

T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

POLİESTER KORD BEZİ YÜZEY İŞLEMİ SÜRECİ
VE MODELLEMESİ

NESLİHAN GÜLBAYCAN

YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ PROGRAMI

DANIŞMAN
YRD. DOÇ. DR. SENNUR DENİZ

İSTANBUL, 2014

T.C.
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

POLİESTER KORD BEZİ YÜZEY İŞLEMİ SÜRECİ
VE MODELLEMESİ

Neslihan GÜLBEYCAN tarafından hazırlanan tez çalışması 20.03.2014 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Tez Danışmanı

Yrd. Doç. Dr. Sennur DENİZ

Yıldız Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri

Yrd. Doç. Dr. Sennur DENİZ

Yıldız Teknik Üniversitesi

Yrd. Doç. Dr. Seyfullah KEYF

Yıldız Teknik Üniversitesi

Doç. Dr. Nesrin KÖKEN

İstanbul Teknik Üniversitesi

Bu tez çalışması; **KORDSA** GLOBAL tarafından desteklenmiştir.

ÖNSÖZ

Tez çalışmam boyunca her türlü bilgi ve deneyimi ile her zaman yanımda olan ve yönlendiren tez danışmanım Sayın Yrd. Doç. Dr. Sennur DENİZ'e,

Poliester kord bezi üretimi ve yüzey işlemleri süreci üzerine 25 yıllık bilgi birikimini her fırsatta benimle paylaşan Sayın Yücel AYYILDIZ'a,

Tez kapsamında planlanan tüm deney ve analizlerin Kordsa Global Ar&Ge Laboratuvarı'nda yapılmasına izin veren Sayın İbrahim Özgür YILDIRIM'a ve tüm Kordsa Global Ar&Ge Merkez Laboratuvarı çalışanlarına,

Hayatım boyunca her zaman aldığım kararlarda beni destekleyen, maddi ve manevi yardımlarını esirgemeyen ve bu yolda sonuna kadar devam etme cesaretini veren en büyük desteğim ve gurur kaynağım aileme, teşekkür ederim.

OCAK, 2014

Neslihan GÜLBEYCAN

İÇİNDEKİLER

Sayfa	
SİMGE LİSTESİ.....	ix
KISALTMA LİSTESİ	ix
ŞEKİL LİSTESİ.....	x
ÇİZELGE LİSTESİ	xii
BÖLÜM 1	
GİRİŞ.....	7
1.1 Literatür Özeti	7
1.1.1 Deneysel Tasarımın Tarihçesi	7
1.1.2 Poliester Kord Bezi-Kauçuk Yapışma Dayanımını İyileştirmek Amacıyla Kord Bezi Yüzey Kaplama Kimyasalında Yapılan Çalışmalar	9
1.1.3 Kord Bezi Üretimi İyileştirme İşlemi Alanında Yapılan Çalışmalar	11
1.2 Tezin Amacı	13
1.3 Hipotez	14
BÖLÜM 2	
KORD BEZİ ÜRETİMİ VE YÜZEY İŞLEMLERİ.....	16
2.1 Kord Bezi Nedir?	16
2.2 Kord Bezi Kullanım Alanları	16
2.2.1 Agrotech (Tarım, Su Ürünleri, Bahçecilik ve Ormancılık).....	16
2.2.2 Buildtech (Bina ve İnşaat)	17
2.2.3 Geotech (Jeotekstiller ve İnşaat Mühendisliği)	17
2.2.4 Homotech (Mobilya Teknik Komponent, Ev Tekstil ve Yer Döşemelikleri)	17
2.2.5 Indutech (Filtrasyon, Taşıma, Temizleme ve Diğer Endüstriyel Kullanımlar)	17
2.2.6 Medtech (Hijyenik ve Tıbbi Uygulamalar)	17
2.2.7 Packtec (Paketleme)	18
2.2.8 Oekotech (Çevre Koruma)	18
2.2.9 Protech (Personel ve Eşya Koruma).....	18
2.2.10 Mobiltech (Otomobiller, Deniz Taşımacılığı, Demiryolları ve Uzay)	18
2.2.11 Sporttech (Spor ve Serbest Zaman)	19
2.3 Kord Bezi Üretim	19
2.3.1 Kord Bezi İpliği (Yarn) Üretimi	19
2.3.2 Büküm İşlemi	21
2.3.3 Dokuma İşlemi.....	23

2.3.4	Kord Bezi İyileştirme İşlemi.....	23
BÖLÜM 3		
KORD BEZİ - KAUÇUK MATRİSİ BAĞLANMA MEKANİZMASI.....		31
3.1	Lastik Kord Yapıştırıcıları	33
3.2	İplik Karakteristiği	35
3.3	RFL Yapışma Mekanizması.....	37
3.3.1	Resorsinol ile Formaldehit Reaksiyonu.....	37
3.3.2	RF ve Lateks ile Kauçuk Karışımlarının Reaksiyonu	38
3.3.3	Tek Aşamalı Kord Kaplama İşlemleri ve Kullanılan Kimyasallar	40
3.3.4	İki Aşamalı Kord Kaplama İşlemleri ve Kullanılan Kimyasallar	43
BÖLÜM 4		
DENEYSEL TASARIM (DT).....		49
4.1	Deneysel Tasarım İlkeleri	49
4.1.1	Tesadüfleme	49
4.1.2	Tekrarlama.....	49
4.1.3	Bloklama.....	50
4.2	Deney Tasarımı Uygulama Aşamaları	50
4.2.1	Problemin belirlenmesi.....	51
4.2.2	Bağımsız Değişken ve Düzeylerin Belirlenmesi	51
4.2.3	Çıktı Y Tepkisinin Seçimi	52
4.2.4	Deney Tasarımının Seçimi	52
4.2.5	Deneylerin Yapılması ve Verilerin Analiz Edilmesi.....	52
4.3	Deney Tasarımı Türleri.....	52
4.3.1	One-way Etkensel Tasarım (Tek Değişkenli Deneyler).....	53
4.3.2	Two-way Etkensel Tasarım.....	53
4.3.3	Tesadüf Parselleri Deney Tasarımı	54
4.3.4	Tesadüf Blokları Deney Tasarımı	55
4.3.5	Latin Karesi Deney Tasarımı.....	55
4.3.6	Tam Etkensel Deney Tasarımı	57
4.3.7	Kesirli Etkensel Tasarım	59
4.3.8	Box-Behnken Deney Tasarımı	61
4.3.9	Merkezi Birleşik Tasarım	63
4.4	Tepki Yüzeyi Tasarımı.....	65
4.4.1	Tepki Yüzey Tasarımının Oluşturulması	66
4.4.2	Bazı Genel Tasarım Özellikleri	68
4.4.3	Optimizasyon.....	78
BÖLÜM 5		
DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....		80
5.1	Deneylerde Kullanılan Cihazlar	80
5.2	Deneylerde Kullanılan Malzemeler	83
5.3	Kord Bezi Mekanik Dayanıklılığının Belirlenmesi	85
5.3.1	Uygulanan testler.....	85
5.3.2	Pilot tesiste tek kord yüzey işlemi (Terbiye işlemi)	86
5.3.3	Yapışma Dayanımı Testleri	86
5.4	Deneysel Tasarım ile Belirlenen Yüzey İşlemi Denemeleri	90

5.4.1	1. fırın sıcaklık ve süre değişimi modeli için gerçekleştirilen denemeler	91
5.4.2	2. fırın sıcaklık ve süre değişimi modeli için gerçekleştirilen denemeler	94
5.4.3	3. fırın sıcaklık ve süre değişimi için gerçekleştirilen denemeler	96
5.4.4	2. ve 3. fırın sıcaklık ve süre değişiminin birlikte değerlendirmesi	98
5.4.5	2. ve 3. fırın sıcaklık ve süre değişiminden elde edilen modelin kontrol denemeleri	101
5.5	Kord Bezi Yüzey Modifikasyonu Denemeleri.....	101
5.5.1	Presilanize silika ile gerçekleştirilen denemeler.....	101
5.5.2	Silika dispersiyonu ile gerçekleştirilen denemeler	102
5.6	Yüzey İşlemi Sürecinin Modellemesi için Minitab Programı ile Deneysel Tasarım.....	103
BÖLÜM 6		
SONUÇLAR.....		105
6.1	Deneysel Tasarım ile Belirlenen Yüzey İşlemi Denemeleri Sonuçları.....	105
6.1.1	1. Fırın Proses Koşullarının Etkisinin İncelendiği Test Sonuçları	105
6.1.2	2. Fırın Proses Koşullarının Etkisinin İncelendiği Test Sonuçları	105
6.1.3	3. Fırın Proses Koşulları Etkisinin İncelendiği Denemelerin Test Sonuçları	106
6.1.4	2. ve 3. Fırın Proses Koşullarının Birlikte İncelendiği Denemelerin Test Sonuçları.....	106
6.1.5	2. ve 3. Fırın Sıcaklık ve Süre Değişiminden Elde Edilen Modelin Kontrol Denemeleri Sonuçları	108
6.2	Kord Bezi Silika Yüzey Modifikasyonu Denemeleri Sonuçları	108
6.2.1	Presilanize Silika ile Gerçekleştirilen Denemeler	108
6.2.2	Farklı Boyutta Silika İle Gerçekleştirilen Denemeler	109
BÖLÜM 7		
DEĞERLENDİRME		110
7.1	Fırın Sıcaklık ve Süreleri Değişiminin Kord Bezi Özelliklerine Etkisinin Değerlendirilmesi.....	110
7.1.1	1. Fırın Proses Koşulları Etkisinin Değerlendirilmesi.....	110
7.1.2	2. Fırın Proses Koşulları Etkisinin Değerlendirilmesi.....	118
7.1.3	3. Fırın Proses Koşulları Etkisinin Değerlendirilmesi.....	126
7.1.4	2. ve 3. Fırın Sıcaklık Ve Süreleri Değişiminin Kord Bezine Özelliklerine Etkisinin Değerlendirilmesi	134
7.1.5	Kontrol Denemeleri	142
7.2	Kord Bezi Yüzey Modifikasyonu Denemelerinin Değerlendirilmesi.....	146
7.2.1	Presilanize silika ile gerçekleştirilen denemelerin değerlendirilmesi	146
7.2.2	Nano silika dispersiyonu ile gerçekleştirilen denemelerin değerlendirilmesi	146
BÖLÜM 8		
SONUÇ VE ÖNERİLER.....		149
KAYNAKLAR		153
EK-A		

2. VE 3. FIRIN SICAKLIK VE SÜRELERİ DEĞİŞİMİNİN KORD BEZİNE ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ	156
ÖZGEÇMİŞ	163

SİMGE LİSTESİ

y	Yanıt
a	Bağımsız değişkenin düzey sayısı
x_k	Bağımsız değişken
k	İlgilenilen değişken sayısı
β	Bağımsız değişkenlerin sabit katsayılarını
ϵ	Deneyssel hatalardan doğabilecek varyasyon kaynağı
n	Gözlem sayısı
m	Bağımsız değişken sayısı
D	Deney matrisi
u	Deney numarası
α	Yanlışılama koşulu
P	Normallik değeri
μ	Aritmetik ortalama
σ	Standard sapma
R -sq	Regresyon katsayısı
SS_T	Genel kareler toplamı
SS_{REG}	Regresyon kareler toplamı
SS_E	Hata kareler toplamı
MS_{REG}	Regresyon kareler ortalaması
R	Alan (region)
MS_E	Hata kareler ortalaması
H_0	Sıfır hipotezi
H_i	Alternatif hipotez
F_o	F-istatistiği
F_{cal}	Deneyssel verilerde hesaplanan F-değeri
F_{tab}	Tablodan okunan F-değeri
b	Katsayı tahminleri
SS_{LOF}	Artık kareler toplamı
MS_{LOF}	Artık kareler ortalaması
r	Her hangi bir tasarım noktasındaki tekrar sayısı
L	Yanıtlar için alt sınır değeri
l	Yanıt sayısı
U	Yanıtlar için üst sınır değeri
t	Değişken gücü
b_i	Hiper-küp yarı çapı
a_i	Sınırlandırılmış merkezi uzaklık
E''	Kayıp modülü

KISALTMA LİSTESİ

AA	Yüzeyi Aktiflenmiş Poliester
ANOVA	Varyans Analizi
BBD	Box Behnken Tasarımı
BNCO	Bloke İzosiyonlatlar
CCD	Merkezi Etkensel Tasarım (Central Composite Design)
DT	Deneyisel Tasarım
KET	Kesirli Etkensel Tasarım (Fractionla Factorial Design)
KM	Kopma Mukavemeti (Tensile Strength)
KU	Kopmada Uzama (Elongation at Break)
MDI	Difenilmetan Diizosiyonat
NAA	Yüzeyi Aktiflenmemiş Poliester
NY6	Naylon 6
NY66	Naylon 66
PAPI	Polimetilen İzosiyonat
PE	Poliester
RFL	Resorcinol - Formaldehit - Lateks
RSD	Tepki Yüzeyi Tasarımı (Response Surface Design)
S1	1. Bölge gerilimi
S2	2. Bölge gerilimi
STD	Deney Tasarım Sıralaması
TET	Tam Etkensel Tasarım (Full factorial Design)
1T	1. Fırın Sıcaklığı
1t _g	1. Fırın Maruziyet Süresi, Gerçekleştirilen
1t _t	1. Fırın Maruziyet Süresi, Tasarlanan
2T	2. Fırın Sıcaklığı
2t _g	2. Fırın Maruziyet Süresi, Gerçekleştirilen
2t _t	2. Fırın Maruziyet Süresi, Tasarlanan
3T	3. Fırın Sıcaklığı
3t _g	3. Fırın Maruziyet Süresi, Gerçekleştirilen
3t _t	3. Fırın Maruziyet Süresi, Tasarlanan

ŞEKİL LİSTESİ

	Sayfa
Şekil 1.1 1950-1990 yılları arasında üç temel yöntemin kalite yönetimine katkısı.....	9
Şekil 1.2 Silika ile silan arasındaki birincil reaksiyon.....	14
Şekil 1.3 Silika ile silan arasındaki ikincil reaksiyon	15
Şekil 2.1 Melt spinning işlem örneği	20
Şekil 2.2 (a) Moleküllerin elyaf içerisinde dağılım modeli (b) Polimer zincirlerinin çekme sonrası liflerindeki yönelme.....	21
Şekil 2.3 Kord geometrisi	22
Şekil 2.4 Büküm yönlerinin şematik gösterimi	23
Şekil 2.5 Kord Bezi Terbiye İşlemi Ünitesi.....	24
Şekil 2.6 Germe-gevşetme işleminin kısıalma üzerindeki etkisi [22].	25
Şekil 2.7 Sitreçin, kordun kopma direnci (tenacity) üzerine etkisi (1100 dtex, PE, 473*473 Z*S bükülü kord)	26
Şekil 2.8 Sitreçin modülüs üzerine etkisi (1100 dtex, PE, 473*473 Z*S bükülü kord) .	26
Şekil 2.9 Sitreç-relaxation oranının gerilme/dayanım grafiğine etkisi (1100 dtex, PE, 473*473 Z*S bükülü kord)	27
Şekil 2.10 Sitreçin yorulma direnci üzerine etkisi	27
Şekil 2.11 Sıcaklığın kısıalma ve yorulma özelliğine etkisi (1400 dtex, PE, 2 kat, 315*315 Z*S büküm).....	28
Şekil 2.12 İşletme koşullarındaki değişimin kısıalma ve belirli bir uzama altında kordun gösterdiği direnç üzerindeki etkisi (1400 dtex, PE, 2 kat, 315*315 Z*S büküm)	28
Şekil 2.13 Loss Modulus ile sıcaklığın ilişkisi	29
Şekil 3.1 Lastik merkezinde oluşan kuvvet ve momentumun gösterimi [21].	32
Şekil 3.2 PE-RFL-Kauçuk yapışma mekanizması.....	34
Şekil 3.3 Banyoya daldırılarak yüzeyi kimyasla ile kaplanmış kord (lif demeti) kesiti .	35
Şekil 3.4 PE kondenzasyon reaksiyonu	35
Şekil 3.5 F/R ≤ 1 olduğunda, Novolak oluşumu	37
Şekil 3.6 F/R ≥ 1 olduğunda, resol oluşumu	38
Şekil 3.7 Kullanımı yaygın olan poli vinil piridin lateks gösterimleri	39
Şekil 3.8 Kaprolaktam ile bloke olmuş MDI.....	41
Şekil 3.9 RF reçine ile lateks arasında gerçekleşen reaksiyon	42
Şekil 3.10 PE ile RF reçinesi arasındaki hidrojen bağı oluşumu.....	42
Şekil 3.11 Karboksilik asit ve epoksi reçine reaksiyonu	43
Şekil 3.12 Epoksi ile resorsinolik hidroksi reaksiyonu.....	44
Şekil 3.13 Metilol grubu ile ikincil hidroksil grubun reaksiyonu.....	44
Şekil 3.14 Kullanılan epoksileri kimyasal yapısı.....	44
Şekil 3.15 Epoksi silanlar ile poliester reaksiyonu	45
Şekil 3.16 Kaprolaktam bloke MDIın bloklarına ayrılması	45

Şekil 3.17 Carbonimid ile amid oluşumu	46
Şekil 3.18 Aromatik İzosiyonat ile amide oluşumu.....	46
Şekil 3.19 Aromatik izosiyonatların yretan grubu oluşturması	46
Şekil 3.20 Polimetilen izosiyonat (PAPI)	46
Şekil 4.1 Genel sistem modeli	52
Şekil 4.2 Tesadüf blokları deney tasarımı	55
Şekil 4.3 Etkensel Tasarım; Tam etkensel tasarım	58
Şekil 4.4 Düzeyde, 3 bağımsız değişkenli ½ Kesirli Etkensel Tasarım	60
Şekil 4.5 Ortogonal dizilim.....	61
Şekil 4.6 Box Behnken tasarımı	62
Şekil 4.7 3 Bağımsız değişken ile merkezi birleşik sınıflandırılmış tasarım örneği.....	63
Şekil 4.8 2 Bağımsız değişken ile merkezi birleşik sınıflandırılmış tasarım örneği [37]64	64
Şekil 5.1 Computreter cihazı.....	80
Şekil 5.2 Kordun computreter cihazı içerisinde izlediği yol.....	81
Şekil 5.3 Hidrolik pres	81
Şekil 5.4 Tensiometre Cihazı.....	82
Şekil 5.5 % kısıalma ölçüm cihazı (Testrite)	83
Şekil 5.6 Poliester kord kodlaması	83
Şekil 5.7 H yapışma için kullanılan kalıp resmi	87
Şekil 5.8 Kordların test kalıbına yerleştirilmesi	87
Şekil 5.9 Kord ve kauçuk ile H şeklinde test numunesi hazırlanması	88
Şekil 5.10 Tek kord şerit yapışma testinde kullanılan numune hazırlama kalıbı	89
Şekil 5.11 Minitab programı çalışma sayfası.....	91
Şekil 5.12 Triton X 100; oktilfenol etilen oksit'in kimyasal yapısı	102
Şekil 5.13 Silika çözeltilerinin 24 saat bekleme süresi sonunda görüntüleri.....	102
Şekil 7.1 1. Fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin kopma mukavemeti üzerinde etkisi	111
Şekil 7.2 1. Fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin kopmada uzama üzerinde etkisi	112
Şekil 7.3 1. Fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin 6.8 kg'da uzama özelliği üzerinde etkisi	113
Şekil 7.4 1. Fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin % kısıalma özelliği üzerinde etkisi	114
Şekil 7.5 1. Fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin h yapışma test sonuçları üzerinde etkisi	115
Şekil 7.6 1. Fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin tek kord şerit yapışma test sonuçları üzerinde etkisi	116
Şekil 7.7 1. Fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin 60 dk. vulkanize edilmiş tek kord şerit yapışma test sonuçları üzerinde etkisi	117
Şekil 7.8 1. Fırın katı testi sonuçları normallik ölçümü.....	118
Şekil 7.9 2. Fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin kopma mukavemeti üzerinde etkisi	119
Şekil 7.10 2. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin kopmada uzama üzerinde etkisi ...	120
Şekil 7.11 2. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin 6,8 kg'da uzamadaki etkisi	121
Şekil 7.12 2. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin % kısıalma özelliğine etkisi	122
Şekil 7.13 2. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin h yapışma test sonucuna etkisi.....	123
Şekil 7.14 2. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin tek kord şerit yapışma test sonucuna etkisi	124
Şekil 7.15 2. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin 1 pişirme sonrası tek kord şerit yapışma test sonucuna etkisi	125
Şekil 7.16 1. fırın katı testi sonuçları normallik ölçümü	126

Şekil 7.17 3. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin kopma mukavemeti üzerinde etkisi	127
Şekil 7.18 3. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin kopma uzama özelliği üzerinde etkisi	128
Şekil 7.19 3. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin 6.8 kg yük altında uzama özelliği üzerindeki etkisi	129
Şekil 7.20 3. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin % kısalma özelliği üzerindeki etkisi	130
Şekil 7.21 3. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin h-yapışma özelliği üzerindeki etkisi	131
Şekil 7.22 3. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin tek kord şerit yapışma özelliği üzerindeki etkisi	132
Şekil 7.23 3. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin 1 saat pişirme sonrası tek kord şerit yapışma özelliği üzerindeki etkisi	133
Şekil 7.24 3. Fırın katı testi sonuçları normallik ölçümü	134
Şekil 7.25 Kopma mukavemeti optimum değer grafiği	135
Şekil 7.26 H yapışma metodu ile optimum değer grafiği	138
Şekil 7.27 Tek kord şerit yapışma metodu ile optimum değer grafiği	139
Şekil 7.28 H yapışma metodu optimum değerinin tek kord şerit yapışma yöntemi ile değerlendirilmesi	140
Şekil 7.29 1 saat pişirme sonrası tek kord şerit yapışma yöntemi optimum değerleri	141
Şekil 7.30 2. ve 3. Fırın katı testi sonuçları normallik ölçümü	142
Şekil 7.31 Farklı oranlarda presilanize silika içeren 2. kimyasal banyo ile iyileştirme işlemine tabi tutulmuş poliestere kord bezinin tek kord şerit yapışma sonuçları	146
Şekil 7.32 Farklı oranlarda nano silika (50-60 nm) içeren 2. kimyasal banyo ile iyileştirme işlemine tabi tutulmuş poliestere kord bezinin tek kord şerit yapışma sonuçları	147
Şekil 7.33 Farklı oranlarda nano silika (<20 nm) içeren 2. kimyasal banyo ile iyileştirme işlemine tabi tutulmuş poliestere kord bezinin tek kord şerit yapışma sonuçları	148

ÇİZELGE LİSTESİ

	Sayfa
Çizelge 3.1 Elyaf yüzey karakteristiği	36
Çizelge 3.2 RFL banyo formülasyon örneği	37
Çizelge 3.3 RFL formülasyonu	40
Çizelge 3.4 RFL ile kaplanmış kord yapışma değerleri	41
Çizelge 3.5 İzosiyonat ile kaplanmış poliester kord yapışma performansı	47
Çizelge 4.1 Latin karesi deneysel tasarım örneği.....	57
Çizelge 4.2 Latin karesi deneysel tasarım örneği.....	59
Çizelge 4.3 3 Üç bağımsız değişkenli Box-Behnken deney tasarımı.....	62
Çizelge 4.4 Tam eksenli merkezi bileşik tasarım için a ve b bağımsız değişkenleri	64
Çizelge 4.5 Çoklu regresyonda regresyonun önemliliği için varyans analizi	72
Çizelge 5.1 Genel aktifleyici 1. banyo reçetesi.....	84
Çizelge 5.2 Genel RFL banyo reçetesi	84
Çizelge 5.3 Kord bezi yüzey modifikasyonu denemelerinde kullanılan malzemeler.....	85
Çizelge 5.4 Referans yüzey işlem koşulları	90
Çizelge 5.5 1. fırın sıcaklık ve süre sınır değerleri	92
Çizelge 5.6 Minitab programı ile tasarlanan deneylerin koşulları	93
Çizelge 5.7 2. fırın sıcaklık ve süre sınır değerleri	94
Çizelge 5.8 Minitab programı ile tasarlanan deneylerin koşulları.....	95
Çizelge 5.9 3. fırın sıcaklık ve süre sınır değerleri.....	96
Çizelge 5.10 Minitab programı ile tasarlanan deneylerin koşulları.....	97
Çizelge 5.11 2. ve 3. fırın sıcaklık ve süre sınır değerleri.....	98
Çizelge 5.12 Minitab programı ile tasarlanan deneylerin koşulları.....	100
Çizelge 5.13 Elde edilen modelin kontrolü için tasarlanan deneylerin koşulları.....	101
Çizelge 5.14 Presilanize silika çözelti içerikle.....	102
Çizelge 5.15 50-60 nm boyunda nano silika ile çalışılan konsantrasyonlar.....	103
Çizelge 5.16 Parça büyüklüğü 20 nm'den küçük nano silika ile çalışılan konsantrasyonlar.....	103
Çizelge 6.1 1. fırın sıcaklık ve süre değişimi modeli için gerçekleştirilen deneme sonuçları.....	105
Çizelge 6.2 2. fırın sıcaklık ve süre değişimi modeli için gerçekleştirilen deneme sonuçları.....	106
Çizelge 6.3 3. fırın sıcaklık ve süre değişimi modeli için gerçekleştirilen deneme sonuçları.....	106

Çizelge 6.4 2. ve 3. fırın model denemeleri test sonuçları.....	107
Çizelge 6.5 Elde edilen modelin kontrolü için tasarlanan deneylerin test sonuçları.....	108
Çizelge 6.6 Presilanize silika çizeltisi ile çalışılan deneme sonuçları.....	108
Çizelge 6.7 50-60 nm boyunda nano silika ile çalışılan deneme sonuçları.....	109
Çizelge 6.8 20 nm altında parça boyunda nano silika ile çalışılan deneme sonuçları.....	109
Çizelge 7.1 Model ile hesaplanan fiziksel özellikler ile test sonuçlarının karşılaştırılması.....	144
Çizelge 7.2 2. ve 3. Fırın sıcaklık ve maruziyet süreleri değişkenlerine bağlı elde edilen modellerin katsayıları.....	145
Çizelge EK-A.1 2. ve 3. fırın değişkenlerinin kopma mukavemeti üzerindeki etkisi.....	156
Çizelge EK-A.2 2. ve 3. fırın değişkenlerinin kopmada uzama özelliği üzerindeki etkisi.....	157
Çizelge EK-A.3 2. ve 3. fırın değişkenlerinin 6.8 kg yük altında % uzama özelliği üzerindeki etkisi.....	158
Çizelge EK-A.4 2. ve 3. fırın değişkenlerinin % kısalma özelliği üzerindeki etkisi.....	159
Çizelge EK-A.5 2. ve 3. fırın değişkenlerinin H yapışma özelliği üzerindeki etkisi.....	160
Çizelge EK-A.6 2. ve 3. fırın değişkenlerinin tek kord şerit yapışma özelliği üzerindeki etkisi.....	161
Çizelge EK- A.7 2. ve 3. fırın değişkenlerinin 1 saat pişirme sonrası elde edilen bağlanma dayanımına etkisi.....	162

POLİESTER KORD BEZİ YÜZEY İŞLEMİ SÜRECİ VE MODELLEMESİ

Neslihan GÜLBAYCAN

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı
Yüksek Lisans Tezi

Tez Danışmanı: Yrd. Doç. Dr. Sennur DENİZ

20. yüzyılın, son 20 yılındaki sanayi gelişiminde, kompleks otomasyona sahip endüstriyel sahalar büyük önem kazanmıştır. Kompleks otomasyonlara sahip endüstriler; fabrikalar için otomasyon, robotlar ve kendiliğinden adapte olabilen optimizasyon sistemlerinin kullanımı anlamına gelmektedir. Kompleks otomasyon, tüm kimyasal ve fiziksel süreçlerin matematiksel yöntemlere aktarılması ile gerçekleştirilebilir. Matematiksel modellere hakim olmak; süreçleri kontrol etme, optimum seviyede ayarlayabilme, üründen azami verimi alabilme ve üretimi asgari maliyetle gerçekleştirebilme yetisi kazandırmaktadır. Süreçlere ait istatistiksel matematik modelleri teorik çalışmalarla elde edilen geleneksel teorik yöntemlere karşı olmamalıdır. Teorik bilginin yüksek olması, deneysel tasarım (DT) gibi istatistiksel yöntemleri daha verimli uygulamalar haline getirmektedir.

Çağdaş endüstriyel dünyada, kalite iyileştirme süreçleri, belirli bir alanda yapılan üretimin optimum süreç maliyetlerinde ve koşullarında azami ürün özelliklerine ulaşılmasını hedeflemektedir. Süreç iyileştirmede, çıktılardaki değişkenliğin azaltılması ile maliyetlerin azalması, ürün kalitesinin iyileşmesi ve müşteri memnuniyetinin artması sağlanmaktadır. Deneysel tasarımı süreç iyileştirme hedeflerini gerçekleştirmek için geliştirilen yöntemlerden birisidir.

Güvenilir bir yaklaşım modeli tasarım süresini azaltırken verimliliği arttıracaktır. Son günlerde birçok optimizasyon modeli geliştirilerek daha iyi sistemler tasarlamak adına çokça kullanılmıştır. Analitik yöntemlere göre, istatistiksel teorilere dayanan deneysel

yöntemler tasarım parametreleri ile değişkenler arasındaki ilişkiyi saptayabilmek için asgari deneme sayısını kullanabilmektedir. Böylece deneme süresi kısaltılırken, tasarım için harcanan maliyet ve iş gücü de düşürülebilmektedir.

Deneysel tasarım tekniği ile istenmeyen faktörlerin etkilerinin en aza indirildiği üretim süreçlerini tasarlamak mümkün kılınmaktadır. Böylece, kalite tasarım aşamasından itibaren sağlanabilmektedir. Deneysel tasarım yöntemleri özellikle Japonya’da kullanılmaya ve uygulanmaya başlanmış, ardından Amerika ile birlikte, dünyanın tüm gelişmiş ülkelerinde kullanımı yaygınlaşmıştır.

