü seviyesinde (70 rpm) minimum kalma süresi görülmekteyken birinci seviyesinde (30 rpm) maksimum kalma süresi görülmüştür. Sıcaklığın üçüncü seviyesinde (85 °C) minimum kalma süresi, birinci seviyesinde (55 °C rpm) maksimum kalma süresi görülmüştür. Bu grafikten vida hızının ve sıcaklığın

artmasıyla MRT'de azalmanın sağlanacağı anlaşılmaktadır. Burada etkinin doğrusal olmadığı, yapılan ara ölçümler sayesinde belirlenmiştir. Vida hızı sonuç üzerinde daha güçlü bir etkiye sahiptir. Bu etki, hangi faktörün çıktı üzerinde daha etkili olduğu Şekil 4.79'de çizilen pasta grafiğinde ortaya konmuştur. Toplam değişkenlik üzerinde vida hızı %91,1, sıcaklık %4,2, vida tasarımı %2,3 etkilidir. İkili etkileşimler olan vida tasarımı-vida hızı etkisi %1,4 olup, diğer etkileşimlerin toplam değişkenlikteki payı %0,9 seviyesinde olduğu belirlenmiştir. Elde edilen bu değerlerden Vida hızının en etkin değer olduğu açıkça görülmektedir.



Şekil 4.78: EVA210W model malzemesi için vida tasarımı, vida hızı ve sıcaklık değişkenleri.

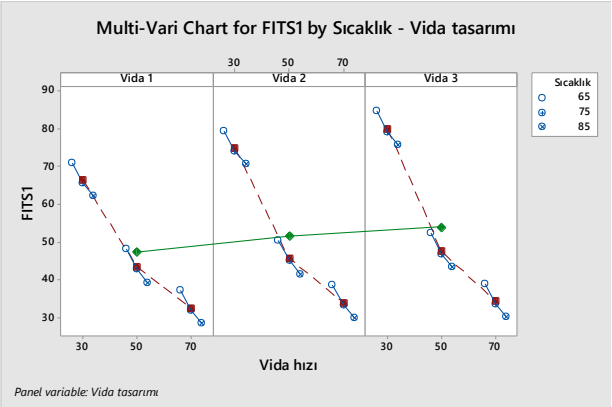


Şekil 4.79: EVA210W model malzemesine ait kullanılan deney için faktörlerin etki dağılımını gösteren pasta grafiği.

Çalışmada kullandığımız verilerimiz arasındaki etkileşimlere bakmak için çok değişkenli grafikler kullanılmıştır. Etkileşim, bir faktörün bir seviyesinden diğer bir seviyeye olan cevaptaki değişim, başka bir faktörün seviyesine bağlı olduğunda ortaya çıkar. Bir faktörün bir seviyesinden diğer bir seviyeye cevabın değişmesi başka bir faktörün seviyesine bağlı olduğu zaman sistem içerisinde bir etkileşim vardır. Çalışmamızda görülen bu etkileşimi test etmek için Şekil 4.80'da gösterilen grafik kullanılmıştır. Bu grafikte kullanılan faktörlerin (vida tasarımı, vida hızı ve sıcaklık) her biri üç seviyeye sahiptir. Çok değişkenli grafik aşağıdakilerden oluşur:

1. Her bir panel, vida tasarımına ait bir faktörü temsil eder. Yeşil elmas, her faktör düzeyi için vida tasarımları temsil etmektedir.
2. Her bir panel, vida hızının her seviyesine tekabül eden bölümlere ayrılmıştır. Kırmızı kareler, her faktör düzeyinin araçlarını temsil etmektedir. Kırmızı kesik çizgi, faktör seviyesi araçlarını birbirine bağlar.

Panelin her bölümünde, sıcaklık faktörü için her seviye ortalamasına karşılık gelen mavi renkli sembol bulunur. Farklı simgeler, faktörün her bir seviyesini temsil eder. Mavi çizgi, faktör seviyesi araçlarını birbirine bağlar.



Şekil 4.80: EVA210W model malzemesi için proses değişkenlerinin çoklu değişken grafiği.

Şekil 4.80'de EVA210W model malzemesine ait MRT değerlerinin her bir vida ve vida hız değeri karşısında etkileşim değeri verilmektedir. Grafikte sol bölüm vida 1, orta bölüm vida 2 ve sağ bölüm ise vida 3 için MRT değerlerini göstermektedir. Vida 1 için soldaki bölüm incelendiğinde; sıcaklık artışı ile birlikte MRT değerinin azaldığı görülecektir. Yine bu

bölümdeki MRT değişimi hız değişimi açısından incelendiğinde ise 30 rpm'den 70 rpm'e yükseldikçe MRT değeri azalmıştır. Ancak hız değeri 30 rpm civarından 50 rpm'e inerken kırmızı kesik çizginin eğiminin 50 rpm'den 70 rpm'e inen çizgiden nispeten daha dik olduğu görülmüştür.

Vida 2'nin MRT değerlerinin ortaya konduğu ikinci bölüm incelendiğinde ise sıcaklık değerlerinin hız değerlerine bağlı olarak 30 rpm'den 70 rpm'e yükseldikçe eğimin azaldığı 70 rpm'de ise sıcaklık değerlerin de sistemin ortaya koyduğu MRT değerlerinin birbirlerine oldukça yaklaştığı ve bu hız değeri için sıcaklığın etkisinin ortadan kalktığı görülmektedir. Ayrıca bu bölüm hız değerleri açısından incelendiğinde ise 30 rpm ile 50 rpm arasında daha dik bir eğim ilişkisi varken 50 rpm ile 70 rpm arasında eğimin azaldığı belirlenmiştir.

Vida 3'ün MRT değerlerinin ortaya konduğu üçüncü bölüm incelendiğinde ise sıcaklık değerlerinin hız değerlerine bağlı olarak 30 rpm'den 70 rpm'e yükseldikçe eğimin azaldığı görülmektedir. Ayrıca bu bölüm hız değerleri açısından incelendiğinde ise 30 rpm ile 50 rpm arasında daha dik bir eğim ilişkisi varken 50 rpm ile 70 rpm arasında eğimin azaldığı belirlenmiştir.

Sonuç olarak, grafik tüm proses işlemleri göz önüne alınarak incelendiğinde sistem üzerinde vida hızının daha oldukça etkin olduğu 70 rpm'de tüm vida sıcaklıklarının birbirine hemen hemen yakın olmasından anlaşılacaktır. Ayrıca EVA 210W model malzemesi için Vida 1 tasarımından elde edilen MRT değerlerinin diğer vida tasarımlarına göre daha küçük olduğu yeşil çizgiden anlaşılmaktadır.

4.5.2. Karışım Dizaynı (MIXTURE DESIGN) Metodu

Bir karışım içerisinde bileşenlerin toplamı sabit kalmak koşulu ile oranları/yüzdeleri değişirken çıktının nasıl etkilendiği inceleniyorsa Karışım dizaynı (MIXTURE DESIGN) deney tasarımı kullanılır. Her bir model malzeme için kullanmış olduğumuz vida setlerinin toplam uzunluğu sabit olup, aradaki farklı nitelikte bölgeler değiştirilerek optimum vida tasarımı elde edilmek istendiğinden, vida bölgelerinin uzunlukları, toplamı sabit bir karışımın bileşenleri olarak değerlendirilip, Şekil 4.81'de gösterildiği üzere karışım dizaynı yöntemi ile analiz edilmiştir.

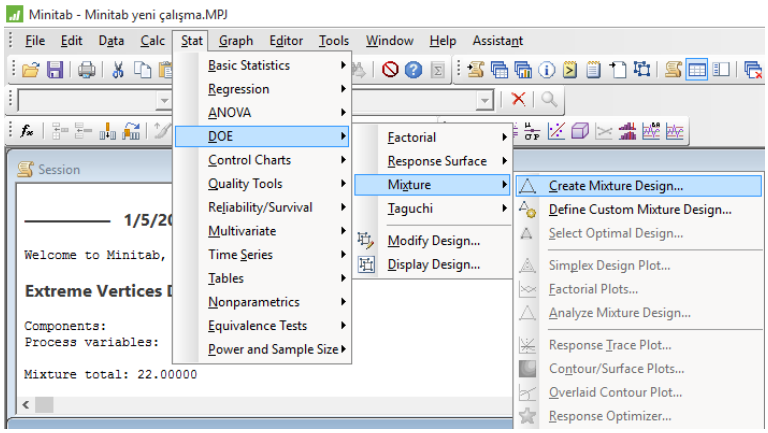
Yapılan çalışmada ortalama kalma süresi, erime mesafesi ve viskozite için üç ayrı çıktı değeri alınmıştır. Bu üç çıktı için de en iyi değerler ayrı ayrı analiz edilebilmektedir. Ancak en küçük MRT'yi veren faktör ayarları, en düşük erime mesafesini veya viskoziteyi veren faktör ayarlarından farklıdır. Bundan dolayı Minitab Paket Programı'nda Response Optimizer menüsünü kullanılarak, Sayısal Optimizasyon (Numerical Optimization) Metodu ile optimum çözüm bulunmuştur.

Elde edilen grafik üzerinden MRT, erime mesafesi (X/W=1) ve viskozite girdilerinin tanımladığımız hedefleri ne kadar karşıladığını değerlendirebilmek amacıyla ilk olarak her bir yanıtın bağımsız istenilirlik (individual desirability, d) kontrol edilmiştir. Ardından tek bir yanıtın nasıl optimize edildiği incelenir ve bileşik istenilirlik (composite desirability, D)toplu olarak yanıtların nasıl optimize edildiği değerlendirilmiş veelde edilen optimal çözüm başlangıç olarak verilmiştir. Bu optimizasyon grafiği, üzerinde hassasiyet analizi yapmak ve muhtemel çözümleri geliştirmek için değişkenlerin interaktif olarak düzeltilmesine olanak sağlar.

Bağımsız istenilirlik (d), 0 (en düşük) ile 1 (en yüksek) arasında değişir ve Optimize edilecek çıktı için kabul edilebilir değer aralığını tanımlar. Optimum çözümün, çıktı için belirlenen hedefi ne kadar gerçekleştirdiğinin göstergesidir. Toplam istenilirlik veya bileşik istenilirlik *(composite desirability)* (D), bağımsız istenilirliklerin *(individual desirability)* (d) geometrik ortalamasıdır ve 0 ile 1 arasında değişir:

$$\boldsymbol{D} = (\boldsymbol{d_1 x d_2 x \dots x d_n})^{\boldsymbol{1/n}} = (\prod_{\boldsymbol{i=1}}^{\boldsymbol{n}} \boldsymbol{d})^{\frac{\boldsymbol{1}}{\boldsymbol{n}}} \tag{4.5}$$

Çıktılardan herhangi biri istenilirlik aralığının dışına düşerse, yani d=0 olursa, bileşik fonksiyon da sıfıra eşit olacaktır. Optimizasyon sağlanamaz. Sayısal optimizasyon, tüm çıktıların hedeflerine göre kabul edilebilir değerlerinin sağlandığı (bağımsız istenilirlik 1'e yakın) en uygun faktör ayarlarına ulaşır, bu durumda bileşik istenilirlik en yüksek değerinde olacaktır.



Şekil 4.81: Mixture Design tasarım programının seçilmesi.

4.5.2.1.EVA 40W model malzemesi için full faktöriyel metodunun uygulanması

Vida seti 1

EVA 40W model malzemesi için Bölüm 4.5.1.1'de belirlenen en uygun çalışma şartlarında (sıcaklık: 65°C ve 75 °C, vida hızı: 50 rpm ve 70 rpm)optimum vida tasarımını bulmak içinŞekil 4.82 ve Şekil 4.83'de gösterilen 3 faktörlü 2 seviyeli toplam 12 adet deney tasarlanmıştır. EVA 40W model malzemesinin kullanıldığı vida seti 1 için deney setine ait çıktı değeri olarak ekstruder sisteminin performansının önemli değerleri olan Bölüm 4.3.1'den elde edilen MRT değerleri, Bölüm 4.4'den elde edilen erime mesafeleri (X/W=1) ve Bölüm 4.2.3.3'den elde edilen viskozite verileri kullanılmıştır. Ancak viskozite değeri olarak malzemenin tam olarak eridiği aktarma bölümündeki değerler dikkate alınmıştır.

Vida set 1'e ait model kurulurken bu set içerisinde sabit tutulan erime bölgesi uzunluğu (7D) haricinde kalan 22D'lik hatve uzunluğu içerisinde katı taşıma ve aktarma bölgesi bölgesi için her bir bölgeye ait alt ve üst hatve uzunluk değerleri programa girilmiş ardından EVA 40W model malzemesi için proses değişkenleri belirlenmiştir (bkz: Şekil 4.82). Vida konfigürasyonları için gerekli model kurulup çıktı değerlerinin girilmesinin ardından konu üzerinde hem teorik hem de pratik olarak uzman olan Prof.Dr. İsmail AYDIN'dan proses koşullarına bağlı olarak sistem içerisinde MRT, erime mesafesi ve viskozite değerleri için olması gereken en düşük, hedef ve en üst değer olarak Şekil 4.84'de gösterilen sınır koşullarının alınmasına karar verilmiştir.

Create Mixture Design: Components

Total Mixture Amount

Single total: 22

Multiple totals (up to 5):

Component Bounds Specified in Amount

(lower and upper are for the first total, if you specified more than one)

Component	Name	Lower	Upper
A	Katı taşıma	11	15
B	Aktarma	7	11

Create Mixture Design: Process Variables

Process Variables

None

Number: 2

Type of design: Full factorial

Fraction number: 1

Process Variable	Name	Type	Low	High
X1	Sıcaklık	Numeric	65	75
X2	Vida hızı	Numeric	50	70

Şekil 4.82: EVA 40W Vida set 1 için bileşen ve proses değişkenlerin girilmesi.

```
Welcome to Minitab, press F1 for help.
```

Extreme Vertices Design

```
Components:          2  Design points:  12
Process variables:   2  Design degree:   1

Mixture total: 22.00000
```

Worksheet 1 ***

↓	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10	C11
	StdOrder	RunOrder	PtType	Blocks	Katı taşıma	Aktarma	Vida hızı	Sıcaklık	MRT	Erime	Viskozite
1	1	1	1	1	11	11	50	65	69.07	10	4672
2	2	2	1	1	15	7	50	65	79.45	11	4672
3	3	3	0	1	13	9	50	65	73.59	11	4672
4	4	4	1	1	11	11	70	65	51.99	9	3899
5	5	5	1	1	15	7	70	65	51.32	11	3899
6	6	6	0	1	13	9	70	65	57.24	11	3899
7	7	7	1	1	11	11	50	75	57.91	10	2941
8	8	8	1	1	15	7	50	75	78.84	8	2941
9	9	9	0	1	13	9	50	75	65.29	10	2941
10	10	10	1	1	11	11	70	75	47.41	10	2484
11	11	11	1	1	15	7	70	75	51.01	9	2484
12	12	12	0	1	13	9	70	75	52.49	11	2484

Şekil 4.83: EVA 40W model malzemesi Vida seti 1 için tasarlanan deney seti.

Response Optimizer: Setup

Response	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Importance
C9 MRT	Minimize		40	79.45	1	1
C10 Erime	Minimize		8	12	1	1
C11 Viskozite	Maximize	1000	3500		1	1

Şekil 4.84: EVA 40W model malzemesi Vida seti 1 için MRT ve Erime için hedef değerlerin belirlenmesi.

Response Optimization

Parameters

	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Import
MRT	Minimum	40	40	79.45	1	1
Erime	Minimum	8	8	12.00	1	1
Viskozite	Maximum	1000	3500	3500.00	1	1

Global Solution

Components

Katı taşıma = 11
Aktarma = 11

Process Variables

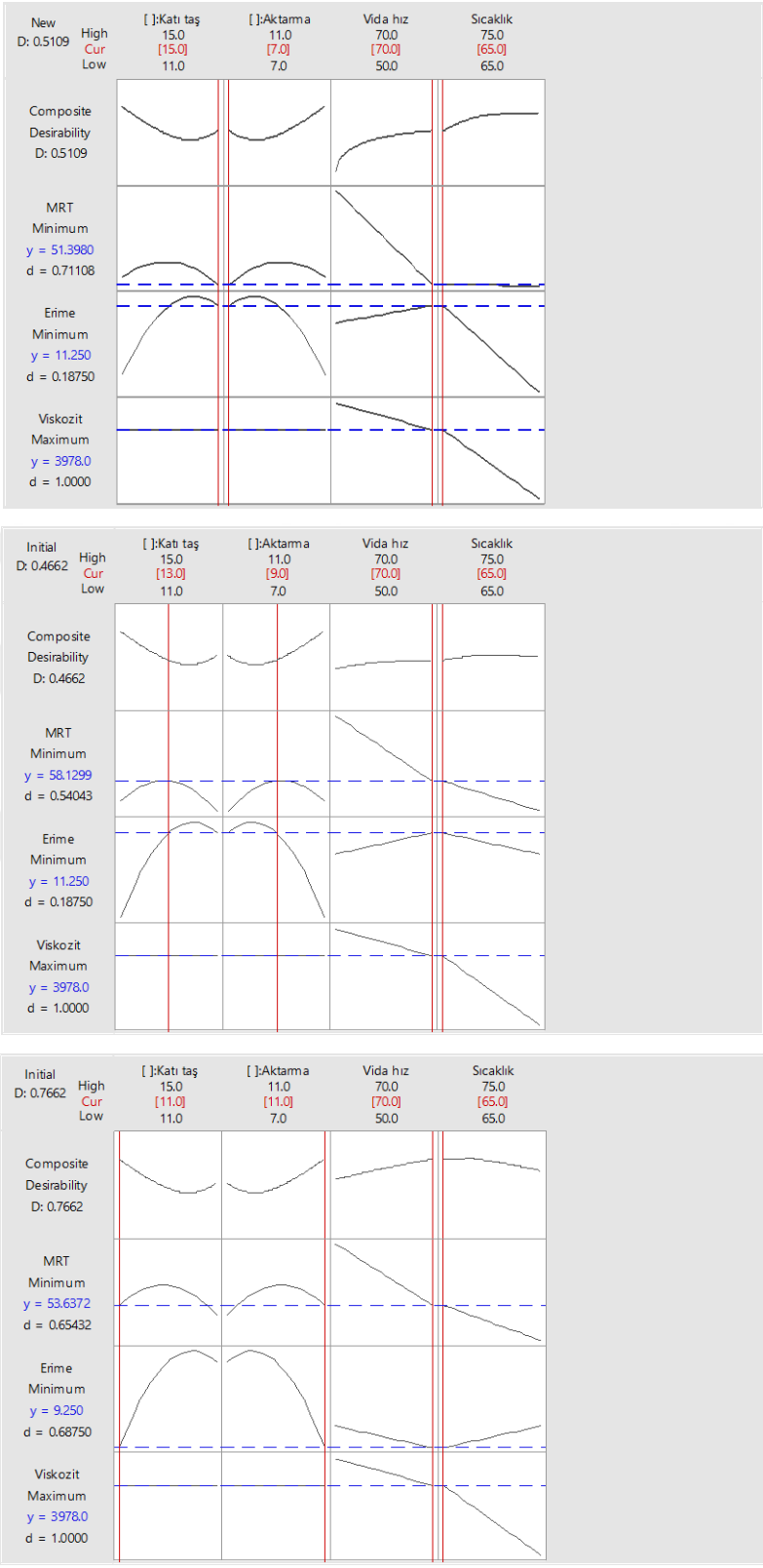
Vida hızı = 70
Sıcaklık = 65

Predicted Responses

MRT = 53.64 , desirability = 0.654317
Erime = 9.25 , desirability = 0.687500
Viskozite = 3978.00 , desirability = 1.000000

Composite Desirability = 0.766220

Şekil 4.85: EVA 40W model malzemesi Vida seti 1 için response optimizer değerleri.



Şekil 4.86: EVA 40W model malzemesi Vida seti 1 için response optimizer grafikleri a) Vida 1, b) Vida 2 c) Vida 3.

Şekil 4.85'de MRT, erime mesafesi ve viskozite yanıtlarının ortaklaşa optimize edildiği ve girdi değişkeni olarak sıcaklık ile vida hızının kombinasyonunu tanımlamanıza yardımcı olması için yanıt optimizasyonu (response optimizer) verilmiştir. Burada Minitab Paket Programı en uygun çözümü ortaya koymuştur. Vida tasarımı olarak katı taşıma bölümünün 11D ve aktarma bölümünün 11D olduğu Vida 3 tercih edilmiştir. Proses koşulları olarak ise sıcaklığın 65°C ve vida hızının 70 rpm olduğu şartlar optimizasyon için kabul edilmiştir.

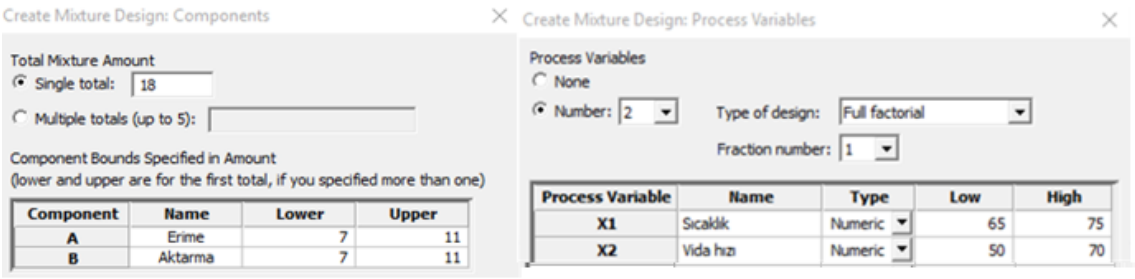
Şekil 4.86 sırasıyla incelendiğinde ilk grafik vida 1'in optimizasyonu için elde edilen grafiktir. Vida 1'in 65 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,51, 0,19 ve 1.0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,51 olarak elde edilmiştir. Vida 2'in 65 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,54, 0,19 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,47 olarak elde edilmiştir. Vida 3'ün 65 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,65, 0,69 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,77 olarak elde edilmiştir.

Sonuç olarak, optimizasyon yapıldığında MRT ve erime noktası açısından en uygun vidanın aynı erime bölgesi uzunluğuna sahip (7D) vidalar arasında belirlenen sınırlar çerçevesinde "**Vida 3**" olduğu belirlenmiştir (bkz: Şekil 4.85).