Tepki Yüzeyi Tasarımı (Response Surface Design – RSD) ilk olarak 1951 yılında Box ve Wilson tarafından geliştirilerek yayınlanmıştır. Box ve Wilson, mümkün olan en az sayıda gözlem değeri ile tepki yüzeyi üzerinde tepki değişkeninin maksimum değeri aldığı noktaya ulaşılması amaçlanan deneme düzenlerini makalelerinde irdelemişlerdir. En dik atış yöntemi ilk defa Box ve Wilson tarafından 1951 yılında kullanılmıştır. 1957 yılında ise Box ve Hunter, Merkezi Bileşik Tasarım (Central Composite Design - CCD) çalışmalarında “rotatability” kavramını ortaya atmışlardır. Box ve Draper’ın 1959 yılında farklı amaçlar için kullanılacak olan tepki yüzeyi yöntemlerini anlatan makalesi de tepki yüzeyi yöntemlerinin gelişiminde önemli yere sahiptir.

Bu tez çalışması kapsamında; RSD ve CCD deneysel tasarım yöntemleri, sentetik kauçuk araç lastiklerinin yapısında asıl yükü çeken sentetik çözü ve bu çözüleri bir arada tutan atkılardan meydana gelen bir kumaş olan kord bezinin iyileştirme işlemine uygulanmıştır. Ham maddesi sentetik kauçuk olan otomobil lastiğinin temel iskeletini oluşturan karkas kord bezi, mukavemet sağlayarak lastik hava basıncını tutar, aracın ağırlığını taşır ve lastiğin bütünlüğünü korur. Lastik yanakları ve tabanına etki edecek darbelere karşı dayanımı artırır. Karkas kord bezinin yapışma, mukavemet, belirli yük altında uzama, ısıl ve kimyasal kararlılık gibi özelliklerinin, tasarım beklentilerini en uygun seviyede karşılıyor olması gerekmektedir.

Kord bezleri genellikle poliamid 6, poliamid 6.6, rayon, poliester (PE) ve aramid ipliklerden hazırlanmaktadır. Sentetik iplikler, çok düzgün bir yüzeye ve düşük fonksiyonluluğa sahiptir. Bundan dolayı, kauçuk ve kord bezi arasında fiziksel ve kimyasal bağlanmayı sağlamak için kauçuk ile kord bezi ara yüzeyinde yapışmayı sağlayıcı bağlayıcı kimyasal malzemeler kullanılmaktadır. Bu tez kapsamında aynı zamanda; seçilen PE kord bezinin yüzey bağlayıcı kimyasalının bulunduğu banyoya amorf silika eklenerek PE kord bezinin kauçuk ile yapışma mukavemetinin artırılması amacı ile yüzey modifikasyonu işlemi için denemeler gerçekleştirilmiştir.

Bu çalışmada, CCD ve RSD yöntemi kullanılarak yapılan deneysel tasarım çalışması sonucunda, yüzey işleminin yapıldığı kord bezi iyileştirme işleminde etkin olan parametrelerin değişiminin, kord bezinin kauçuğa bağlanma, kopma mukavemeti, kord bezinin % uzama değeri, 6.8 kg da % uzama değeri ve % kısalma değeri üzerine etkisi incelenmiştir. Deneysel tasarım ile elde edilen model denklemleri doğrultusunda, kord bezinin yüzey işlemi banyolarının ve ısıl işlem fırınlarının sıcaklıkları ile kalma sürelerini içeren süreç koşullarında yapılacak değişikliklerin optimum üretim maliyeti ve ürün performansını vermesi hedeflenmiştir. Deneysel çalışmalarımız Kordsa Global AŞ. tarafından desteklenmiştir ve deneysel tasarım ile belirlenen deneyler ve testler Kordsa Global Ar-Ge laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir.

Bölüm 4’ de deneysel tasarım ve kullanılan yöntemler hakkında detaylı teorik bilgi verilmiştir. Bölüm 2’ de kord bezi üretim yöntemi ve yüzey işlemleri hakkında detaylı bilgi verilmiştir. Bölüm 3’ kord bezi-kauçuk yapışma mekanizması anlatılmıştır.

Bölüm 5’ de, deneysel çalışmada kullanılan ekipmanlar, malzemeler, test yöntemleri ve kurgulanan deneysel tasarımlara ait koşullar verilmiştir. Bölüm 6’ da yapılan deneyler ve testler sonunda elde edilen verilerinin analizleri yapılarak sonuç tabloları sunulmuştur. Bölüm 7’ de ise, deneyler sonucu elde edilen veriler değerlendirilerek sonuçlar yorumlanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Poliester kord bezi, yüzey işleme, modelleme, polimer mekanik özellikleri

**POLYESTER CORD FABRIC SURFACE TREATMENT PROCESS
and MODELLING**

Neslihan GÜLBEYCAN

Department of Chemical Engineering

MSc. Thesis

Adviser: Assist. Prof. Dr. Sennur DENİZ

Polyester (PE) fibers are one of the mostly used reinforcing materials for rubber goods which exhibit good strength, fatigue resistance, excellent toughness, dimensional stability and low heat generation while sharing the structural load of the vehicle inside of the tire. The reason of polyester preference is the thermal stability, strength and the cost-effectiveness. Fibers are being exposed to the high temperatures during tire production processes and tire running conditions. These cord materials are subjected to heat treatment process at higher temperatures near their melting points and subjected to specified load to reduce residual shrinkage during the vulcanization and operating conditions.

The soft surface and low functionality of the synthetic yarns, decrease the chemical bonding between rubber and cord fabric like. For this purpose, cord fabric surface is being coated with special chemical components. In this thesis, presilanizes and nano silica effect on polyester-rubber bonding was studied. The adhesion strength between polyester cord and rubber tested with various adhesion test methods.

Previously, heat treatment process had been studied for temperature and load exposures of two zones treatment. Breaking strength (BS), elongation at specified load 6.8 kg (EASL @ 6.8 kg), shrinkage, stiffness, strip adhesion, and fatigue properties were derived according to twist level, heating zone temperature and load and stretch zone temperature and load. In that study, the influence of process variables on the treated cord properties were described. However, the model of the relation of variables and the properties were not driven.

The changes in thermo mechanical properties due to heat setting have been correlated to structural and morphological changes like crystallinity, crystal size, orientation, crystal perfection by J. P. Rath and T. K. Chaki, D. Khastgir. The relation between the shrinkage and heat treatment process conditions were explained as well as the relation between the stress-strain curve and heat treatment process conditions.

H pull adhesion property of the nylon 6 (NY6), nylon 66 (NY66) and PE cords were studied by M. Jamshidi, F. Afshar, N. Mohammadi and S. Pourmahdian in Iran. The relation of adhesion strength with the temperature increase was explained.

The mathematical model of NY66 was studied to correlate the processing conditions and the with resultant cord properties by R. D. Agee and W. T. Pigott in Monsanto Textiles, Alabama. The model that is obtained in that study, would predict values of cord properties independently given processing conditions as inputs.

The objective of this study is to understand how cord treating conditions impact final PE cord properties and adhesion between rubber/PE cord interfaces. Heat treatment process was realized with three oven zones. 2. and 3. zone temperature and exposure time correlation with the mechanical and adhesion properties were driven with a mathematical model.

The nature of the model is not exact for all industrial treating configurations but it provides the user a relative estimate of how polyester may respond to changes in treating conditions and thus reduces waste by allowing the user to select only the most critical experiments for industrial trials.

Key words: polyester cord fabric, surface treatment, modelling, polymer mechanical properties

1.1 Literatür Özeti

1.1.1 Deneysel Tasarımın Tarihçesi

İstatistiksel deneysel tasarım çalışmalarına, istatistik biliminin en önemli isimlerinden Sir Ronalt A.Fisher'in, tarım alanında verimi arttırmak amacıyla yaptığı çalışmalar öncülük etmektedir. Fisher 1920'li yıllarda yaptığı çalışmalarda, tarımsal sistemlerde analizi güçleştiren verilerin, denemeler yoluyla kusurlarının fark edileceğini görmüştür [1], [2].

Birçok alandaki araştırmacı ve bilim adamlarının ortak çalışmasıyla, deneysel tasarımın üç temel prensibi; tesadüfleme, tekrarlama, bloklama kavramlarını geliştirmiştir [2]. Fisher, aynı zamanda deney verilerinin analizi için bugün klasik sayılan “varyans analizi” (ANOVA) yöntemini de geliştirmiştir [1].

1950'li yıllara kadar çok ilgi görmeyen deneysel tasarım (DT), W. Edwards Deming'in Japonya'da toplam kalite yönetimi ile ilgili yaptığı çalışma ve konferanslardan sonra özellikle kesirli etkensel tasarımın Japon endüstrisinde güvenilir, etkili ve düşük maliyetli çalışmalarda başarı göstermesi sonucu yaygınlaştırmıştır [1]. Endüstri alanında Box ve Wilson (1951) tarafından “Tepki Yüzey Metodolojisi”nin gelişimi, endüstri alanındaki istatistiksel tasarım uygulamalarını ivmelendirmiştir. Birçok endüstri denemelerinin, tarımsal uygulamalardan iki şekilde farklı olduğu görülmüştür. Bunlar;

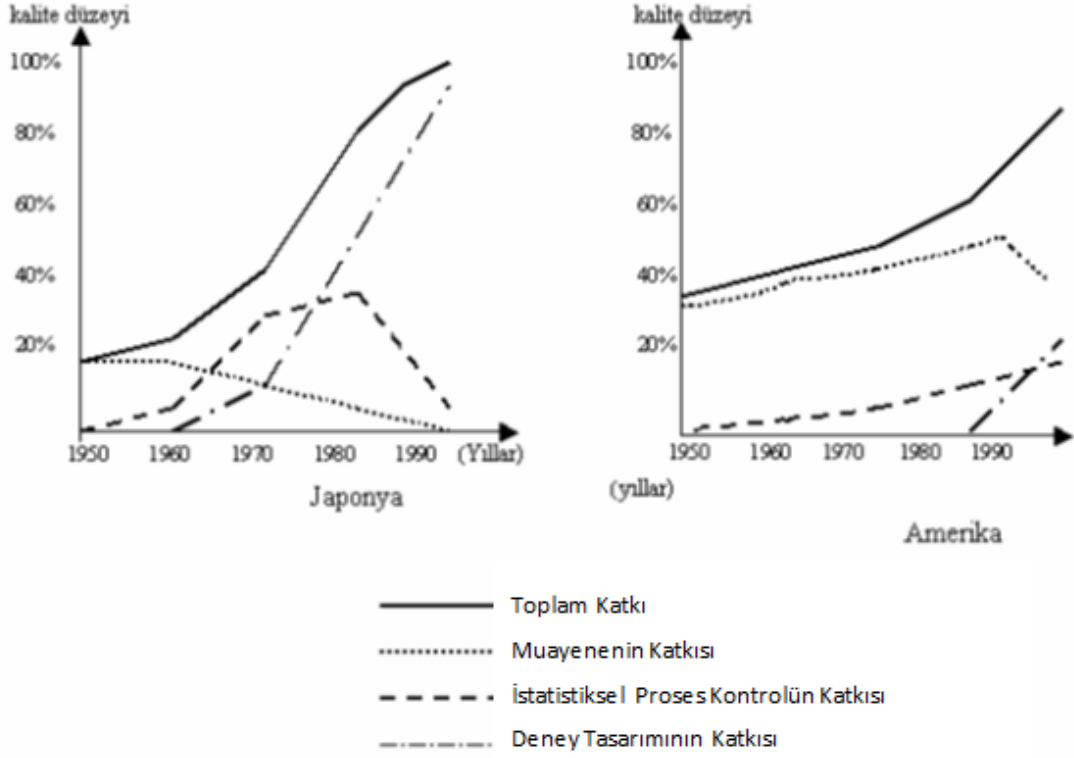
1. Tepki değişkeni genellikle gözlemlenebilmiştir.
2. Denemeci, bir sonraki denemenin planlanmasında kullanılabilecek çalışmaların bir küçük grubundan önemli bilgileri hemen öğrenebilir [2].

Sonraki otuz yıl boyunca tepki yüzey tasarımı (RSD) ve diğer tasarım teknikleri kimya ve işlem endüstrilerinde daha çok araştırılmış ve geliştirilmiştir. George Box, bu hareketin öncüsüdür. Bununla beraber bitki ve imalat işlemleri alanlarındaki istatistiksel tasarım uygulamaları geniş alana yayılmamıştır. İstatistiksel tasarım denemelerinin uygulamalarını destekleyen istatistiksel yazılımlarının ve hesaplama araştırmalarının olmaması, mühendisler ve diğer işlem uzmanları için yöntemler ve temel istatistiksel kavramlardaki yetersiz bilgiler bunun bazı nedenleridir [2].

1970 'li yılların sonunda, Genichi Taguchi (Taguchi ve Wu (1980)), Kackar (1985) ve Taguchi (1987, 1991) deneysel tasarımların kullanımında ve ilginin artmasında önemli etkiye sahiptirler. Taguchi güçlü parametre tasarımı teriminin ne olduğunu ya da;

1. Kontrolü zor olan çevresel değişkenlere ve diğer değişkenlere duyarlı işlemleri yapmayı,
2. Parçalardan iletilen değişime duyarlı üretimi yapmayı,
3. Eş zamanlı sürede değişkenlik azaltılırken, arzu edilen değer için ortalama gücün işlem değişkenlerinin seviyelerini bulmayı, kullandığı deneysel tasarımlarda desteklemiştir [2].

Motorola firmasının kalite grubundan K. Bhote, "World Class Quality" adlı kitabında amaçları kalite sağlamak olan üç yöntemin kalite geliştirmeye olan katkısını 1950-1990 yılları arasında Amerika ve Japonya için karşılaştırmıştır. Bu üç yöntem geleneksel muayene (kalite kontrol), istatistiksel proses kontrol ve deney tasarımı yöntemleridir. Şekil 1.1'de görüldüğü gibi Japonya'da kalite ilerlemesine en büyük katkıyı 1970'den sonra deney tasarımı yapmıştır. Amerika'da ise 1980'lerden sonra çok büyük bir ivme kazanmıştır [1].



Şekil 1.1 1950-1990 yılları arasında üç temel yöntemin kalite yönetimine katkısı

1.1.2 Poliester Kord Bezi-Kauçuk Yapışma Dayanımını İyileştirmek Amacıyla Kord Bezi Yüzey Kaplama Kimyasalında Yapılan Çalışmalar

EP 0695793B1 buluşunda silikat karışımı, aktifleyici banyoya ve Resorsinol-Formaldehit-Lateks (RFL) banyosuna farklı oranlarda eklenmiştir. Kord bezi-kauçuk yapışma dayanımı, kopma anındaki mukavemet değeri, kord bezinin yüzeyine bağlanan kimyasal oranı ve takviye malzemesinin nihai dirilik değeri ölçümlenmiştir. Bu buluşta, kord bezi-kauçuk yapışma dayanımında iyileşme sağlanırken kord bezi-kauçuk yapışma dayanımının yüksek sıcaklıklarda değişimi ölçümlenmemiştir. Ürün çalışma koşullarında yüksek sıcaklıklara maruz kalındığında veya üretim esnasında yüksek sıcaklık ve sürelerde vulkanizasyona maruz kalınması halinde yapışma dayanımında iyileşmeden söz edilmemektedir [3].

US 2007/0277920 buluşunda ise poliester kord bezi-kauçuk yapışma dayanımına kord bezine yapılan epoksi katkısının etkisi incelenmiştir. Bükme işlemi öncesi ve sonrası poliester kord bezi-kauçuk yapışma dayanımı ölçümlenmiş ve epoksinin etkisi gösterilmiştir. Ancak yüksek sıcaklık koşullarında kord bezi-kauçuk yapışma dayanımının değişiminden bahsedilmemektedir [4].

US 4448813 numaralı buluşta ise poliester takviye malzemesinin aktiflenme ve kaplanma işlemlerinin tek seferde gerçekleştirilmesi hedeflenmiş, bu doğrultuda tersinir bloke (reversible blocked) poliizosiyonat kimyasalı RFL ile birlikte tek ve iki aşamada takviye malzemesi yüzeyine uygulanmış ve kauçuk ile yapışma testleri gerçekleştirilmiştir. Tersinir bloke poliizosiyonat ve RFL'den oluşan yüzey işlemi kimyasal karışımının kord bezi yüzeyine tek seferde ve iki aşamada uygulanması yüzeyi aktiflenmiş poliester (AA poliester) takviye kordlarında başarılı olmuştur. Her iki yöntem ile de üretilmiş poliester takviye kordlarından imal edilen lastikler benzer performanslar göstermiştir. Önceden aktive edilmemiş poliester kordlarda (NAA) ise tek seferde tersinir bloke poliizosiyonat ve RFL'den oluşan yüzey işlemi kimyasal karışımının kord bezi yüzeyine uygulanması başarısız olmuş ve yapılan kauçuk yapışma testlerinde iki aşamada gerçekleştirilen tersinir bloke poliizosiyonat ve RFL uygulanmış kordlardan üretilmiş lastiklere göre daha düşük performans elde edilmiştir [5].

US 3857730 no'lu bir diğer patent çalışmasında, tek seferde poliester yüzeyini kaplamak ve kauçuk-poliester arası yüksek yapışma dayanımı elde etmek hedeflenmiştir. Alkali metal ihtiva etmeyen RFL banyosu kullanılarak üretilen poliester takviye malzemesi, 150 °C de 24 saat süre azot altında ve 121 °C de 4 saat su içerisinde azot altında yaşlandırılmış ve poliester kord bezi-kauçuk yapışma dayanımı H yapışma yöntemi ile belirlenmiştir. Alkali metal ihtiva etmeyen RFL banyosu ile hazırlanan poliester kordlarının her iki yaşlanma koşulunda da daha yüksek yapışma dayanımını koruduğu tespit edilmiştir [6].

US 3964950 buluşunda, poliester kord bezi yüzeyine uygulanan yüzey işlemi kimyasal karışımında RFL'e peroksit eklenerek poliester takviye kordu yüzeyine uygulanmış ve ortam koşullarında yapışma dayanımı, 93 °C de yapışma dayanımı ve 24 saat 155 °C yaşlanma sonrası yapışma dayanımı ölçümlenmiştir. Yapışma dayanımını ölçümlemede iki farklı yöntem kullanılmıştır; H yapışma yöntemi ve şerit yapışma yöntemi. Şerit yapışma yöntemi ile ortam koşullarında test gerçekleştirildiğinde, 93 °C de test gerçekleştirildiğinde ve 24 saat 155 °C yaşlanma sonrası ortam koşullarında test gerçekleştirildiğinde daha yüksek yapışma dayanımı elde edilememiştir. Ancak H yapışma yöntemi ile yapılan ölçümlerde ortam koşullarında ve 93 °C de yapılan testlerde daha yüksek yapışma dayanımı elde edilmiştir [7].

Gerçekleştirilmiş çalışmalardan birisi M. Jamshidi ve ekibine aittir. Yayınlamış oldukları “Study on cord/rubber interface at elevated temperatures by H-pull test method” isimli makale, kordun lastik içerisinde kullanımı sonrası, lastiğin çalışması esnasında sıcaklığın artışı ile bağlanma dayanımında meydana gelen değişimin irdelenmesi üzerine kurgulanmıştır. Test yöntemi olarak H-yapışma dayanımı tercih edilmiştir. Çalışmada, kord-kauçuk numuneleri farklı sıcaklıklarda pişirilmiş ve H yapışma testleri yüksek sıcaklıklarda ölçümlenmiştir. Gerçekleştirilen çalışmalar neticesinde, sıcaklığın artışı ile bağlanma dayanımının düştüğü tespit edilmiştir. Temel gerekçe, hidrojen bağlarının kırılması ve etkileşimin bozulması olarak ifade edilmiştir. 150 °C’de pişirilen kord bezinin, optimum bağlanma direncini verdiği tespit edilmiştir [8].

US 2009/0044893 no’lu buluşunda presilanize silika kullanılmıştır. Yüzeyi aktiflenmiş poliester kord bezi öncelikle iki iplik demetinin bir araya getirilerek bükülmesi ile elde edilmiştir. Bükülü ham kordlar önce epoksi banyosundan geçirilmiş, ardından kurutma işlemine maruz bırakılmıştır. Ardından, karbon siyahı veya presilanize silika eklenmiş, bloke izosiyonat ihtiva eden RFL kimyasallarına ayrı ayrı daldırılan kordlar kurutulmuştur. Elde edilen numuneler iki farklı sıcaklıkta vulkanize edilmiştir. H yapışma yöntemi kullanılarak ortam koşullarında ve 100 °C’de yapışma dayanımları ölçümlenmiştir. Ortam koşullarında ve yüksek sıcaklıkta yapılan testlerde presilanize silika kullanılan kimyasal karışımı ile işlem görmüş olan poliester kord bezi daha yüksek bağlanma dayanımı değeri vermiştir. Ancak 77 dakika 160 °C ve 44 dakika 180 °C de yapılan vulkanizasyon (pişirme-curing) işlemi sonrası bağlanma dayanımı seviyesinde iyileşme olduğu görülmemiştir. Bu yöntem ile yüksek sıcaklıklara maruz kalan poliester takviye kordun bağlanma dayanımının iyileştiği söylenememektedir [9].

1.1.3 Kord Bezi Üretimi İyileştirme İşlemi Alanında Yapılan Çalışmalar

Kord bezi üretimi işleminin son aşaması olan iyileştirme işlemi ile ilgili yayınlanmış çok fazla makale bulunmamaktadır. Kord bezi üretiminin gerçekleştirildiği tesislerin yüksek maliyetler ile kurulması ve geri dönüşüm sürecinin uzun olması, kord bezi üretiminin sınırlı sayıda tesiste gerçekleştirilmesine ve bu tesisler arasında rekabet ortamının artmasına neden olmaktadır.

Gerçekleştirilen sınırlı çalışmalardan birisi Ph. Colomban ve ekibine aittir. Bu çalışmada, Raman mikrospektroskopi kullanılarak, poliamid 66 (NY66),

polyfenilenbenzobisoksal (PBO), polypropilen (PP) ve polietilen terafitalat (PET) kord bezine kuvvet ve dinamik yorulma uygulanması önce ve sonrasında, micro/nano yapı değişimi incelenmiştir. Kristalin ve amorf yapı zincirleri ile C-C bağlanma davranışı çerçevesinde sitreç ve bükme halleri irdelenmiştir. Farklı gerinim seviyelerinde yapılan ölçümlerde, iplik içerisindeki amorf zincirler gerilime farklı şekillerde uyum sağlamaktadır. Çalışmalar neticesinde, farklı yapıdaki ipliklerin ve farklı tesislerde üretilen ipliklerin, farklı termo mekanik işlem görmüş olmaları nedeniyle, farklı yüzey/çekirdek davranışları sergilediği görülmüştür. Mikron mertebesindeki iplik yüzeyi, çekirdeğe göre farklı gerinim, sıcaklık, soğuma hızı, vb. davranışlar sergilemektedir. Kısa ve uzun zincirlerin viskozitelerinin farklı olması da ipliğin spinneret çıkışındaki dağılımını etkilemektedir. Yorulma testi esnasında, iplik zincirindeki kovalent bağların tekrarlayan kuvvete maruz kalması sonucu amorf bölgelerin uyumunu kaybettiği gösterilmektedir [11].

A.L. Simal ve ekibinin gerçekleştirdiği çalışmada ise, NY66 ve N6 ipliklere, yüksüz ortamda, geniş bir sıcaklık aralığında ısı uygulanmıştır. Farklı teknikler ile sıcaklık etkisindeki yapısal değişimleri gözlemlenmiştir. Sonuçlar, iki iplik tipinin farklı rekristalizasyon ve kısalma mekanizmasına sahip olduğunu göstermiştir. 120 °C üstünde gerçekleştirilen ısıl işlemler, NY6 ipliğinde, NY66 ipliğine göre daha düşük kısalma davranışına neden olmaktadır. Burada oluşan ufak kristalin bölgeler, amorf bölgedeki dağılımın bozulmasına ve iplik boyunca kısalmaya neden olmaktadır. NY66 ise 70 °C etrafında, ani kısalma eğilimi göstermektedir [12].

A. Bendak ve ekip arkadaşları, poliester ipliğin yapısının ısıl işlemler ile geliştirilmesi üzerine çalışmışlardır. Kristal yapıyı anlamak ve değiştirebilmek adına kritik bozunma zamanı (KBZ) ölçümlenmiştir. Isıl işlem süresi artışı ile kritik bozunma zamanının da arttığı tespit edilmiştir. 160 °C'ye kadar ısıl işleme maruz bırakılan poliester ipliklerde KBZ değişiminin düşük olduğu görülmüştür. Aynı zamanda, 160 °C'ye kadar ısıl işlem, poliester ipliğin kristalinitesini arttırmaktadır [13].

J. P. Rath ve çalışma arkadaşları, poliester ve naylon kord bezlerinde ısıl işlemlerin etkisini incelemiştir. Isıl işlemler esnasında yalnızca kısalma, kısalma kuvveti ve mekanik özellikler değil, aynı zamanda yapısal özelliklerinin değiştiği görülmüştür. Sıcaklığın artışı ile kısalma kuvveti ve kısalma, 90°C'ye kadar ani bir artış gösterdiği, ardından düz bir pilato çizdiği ifade edilmiştir. Yüksüz ortamda (serbest kısalma

davranışı), ısıtma işlem sıcaklığının artışı ile başlangıç modülüsü ve yük taşıma kapasitesi azalırken, kopma anında uzama ve kopma enerjisinin arttığı görülmüştür. Kord bezine uygulanan kuvvetin artışı ile birlikte, sıcaklıktan bağımsız olarak (herhangi bir sıcaklıkta) kalıcı kısalma özelliğinin arttığı görülmüş ve tüm bu davranışlar poliestere kord bezinin kristal yapısındaki değişim ile ilişkilendirilmiştir. Serbest ya da yük altında iplik davranışından bağımsız olarak, uygulama sıcaklığının artışı ile poliestere korda ait kristal bölge oranı ve ortalama kristal yapı boyutunun değiştiği gösterilmiştir [14].

1.2 Tezin Amacı

Bu tez çalışması kapsamında, kord bezi üretim aşamaları incelenmiştir. Kord bezine son özelliklerinin verildiği iyileştirme işlemi deneysel tasarım yöntemleri kullanılarak incelenmiştir. Aynı zamanda kord bezinin, kauçuk karışımı ile bağlanma özelliğinin artırılması hedeflenmiştir.

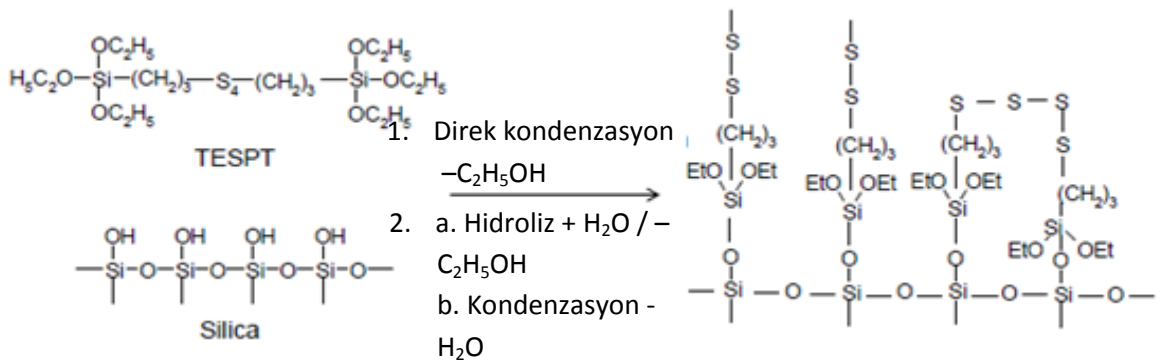
Kord bezi, iyileştirme işlemi esnasında birden fazla fırında sıcaklığa maruz bırakılmaktadır. Her bir fırındaki işlem süreçleri parametrelerini değerlendirmek üzere Merkezi Etkensel Tasarım (CCD) ve iki fırında bir arada işlem süreçleri parametrelerini değerlendirmek üzere Tepki Yüzey Tasarımı (RSD) yöntemi kullanılmıştır. CCD ve RSD yöntemleri kullanılarak değişkenlere bağlı, parametre denklemleri oluşturulmuştur. Kord bezi iyileştirme sürecinde, deneysel tasarım ile elde edilen model denklemleri doğrultusunda, ısıtma işlem fırınlarının sıcaklıkları ile maruziyet sürelerini içeren süreç koşullarında yapılacak değişikliklerin optimum üretim maliyeti ve ürün performansını vermesi hedeflenmiştir.

Kord bezi-kauçuk bağlanma mekanizmasını iyileştirmek amacıyla presilanize silika ve amorf nano silika birinci yüzey kaplama kimyasalına ilave edilmiştir. Farklı oranlarda ilave edilen silika malzemesi ile yüzeyi kaplanan kordların kauçuk ile bağlanma dayanımları ölçümlenmiştir.

1.3 Hipotez

CCD ve RSD yöntemi kullanılarak yapılan deneysel tasarım çalışması sonucunda, kord bezinin kauçuğa bağlanma, kopma mukavemeti, kord bezinin % uzama değeri, 6.8 kg da % uzama değeri ve % kısalma özelliklerinin model eşitlikleri oluşturulmuştur. Elde edilen modeller kullanılarak, daha düşük sıcaklıklarda istenilen kord-kauçuk bağlanma dayanımı elde edilerek enerji tüketiminde azalma sağlanacaktır. Aynı zamanda, farklı kopmada uzama, 6,8 kg'da uzama, % kısalma özellikleri elde edebilmek için hali hazırda kullanılan deneme-yanılma yöntemi yerine, elde edilem modellerin göstermiş olduğu işlem koşulları kullanılarak, sonuca daha çabuk ve daha az deneme ile ulaşılabilecektir.

Silan ile silika arasında gerçekleşen reaksiyona silanizasyon denmektedir. Silan ile silika arasındaki reaksiyon Şekil 1.2 ve 1.3'de gösterilmiştir. Kauçuk karışımlarında takviye dolgu malzemesi olarak kullanılan silikanın kauçuk ile reaksiyona girebilmesi için silan ile kaplanması gerekmektedir. Kauçuk karışımı içerisine çapraz bağlanması amacı ile eklenen kükürt ile, silan yüzeyindeki polisülfid aktive olmaktadır. Kauçuk karışımının yüksek sıcaklık ve basınca maruz bırakıldığı (vulkanizasyon) süre boyunca, silan yüzeyindeki kükürt hem kükürt vericisi hem de alıcısı olarak davranır. Gerçekleşen reaksiyon sonucunda silika ile kauçuğun kimyasal bağ yapması sağlanmaktadır (10). Bu tez kapsamında yapılan çalışmada, presilanize silikanın kauçuğa bağlanma özelliği kullanılarak yüksek sıcaklıklara maruz kalan poliester takviye kordun yapışma dayanımı arttırılacaktır.



Şekil 1.2 Silika ile silan arasındaki birincil reaksiyon

KORD BEZİ ÜRETİMİ VE YÜZEY İŞLEMLERİ

2.1 Kord Bezi Nedir?

Araç lastikleri, kauçuk ve katkı maddeleri ile kauçuk takviye malzemelerinden oluşan kompozit yapılardır. Kordbezi, lastik yapısında asıl yükü çeken sentetik çözgü ve bu çözgüleri bir arada tutan atkılarından meydana gelen bir kumaştır. Kullanım amacı genel olarak lastik malzemeleri desteklemek ve dayanım kazandırmaktır. Genel olarak araç lastikleri üretiminde kullanılmaktadır. Araç lastiklerinde yükü taşıyan eleman, kord bezidir. Kord bezinin aynı zamanda lastiğin kullanım sırasındaki boyutsal özelliklerini korumak gibi bir işlevi de vardır [15].

Kord bezinde kullanılan sentetik iplikler, yüksek dayanımlı ve sağlam olup, lastikteki kullanım yerine ve lastik tipine göre değişiklik göstermektedir. Lastiğe gerekli sağlamlığı verebilmek için kopma dayanımı, yorulma direnci, dayanıklılık gibi özellikleri olan pamuk, rayon, naylon, cam elyaf, poliester, aramid veya çelik gibi destek malzemeleri kullanılmaktadır [16]. Teknik tekstil ipliği olarak kategorize edilen ürünler, 700 ile 3300 dtex (10,000 metre uzunluğunda ipliğin gram cinsinden ağırlığı) doğrusal yoğunluğu aralığında üretilmektedirler [17].

2.2 Kord Bezi Kullanım Alanları

2.2.1 Agrotech (Tarım, Su Ürünleri, Bahçecilik ve Ormancılık)

Geçmişten bugüne kadar tekstiller, gıda üretiminde, balıkçılık endüstrisinde (ağ, halat ve misina formunda), tarım ve bahçecilik uygulamalarında (örtme, koruma ve ambalajlama amaçlı) geniş çaplı olarak kullanılmışlardır. Bu sektörde teknik tekstillere olan ihtiyaç az görünse de, ileride klasik tekstillerin yerine hafif, daha uzun ömürlü

teknik tekstillerin (sentetiklerin özellikle de polipropilenlerin) kullanılacağı umut edilmektedir [18].

2.2.2 Buildtech (Bina ve Konstrüksiyon)

Teknik tekstillerden, konstrüksiyon çalışmaları sırasında, emniyet ağları, kaldırma ve germe halatları ve tedavi amaçlı esnek örme ürünleri gibi farklı kullanım alanlarında geniş çapta yararlanılmaktadır. Konstrüksiyonda teknik tekstiller için potansiyel kullanım alanları ise hemen hemen sınırsızdır [18].

Diğer taraftan çadırlar, tenteler ve güneşlikler gibi ürünler önceleri ağır pamuklardan yapılırken, şimdi daha hafif, mukavemetli, çürümeye, güneş ışınlarına ve hava etkilerine dayanıklı sentetik malzemelerden yapılmaktadır. Bununla birlikte oldukça yeni bir kategori sayılan “mimari membranlar” ise spor stadyumları, fuar merkezleri ve diğer modern binalar gibi yarı saydam konstrüksiyonlarda göze çarpmaya başlamıştır [18].

2.2.3 Geotech (Jeotekstiller ve İnşaat Mühendisliği)

Gelişmekte olan ülkelerde ana altyapı projeleri yüksek miktarda jeotekstil tüketme potansiyelini göstermiştir ve bu durum, bu ürünlerin imalat kapasitelerinin artmasını hızlandırmıştır [18].

2.2.4 Hometech (Mobilya Teknik Komponent, Ev Tekstil ve Yer Döşemelikleri)

Ev tekstili ve mefruşatı üretiminde çok büyük miktarda elyaf tüketilmektedir. Bu sektör her ne kadar doğal elyafların üstünlüğüne sahipse de, sentetikler pazar paylarını hızlı şekilde arttırmaktadırlar [18].

2.2.5 Indutech (Filtrasyon, Taşıma, Temizleme ve Diğer Endüstriyel Kullanımlar)

Teknik tekstiller, endüstride yaygın şekilde kullanılmaktadır. Özellikle doğrudan endüstriyel proseslerde kullanılan filtreler, taşıma bantları ve aşındırma bantları, baskılı devre plaketleri, contalar ve sızdırmazlık elemanları ve diğer endüstriyel ekipmanlar gibi ürünlerde teknik tekstiller yoğun şekilde yer almaktadır [18].

2.2.6 Medtech (Hijyenik ve Tıbbi Uygulamalar)

Bu tekstillerin en geniş kullanım alanları ıslak mendiller, çocuk bezleri ve yetişkinler için sağlık ve bakım ürünleri gibi hijyen uygulamalarıdır. Ayrıca, ameliyat giysi

takımları ve örtüleri, sterilizasyon paketleri, pansuman sargıları, yapay kemik bağları, damarlar, deriler, diyaliz makinaları için içi boş lifler vb. sağlık ürünleri de bu bölümde yer almaktadır [18].

2.2.7 Packtec (Paketleme)

Ambalajlama, tekstiller için uzun süreden beri yapılan bir uygulamadır. Her ne kadar jüt ve pamuk gibi doğal elyaflardan yapılan çuvallar ve torbalar hala yaygın şekilde kullanılıyorsa da, modern sentetik elyaflar (özellikle polipropilen) endüstrilemiş pazarlarda doğal malzemelerin yerini büyük oranda almıştır [18].

2.2.8 Oekotech (Çevre Koruma)

Oekotech'in alanı çevre koruma uygulamalarında kullanılan tekstilleri içerir. Endüstriyel tekstiller, jeotekstiller ve tarımsal tekstiller dahil olmak üzere farklı bir çok alan ile çakışmasına rağmen bu tip tekstiller henüz çok net tanımlanabilmiş değildir. Bu gruba giren tekstiller endüstriyel tozların filtrasyonu (Indutech), toprak erozyonun önlenmesi ve toksik atık çöplerinin örtülmesi (Geotech) ile yapıların termal yalıtımı (Buildtech) gibi bazı son kullanım alanları ile çakışmaktadır [18].

2.2.9 Protech (Personel ve Eşya Koruma)

Kişisel koruyucu giysi üretiminde teknik tekstil kullanımı, jeotekstillerden sonra en fazla ve en tutarlı büyüme alanıdır. Bu tür teknik tekstiller, bıçakla yaralanma ve patlamalar, yangın, aşırı sıcaklık, zarar verici tozlar ve partiküller, nükleer, biyolojik ve kimyasal tehlikeler, yüksek voltaj ve statik elektrik, kötü hava, aşırı soğuk gibi etkilerden korunma vb. fonksiyonlarını içermektedir [18].

2.2.10 Mobiltech (Otomobiller, Deniz Taşımacılığı, Demiryolları ve Uzay)

Taşımacılık sektörü otomobillerde, ticari araçlarda, trenlerde, botlarda ve hava taşıtlarında kullanılan tekstiller, teknik tekstiller için en değerli pazarı oluşturmaktadır. Toplamın yaklaşık %20'sine karşılık gelen bu alandaki ürünler yer ve koltuk döşemeleri, otomobil lastiği, kayış ve hortum takviyeleri, emniyet kemerleri ve hava yastıkları, otomotiv gövdeleri için kompozit takviyeler, sivil ve askeri uçak gövdeleri, kanatlar ve makine komponentleri vb. alanlarda kullanılmaktadır [18].

2.2.11 Sporttech (Spor ve Serbest Zaman)

Son kullanıcı konforunun, güvenliğinin ve performansının yüksek düzeyde olması için sürekli olarak yapılan çalışmalar, global bazda ürün promosyonu ile desteklenen daha yüksek fiyatlı, markalı özel elyafların ve diğer malzemelerin kullanımını teşvik etmektedir [18].

2.3 Kord Bezi Üretim

Kord bezi üretimine uygun ve özel koşullar altında üretilmiş kord bezi iplikleri, talep edilen ve standartlarla belirlenen mekanik kalitenin elde edilebilmesi için büküm işlemine tabi tutulmaktadır. Dokuma, büküm işlemini takiben gerçekleştirilmektedir. Dokunmuş kord bezi iplikleri, yüksek sıcaklık altında gerilmeye maruz bırakılarak ve kimyasallardan geçirilerek son ürün özelliğini kazanmaktadır [17]. Kord bezi üretimi detay bilgileri bu bölümde verilmektedir.

2.3.1 Kord Bezi İpliği (Yarn) Üretimi

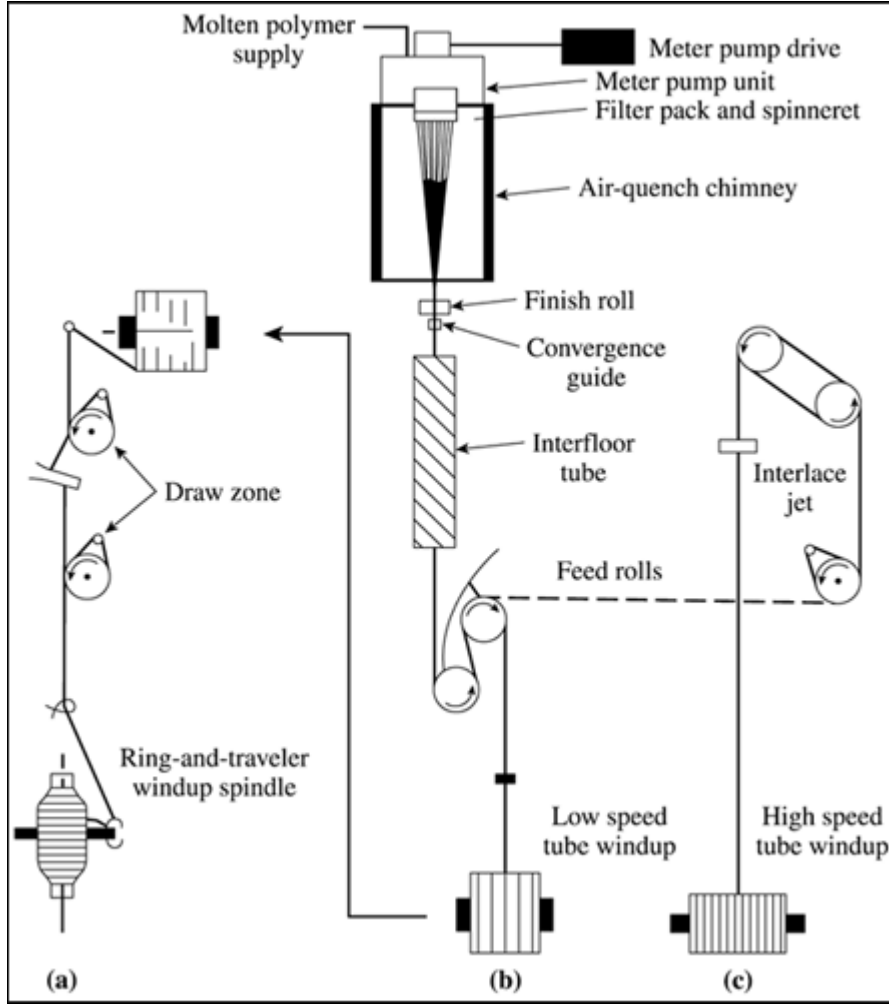
Sürekli ve kesikli kütle polimerizasyonu olmak üzere iki farklı yöntem ile üretilen polimer hammaddesine ilk olarak çekme işlemi (spinning) uygulanarak iplik üretilmektedir [15]. Bu tez çalışmasına konu olan poliester hammaddesi, kuru iplik çekme (dry spinning) yöntemi ile iplik (elyaf, lif) formunu alabilmektedir.

Herhangi bir çözücüde çözünmeyen termoplastik özelliğe sahip polimerler, yumuşak iplik çekme yöntemi ile lif haline getirilirler [19].

Bu yöntemde granül (çip) halindeki polimer parçaları, erime noktası üzerindeki sıcaklığa ısıtılarak eritilip sıvı hale getirilir. Erimiş polimer bir pompa yardımıyla sabit basınç altında düze başlıklarından, içinden soğuk hava geçen odalara püskürtülür. Erimiş polimer, soğuk odalarda lif halinde katılaştır [15].

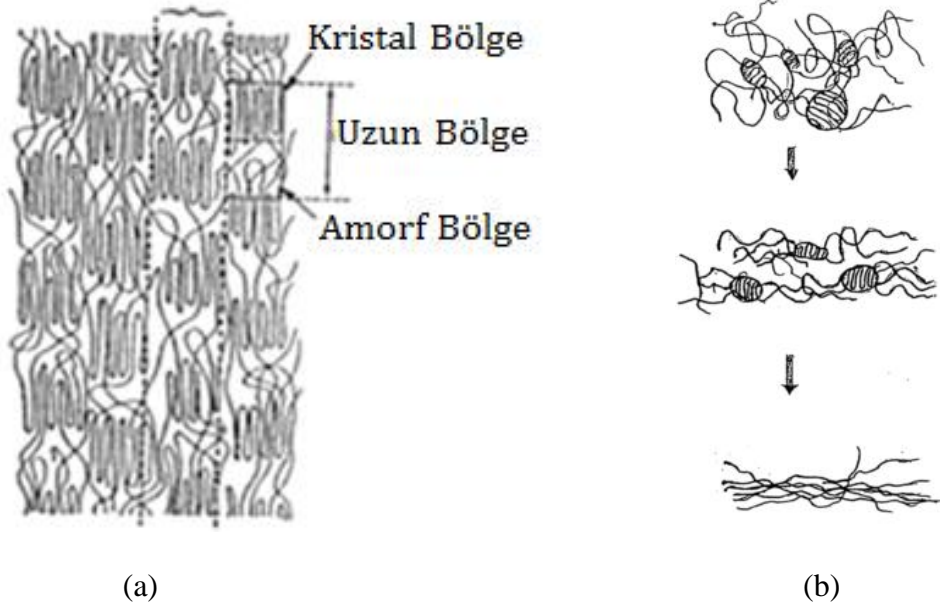
Polimeri eritmek için yüksek sıcaklıkta ısıtmak gerekir. Bu sıcaklıklarda polimer hava oksijeni ile etkilenip bozduğundan, sistemde soğutucu olarak hava yerine inert bir gaz olan azot gazı kullanılır [15].

Şekil 2.1 de melt spinning işlem şeması örneklendirilmiştir [19].



Şekil 2.1 Melt spinning işlem örneği

Germe-çekme işlemi yapılmamış iki ipliğin boyuna kesitleri mikroskop altında incelendiğinde, iç yapıdaki polimer zincirlerin önce karmaşık ve amorf karakterde olduğu, germe-çekme uygulandıktan sonra ise iplik boyunca yönlene kristalin bölgelerin oluştuğu gözlenir. Şekil 2.2’de şematik olarak gösterilmiştir. Bu işlemle ipliğin dayanıklılığı artırılmaktadır.



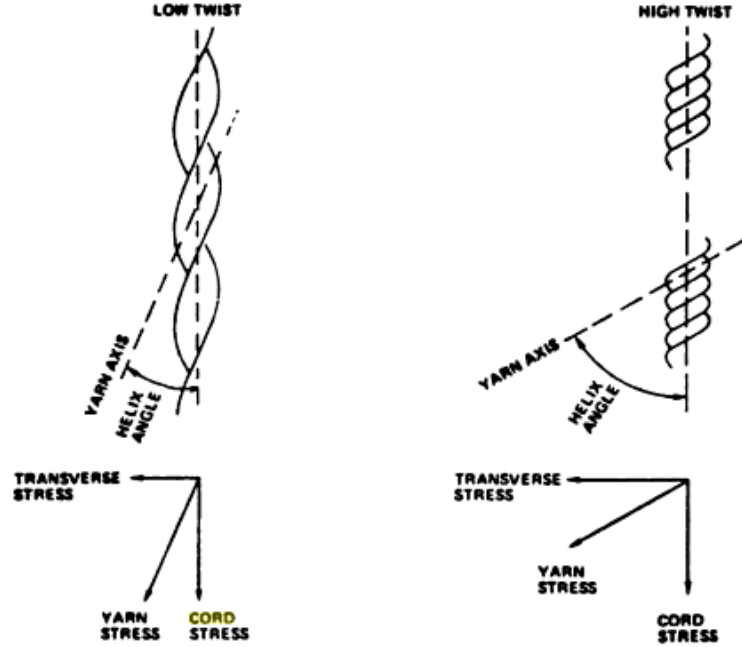
Şekil 2.2 (a) Moleküllerin elyaf içerisinde dağılım modeli (b) Polimer zincirlerinin çekme sonrası liflerindeki yönelme

2.3.2 Büküm İşlemi

Büküm işlemi ile iplik demeti içerisindeki filamanların birlikte daha iyi durarak özelliklerinin değişmesi sağlanır. Bu nedenle tek filamanlı iplikler de bükülmektedir [20]. Sentetik iplikler lastikteki kullanım yerine ve amacına göre bir veya daha fazla kat bir araya getirilerek belirli bir büküm düzeyinde bükülür. Bükümün amacı, korda belirli bir dayanım ve uzama özelliği ve lastik içinde kullanımı sırasında belirli bir yorulma direnci kazandırmaktır. Büküm işlemi sırasında ipliklere esneme özelliği yüklenerek, üzerine yüklenen yükü belirli oranda dağıtma özelliği ve yük kalktığı anda ise ilk haline dönme özelliği kazandırılır [17]. Büküm olmaksızın, sıkıştırma kuvveti altında filaman demetinin en dışındaki kordlar bükülebilirler. Lastiğin çalışması esnasında takviye kordu düzenli olarak esneme hareketine maruz kalır ve bu esnada burulma kuvveti altında tekrarlanan bükülme hareketi lif kopmasına neden olabilir. Büküm sayısının artması, kordun uzama özelliğini artırarak, lif burulmalarını azaltmaktadır. Dolayısı ile kord büküldüğünde, sıfır eksenini daraltarak, eksenin üstünde kalan kısım genişler ve sıkıştırma kuvvetinin azalmasına neden olur [21].

Sağlamlık maximum noktaya ulaştığında, büküm sayısının artması ile azalmaya başlayacaktır. Bu durum, bükümün artması ile kordun gerginliğinin artması olarak açıklanmaktadır. Büküm arttıkça helix açısı (lif eksenini ile kord eksenini arasındaki açı)

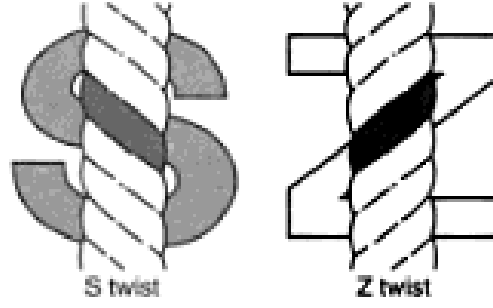
artmaktadır. Bu da, lifleri ayırabilecek nitelikteki korda dik yöndeki gerilme kuvvetinin (transverse stress) artmasına neden olur. Kord mukavemetindeki düşüş, Şekil 2.3’de de gösterilmiştir. Büküm arttıkça, iplik yönündeki kuvvet artmaktadır ve bu da toplam mukavemetin düşmesine neden olmaktadır [21].



Şekil 2.3 Kord geometrisi

Büküm işleminin yapılabilmesi için ipin kendi etrafında döndürülmesi gerekmekte ve bu işlem sırasında ipliğin iki ucunun da sabit olması gerekmektedir. Bu işin sürekli yapılması için ipliğin iki uçtan sıkıştırılması, bu iki nokta arasında döndürülmesi ve bu ucundan çekilip bir yere sarılıp sabitlenmesi gerekmektedir. Büküm sayısı, ipin dakikada kaç tur attığına ve dakikada kaç metre çekildiğine göre belirlenir. 7000 defa çevrilip dakikada 20 metre ile çekilen iplik, metrede 350 büküm alacaktır. Tek kordların her biri kendi etrafında büküldükten sonra istenilen sayıda kord bir araya getirilerek katlı bükümler elde edilir [15].

Kordlar büküm yönüne bağlı olarak S ve Z tipi büküm olarak ikiye ayrılmaktadır.



Şekil 2.4 Büküm yönlerinin şematik gösterimi

2.3.3 Dokuma İşlemi

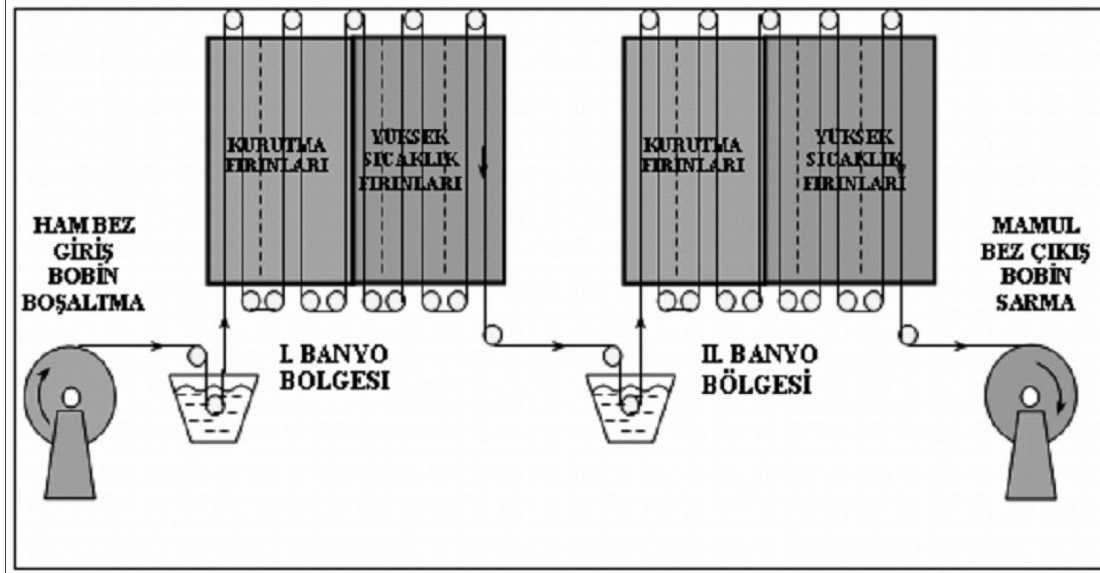
Bükülen iplikler müşteri talebi doğrultusunda belirli atkı ve çözgü sıklıklarında dokunarak bez formunu almaktadır. Atkının görevi, çözgüleri istenen çözgü sıklığında tutmaktır. Kord bezi kullanım alanına bağlı olarak pamuk, rayon ve naylon çekirdekli pamuk atkı iplikleri kullanılmaktadır. Atkı ipliklerinin ince ve düşük mukavemetli olması nedeniyle kord bezi doğrusal, tek boyutlu bez özelliğini taşımaktadır. Dokumada çözgüler, lastikteki kullanım alanına göre belirli bir dayanım ve uzama değerini sağlayacak sıklıkta dokunmaktadır [17].

2.3.4 Kord Bezi İyileştirme İşlemi

İyileştirme işlemi, kord bezinin termal ve mekanik davranışlarını son üründe standartlaştırmak ve lastik kauçuk karışımı ile kimyasal bağ kurmasını sağlayacak yapıştırıcı kimyasallar ile kaplanmasını gerçekleştirmek üzere uygulanan, en son ve en önemli aşamadır. İyileştirme işleminde istenilen boyutsal özellikleri sağlamak için değişik işlem koşulları uygulanır. İşlem koşullarını ise zaman (Time), germe kuvveti (Tension) ve sıcaklık (Temperature) oluşturmaktadır. Sektörde 3T olarak bilinmektedir [15], [21].

Kord bezi üretiminde pamuk kullanıldığında, bez ile kauçuk karışımı herhangi bir işlem gereksizdir kaplanabilmekteydi. Rayonun kullanıma başlanması ile kordu sabitlemek ve şişmeyi önlemek amacı ile yeni bir işlem geliştirildi. Naylon kullanımında ise bu işlem de yetersiz kaldı; nedeni viskoelastik özelliği nedeniyle işlem sonrası eski haline dönme eğilimi olarak değerlendirildi. Bu nedenle, naylon kord bezlere sabit modülüs, azami kopma mukavemeti, asgari uzama ve optimum boyutsal

kararlılık kazandırılması adına, Şekil 2.5’de verilen, günümüz kord bezi terbiye üniteleri geliştirildi. Terbiye işlem hatları bir günde 100.000 mil kord bezi üretebilme kapasitesi ile de, lastik üretiminde en büyük ünite olma özelliğine sahip [21], [22].



Şekil 2.5 Kord Bezi Terbiye İşlemi Ünitesi

Zaman, sıcaklık ve tansiyon parametreleri deneyim ve regrasyon yöntemleri kullanılarak, maksimum son ürün performansı elde etme doğrultusunda optimize edilmektedir. Terbiye işlemi; mukavemet, sağlamlık, boyutsal kararlılık, modülüs, ısı üretimi, uzama ve kısalma özelliğini optimize etmektedir [21]. Deneysel tasarım (DT) ve modelleme tekniklerinin gelişmesi ile birlikte terbiye işlemi değişkenlerinin doğru tahmininde kullanılmaya başlanmıştır. R. D. Ageeve W. T. Pigott naylon kord bezi terbiye prosesinde sıcaklık ve germe kuvvetinin kopma mukavemeti, % uzama değeri, % kısalma özelliği ve tenasite üzerindeki etkisini incelemiştir [23]. Vraig Trask ve Frederic Pomies ise PE kord bezi terbiye koşullarını optimize etmek için Merkezi Birleşik Tasarımı kullanmıştır [24].

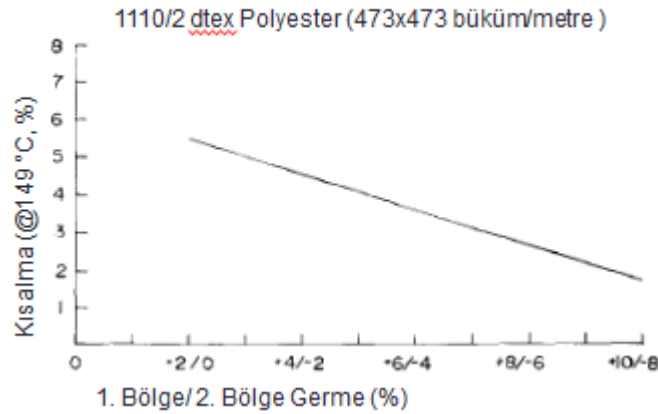
Terbiye işlemi esnasında bez bir seri ünitelerden geçmektedir. Genel olarak izlediği yol; birinci banyo daldırma bölgesi (yapıştırıcı kimyasal uygulama bölgesi), birinci kurutma bölgesi, birinci ısıl işlem bölgesi, ikinci banyo daldırma bölgesi, ikinci kurutma bölgesi, ikinci ısıl işlem bölgesi ve soğutma bölgesidir [21].

Banyo daldırma bölgesinde kimyasal banyo küvetinden daldırılarak geçirilen kord bezi yüzeyinde kalan fazla banyo, vakum dudakları ile ya da hava ile uçurma yöntemi ile

uzaklaştırılmaktadır. Kimyasal nüfuzuyetinin doğru oranı, banyodan geçme zamanı ve banyodan geçiş tansiyonu ile ayarlanmaktadır. Kimyasal banyolar genel olarak su bazlıdır ve kurutma bölgesinde kalış süresi ve sıcaklığı, kord bezinin tamamen kurumak için ihtiyacı olan enerji doğrultusunda optimize edilmektedir [21].

Optimum kord özellikleri (mukavemet, modülüs, kısalma, ısı üretimi ve sağlamlık) elde edebilmek için özel olarak sıcaklık ve germe kuvveti belirlenmektedir. Sıcaklık ve germe kuvveti, kord bezine fiziksel özelliklerini veren, elyaf kristal/amorf oranını belirlemektedir [21], [22].

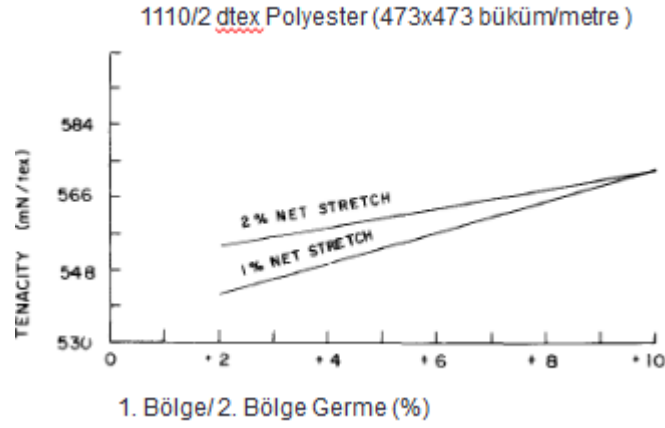
PE ve NY66 sıcaklığa maruz bırakıldığında oryante olmamış eski formunu alma eğilimi olan, hafıza özelliğine sahip termoplastik malzemelerdir. Bu nedenle kısalma eğilimi göstermektedirler. Bu davranış, birinci ısıl işlem bölgesinde germe kuvveti uygulanarak (stretching) ve ardından ikinci ısıl işlem bölgesinde kordun gevşemesi (relax mode) sağlanarak kontrol edilebilir. Bu işleme germe-gevşetme (stress relaxation) denmektedir. Germe-gevşetme uygulaması ne kadar yüksek olursa, nihai kord bezi özelliğinde kısalma o kadar düşük olacaktır. Şekil 2.6'de, aynı net sitreç altında, değişen germe-gevşeme oranlarına bağlı olarak 1100 dtex, 2 kat bükülü kord bezine ait, sıcaklık altında kısalma değişimi gösterilmiştir [21], [22].