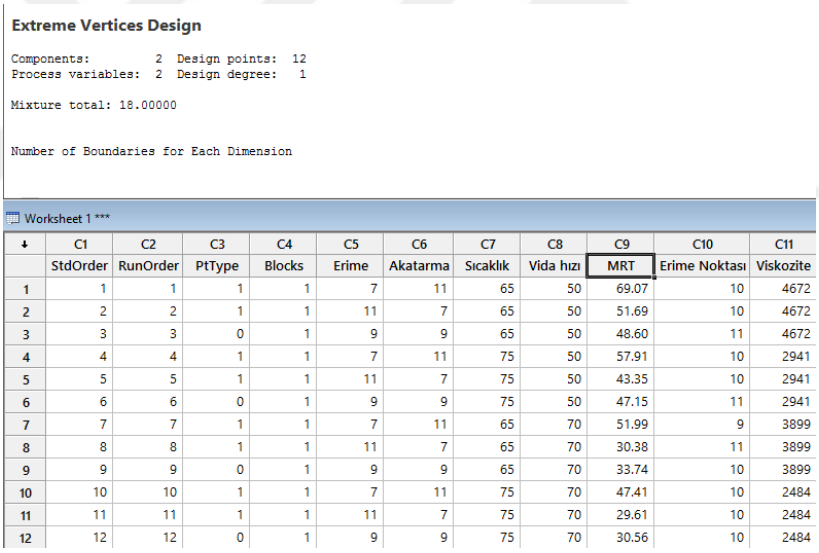
Vida seti 2

EVA 40W model malzemesi için Bölüm 4.5.1.1'de belirlenen en uygun çalışma şartlarında (sıcaklık: 65°C ve 75 °C, vida hızı: 50 rpm ve 70 rpm) optimum vida tasarımını bulmak için Şekil 4.88'de gösterilen 3 faktörlü 2 seviyeli toplam 12 adet deney tasarlanmıştır. EVA 40W model malzemesinin kullanıldığı vida seti 2 deney setine ait çıktı değeri olarak ekstruder sisteminin performansının önemli değerleri olan Bölüm 4.3.1'den elde edilen MRT değerleri, Bölüm 4.4'den elde edilen erime mesafeleri (X/W=1) ve Bölüm 4.2.3.3'den elde edilen Viskozite verileri kullanılmıştır. Ancak viskozite değeri olarak malzemenin tam olarak eridiği aktarma bölümündeki değerler dikkate alınmıştır.

Vida set 2'ye ait model kurulurken bu set içerisinde sabit tutulan katı taşıma bölgesi uzunluğu (11D) haricinde kalan 18D'lik hatve uzunluğu içerisinde erime ve aktarma bölgesi bölgesi için her bir bölgeye ait alt ve üst hatve uzunluk değerleri verilir. Ardından EVA 40W model malzemesi için proses değişkenleri girilir (bkz: Şekil 4.87).



Şekil 4.87: EVA 40W Vida set 2 için bileşen ve proses değişkenlerin girilmesi.



Extreme Vertices Design

```
Components:         2  Design points:  12
Process variables:  2  Design degree:   1

Mixture total: 18.00000


Number of Boundaries for Each Dimension
```

Worksheet 1 ***

↓	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10	C11
	StdOrder	RunOrder	PtType	Blocks	Erime	Akatarma	Sıcaklık	Vida hızı	MRT	Erime Noktası	Viskozite
1	1	1	1	1	7	11	65	50	69.07	10	4672
2	2	2	1	1	11	7	65	50	51.69	10	4672
3	3	3	0	1	9	9	65	50	48.60	11	4672
4	4	4	1	1	7	11	75	50	57.91	10	2941
5	5	5	1	1	11	7	75	50	43.35	10	2941
6	6	6	0	1	9	9	75	50	47.15	11	2941
7	7	7	1	1	7	11	65	70	51.99	9	3899
8	8	8	1	1	11	7	65	70	30.38	11	3899
9	9	9	0	1	9	9	65	70	33.74	10	3899
10	10	10	1	1	7	11	75	70	47.41	10	2484
11	11	11	1	1	11	7	75	70	29.61	10	2484
12	12	12	0	1	9	9	75	70	30.56	10	2484

Şekil 4.88: EVA 40W model malzemesi vida seti 2 için tasarlanan deney seti.

Vida setleri için gerekli model kurulup çıktı değerlerinin girilmesinin ardından konu üzerinde hem teorik hem de pratik olarak uzman olan Prof.Dr. İsmail AYDIN'dan proses koşullarına bağlı olarak sistem içerisinde MRT, erime noktası ve viskozite değerleri için olması gereken en düşük, hedef ve en üst değer olarak Şekil 4.89'da gösterilen sınır koşullarında alınmasına karar verilmiştir.

Response Optimizer: Setup

Response	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Importance
C9 MRT	Minimize		25	69.07	1	1
C10 Erime Noktası	Minimize		8	11	1	1
C11 Viskozite	Maximize	1000	3500		1	1

Şekil 4.89: EVA 40W model malzemesi Vida seti 2 için MRT, erime ve viskozite için hedef değerlerin belirlenmesi.

Response Optimization

Parameters

	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Import
MRT	Minimum	25	25	69.07	1	1
Erime Noktas	Minimum	8	8	11.00	1	1
Viskozite	Maximum	1000	3500	3500.00	1	1

Global Solution

Components

Erime = 8.25253
Akatarma = 9.74747

Process Variables

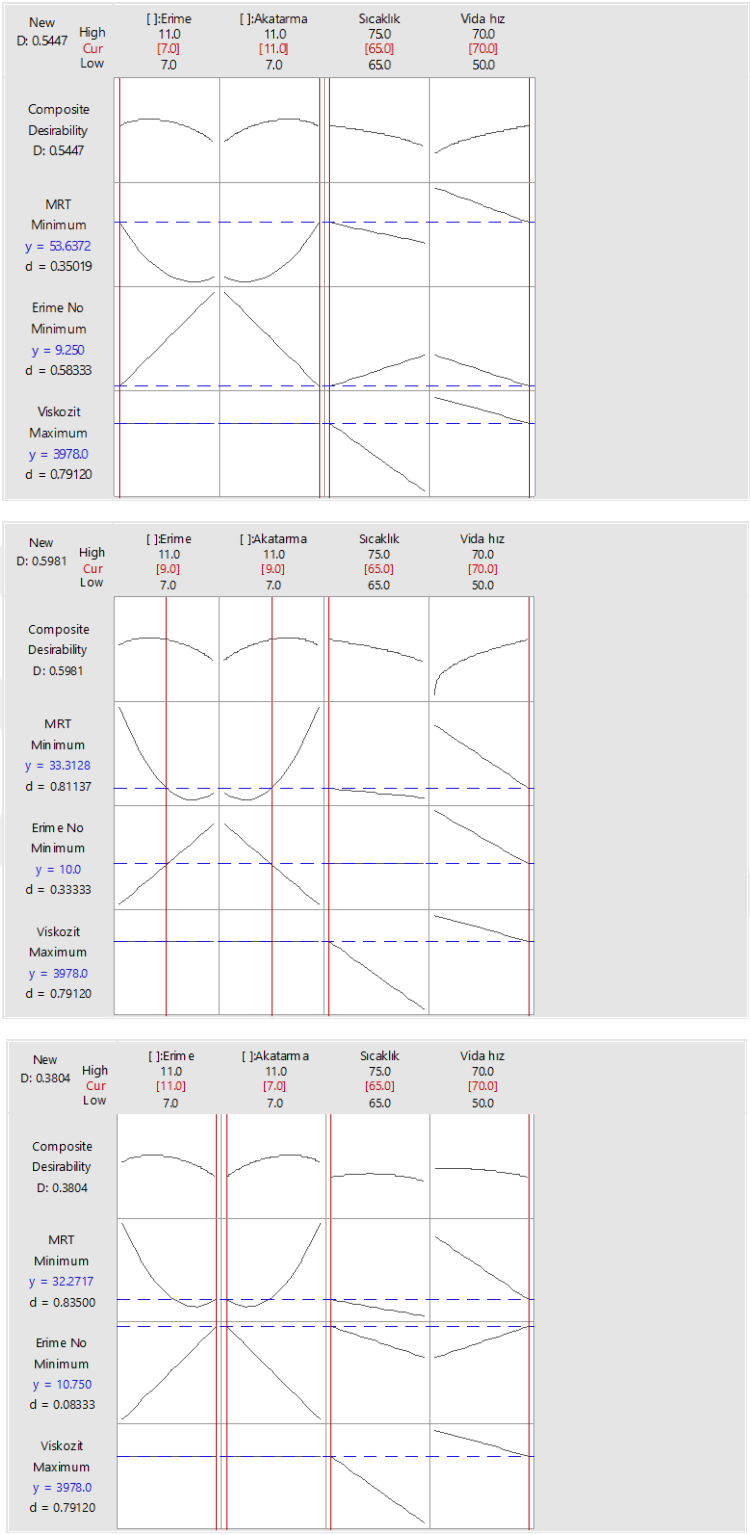
Sıcaklık = 65
Vida hızı = 70

Predicted Responses

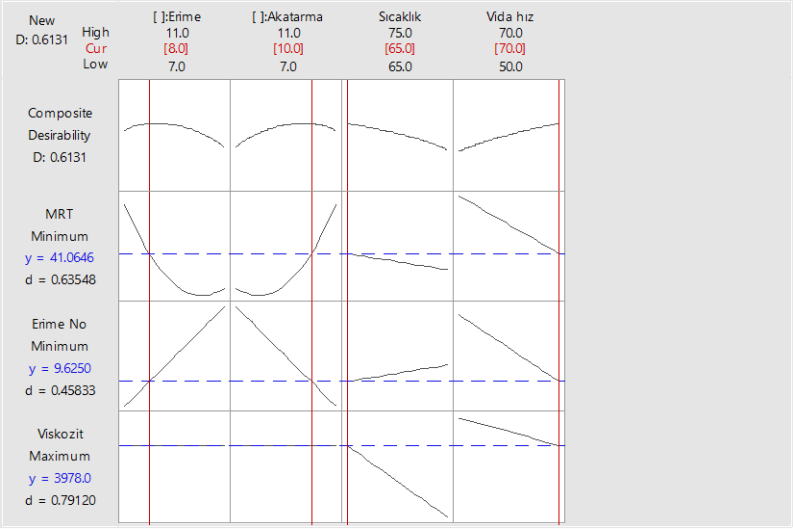
MRT = 38.65 , desirability = 0.690218
Erime Noktas = 9.72 , desirability = 0.426768
Viskozite = 3978.00 , desirability = 0.791200

Composite Desirability = 0.615396

Şekil 4.90: EVA 40W model malzemesi Vida seti 2 için response optimizer değerleri.



Şekil 4.91: EVA 40W model malzemesi Vida seti 2 için response optimizer grafikleri a) Vida 3, b) Vida 4 c) Vida 5.



Şekil 4.92: EVA 40W model malzemesi Vida seti 2 için response optimizer tarafından önerilen vida tasarımı.

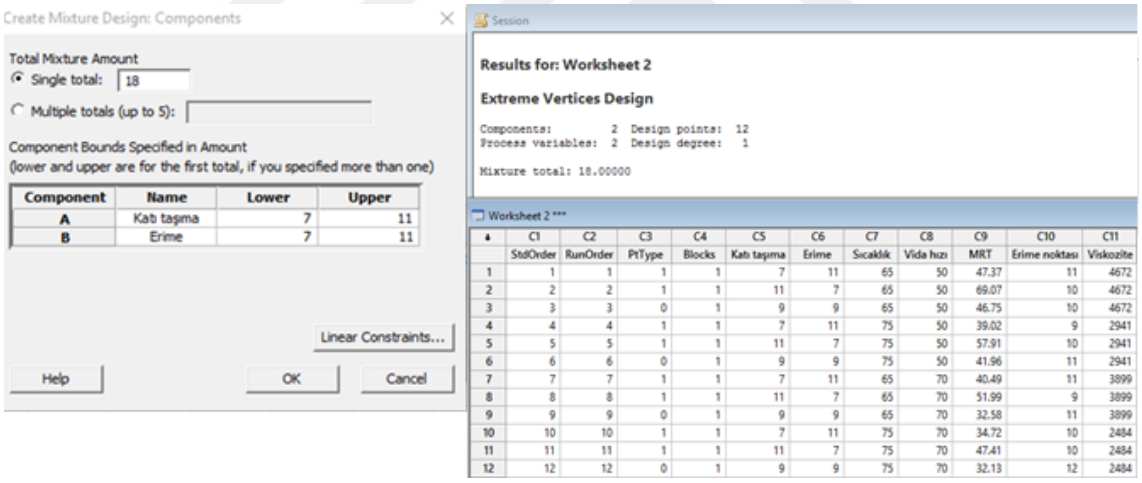
Şekil 4.92 sırasıyla incelendiğinde ilk grafik vida 3'in optimizasyonu için elde edilen grafiktir. Vida 3'ün 65 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,35, 0,58 ve 079 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,54 olarak elde edilmiştir. Vida 4'ün 65 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,81, 0,33 ve 0,79 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,60 olarak elde edilmiştir. Vida 5'ün 65 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,83, 0,08 ve 0,79 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,38 olarak elde edilmiştir.

Sonuç olarak, optimizasyon yapıldığında MRT ve erime noktası açısından en uygun vidanın aynı katı taşıma bölgesi uzunluğuna sahip (11D) vidalar arasında belirlenen sınırlar çerçevesinde Vida 4 olduğu belirlenmiştir. Ancak girilen sınır şartlar için sistemin önerdiği vida tasarımı ise Şekil 4.90 ve Şekil 4.92'da görüleceği üzere katı taşıma bölgesinin 11D, erime bölgesinin 8D ve aktarma bölgesinin 10D olduğu vidadır. Bu tasarım için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,63, 0,45 ve 0,79 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,61 olarak elde edilmiştir. Bunun yanı sıra çalışma koşulu olarak sistem sıcaklığın 65 °C ve vida hızının 70 rpm olmasını öngörmektedir.

Vida seti 3

EVA 40W model malzemesi için Bölüm 4.5.1.1'de belirlenen en uygun çalışma şartlarında (sıcaklık: 65°C ve 75 °C, vida hızı: 50 rpm ve 70 rpm) optimum vida tasarımını bulmak için Şekil 4.93'de gösterilen 3 faktörlü 2 seviyeli toplam 12 adet deney tasarlanmıştır. EVA 40W model malzemesinin kullanıldığı vida seti 3, deney setine ait çıktı değeri olarak ekstruder sisteminin performansının önemli değerleri olan Bölüm 4.3.1'den elde edilen MRT değerleri, Bölüm 4.4'den elde edilen erime mesafeleri (X/W=1) ve Bölüm 4.2.3.3'den elde edilen viskozite verileri kullanılmıştır. Ancak viskozite değeri olarak malzemenin tam olarak eridiği aktarma bölümündeki değerler dikkate alınmıştır.

Vida set 3'e ait model kurulurken bu set içerisinde sabit tutulan aktarma bölgesi uzunluğu (11D) haricinde kalan 18D'lik hatve uzunluğu içerisinde katı taşıma ve erime bölgesi için her bir bölgeye ait alt ve üst hatve uzunluk değerleri verilir. Ardından EVA 40W model malzemesi için proses değişkenleri girilir (bkz: Şekil 4.93).



	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10	C11
	StdOrder	RunOrder	PtType	Blocks	Katı taşıma	Erime	Sıcaklık	Vida hızı	MRT	Erime noktası	Viskozite
1	1	1	1	1	7	11	65	50	47.37	11	4672
2	2	2	1	1	11	7	65	50	69.07	10	4672
3	3	3	0	1	9	9	65	50	46.75	10	4672
4	4	4	1	1	7	11	75	50	39.02	9	2941
5	5	5	1	1	11	7	75	50	57.91	10	2941
6	6	6	0	1	9	9	75	50	41.96	11	2941
7	7	7	1	1	7	11	65	70	40.49	11	3899
8	8	8	1	1	11	7	65	70	51.99	9	3899
9	9	9	0	1	9	9	65	70	32.58	11	3899
10	10	10	1	1	7	11	75	70	34.72	10	2484
11	11	11	1	1	11	7	75	70	47.41	10	2484
12	12	12	0	1	9	9	75	70	32.13	12	2484

Şekil 4.93: EVA 40W model malzemesi vida seti 3 için tasarlanan deney seti.

Vida setleri için gerekli model kurulup çıktı değerlerinin girilmesinin ardından konu üzerinde hem teorik hem de pratik olarak uzman olan Prof.Dr. İsmail AYDIN'dan proses koşullarına bağlı olarak sistem içerisinde MRT, erime mesafesi ve viskozite değerleri için olması gereken en düşük, hedef ve en üst değer olarak Şekil 4.94'de gösterilen sınır koşullarının alınmasına karar verilmiştir.

Response Optimizer: Setup

Response	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Importance
C9 MRT	Minimize		30	69.07	1	1
C10 Erime noktası	Minimize		8	12	1	1
C11 Viskozite	Maximize	1000	3500		1	1

Şekil 4.94: EVA 40W model malzemesi Vida seti 3 için MRT ve Erime için hedef değerlerin belirlenmesi.

Response Optimization

Parameters

	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Import
MRT	Minimum	30	30	69.07	1	1
Erime noktas	Minimum	8	8	12.00	1	1
Viskozite	Maximum	1000	3500	3500.00	1	1

Global Solution

Components

Katı taşıma = 10.3535
Erime = 7.64646

Process Variables

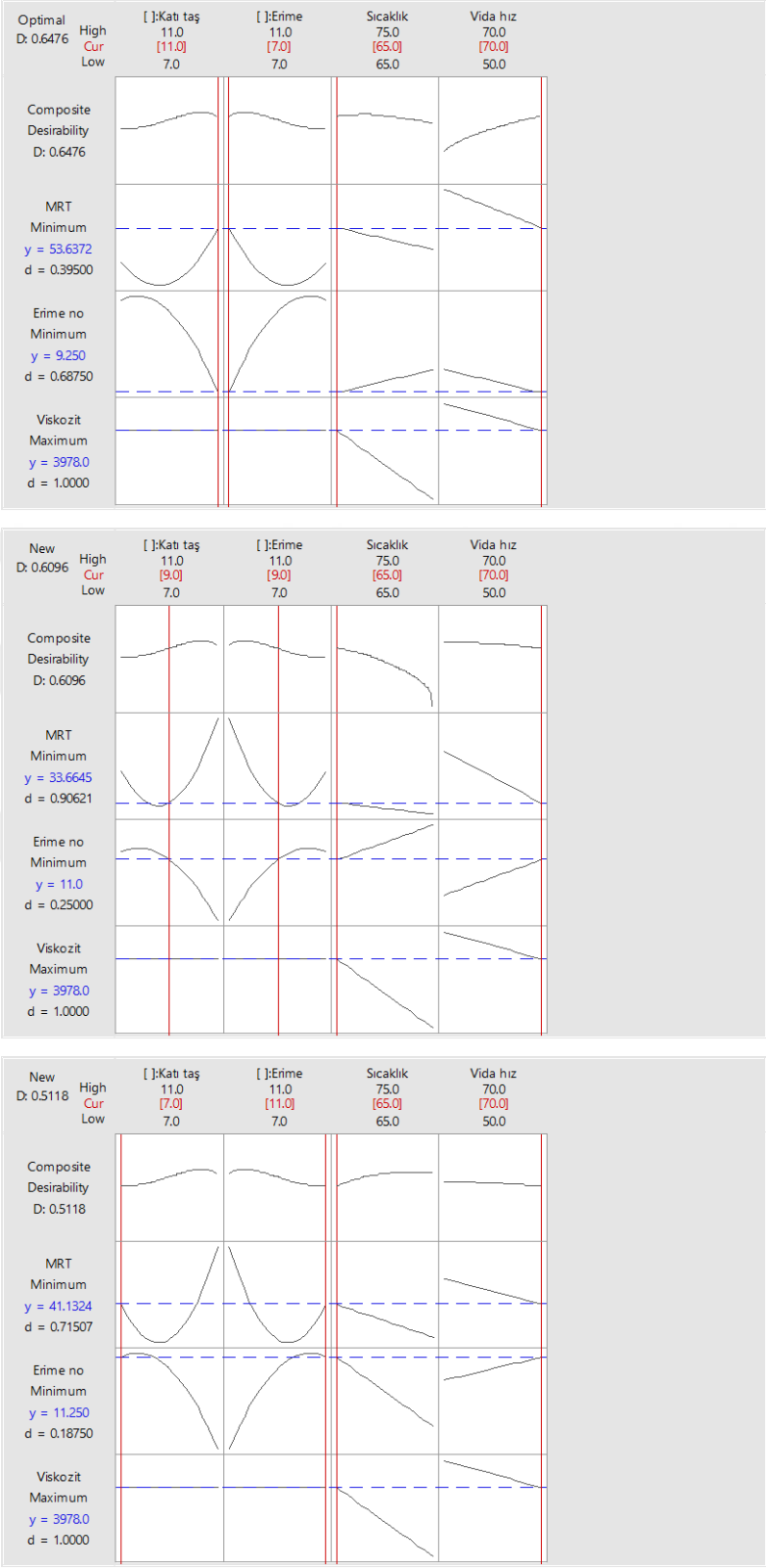
Sıcaklık = 65
Vida hızı = 70

Predicted Responses

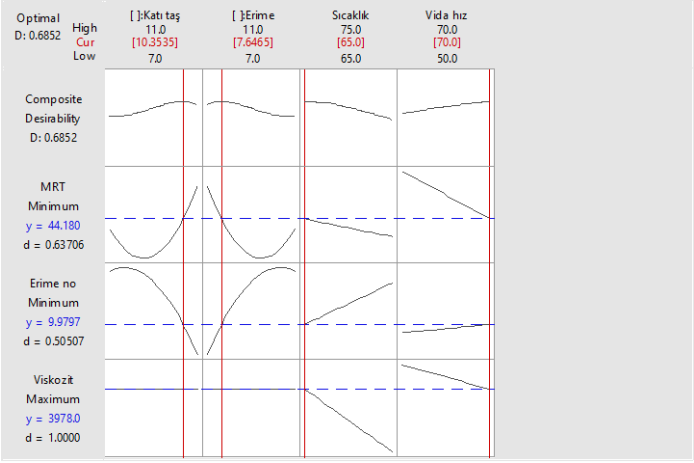
MRT = 44.18 , desirability = 0.637062
Erime noktas = 9.98 , desirability = 0.505070
Viskozite = 3978.00 , desirability = 1.000000

Composite Desirability = 0.685242

Şekil 4.95: EVA 40W model malzemesi Vida seti 3 için response optimizer değerleri.