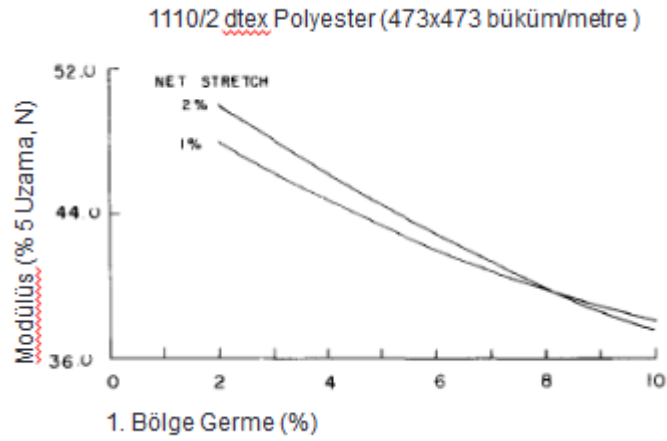
Şekil 2.6 Germe-gevşetme işleminin kısalma üzerindeki etkisi [22].

Net sitreç, birinci bölgede uygulanan germe ile ikinci bölgede uygulanan gevşeme arasındaki farkı ifade etmektedir. Genel olarak, net sitreç ve germe-gevşetme ne kadar

yüksek olursa, kord bezinin kopma mukavemeti o kadar yüksek (Şekil 2.7) ve modülüsü o kadar düşük (Şekil 2.8) olacaktır [21], [22].

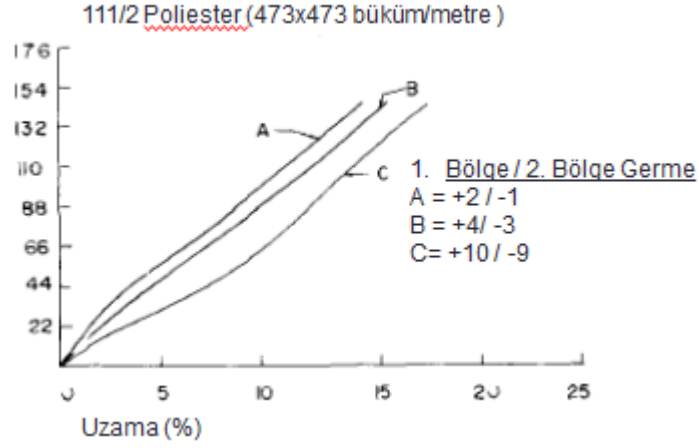


Şekil 2.7 Sitreçin, kordun kopma direnci (tenacity) üzerine etkisi (1100 dtex, PE, 473*473 Z*S bükülü kord)

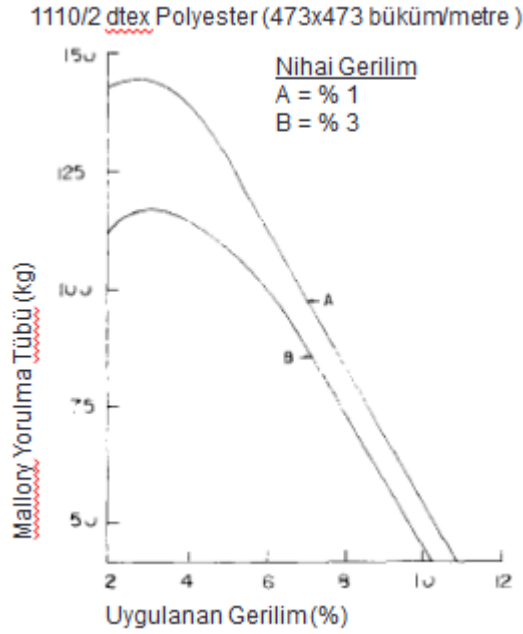


Şekil 2.8 Sitreçin modülüs üzerine etkisi (1100 dtex, PE, 473*473 Z*S bükülü kord)

Aynı net sitreç oranında artan germe-gevşetme oranına bağlı olarak gerilme/dayanım grafiği davranış farklılığı Şekil 2.9'da verilmiştir [22]. Net sitreç ve ilk bölgede uygulanan sitreç aynı zamanda kord-yapışkan-kauçuk kompozitinin yorulma direncini de etkilemektedir. İki farklı net sitreç altında, ilk bölge sitreçine bağlı olarak yorulma direncindeki değişim Şekil 2.10 de verilmiştir. İlk bölgede sitreçin artması da, net sitreçin artması gibi, yorulma direncini olumsuz yönde etkilemektedir [21], [22].

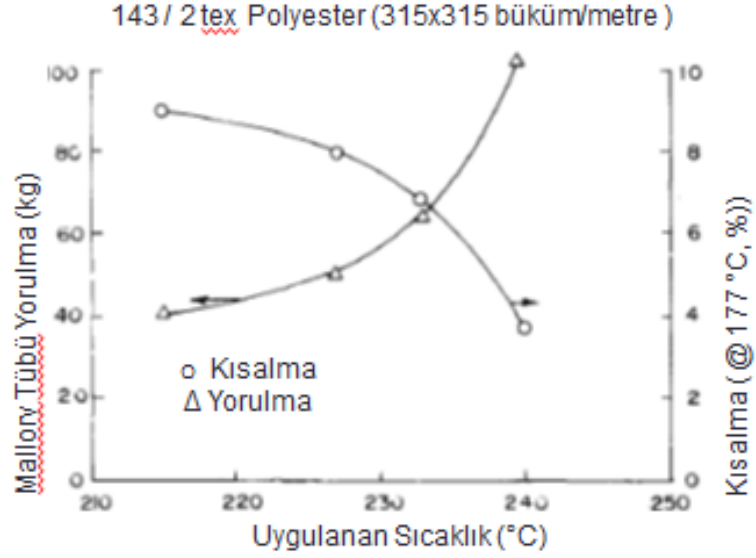


Şekil 2.9 Sitreç-relaxation oranının gerilme/dayanım grafiğine etkisi (1100 dtex, PE, 473*473 Z*S bükülü kord)



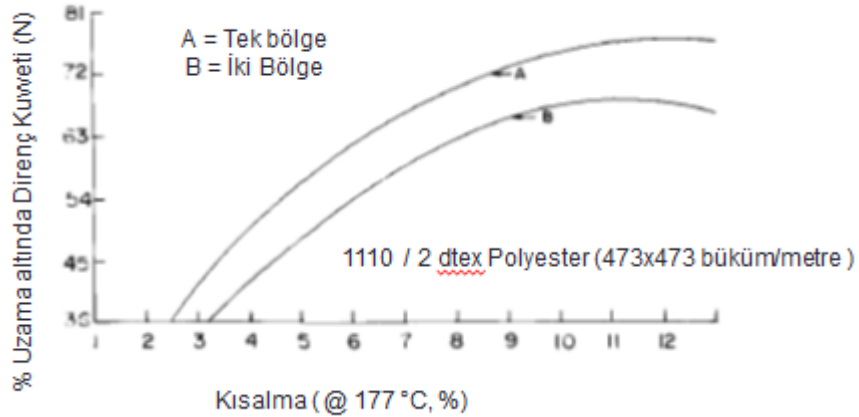
Şekil 2.10 Sitreçin yorulma direnci üzerine etkisi

Kullanılan diğer bir değişken de sıcaklıktır. Yüksek sıcaklıklar kordun mukavemetini ve modülüsünü düşürmektedir [14]. Fakat, yükselen sıcaklıkla birlikte kordun dinamik yorulma özelliği iyileşmektedir [21]. Sıcaklığın, kord özellikleri üzerindeki etkisini anlamak amacı ile gerçekleştirilen denemelerde 1. bölge sıcaklıkları ve net sitreç sabit tutulmuştur. Şekil 2.11 de, sıcaklık parametresinin, kısılma ve yorulma direnci üzerine etkisi gösterilmiştir.



Şekil 2.11 Sıcaklığın kısalma ve yorulma özelliğine etkisi (1400 dtex, PE, 2 kat, 315*315 Z*S büküm)

İşletme parametreleri, kord özelliklerini değiştirmek ve en iyi dengede tutabilmek için belirlenirken, fiziksel özellikler ile işletme parametreleri arasındaki ilişkinin de dengede tutulması gerekmektedir. Buna örnek olarak tek bölge terbiye işleminin, çift bölge terbiye işlemi ile kıyaslanması verilebilir. Belirli bir uzama altında kordun gösterdiği direnç (load at specified elongation, LASE) ve ısı işlem etkisi altında kısalma özelliğinin ilişkisi Şekil 2.12 de verilmiştir [22].

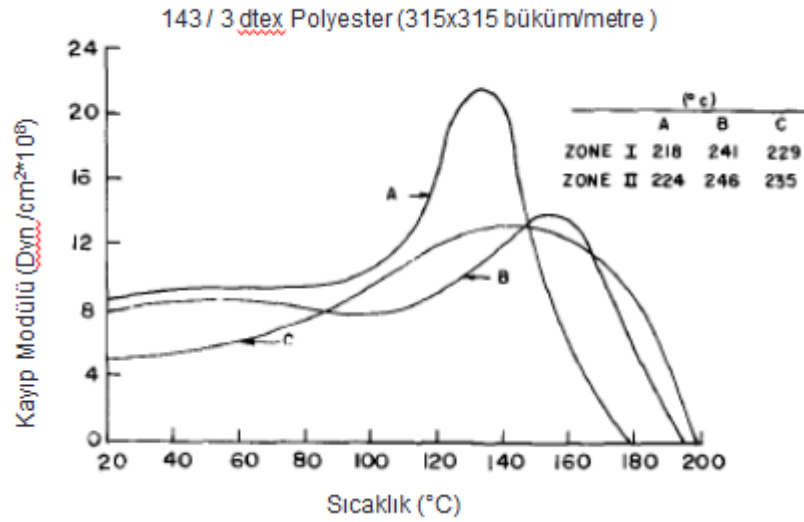


Şekil 2.12 İşletme koşullarındaki değişimin kısalma ve belirli bir uzama altında kordun gösterdiği direnç üzerindeki etkisi (1400 dtex, PE, 2 kat, 315*315 Z*S büküm)

Şekil 2.12 göstermektedir ki;

- Kısalma düşerse belirli bir uzama altında kordun gösterdiği direnç de düşer
- Çift bölge terbiye işlemi, aynı kısalma değerinde daha yüksek LASE değeri vermektedir. Nedeni ise, tek bölge terbiye işleminin tersine, germe-gevşetme işleminin gerçekleştirilebilmesidir [22].

Histerisis (ısı üretimi), kordun dinamik hareketi süresince, ısı olarak kaybetmiş olduğu iştir. Histerisis arttıkça, lastiğin çalışma sıcaklığı da artmaktadır. Sıcaklık artışı ise, kordun dayanıklılığını ve yapışma mukavemetini düşürmektedir. Histerisis, ısı kaybı, polimerin viskoz kısmındaki intermoleküler etki ile ilişkilendirildiğinde, kaybedilen modülüs (loss modulus – complex modulus bileşeni) ölçülerek saptanabilir. Kayıp modülüs (E'') azaldıkça, ısı üretimi de azalacaktır. Şekil 2.13, loss modulusun işlem sıcaklığına bağlı değişimini göstermektedir [21], [22].



Şekil 2.13 Loss Modulus ile sıcaklığın ilişkisi

Tüm kord bezlerinin, değişen işlem koşulları karşısında aynı tepkiyi vermeyeceğinin altını çizmek gerekmektedir. Bu nedenle, nihai ürün olan lastikte, istenen performansı yakalayabilmek için, optimum kord bezi özelliklerini yakalamak üzere optimum işlem koşulları saptamak gerekmektedir. İki ya da daha fazla ters tepki veren özellik optimize edilmek istendiğinde çok daha karmaşık matematik modellerin kullanılmasına gerek duyulmaktadır. 63 lb minimum kopma mukavemeti, maximum % 4 kısalma özelliği, minimum % 90 yorulma sonrası korunum talep edildiğini varsayalım. Öncelikle, yalnızca ilk bölge geriliminin değiştiğini kabul edelim, S1. 1300/3 poliester regresyon eşitliği, ifade edilen değişkenler için aşağıdaki gibi olacaktır;

$$\text{Kopma mukavemeti} = 0.61*S1 + 60.4 \quad (2.1)$$

$$\text{Toplam Kısalma} = 0.45*S1 + 3.3 \quad (2.2)$$

$$\text{Yorulma} = 3*S1 + 100 \quad (2.3)$$

% 4.3 ün üstündeki pozitif sitreç 63 lb'den daha yüksek kopma mukavemeti verirken, kısalma değeri 5.2 ve yorulma korunumu % 87 olacaktır. Bu nedenle, ilk bölge gerilimini değiştirmek, üç parametrenin de istenen değerlere ulaşmasına yardımcı olmayacaktır. İşlem koşullarını optimize edebilmek için ilk bölge geriliminden daha fazla parametrenin değiştirilmesini gerektirmektedir. Eğer, aynı zamanda ikinci bölge gerilimi, S2 de değişken ise, bağımlı değişkenler için yeni regresyon eşitliği iki bağımsız değişkene bağlı olarak aşağıdaki şekilde yazılabilir;

$$\text{Kopma mukavemeti} = 1,1*S1 - 0.2*S2 + 60.2 \quad (2.4)$$

$$\text{Toplam Kısalma} = 0.6*S1 + 0.7*S2 + 2.0 \quad (2.5)$$

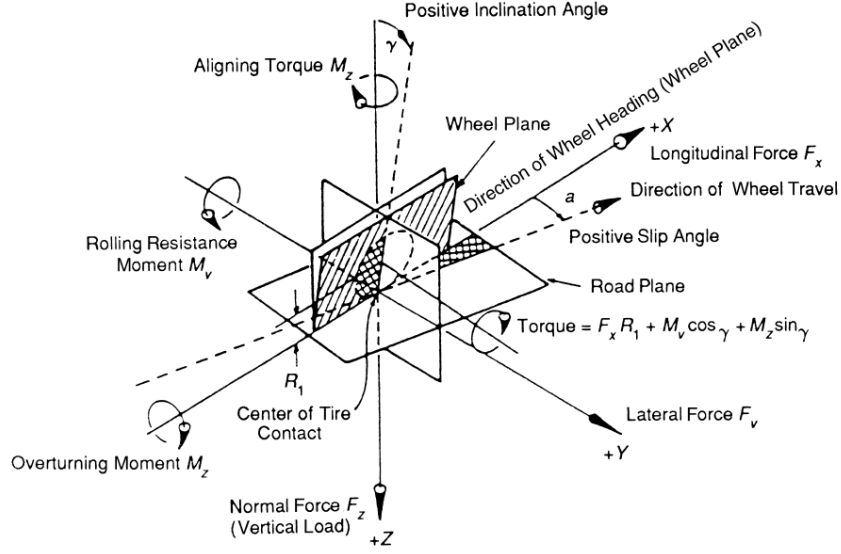
$$\text{Yorulma} = 2.2*S1 - 1.5*S2 + 122 \quad (2.6)$$

İstenen özellikler için, yukarıdaki eşitliklerinin çözülmesi oldukça güç olduğu için, optimizasyon işlemleri bilgisayar yardımı ile yapılmaktadır.

KORD BEZİ - KAUCUK MATRİSİ BAĞLANMA MEKANİZMASI

Yapıştırıcı, tanım olarak, malzemelerin yüzeyini tutturmak suretiyle bağlanmasını sağlayan malzemedir. Yapıştırıcı kullanılmasının nedeni, iki farklı malzemeyi birbirine bağlamanın en kolay ve ucuz yolu olmasıdır. Yapıştırıcıların belirlenmesinden evvel, bağlanacak malzemelerin yapılarının, işlem aşamalarının, yapışma dayanımı gerekliliğinin, son kullanım yerinin ve çalışma koşullarının bilinmesi gerekmektedir [22].

İplik/kaçuk ara yüzeyi, lastik dinamik çalışma koşullarında, çeşitli, karmaşık gerinim kuvvetlerine maruz kalmaktadır. (Şekil 3.1) Uygun performansın elde edilebilmesi için iplik-yapıştırıcı-kaçuk yapısının doğru çalışması gerekmektedir. Lastikler görece düşük mukavemet-yüksek uzama veren malzemeler ile yüksek mukavemet-düşük uzama veren malzemeler içeren kompozit yapılar olarak değerlendirilebilir. Lastik performans süresi boyunca, elastomer-takviye malzemesi kompoziti değişen frekanslarda, kuvvetlerde, sıcaklıklarda ve ortam koşullarında dinamik çekme ve gerilme kuvvetlerine maruz kalmaktadır. Elastomer (farklı dolgu malzemeleri ve kimyasallarından oluşan kaçuk karışımları) ve takviye malzemelerinin (organik-inorganik filamanlar; çelik, cam elyaf, rayon, naylon, poliester, aramid, vb.) farklı yapılarından dolayı en uygun performansı gerçekleştirmelerini sağlayacak yapışkan bir ara yüzeye ihtiyaç duyulmaktadır [22].



Şekil 3.1 Lastik merkezinde oluşan kuvvet ve momentumun gösterimi [21].

İyileştirme işlemi esnasında, zaman, sıcaklık ve gerilme (3T) değerleri farklılaştırılarak organik ipliklere özel kullanımlar için gerekli olan özellikleri kazandırılır. Modülüs, sıcaklık altında kısılma, yaşlanma direnci gibi iplik özellikleri ve süreç parametreleri ile ilgili bilgi Bölüm 2’de verilmiştir. Kord-yapıştırıcı-kauçuk kompozitinin yapışma yüzeyinin ısıl kararlılığı da yine iyileştirme işlemi esnasında kazandırılmaktadır. Bu sebepten dolayı süreç parametrelerinin optimum ip özelliklerini kazandırmakla birlikte gerekli yapışma mukavemetini de sağlamak üzere ayarlanması zorunludur [22].

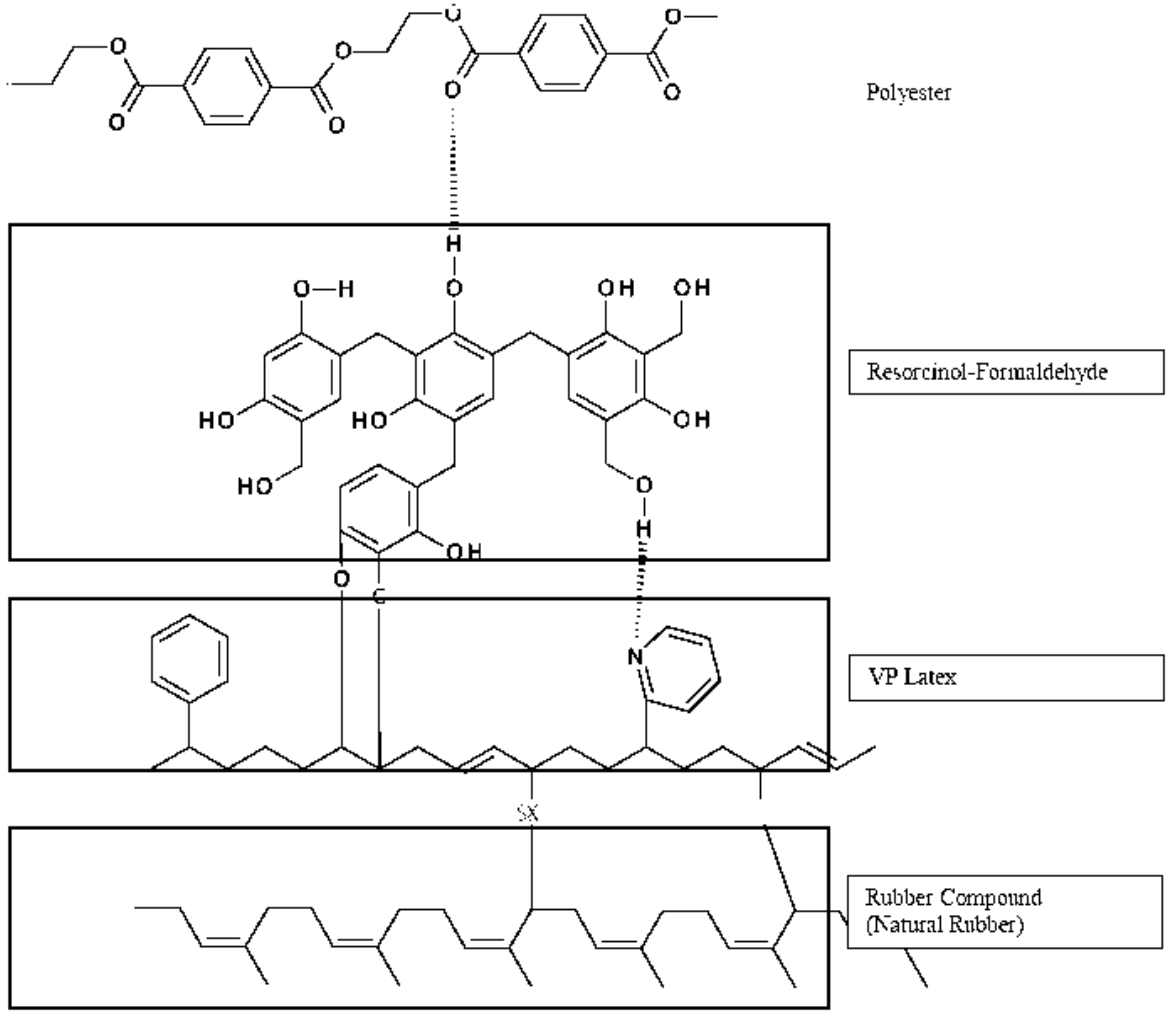
Kord-kauçuk yapışmasındaki ana hedef kord-yapıştırıcı ara yüzeyinde ve/veya kauçuk-yapıştırıcı ara yüzeyinde ve/veya yapıştırıcının kendi içinde ayrılmasını engellemektir. Bu ancak uygun kapıştırıcı kimyasalların kullanımı ile mümkün olabilir. Lastik gövde katında (karkas) başlayan hatalar ancak mikroskop ile yapılan incelemeler sonucu anlaşılabilir [25].

Geleneksel resorcinol-formaldehit-lateks (RFL) yapışma sistemi rayon, naylon ve cam elyaflar için yeterli mukavemeti kazandırsa da poliester ve aramit elyaflar için reaktif kimyasallar gerekmektedir. Diğer taraftan yapıştırıcı kimyasalların kordun yüzeyine sabitleme işlemi esnasında, yüzey kaplama işlemi (tek aşamada, iki aşamada), iplik yüzey aktifleme ve üretim yeri kaynaklı birçok değişken vardır [25]. Bu tez kapsamında, temel yapıştırıcı kimyasallar ile ve bilinen iyileştirme işlemi koşulları baz alınarak çalışılmıştır.

3.1 Lastik Kord Yapıştırıcıları

Lastik üretiminde pamuk kullanımı esnasında herhangi ara yüzey yapıştırıcılarına ihtiyaç duyulmamıştır. Rayon kullanımına geçildiğinde, lateks-termoset reçine sistemlerinin kauçuk-kasein lateksi ile birlikte kullanımının öne çıktığı resorcinol-formaldehit-lateks (RFL) yapıştırıcı sistemleri önerilmiştir. 1947 yılında naylon 66 lastik üretiminde kullanılmaya başlandığında, RFL yapıştırıcı sistemleri yeterli bulunmuştur. RFL sistemi, lastik üretiminde kabul görmüş ve 1930 yıllarından bugüne dek kauçuk-iplik bağlanma mekanizmasında kullanımı devam etmiştir [22].

Fenol, üre, anilin kullanışlı termoset reçineler olmasına rağmen resorcinol-formaldehit en çok kullanılan lastik yapıştırıcı reçine-lateks grubudur [22]. Sentetik 2-vinilpiridin-butadien-sitiren kopolimer lateks, naylon için geliştirilmiş, rayonda yerini doğal kauçuk lateksine bırakmıştır. Lateks, yapıştırıcının kauçuğa yapışmasını sağlarken, resorsinol ile formaldehit, banyo içerisinde reaksiyona girerek polaritesi yüksek polimeri oluşturmaktadır [22].



Şekil 3.2 PE-RFL-Kauçuk yapışma mekanizması

Farklı yapılarıdaki RFL yapıştırıcılar lastik imalatında kullanılmaktadır. Örneğin, 100 gram lateks için kullanılan formaldehit-resorcinol miktarı değiştirilebilir ya da farklı lateks kullanılabilir. Değişen formaldehit-resorcinol oranı ve metilol oluşum oranı, RFL filminin fiziksel ve yapıştırıcı özelliklerini değiştirmektedir. Lastik kordları için, F/R oranı 1.2 ile 2.0 mol/mol aralığında değişirken, reçine katı oranı (çözelti içerisindeki kimyasal) 100 birim lateks için 15 ile 25 birim aralığında değiştiğinde optimum statik ve dinamik yapışma direnci değerleri elde edilebilmektedir. Lastik imalatında en çok kullanılan lateks stiren/butadien/vinil pridin terpolimerleri iken, stiren/butadien ve vinil pridin terpolimer karışımları da bazı RFL sistemleri içerisinde kullanılmaktadır [22].

Hazırlanışı ise resorcinol ile formaldehitin karıştırılarak, 24 saat olgunlaştırılması ile başlamaktadır. Ardından lateks sisteme ilave edilerek, kord, terbiye işlemindeki yüksek gerilime maruz kalmadan evvel, yapıştırıcı kimyasalın bulunduğu banyo küvetine

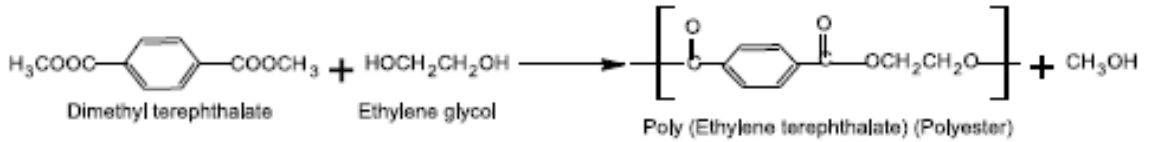
daldırılarak terbiye fırınlarına girmektedir. Kordun yüzeyine aldığı kimyasal oranının genel olarak %6 ile 8 aralığında olması istenmektedir. Banyonun 2-3 filaman içeri nüfuz etmesi önemlidir.



Şekil 3.3 Banyoya daldırılarak yüzeyi kimyasal ile kaplanmış kord (lif demeti) kesiti

3.2 İplik Karakteristiği

Tüm sentetik organik ipliklerin, kendilerine has kimyasal reaktiviteleri vardır ve birbirinden farklıdır. Tez kapsamında poliester (PE) ipliklerin yapışma özellikleri modellenmesi yapılmıştır. PE, etilen glikol ile dimetil tereftalatın kondenzasyon reaksiyonu sonucu üretilmiştir [26].



Şekil 3.4 PE kondenzasyon reaksiyonu

Yarı kristalin yapıda olan PE, 250°C erime sıcaklığına ve 76 °C camsı geçiş sıcaklığına sahiptir. Bu polimerin öncelikli kullanım alanı paketleme ve iplik uygulamalarıdır. PE malzemelerin yüksek modülüs ve düşük uzama özellikleri, lastik uygulamalarında lastik deformasyonunun azalmasıyla birlikte daha yüksek hız performansı vermesini sağlamaktadır. Diğer bir avantajı da, sırtta gerilim kuvvetlerinden kaynaklı çatlakları azaltır ve daha iyi dönme özelliği kazandırır. PE, çapraz ve radyal lastiklerde gövde kordu (karkas) olarak kullanılmaktadır [26].

Yüzey pürüzlülüğü, koheziv enerji yoğunluğu ve kritik yüzey gerilimi özelliklerini bilmek, iplik karakterizasyonunu anlama açısından önemlidir. Çizelge 3.1 de naylon ile poliester ipliklerin yüzey karakterizasyonu ve yapışma özellikleri karşılaştırılmıştır [22].

Çizelge 3.1 Elyaf yüzey karakteristiği

	Naylon	Poliester
Kritik Yüzey Gerilimi (dynes/cm)	46	43
Kohesiv Enerji Yoğunluğu (cal/cm ³)	185	114
U Yapışma (RFL) (N)	133	53

İplik şekillendirme işlemi esnasında tüm sentetik ipliklere “finish” yağı uygulanmaktadır. Finish uygulaması, hem elyaf üretimi esnasındaki çekme işlemi için, hem de büküm ve bez üretim aşamaları için gereklidir. Finish yağının özellikleri, iplik yapışma performansını direk olarak etkilemektedir [22].

PE, lastik karkas katı için çok uygun bir iplik olmasına rağmen, kauçuk ile iyi yapışmasını sağlamak oldukça zordur. PE ipliklerin, kauçuk ile düşük yapışma mukavemeti vermesinin nedeni, hidrofobik doğası gereği aktif ve polar hidrojen bağı yapabilecek grupları sınırlı sayıda ihtiva etmesidir. Naylonun polimer zincirlerinin sonunda yer alan amid gruplarının yerine, PE zincirlerinde hidroksil ve karboksil fonksiyonel grupları yer almaktadır. PE molekülünün yüksek molekül ağırlığı nedeniyle, hidroksil ve karboksil fonksiyonel grupları sınırlı sayıda bulunmaktadır. Bu nedenle, PE zincirleri durağan bir yapıya sahiptir ve basit ve tek yapıştırıcı sistemler PE-kauçuk yapışması için kullanıldığında istenen yüksek bağlanma mukavemetleri elde edilememektedir [26].