Şekil 4.96: EVA 40W model malzemesi Vida seti 3 için response optimizer grafikleri a) Vida 3, b) Vida 6 c) Vida 7.



Şekil 4.97: EVA 40W model malzemesi Vida seti 3 için response optimizer tarafından önerilen vida tasarımı.

Şekil 4.95'de MRT, erime mesafesi ve viskozite yanıtlarının ortaklaşa optimize edildiği ve girdi değişkeni olarak sıcaklık ile vida hızının kombinasyonunu tanımlamanıza yardımcı olması için yanıt optimizasyonu (response optimizer) kullanılmıştır. Burada Minitab Paket Programı en uygun çözümü ortaya koymuştur. Vida tasarımı olarak katı taşıma bölümünün 9D ve erime bölümünün 9D olduğu Vida 6 tercih edilmiştir. Proses koşulları olarak ise sıcaklığın 65°C ve vida hızının 70 rpm olduğu şartlar optimizasyon için kabul edilmiştir.

Şekil 4.96 sırasıyla incelendiğinde ilk grafik vida 3'ün optimizasyonu için elde edilen grafiktir. Vida 3'ün 65 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,4, 0,69 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,65 olarak elde edilmiştir. Vida 6'nın 65 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,90, 0,29 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,61 olarak elde edilmiştir. Vida 7'nin 65 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,71, 0,19 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,51 olarak elde edilmiştir.

Sonuç olarak, optimizasyon yapıldığında MRT, erime mesafesi ve viskozite değerleri açısından en uygun vidanın aynı aktarma bölgesi uzunluğuna sahip (11D) vidalar arasında belirlenen sınırlar çerçevesinde Vida 3 olduğu belirlenmiştir. Ancak girilen sınır şartlar için sistemin önerdiği vida tasarımı ise Şekil 4.95 ve Şekil 4.97'de görüleceği üzere katı taşıma bölgesinin

10D, erime bölgesinin 8D ve aktarma bölgesinin 10D olduğu vidadır. Bu tasarım için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,63, 0,51 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,69 olarak elde edilmiştir. Bunun yanı sıra çalışma koşulu olarak sistem sıcaklığın 65 °C ve vida hızının 70 rpm olmasını öngörmektedir.

EVA 40W malzemesi için çalışılan tüm vidalar değerlendirildiğinde ise çalışılan vida tasarımları içerisinde en uygun vidanın Vida 3 olduğu öngörülürken çalışma şartları sıcaklık 65°C ve vida hızı 70 rpm olarak öngörülmüştür. Ancak kullanılan program tarafından çalışılan laboratuvar boyutlu extruder için en uygun vida tasarımının katı taşıma bölgesinin 10D, erime bölgesinin 8D ve aktarma bölgesinin 11D olduğu vida kofigürasyonu program tarafından belirlenmiştir.

4.5.2.2.EVA150W model malzemesi için full faktöriyel metodunun uygulanması

Vida seti 1

EVA 150W model malzemesi için Bölüm 4.5.1.2'de belirlenen en uygun çalışma şartlarında (sıcaklık: 85°C ve 95 °C, vida hızı: 50 rpm ve 70 rpm) optimum vida tasarımını bulmak için Şekil 4.99'de gösterilen 3 faktörlü 2 seviyeli toplam 12 adet deney tasarlanmıştır. EVA 150W model malzemesinin kullanıldığı vida seti 1 için deney setine ait çıktı değeri olarak ekstruder sisteminin performansının önemli değerleri olan Bölüm 4.3.2'den elde edilen MRT değerleri, Bölüm 4.4'den elde edilen erime mesafesi (X/W=1) ve Bölüm 4.2.3.3'dan elde edilen viskozite verileri kullanılmıştır. Ancak viskozite değeri olarak malzemenin tam olarak eridiği aktarma bölümündeki değerler dikkate alınmıştır.

Vida set 1'e ait model kurulurken bu set içerisinde sabit tutulan erime bölgesi uzunluğu (7D) haricinde kalan 22D'lik hatve uzunluğu içerisinde katı taşıma ve aktarma bölgesi bölgesi için her bir bölgeye ait alt ve üst hatve uzunluk değerleri programa girilmiştir ardından EVA 150W model malzemesi için proses değişkenleri belirlenmiştir (bkz: Şekil 4.98).

Create Mixture Design: Components

Total Mixture Amount

Single total: 22

Multiple totals (up to 5):

Component Bounds Specified in Amount
(lower and upper are for the first total, if you specified more than one)

Component	Name	Lower	Upper
A	Katı taşıma	11	15
B	Aktarma	7	11

Create Mixture Design: Process Variables

Process Variables

None

Number: 2

Type of design: Full factorial

Fraction number: 1

Process Variable	Name	Type	Low	High
X1	Sıcaklık	Numeric	85	95
X2	Vida hızı	Numeric	50	70

Şekil 4.98: EVA 150W Vida set 1 için bileşen ve proses değişkenlerin girilmesi.

Vida konfigürasyonları için gerekli model kurulup çıktı değerlerinin girilmesinin ardından konu üzerinde hem teorik hem de pratik olarak uzman olan Prof.Dr. İsmail AYDIN'dan proses koşullarına bağlı olarak sistem içerisinde MRT, erime mesafesi ve viskozite değerleri için olması gereken en düşük, hedef ve en üst değer olarak Şekil 4.100'de gösterilen sınır koşullarında alınmasına karar verilmiştir.

Response Optimization

Parameters

	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Import
MRT	Minimum	40	40	60	1	1
Erime	Minimum	8	8	11	1	1
Viskozite	Minimum	2000	2000	2500	1	1

Global Solution

Components

Worksheet 1 ***

↓	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10	C11
	StdOrder	RunOrder	PtType	Blocks	Katı taşıma	Aktarma	Sıcaklık	Vida hızı	MRT	Erime	Viskozite
1	1	1	1	1	11	11	85	50	58.6	10	2070
2	2	2	1	1	15	7	85	50	60.8	10	2070
3	3	3	0	1	13	9	85	50	57.1	11	2070
4	4	4	1	1	11	11	95	50	52.8	9	1751
5	5	5	1	1	15	7	95	50	54.9	9	1751
6	6	6	0	1	13	9	95	50	59.1	10	1751
7	7	7	1	1	11	11	85	70	45.7	10	1755
8	8	8	1	1	15	7	85	70	43.7	11	1755
9	9	9	0	1	13	9	85	70	47.6	10	1755
10	10	10	1	1	11	11	95	70	39.3	9	1474
11	11	11	1	1	15	7	95	70	40.1	10	1474
12	12	12	0	1	13	9	95	70	38.7	9	1474

Şekil 4.99: EVA 150W model malzemesi Vida seti 1 için tasarlanan deney seti.

Response Optimizer: Setup

Response	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Importance
C9 MRT	Minimize		40	60	1	1
C10 Erime	Minimize		8	11	1	1
C11 Viskozite	Minimize	1400	2000	2500	1	1

Şekil 4.100: EVA 150W model malzemesi Vida seti 1 için MRT, erime ve viskozite için hedef değerlerin belirlenmesi.

Response Optimization

Parameters

	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Import
MRT	Minimum	40	40	60	1	1
Erime	Minimum	8	8	11	1	1
Viskozite	Minimum	2000	2000	2500	1	1

Global Solution

Components

Katı taşıma = 11.3232
Aktarma = 10.6768

Process Variables

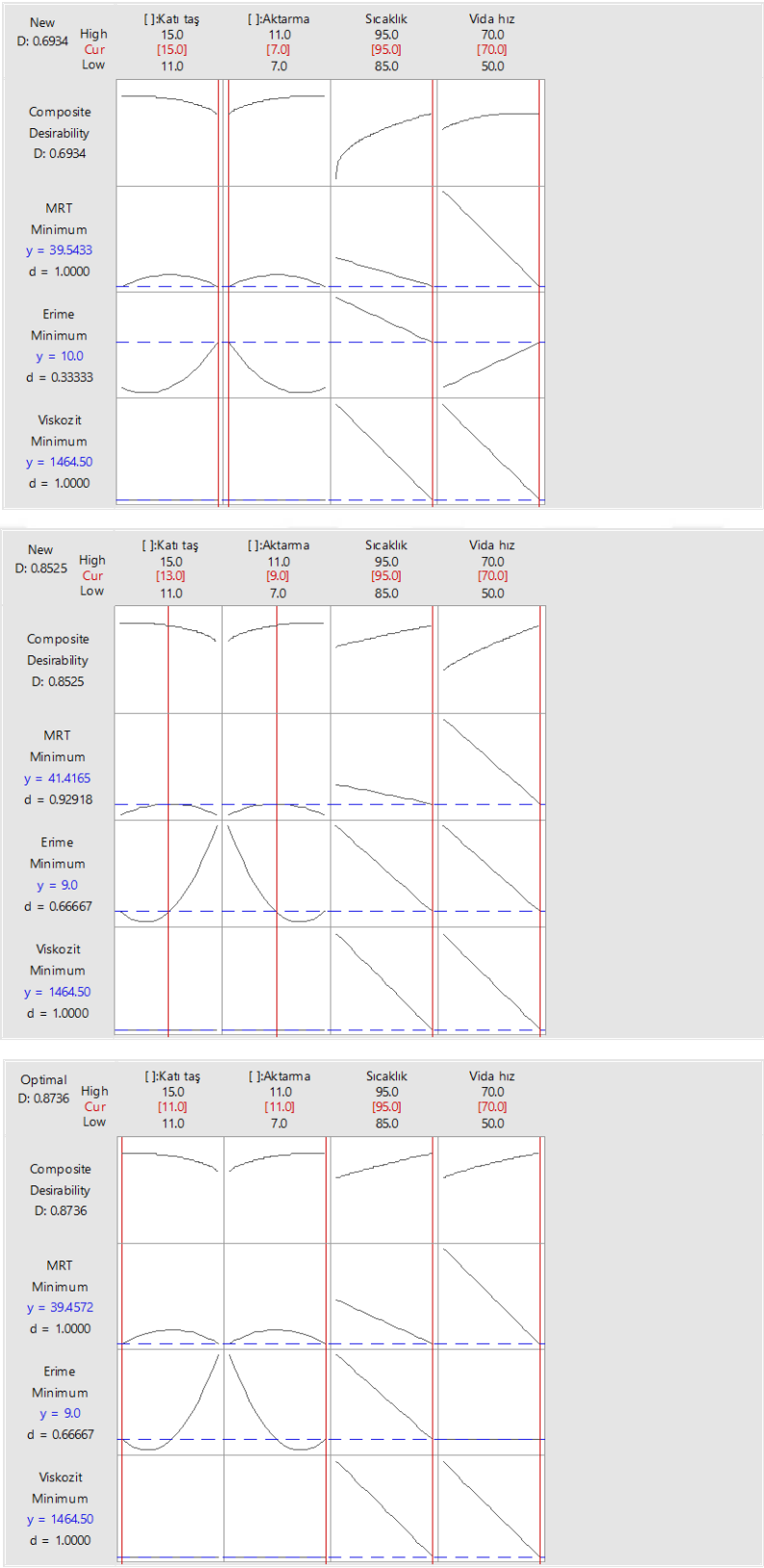
Sıcaklık = 95
Vida hızı = 70

Predicted Responses

MRT = 40.03 , desirability = 0.998327
Erime = 8.93 , desirability = 0.689249
Viskozite = 1464.50 , desirability = 1.000000

Composite Desirability = 0.882842

Şekil 4.101: EVA 150W model malzemesi Vida seti 1 için response optimizer değerleri.



Şekil 4.102: EVA 150W model malzemesi Vida seti 1 için response optimizer grafikleri a) Vida 1, b) Vida 2 c) Vida 3.

Şekil 4.101'de MRT, erime mesafesi ve viskozite yanıtlarının ortaklaşa optimize edildiği ve girdi değişkeni olarak sıcaklık ile vida hızının kombinasyonunu tanımlamanıza yardımcı olması için yanıt optimizasyonu (response optimizer) verilmiştir. Burada Minitab en uygun çözümü ortaya koymuştur. Vida tasarımı olarak katı taşıma bölümünün 11D ve aktarma bölümünün 11D olduğu Vida 3 tercih edilmiştir. Proses koşulları olarak ise sıcaklığın 65°C ve vida hızının 70 rpm olduğu şartlar optimizasyon için kabul edilmiştir.

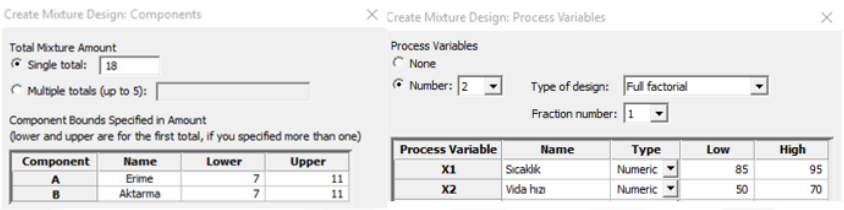
Şekil 4.102 sırasıyla incelendiğinde ilk grafik vida 1'in optimizasyonu için elde edilen grafiktir. Vida 1'in 95 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 1,0, 0,33 ve 1.0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,69 olarak elde edilmiştir. Vida 2'in 95 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,92, 0,66 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,85 olarak elde edilmiştir. Vida 3'ün 95 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 1,0, 0,67 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,87 olarak elde edilmiştir.

Sonuç olarak, optimizasyon yapıldığında MRT ve erime noktası açısından en uygun vidanın aynı erime bölgesi uzunluğuna sahip (7D) vidalar arasında belirlenen sınırlar çerçevesinde "**Vida 3**" olduğu belirlenmiştir (bkz: Şekil 4.101).

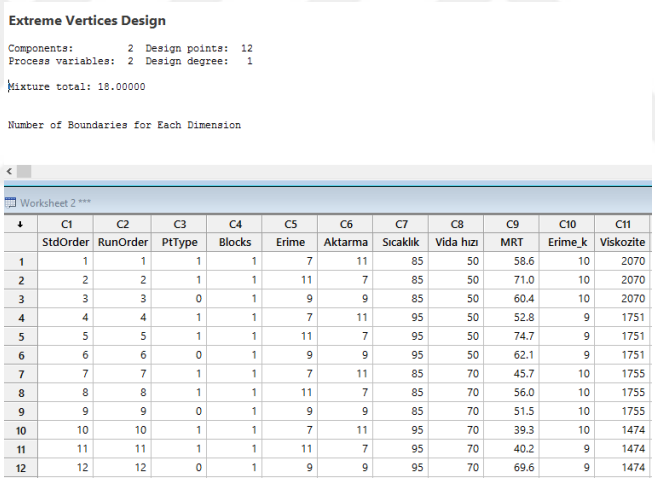
Vida seti 2

EVA 150W model malzemesi için Bölüm 4.5.1.2'de belirlenen en uygun çalışma şartlarında (sıcaklık: 85°C ve 95 °C, vida hızı: 50 rpm ve 70 rpm) optimum vida tasarımını bulmak için Şekil 4.104'de gösterilen 3 faktörlü 2 seviyeli toplam 12 adet deney tasarlanmıştır. EVA 150W model malzemesinin kullanıldığı vida seti 2 deney setine ait çıktı değeri olarak ekstruder sisteminin performansının önemli değerleri olan Bölüm 4.3.2'den elde edilen MRT değerleri, Bölüm 4.4'den elde edilen erime noktaları (X/W=1) ve Bölüm 4.2.3.3'den elde edilen Viskozite verileri kullanılmıştır. Ancak viskozite değeri olarak malzemenin tam olarak eridiği aktarma bölümündeki değerler dikkate alınmıştır.

Vida set 2'ye ait model kurulurken bu set içerisinde sabit tutulan katı taşıma bölgesi uzunluğu (11D) haricinde kalan 18D'lik hatve uzunluğu içerisinde erime ve aktarma bölgesi bölgesi için her bir bölgeye ait alt ve üst hatve uzunluk değerleri verilir. Ardından EVA 150W model malzemesi için proses değişkenleri girilir (bkz: Şekil 4.103).



Şekil 4.103: EVA 150W Vida set 2 için bileşen ve proses değişkenlerin girilmesi.



Extreme Vertices Design

```
Components:          2  Design points:  12
Process variables:   2  Design degree:   1

Mixture total: 18.00000

Number of Boundaries for Each Dimension
```

Worksheet 2 ***

	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10	C11
	StdOrder	RunOrder	PtType	Blocks	Erime	Aktarma	Sıcaklık	Vida hızı	MRT	Erime_k	Viskozite
1	1	1	1	1	7	11	85	50	58.6	10	2070
2	2	2	1	1	11	7	85	50	71.0	10	2070
3	3	3	0	1	9	9	85	50	60.4	10	2070
4	4	4	1	1	7	11	95	50	52.8	9	1751
5	5	5	1	1	11	7	95	50	74.7	9	1751
6	6	6	0	1	9	9	95	50	62.1	9	1751
7	7	7	1	1	7	11	85	70	45.7	10	1755
8	8	8	1	1	11	7	85	70	56.0	10	1755
9	9	9	0	1	9	9	85	70	51.5	10	1755
10	10	10	1	1	7	11	95	70	39.3	10	1474
11	11	11	1	1	11	7	95	70	40.2	9	1474
12	12	12	0	1	9	9	95	70	69.6	9	1474

Şekil 4.104: EVA 150W model malzemesi vida seti 2 için tasarlanan deney seti.

Vida setleri için gerekli model kurulup çıktı değerlerinin girilmesinin ardından konu üzerinde hem teorik hem de pratik olarak uzman olan Prof.Dr. İsmail AYDIN'dan proses koşullarına bağlı olarak sistem içerisinde MRT, erime noktası ve viskozite değerleri için olması gereken en düşük, hedef ve en üst değer olarak Şekil 4.105'de gösterilen sınır koşullarında alınmasına karar verilmiştir.

Response Optimizer: Setup

Response	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Importance
C9 MRT	Minimize		39	75	1	1
C10 Erime_k	Minimize		8	11	1	1
C11 Viskozite	Maximize	1400	2000	2500	1	1

Şekil 4.105: EVA 150W model malzemesi Vida seti 2 için MRT, erime ve viskozite için hedef değerlerin belirlenmesi.

Response Optimization

Parameters

	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Import
MRT	Minimum	39	39	75	1	1
Erime_k	Minimum	8	8	11	1	1
Viskozite	Minimum	2000	2000	2500	1	1

Global Solution

Components

Erime = 11
Aktarma = 7

Process Variables

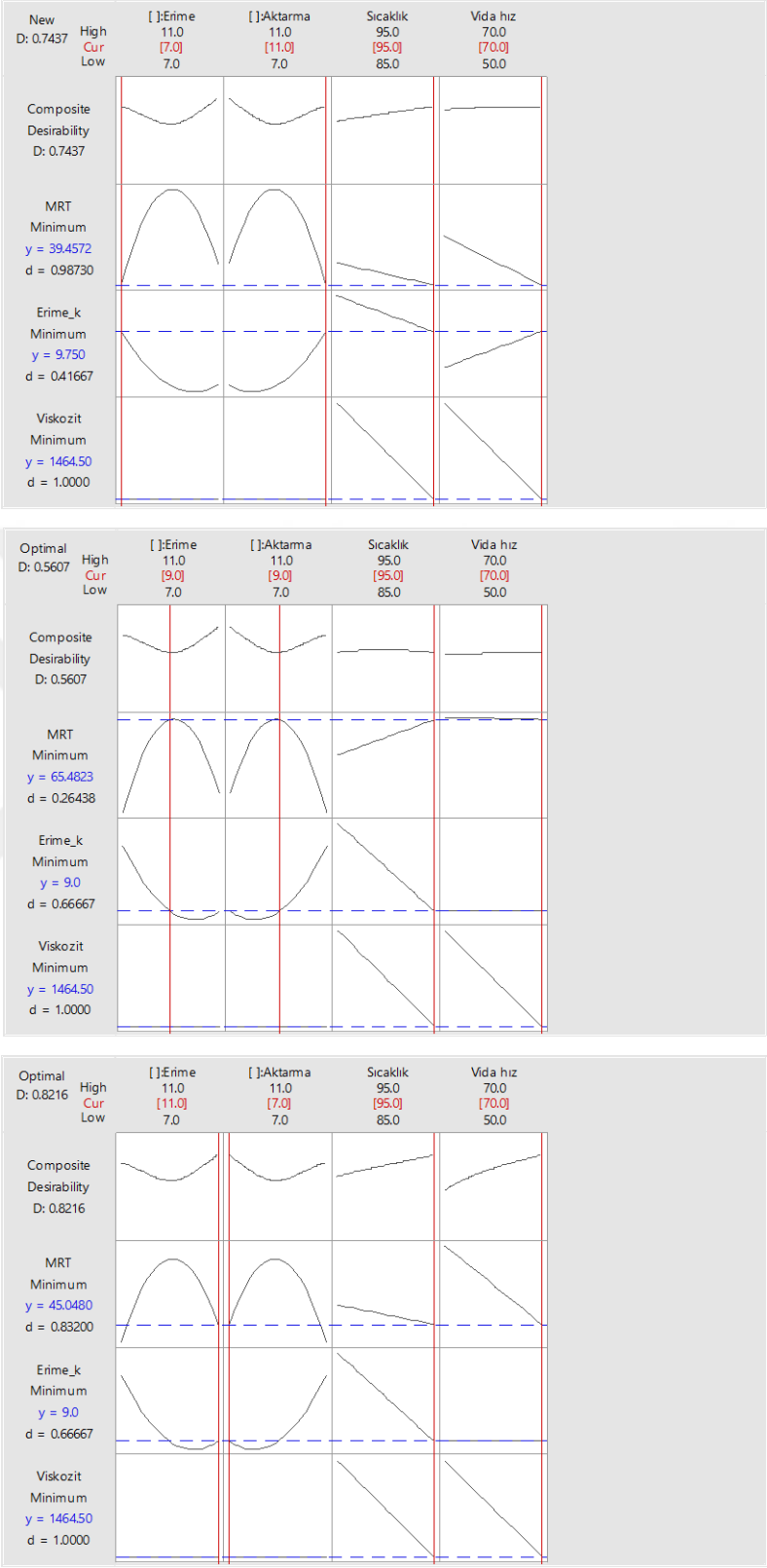
Sıcaklık = 95
Vida hızı = 70

Predicted Responses

MRT = 45.05 , desirability = 0.831999
Erime_k = 9.00 , desirability = 0.666667
Viskozite = 1464.50 , desirability = 1.000000

Composite Desirability = 0.821632

Şekil 4.106: EVA 150W model malzemesi Vida seti 2 için response optimizer değerleri.



Şekil 4.107: EVA 150W model malzemesi Vida seti 2 için response optimizer grafikleri a) Vida 3, b) Vida 4 c) Vida 5.

Şekil 4.106'de MRT, erime mesafesi ve viskozite yanıtlarının ortaklaşa optimize edildiği ve girdi değişkeni olarak sıcaklık ile vida hızının kombinasyonunu tanımlamanıza yardımcı olması için yanıt optimizasyonu (response optimizer) verilmiştir. Burada Minitab en uygun çözümü ortaya koymuştur. Vida tasarımı olarak çalışılan vidalar arasında erime bölümünün 11D ve aktarma bölümünün 7D olduğu Vida 4 tercih edilmiştir. Proses koşulları olarak ise sıcaklığın 95°C ve vida hızının 70 rpm olduğu şartlar optimizasyon için kabul edilmiştir.

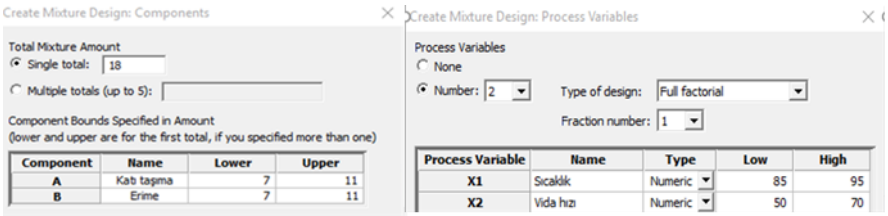
Şekil 4.107 sırasıyla incelendiğinde ilk grafik vida 3'in optimizasyonu için elde edilen grafiktir. Vida 3'ün 95 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,98, 0,41 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,74 olarak elde edilmiştir. Vida 4'ün 95 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,26, 0,66 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,56 olarak elde edilmiştir. Vida 5'ün 95 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,83, 0,66 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,82 olarak elde edilmiştir.

Sonuç olarak, optimizasyon yapıldığında MRT ve erime noktası açısından en uygun vidanın aynı katı taşıma bölgesi uzunluğuna sahip (11D) vidalar arasında belirlenen sınırlar çerçevesinde "Vida 5" olduğu belirlenmiştir. Bunun yanı sıra çalışma koşulu olarak sistem sıcaklığın 95 °C ve vida hızının 70 rpm olmasını öngörmektedir.

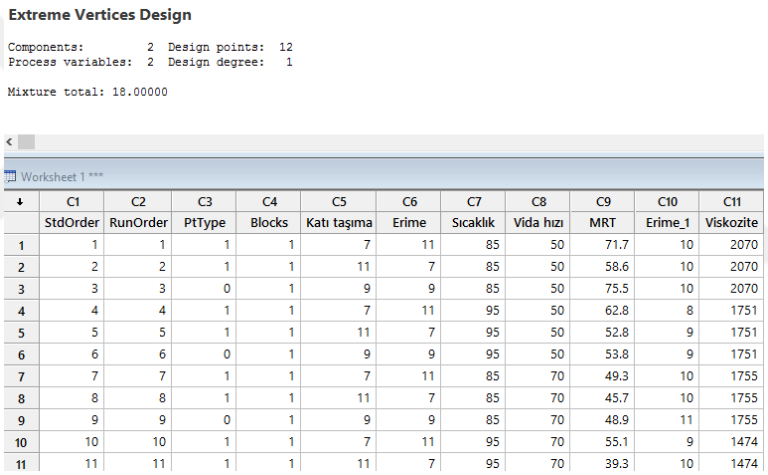
Vida seti 3

EVA 150W model malzemesi için Bölüm 4.5.1.2'de belirlenen en uygun çalışma şartlarında (sıcaklık: 85°C ve 95 °C, vida hızı: 50 rpm ve 70 rpm) optimum vida tasarımını bulmak için Şekil 4.93'de gösterilen 3 faktörlü 2 seviyeli 12 deney seti (bkz: Şekil 4.109) tasarlanmıştır. EVA 150W model malzemesinin kullanıldığı vida seti 2 deney setine ait çıktı değeri olarak ekstruder sisteminin performansının önemli değerleri olan Bölüm 4.3.1'den elde edilen MRT değerleri, Bölüm 4.4'den elde edilen erime noktaları (X/W=1) ve Bölüm 4.2.6'dan elde edilen Viskozite verileri kullanılmıştır. Ancak viskozite değeri olarak malzemenin tam olarak eridiği eriyik bölümündeki viskozite dikkate alınmıştır.

Vida set 3'e ait model kurulurken bu set içerisinde sabit tutulan aktarma bölgesi uzunluğu (11D) haricinde kalan 18D'lik hatve uzunluğu içerisinde katı taşıma ve erime bölgesi bölgesi için her bir bölgeye ait alt ve üst hatve uzunluk değerleri verilir. Ardından EVA 150W model malzemesi için proses değişkenleri girilir (Şekil 4.108).



Şekil 4.108: EVA 150W model malzemesi vida seti 3 için tasarlanan deney seti.



Extreme Vertices Design

```
Components:          2  Design points:  12
Process variables:   2  Design degree:   1

Mixture total: 18.00000
```

Worksheet 1 ***

	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10	C11
	StdOrder	RunOrder	PtType	Blocks	Katı taşıma	Erime	Sıcaklık	Vida hızı	MRT	Erime_1	Viskozite
1	1	1	1	1	7	11	85	50	71.7	10	2070
2	2	2	1	1	11	7	85	50	58.6	10	2070
3	3	3	0	1	9	9	85	50	75.5	10	2070
4	4	4	1	1	7	11	95	50	62.8	8	1751
5	5	5	1	1	11	7	95	50	52.8	9	1751
6	6	6	0	1	9	9	95	50	53.8	9	1751
7	7	7	1	1	7	11	85	70	49.3	10	1755
8	8	8	1	1	11	7	85	70	45.7	10	1755
9	9	9	0	1	9	9	85	70	48.9	11	1755
10	10	10	1	1	7	11	95	70	55.1	9	1474
11	11	11	1	1	11	7	95	70	39.3	10	1474

Şekil 4.109: EVA 150W model malzemesi vida seti 3 için tasarlanan deney seti.

Vida setleri için gerekli model kurulup çıktı değerlerinin girilmesinin ardından konu üzerinde hem teorik hem de pratik olarak uzman olan Prof.Dr. İsmail AYDIN'dan proses koşullarına bağlı olarak sistem içerisinde MRT, erime mesafesi ve viskozite değerleri için olması gereken en düşük, hedef ve en üst değer olarak Şekil 4.110'de gösterilen sınır koşullarında alınmasına karar verilmiştir.

Response Optimizer: Setup

Response	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Importance
C9 MRT	Minimize		39	75	1	1
C10 Erime_1	Minimize		8	11	1	1
C11 Viskozite	Minimize	1400	2000	2500	1	1

Şekil 4.110: EVA 150W model malzemesi Vida seti 3 için MRT, Erime ve Viskozite için hedef değerlerin belirlenmesi.

Response Optimization

Parameters

	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Import
MRT	Minimum	39	39	75	1	1
Erime_1	Minimum	8	8	11	1	1
Viskozite	Minimum	2000	2000	2500	1	1

Global Solution

Components

Katı taşıma = 7
Erime = 11

Process Variables

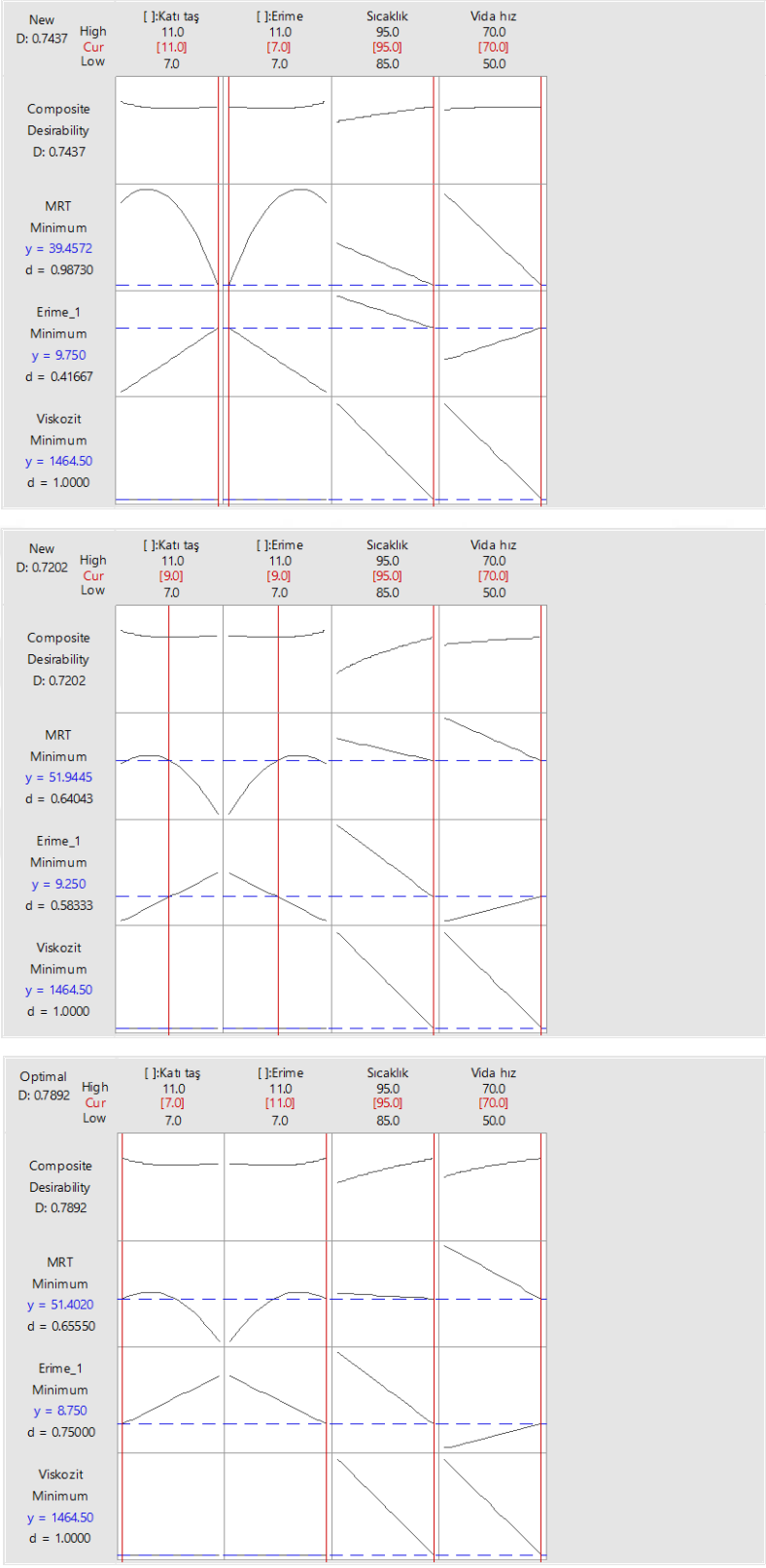
Sıcaklık = 95
Vida hızı = 70

Predicted Responses

MRT = 51.40 , desirability = 0.655501
Erime_1 = 8.75 , desirability = 0.750000
Viskozite = 1464.50 , desirability = 1.000000

Composite Desirability = 0.789244

Şekil 4.111: EVA 150W model malzemesi Vida seti 3 için response optimizer değerleri.



Şekil 4.112: EVA 150W model malzemesi Vida seti 3 için response optimizer grafikleri a) Vida 3, b) Vida 6 c) Vida 7.

Şekil 4.111'de MRT, erime mesafesi ve viskozite yanıtlarının ortaklaşa optimize edildiği ve girdi değişkeni olarak sıcaklık ile vida hızının kombinasyonunu tanımlamanıza yardımcı olması için yanıt optimizasyonu (response optimizer) kullanılmıştır. Burada Minitab en uygun çözümü ortaya koymuştur. Vida tasarımı olarak katı taşıma bölümünün 9D ve erime bölümünün 9D olduğu Vida 6 tercih edilmiştir. Proses koşulları olarak ise sıcaklığın 65°C ve vida hızının 50 rpm olduğu şartlar optimizasyon için kabul edilmiştir.

Şekil 4.112 sırasıyla incelendiğinde ilk grafik vida 3'ün optimizasyonu için elde edilen grafiktir. Vida 3'ün 95 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,98, 0,41 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,74 olarak elde edilmiştir. Vida 6'nın 65 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,64, 0,58 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,72 olarak elde edilmiştir. Vida 7'nin 65 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,65, 0,75 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,79 olarak elde edilmiştir.

Sonuç olarak, EVA 150W polimer model malzemesi için optimizasyon yapıldığında MRT, erime mesafesi ve viskozite değerleri açısından en uygun vida olarak vida seti 1 içerisinde %87 ile Vida 3 belirlenmiştir. Optimizasyona diğer vida setleri ile devam edildiğinde Vida 3'ünde içerisinde bulunduğu Vida seti 2'de en uygun konfigürasyonun %82 ile Vida 5, Vida seti 3 içerisinde ise en uygun konfigürasyonun %79 ile Vida 7 olduğu belirtilmiştir. Dolayısıyla EVA 150W polimer model malzemesi için çalışılan tüm vidalar değerlendirildiğinde ise çalışılan vida tasarımları içerisinde en uygun vidanın **Vida 5** olduğu öngörülürken çalışma şartları sıcaklık 95°C ve vida hızı 70 rpm olarak öngörülmüştür.

4.5.2.3.EVA210W model malzemesi için full faktöriyel metodunun uygulanması

Vida seti 1

EVA 210W model malzemesi için Bölüm 4.5.1.3'de belirlenen en uygun çalışma şartlarında (sıcaklık: 75°C ve 85 °C, vida hızı: 50 rpm ve 70 rpm) optimum vida tasarımını bulmak için Şekil 4.113'de gösterilen 3 faktörlü 2 seviyeli toplam 12 adet deney tasarlanmıştır. EVA 210W model malzemesinin kullanıldığı vida seti 1 için deney setine ait çıktı değeri olarak ekstruder sisteminin performansının önemli değerleri olan Bölüm 4.3.3'den elde edilen MRT değerleri, Bölüm 4.4'den elde edilen erime noktaları (X/W=1) ve Bölüm Bölüm 4.2.3.3'den elde edilen viskozite verileri kullanılmıştır. Ancak viskozite değeri olarak malzemenin tam olarak eridiği aktarma bölümündeki değerler dikkate alınmıştır.

Vida set 1'e ait model kurulurken bu set içerisinde sabit tutulan erime bölgesi uzunluğu (7D) haricinde kalan 22D'lik hatve uzunluğu içerisinde katı taşıma ve aktarma bölgesi bölgesi için her bir bölgeye ait alt ve üst hatve uzunluk değerleri programa girilmiş ardından EVA 40W model malzemesi için proses değişkenleri belirlenmiştir (bkz: Şekil 4.114). Vida konfigürasyonları için gerekli model kurulup çıktı değerlerinin girilmesinin ardından konu üzerinde hem teorik hem de pratik olarak uzman olan Prof.Dr. İsmail AYDIN'dan proses koşullarına bağlı olarak sistem içerisinde MRT, erime mesafesi ve viskozite değerleri için olması gereken en düşük, hedef ve en üst değer olarak Şekil 4.115'de gösterilen sınır koşullarında alınmasına karar verilmiştir.

Extreme Vertices Design

```
Components:          2  Design points:  12
Process variables:   2  Design degree:   1

Mixture total: 22.00000
```

Worksheet 1 ***

↓	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10	C11
	StdOrder	RunOrder	PtType	Blocks	Katı taşıma	Aktarma	Sıcaklık	Vida hızı	MRT	Erime	Viskozite
1	1	1	1	1	11	11	75	50	46.9	9.0	668
2	2	2	1	1	15	7	75	50	44.5	10.0	668
3	3	3	0	1	13	9	75	50	47.0	9.0	668
4	4	4	1	1	11	11	85	50	41.0	9.0	471
5	5	5	1	1	15	7	85	50	40.8	9.0	471
6	6	6	0	1	13	9	85	50	40.3	9.0	471
7	7	7	1	1	11	11	75	70	33.1	9.0	607
8	8	8	1	1	15	7	75	70	32.5	10.0	607
9	9	9	0	1	13	9	75	70	32.1	9.0	607
10	10	10	1	1	11	11	85	70	31.6	9.0	432
11	11	11	1	1	15	7	85	70	30.6	9.0	432
12	12	12	0	1	13	9	85	70	31.6	9.0	432

Şekil 4.113: EVA 210W model malzemesi Vida seti 1 için tasarlanan deney seti.

Create Mixture Design: Components

Total Mixture Amount
Single total: 22
Multiple totals (up to 5):

Component Bounds Specified in Amount
(lower and upper are for the first total, if you specified more than one)

Component	Name	Lower	Upper
A	Katı taşıma	11	15
B	Aktarma	7	11

Create Mixture Design: Process Variables

Process Variables
None
Number: 2 Type of design: Full factorial
Fraction number: 1

Process Variable	Name	Type	Low	High
X1	Sıcaklık	Numeric	75	85
X2	Vida hızı	Numeric	50	70

Şekil 4.114: EVA 210W Vida set 1 için bileşen ve proses değişkenlerin girilmesi.

Response Optimizer: Setup

Response	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Importance
C9 MRT	Minimize		28	48	1	1
C10 Erime	Minimize		8	11	1	1
C11 Viskozite	Maximize	400	600	700	1	1

Şekil 4.115: EVA 210W model malzemesi Vida seti 1 için MRT, Erime ve Viskozite için hedef değerlerin belirlenmesi.

Response Optimization

Parameters

	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Import
MRT	Minimum	29	29	48	1	1
Erime	Minimum	9	9	11	1	1
Viskozite	Maximum	400	600	600	1	1

Global Solution

Components

Katı taşıma = 11
Aktarma = 11

Process Variables

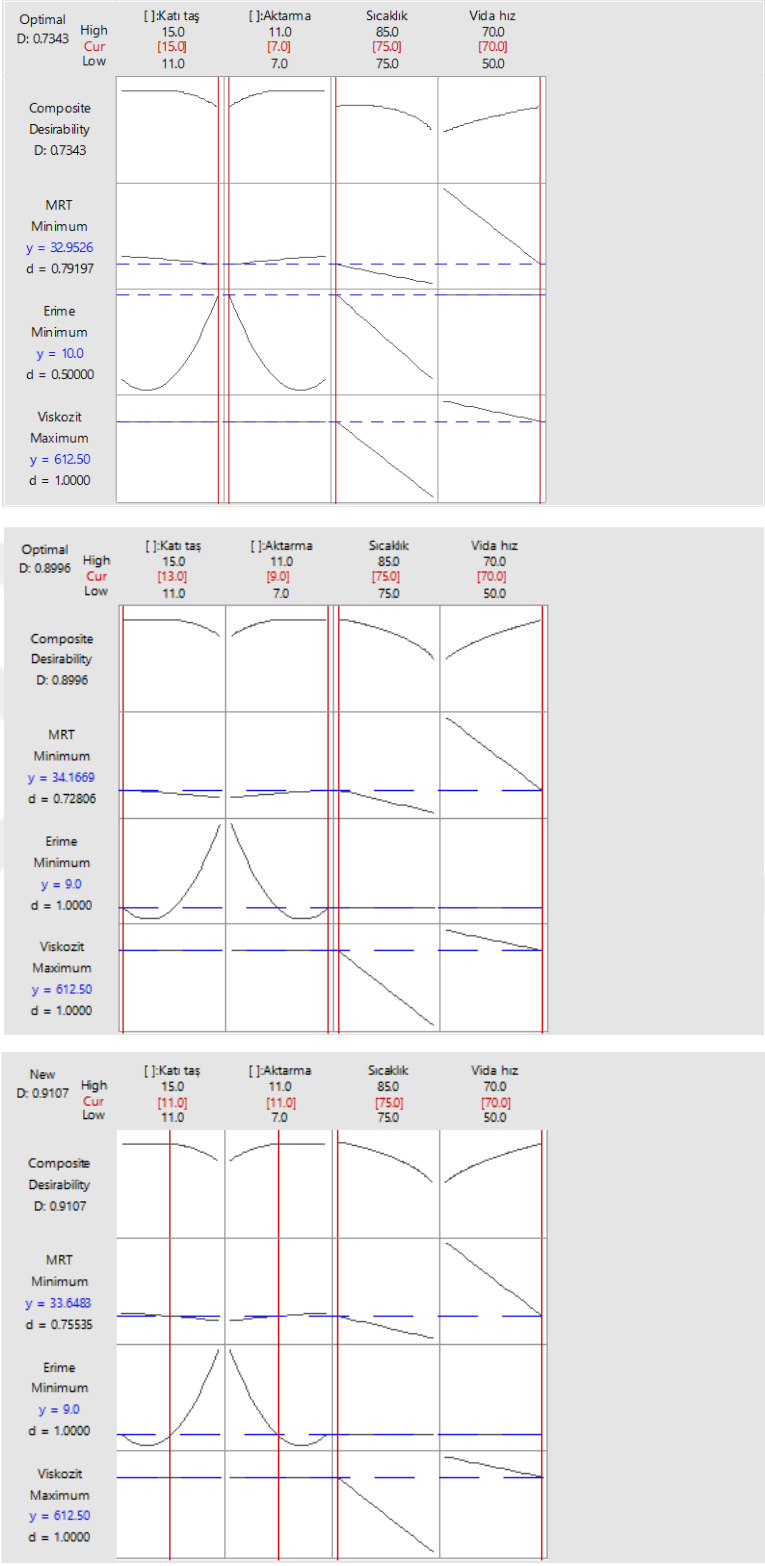
Sıcaklık = 75
Vida hızı = 70

Predicted Responses

MRT = 33.648 , desirability = 0.755351
Erime = 9.000 , desirability = 1.000000
Viskozite = 612.500 , desirability = 1.000000

Composite Desirability = 0.910716

Şekil 4.116: EVA 150W model malzemesi Vida seti 2 için response optimizer değerleri.