Termodinamik uygunluk, yapıştırıcı ile iplik arasındaki moleküler iç difüzyon bağlanmanın gerçekleşmesi için önemli bir faktördür. Difüzyon ve sonrasındaki etkileşim, büyük oranda kord ile yapıştırıcı arasındaki termodinamik uygunluğa bağlıdır. Termodinamik uygunluğun var olabilmesi için, her iki malzemenin çözünürlük parametrelerinin birbirine yakın olması gerekmektedir. RFL kullanımı halinde, resorsinol çözünürlük parametresi 16dır. ($\delta=16$) PE çözünürlük parametresi ise 10.3 tür. Çözünürlük parametreleri arasındaki yüksek fark, RFL ile PE malzemelerini uyumsuz hale getirmektedir [26].

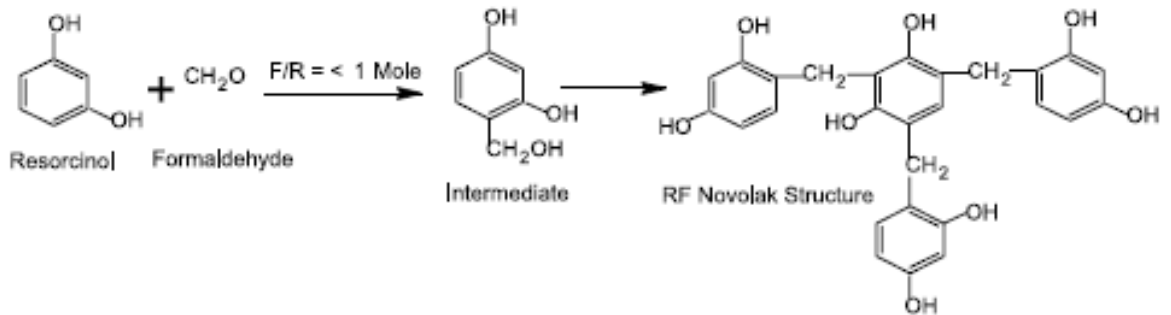
RFL, önceden işlem görmemiş PE yüzeyine uygulandığında, elyaf yüzeyini yeterince ıslatamayacaktır. Bu da, PE yüzeyindeki karboksil ve hidroksil gruplarının, RF reçinesinin ihtiva ettiği metilol ve hidroksil grupları ile kimyasal reaksiyona girememesine neden olacaktır. Kimyasal reaksiyonun gerçekleşmemesi durumunda ise iplik ile yapıştırıcı arasında beklenen kovalent bağ kurulamayacaktır. Lastik içerisinde, çalışılma esnasında yüksek sıcaklıklara ve neme maruz kalacak kord bezi için, kovalent bağ ile oluşan yapışma mekanizması oldukça önemlidir [26].

3.3 RFL Yapışma Mekanizması

3.3.1 Resorsinol ile Formaldehit Reaksiyonu

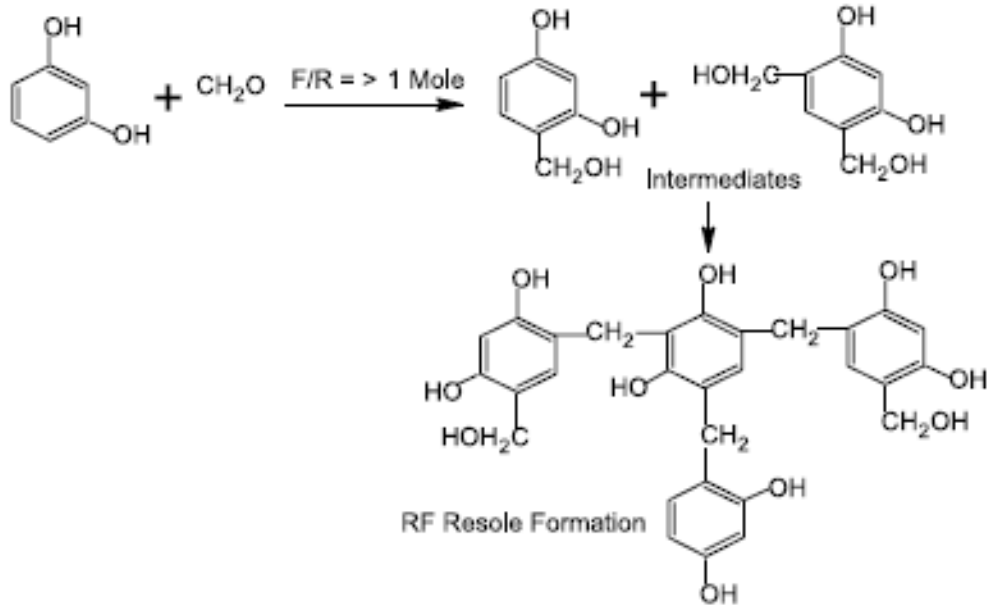
Klasik Resorcinol(R)-Formaldehit(F)-Lateks (L) hazırlanışı, resorcinol ile formaldehitin reaksiyonu ile başlamaktadır. Resorcinolün, benzer moleküllerin önüne geçme nedeni su çözünürlüğü ve ortam koşullarındaki yüksek reaktivitesinin formaldehit ile kolaylıkla reaksiyona girmesini sağlamasıdır [26].

Resorsinol-formaldehit performansını, bu iki monomerin mol oranları ve reaksiyon koşulları belirlemektedir. F/R mol oranı 1 den küçük olduğunda ve asit ya da alkali katalizör kullanıldığında, resorsinol formaldehit ile novolak reçine oluşmaktadır [26]. (Şekil 3.5)



Şekil 3.5 F/R ≤1 olduğunda, Novolak oluşumu

Formaldehit konsantrasyonu arttığında ise, ortam koşullarında ve alkali ortamda, reçine yapısı içerisinde metilol grupları oluşur. (Şekil 3.6) RF çözeltisi içerisinde sodyum hidroksit bulunduğunda ise, mono ve dimer resorcinollerden oluşan resol grubu oluşmaktadır.



Şekil 3.6 F/R >=1 olduğunda, resol oluşumu

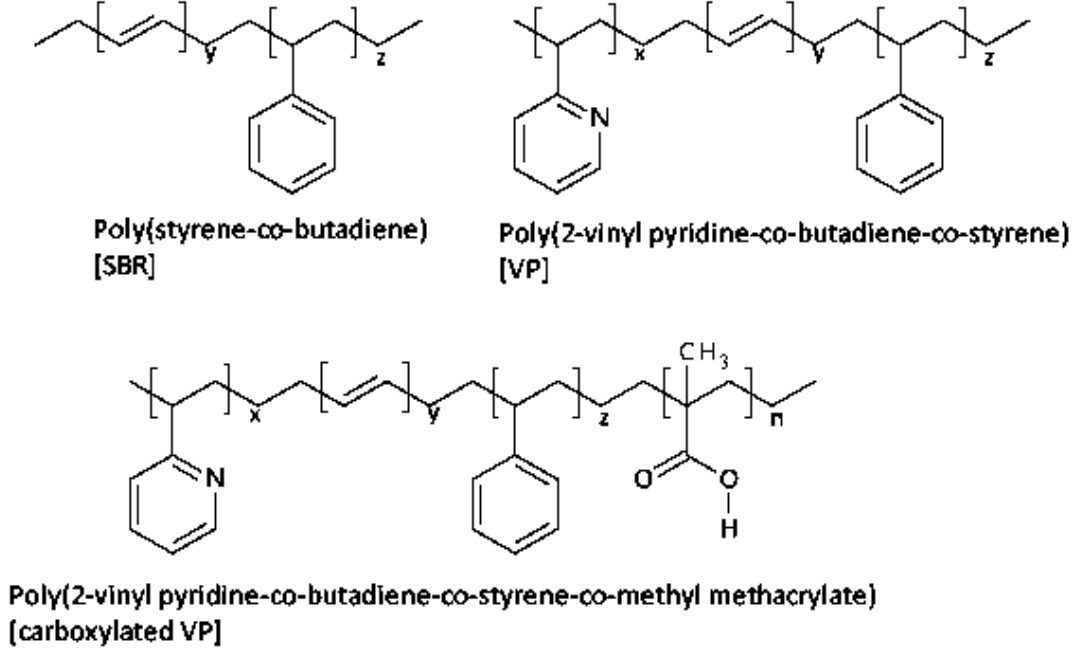
3.3.2 RF ve Lateks ile Kauçuk Karışımlarının Reaksiyonu

RF çözeltisi hazırlandıktan sonra, son olarak, doğal ya da sentetik kauçuk lateksi eklenerek çözelti nihai halini almaktadır. RFL olarak da adlandırılan çözelti, basit olarak “RFL banyo” olarak da adlandırılmaktadır.

Çizelge 3.2 RFL Banyo Formülasyon Örneği

Reçine Çözeltisi	Kuru	Islak	Kuru	Islak
Penacolate R-2200 (% 70)	12.6	18		
Resorcinol (R)			11	11
Yumuşak Su		175		238.2
Sodyum hidroksit (%50)	0.45	12.2	6	16.2
Formaldehit (%37) (F)	4.5	12.2	6	16.2
Toplam	17.55	206.1	17.3	266
Nihai RFL Banyosu	Bekleme Gerekmez		4-6 Saat Arası Bekleme Sonrası	
Vinil Pridin Lateks (%41)	100	244	100	244
Reçine Çözeltisi	17.55	206.1	17.3	266
Yumuşak Su		72.2		60
Amonyum hidroksit (%28)		12		11.3
Toplam	117.55	534.3	117.3	581.3
Nihai Banyo Özellikleri				
Banyo Katı oranı		18-26		
pH		9-10		
F:R mol oranı		1.2-2:1		
Reçine/Lateks oranı		15-20/100		

Kullanılacak lateks tipi bağlanacağı kauçuk grubuna ve ipliğe göre farklılık göstermektedir. Vulkanizasyonun gerçekleşebilmesi için, lateks kauçuk karışımı ile uyumlu olmalıdır. Poli (2-vinil piridin-stiren-butadien) lateks RFL çözeltilerinde sıklıkla kullanılmaktadır. Kullanımı yaygın olan diğer lateksler ise SBR ve doğal latekstir.



Şekil 3.7 Kullanımı yaygın olan poli vinil piridin lateks gösterimleri

Lateks/RF oranı, yüksek yapışma elde edebilmek için önemlidir. Sentetik ipliklerin yapışma mukavemetleri, % 25 reçine ağırlık oranına kadar, yapışma mukavemetini arttırmaktadır. RFL içerisinde reçine miktarının % 25 üzerine çıkması ise diri kord üretimine ve lateksin kauçuk karışımı ile bağ kurmasına yönelmesi ile yapışma mukavemetinin düşmesine neden olacaktır [26].

RFL ile kauçuk karışımları arasındaki etkileşimde bir yol, karışım içerisindeki kükürdün RFL filmine nüfuz etmesidir. Kükürt RFL içerisindeki kauçuk ile etkileşime girecektir ve RFL ile kauçuk matrisi arasında kükürt çapraz bağları oluşacaktır [26].

İkinci bir yol ise, RFL içerisindeki RF reçinesinin kauçuk ile bağ kurmasıdır. RFL oluşumu esnasında RF reçinelerinin yanı sıra metilol oluşumları da beklenmektedir. RFL içerisinde oluşan resorsinolik metilol grupları matris içerisinde bulunan kauçuk ve lateks ile de bağ kurabilmektedir [26].

3.3.3 Tek Aşamalı Kord Kaplama İşlemleri ve Kullanılan Kimyasallar

PE iplikleri, yapıştırıcı ile kaplamada kullanılan tek aşamalı RFL formülasyonu Çizelge 3.3 de verilmiştir [26].

Belirtilen formülasyondaki kimyasal banyoya daldırılmış kord iyileştirme işlemi sonrası vulkanize olmamış kauçuk karışımı içerisinde 160 °C de ve basınç altında vulkanize edilmiştir [26]. Vulkanizasyon kauçuğun veya benzer polimerlerin, kükürt veya diğer eşdeğer kürleyicilerin ilavesiyle elastomer formdan termoset hale dönüştürülmesi için kullanılan kimyasal işlem adıdır. Test sonuçları Çizelge 3.4 de verilmiştir.

Çizelge 3.3 RFL Formülasyonu

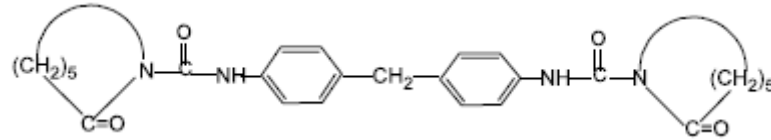
Reçine Çözeltisi	Çözelti miktarları
Fenolik reçine R-2170 (%70 katı)	25.3
Yumuşak Su	269.1
Sodyum hidroksit (%50)	2.8
Formaldehit (%37)	7.8
Toplam	305
Nihai RFL Banyosu	Bekleme gerekmez
Vinil pridin lateks (% 41)	244
Reçine çözeltisi	305
Yumuşak Su	36.9
Kaprolaktam bloke MDI (%50)	20
Toplam	605.9
Reçine Çözeltisi Katı Miktarı (%)	76
Toplam Katı	22
Formaldehit/resorsinol (mol)	1.2
(F+R)/Lateks	22/100
Poliester terbiye koşulları	Sıcaklık (°C)
Kurutma fırını	110
Pişirme fırını	225

Çizelge 3.4 RFL ile kaplanmış kord yapışma değerleri

Poliester Yapışma (ASTM D 4776)	Newton, (% kauçuk kaplanmış yüzey görünümü)
Yüzey Kaplanmamış PE (1100 dtex, 2 kat kord)	
Yaşlanmamış	28.5 (5)
8 saat, 120 °C, su buharında yaşlanmış kord	19.6 (5)
7 gün, 85 °C/% 95 RH oranında nemde yaşlandırılmış kord	16.6 (5)
RFL ile kaplanmış kord (1100 dtex, 2 kat kord)	
Yaşlanmamış	121.1 (70)
8 saat, 120 °C, su buharında yaşlanmış kord	77.9 (20)
7 gün, 85 °C/% 95 RH oranında nemde yaşlandırılmış kord	73.5 (20)

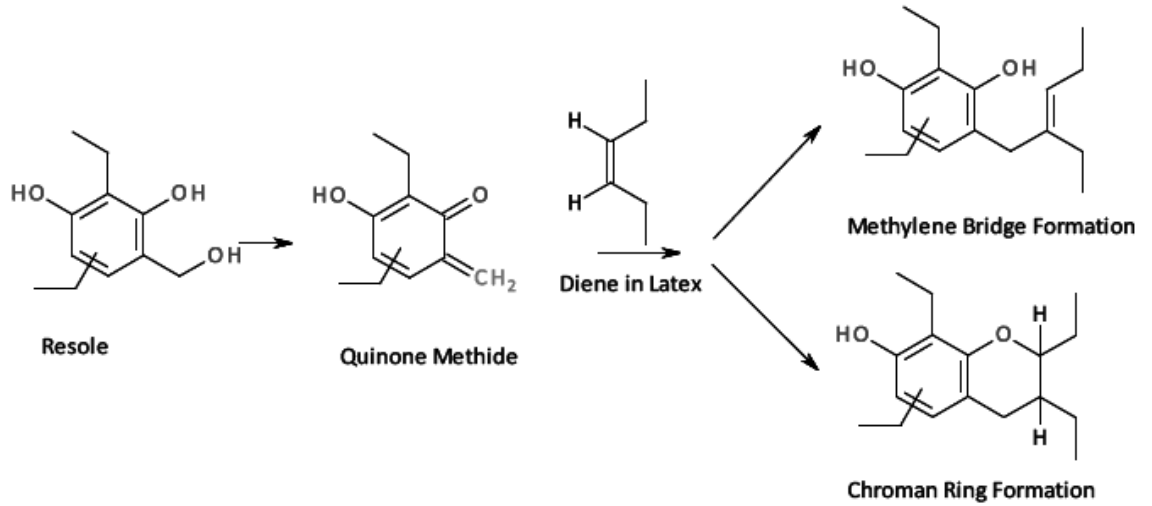
Çizelge 3.4 deki test sonuçlarından da anlaşılacağı üzere RFL ile kaplanan PE kordlar, işlenmemiş kordlara göre daha yüksek bağlanma değeri vermektedir. Ancak nem ve buhar ortamında yaşlandırma sonrası yapışma mukavemeti belirgin olarak düşmektedir. Bu sonuçlar, iplik ile yapıştırıcı kimyasal arasındaki bağın yeterince güçlü olmadığını, kimyasal bağlanmanın gerçekleşmemiş olabileceğini göstermektedir [26].

PE yüzey aktivitesini arttırmak amacıyla kaprolaktam bloke izosiyonatlar sıklıkla kullanılmaktadır. Kimyasal yapısı Şekil 3.8 de verilmiştir.



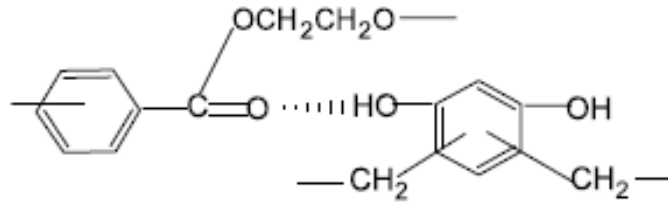
Şekil 3.8 Kaprolaktam ile bloke olmuş MDI

Kaprolaktam bloke izosiyonatlar 158-162 °C aralığında açılarak difenilmetan diizosiyonat (MDI) oluşturmaktadır. Bu nedenle, normal RFL hazırlama ve kurutma sürecinde bloke izosiyonat ile RF metiloller arasında kimyasal etkileşim ve reaksiyon gerçekleşmemiş olabilir. 110 °C deki kurutma sıcaklığında resorcinolik metilol grupları aktif oldukları için, resorcinol içerisindeki aktif gruplar ile reaksiyona girerek metilen köprü yapısını oluşturmuş olabilirler. Aynı zamanda, lateksi oluşturan kauçuk içerisindeki C=C çift bağlarına bağlanarak “quinone methide” geçişiyle “kroman halka” oluşturabilirler [26].



Şekil 3.9 RF reçine ile lateks arasında gerçekleşen reaksiyon

Bu reaksiyonlar neticesinde, poliester yüzeyinde çapraz bağlanmış RF novalak reçine yapısı görülebilir. Bu durum, poliester ile resorsinolik hidroksi grupları arasında zayıf hidrojen bağlarının oluşmasına neden olabilir. (Şekil 3.10)



Şekil 3.10 PE ile RF reçinesi arasındaki hidrojen bağı oluşumu

Mevcut koşullar altında, iplik yüzeyi ile resorsinolik hidroksi grupları arasında gerçekleşecek karboksilik asit kimyasal reaksiyonları güçlükle gerçekleşecektir [26].

RFL ile kaplanmış kordun kurutulmasının ardından sıcaklık 225 °C ye çıkarılmıştır. Bu sıcaklıkta, bloke halde bulunan izosiyonatlar açılacak ve MDI olarak adlandırılan diizosiyonatlar tekrar oluşacaktır. MDI, reaktivitesi yüksek bir kimyasal olması nedeniyle dekompozisyona ve yapışma direncinin düşmesine neden olacak bir dizi reaksiyonun gerçekleşmesine neden olabilecektir [26].

Tek aşamalı RFL kimyasal banyosunda MDI kullanımı ile poliester yüzeyi ile yapıştırıcı kimyasalın fonksiyonel grupları arasında kimyasal reaksiyon gerçekleşme olasılığı düşüktür. Buhar ve nem maruziyeti sonrası poliester yapışma direncinin düşmesinin gerekçesi, zayıf kimyasal bağ kurma olasılığı olarak öne çıkmaktadır.

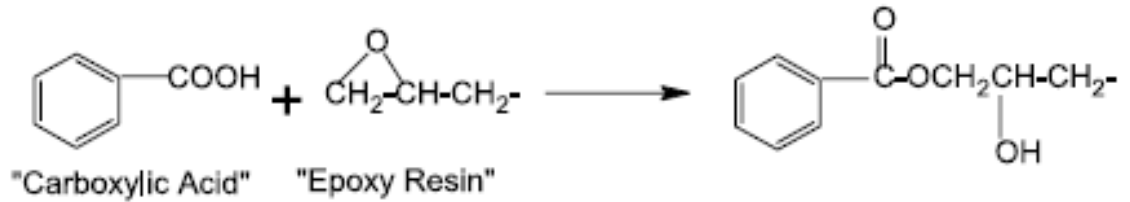
Sonuçlar, açık olarak göstermektedir ki, tek aşamalı kimyasal kaplama terbiye işlemi ile istenen kimyasal bağlanma elde edilememektedir [26].

3.3.4 İki Aşamalı Kord Kaplama İşlemleri ve Kullanılan Kimyasallar

Poliesterin, yüzeyinin aktifleşmesinin standard RFL ile istenen yapışma mukavemetini verememektedir. Genel kanı, PE malzemelerin iki ya da daha fazla banyoya daldırılarak terbiye işlemine maruz bırakılması şeklindedir. Kord bezi, önce yüzeyi aktiflenmek üzere ilk kimyasal banyoya daldırılır. Birinci kimyasal banyo epoksi, diglisidil (diglycidyl) eterli gliserol, veya blokeizosiyonat içermektedir. Daldırma sonrası terbiye fırınlarına giren kord gerilme kuvveti ve sıcaklığa maruz kaldıktan sonra, standard RFL formülasyonu içeren ikinci banyo kimyasalına daldırılmaktadır. Ardından son halini almak üzere terbiye fırınlarına girerek kürlenir [25].

3.3.4.1 Birinci Kimyasal Banyoda Epoksi Reçine Kullanımı

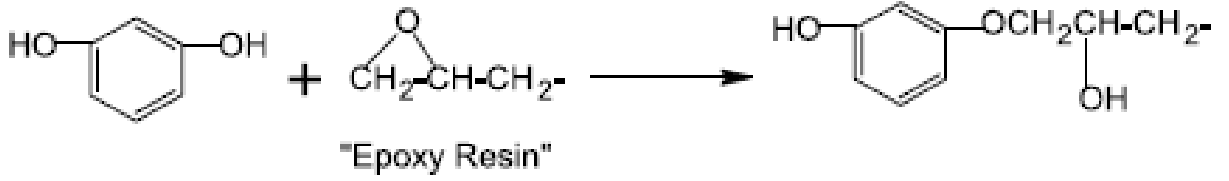
Epoksi reçine içerisindeki epoksi grupları aromatik karboksilik asitler ile reaksiyona girdiği bilinmektedir. (Şekil 3.11)



Şekil 3.11 Karboksilik asit ve epoksi reçine reaksiyonu

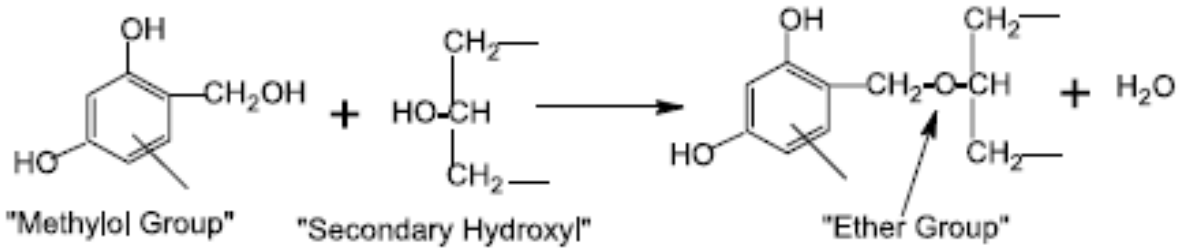
Bu nedenle, suda çözünür ya da dağılılabılır alifatik ve aromatik poliepoksi karışımlar, poliesterin RFL ile reaksiyona girmek üzere iplik yüzeyini aktive etmesi için, birinci banyo kimyasalında kullanılmaktadır. Poliester zincirlerinin sonundaki hidroksi grupları çoğunlukla epoksi grupları ile reaksiyona girmemektedir [26].

Terbiye işlemi sonrası poliester yüzeyinde reaksiyona girmemiş epoksi grupları bulunabilir. RFL ile ikinci kaplama işlemi yapıldığında, reaksiyona girmemiş epoksi grupları resorsinolik hidroksi grupları ile Şekil 3.12 deki reaksiyonu gerçekleştirmektedir.



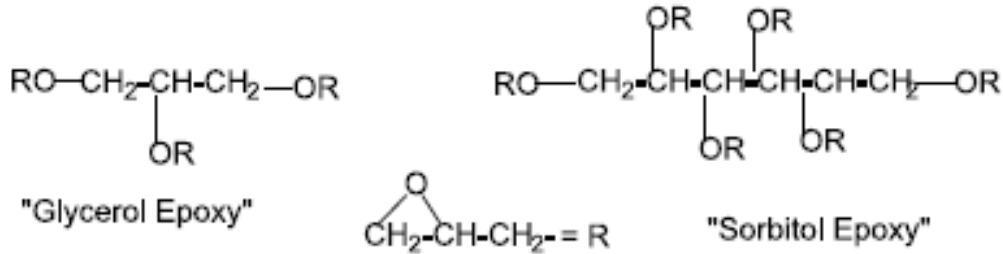
Şekil 3.12 Epoksi ile resorsinolik hidroksi reaksiyonu

Yukarıdaki reaksiyona ilave olarak resorsinolik metilol grupları, birinci kaplama kimyasalı içerisinde bulunan birincil ve ikincil alifatik hidroksil grupları ile Şekil 3.13 daki reaksiyonu gerçekleştirmektedirler.



Şekil 3.13 Metilol grubu ile ikincil hidroksil grubun reaksiyonu

Yukarıda ifade edilen reaksiyonların gerçekleşmesi, poliester ile yapıştırıcı yüzey arasındaki yapışma mukavemetini güçlendirmektedir. Gliserol epoksi ve sorbitol epoksi, poliester aktivasyonunda kullanılan epoksi çeşitlerinden bazılarıdır [26].

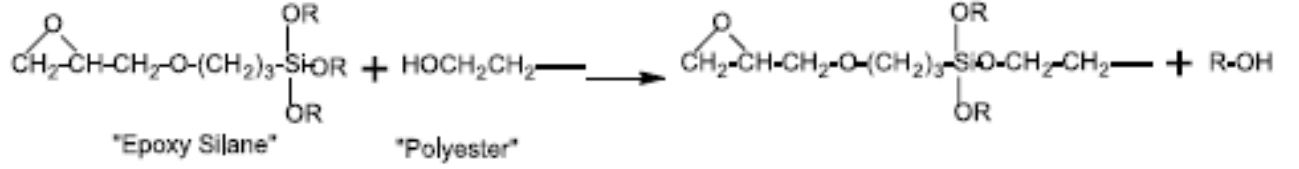


Şekil 3.14 Kullanılan epoksileri kimyasal yapısı

3.3.4.2 Silan ve Alifatik Epoksi Reçinelerin Birinci Kimyasal Banyoda Kullanımı

Alifatik epoksilerin birinci kimyasal banyo olarak kullanımının yerine, yaygınlaşmış bir uygulama olan finish işlemi kullanılabilir. Bu işlemde gliserol ya da sorbitol gibi bir epoksi, silan ile karıştırılarak, iplik üretim safhasında, çekme işlemi öncesi poliester yüzeyine uygulanmaktadır.

Silan karışımlarının da alifatik hidroksi grupları içeren değişik fonksiyonel gruplar ile reaksiyona girdiği ve yüzeyin ıslanmasını sağladığı bilinmektedir. Bu nedenle, epoksi silanlar yüzey aktifleme işleminde kullanılarak poliester yüzeyini ıslatması ve iplik lifleri arasına nüfuz ederek hidroksi grupları ile reaksiyona girmesi üzerine kullanılmaktadır [26].



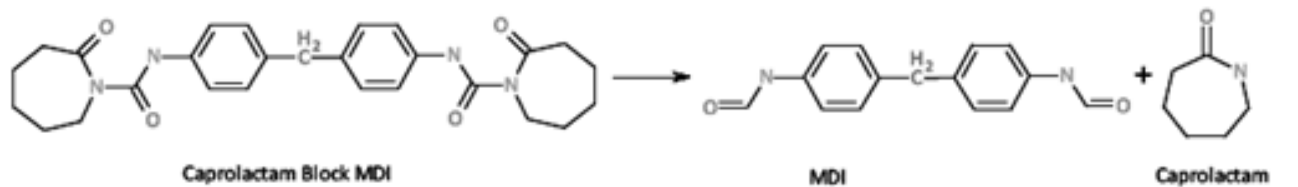
Şekil 3.15 Epoksi silanlar ile poliester reaksiyonu

Epoksi silan kaplama ile üretilen poliesterler RFL ile reaksiyona girmeye hazır haldedir. Bu şekilde üretilen poliester ipliklere “yüzey aktiflenmiş”, (adhesive activated, AA) adı verilmektedir [26]. Bu tez kapsamında yapılan denemelerin tamamında yüzeyi aktiflenmemiş poliester kordu (NAA) kullanılmıştır.

3.3.4.3 İzosiyonatların Birinci Kimyasal Banyoda Kullanımı

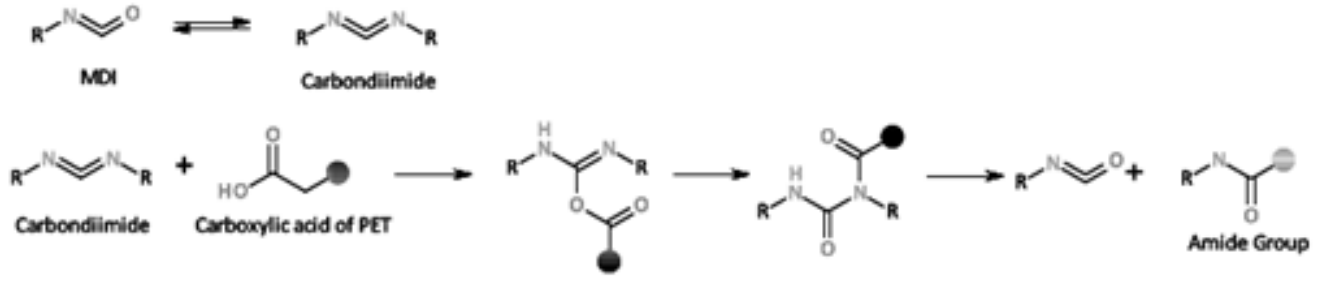
Aromatik izosiyonatlar, poliester terbiye işleminde RFL yükleme öncesi, birinci banyo kaplama aşamasında tek başlarına kullanılabilirler [26].