Şekil 4.117: EVA 210W model malzemesi Vida seti 1 için response optimizer grafikleri a) Vida 1, b) Vida 2 c) Vida 3.

Şekil 4.116'da MRT, erime ve viskozite yanıtlarının ortaklaşa optimize edildiği ve girdi değişkeni olarak sıcaklık ile vida hızının kombinasyonunu tanımlamanıza yardımcı olması için yanıt optimizasyonu (response optimizer) verilmiştir. Burada Minitab Paket Programı en uygun çözümü ortaya koymuştur. Vida tasarımı olarak katı taşıma bölümünün 11D ve aktarma bölümünün 11D olduğu Vida 3 tercih edilmiştir. Proses koşulları olarak ise sıcaklığın 75°C ve vida hızının 70 rpm olduğu şartlar optimizasyon için kabul edilmiştir.

Şekil 4.117 sırasıyla incelendiğinde ilk grafik vida 1'in optimizasyonu için elde edilen grafiktir. Vida 1'in 75 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,79, 0,50 ve 1.0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,73 olarak elde edilmiştir. Vida 2'in 75 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,75, 1,0 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,90 olarak elde edilmiştir. Vida 3'ün 75 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,72, 1,0 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,91 olarak elde edilmiştir.

Sonuç olarak, optimizasyon yapıldığında MRT ve erime noktası açısından en uygun vidanın aynı erime bölgesi uzunluğuna sahip (7D) vidalar arasında belirlenen sınırlar çerçevesinde **Vida 3** olduğu %91 gibi yüksek bir oran ile belirlenmiştir (bkz: Şekil 4.116).

Vida seti 2

EVA 210W model malzemesi için Bölüm 4.5.1'de belirlenen en uygun çalışma şartlarında (sıcaklık: 75°C ve 85 °C, vida hızı: 50 rpm ve 70 rpm) optimum vida tasarımını bulmak için Şekil 4.118'de gösterilen 3 faktörlü 2 seviyeli toplam 12 adet deney tasarlanmıştır. EVA 210W model malzemesinin kullanıldığı vida seti 1 deney setine ait çıktı değeri olarak ekstruder sisteminin performansının önemli değerleri olan Bölüm 4.3.3'den elde edilen MRT değerleri, Bölüm 4.4'den elde edilen erime mesafeleri (X/W=1) ve Bölüm 4.2.3.3'den elde edilen Viskozite verileri kullanılmıştır. Ancak viskozite değeri olarak malzemenin tam olarak eridiği aktarma bölümündeki değerler dikkate alınmıştır.

Vida set 2'ye ait model kurulurken bu set içerisinde sabit tutulan erime bölgesi uzunluğu (7D) haricinde kalan 18D'lik hatve uzunluğu içerisinde katı taşıma ve aktarma bölgesi bölgesi için her bir bölgeye ait alt ve üst hatve uzunluk değerleri verilir. Ardından EVA 40W model malzemesi için proses değişkenleri girilir (bkz: Şekil 4.119). Vida setleri için gerekli model kurulup çıktı değerlerinin girilmesinin ardından konu üzerinde hem teorik hem de pratik olarak uzman olan Prof.Dr. İsmail AYDIN'dan proses koşullarına bağlı olarak sistem içerisinde MRT, erime noktası ve viskozite değerleri için olması gereken en düşük, hedef ve en üst değer olarak Şekil 4.120'de gösterilen sınır koşullarında alınmasına karar verilmiştir.

Extreme Vertices Design

```
Components:          2  Design points:  12
Process variables:   2  Design degree:   1

Mixture total: 18.00000


Number of Boundaries for Each Dimension
```

Worksheet 1 ***

↓	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10	C11
	StdOrder	RunOrder	PtType	Blocks	Erime	Aktarma	Sıcaklık	Vida hızı	MRT	Erime_1	Viskozite
1	1	1	1	1	7	11	75	50	46.9	9.0	668
2	2	2	1	1	11	7	75	50	47.4	9.0	668
3	3	3	0	1	9	9	75	50	36.1	10.0	668
4	4	4	1	1	7	11	85	50	41.0	9.0	471
5	5	5	1	1	11	7	85	50	48.0	13.0	471
6	6	6	0	1	9	9	85	50	41.3	10.0	471
7	7	7	1	1	7	11	75	70	33.1	9.0	607
8	8	8	1	1	11	7	75	70	35.3	9.0	607
9	9	9	0	1	9	9	75	70	29.1	11.0	607
10	10	10	1	1	7	11	85	70	31.6	9.0	432
11	11	11	1	1	11	7	85	70	30.2	9.0	432
12	12	12	0	1	9	9	85	70	30.8	10.0	432

Şekil 4.118: EVA 210W model malzemesi Vida seti 2 için tasarlanan deney seti.

Create Mixture Design: Components

Total Mixture Amount
Single total: 18
Multiple totals (up to 5):

Component Bounds Specified in Amount
(lower and upper are for the first total, if you specified more than one)

Component	Name	Lower	Upper
A	Erime	7	11
B	Aktarma	7	11

Create Mixture Design: Process Variables

Process Variables
None
Number: 2
Type of design: Full factorial
Fraction number: 1

Process Variable	Name	Type	Low	High
X1	Sıcaklık	Numeric	75	85
X2	Vida hızı	Numeric	50	70

Şekil 4.119: EVA 210W Vida set 2 için bileşen ve proses değişkenlerin girilmesi.

Response Optimizer: Setup

Response	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Importance
C9 MRT	Minimize		28	48	1	1
C10 Erime	Minimize		8	11	1	1
C11 Viskozite	Maximize	400	600	700	1	1

Şekil 4.120: EVA 210W model malzemesi Vida seti 2 için MRT, Erime ve Viskozite için hedef değerlerin belirlenmesi.

Response Optimization

Parameters

	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Import
MRT	Minimum	28	28	48	1	1
Erime_1	Minimum	8	8	11	1	1
Viskozite	Maximum	400	600	600	1	1

Global Solution

Components

Erime = 11
Aktarma = 7

Process Variables

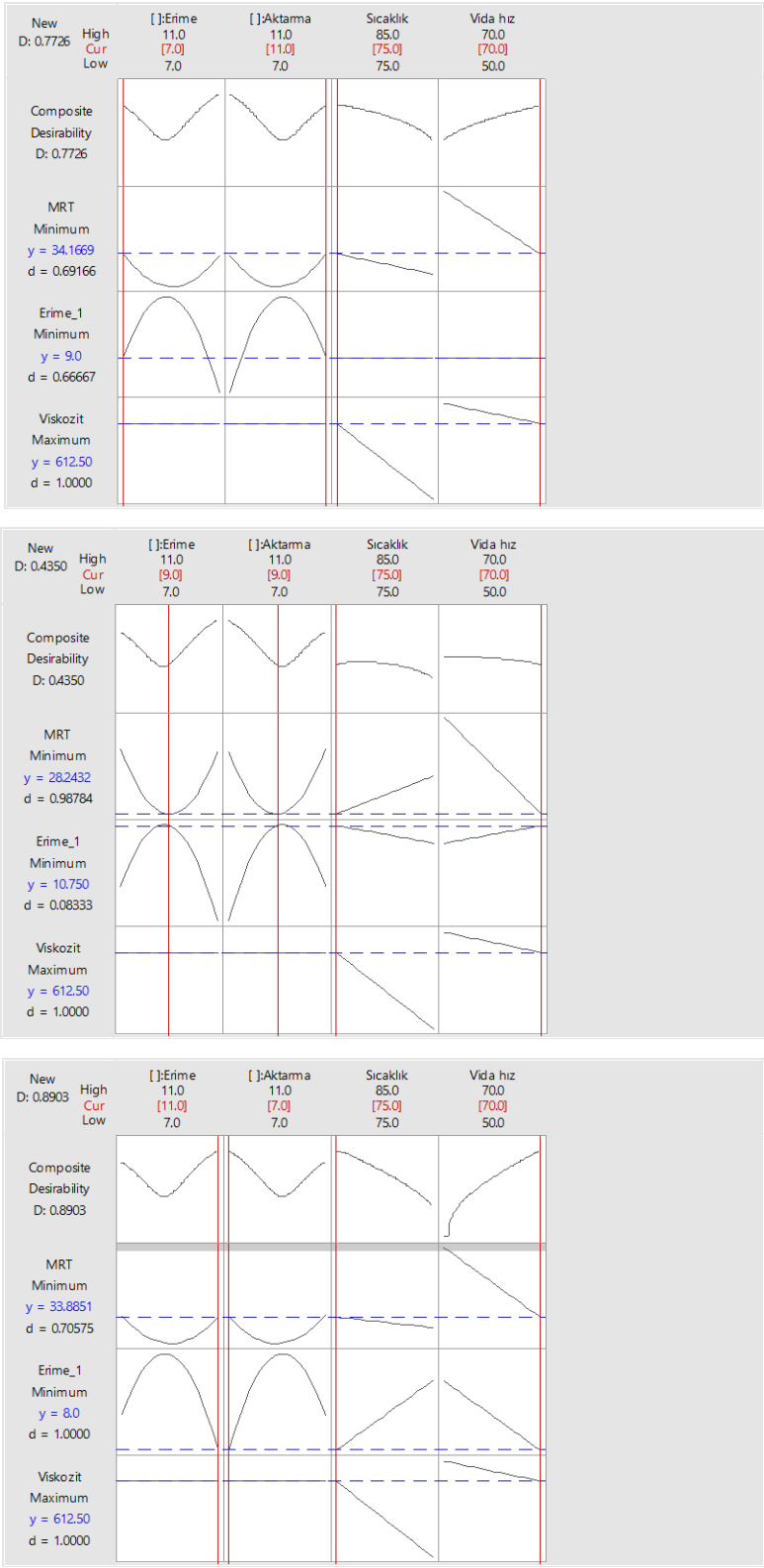
Sıcaklık = 75
Vida hızı = 70

Predicted Responses

MRT = 33.885 , desirability = 0.705746
Erime_1 = 8.000 , desirability = 1.000000
Viskozite = 612.500 , desirability = 1.000000

Composite Desirability = 0.890327

Şekil 4.121: EVA 150W model malzemesi Vida seti 2 için response optimizer değerleri.



Şekil 4.122: EVA 210W model malzemesi Vida seti 2 için response optimizer grafikleri a) Vida 3, b) Vida 4 c) Vida 5.

Şekil 4.121'de MRT, erime mesafesi ve viskozite yanıtlarının ortaklaşa optimize edildiği ve girdi değişkeni olarak sıcaklık ile vida hızının kombinasyonunu tanımlamanıza yardımcı olması için yanıt optimizasyonu (response optimizer) kullanılmıştır. Burada Minitab Paket programı en uygun çözümü ortaya koymuştur. Vida tasarımı olarak erime bölümünün 11D ve aktarma bölümünün 7D olduğu Vida 5 tercih edilmiştir. Proses koşulları olarak ise sıcaklığın 75°C ve vida hızının 70 rpm olduğu şartlar optimizasyon için kabul edilmiştir.

Şekil 4.122 sırasıyla incelendiğinde ilk grafik vida 3'ün optimizasyonu için elde edilen grafiktir. Vida 3'ün 75 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,69, 0,67 ve 1.0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,77 olarak elde edilmiştir. Vida 4'ün 75 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,98, 0.08 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,44 olarak elde edilmiştir. Vida 5'in 75 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,71, 1,0 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,89 olarak elde edilmiştir.

Sonuç olarak, optimizasyon yapıldığında MRT ve erime noktası açısından en uygun vidanın aynı erime bölgesi uzunluğuna sahip (7D) vidalar arasında belirlenen sınırlar çerçevesinde **Vida 5** olduğu %89 gibi yüksek bir oran ile belirlenmiştir (bkz: Şekil 4.121).

Vida seti 3

EVA 210W model malzemesi için Bölüm 4.5.1'de belirlenen en uygun çalışma şartlarında (sıcaklık: 75°C ve 85 °C, vida hızı: 50 rpm ve 70 rpm)optimum vida tasarımını bulmak içinŞekil 4.123 ve Şekil 4.124'de gösterilen 3 faktörlü 2 seviyeli toplam 12 adet deney tasarlanmıştır. EVA 210W model malzemesinin kullanıldığı vida seti 3, deney setine ait çıktı değeri olarak ekstruder sisteminin performansının önemli değerleri olan Bölüm 4.3.1'den elde edilen MRT değerleri, Bölüm 4.4'den elde edilen erime noktaları (X/W=1) ve Bölüm 4.2.3.3'den elde edilen viskozite verileri kullanılmıştır. Ancak viskozite değeri olarak malzemenin tam olarak eridiği aktarma bölümündeki değerler dikkate alınmıştır.

Vida set 3'e ait model kurulurken bu set içerisinde sabit tutulan aktarma bölgesi uzunluğu (11D) haricinde kalan 18D'lik hatve uzunluğu içerisinde katı taşıma ve erime bölgesi bölgesi için her bir bölgeye ait alt ve üst hatve uzunluk değerleri verilir. Ardından EVA 210W model malzemesi için proses değişkenleri girilir (bkz: Şekil 4.124). Vida setleri için gerekli model kurulup çıktı değerlerinin girilmesinin ardından konu üzerinde hem teorik hem de pratik olarak uzman olan Prof.Dr. İsmail AYDIN'dan proses koşullarına bağlı olarak sistem içerisinde MRT, erime noktası ve viskozite değerleri için olması gereken en düşük, hedef ve en üst değer olarak Şekil 4.125'de gösterilen sınır koşullarında alınmasına karar verilmiştir.

Extreme Vertices Design

```
Components:         2  Design points:  12
Process variables:  2  Design degree:   1

Mixture total: 18.00000


Number of Boundaries for Each Dimension
```

Worksheet 1 ***

↓	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10	C11
	StdOrder	RunOrder	PtType	Blocks	Katı taşıma	Erime	Sıcaklık	Vida hızı	MRT	Erime_1	Viskozite
1	1	1	1	1	7	11	75	50	48.3	10.0	668
2	2	2	1	1	11	7	75	50	46.9	9.0	668
3	3	3	0	1	9	9	75	50	35.1	9.0	668
4	4	4	1	1	7	11	85	50	55.4	9.0	471
5	5	5	1	1	11	7	85	50	41.0	9.0	471
6	6	6	0	1	9	9	85	50	54.1	8.0	471
7	7	7	1	1	7	11	75	70	34.8	10.0	607
8	8	8	1	1	11	7	75	70	33.1	9.0	607
9	9	9	0	1	9	9	75	70	31.6	9.0	607
10	10	10	1	1	7	11	85	70	30.8	9.0	432
11	11	11	1	1	11	7	85	70	31.6	9.0	432
12	12	12	0	1	9	9	85	70	29.4	9.0	432

Şekil 4.123: EVA 210W model malzemesi Vida seti 3 için tasarlanan deney seti.

Create Mixture Design: Components

Total Mixture Amount
Single total: 18
Multiple totals (up to 5):

Component Bounds Specified in Amount
(lower and upper are for the first total, if you specified more than one)

Component	Name	Lower	Upper
A	Katı taşıma	7	11
B	Erime	7	11

Create Mixture Design: Process Variables

Process Variables
None
Number: 2 Type of design: Full factorial
Fraction number: 1

Process Variable	Name	Type	Low	High
X1	Sıcaklık	Numeric	75	85
X2	Vida hızı	Numeric	50	70

Şekil 4.124: EVA 210W Vida set 3 için bileşen ve proses değişkenlerin girilmesi.

Response Optimizer: Setup

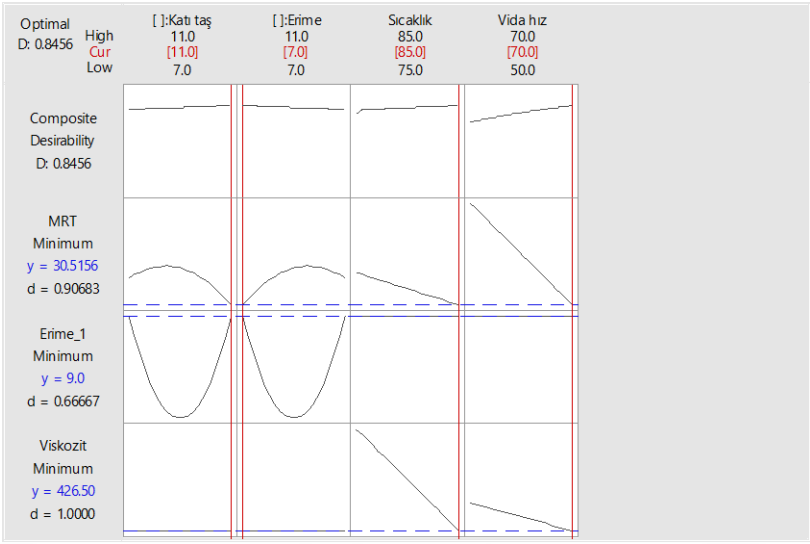
Response	Goal	Lower	Target	Upper	Weight	Importance
C9 MRT	Minimize		28	55	1	1
C10 Erime_1	Minimize		8	11	1	1
C11 Viskozite	Minimize	400	600	700	1	1

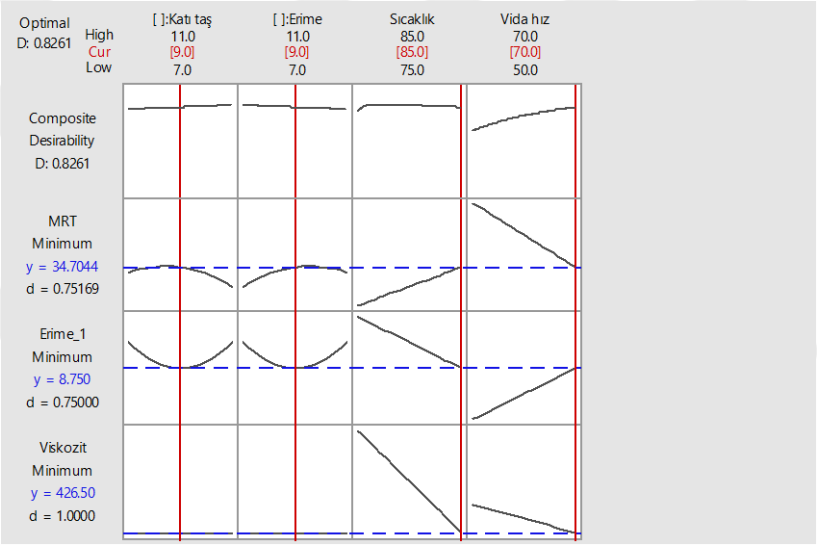
Şekil 4.125: EVA 210W model malzemesi Vida seti 3 için MRT, Erime ve Viskozite için hedef değerlerin belirlenmesi.

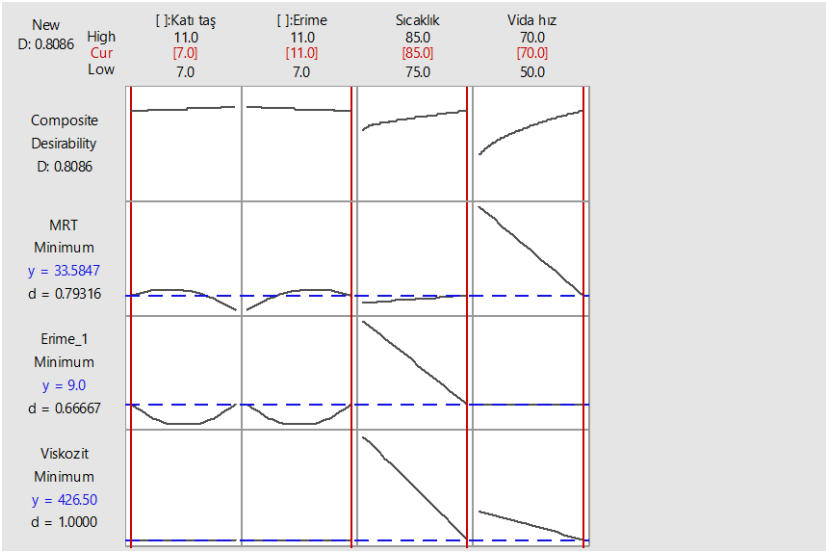
Response Optimization

```
Parameters

           Goal     Lower  Target  Upper  Weight  Import
MRT        Minimum     28      28     55       1       1
Erime_1    Minimum      8       8     11       1       1
Viskozite  Minimum    600     600    700       1       1


Global Solution


Components

Katı taşıma    =   11
Erime          =    7


Process Variables

Sıcaklık     =   85
Vida hızı    =   70


Predicted Responses

MRT          =    30.516  ,   desirability =   0.906831
Erime_1      =     9.000  ,   desirability =   0.666667
Viskozite    =   426.500  ,   desirability =   1.000000


Composite Desirability = 0.845561
```

Şekil 4.126: EVA 150W model malzemesi Vida seti 2 için response optimizer değerleri.







Şekil 4.127: EVA 210W model malzemesi Vida seti 3 için response optimizer grafikleri a) Vida 3, b) Vida 6 c) Vida 7.

Şekil 4.126'da MRT, erime ve viskozite yanıtlarının ortaklaşa optimize edildiği ve girdi değişkeni olarak sıcaklık ile vida hızının kombinasyonunu tanımlamanıza yardımcı olması için yanıt optimizasyonu (response optimizer) verilmiştir. Burada Minitab en uygun çözümü ortaya koymuştur. Vida tasarımı olarak katı taşıma bölümünün 11D ve erime bölümünün 7D olduğu Vida 3 tercih edilmiştir. Proses koşulları olarak ise sıcaklığın 85°C ve vida hızının 70 rpm olduğu şartlar optimizasyon için kabul edilmiştir.