Poliester RFL banyolarında kaprolaktam bloke izosiyonatlar (BNCO) sıklıkla kullanılmaktadır. İyileştirme işlemi esnasında çıkılan yüksek sıcaklıklarda, bloke izosiyonatlar, difenilmetan diizosiyonat (MDI) oluşturmaktadır. (Şekil 3.16) Reaktivitesi yüksek olan MDI kabonimide, poliester kordu ile RFL arasında güçlü kovalent bağ kurmak üzere, 3 farklı şekilde reaksiyon yolu izlemektedir.



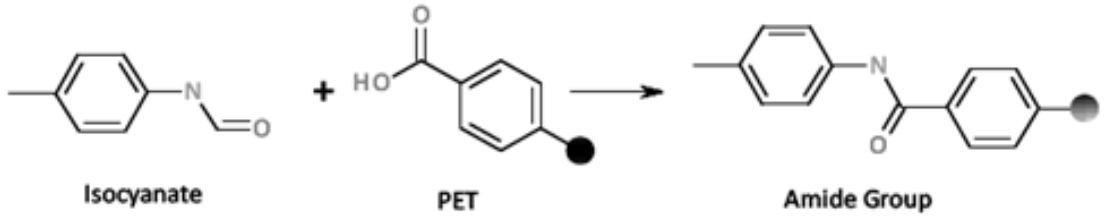
Şekil 3.16 Kaprolaktam bloke MDI'nin bloklarına ayrılması

İzosiyonat, poliester yüzeyindeki karboksilik asit ve alifatik hidroksi grupları ile reaksiyona girmektedir. (Şekil 3.17)



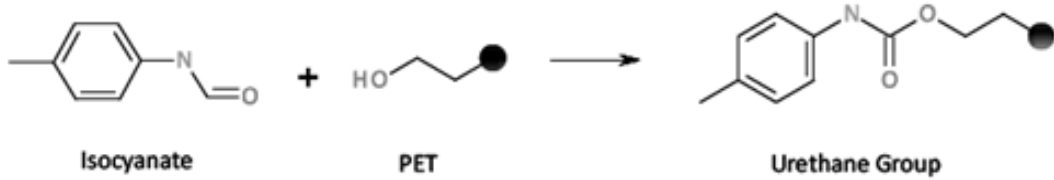
Şekil 3.17 Carbonimid ile amid oluşumu

Aromatik izosiyonat poliester yüzeyindeki karboksilik asit ile reaksiyona girerek amid grubu oluşturabilir. (Şekil 3.18)



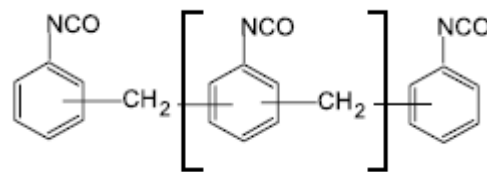
Şekil 3.18 Aromatik İzosiyonat ile amide oluşumu

Aromatik izosiyonat poliester yüzeyindeki alifatik alkol ile reaksiyona girerek üretan bağı kurabilir. (Şekil 3.19)



Şekil 3.19 Aromatik izosiyonatların üretan grubu oluşturması

İki aşamalı terbiye işleminin ilk aşamasında poliester, tri-klorometanda çözülmüş polimetilen izosiyonat (PAPI) içerisine daldırılır ve $177\text{ }^{\circ}\text{C}$ de kurutulur.



Şekil 3.20 Polimetilen izosiyonat (PAPI)

Kurutulmuş kordlar bloke PAPI (BNCO) ihtiva eden RFL banyosuna daldırılır ve 218 °C de 2 dakika, 30 saniye kurutulur. Ardından, doğal kauçuk hamuru ile birlikte vulkanize edilen kordların şerit yapışma ve yorulma dayanımları ölçümlenmiştir.

Çizelge 3.5 İzosiyonat ile kaplanmış poliester kord yapışma performansı

Deneme	Birinci Banyo Sonrası Kord Üzerindeki Kimyasal Oranı (%)	İkinci Banyo Formülasyonu	Şerit Yapışma Dayanımı	Yorulma Dayanımı	Poliester Karboksil İçeriği, equiv/106 g
1	4,8	RFL Control	100	100	
2	4,8	RFL/BNCO	102	112	
3	0,4	RFL	131	125	
4	0,4	RFL/BNCO	111	201	
5	0,25	RFL/BNCO	101	228	
6	0,12	RFL/BNCO	101	268	
7	0,4	RFL/BNCO	110	110	35
8	0,4	RFL/BNCO	100	100	18
9	0,4	RFL/BNCO	99	149	5

Çizelge 3.5 de görüldüğü üzere, poliester kord terbiye işleminde, RFL banyosuna BNCO eklendiği takdirde yorulma direnci artmaktadır [26].

Aynı zamanda karboksil gruplarının şerit yapışma ve yorulma dayanımına etkisi Çizelge 3.5 ile gösterilen çalışmada incelenmiştir. Bu çalışma, karboksil grup azaldığı takdirde bağ yapacak aktif grupların azalması ile şerit yapışmanın da azalacağı teorisine işaret etmektedir [26].

Beklenmeyen sonuçların açıklanabilmesi için izosiyonat kimyasının anlaşılması gereklidir. Aromatik izosiyonatlar yüksek sıcaklıklarda dimerleri (uretdiones), trimerleri (izosiyonuratlar) ve carbonimide yapısını üretmektedir. İzosiyonuratlar yüksek sıcaklıklarda üretildikleri için, tekrar izosiyonat gruplarına dekompoze olabilmektedir. İzosiyonat monomerlerinden trimerlerin oluşumu, kırılmalığa neden olabilen yüksek oranda çapraz bağlanmış network yapısını oluşturabilmektedir. Trimer oluşumu izosiyonat konsantrasyonu ile bağdaştırılabilir. Diğer taraftan, yüksek sıcaklıklarda oluşan karbonimidler poliester fonksiyonel grupları ile reaksiyona girerek kovalent bağ oluşturabilirler [26].

İzosiyonat reaksiyonları üzerine yapılan tüm yorumlar bu çalışmanın çıktıları üzerine yorumlanmıştır [26].

Birinci kimyasal banyoda görece daha fazla kimyasal katı yüklenmiş kordlar, elyaf yüzeyinde yüksek oranda çapraz bağlanmış trimer networkü oluşturduğu için daha düşük şerit yapışma dayanımı vermiş olabilir. İzosiyonat yüklemesi düşük olduğunda, karbonimid oluşturan reaksiyonlar meydana gelmiş olabilir. Bu da, karboksilik asit ile reaksiyon gerçekleştirdiği için kalıcı amid bağı üretmiş olabilir. Yüksek yorulma dayanımı bu şekilde açıklanabilir [26].

Bu çalışmadan çıkan veriler, poliesterin yapışmasını iyileştiren reaksiyonların, daha kararlı ve esnek kimyasal reaksiyonları oluşturan izosiyonat ile poliester zincir sonu fonksiyonel grupları arasında gerçekleştiğini göstermektedir [26].

DENEYSEL TASARIM (DT)

4.1 Deneysel Tasarım İlkeleri

Deney tasarımı sırasında kullanılan 3 önemli ilke vardır. Bunlar Tesadüfleme, Tekrarlama ve Bloklama ilkeleridir [1].

4.1.1 Tesadüfleme

Tesadüfilik; çevresel gelişmelerin belli bir kurala ve düzene bağlı olmadan tesadüfi olarak oluşmasıdır. Deney tasarımı tesadüfleme kavramını getiren ve tesadüflemenin deney tasarımı için ne kadar önemli olduğunu anlatan kişi aynı zamanda deney tasarımının kurucusu olarak da kabul edebilen Ronald A. Fischer olmuştur. DT için tesadüflemenin en önemli yolu bağımsız değişken seviyelerinin her bir deney için tesadüfi olarak atanmasıdır. Deneyleerin çok sayıda bağımsız değişken düzeylerine atanması durumunda, atanma sırası tesadüfi olarak seçilmelidir [1].

Tesadüfleme aynı zamanda deneysel verilerin toplanması sırasında da uygulanmalıdır. Tesadüfleme, deney sonuçlarını analiz etmede kullanılacak istatistiksel yöntemler için gereklidir ve önyargının giderilmesine yardımcı olur. Bunlardan da anlaşılacağı gibi tesadüfleme deney tasarımında istatistiğin kullanılması için gerekli temellerden birisidir [1].

4.1.2 Tekrarlama

Deneyleerin birden fazla kere yapılması demektir. Tekrarlama deney hatasının ölçümünü sağlamak için gereklidir. Hata, tesadüfler ve değişkenliğe katkıda bulunan diğer değişkenler nedeniyle ortaya çıkmaktadır. Bu değişkenler denemeye dahil edilmeyen kontrol edilemeyen bağımsız değişkenlerdir. İki veya daha fazla deney parçası aynı teste tabi tutulduğu zaman o deney tekrarlanmıştır. Tekrarlama hata sonuçlarında olası

dış etmenlerin etkisinin fark edilmesi için gereklidir. Tekrarlama olmadan yapılan deneyler için her şeyden önce değişkenliğin belirlenmesi söz konusu olamaz [1].

Tekrarlamanın iki önemli özelliğinden birincisi, araştırmacıya deneysel hataların giderilmesi fırsatını vermesidir. İkincisi ise, eğer örnek kümenin ortalaması, deneydeki herhangi bir bağımsız değişken etkisini tahmin için kullanılıyorsa, gözlemciye daha kesin sonuçlar sunmasıdır. Belirli bir anlamlılık düzeyinde gerçekleştirilen istatistiksel anlamlılık testinin kesinliği arttırılmak isteniyorsa deneydeki tekrarlama sayısının arttırılması gerekir. Bir deneysel araştırmanın uygun kesinlik derecesine sahip olması önemlidir. İki deney arasındaki farkın istatistiksel olarak anlamlı olmasını sağlayan tekrarlama sayısından fazlasını gerçekleştirmek maliyeti arttıracığından gereksizdir. Diğer taraftan istatistiksel olarak anlamlılık derecesini sağlamayacak kadar deney yapmak da yanlıştır. Bu yüzden en uygun tekrarlama sayısını bulmak şarttır [1].

4.1.3 Bloklama

Bloklama bir deneyin hassasiyetini arttırmak için kullanılan bir teknik olup deney alanın bölümlere ayrılması demektir. Her bir bölüm homojen olarak veya farklı etkileri test edebilmek için belirli farklı özelliklerine göre bölünmüş olabilir (1).

Bloklamada temel düşünce, benzer deneysel birimlerin gruplara bölünmesidir. Bu şekilde yapılmış olan deneylerin sonuçlarındaki değişkenlik, her bir blok içindeki bağımsız değişken ve düzeylerinin etkilerinin farklılığını ortaya koymaktadır. Çünkü kontrol edilemeyen diğer faktörlerin etkisi minimize edilmiştir. Bağımsız değişken ve düzeyleri her bloktaki birimlere tesadüfi olarak tanır. Bloklar arasındaki değişkenlik deneysel hatadan arındırılarak deneyin hassasiyeti arttırılır. Bloklar aynı birimleri içerdiğinden, aynı koşullar altındaki değişkenler ve seviyelerinin karşılaştırılmasını sağlar [1].

4.2 Deney Tasarımı Uygulama Aşamaları

Birçok araştırma alanında uygulanan denemeler, genellikle belirli bir işlem ya da sistem hakkında herhangi bir şeyi keşfetmek amacıyla düzenlenirler. Bir denemeyi, işlem ya da sistemdeki girdi değişkenleri için içerisinde amaçlı değişikliklerin yapıldığı test ya da testler serisi olarak tanımlayabiliriz. Mühendislik, fizik, kimya tıp ve ziraat bilimleri gibi birçok alanda denemelerden yararlanır. Örneğin mühendislikte denemeler yeni

ürün tasarımında, imalat işleminin gelişiminde ve işlem ilerlemesinde önemli rol oynar [2].

4.2.1 Problemin belirlenmesi

Problemin tanımlanması kolay bir nokta gibi görünse de tasarımın en önemli adımlarından birisidir. Yapılacak her işte olduğu gibi, deney tasarımından da en iyi sonucu alabilmek için yapılacak deneylere konu olan sorunun tam olarak bilinmesi şarttır. İlk bakışta konu ile ilgili bir çok problem olabilir ancak bunların içinden temel sorunu bulmak gerekir. Bunun için beyin fırtınası, balık kılçığı, pareto analizi vb. gibi kalite araçlarından faydalanılabilir [1].

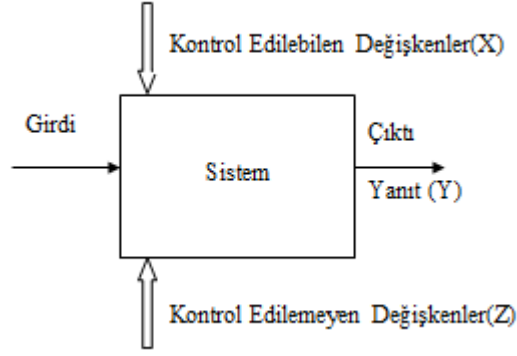
Deneyin amacı ile ilgili tüm fikirler problemin belirlenmesi aşamasında ortaya konulmalıdır. Konu ile ilgili birimlerden (üretim planlama, pazarlama, kalite güvence) gerekli verilerin toplanması gerekir [1].

4.2.2 Bağımsız Değişken ve Düzeylerin Belirlenmesi

Denemelerin, sistem ya da süreçlerin performanslarını arttırmak amacıyla kullanıldığı ifade edilmiştir. Süreç ya da sistemi Şekil 4.1'deki gibi gösterebiliriz. Genellikle sürecin bazı girdileri bir ya da birden çok gözlemlenebilir yanıtı olan çıktılara çeviren makinelerin, yöntemlerin ve insanlar ile diğer kaynakların kombinasyonu olarak göz önüne alabiliriz [2].

DeneySEL tasarım dilinde herhangi bir değişken birleşiminin test edildiği tek aşamalı deneye “deneme” denmektedir [15]. Deneyin girdileri “bağımsız değişkenler”, çıktıları ise “yanıt” olarak adlandırılmaktadır. Tipik bir deney tasarımı, bağımsız değişkenlerden belirli-özel noktalardaki setlerinden oluşturulan, deneme kombinasyonlarında meydana gelmektedir. Özel noktalarda oluşturulan denemelere deneySEL tasarım, her bir bağımsız tasarımın muhtemel bağımsız değişken değerine “düzey” denmektedir [27].

Deney tasarımcısı, problemi belirledikten sonra ilk olarak oluşturacağı tasarımın sonucunu belirleyen, süreci etkileyen bağımsız değişkenleri ve bu bağımsız değişkenlerin düzeylerini belirlemelidir. Tasarımcı belirlediği bağımsız değişkenler ve bu bağımsız değişkenlerin düzeylerini tespit ederken daha önce bu konuda yapılan çalışmalar ile bu konudaki kendi bilgisini göz önünde tutmalıdır. Düzeyler sonuç üzerindeki etkisine göre ve uygun aralıklarla seçilmelidir [1].



Şekil 4.1 Genel sistem modeli

4.2.3 Çıktı Y Tepkisinin Seçimi

Yanıt (y) değişkeninin seçimi sırasında deney tasarımcısı çıktı olarak seçtiği değişkeni, deneyin amacı hakkında kesin bilgiler verdiğiine emin olması gerekir. Yanıtın nasıl ölçüleceği ve bu ölçümlerin kesinlik derecelerinin güvenilirliği konusunda dikkatli olunmalıdır. Yanıt olarak genellikle ölçülen karakteristiğin ortalaması veya standard sapması seçilir [1].

4.2.4 Deney Tasarımının Seçimi

Tasarımın seçimi araştırılan bilginin özelliğine bağlı olarak değişebilmektedir [28]. Tekrar sayısının göz önünde bulundurulması, deneysel denemeler için uygun işlemler sırasının seçimi ve bloklama ya da diğer tesadüf sınırlandırmalarının içerilip içerilmeyeceğine karar verilmesi gerekmektedir [2].

4.2.5 Deneilerin Yapılması ve Verilerin Analiz Edilmesi

Verilerin toplanarak analiz edildiği son aşamadır. Bu aşamada yapılacak deney hataları deney geçerliliğinin bozulmasına sebep olur. Yapılan deneylerden elde edilen veriler çeşitli istatistiksel metodlarla bu aşamada analiz edilir. En çok kullanılan analiz yöntemleri grafiksel yöntem ve varyant analizi yöntemleridir [1].

4.3 Deney Tasarımı Türleri

Farklı kaynaklarda farklı deneysel tasarım türlerine rastlanmak mümkündür. Zivorad R. Lazic yazdığı “Design of Experiments in Chemical Engineering” kitabında Başlangıç Değişkenlerin Önceliklendirilmesi (Preliminary Ranking of Factors), Aktif Görüntüleme Deneileri-Tesadüf parselleri metodu (Active Screening Experiment-

Method of Random Balance), Aktif Görüntüleme Deneyleri – Plackett Burman Tasarımı (Active Screening Experiment Plackett-Burman Designs) , Tamamen Tesadüfi Blok Tasarımı (Completely Randomized Block Design), Latin Kareleri (Latin Squares), Greco Latin Kareleri (Graeco-Latin Square) ve Yaudens Kareleri (Youdens Squares) olarak sınıflandırmıştır. (29) Bir başka kaynakta, Angela M. Dean ve Daniel Voss tarafından dörde ayrılarak, tesadüfi tasarımlar, blok tasarımlar, iki veya daha fazla bloklanmış tasarımlar ve bölünmüş parsel tasarımları olarak sınıflandırılmıştır (30). Örnekleri çoğaltmak mümkündür. Bu tez kapsamında Düzgünes O., Kesici T., Kavuncu O. ve Gürbüz F. tarafından yazılmış olan Araştırma ve Deneme Metodları kaynağı referans alınarak sınıflandırma açıklanmıştır.

İlgili kaynakta deney tasarımı türleri beş başlık altında incelenmiştir; tesadüfi parseller deney tasarımı, tesadüfi bloklar deney tasarımı, Latin karesi deney tasarımı, tam etkensel deney tasarımı ve kesirli etkensel deney tasarımı [31].

4.3.1 One-way Etkensel Tasarım (Tek Değişkenli Deneyler)

Deneyisel tasarımın en basit yöntemlerinde birisi one-way etkensel tasarımıdır. 1 bağımsız değişkenin bir düzeyi olduğu durumlarda kullanılmaktadır. Her bir düzey için deney tekrarlanmaktadır ve her bir düzey için tekrarlar aynı düzeyde olmak zorunda değildir [32].

Varyans analizi (The analysis of variance - ANOVA) one-way etkensel tasarım ile açıklanmıştır. Karakteristik fonksiyon dağılımı, karelerin toplamı ile açıklanmaktadır ve variance-değişken olarak tanımlanır. Kareler toplamı her bir “kaynak” için kareler toplamına ayrıştırılır ve önemli kaynaklar belirlenir. “Kaynak” değişkenliğinin kaynağı anlamına gelmektedir ve değişkenlik karakteristik fonksiyonun kareler toplamıdır. Örneğin etkenler, hata veya etkileşim, kaynak olabilir. ANOVA 3 veya daha fazla ana kütlenin ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı fark olup olmadığına karar verme yöntemidir [32].

4.3.2 Two-way Etkensel Tasarım

Two-way etkensel tasarım bağımsız değişkenlerin 2 olduğu durumlarda kullanılmaktadır. Tekrarlı ya da tekrarsız olmak üzere iki model kullanılmaktadır. Tekrarlı modellerde deney adedinin yükselmesinden dolayı maliyet de artmaktadır.

Ancak, tekrarsız two-way etkensel tasarım ile etkileşim ölçülemezken tekrarlı two-way etkensel tasarım ile ölçülebilmektedir [32].

4.3.3 Tesadüf Parselleri Deney Tasarımı

Deneylerin görselleştirilmesi 7 ve üzeri bağımsız değişken ile çalışıldığı durumlarda, tüm bağımsız değişkenlerin aynı etkiyi yaratmadığını görme açısından zorunluluk haline gelmektedir. Aynı zamanda modelin oluşturulmasını da kolaylaştırmaktadır. Varyans analizi bu amaç için kullanılabilir. Ancak çok sayıda deney gerektirdiği için tercih edilmemektedir [29].

Tesadüfi parseller metodu, gürültü faktörü üzerinde veya tesadüfi değişken varyansı üzerindeki belirgin tasarım noktaları seçerek metodu kolaylaştırmaktadır. Değişkenlerin etki alanında yarattıkları değişime göre seçimleri gerçekleştirilmektedir. İlk aşamada tasarım deneyleri matrisi belirlenir, deneyler gerçekleştirirler ve sonuçlara bağlı olarak tarama (scatter) grafikleri çizilir. İkinci aşamada ise belirgin bağımsız değişkenler grafikten çekilir ve doğruluğu varyans analizi hesaplamaları ile teyit edilir [29].

Deney birimlerine bağımsız değişkenler tamamen tesadüfi olarak dağıtılır. Bu tür deney tasarımlarının uygulanabilmesi için deney materyalinin tamamen homojen olması gerekir. Örneğin hayvanlarla deneme yapılıyorsa aynı ırk, aynı yaş, aynı cinsiyet olan hayvanlar ele alınmalıdır. Diğer bir ifade ile deneme materyalinin bu gibi özellikleri belli bir grupta diğerlerine göre üstün veya düşük bir etki meydana getirmemelidir [1].

Tesadüf parselleri deney tasarımında, belirlenen bağımsız değişkenlerin deneylere atanması sırasında tesadüfilik önemlidir. Bu yüzden yapılacak deneylerin sırası, hangi tasarımın hangi denek üzerinde uygulanacağı gibi durumlar rassal sayılar yardımıyla belirlenebilir. Bu sayede yapılacak deney sayısının düşük olması sağlanır. Örnek olarak; tamamen aynı özelliklere sahip olduğu kabul edilen bir tarla üzerinde tohumların verimliliği üzerine yapılacak bir çalışmada, seçilecek en uygun deney tasarımı çeşidi, tesadüf parselleri deney tasarımıdır.

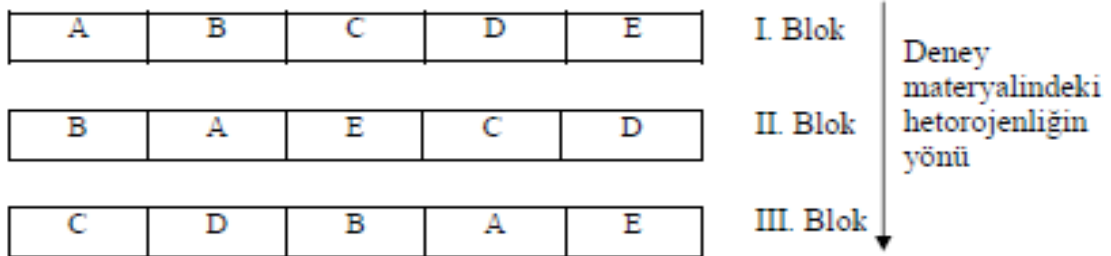
Tesadüf parselleri deney tasarımında, elde edilen veriler, varyans analizi kullanılarak kolaylıkla analiz edilebilmektedir [1].

4.3.4 Tesadüf Blokları Deney Tasarımı

Bu deney tasarımı yöntemi, deney materyallerinin hepsinin homojen olmadığı durumlarda kullanılır (1). Çok sayıda tasarım noktasının belirlendiği deneylerde aynı koşulları yakalamak problem haline gelmektedir (29). Üzerinde deney tasarımı uygulanacak olan materyal aynı büyüklük ve şekilde bloklara ayrılır veya mümkün olduğunca homojen özelliklerine göre gruplandırılır (1), (29), (31). Tek değişkenin ya da tek değişken olacak şekilde tasarlanabilecek deneylerde kullanılmaktadır (29). Bu blokların veya grupların sayısı yapılacak tekrarlar sayısı kadardır. Bu bloklar veya gruplar, etkisi araştırılacak değişken sayısı kadar parsellere ayrılır. Eğer t değişken sayısı ve r tekrarlar sayısı var ise toplam “r.t” kadar parsel olacaktır.

Bu deney tasarımı yöntemi heterojen deney materyalleri üzerinde homojen bloklar oluşturarak, deney materyallerinin bloklar içerisinde homojen kalmasını sağlar. Oluşturulan blokların homojen olduğu kabul edilir [1].

Örnek olarak, etkisi araştırılan A,B,C,D,E gibi 5 değişken olsun, 3 tekrarlı bir tesadüf blokları deney tasarımı kurmak için, Şekil 4.2 deki gibi 5'er parsel bölünmüş 3 blok oluşturulur ve her blok içindeki parsellere bu 5 değişken, tesadüfi olarak atanır.



Şekil 4.2 Tesadüf blokları deney tasarımı

4.3.5 Latin Karesi Deney Tasarımı

Homojen dağılım göstermeyen araştırma konularında, değişkenlerin deney materyali üzerindeki etkisinin bu farklılıkların etkilerinden arındırılması için Latin karesi deney tasarımları uygulanır. Araştırılan değişkenin etkisini daha kesin tespit etmeyi kolaylaştırarak, deneylerdeki heterojenliği azaltmaktadır [1], [29]. Bu iki farklı özelliği sıra ve sütunlara dağıtarak her bir özellik için diğer özellikten kaynaklanan değişkenliği kontrol altına almak mümkün olacaktır. Böylece hata olasılığı azalır ve buna bağlı olarak hata karesi ortalaması azalacaktır. Bu da bağımsız değişkenlerin etkilerinin daha hassas olarak değerlendirilmesini sağlayacaktır [1].

Latin karesi deney tasarımı sıra ve sütun sayısı, etkisi araştırılacak değişken sayısına ve birbirlerine eşittir. Buna göre Latin karesi deney tasarımı değişken sayısının karesi kadar deney yapılacaktır. Deney tasarımının ismindeki kare ifadesi buradan gelmektedir. Latin karesi deney tasarımı genellikle değişken sayısının 5 ila 12 arasında olduğu deney tasarımları için tercih edilir. 4x4 veya daha küçük Latin karesi deney tasarımlarında hata serbestlik derecesi küçük olduğundan, 12x12 ve daha büyük Latin karesi deney tasarımları için ise deney sayısının çok olması nedeniyle tavsiye edilmez [31].

Diğer deney tasarımlarında olduğu gibi burada da sıra ve sütunlara atanacak değişkenler tesadüfi olarak seçilmelidir. Ancak bu yapılırken her bir sıra ve sütunda değişkenlerin yalnız birer kez olması gerekmektedir. Bu yüzden bloklar içinde tesadüfileştirme uygulanır [1], [29].

Örnek olarak; 4 çeşit araba lastiğinin ömrünü/aşınma direncini analiz edildiği bir deney tasarımı ele alınabilir. 4ü aynı tipte olan 16 adet lastik değerlendirmek gerekecektir. Araştırmalar 4 araba ile yapılacaktır. Burada değişken araba lastiği çeşididir. Yine de, bu değişkene ilave olarak iki değişken daha söz konusudur;

- Araba çeşidi
- Lastiğin araçtaki pozisyonu (yeri)

Arabaları I, II, III ve IV olarak ve arabada üzerine lastiklerin pozisyonlarını FR, FL, RL, RR olarak belirleyebiliriz. Araba çeşidi ve lastik pozisyonları homojenliği bozan değişkenlerdir. Bu nedenle blok olarak kolon ve satırlara yerleştirilmesi gerekmektedir. Aynı kolonda aynı araba çeşidine ait lastikler ve aynı satırlarda aynı lastik pozisyonundaki lastiklerin yerleştirilmesi gerekmektedir. Bu eşleşmede, bir araç lastiği aynı araç çeşidinde bir pozisyona bir defa yerleştirilmelidir. Çizelge 4.1 de en çok aşınma IV nolu arabada, en az aşınma da I nolu arabada görünmektedir [29].

Çizelge 4.1 Latin Karesi Deneysel Tasarım Örneği

Car	Position				$Y_{i,(*)}$
	FR	FL	RR	RL	
I	A 31	B 33	C 47	D 54	165
II	B 36	D 53	A 42	C 54	185
III	C 51	A 43	D 62	B 49	205
IV	D 81	C 78	B 72	A 84	315
$Y_{.,(*)}$	199	207	223	241	870

Problem çözmeye kullanılabilecek bazı Latin kareleri;

1.				2.				3.				4.					
A	B	C	D	A	B	C	D	A	B	C	D	A	B	C	D		
B	A	D	C	B	C	D	A	B	D	A	C	B	A	D	C		
C	D	B	A	C	D	A	B	C	A	D	B	C	D	A	B		
D	C	A	B	D	A	B	C	D	C	B	A	D	C	B	A		
5×5					6×6					7×7							
A	B	C	D	E	A	B	C	D	E	F	A	B	C	D	E	F	G
B	A	E	C	D	B	F	D	C	A	E	B	C	D	E	F	G	A
C	D	A	E	B	C	D	E	F	B	A	C	D	E	F	G	A	B
D	E	B	A	C	D	A	F	E	C	B	D	E	F	G	A	B	C
E	C	D	B	A	E	C	A	B	F	D	E	F	G	A	B	C	D
					F	E	B	A	D	C	F	G	A	B	C	D	E
											G	A	B	C	D	E	F
8×8								9×9									
A	B	C	D	E	F	G	H	A	B	C	D	E	F	G	H	I	
B	C	D	E	F	G	H	A	B	C	D	E	F	G	H	I	A	
C	D	E	F	G	H	A	B	C	D	E	F	G	H	I	A	B	
D	E	F	G	H	A	B	C	D	E	F	G	H	I	A	B	C	
E	F	G	H	A	B	C	D	E	F	G	H	I	A	B	C	D	
F	G	H	A	B	C	D	E	F	G	H	I	A	B	C	D	E	
G	H	A	B	C	D	E	F	G	H	I	A	B	C	D	E	F	
H	A	B	C	D	E	F	G	H	I	A	B	C	D	E	F	G	
								I	A	B	C	D	E	F	G	H	
10×10																	
A	B	C	D	E	F	G	H	I	J								
B	C	D	E	F	G	H	I	J	A								
C	D	E	F	G	H	I	J	A	B								
D	E	F	G	H	I	J	A	B	C								
E	F	G	H	I	J	A	B	C	D								
F	G	H	I	J	A	B	C	D	E								
G	H	I	J	A	B	C	D	E	F								
H	I	J	A	B	C	D	E	F	G								
I	J	A	B	C	D	E	F	G	H								
J	A	B	C	D	E	F	G	H	I								

4.3.6 Tam Etkensel Deney Tasarımı

Tam etkensel tasarımda (CCD) toplam deney sayısı her bir bağımsız değişkenin düzeyine bağlı olarak belirlenmektedir [27]. Tam etkensel deneyler, her bir değişkenin her düzeyi için eşit sayıda gözlem değeri kullanılarak, değişkenlerin diğer

değişkenlerden bağımsızca ürün performansına olan etkilerinin belirlendiği deney türüdür. Bu deney stratejisi, bütün deney stratejilerini temsil etmektedir. Tam etkensel deneyler değişkenlerin birleştirilmiş etkilerinin araştırılmasını sağlar, kritik değişkenleri tanımlar, çıktı üzerinde girdi ve değişkenlerin etkilerini belirlemede kullanılır [33]. Şekil 4.3 de ikinci düzeyden tam etkensel tasarım yüzeyi gösterilmektedir.