Şekil 4.127 sırasıyla incelendiğinde ilk grafik vida 3'ün optimizasyonu için elde edilen grafiktir. Vida 3'ün 85 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,91, 0,67 ve 1.0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,85 olarak elde edilmiştir. Vida 6'nın 85 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,75, 0.75 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,83 olarak elde edilmiştir. Vida 7'nin 85 °C sıcaklık ve 70 rpm vida hızı için MRT, erime ve viskozite değerlerine ait bireysel tercih edilebilirliği (d) sırasıyla 0,79, 0,67 ve 1,0 olarak bulunmuştur. Composite desirability (D) değeri ise 0,81 olarak elde edilmiştir.

Sonuç olarak, EVA 210W polimer model malzemesi için optimizasyon yapıldığında MRT, erime mesafesi ve viskozite değerleri açısından en uygun vida olarak vida seti 1 içerisinde %90 ile Vida 3 belirlenmiştir. Optimizasyona diğer vida setleri ile devam edildiğinde Vida 3'ünde içerisinde bulunduğu Vida seti 2'de en uygun konfigürasyonun %89 ile Vida 5, Vida seti 3 içerisinde ise en uygun konfigürasyonun %84 ile Vida 7 olduğu belirtilmiştir. Dolayısıyla EVA 210W polimer model malzemesi için çalışılan tüm vidalar değerlendirildiğinde ise çalışılan vida tasarımları içerisinde en uygun vidanın **Vida 5** olduğu öngörülürken çalışma şartları sıcaklık 85°C ve vida hızı 70 rpm olarak öngörülmüştür.

5. TARTIŞMA VE SONUÇ

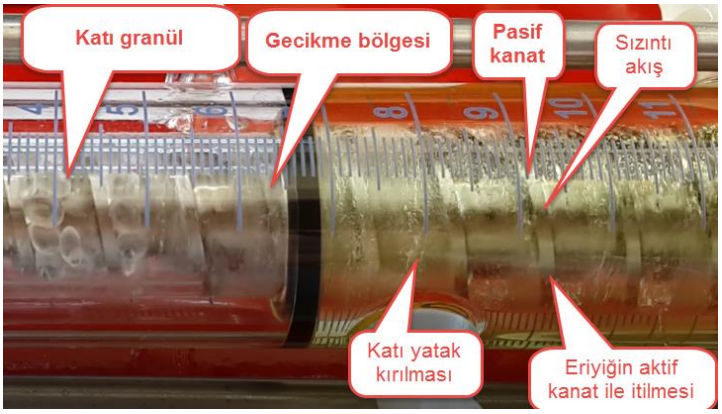
Çalışmada, kullanılan model malzemelere uygun olarak tek vidalı ekstrüzyon prosesi için vida konfigürasyonu-proses koşulu seçimi ve optimizasyonunun gerçekleştirilebilmesine dair deneysel çalışmalar belirli bir plan çerçevesinde yapılmıştır. Optimizasyon çalışmalarının gerçekleştirilebilmesi için girdi olarak ortalama kalma süresi, cam kovan vasıtasıyla erimenin tam olarak gerçekleştiği vida hatvesi ve reoloji denemeleri sonucunda elde edilen viskozite değerleri kullanılmış ve değerlendirmeler bu çerçevede irdelenmiştir.

Tek vidalı ekstrüzyonun çalışması sırasında vidalara ait dinamik özelliklerin cam kovan kullanılarak görselleştirilmesi, çalışma için geliştirilen yeni bir teknik uygulanaraksağlanmıştır. Çalışmada kullanılan vidalara ait performans özelliklerini incelemek amaçlı başvurulan kalma süresi denemeleri nicel olarak görüntüleme analizinin, tek vidalı bir ekstrüzyon prosesi sırasında polimerin performans özelliklerinin nicelleştirdiğini kanıtlamıştır.

Yapılan çalışma literatürde ortaya konulan temel erime modelleri açısından incelenmiş ve daha sonra bunların geliştirilmesi ile ortaya çıkan diğer modellerde temel alınarak görselliğe bağlı bir sonuç ortaya konulmaya çalışılmıştır. Burada, katı taşıma bölgesinde sıcaklık etkisini görebilmek amacıyla bölge ikiye bölünmüş ve ilk kısmına sıcaklık uygulanmamış ikinci kısım ise kızgın yağ ile ısıtılmıştır. Kullanılan bu yeni teknik ile katı yatak ve eriyik havuzu genişliği 3 boyutlu ve in-situ olarak doğrudan gözlemlenmiş - kayıt altına alınmıştır ve aynı zamanda ekstrüzyon içinde farklı polimer erime davranışının doğrudan gözlemlenmesini sağlanmıştır. Böylece katı yatak profili görsel olarak değerlendirilmiş ve Tadmor'un [196]analitik eritme modeliyle karşılaştırılmıştır. Birbirine geçmeli olarak tasarlanan ve teflon contalı bölmeler yapılarak kızgın yağ ile ısıtılan ekstruder bölmeleri sayesinde ısı kaybına uğraması önlenmiştir. Dolayısıyla “soğutarak itme" tekniğinin gösterdiği hiçbir negatif özelliğine maruz kalınmamıştır [113, 198].

5.1. GÖRSEL SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Bu araştırmanın önemli bulgularından biri de, polimer model malzemelerin erimesi sırasında gerçekleşen fiziksel olayların tam bir tanımlamasının yapılabilmiş olmasıdır. Erimenin tam olarak iki aşamada gerçekleştiği belirlenmiştir; sıcaklığın uygulanmadığı dolayısıyla konveksiyonun olmadığı ve sadece hareket ve sürtünmeden doğan katı taşımanın ilk aşamasında ısıdan polimer granüllerinin yumuşadığı tespit edilmiştir. İkinci aşamada ise katı taşıma bölgesinin sonunda erime bölgesi başlamadan kovan yüzeyinin yakınındaki granüllerde erimenin, erime sıcaklığına yaklaştığında başladığı belirlenmiştir. Bu aşamadan itibaren eriyen polimerin kovanın tüm yüzeyi boyunca sürtünmeye maruz kaldığı ve ince bir tabaka halinde cam kovana bulaştığı görülmüştür. Polimer eriyiğinin bulaşma uzunluk mesafesi arttıkça eriyik havuzunun meydana gelmesi gecikmektedir, çünkü eriyik havuzu oluşmadan önce eriyik, granüller arasındaki boşlukları doldurmaktadır. Bu bahsedilen bölge, Tadmor [196] ve Agassant [197]tarafından yapılan çalışmalarda ifade edilmiş olup, ancak bu "gecikme bölgesi"'nin mesafesi belirlenememiştir. Ancak bu çalışma ile gecikme bölgesi açıkça görülmüştür ve yapılan kayıtlardan bu bölgenin mesafesi kolayca belirlenebilmiştir. Bu bölgede gerçekleşen fiziksel olay ile; katı polimerlerin gerek sürtünmeden gerekse konveksiyondan dolayı erimesiyle kovan üzerinde ince bir tabaka meydana gelmektedir. Arkadan gelen katı polimerler hatve boşluğunu, eriyik ise katı granüller aradaki boşlukları doldurmaktadır. Vida - kovan arasında gerçekleşen bu işlemin sızıntı şeklinde gerçekleştiği belirlenmiştir. Bu aşamadan sonra katı yatak aktif kanada doğru hızlıca hareketlenir. Pasif kanatta ise sızıntıdan meydana gelen bir eriyik katmanı oluşur ve pasiften aktif kanada doğru bir eriyik akışı oluşur. Bu da malzemenin çok daha hızlı erimesine yardımcı olur. Literatürdeki erime modelleri, eriyik havuzunun, eriyik filmin ilk oluştuğu andan itibaren büyüdüğünü ortaya koymuştur ancak yapılan görsel çalışmalarda erimenin gecikme bölgesinin ardından gerçekleştiği belirlenmiştir. Ayrıca literatürde, yukarıda ayrıntılı olarak ifade edilen fiziksel olaylar birçok modelde ayrı ayrı ortaya konmasına rağmen ilk defa bu çalışma ile Şekil 5.1'deki gibi ifade edilmiş ve literatür çalışmalarına yenilik getirmiştir.



Şekil 5.1: Vida içerisindeki malzemenin erime performansının çıplak göz ile takip edilmesi

5.2. REOLOJİK SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Reolojik analiz; malzemenin polimer yapısı içerisinde gerçekleşen yapısal değişimlere oldukça duyarlıdır, dolayısıyla malzemenin polimer karakterizasyonunun ortaya konması açısından oldukça önemlidir. Yapılan çalışmada uygulanan reolojik analiz ile genel olarak erimiş polimer malzemelerin işlenebilirliği hakkında doğrudan bilgi alınmış ve eriyik fazın reolojisi ile son ürünün performansı arasında ilişki kurulmaya çalışılmıştır. Girdi olarak kullanılan reoloji denemelerinden, model malzemelerin belirlenen cam kovan-çelik vida ilişkisi içerisinde ve izotermal koşullarda Carreau modeline oldukça uygun bir davranış sergilediği flow denemelerinden belirlenmiş, ayrıca kullanılan her bir model malzeme, vida konfigürasyonu ve proses koşulu için viskozite profili öngörülmüştür. Yine malzeme ve viskozite parametreleri kullanılarak farklı tasarlanacak vida konfigürasyonlarında bu tasarımlara ait viskozite profili ortaya konabilecektir. Oscillation denemelerinden kullanılan model malzemelerinin yapısal özellikleri irdelenmiştir. Model malzemelerin frekansa bağlı çizilen TTS (Time-Temperature Superposition) eğrilerinden gevşeme zamanı (relaxation time = 1/ω)[188, 199] olarak EVA 40W için 1/8,85, EVA 150W için 1/9,606 ve EVA 210W için 1/109,3 değerleri bulunmuştur. Bu değerler bize EVA 40W'nin moleküllerinin harekete geçirilmesi için daha çok enerji harcanması gerektiğini EVA 210W'nun moleküllerinin harekete geçirilmesi için ise daha az enerji gerektiğini göstermektedir. Başka bir ifadeyle ise kullanılan model malzeme içerisindeki VA (vinil asetat) oranının azaldıkça malzeme içerisindeki moleküllerin harekete geçmesi için gereken enerji miktarının da azaldığını göstermektedir. Reoloji analizlerinde son olarak,

titreşim süresi denemeleri ile model polimerler malzemelerin 105°C'ye kadar 600 sn boyunca kalma süresi dağılımı testleri yapılırken zamanla yeniden yapısal bir düzenlenmeye maruz kalmadığı ortaya konmuştur.

5.3. OPTİMİZASYON SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ

Prosesi etkileyen polimer malzemelerinin, vida konfigrasyonlarının (katı taşıma bölgesi uzunlukları, erime bölgesi uzunlukları ve aktarma bölgesi uzunlukları), vida hızları ve erime sıcaklıklarının optimize edilmek istenen özellikler olan ortalama kalma süresi dağılımı, erimi noktası ve viskoziteye olan etkileri incelenmiştir. Prosese etki eden faktörlerin incelenmesinde her faktörün tek tek etkisinin yanı sıra faktörlerin birbirleriyle olan etkileşimleri de ortaya konmuş ve grafiklerle ifade edilmiştir. Bu çalışma sonucunda her bir model malzeme için istenilen şartlarda çalışılabilecek en uygun vida konfigürasyonu ve optimum proses koşulları belirlenmiştir.

Proses koşullarının seçimi için gerçekleştirilen "Full Faktoriel" tasarım çalışmalarında; özellikle ekstruder vida hızının yavaş olması ürün için uzun çalışma zamanı, cihazın uzun süreli meşgul edilmesi ve dolayısıyla uzun işçilik masrafına yol açtığı, ekstruder vida hızının hızlı olması ise cam kovanın daha çok yıpranacağı göz önüne alınarak en iyi performans için kalma süresi denemelerinden elde edilen ortalama kalma süresi sonuçları optimum proses koşullarının tercih edilmesi için kullanılmıştır. Cihazın optimum proses şartlarında kullanılması hem zaman hem de işçilik maliyetini düşürecek ve istenilen kalitede ürünler alınmasını sağlamıştır. Deney Sonuçları "Analyze Factorial Design" makrosu ile analiz edilip, hipotez testinde hipotezi reddetme uygunluğunu belirleyen model p değerlerine ($p<0,5$ olarak) göre sadeleştirildiğinde; sıcaklık, vida hızı ve vida tasarımı ana etkilerinin çıktı üzerinde etkili oldukları görülmüştür. Ayrıca bunların ikili etkileşimlerinin yine çıktı üzerinde etkisi olduğu belirlenmiştir. Bunların yanı sıra kurduğumuz model toplam çıktı değişkenliği EVA 40W model malzemesinin %99,70'ini, EVA 150W model malzemesinin %98,42'ini ve EVA 210W model malzemesinin ise %99,07'sini açıklayabilmektedir. Üstelik kullanılan her üç malzeme için elde edilen bu yüksek açıklanabilirlik oranı, oluşturulan modelin kendi içerisinde tutarlı olduğunu kanıtlamaktadır. Vida hızı ve sıcaklık proses değişkenlerinin artmasıyla performans ölçütü olan MRT (ortalama kalma süresi)'de azalmanın sağlanacağı belirlenmiştir. Ancak yapılan

çalışmalarda MRT üzerindeki değişkenlerin etkisi; EVA 40W için, vida hızı toplam değişkenliğin %92,5'inin, vida tasarımının etkisi %0,3 olup, sıcaklığın etkisi ise %6,9'dir. EVA 150W için, vida hızı toplam değişkenliğin %60,9'unun, vida tasarımının etkisi %31,9 olup, sıcaklığın etkisi ise %5,5'dir. EVA 210W için, vida hızı toplam değişkenliğin %92,4'ü, vida tasarımının etkisi %2,3 olup, sıcaklığın etkisi ise %4,3'dür. Dolayısıyla elde edilen sonuçlara göre MRT üzerinde en büyük etkiye sahip proses değişkeninin vida hızı olduğu görülmektedir. Sıcaklığın ise hıza göre etkisi oldukça düşüktür. Çalışma için en düşük MRT istendiğinden dolayı en düşük hız ve sıcaklık değeri çıkartılılarak vida konfigrasyonunun etkisi ortaya konmaya çalışılmış ve çalışma bu konuda başarıya ulaşmıştır.

Deney tasarımı kullanılarak optimum proses koşullarının belirlenmesinin ardından karşılaştırılan ve bu Tezin amacını oluşturan konu ise Mixture Type metodu ile kullanılan her bir polimer model malzeme için uygun vida tasarımının belirlenmesidir. Polimer - vida ilişkisi endüstride tamamen deneme-yanılma yöntemine dayanmaktadır. Uygun vida tasarımı için birçok yönteme başvurulmuştur. Ancak bu yöntem kendisini tamamlayan birçok adımla birlikte literatür araştırmasında karşılaşılmayan, alanında ilk kullanılan "Mixture Type" modeli bakımından yapılan daha önceki çalışmalara yenilik katmıştır.

Çalışmaya tüm malzemeler için erime bölgesi sabit 7D uzunluğuna katı taşıma ve aktarma bölgeleri değişen üç adet vida ile başlanmış ve bu vidalardan ***Vida 3*** (katı taşıma bölgesinin 11D, erime bölgesinin 7D ve aktarma bölgesinin 11D) EVA 40W için %77 oranında, EVA 150W için %87 ve EVA 210W için %90 oranında tercih edilebilir bulunmuştur.

EVA 40W malzemesi için en uygun vida tasarımının tüm vidalar arasında bağıl olarak %61 oranla katı taşıma bölgesinin 10D, erime bölgesinin 8D ve aktarma bölgesinin 10D olduğuvida olarak gösterilmiştir. EVA 150W malzemesi için en uygun vidanın tüm vidalar arasında bağıl olarak %82 oranla ***Vida 5*** (katı taşıma bölgesinin 11D, erime bölgesinin 11D ve aktarma bölgesinin 7D) olduğu belirlenmiştir. EVA 210W malzemesi için en uygun vidanın tüm vidalar arasında bağıl olarak %89 oranla ***Vida 5*** (katı taşıma bölgesinin 11D, erime bölgesinin 11D ve aktarma bölgesinin 7D) olduğu bulunmuştur.

Vida konfigrasyonu bölgeler arasındaki mesafeler açısından incelendiğinde EVA 150W ve 210W model malzemeleri için katı taşıma bölgesinin 11D uzunlukta olmasının yeterli olduğu tespit edilmiştir. Erime uzunluğu açısından uzunluk 7D'den 11D'ye uzatılması gerektiği ve

aktarma bölgesi açısından ise uzunluk 11D'den 7D'ye kısaltılması gerektiği anlaşılmaktadır. Dolayısıyla erimenin başlayıp tamamlandığı yer olarak görülen katı taşıma ve erime bölgesi uzunluğu toplam olarak 18D mesafeden 22D mesafeye çıkartılmıştır. Bunun nedeni olarak erimenin tam olarak gerçekleşmediği düşünülebilir. Aktarma mesafesi ise 4D kısaltılmıştır. EVA 40W açısından bakıldığında ise önerilen vida tasarımı hemen hemen Vida 3 ile aynıdır. Dolayısıyla kullanılan bu vida çalışma için kabul edilebilir seviyededir.

Elde edilen sonuçlardan kullanılan model malzemeler için çıkış basıncının çok yüksek olmasının gerek olmadığı, çünkü eriyiğin sadece katı granüllerin pasif kanat üzerinden hareket ettiği belirlenmiştir. Ancak farklı malzemeler için çalışma koşulları farklı olacaktır. İleride yapılacak yeni uygulamalarda, farklı malzemeler çalışma sayısı arttırılabilir.

Şu ana kadar literatürde kullanılan hesaplamalar güvenilir değildir. Çünkü bunlar oldukça fazla varsayıma dayanmaktadır. Erime bölgesi uzunluğu, hatve açısı, vida uzunluğu arasındaki ilişkinin araştırılması önemlidir ve zaten başlamıştır. Sanayinin Ar-Ge laboratuvarları için bile oldukça karmaşık ve anlaşılması güç formüllerle bahsedildiği bileşimler için bile varsayımlara dayanmaktadır. Yapılan bu çalışma ile endüstri çalışmalarına uygun olarak minimum maliyet ve minimum zamanda maksimum performans/minimum kalma süresi/maksimum verim amaçlandığından proses koşulları bu şartları sağlayacak şekilde seçilmiştir. Proses koşullarının seçimi için gerçekleştirilen "Full Faktoriel" tasarım çalışmalarında; özellikle ekstruder vida hızının yavaş olması ürün için uzun çalışma zamanı, cihazın uzun süreli meşgul edilmesi ve dolayısıyla uzun işçilik masrafına yol açtığı, ekstruder vida hızının hızlı olması ise çok daha fazla enerji tüketeceği yanı sıra extruder kovanının yıpranacağı göz önüne alınarak en iyi performans için optimum proses koşullarının tercih edilmesi çalışılmıştır. Dolayısıyla cihazın optimum proses şartlarında kullanılması hem zaman hem de işçilik maliyetini düşürecek ve istenilen kalitede ürünler alınması sağlanacaktır.

Sonuç olarak; literatürde ekstuder-vida-kovan ilişkisini görselleştirmeyi amaçlayan az sayıda çalışma mevcuttur. Ancak bu çalışmayı diğerlerinden ayıran en önemli özelliği tüm prosesi contuniu olarak görüntülemeyi başarmış olmasıdır. Bunun yanı sıra günümüzde dahi büyük ölçüde karmaşık formülasyonlara ve varsayımlara dayanan vida seçimi konusuna büyük bir yenilik getirerek erime noktasının hatasız tespitini sağlamış aynı zamanda bunu bir optimizasyon programına taşıyarak "uygun malzeme" ve "uygun vida" konsepti geliştirmiştir. Geliştirilen bu konsept sayesinde endüstride deneme-yanılma yöntemi kullanılarak yapılan vida

konfigrasyonu ekstruder içerisinde malzemenin erime mesafesinin belirlenmesi ve reolojik denemelerden elde edilen viskozite verileri ile optimum bir şekilde bu deneme - yanılma masrafı yapılmadan oluşturulabilecektir.

5.4. İLERİDE YAPILACAK ÇALIŞMALAR

Bu çalışma ile ilgili olarak, birçok ilginç ve farklı çalışmalar tezimizde belirttiğimiz şartlar genişletilerek yapılabilir.

i. Bu çalışmada kullanılan vidalara farklı karıştırma bölmeleri eklenebilir ve bu bölümde gerçekleşen fiziksel olaylar görsel olarak incelenebilir ve matematiksel olarak modellenebilir.
ii. Aynı yönde ve farklı yönde dönen çift vidalı ekstruderlerin çalışma koşullarının optimizastonu için bu Tez çalışmasında kullanılan görsel sistem kullanılabilir.
iii. Tez çalışmamızda kullandığımız ekstruder kovanının katı taşıma bölgesine (giriş bölgesi) basınç sensörü yerleştirerek sayısal olarak elde edilen veriler ile basınç sensöründen elde edilen veriler karşılaştırılabilir.
iv. Kimyasal bir reaksiyon tertip edilerek kovan boyunca gerçekleşmesi ve verimi izlenebilir.

Ekstruder içerisinde sıvı viskoz malzeme çalışılabilir ve sisteme renkli bir yardımcı malzeme eklenerek ekstruder içerisindeki akış hakkında yorum yapılabilir.

KAYNAKLAR

[1]. PlasticsEurope, 2016,*Plastics—the Facts 2016: An analysis of European plastics production, demand and waste data.*

[2]. Aydin, I., 2009,*Extrusion and Double Screw Extruders*, in *PAGEV*, PAGEV: İstanbul.

[3]. Aydin, I., Biglari, F. R., Briscoe, B. J., Lawrence, C. J., & Adams, M. J., 2000, Physical and numerical modelling of ram extrusion of paste materials: conical die entry case. *Computational Materials Science*, *18*(2), 141-155

[4]. Krumbholz, N., Hochrein, T., Vieweg, N., Hasek, T., Kretschmer, K., Bastian, M.& Koch, M., 2009. Monitoring polymeric compounding processes inline with THz time-domain spectroscopy.*Polymer Testing*,*28*(1), 30-35.

[5]. Jen, C. K., Zun, Z., & Kobayashi, M., 2005, Real-time monitoring of barrel thickness and barrel/screw separation using ultrasound. *Measurement Science and Technology*, *16*(3), 842.