Tam etkensel tasarımlarda, değişkenlerin tek başına ve birlikte ürün performansına olan etkilerini belirlemek için gerekli deney (kombinasyon) sayısı,

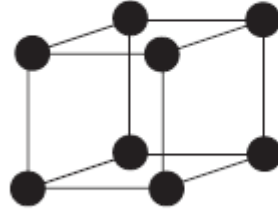
a: Bağımsız değişkenin düzey sayısı

ve

k : İlgilenilen değişken sayısı

olmak üzere,

a^k , a = 2,3,4 şeklinde belirlenir [33].



Şekil 4.3 Etkensel Tasarım; Tam etkensel tasarım

Örnek olarak 2 seviyeli 7 faktörü olan bir deneyde gerçekleştirilmesi gereken deney sayısı bütün değişken seviyelerinin çarpımına eşittir. Çizelge 4.2’de görüldüğü gibi 128 deney yapılması gerekir [1].

Çizelge 4.2’de her biri 2 düzeyli A,B,C,D,E,F ve G gibi 7 bağımsız değişkenlerin etkisinin araştırılacağı bir etkensel deney tasarımı örneği gösterilmiştir. Burada, çizelge içerisinde yer alan her bir kare bu 7 değişkenin her birinin bir düzeyini içeren bir deney kombinasyonudur. Örnek olarak Xi ile olarak gösterilen deney kombinasyonu, A’nın 2., B’nin 1., C’nin 1., D’nin 1., E’nin 2., F’nin 2. ve G’nin 1. Düzeylerinin kombinasyonunun etkisini gösteren deneyi ifade etmektedir [1].

Çizelge 4.2 Latin Karesi Deneysel Tasarım Örneği

				A ₁				A ₂			
				B ₁		B ₂		B ₁		B ₂	
				C ₁	C ₂	C ₁	C ₂	C ₁	C ₂	C ₁	C ₂
D ₁	E ₁	F ₁	G ₁								
			G ₂								
		F ₂	G ₁								
			G ₂								
	E ₂	F ₁	G ₁								
			G ₂								
		F ₂	G ₁					X ₁			
			G ₂								
D ₂	E ₁	F ₁	G ₁								
			G ₂								
		F ₂	G ₁								
			G ₂								
	E ₂	F ₁	G ₁								
			G ₂								
		F ₂	G ₁								
			G ₂								

4.3.7 Kesirli Etkensel Tasarım

Kesirli etkensel tasarım tam etkensel tasarımdaki zaman ve maliyet kaybını azaltmaya yönelik olan bir deney tasarımı yöntemidir. Bu tür tasarımlarda ortogonal dizinler kullanılır. Her bir deneyde birden fazla sayıda bağımsız değişkenin seviyesi değiştirilerek az sayıda deney ile bütün bağımsız değişkenlerin düzeylerinin denenmesi mümkün olmaktadır [1]. Dolayısı ile kesirli etkensel tasarımda (KET) tam etkensel tasarım yöntemine göre daha az deney yapılması gerekmektedir [27]. Ürün performansına etki eden bağımsız değişken sayısının çok olması (5'den çok bağımsız değişken) durumunda ana bağımsız değişkenlerin yanı sıra sadece bazı bağımsız değişkenler arasındaki etkileşimleri dikkate alan deney stratejisi olan kesirli etkensel tasarım (fractional factorial design) kullanılmaktadır [33].

Kesirli etkensel deney tasarımı mantığında yer alan etkileşim azaltma kavramından etkileşimleri göz ardı etmek anlaşılmalıdır. Zaten etkileşimlerin göz ardı edilmesi demek, one-way etkensel tasarım deneylerine geri dönmek anlamındadır. Kesirli etkensel deney tasarımında amaç, deneye katılması durumunda işlem miktarını çok sayıda arttıran, fakat gerçekte deney sonuçlarına katkısının çok az çıkacağı tespit edilen yüksek serbestlik derecesine sahip etkileşimleri deney düzenine yerleştirmemektir [33].

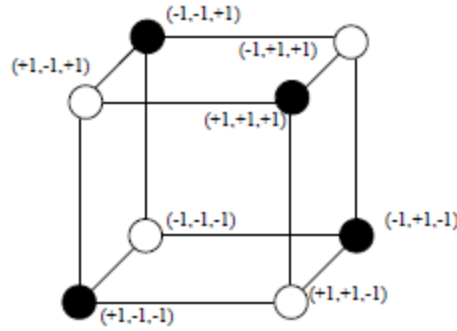
Kesirli etkensel tasarımda deney sayılarının azaltılmasının diğer önemli bir yolu da değişken düzeylerinin mümkün olduğunca ‘yüksek değer’ ve ‘düşük değer’ olarak 2 düzeyli seçilmesidir. Bu şekilde deneylerin tüm kombinasyonlarının yapılması yerine sadece sonucu etkileyeceği düşünülen bağımsız değişken ve düzeylerin performans karakteristiği üzerine olan etkisi araştırılabilir. Örnek olarak her biri 2 düzeyli bir deney tasarımı için kesirli etkensel deney tasarımı kullanılarak 2^k sayıda deney yapmak yerine 2^{k-p} kadar deney yapılır. Aynı zamanda bu deney tasarımı $1/2^p$ kesirli etkensel deney tasarımı olarak adlandırılır [1].

Kesirli etkensel deneylerde gerekli deney sayısı,

a. Bağımsız değişken düzey sayısı,

k. İlgilenilen bağımsız değişken sayısı olmak üzere,

a^{k-p} , $a=2,3,4,\dots$ şeklinde belirlenir [33].

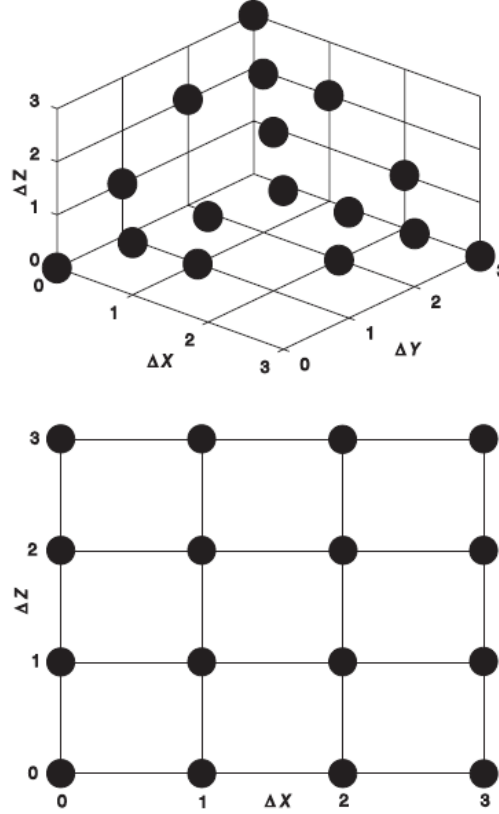


Şekil 4.4 Düzeyde, 3 bağımsız değişkenli $1/2$ Kesirli Etkensel Tasarım

4.3.7.1 Ortogonal Dizilimler

Ortogonal dizilimler (ortogonal arrays-OAs) genellikle KET yönteminin tasarıma direkt uygulandığı durumlarda kullanılır. Bu metodun dışında “Tepki Yüzeyi Tasarımı” (Response Surface Design-RSD) metodunda, tasarım yüzeylerinin oluşturulmasında kullanılır. KET dolaylı olarak RSD metodunda da kullanılmaktadır. Birden fazla bağımsız değişken olduğu durumlarda her bir bağımsız değişken ve aralarındaki olası etkileşimler ortogonal dizilim ile matris kolonlarına paylaştırılmaktadır. Matrisleri açıklayan birden fazla metod vardır ve Taguchi bu metotlardan birisidir [32]. Bağımsız değişkenlerin çıktıya olan etkisini saptamak amacı ile oluşturulan tasarımların sayılarını azaltmak amacı ile oluşturulmuş kesirli etkensel tasarım yöntemidir. Ortogonal dizilim

“güç” olarak adlandırılan yüzey tarama özelliğidir . k deney düzeyinde t gücünde bağımsız değişken için k^t alanını taramaktadır. Şekil 4.5’de 4 (k) düzeyli, 2 (t) gücünde OA, 3 bağımsız değişken için tasvir edilmiştir [27].

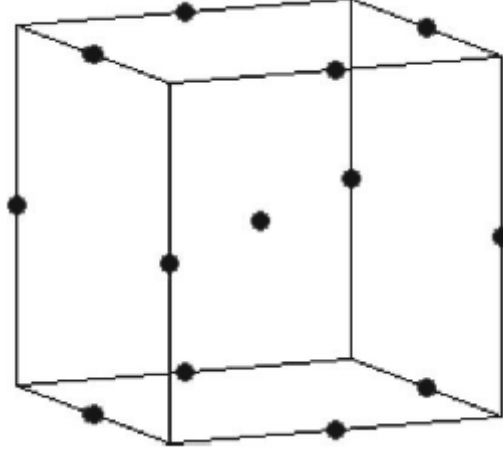


Şekil 4.5 Ortogonal dizilim

4.3.8 Box-Behnken Deney Tasarımı

Box ve Behnken tarafından 1980 yılında ortaya koyulan bu deney tasarımı, ikinci dereceden tepki yüzey tasarımı modelini oluşturmak için etkili bir yöntemdir. Dengeli tamamlanmış blok denemelerinin üzerine kurulmuştur. Modelde yer alacak değişkenlerin en az üç düzeyli olması beklenir. Box Behnken deney tasarımında değişkenlerden birinin değeri merkez değerinde sabitlenirken diğer değişkenlerin tüm düzeylerinin kombinasyonu uygulanır. Çizelge 4.3 de görüldüğü gibi ilk önce C değişkeninin düzeyi sabitlenmiştir. A ve B değişkenlerinin tüm düzeylerinin kombinasyonları uygulanmış daha sonra aynı işlemler sırasıyla B ve A değişkenlerinin tüm düzeylerinin düzeyleri merkezde sabitlenerek uygulanmıştır. Düzey matrisinin en son sütunlarında ise merkez nokta değerleri yer almaktadır [34].

Box Behnken tasarımı, bağımsız ikinci dereceden tasarım, etkensel ya da kesirli etkensel tasarım içermemektedir. Box Behnken, deney alanının her bir bağımsız değişken için oluşturduğu kenarların, orta noktaları karakterize edilmiştir. Bu tasarım dönüştürülebilir ve her bir bağımsız değişken için 3 düzey içermektedir. Şekil 4.6 da tasarımın noktalaması gösterilmiştir [35].



Şekil 4.6 Box Behnken tasarımı

Çizelge 4.3 3 Üç bağımsız değişkenli Box-Behnken deney tasarımı

Sıralama	Box- Behnken Deneme Düzeni		
	A	B	C
1	-1,00000	-1,00000	0,00000
2	1,00000	-1,00000	0,00000
3	-1,00000	1,00000	0,00000
4	1,00000	1,00000	0,00000
5	-1,00000	0,00000	-1,00000
6	1,00000	0,00000	-1,00000
7	-1,00000	0,00000	1,00000
8	1,00000	0,00000	1,00000
9	0,00000	-1,00000	-1,00000
10	0,00000	1,00000	-1,00000
11	0,00000	-1,00000	1,00000
12	0,00000	1,00000	1,00000
13	0,00000	0,00000	0,00000
14	0,00000	0,00000	0,00000
15	0,00000	0,00000	0,00000

4.3.9 Merkezi Birleşik Tasarım

Merkezi birleşik tasarım (Central Composite Design-CCD) en çok kullanılan kesirli etkensel tasarım yöntemlerindedir. CCD, etkensel tasarım küpüne ilave olarak merkez noktasından değişkenlerin eksenini boyunca simetrik olarak uzatılarak ikinci düzeye büyütülmüştür [27].

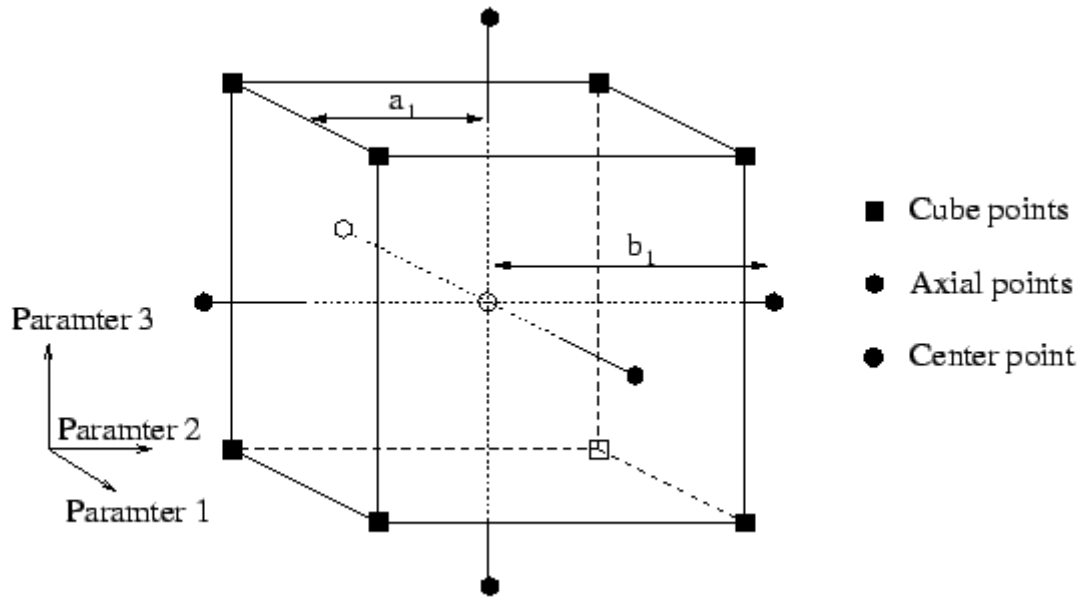
Merkezi bileşik tasarım, genellikle 2. dereceden tepki yüzeyleri ile birlikte çalışılmaktadır. Tasarım üç çeşit noktalamaya içerir;

Axial noktalamaya (axial points); $2 \cdot k$ nokta, tarama yöntemi ile oluşturuluyor

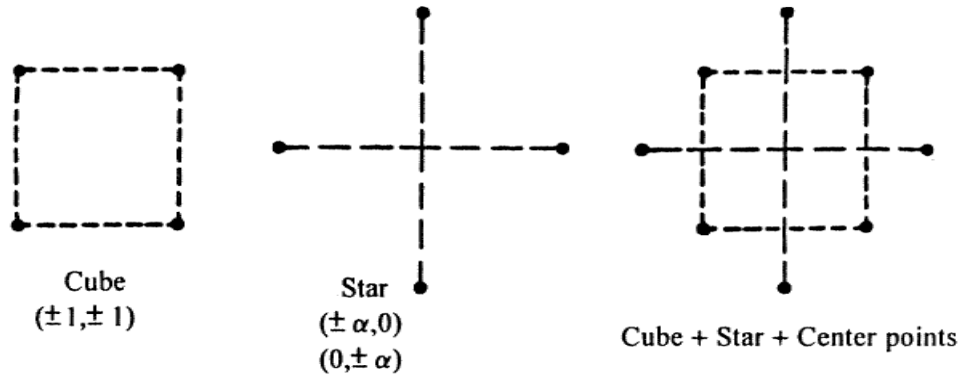
Küp noktalamaya (cube points); tam etkensel tasarım ile 2^n küp noktalamaya oluşturuluyor

Merkez nokta (center point); nominal tasarım ile merkezde nokta oluşturuluyor [36].

Tasarımın devamındaki açılım ise, kontrol parametresi dizini (minimum ve maximum değerler arası) $[-1, +1]$ olarak ölçeklendirilmesidir. 3 boyutlu bir Merkezi Bileşik Sınırlandırılmış tasarım grafiği Şekil 4.7'de verilmiştir. Burada axial noktalar, yarı çapı b_1 olan bir hiper-küp üzerine yerleştirilmiştir. Küp, kenar uzunluğu $2 \cdot b_1$ olan küp noktaları tarafından oluşturulmuştur [36].



Şekil 4.7 3 bağımsız değişken ile merkezi birleşik sınıflandırılmış tasarım örneği



Şekil 4.8 2 bağımsız değişken ile merkezi birleşik sınıflandırılmış tasarım örneği [37].

Üç çeşit merkezi birleşik tasarım çeşidi kullanılmaktadır; merkezi birleşik sınıflandırılmış (Central Composite Circumscribed – CCC), merkezi bileşik içine çizilmiş (Central Composite Inscribed – CCI) ve merkezi birleşik yüzey ortalanmış (Central Composite Face-centered – CCF). Her biri, Şekil 4.7 ile gösterilen, aynı yapıya sahiptir, ancak a_i ve b_i değerleri değişmektedir. 3 farklı merkezi bileşik tasarım için bu değerler Çizelge 4.4 de verilmiştir [36].

Çizelge 4.4 Tam eksenli merkezi bileşik tasarım için a ve b bağımsız değişkenleri

	$\frac{b_i}{a_i}$	$range_i$
CCC	\sqrt{n}	$2 a_i$
CCI	\sqrt{n}	$2 b_i$
CCF	1	$2 a_i = 2 b_i$

CCC ve CCI tasarımları dönebilen tasarımlardır. Bu şu anlama gelmektedir; tasarım noktaları merkez noktası etrafında döndürüldüğünde tasarımın dağılım momenti değişmemektedir. Dönebilen merkezi bileşik tasarımlar için b_i/a_i bağımsız değişkeni \sqrt{k}

($k=n$) olmalıdır. Çizelge 4.4 yalnızca tek merkezi nokta için geçerlidir [36].

4.4 Tepki Yüzeyi Tasarımı

Tasarımlarda girdi ile çıktı arasında göreceli olarak doğru yaklaşımlar gerçekleştirilmek istendiğinde ve sistem optimizasyonu gerekli olduğunda öncelikli tercih edilmektedir. KET metoduna göre, bağımsız değişken sayısına bağlı olarak daha fazla deney yapılmasını gerektirmesinden dolayı, tüm bağımsız değişkenlerin önemli olduğu varsayıldığı ya da daha önceki deneyler ile tecrübe edildiği durumlarda uygulanmaktadır [38].

Tepki yüzey tasarımı (RDS) denmesinin temel sebebi, bu methodla oluşturulan yaklaşımların 3 boyutlu yüzey alanında temsil edilmesidir. 3 temel DT matrisine dayanmaktadır. Birincisi CCD, en fazla 5 düzeyde, Box ve Wilson tarafından oluşturulan methoddur [38]. Box ve Wilson, tepki yüzey tasarımı methodunun temelini oluşturan eleme (screening), bölge araştırma (stepse as çent), sürecin / ürünün karakterize edilmesi ve optimizasyonunu kapsayan bir seri deneme felsefesi ortaya koymuştur [39]. İkinci yöntem Box Behnken tasarımıdır (BBD) ve üçüncüsü Allen et al. tarafından geliştirilen beklenen hata kareleri ortalamasının en uygun toplamı tasarımıdır (expected integrated mean squared error optimal, EIMSE-optimal) [38].

Methodun uygulanmasındaki öncelikli aşama bağımsız değişkenlerin ve yanıtların belirlenmesidir. Bu aşamada araştırmacının konu hakkında teknolojik bilgiye sahip olması önemlidir. Bağımsız değişkenler sayısının tasarımı güçleştiren çoklukta olduğu sistemlerde eleme denemeleri (screening) yöntemini kullanarak en önemli birkaç tanesini belirlemesi gerekmektedir. Diğer bir tehlike de tasarım alanı ile deneme bölgesinin aynı alan olmamasından kaynaklanmaktadır. Bu durumda bölge taraması yapılması gerekmektedir. Araştırmacı süreç hakkında detaylı bilgiye sahip olduğu durumlarda bu tekniklerin bir veya birkaçını eleyerek hem maliyet hem de zamandan kazanma şansına sahiptir.

Deney tasarımı methodlarında olduğu gibi cevap yüzey tasarımı da farklı kaynaklarda farklı sınıflandırmalar altında ele alınmıştır. Dr. Theodore T. Allen kitabında, tek ürüne bağlı olarak tasarlanan “one-shot” methodu ve Box ve Wilson tasarımına dayanan “sequential” methodları olarak ikiye ayırmıştır [38].

4.4.1 Tepki Yüzey Tasarımının Oluşturulması

Fonksiyonel yapı, tasarlanmış modelin sınırlamalarını ve tanımını açıklayan ilişkiyi ifade etmektedir. Fonksiyonel yapı, tepki yüzey tasarımında bağımsız değişkenlerin spesifik kombinasyonlarından oluşan polinomial denklemlerdir [38].

Tepki yüzey tasarımı bir grup matematiksel ve istatistiksel tekniklerin birlikte kullanılarak, y yanıtının, x_1, x_2, \dots, x_k bağımsız değişkenleri ile ilişkisinin tanımlanmasıdır. Genel olarak ilişki bilinmemektedir, ancak düşük dereceli bir polinomial denklem olarak yaklaşık bir tanım yapmak mümkündür [28] ;

$$y = f'(x)\beta + \epsilon \quad (4.1)$$

$x = (x_1, x_2, \dots, x_k)'$ iken $f(x)$ birinci ve daha yüksek dereceden bağımsız değişkenlere bağlı vektörel fonksiyondur, β bağımsız değişkenlerin sabit katsayılarını ifade etmektedir ve ϵ deneysel hatalardan kaynaklanabilecek varyasyon kaynağıdır. Bu fonksiyon tepki yüzeyini tanımlayan model olarak kabul edilmektedir. $f'(x)\beta$ büyüklüğü, istenen y yanıtının belirtilen $\mu(x)$ değerindeki ortalamasını temsil etmektedir [28].

Tepki yüzey tasarımında iki önemli model kullanılmaktadır. Eşitlik 2 de verilmiş olan birinci dereceden modeller

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \epsilon \quad (4.2)$$

ve eşitlik 3 de verilmiş olan ikinci dereceden modeller;

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i < j} \beta_{ij} x_i x_j + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \epsilon \quad (4.3)$$

Eşitlik 1 de verilmiş olan modelin 3 amacı vardır;

1. y ve x_1, x_2, \dots, x_k bağımsız değişkenleri arasında yaklaşık bir ilişki kurarak, kontrol parametrelerinin bilinen değerleri için tepki yüzeyinin tahmin edilmesi için kullanılması
2. Hipotez testi ile x_1, x_2, \dots, x_k bağımsız değişkenlerinin etkisinin belirlenmesi
3. x_1, x_2, \dots, x_k bağımsız değişkenleri için tepki yüzeyinde maximum değeri elde edebilmek için optimum değerlerin saptanması [28].

Belirtilen 3 hedefe ulaşılması için tanımlanan bağımsız değişkenler için, y değerinin ölçüldüğü ya da gözlemlendiği, n deneyin yapılması gerekmektedir. Belirlenen

bağımsız değişkenler tepki yüzey tasarımını oluşturmaktadır. $n \times k$ olarak ifade edilen D matrisi ile de gösterilebilir;

$$D = \begin{bmatrix} x_{11} & x_{12} & \dots & x_{1k} \\ x_{21} & x_{22} & \dots & x_{2k} \\ \cdot & \cdot & \dots & \cdot \\ \cdot & \cdot & \dots & \cdot \\ \cdot & \cdot & \dots & \cdot \\ x_{n1} & x_{n2} & \dots & x_{nk} \end{bmatrix} \quad (4.4)$$

x_{ui} , u numaralı deneydeki x_i değerini ifade etmektedir ($i=1,2,\dots, k$; $u=1,2, \dots, n$). D matrisinin her bir satırı k yönündeki Euclid uzayında bir noktayı temsil etmektedir. u numaralı deneyde, x değişkeninin ayarlanması sonucu y_u değerinin elde edildiğini düşünelim, $x_u = (x_{u1}, x_{u2}, \dots, x_{uk})'$, ($u = 1,2, \dots, n$). Eşitlik 4.1'den Eşitlik 4.5 türetilmektedir;

$$y_u = f'(x_u)\beta + \epsilon_u, \quad u = 1,2, \dots, n \quad (4.5)$$

ϵ_u , u numaralı deneydeki deneysel hatayı temsil etmektedir. Eşitlik 4.5, ki model olarak tanımlamak da mümkündür, matris formunda Eşitlik 4.6'daki gibi ifade edilebilir.

$$y = X\beta + \epsilon \quad (4.6)$$

$y = (y_1, y_2, \dots, y_n)'$ için, u numaralı satırda $f'(x_u)$ ve $\epsilon = (\epsilon_1, \epsilon_2, \dots, \epsilon_n)'$ iken X matris derecesi $n \times p$ dir.

ϵ değerinin sıfır olduğunu kabul edersek ve varyans-kovaryans matrisi $\sigma^2 I_n$ olarak verildiyse, en küçük kareler yöntemine göre β Eşitlik 4.7'ki gibi elde edilebilir;

$$\hat{\beta} = (X'X)^{-1}X'y \quad (4.7)$$

$\hat{\beta}$ varyans-kovaryans matrisi Eşitlik 4.8 deki halini almaktadır;

$$\begin{aligned} \text{Var } \hat{\beta} &= (X'X)^{-1}X'(\sigma^2 I_n)(X'X)^{-1} \\ &= \sigma^2(X'X)^{-1} \end{aligned} \quad (4.8)$$

$\hat{\beta}$ kullanılarak, $\hat{\mu}(x_u)$, x_u değerindeki ortalama değer, β katsayısının $\hat{\beta}$ ile değiştirilmesi sonucu tahmin edilebilir;

$$\hat{\mu}(x_u) = f'(x_u)\hat{\beta}, \quad u = 1,2,\dots, n \quad (4.9)$$

$f'(x_u)\hat{\beta}$ değeri, $\hat{y}(x_u)$, u ($u= 1,2, \dots , n$) numaralı deney noktasındaki tahmin edilen tepkiyi vermektedir. Genel olarak, tasarlanan deney alanında herhangi bir nokta, x , R olarak verilirse, $\hat{y}(x_u)$ Eşitlik 4.10 daki gibi ifade edilebilir;

$$\hat{y}(x) = f'(x)\hat{\beta}, x \in R \quad (4.10)$$

$\hat{\beta}$, β katsayısının tarafsız tahmini ise, ortalama tepki $x \in R$ iken, $\hat{y}(x)$, $f'(x)\hat{\beta}$ fonksiyonunun tarafsız tahmidir. Eşitlik 4.8 kullanılarak $\hat{y}(x)$ değişkeni Eşitlik 4.11 deki gibi bulunabilir;

$$Var [\hat{y}(x)] = \sigma^2 f'(x)(X'X)^{-1} f'(x) \quad (4.11)$$

Uygun tasarım seçimi tüm tepki yüzeyi tasarımı çalışmaları için çok önemlidir. Bunun nedeni, deney varyasyonu olarak ölçülen tahmin kalitesi, Eşitlik 4.11 de görüldüğü üzere belirlenen D tasarım matrisine bağlıdır. Dahası, optimum $\hat{y}(x)$ yanıtını hesaplamak için kullanılan optimum tepki değeri R alanı üzerindedir. Bu nedenle Eşitlik 4.11 deki tahmin varyasyonu, artık karelerden (lack of fit) etkilenmediği varsayılan, Eşitlik 4.1 de talep edildiği gibi, mümkün olduğu kadar küçük olmalıdır [28]. Artık kareler yöntemi ile saf deneysel hatanın etkisi tespit edilebilmektedir. Tepki Yüzey tasarımı, regresyon modeli tasarlanmış deneylerden alınan verilere fit ettirilmektedir. Elde edilen bu model gerçek yanıt fonksiyonuna sadece bir yaklaşım olduğundan, tahminlenen değerler ile deneysel veriler arasındaki fark (varyasyon) sadece saf deneysel hatayı değil modelin matematiksel formunun uygunsuzluğundan kaynaklanan hatayı da içermektedir. Eğer deneme planının belli noktalarında gözlemler tekrarlanırsa, saf deneysel hatanın deneysel veriler ile model tahminleri arasındaki bu farklılığın ne kadarını açıklayabildiği belirlenebilir [39].

4.4.2 Bazı Genel Tasarım Özellikleri

4.4.1.1 Ortogonal

Oluşturulan bir deneme düzeninde ana ve interaksiyon etkilerin tahmin edilebilmesi için bu etkilerin birbirinden bağımsız olmaları gerekmektedir. Bir başka ifade ile süzen matrisinde yer alan etkilerin ve birinci dereceden interaksiyon etkilerinin birbirinden bağımsız olduğu denemeler ortogonal denemeler olarak adlandırılır [34].