[6]. Agrawal, A., Dudhedia, M., Deng, W., Shepard, K., Zhong, L., Povilaitis, E., & Zimny, E., 2016, Development of tablet formulation of amorphous solid dispersions prepared by hot melt extrusion using quality by design approach, *AAPS PharmSciTech*,*17*(1), 214-232.

[7]. Agrawal, A. M., Dudhedia, M. S., & Zimny, E., 2016, Hot melt extrusion: development of an amorphous solid dispersion for an insoluble drug from mini-scale to clinical scale.*AAPS PharmSciTech*,*17*(1), 133-147.

[8]. Martin, C., 2016, Twin screw extruders as continuous mixers for thermal processing: a technical and historical perspective, *AAPS PharmSciTech*,*17*(1), 3-19.

[9]. Patil, H., Tiwari, R. V., & Repka, M. A., 2016, Hot-melt extrusion: from theory to application in pharmaceutical formulation. *AAPS PharmSciTech*,*17*(1), 20-42.

[10]. Rantanen, J., & Khinast, J., 2015, The future of pharmaceutical manufacturing sciences, *Journal of pharmaceutical sciences*, *104*(11), 3612-3638.

[11]. Darnell, W.H. and E.A.J. Mol, 1956, SPE Journal, *Solids conveying in extruders.*, **12**(4).

[12]. Chiew, L. M., & Gupta, M., 2002, Simultaneous simulation of solid conveying, melting and melt flow between parallel plates: An approximation to the flow in a screw extruder, *Journal of reinforced plastics and composites*,*21*(12), 1055-1078.

[13]. Geng, X., &Yu, Q., 1995, Study on the visual and dynamic extrusion process in the co-rotating intermeshing twin screw extruder. Focused on the solid conveying phenomena and mechanism, *ANTEC'95*,*1*, 340-345.

[14]. Hyun, K. S., & Spalding, M. A., 1997, May, A new model for solids conveying in single-screw plasticating extruders. In *Technical papers of the annual technical conference-society of plastics engineers incorporated*,(vol. 1, pp. 211-218). Society of plastics engineers inc.

[15]. Hyun, K. S., Spalding, M. A., & Hinton, C. E., 1997, Theoretical and experimental analysis of solids conveying in single-screw extruders, *Journal of reinforced plastics and composites*,*16*(13), 1210-1219.

[16]. Spalding, M. A., Kirkpatrick, D. E., & Hyun, K. S., 1993, Coefficients of dynamic friction for low density polyethylene, *Polymer Engineering & Science*, *33*(7), 423-430.

[17]. Jinping, Q., Baoshan, S., Yanhong, F., & Hezhi, H., 2006, Dependence of solids conveying on screw axial vibration in single screw extruders, *Journal of applied polymer science*, *102*(3), 2998-3007.

[18]. Längauer, M., Liu, K., Kneidinger, C., Schaffler, G., Purgleitner, B., & Zitzenbacher, G.,2015, Experimental analysis of the influence of pellet shape on single screw extrusion, *Journal of applied Polymer Science*, *132*(13).

[19]. Lovegrove, J. G. A., & Williams, J. G., 1973, Solids conveying in a single screw extruder; the role of gravity forces, *Journal of Mechanical Engineering Science*, *15*(2), 114-122.

[20]. Moysey, P. A., & Thompson, M. R., 2008, Discrete particle simulations of solids compaction and conveying in a single-screw extruder, *Polymer Engineering & Science*,*48*(1), 62-73.

[21]. Spalding, M. A., Hyun, K. S., & Cohen, B. R., 1997, April, An Experimental Study of the Frictional and Viscous Forces Responsible for Solids Conveying and Melting in Single-Screw Plasticating Extruders. In *Technıcal Papers Of The Annual Technıcal Conference-Socıety Of Plastıcs Engıneers Incorporated*,(Vol. 1, pp. 202-210). Socıety Of Plastıcs Engıneers Inc.Toronto, Can: Soc Of Plastics Engineers.

[22]. Spalding, M. A., Hyun, K. S., & Hoffmann, R., 1998, An Experimental Investigation of Solids Conveying in Smooth and Grooved Barrel Single-Screw Plasticating Extruders. In*Technıcal Papers Of The Annual Technıcal Conference-Socıety Of Plastıcs Engıneers Incorporated*,(Vol. 1, pp. 136-141). Socıety Of Plastıcs Engıneers Inc.

[23]. Womer, T., 2012,*Overview of screw design*. in *28th Annual Blow Molding Conference: Three Rivers of Success - Innovation, Efficiency and Sustainability, ABC 2012*. Pittsburgh, PA.

[24]. Yucheng, P., C. Jianhua, and W. Yuanjian., 1985,*Mathematical Model Of Solid Conveying Zone In Single Screw Extruder*. in *43rd Annual Technical Conference - Conference Proceedings for the Society of Plastics Engineers, ANTEC '85*. Brookfield Center, CT, USA

[25]. Zhang, S., & Sernas, V., 2002, Incompressible model of solids conveying in a single-screw extruder, *Journal of reinforced plastics and composites*,*21*(15), 1399-1409.

[26]. Broyer, E., Gutfinger, C., & Tadmor, Z., 1973, *Filling of a rectangular channel with a Newtonian fluid*. Technion-Israel Institute of Technology.

[27]. Broyer, E., & Tadmor, Z., 1972, Solids conveying in screw extruders part I: A modified isothermal model, *Polymer Engineering & Science*,*12*(1), 12-24.

[28]. Chung, C.I., 2011,*Extrusion of Polymers: Theory and Practice*.: Hanser,

[29]. Zhu, F., & Chen, L., 1991, Studies on the theory of single screw plasticating extrusion. Part I: A new experimental method for extrusion, *Polymer Engineering & Science*,*31*(15), 1113-1116.

[30]. Wong, A. Y., Liu, T., Lam, J. C. M., & Zhu, F., 1999, Dynamic performance of single-screws of different configurations, *International polymer processing*,*14*(1), 35-43.

[31]. Maddock, B. H., 1959, A visual analysis of flow and mixing in extruder screws, *SPE Journal*,*15*(5), 383-389.

[32]. Street, L. F., 1961, Plastifying extrusion, *Int. Plast. Eng*, *1*, 289-296.

[33]. Tadmor, Z., 1966, Non-Newtonian tangential flow in cylindrical annuli. IV, *Polymer Engineering & Science*,*6*(3), 203-212.
[34]. Tadmor, Z., Duvdevani, I., & Klein, I., 1967, Melting in plasticating extuders theory and experiments, *Polymer Engineering & Science*,*7*(3), 198-217.
[35]. Marshall, D. I., & Klein, I., 1966, Fundamentals of plasticating extrusion. II. Experiments, *Polymer Engineering & Science*, *6*(3), 191-197.
[36]. Klein, I., & Marshall, D. I., 1966, Fundamentals of plasticating extrusion. III. Development of a mathematical model, *Polymer Engineering & Science*,*6*(3), 198-202.
[37]. Tadmor, Z., & Klein, I., 1970, *Engineering principles of plasticating extrusion*. Van Nostrand Reinhold Co..
[38]. Tadmor, Z., & Klein, I., 1969, The effect of design and operating conditions on melting in plasticating extruders, *Polymer Engineering & Science*,*9*(1), 1-10.
[39]. Hinrichs, D. R., & Lilleleht, L. U., 1970, A modified melting model for plastifying extruders, *Polymer Engineering & Science*,*10*(5), 268-278.
[40]. Vermeulen, J. R., Scargo, P. G., & Beek, W. J., 1971, The melting of a crystalline polymer in a screw extruder, *Chemical Engineering Science*,*26*(9), 1457-1465.
[41]. Donovan, R. C., 1971, A theoretical melting model for plasticating extruders, *Polymer Engineering & Science*,*11*(3), 247-257.
[42]. Edmondson, I. R., & Fenner, R. T.,1975, Melting of thermoplastics in single screw extruders, *Polymer*, *16*(1), 49-56.
[43]. Halmos, A. L., Pearson, J. R. A., & Trottnow, R.,1978, Melting in single screw extruders, *Polymer*, *19*(10), 1199-1216.
[44]. Shapiro, J., Halmos, A. L., & Pearson, J. R. A.,1976, Melting in single screw extruders, *Polymer*,*17*(10), 905-918.
[45]. Lindt, J. T., 1985, Mathematical modeling of melting of polymers in a single-screw extruder a critical review, *Polymer Engineering & Science*,*25*(10), 585-588.
[46]. Vera-Sorroche, J., Kelly, A. L., Brown, E. C., & Coates, P. D., 2015, Infrared melt temperature measurement of single screw extrusion, *Polymer Engineering & Science*,*55*(5), 1059-1066.
[47]. Campbell, G.A. and M.A.Spalding, 2014,*A mechanism for solid bed breakup in single-screw extruders-solid bed shape change*. in *72nd Annual Technical Conference of the Society of Plastics Engineers: The Plastics Conference, ANTEC 2014*. 2014. Society of Plastics Engineers.
[48]. Campbell, G.A. and M.A. Spalding, 2013,*A mechanism for solid bed breakup in single-screw extruders*. in *71st Annual Technical Conference of the Society of Plastics Engineers 2013, ANTEC 2013*, Cincinnati, OH: Society of Plastics Engineers.
[49]. Del Pilar Noriega, M., T.A. Osswald, and A. Naranjo, 2011,*Comparison of the melting behavior of HDPE and PP in single screw extruders*. in *69th Annual Technical Conference of the Society of Plastics Engineers 2011, ANTEC 2011*, Boston, MA.
[50]. Altınkaynak, A., Gupta, M., Spalding, M. A., & Crabtree, S. L., 2011, Melting in a single screw extruder: experiments and 3D finite element simulations, *International Polymer Processing*,*26*(2), 182-196.
[51]. Bernhardt, E.C., 1983,*CAE: Computer Aided Engineering for Injection Molding*: Free Press.
[52]. McKelvey, J.M.,1962,*Polymer processing*: Wiley.
[53]. Schenkel, G. and B.S. Glyde,1966,*Plastics extrusion technology, and theory: the design and operation of screw extruders for plastics*: Iliffe.

[54]. Tadmor, Z., & Klein, I., 1970, *Engineering principles of plasticating extrusion*. Van Nostrand Reinhold Co..
[55]. Tadmor, Z. and C.G. Gogos, 2013,*Principles of Polymer Processing*.: Wiley.
[56]. Rauwendaal, C., 2014,*Polymer Extrusion*.: Carl Hanser Verlag GmbH & Company KG.
[57]. Carley, J. F., Mallouk, R. S., & McKelvey, J. M., 1953, Simplified flow theory for screw extruders, *Industrial & Engineering Chemistry*,*45*(5), 974-978.
[58]. Mohr, W. D., Saxton, R. L., & Jepson, C. H., 1957, Theory of mixing in the single-screw extruder, *Industrial & Engineering Chemistry*, *49*(11), 1857-1862.
[59]. Booy, M. L., 1963, Influence of channel curvature on flow, pressure distribution, and power requirements of screw pumps and melt extruders, *Polymer Engineering & Science*,*3*(3), 176-185.
[60]. Griffith, R. M., 1962, Fully developed flow in screw extruders. Theoretical and experimental study, *Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals*,*1*(3), 180-187.
[61]. Kroesser, F. W., &Middleman, S., 1965, The calculation of screw characteristics for the extrusion of non-Newtonian melts, *Polymer Engineering & Science*, *5*(4), 230-234.
[62]. Pearson, J.R.A., 1966,*Mechanical principles of polymer melt processing.*
[63]. Wilczyński, K. J., Lewandowski, A., Nastaj, A., & Wilczyński, K., 2015, A Global Model for Starve-Fed Nonconventional Single-Screw Extrusion of Thermoplastics.*Advances in Polymer Technology*.
[64]. Ortiz, U. R., Villa, A. L., & Aguilar, R. V., 2015, Modeling and Simulation of a Biopolymer Processing in a Single Screw Extruder. In*Selected Topics of Computational and Experimental Fluid Mechanics*(pp. 465-471). Springer International Publishing.
[65]. Koshevoy, E. and Z. Meretukov, 2015,*Mathematical modeling of non-Newtonian fluid flow in an extruder channel, extraction included*.
[66]. Kumar, A., Jones, D. D., Meyer, G. E., & Hanna, M. A., 2015, A Fuzzy Inference System (FIS) and Dimensional Analysis for Predicting Energy Consumption and Mean Residence Time in a Twin-Screw Extruder, *Journal of Food Process Engineering*,*38*(2), 125-134.
[67]. Xu, B., Liu, Y., Yu, H., & Turng, L. S., 2014, Chaotic mixing in a single-screw extruder with a moving internal baffle, *Polymer Engineering & Science*,*54*(1), 198-207.
[68]. Siregar, A. N., Mahmod, W. M. F. W., Ghani, J. A., Haron, C. H. C., & Rizal, M., 2014, Design and analysis of single screw extruder for jatropha seeds using finite element method, *Research Journal of Applied Sciences, Engineering and Technology*,*7*(10), 2098-2105.
[69]. Ke, Z., Zhongqi, H., Shupan, Y., & Wanghua, C., 2014, Numerical simulation for exploring the effect of viscosity on single-screw extrusion process of propellant, *Procedia Engineering*, *84*, 933-939.
[70]. Connelly, R. K., & Kokini, J. L., 2007, Examination of the mixing ability of single and twin screw mixers using 2D finite element method simulation with particle tracking, *Journal of food engineering*, *79*(3), 956-969.
[71]. Ghoreishy, M. H. R., Razavi-Nouri, M., & Naderi, G., 2005, Finite element analysis of a thermoplastic elastomer melt flow in the metering region of a single screw extruder, *Computational materials science*,*34*(4), 389-396.
[72]. Amellal, K., & Lafleur, P. G.,1993, Computer simulation of conventional and barrier screw extruders, *Plastics rubber and composites processing and applications*, *19*(4), 227-239.

[73]. Wilczyński, K., Tyszkiewicz, A., & Szymaniak, Z., 2001, Modeling for morphology development during single-screw extrusion of LDPE/PS blend, *Journal of Materials Processing Technology*, *109*(3), 320-323.
[74]. Wilczyñski, K., 2001, SSEM: a computer model for a polymer single-screw extrusion, *Journal of Materials Processing Technology,109*(3), 308-313.
[75]. Wilczyński, K., 1996, A computer model for single-screw plasticating extrusion, *Polymer—Plastics Technology and Engineering*, *35*(3), 449-477.
[76]. Xu, B., Kuang, T., Yu, H., Wang, M., & Turng, L. S., 2015, Enhancement of mixing by different baffle arrays in cavity flows, *Chemical Engineering Science,137*, 837-851.
[77]. Shi, D., Liu, C., & Qin, J., 2015, Extrusion Pressure Analysis of Powder State Material of Non-Plug Solid Conveying in Feeding Section of Single Screw Extruder.
[78]. Matet, M., Heuzey, M. C., Pollet, E., Ajji, A., & Avérous, L., 2013, Innovative thermoplastic chitosan obtained by thermo-mechanical mixing with polyol plasticizers, *Carbohydrate polymers*, *95*(1), 241-251.
[79]. Rauwendaal, C. J., 1999, *U.S. Patent No. 5,932,159*, Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
[80]. Rowell, H. S., & Finlayson, D., 1922, Screw viscosity pumps, *Engineering*, *114*, 606-607.
[81]. Ren, Z., Huang, X., Liu, H., Deng, X., & He, J., 2015, Numerical and experimental studies for gas assisted extrusion forming of molten polypropylene, *Journal of Applied Polymer Science,132*(42).
[82]. Bigio, D. I., Boyd, J. D., Erwin, L., & Gailus, D. W., 1985, Mixing studies in the single screw extruder, *Polymer Engineering & Science,25*(5), 305-310.
[83]. Domingues, N., A. Gaspar-Cunha, and J. Covas, *Estimation of the morphology development of immiscible liquid–liquid systems during single screw extrusion.* Polymer Engineering & Science, 2010. **50**(11): p. 2194-2204.
[84]. Tyagi, S. and A.K. Ghosh, *Morphology development during blending of immiscible polymers in screw extruders.* Polymer engineering and science, 2002. **42**(6): p. 1309.
[85]. Domingues, N., Gaspar-Cunha, A., & Covas, J. A., 2010, Estimation of the morphology development of immiscible liquid–liquid systems during single screw extrusion, *Polymer Engineering & Science,50*(11), 2194-2204.
[86]. Rauwendaal, C.,1991,*Mixing in Polymer Processing*.: Taylor & Francis.
[87]. Nienow, A. W., Edwards, M. F., & Harnby, N.,1997, *Mixing in the process industries*. Butterworth-Heinemann.
[88]. Gupta, R.K., 2000,*Polymer and Composite Rheology, Second Edition*: Taylor & Francis.
[89]. Gale, M., 2009, *Mixing in Single Screw Extrusion*: Smithers Rapra Technology.
[90]. Danckwerts, P. V., 1952, The definition and measurement of some characteristics of mixtures, *Applied Scientific Research, Section A,3*(4), 279-296.
[91]. Wang, Y., & Huang, J. S., 1996, Single screw extrusion compounding of particulate filled thermoplastics: state of dispersion and its influence on impact properties, *Journal of applied polymer science*, *60*(11), 1779-1791.
[92]. Dennis, H., Hunter, D. L., Chang, D., Kim, S., White, J. L., Cho, J. W., & Paul, D. R., 2001, Effect of melt processing conditions on the extent of exfoliation in organoclay-based nanocomposites, *Polymer,42*(23), 9513-9522.
[93]. Huang, H. X., Huang, Y. F., Wang, C. Y., & Zhang, Y. H., 2003, Microstructure changes of a polypropylene/montmorillonite nanocomposite in a single screw extruder, *Journal of materials science letters*, *22*(21), 1547-1549.

[94]. Kajiwara, T., Nagashima, Y., Nakano, Y., & Funatsu, K., 1996, Numerical study of twin-screw extruders by three-dimensional flow analysis—development of analysis technique and evaluation of mixing performance for full flight screws, *Polymer Engineering & Science*, *36*(16), 2142-2152.

[95]. Jana, S. C., Scott, E. W., & Sundararaj, U.,2000, *U.S. Patent No. 6,132,076*. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.

[96]. Kalyon, D. M., 1988, Mixing in continuous processors, *Encyclopedia of Fluid Mechanics,7*, 887-926.

[97]. Best, W., & Tomfohrde, H. F., 1959, A quick test for carbon black dispersion, *SPE Journal*, 139-141.

[98]. Tadmor, Z., 1976, Forces in dispersive mixing, *Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals,15*(4), 346-348.

[99]. Alemaskin, K., Manas–Zloczowe, I., & Kaufman, M., 2004, Index for simultaneous dispersive and distributive mixing characterization in processing equipment, *International Polymer Processing*, *19*(4), 327-334.

[100]. Rwei, S. P., Manas-Zloczower, I., & Feke, D. L., 1990, Observation of carbon black agglomerate dispersion in simple shear flows, *Polymer Engineering & Science,30*(12), 701-706.

[101]. Rwei, S. P., Manas-Zloczower, I., & Feke, D. L., 1991, Characterization of agglomerate dispersion by erosion in simple shear flows, *Polymer Engineering & Science,31*(8), 558-562.

[102]. Rwei, S. P., Manas-Zloczower, I., & Feke, D. L., 1992, Analysis of dispersion of carbon black in polymeric melts and its effect on compound properties, *Polymer Engineering & Science,32*(2), 130-135.

[103]. Rwei, S. P., Ku, F. H., & Cheng, K. C., 2002, Dispersion of carbon black in a continuous phase: electrical, rheological, and morphological studies, *Colloid and Polymer Science,280*(12), 1110-1115.

[104]. Naficy, S., & Garmabi, H., 2007, Study of the effective parameters on mechanical and electrical properties of carbon black filled PP/PA6 microfibrillar composites, *Composites science and technology,67*(15), 3233-3241.

[105]. Kim, D. J., Seo, K. H., Hong, K. H., & Kim, S. Y., 1999, Effects of dispersing agents on dispersity and mechanical properties of carbon black/PET, *Polymer Engineering & Science,39*(3), 500-507.

[106]. Treece, M. A., & Oberhauser, J. P., 2007, Processing of polypropylene–clay nanocomposites: Single-screw extrusion with in-line supercritical carbon dioxide feed versus twin-screw extrusion, *Journal of Applied Polymer Science,103*(2), 884-892.

[107]. Alemaskin, K., Camesasca, M., Manas-Zloczower, I., & Kaufman, M., 2004, June), Entropic measures of mixing tailored for various applications. In S. Ghosh, J. K. Lee, & J. C. Castro (Eds.),*AIP Conference Proceedings*(Vol. 712, No. 1, pp. 169-173). AIP.

[108]. Nassar, N., Utracki, L. A., & Kamal, M. R., 2005, Melt intercalation in montmorillonite/polystyrene nanocomposites, *International Polymer Processing,20*(4), 423-431.

[109]. Rauwendaal, C., 1991, *Mixing in polymer processing*(Vol. 23), CRC Press. p. 129.

[110]. Chella, R., & Ottino, J. M., 1985, Fluid mechanics of mixing in a single-screw extruder, *Industrial & engineering chemistry fundamentals,24*(2), 170-180.

[111]. Benkreira, H., Shales, R. W., & Edwards, M. F., 1992, Mixing on melting in single screw extrusion, *International Polymer Processing,7*(2), 126-131.

[112]. Wong, A. Y., Zhu, F., & Liu, T., 1997, Qualitative study on intermeshing co-rotating twin screw extrusion using novel visual technique, *Plastics rubber and composites processing and applications*,*26*(6), 271-277.

[113]. Wong, A. Y., Zhu, F., & Liu, W., 1997, Breakup of solid bed in melting zone of single screw extruder, *Plastics rubber and composites processing and applications*,*26*(2), 78-82.

[114]. Wong, A. C. Y., & Liu, T., 1998, Screw Configuration Effects on The Colour Mixing Characteristics Of Polymer In Single-Screw Extrusion. In *Technical Papers Of The Annual Technical Conference-Society Of Plastics Engineers Incorporated*(Vol. 1, Pp. 284-289), Socıety Of Plastıcs Engıneers Inc.

[115]. Erwin, L., 1978, Theory of laminar mixing, *Polymer Engineering & Science*,*18*(13), 1044-1048.

[116]. Erwin, L., 1978, Theory of mixing sections in single screw extruders, *Polymer Engineering & Science*,*18*(7), 572-576.

[117]. Sokhey, A. S., Kollengode, A. N., & Hanna, M. A., 1994, Screw configuration effects on corn starch expansion during extrusion, *Journal of food science*,*59*(4), 895-896.

[118]. Yeh, A. I., & Jaw, Y. M., 1998, Modeling residence time distributions for single screw extrusion process, *Journal of Food Engineering*,*35*(2), 211-232.

[119]. St-Pierre, N., Favis, B. D., Ramsay, B. A., Ramsay, J. A., & Verhoogt, H., 1997, Processing and characterization of thermoplastic starch/polyethylene blends, *Polymer*,*38*(3), 647-655.

[120]. Mihai, M., Chapleau, N., & Denault, J., 2015, Processing–formulation–performance relationships of polypropylene/short flax fiber composites, *Journal of Applied Polymer Science*, *132*(9).

[121]. Wilczyński, K. J., Nastaj, A., Lewandowski, A., & Wilczyński, K., 2014, A composite model for starve fed single screw extrusion of thermoplastics, *Polymer Engineering & Science*,*54*(10), 2362-2374.

[122]. Rios, A. and T. Osseald., 1998,*Antec'98. Volume I*. in *Conference proceedings*.

[123]. Food, U. and D. Administration, *Guidance for Industry. PAT—A Framework for Innovative Pharmaceutical Development, Manufacturing, and Quality Assurance, FDA, Rockville 2004.*

[124]. Jamrógiewicz, M., 2012, Application of the near-infrared spectroscopy in the pharmaceutical technology, *Journal of pharmaceutical and biomedical analysis*,*66*, 1-10.

[125]. Apruzzese, F., Pato, J., Balke, S. T., & Diosady, L. L., 2003, In-line measurement of residence time distribution in a co-rotating twin-screw extruder, *Food Research International*,*36*(5), 461-467..

[126]. Wahl, P. R., Treffer, D., Mohr, S., Roblegg, E., Koscher, G., & Khinast, J. G., 2013, Inline monitoring and a PAT strategy for pharmaceutical hot melt extrusion, *International journal of pharmaceutics*,*455*(1), 159-168.

[127]. Hansen, M. G., & Vedula, S., 1998, In-line fiber-optic near-infrared spectroscopy: Monitoring of rheological properties in an extrusion process. Part I.*Journal of applied polymer science*,*68*(6), 859-872.

[128]. Vedula, S., & Hansen, M. G., 1998, In-line fiber-optic near-infrared spectroscopy: Monitoring of rheological properties in an extrusion process. Part II.*Journal of applied polymer science*,*68*(6), 873-889.

[129]. Nagata, T., Tanigaki, M., & Ohshima, M., 2000, On-line NIR sensing of CO2 concentration for polymer extrusion foaming processes, *Polymer Engineering & Science*,*40*(8), 1843-1849.

[130]. Witschnigg, A., Laske, S., Kracalik, M., Feuchter, M., Pinter, G., Maier, G.& Holzer, C., 2010, In-line characterization of polypropylene nanocomposites using FT-NIR, *Journal of applied polymer science*,*117*(5), 3047-3053.

[131]. Kelly, A. L., Halsey, S. A., Bottom, R. A., Korde, S., Gough, T., & Paradkar, A., 2015, A novel transflectance near infrared spectroscopy technique for monitoring hot melt extrusion, *International journal of pharmaceutics*,*496*(1), 117-123.

[132]. Almeida, A., Saerens, L., De Beer, T., Remon, J. P., & Vervaet, C., 2012, Upscaling and in-line process monitoring via spectroscopic techniques of ethylene vinyl acetate hot-melt extruded formulations, *International journal of pharmaceutics*,*439*(1), 223-229.

[133]. Saerens, L., Dierickx, L., Quinten, T., Adriaensens, P., Carleer, R., Vervaet, C., & De Beer, T., 2012, In-line NIR spectroscopy for the understanding of polymer–drug interaction during pharmaceutical hot-melt extrusion, *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*,*81*(1), 230-237.

[134]. Baronsky-Probst, J., Möltgen, C. V., Kessler, W., & Kessler, R. W., 2016, Process design and control of a twin screw hot melt extrusion for continuous pharmaceutical tamper-resistant tablet production, *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, *87*, 14-21.

[135]. Siesler, H.W., 2012, *2.09 - Vibrational Spectroscopy A2 - Matyjaszewski, Krzysztof*, in *Polymer Science: A Comprehensive Reference*, M. Möller, Editor Elsevier: Amsterdam. p. 255-300.

[136]. Haberstroh, E., Jakisch, L., Henssge, E., & Schwarz, P., 2002, Real-Time Monitoring of Reactive Extrusion Processes by Means of In-Line Infrared Spectroscopy and Infrared Temperature Measurement, *Macromolecular materials and engineering*,*287*(3), 203-208.

[137]. Fischer, D., Sahre, K., Abdelrhim, M., Voit, B., Sadhu, V. B., Pionteck, J., ... & Hutschenreuter, J., 2006, Process monitoring of polymers by in-line ATR-IR, NIR and Raman spectroscopy and ultrasonic measurements, *Comptes Rendus Chimie*,*9*(11), 1419-1424.

[138]. Dong, Z., Chatterji, A., Sandhu, H., Choi, D. S., Chokshi, H., & Shah, N., 2008, Evaluation of solid state properties of solid dispersions prepared by hot-melt extrusion and solvent co-precipitation, *International journal of pharmaceutics*,*355*(1), 141-149.

[139]. Alshahrani, S. M., Lu, W., Park, J. B., Morott, J. T., Alsulays, B. B., Majumdar, S., ... & Repka, M. A., 2015, Stability-enhanced hot-melt extruded amorphous solid dispersions via combinations of Soluplus® and HPMCAS-HF, *AAPS PharmSciTech*, *16*(4), 824-834.

[140]. Pudlas, M., Kyerematenng, S. O., Williams, L. A., Kimber, J. A., van Lishaut, H., Kazarian, S. G., & Woehrle, G. H., 2015, Analyzing the impact of different excipients on drug release behavior in hot-melt extrusion formulations using FTIR spectroscopic imaging, *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, *67*, 21-31.

[141]. Maier, H. G., 1990, Optische Methoden, In*Lebensmittel-und Umweltanalytik*(pp. 66-133). Steinkopff.

[142]. Coates, P. D., Barnes, S. E., Sibley, M. G., Brown, E. C., Edwards, H. G., & Scowen, I. J., 2003, In-process vibrational spectroscopy and ultrasound measurements in polymer melt extrusion, *Polymer*, *44*(19), 5937-5949.

[143]. Barnes, S. E., Brown, E. C., Sibley, M. G., Edwards, H. G. M., Scowen, I. J., & Coates, P. D.,2005, Vibrational spectroscopic and ultrasound analysis for in-process characterization of high-density polyethylene/polypropylene blends during melt extrusion. *Applied spectroscopy*, *59*(5), 611-619.

[144]. Barnes, S. E., Brown, E. C., Sibley, M. G., Edwards, H. G. M., & Coates, P. D., 2005, Vibrational spectroscopic and ultrasound analysis for the in-process monitoring of poly (ethylene vinyl acetate) copolymer composition during melt extrusion. *Analyst*, *130*(3), 286-292.

[145]. Barnes, S. E., Sibley, M. G., Edwards, H. G. M., & Coates, P. D.,2007, Process monitoring of polymer melts using in-line spectroscopy. *Transactions of the Institute of Measurement and Control*, *29*(5), 453-465.

[146]. Tumuluri, V. S., Kemper, M. S., Lewis, I. R., Prodduturi, S., Majumdar, S., Avery, B. A., & Repka, M. A.,2008, Off-line and on-line measurements of drug-loaded hot-melt extruded films using Raman spectroscopy, *International journal of pharmaceutics*, *357*(1), 77-84.

[147]. Krier, F., Mantanus, J., Sacre, P. Y., Chavez, P. F., Thiry, J., Pestieau, A., ... & Evrard, B., 2013, PAT tools for the control of co-extrusion implants manufacturing process, *International journal of pharmaceutics*, *458*(1), 15-24.

[148]. Saerens, L., Vervaet, C., Remon, J. P., & De Beer, T., 2013, Visualization and process understanding of material behavior in the extrusion barrel during a hot-melt extrusion process using raman spectroscopy, *Analytical chemistry*, *85*(11), 5420-5429.

[149]. Saerens, L., Ghanam, D., Raemdonck, C., Francois, K., Manz, J., Krüger, R., ... & De Beer, T., 2014, In-line solid state prediction during pharmaceutical hot-melt extrusion in a 12mm twin screw extruder using Raman spectroscopy, *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, *87*(3), 606-615.

[150]. Gilmor, C., Balke, S. T., Calidonio, F., & Rom-Roginski, A., 2003, In-line color monitoring of polymers during extrusion using a charge coupled device spectrometer: Color changeovers and residence time distributions, *Polymer Engineering & Science*, *43*(2), 356-368.

[151]. Valadez-Blanco, R., Virdi, A. I. S., Balke, S. T., & Diosady, L. L., 2007, In-line colour monitoring during food extrusion: Sensitivity and correlation with product colour, *Food research international*, *40*(9), 1129-1139.

[152]. Wang, Y., Steinhoff, B., Brinkmann, C., & Alig, I., 2008, In-line monitoring of the thermal degradation of poly (l-lactic acid) during melt extrusion by UV–vis spectroscopy, *Polymer*, *49*(5), 1257-1265.

[153]. Becker, W., Guschin, V., Mikonsaari, I., Teipel, U., Kölle, S., & Weiss, P., 2017, Turbidimetric method for the determination of particle sizes in polypropylene/clay-composites during extrusion, *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, *409*(3), 741-751.

[154]. Bress, T. J., & Dowling, D. R., 1998, Visualization of injection molding, *Journal of reinforced plastics and composites*, *17*(15), 1374-1381.

[155]. Fang, S., Chen, L., & Zhu, F., 1991, Studies on the theory of single screw plasticating extrusion. Part II: Non-plug flow solid conveying, *Polymer Engineering & Science*, *31*(15), 1117-1122.

[156]. Gao, F., Jin, Z., & Chen, X., 2000, A transparent barrel for study of reciprocating screw injection molding, In *Society of Plastics Engineers, Annual Technical Conference (ANETC2000), Orlando, USA*.

[157]. Gao, F., Jin, Z., & Chen, X., 2000, A visual barrel system for study of reciprocating screw injection molding, *Polymer Engineering & Science*, *40*(6), 1334-1343.

[158]. Jin, Z., Gao, F., & Zhu, F., 2004, An experimental study of solid-bed break-up in plasticization of a reciprocating-screw injection molding, *Polymer engineering and science*, *44*(7), 1313.
[159]. Yokoi, H., Hayashi, T., Toda, K., & Morikita, N., 1988, Direct observation of jetting phenomena under a high injection pressure by using a prismatic-glass inserted mold, In *Proceedings of the 46th Annual Technical Conference ANTEC* (Vol. 88, p. 329).
[160]. Yokoi, H., & Inagaki, Y.,1992, Dynamic visualization of cavity filling process along thickness direction using a laser-light-sheet technique, *ANTEC 92--Shaping the Future.*, *1*, 457-460.
[161]. Yokoi, H., Kamata, S., & Kanematsu, T.,1991, Visual Observation of Three-Dimensionnal Melt Flow Inside a Mold Cavity by Gate-Magnetization Method, *SPE Antec Tech. Papers*, *37*, 358-362.
[162]. Wahl, P. R., Hörl, G., Kaiser, D., Sacher, S., Rupp, C., Shlieout, G., ... & Khinast, J. G., 2017, In-line measurement of residence time distribution in melt extrusion via video analysis, *Polymer Engineering & Science*.
[163]. Choudhury, G. S., & Gautam, A., 1998, On-line Measurement of Residence Time Distribution in a Food Extruder, *Journal of food science*, *63*(3), 529-534.
[164]. Meuser, F., Gimmler, N., & Van Lengerich, B., 1992, A system analytical approach to extrusion, *Food extrusion science and technology*, 619-630.
[165]. Harper, J.M.,1981, *Extrusion of foods*.: CRC press.
[166]. Dhanasekharan, K. M., & Kokini, J. L.,2003, Design and scaling of wheat dough extrusion by numerical simulation of flow and heat transfer, *Journal of Food Engineering*, *60*(4), 421-430.
[167]. Fogler, H. S.,2010, *Essentials of chemical reaction engineering*. Pearson Education.
[168]. Ganjyal, G., & Hanna, M., 2002, A review on residence time distribution (RTD) in food extruders and study on the potential of neural networks in RTD modeling, *Journal of food science*, *67*(6), 1996-2002.
[169]. Altomare, R. E., & Ghossi, P., 1986, An analysis of residence time distribution patterns in a twin screw cooking extruder, *Biotechnology Progress*, *2*(3), 157-163.
[170]. Gogoi, B. K., & Yam, K. L.,1994, Relationships between residence time and process variables in a corotating twin-screw extruder, *Journal of Food Engineering*, *21*(2), 177-196.
[171]. Ziegler, G. R., & Aguilar, C. A., 2003, Residence time distribution in a co-rotating, twin-screw continuous mixer by the step change method, *Journal of Food Engineering*, *59*(2), 161-167.
[172]. Kumar, A., Ganjyal, G. M., Jones, D. D., & Hanna, M. A., 2006, Digital image processing for measurement of residence time distribution in a laboratory extruder, *Journal of Food Engineering*, *75*(2), 237-244.
[173]. Van Zuilichem, D. J., Kuiper, E., Stolp, W., & Jager, T., 1999, Mixing effects of constituting elements of mixing screws in single and twin screw extruders, *Powder technology*, *106*(3), 147-159.
[174]. Farahanchi, A., Boehm, E., Orbey, N., & Malloy, R., 2016, The Effect of ultra-high speed twin screw extrusion on ABS/organoclay nanocomposite blend properties, *Polymer Engineering & Science*.
[175]. Hirata, K., Ishida, H., Hiragohri, M., Nakayama, Y., & Kajiwara, T., 2014, Effectiveness of a backward mixing screw element for glass fiber dispersion in a twin-screw extruder, *Polymer Engineering & Science*, *54*(9), 2005-2012.

[176]. Dryer, B., Fukuda, G., Webb, J., Montemayor, K., Bigio, D. I., Andersen, P., & Wetzel, M., 2016, Comparison of scale-up methods for dispersive mixing in twin-screw extruders, *Polymer Engineering & Science*.
[177]. Wolf, D., & White, D. H.,1976, Experimental study of the residence time distribution in plasticating screw extruders, *AIChE Journal*, *22*(1), 122-131.
[178]. Akkurt, M.,2002, *Kalite kontrol Excel destekli*: Birsen.
[179]. Fisher, R.A. ,1925, *Statistical methods for research workers*.: Genesis Publishing Pvt Ltd.
[180]. Antony, J., 2014, *Design of experiments for engineers and scientists*.: Elsevier.
[181]. Şenoğlu, B. and Ş. Acıtaş, 2010,*İstatistiksel deney tasarımı.* Sabit Etkili Modeller, Nobel Yayın Dağıtım, Ankara.
[182]. Çömlekçi, N.,2003,*Deney tasarımı ilke ve teknikleri*: Alfa.
[183]. Montgomery, D.C., 2008,*Design and analysis of experiments*: John Wiley & Sons.
[184]. Ross, P.J., 1988, *Taguchi techniques for quality engineering: loss function, orthogonal experiments, parameter and tolerance design*.
[185]. Cornell, J. A., 2011, *Experiments with mixtures: designs, models, and the analysis of mixture data*(Vol. 895), John Wiley & Sons.
[186]. Zhu, F., Wong, A. Y., Liu, R., & Liu, T., 1997, Breakup of solid bed in melting zone of single screw extruder, Part 2-Strength of solid bed and experimental results, *Plastics rubber and composites processing and applications*, *26*(8), 343-350.
[187]. Marcilla, A., Gómez, A., & Menargues, S., 2005, TG/FTIR study of the thermal pyrolysis of EVA copolymers, *Journal of analytical and applied pyrolysis*, *74*(1), 224-230.
[188]. Durmuş, A., 2006,*Poliolefin nanokompozitlerin hazırlanması.* Doktora Tezi, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
[189]. Macosko, C. W., & Larson, R. G., 1994, Rheology: principles, measurements, and applications.
[190]. Bird, R. B., & Carreau, P. J., 1968, A nonlinear viscoelastic model for polymer solutions and melts—I. *Chemical Engineering Science*, *23*(5), 427-434.
[191]. Giles Jr, H. F., Mount III, E. M., & Wagner Jr, J. R., 2004, *Extrusion: the definitive processing guide and handbook*. William Andrew.
[192]. Vera-Sorroche, J., Kelly, A. L., Brown, E. C., Gough, T., Abeykoon, C., Coates, P. D., ... & Price, M., 2014, The effect of melt viscosity on thermal efficiency for single screw extrusion of HDPE. *Chemical Engineering Research and Design*, *92*(11), 2404-2412.
[193]. Darnell, W. H.,1956, Solid Conveying in Exdruders, *SPE. J.*, 20-29.
[194]. Fenner, R. T., 1977, Developments in the analysis of steady screw extrusion of polymers, *Polymer*, *18*(6), 617-635.
[195]. Rauwendaal, C. and P. Noriega, 2001,*Troubleshooting the extrusion process*: Hanser.
[196]. Tadmor, Z., & Gogos, C. G. (2013), *Principles of polymer processing*. John Wiley & Sons.
[197]. Agassant, J. F., Avenas, P., Carreau, P. J., Vergnes, B., & Vincent, M.,2017). *Polymer processing: principles and modeling*. Carl Hanser Verlag GmbH Co KG.
[198]. Wong, A. Y., Zhu, F., Liu, R., & Liu, T.,1997, Breakup of solid bed in melting zone of single screw extruder. Part 1: Mathematical model, *Plastics rubber and composites processing and applications*, *26*(8), 336-342.
[199]. Zhao, J., Morgan, A. B., & Harris, J. D.,2005, Rheological characterization of polystyrene–clay nanocomposites to compare the degree of exfoliation and dispersion, *Polymer*, *46*(20), 8641-8660.

EKLER

```
%% Read in image
I=imread();
imshow(I);
%% Solution: Thresholding the image
%Im=double(img)/225;
Im=I;

rmat=Im(:,:,1);
gmat=Im(:,:,1);
bmat=Im(:,:,1);

subplot(2,2,1), imshow(rmat);
title('Red plane');
subplot(2,2,2), imshow(gmat);
title('Green plane');
subplot(2,2,3), imshow(bmat);
title('Blue plane');
subplot(2,2,4), imshow(I);
title('Original image');


%%
levelr=;
levelg=;
levelb=;
i1=im2bw(rmat, levelr);
i2=im2bw(rmat, levelr);
i3=im2bw(rmat, levelr);
Isum=(i1&i2&i3);

% Plot the data
subplot(2,2,1), imshow(i1);
title('Red Plane');
subplot(2,2,2), imshow(i2);
title('Green Plane');
subplot(2,2,3), imshow(i3);
title('Blue Plane');
subplot(2,2,4), imshow(i1);
title('Sum of all the Plane');

%% Complement Image and Fill in holes
Icomp=imcomplement(Isum);
Ifilled=imfill(Icomp, 'holes');
figure, imshow(Ifilled);

%%
se=strel('disk', 1);
Iopenned=imopen(Ifilled,se);
% figure, imshowpair(Iopenned, I);
imshow(Iopenned);

%% Extract features

Iregion = regionprops(Iopenned, 'centroid');
```

```
[labeled,numObjects] = bwlabel(Iopenned,4);
stats = regionprops(labeled, 'Eccentricity', 'Area', 'BoundingBox');
areas = [stats.Area];
eccentricities = [stats.Eccentricity];

%% Use feature analysis to count skittles objects
idxOfSkittles = find(eccentricities);
statsDefects = stats(idxOfSkittles);

figure, imshow(I);
hold on;
for idx = 1 : length(idxOfSkittles)
    h=rectangle('Position',statsDefects(idx).BoundingBox);
set(h,'EdgeColor',[.75 0 0]);
hold on;
end
if idx > 2
title(['There are ', num2str(numObjects), 'objects in the image']);
end
hold off;
```

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler	
Adı Soyadı	Mustafa Fatih ERGİN
Doğum Yeri	Malatya
Doğum Tarihi	11.01.1980
Uyruğu	☑T.C.❒ Diğer:
Telefon	
E-Posta Adresi	mfergin@istanbul.edu.tr
Web Adresi	

Eğitim Bilgileri	
Lisans	
Üniversite	İstanbul Üniversitesi
Fakülte	Mühendislik Fakültesi
Bölümü	Kimya Mühendisliği
Mezuniyet Yılı	2001

Yüksek Lisans	
Üniversite	İstanbul Üniversitesi
Enstitü Adı	Fen Bilimleri Enstitüsü
Anabilim Dalı	Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı
Programı	Proses ve Reaktör Tasarımı Programı
Mezuniyet Tarihi	2005

Doktora	
Üniversite	İstanbul Üniversitesi
Enstitü Adı	Fen Bilimleri Enstitüsü
Anabilim Dalı	Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı
Programı	Proses ve Reaktör Tasarımı Programı
Mezuniyet Tarihi	2017

Makale ve Bildiriler
[1]. Aydin, I., Ergin, M. F., & Altun, M., 2014, Rheological Behavior of Modified Starch/EVA Blends, *Acta Physica Polonica A*, *125*(2), 503-505.
[2]. Ergin, M. F., & Aydin, I. ,2015, Etilen-Vinil Asetat (Eva) Kopolimeri Ve Organikkilden Elde Edilen Nanokompozitlerin Reolojik Olarak İncelenmesi. *Anadolu University Journal of Science And Technology–A Applied Sciences And Engineering*, *16*(2), 265-274.
[3]. Ergin M.F., Aydin İ., Albayrak A.T., "Visual Examination Of The Effects Of The Different Operating Conditions On The Residence Time Distribution In A Single-Screw Extruder With Transparent Barrel", Mechanics, Materials, Mechanical and Chemical Engineering Conference, Barselona, ISPANYA, 7-9 Nisan 2015, pp.227-238