Tasarım D , X eşitlik 6'daki model matrisi iken, $X'X$ matrisinin diagonal olması durumunda ortogonal olacaktır. Bu yaklaşımın avantajı, 8 eşitliğinde diagonal olmayan $Var(\hat{\beta})$ elemanlarının sıfır olmasından dolayı, $\hat{\beta}$ elemanları ilintisiz olmasıdır. Eğer, eşitlik 6'daki hata faktörünün $N(0, \sigma^2 I_n)$ olarak normal dağılım gösterdiğini varsayarsak, bu elemanlar tesadüfi olarak bağımsız olacaklardır. Tesadüflük, model içerisindeki bilinmeyen değişkenlerin etkisini anlamayı kolaylaştıracaktır [28].

4.4.1.2 Rotatable

D tasarımı, 11 eşitliğindeki değişkenler tahminleri, merkez noktadan eşit uzaklıkta olmalıdır. Bu aynı zamanda noktaların eşit varyansa, $Var[\hat{y}(x)]$, sahip olduğu anlamına da gelir. Varyans tahmininin koordinat eksenlerinin hiçbir yönünde değişmemesi bu yöntemin avantajıdır. Ridge analizinde olduğu gibi, eğer $\hat{y}(x)$ optimizasyonu konsentrik hiperküreler üzerinde isteniyorsa, tasarımın rotatable olması da isteniyor demektir. Tüm değerler aynı varyansa sahip olacağı için $\hat{y}(x)$ değerlerini karşılaştırmak kolaylaşacaktır [34], [28].

4.4.1.3 Uniform Kesinlik

Eğer merkezdeki $Var[\hat{y}(x)]$, merkezden uzak olan ile eşitse, rotatable tasarım uniform kesinliğe sahip demektir. Box ve Hunter tarafından açıklanan bu özellik, hiperküre içerisinde tahmin edilen değişkenler için uniform dağılım sağlamaktadır. Tahmini değişkenlerin tasarım merkezi çevresinde stabil olarak oluşturulmasına yardımcı olur [28].

4.4.1.4 Tasarım Sağlamlığı

Box and Draper tasarım uyum eksikliğini anlamak, deney bölgesinde yeterli bilgi dağılımını geliştirmek, hata değişkenini tahmin etmek, aykırı değerler ve hata duyarsızlığını anlamak üzere bazı tasarım özellikleri belirlemişlerdir. Bir tasarımın sağlam olması için, model ve hata dağılım yaklaşımlarının başarısızlıklardan etkilenmemesi gerekmektedir [28].

4.4.1.5 Tasarım Uygunluğu

Regresyon modeli tahminlendikten sonra bu denklemin ilişkiyi ne derece açıkladığının ve bu denklem kullanılarak yapılacak tahminlerin ne derece hassas olacağını araştırılması gerekmektedir [34].

Fit edilen modelin gerçek sistemi ne ölçüde tahminlediği ve en küçük kareler yöntemi uygulanırken yapılan varsayımların geçerliliği her zaman test edilmelidir. Aksi takdirde, RSD'nın daha sonraki aşamalarında yanlış yönlendirici ve kötü sonuçlar elde edilebilir. Tepki yüzey tasarımının uygunluğu ve doğruluğu birbirleriyle de ilişkili üç etkene bağlıdır;

- Uygulanan deneme planı
- Deneysel verideki hata
- Seçilen modelin uygunluğu [34]

Belirli bir ilgi alanı içerisinde, R , tahmin edilen cevap, $\hat{y}(x)$, ile cevap yüzeyi ortalaması, $\mu(x)$, arasındaki fark ne kadar küçük olursa tasarım o ölçüde uygundur [28]. Başka bir deyişle, uyum yokluğu seçilen model verileri iyi bir şekilde tanımlamadığı zaman ortaya çıkar. Uyum yokluğunun olup olmadığına ise, tahmin edilen değişkenler için cevap değişkeninin aldığı değerler tekrarlı bir şekilde elde edildiği durumdaki gözlenen hata ile eğrinin uyumundaki hata karşılaştırılarak karar verilir. Uyum yokluğunun var olması bulunan modelin tahmin edilen özelliğinin istatistiksel bir anlamlılığa sahip olmadığını gösterir. Bu sorunun giderilmesinde kullanılan iki yöntem vardır. Bunlardan birincisi verilerin dönüştürülmesi diğeri ise modelin genişletilerek daha kompleks ve daha fazla sayıda verinin elde edilmesidir.

4.4.1.5.1 Regresyon analizinde hipotez testlerinin uygulanması

İstatistiksel hipotez testi, bir takım gözlemlere dayanan bir hipotezin (sıfır hipotezi) ret edilmesi veya edilmemesi arasında karar verme işlemidir. Karar verme aşamasında iki tip hata yapma olasılığı bulunmaktadır: sıfır hipotezinin doğru iken ret edilmesi ve yanlış iken sıfır hipotezinin kabul edilmesidir. Sıfır hipotezi doğru iken ret edilmesi olasılığı, karar verme kuralının önemlilik seviyesi (α) olarak tanımlanmamaktadır. Gözlemlerden gidilerek bir test istatistiği (Ör. *F-istatistiği*) hesaplanır ve bu test istatistiği seçilen önemlilik seviyesine ağı olarak okunan tablo değeri ile karşılaştırılır. Eğer hesaplanan değer tablo değerinden büyükse, test α seviyesinde önemli kabul edilir

ve sıfır hipotezi ret edilir. En yaygın kabul edilen önemlilik seviyesi 0.05'dir. Bu, sıfır hipotezi ret edilirken % 5 hata yapma olasılığının bulunduğu anlamına gelmektedir (39).

Regresyon analizinde fit edilen modelin uygunluğunu ve güvenilirliğini ölçmek için belli hipotez testleri uygulanmaktadır. Bu testlerin geçerliliği, daha önce belirttiğimiz bir takım varsayımlara dayanmaktadır: modeldeki hatalar ε_i birbirinden bağımsız normal dağılış göstermekte, ortalaması 0 ve varyansı σ^2 olan rastgele hatadır. Bu varsayımlar sonucunda, deneysel verilerin (y_i) de ortalaması \bar{y} ve varyansı σ^2 olup, birbirinden bağımsız normal dağılış göstermektedir [39],

Fit edilmiş regresyon modelinin önemliliğinin incelendiği hipotez testi aşağıda verilmiştir;

$$H_0: \text{Tüm katsayılar } (\beta_0 \text{ hariç}) \beta_1 = \beta_2 = \dots = \beta_{p-1} = 0 \quad (4.12)$$

H_1 : En az bir katsayı sıfırdan farklı (β_0 hariç)

Bu test, bağımlı değişken ile bağımsız değişkenlerden bazılarının veya hepsinin arasında bir ilişki olup olmadığını belirler. H_0 'ın ret edilmesi m adet bağımlı değişkenden en az birinin model üzerinde önemli etkiye sahip olduğu anlamına gelmektedir. Test prosedürü Eşitlik 4.13'de belirtildiği gibi, genel kareler toplamının (SS_T), regresyon kareler toplamı (SS_{REG}) ve hata kareler toplamı (SS_E) olarak ayrılmasını içerir [39].

$$(SS_T) = (SS_{REG}) + (SS_E) \quad (4.13)$$

Bu denklem aslında, yanıtta toplam varyasyonun (σ^2), regresyon modeli tarafından açıklanabilen ve açıklanamayan varyasyon olarak ayrılmasını gösterir. Bu iki varyansın karşılaştırılması, regresyon modelinin istatistiksel olarak önemliliğinin (H_0 hipotezi) test edilmesine olanak sağlamaktadır. SS_{REG} 'in sahip olduğu serbestlik derecesine ($p-1$) bölünmesi (MS_{REG}), varyans (σ^2) için bir tahminleme sağlar. Benzer şekilde, SS_E de sahip olduğu serbestlik derecesine ($n-p$) bölündüğünde (MS_E) varyans için tahminleyicidir. Bu iki varyans tahminleyicisinin birbirine oranı F-dağılışına uymaktadır. Dolayısıyla, bu varyans tahminleyicilerinin istatistiksel olarak birbirinden farklı olup olmadığı (α) güvenlik seviyesinde F-istatistiği kullanılarak test edilebilir (39). (Eşitlik 14)

$$F_o = \frac{SS_{REG}/(p-1)}{SS_E/(n-p)} = \frac{MS_{REG}}{MS_E} \quad (4.14)$$

Eğer, $F_0 > F_{\alpha, p-1, n-p}$ ise H_0 ret edilir ve bağımlı değişkenden en az birinin model üzerinde önemli etkiye sahip olduğu anlamına gelmektedir. Alternatif olarak, hipotez test için p -değeri (olasılık değeri) yaklaşımı da kullanılabilir. Eğer F_0 istatistiği için p -değeri, seçilen önemlilik seviyesinden (α) küçük ise H_0 hipotezi ret edilir. p -değeri bir hipotez testinde sıfır hipotezinin ret edilmesi için en küçük önemlilik seviyesidir. Diğer bir ifadeyle, H_0 hipotezi ret edilirken hata yapma olasılığını belirtir. Dolayısıyla, p -değeri ne kadar küçükse, bulgular ve test o kadar önemlidir [39].

Regresyon modelinin önemliliğinin test edilmesi yanıtta toplam varyansın dekompozite edilmesine dayandığından “varyans analizi (ANOVA)” olarak tanımlanır. Elde edilen sonuçlar varyans analizi tablosu olarak adlandırılan bir çizelgede aşağıdaki gibi özetlenebilir [39].

Çizelge 4.5 Çoklu regresyonda regresyonun önemliliği için varyans analizi

Varyans Kaynağı	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Kareler Toplamı	F_0
Model	SS_{REG}	$p-1$	$\frac{MS_{REG}}{MS_{REG}}$	MS_{REG}/MS_E
Kalıntı	SS_E	$n-p$		
Toplam	SS_T	$n-1$		

Regresyon katsayısı (R^2), eşitlik 15 ile tanımlanır ve modelde regresyon değişkenlerinin kullanılmasıyla y 'deki değişkenliğin azalmasının bir ölçüsüdür. Eşitlik 4.13'ten de görülebileceği gibi, R^2 'yi her zaman arttıracaktır. Dolayısıyla, yüksek R^2 değerleri, yeni gözlemler ile model tahminleri arasında her zaman iyi sonuçlar alınacağına garanti etmez. Bu nedenle, R^2 , yerine düzeltilmiş (adj-) R^2 kullanılması önerilmektedir,

$$R^2 = \frac{SS_R}{SS_T} = 1 - \frac{SS_E}{SS_T} \quad (4.15)$$

$$adj - R^2 = 1 - \frac{SS_E/(n-p)}{SS_T/(n-1)} = 1 - \left(\frac{n-1}{n-p}\right) (1 - R^2) \quad (4.16)$$

Genel olarak, modele değişkenlerin eklenmesi, adj- R^2 arttırmayacaktır. Bununla birlikte, eğer eklenen terim istatistiksel olarak önemsiz ise adj R^2 aksine düşecektir. R^2

ve $adj-R^2$ arasındaki farkın çok fazla olması, istatistiksel olarak önemsiz terimlerin modele katılmış olduğunun bir göstergesidir [39].

4.4.1.5.2 Hipotez Testlerinin Regresyon Katsayılarına Bireysel Olarak Uygulanması

Regresyon modelinin önemliliği test edildikten sonra, değişkenlerin model üzerindeki etkilerinin bireysel olarak belirlenmesine geçilir. Modele ilave terimlerin eklenmesiyle veya daha önceden modelde bulunan bazı terimlerin çıkarılması, modelin etkinliğini arttırabilmektedir. Bu nedenle, bağımsız değişken etkilerinin bireysel olarak belirlenmesi regresyon analizinin önemli bir kısmını oluşturur [39].

Regresyon modeline terimler eklemek, regresyon kareler toplamının artması ve hata kareler toplamının azalmasına neden olur. Ancak regresyon kareler toplamındaki bu artışın, modelde ilave terim kullanmayı garanti edecek kadar yeterli olup olmadığı test edilmelidir. Bunun yanında, önemsiz bir değişkenin modele katılması, hata kareler ortalamasını arttırarak modelin verimliliğini düşürmektedir [39].

Değişkenlerin bireysel olarak regresyon modeli üzerindeki etkileri “ekstra kareler yöntemi” kullanılarak belirlenebilir. Bu yöntem, belli bir değişkenin, diğer bütün değişkenler modele dahil edilmişken, sanki son değişkenmiş gibi modele eklenmesi sonucu regresyon kareler toplamında meydana getirdiği artışın önemliliğinin istatistiksel olarak test edilmesine dayanır. Bu yöntemin uygulaması, m değişkenli ikinci dereceden polinomial model üzerinde ele alalım [39].

$$y = X\beta + \varepsilon \quad (4.6)$$

Buraya j ($n \times 1$), X ($n \times p$), β ($p \times 1$) ve ε ($p \times 1$) boyutlu matristir ve $p=(m+1)(m+2)/2$ adet regresyon katsayısıdır. Örneğin, x_j değişkenin modele katkısının olup olmadığını araştıralım. Katsayılar matrisini, modele sonradan eklenen $\beta_1 = [\beta_j]_{[x]}$ ve daha önceden eklenmiş katsayılar $\beta_2^T = [\beta_0 \beta_1 \beta_2 \dots \beta_{j-1} \beta_{j+1} \dots \beta_m \beta_{11} \beta_{12} \dots \beta_{1m} \beta_{22} \beta_{23} \dots \beta_{mm}]^T$ matrisi olarak ayırabiliriz,

$$\beta = \begin{bmatrix} \beta_1 \\ \beta_2 \end{bmatrix} \quad (4.17)$$

β_j 'nin istatistiksel olarak önemliliği aşağıdaki hipotez testi uygulanarak bulunabilir,

$$H_0: \beta_1 = 0$$

$$H_i: \beta_i \neq 0 \quad (4.18)$$

Regresyon modelini bölünmüş katsayılarla ifade edersek,

$$y = X\beta + \varepsilon = X_1\beta_1 + X_2\beta_2 + \varepsilon \quad (4.19)$$

elde edilir. Burada, X_1 , dizayn matrisinin (X) β_1 ile ilişkili kolonlarını, X_2 ise β_2 ilişkili kolonlarını göstermektedir.

Tüm katsayıları içeren model için $b=(X^T X)^{-1} X^T y$ olduğunu daha önce elde etmiştik. Aynı zamanda, tüm değişkenler için regresyon kareler toplamını $SS_{REG}(\beta)$ ve hata kareler ortalamasını (MS_E) sırasıyla,

$$SS_{REG}(\beta) = b^T X^T y \quad (4.20)$$

$$MS_E = \frac{y^T y - b^T X^T y}{n-p} \quad (4.21)$$

olarak yazabiliriz. β_i 'in modeldeki karşılığını bulabilmek için H_0 hipotezinin doğru olduğu kabul edilerek modelin fit edilmesi gerekmektedir. Azaltılmış model olarak da adlandırılan bu model, yapılan varsayıma dayalı olarak ($\beta_i=0$)

$$y = X_2\beta_2 + \varepsilon \quad (4.22)$$

yazılabilir. β_2 'nin en küçük kareler tahminleyicileri,

$$b_2 = (X_2^T X_2)^{-1} X_2^T y \quad (4.23)$$

ve regresyon katsayılar toplamı ise,

$$SS_{REG}(\beta_2) = (b_2^T X_2^T) y \quad (4.24)$$

olarak hesaplanabilir. Dolayısıyla tam modelin regresyon kareler toplamından $[SS_n(\beta)]$, azaltılmış modelin kareler toplamı $[SS_{REG}(\beta_2)]$ çıkartılırsa β_1 'den kaynaklanan artış $[SS_{REG}(\beta_1/\beta_2)]$ hesaplanabilir. (Eşitlik 25)

$$SS_{REG}(\beta_1/\beta_2) = SS_{REG}(\beta) - SS_{REG}(\beta_2) \quad (4.25)$$

Eşitlik 4.25 ile hesaplanan, regresyon kareler toplamındaki artış “ekstra kareler toplamı” olarak adlandırılır ve her bir katsayı modele bireysel ($\beta_1 = [\beta_j]_{1 \times 1}$) olarak eklendiğinden $df=1$ serbestlik derecesine sahiptir. Artık $SS_{REG}(\beta_1/\beta_2)$, MS_E ‘den bağımsızdır ve sıfır hipotezi

$$F_o = \frac{SS_{REG}(\beta_1/\beta_2)/df}{MS_E} \quad (4.26)$$

test istatistiği kullanılarak test edilebilir. Eğer $F_o > F_{\alpha, r, n-p}$ ise, H_0 hipotezi ret edilir ve x_j 'nin modele üzerinde önemli etkisi olduğuna karar verilerek modele katılır. Her bir değişken için bu analiz yapılır ve sonuçlar ANOVA tablosunda verilir. Bu yöntem, RSM çalışmalarında sıklıkla kullanılmaktadır.

4.4.1.5.3 Artık Kareler “Lack of fit” Testi

Tepki yüzey tasarım metodunda regresyon modeli tasarımı yapılmış denemelerden alınan verilere fit ettirilmektedir. Elde edilen bu model gerçek yanıt fonksiyonuna sadece bir yaklaşım olduğundan, tahminlenen değerler ile deneysel veriler arasındaki fark (kalıntı), sadece saf deneysel hatayı değil, modelin matematiksel formunun uygunsuzluğundan kaynaklanan hatayı da içermektedir. Eğer deneme planının belli noktalarında gözlemler tekrarlanırsa, saf deneysel hatanın deneysel veriler ile model tahminleri arasındaki bu farklılığın ne kadarını açıklayabildiği belirlenebilir [39].

Cevap değişkeninin her bir x_i bağımsız değişkenleri için aldığı m tane değeri gösteren n_i tane gözleme sahip olduğumuzu varsayalım. y_{ij} cevap değişkeninin j gözlem, i bağımsız değişken için aldığı değerleri, n bütün gözlem değerlerinin toplamını gösterebilir. Varyans analizi çizelgesinde yer alan kareler toplamının iki bileşeni vardır [39].

$$SS_E = SS_{PE} + SS_{LOF} \quad (4.27)$$

SS_{PE} saf hatadan (pure error) kaynaklanan kalıntı kareler toplamını, SS_{LOF} uyum yokluğundan kaynaklanan artık kareler (lack of fit) toplamıdır. Eşitlik;

$$SS_{PE} = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^{n_i} (y_{ij} - \bar{y}_i)^2 \quad (4.28)$$

$$SS_{LOF} = \sum_{i=1}^{n_i} n_i (\bar{y}_i - \hat{y}_i)^2 \quad (4.29)$$

Fit edilmiş yanıt değeri (\hat{y}_i) ile bunlara karşılık gelen ortalamasının (\bar{y}_i) birbirlerine yakın olmadı, seçilen modelin matematiksel formunun deneysel veriyi temsil etmek için uygun olduğunun güçlü bir kanıtıdır. R adet tasarım noktasına karşılık p adet katsayı tahminlenmesi gerektiğinden, artık kareler toplamı (SS_{LOF}), $(r-p)$ serbestlik derecesine sahiptir. (SS_{LOF}) genellikle (SS_{PE})'nin (SS_E)'den çıkarılması ile hesaplanır [39].

(SS_{PE}) serbestlik derecesine bölüldüğünden elde edilen deneysel hata kareler ortalamasının (MS_{PE}) beklenen değeri $E(MS_{PE}) = \sigma^2$ ye eşittir. Eğer, seçilen modelin matematiksel formu gerçek yanıt fonksiyonunu tam anlamı ile karşılıyorsa, diğer bir ifade ile SS_{LOF} gerçekte deneysel hatadan kaynaklanıyorsa, SS_{LOF} 'in serbestlik derecesine bölünmesiyle elde edilen artık kareler ortalamasının (MS_{LOF}) da beklenen değeri $E(MS_{LOF}) = \sigma^2$ 'ya eşit olur. Dolayısıyla, bu iki değer istatistiksel olarak bir birinden farklı olup olmadığı

$$F_o = \frac{SS_{PE}/(r-p)}{SS_{LOF}/(n-r)} = \frac{MS_{PE}}{MS_{LOF}} \quad (4.30)$$

test istatistiği kullanılarak belirlenir. $F_o > F_{\alpha, r-p, n-r}$ ise "Lack of Fit" önemli olduğu ve seçilen modelin matematiksel formunun gerçek yanıt fonksiyonunu tahminlemek için uygun olmadığı sonucuna varılır. Bu test prosedürü, regresyonun önemliliğinin test edildiği varyans analizi kapsamında uygulanmaktadır [39].

İdeal olarak, F-oranının artık kareler için önemsiz ve regresyon modeli için önemli olması, modelin uygunluğunun test edilmesi için yeterli görülür. Ancak, bu kriterler modelin bir "tahminleme denklemi" olarak kullanılmasını garanti etmez. Tahminlenen değerlerin varyansı rastgele hataya oranla daha büyük olmadıkça, bu model kullanılarak yapılacak yeni tahminler tatmin edici olmayacaktır. Tahminleme açısından regresyon modelinin uygunluğu "Adequate Precision" istatistiği kullanılarak yapılabilmektedir. Adequate Precision, dizayn noktalarında tahminlenen (\hat{y}) değerleri aralığını (Or. \hat{y}_{\max} - \hat{y}_{\min}), bu değerlerin ortalama standart hatasına bölerek hesaplanabilir. Fit edilmiş değerlerin ortalama varyansı modelden bağımsız olarak hesaplanabilir [39].

$$\overline{Var(\hat{y})} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n Var[\hat{y}(x_i)] = \frac{p\sigma^2}{n} \quad (4.31)$$

"Adequate Precision" değeri ise

$$Adeq - Prec = \frac{\hat{y}_{\max} - \hat{y}_{\min}}{\sqrt{\overline{Var(y)}}} \quad (4.32)$$

Burada, p modeldeki parametre sayısı, n deneme sayısı ve σ^2 ise rasgele hata varyansıdır. σ^2 bilinmediğinden deneysel verilerden tahminlenir [kalıntı kareler ortalaması (MS_E)]. Adequate Precision değerinin en az 4 olması önerilmektedir [39].

4.4.1.5.4 Kalıntı (Residual) Analizi

Tepki yüzey tasarımı, model parametreleri en küçük kareler yöntemi kullanılarak, bu parametrelerin ve modelin önemliliğinin test edilmesi ise varyans analizi kullanılarak yapılmaktadır. Elde edilen sonuçların istatistiksel olarak bir anlam ifade edebilmesi, bu analizler sırasında yapılan varsayımların geçerliliğinin test edilmesine dayanmaktadır. Yapılan bu varsayımlar aşağıdaki gibi özetlenebilir:

- seçilen modelin matematiksel formu uygundur, $E(\varepsilon_i) = 0$
- denemelerde ε_i normal dağılım gösterir, ve $\text{Var}(\varepsilon_i) = \sigma^2$ sabittir
- Rasgele hatalar birbirinden bağımsızdır [$\text{Cov}(\varepsilon_i, \varepsilon_j) = 0; (i \neq j)$]

Rastgele hatanın normal dağılıma sahip olması katsayılar ve regresyon modelinin önemliliği üzerinde yapılan hipotez testlerinin geçerliliği açısından önemlidir. Rastgele hatanın birbirinden bağımsız ve varyansının sabit olması ise en iyi yansız katsayı tahminleyicilerinin (b) elde edilmesini sağlamaktadır [39].

Kalıntılar, rastgele hata teriminin (ε_i) davranışını yansıttığı için bu varsayımların test edilmesinde ve modelin uygunluğunun belirlenmesinde önemli rol oynamaktadır. Kalıntı analizi hem grafiksel hem de analitik yöntemler kullanılarak gerçekleştirilebilir [39].

Kalıntıların normal olasılık grafiğinin çizilmesi, normal dağılımdan sapmayı belirlemede oldukça kullanışlıdır. Bu grafikte, kalıntıların düz bir çizgi oluşturması bu varsayımının karşılandığının bir göstergesidir. Düz çizgi üzerindeki ufak saçılmalar, varsayımın geçerliliğini etkilememektedir. Kalıntılar bu doğru etrafında “S” şeklinde bir desen oluşturursa, normal dağılımdan sapma olduğu anlaşılır ve iyileştirici bir yöntem olarak veri transformasyonuna başvurulur [39].

Sabit varyans varsayımı kalıntıların (e_i) model tahminlerine (\hat{y}_i) karşı çizildiği grafik kullanılarak test edilebilir. Bu grafikte kalıntıların, rastgele bir saçılma göstermesi beklenmektedir. Megafon şeklinde ($<$) genişleyen varyans, bu varsayımın geçerli olmadığını belirtmektedir. Kalıntılar arasında bir korelasyon olup olmadığı ise gözlem sırasına karşı kalıntıların çizilmesi ile elde edilen grafikten belirlenebilir. Bu grafikte de kalıntıların sıfır çizgisi etrafında rastgele saçılması beklenmektedir [39].

4.4.3 Optimizasyon

Proseslerin optimizasyonunda genellikle sistemin performansını veya ürünün kalite kriterlerini belirleyen çok sayıda yanıtla çalışılır. Bu yanıtların bazıları maksimum seviyede tutulurken bazılarının da minimum seviyede tutulması arzu edilir. Bir çok durumda, yanıtları birbirleri ile rekabet halindedir, diğer bir ifadeyle bir yanıtın geliştirilmesi diğeri üzerinde ters etki oluşturabilir. Dolayısıyla, optimizasyon çalışmalarında sistemi karakterize eden tüm yanıtların hep birlikte ele alınması gerekmektedir. Ancak bu durumda, optimizasyon oldukça karmaşık bir hal alır. Bu problemi çözmek için farklı yaklaşımlar öne sürülmüştür. Bu yaklaşımlardan bir tanesi çok yanıtli optimizasyon problemlerinin kısıtlanmış optimizasyon problemi olarak formüle edilmesidir. Bu yöntemde, seçilen bir tane yanıt $[\hat{y}_i = f_i(x_1, x_2, \dots, x_k)]$ optimize edilirken diğelerinin belli kısıtlamalar konularak kabul edilebilir sınırlar içerisinde tutulması amaçlanmaktadır:

$$\text{Max (min) } \hat{y}_i$$

$$\text{Kısıtlamalar; } L_i \leq \hat{y}_i \leq U_i, (i=2,3, \dots, l)$$

$$x_k \in R$$

Burada, k bağımsız değişken sayısını, l yanıt sayısını, L_i ve U_i diğere yanıtlar için sırasıyla alt ve üst sınırı, x bağımsız değişkenleri ve R ise deneysel bölgeyi temsil etmektedir. Görüldüğü gibi bu yöntemle çok yanıtli sistemlerin optimizasyonunda temel amaç olan tüm yanıtlar arasında en iyi dengenin sağlanması karşılanamamaktadır [39].

Çok yanıtli optimizasyon problemlerinin çözümü için ikinci bir yaklaşım ise yanıtların izohips eğrilerinin çizilerek üst üste yerleştirilmesidir. Ancak bu yaklaşım, çok sayıda bağımsız değişkenin (dört veya daha fazla) bir arada incelendiği durumlar için kullanılabilirliğini kaybetmektedir. Ayrıca, yanıtların çok farklı skalaya sahip olması aynı grafik üzerinde gösterilmelerini de zorlaştırmaktadır [39].

Diğere bir yaklaşım ise, endüstriyel uygulamalarda da yaygın olarak kullanılan “desirability fonksiyonu” yöntemidir. Bu yöntem, tüm yanıtların “desirability fonksiyonu” olarak tanımlanan tek bir fonksiyon altında toplanmasını ve bu fonksiyonun arzu edilen sonuçları verecek şekilde maksimize edilmesini içermektedir. Farklı skalaya sahip yanıtların birlikte incelenebilmesi, yanıtların tek bir fonksiyona kolayca dönüştürülebilmesi ve kalitatif ve kantitatif yanıtların kullanılabilmesi bu

yöntemin önemli avantajları arasındadır. Desirability fonksiyonu metodu ilk olarak Haarrington (1965) tarafından ortaya atılmıştır, sonra Derringer ve Suich (1980) tarafından daha farklı ve kolay bir forma dönüştürülmüştür [39].

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

5.1 Deneylerde Kullanılan Cihazlar

Computreater Cihazı

Kord bezi yüzey işleme için Litzler Co. Computreater 2000 marka cihaz kullanılmıştır. Sistem, 3 fırın bölmeli, 2 banyo sistemli ve 5 gerdirme bölgesi olan tek kord yüzey işleme (terbiye) pilot tesisidir. Sistem, ancak bir kodun geçmesine olanak sağladığı için, tüm denemeler kord bezi ile değil, tek kord ile çalışılmıştır. Tek kord sonucunun, kord bezinden seçilerek test edilecek tek kordu temsil ettiği, daha önce gerçekleştirilmiş olan denemelere istinaden bilinmektedir. Şekil 5.1 de kullanılan terbiye ve banyo cihazının fotoğrafı verilmiştir. Şekil 5.2 de, tek kordun Computreater cihazı boyunca izlediği yol tarif edilmiştir.



Şekil 5.1 Computreater cihazı



Şekil 5.2 Kordun computreater cihazı içerisinde izlediği yol

Hidrolik Pres

Kord-kauçuk yapışma ölçümünün yapılması için kord ile kauçuk yapışmasını sağlayan PHI marka 20 tonluk hidrolik pres kullanılmıştır (Şekil 5.3). Otomatik olarak sıcaklık ve basınç uygulayabilen bu cihaz kord ve kauçuk arasında vulkanizasyonu sağlayarak kordun kauçuk karışımına bağlanmasını sağlamaktadır.



Şekil 5.3 Hidrolik pres

Tensiometre

Kord-kauçuk yapışma ölçümleri için Instron 4502 cihazı kullanılmaktadır (Şekil 5.4). Farklı yapışma testleri için farklı çeneler kullanılır. Kopma mukavemeti, kopmada uzama, 6.8 kg'da uzama, H yapışma ve Tek Kord Şerit Yapışma ölçümleri için bu cihaz

kullanılmıştır. Ölçümler, cihazın otomatik olarak bağlı olduğu bilgisayar yardımı ile alınmaktadır.



Şekil 5.4 Tensiometre Cihazı

% Kısalma Testi

Sıcaklık etkisi altında kordun kısalma miktarı ve kısalma esnasında gösterdiği direncin ölçümünde kullanılabilir. Bu tez kapsamında, kordun % kısalma değerini ölçmek amacı ile kullanılmıştır. Sıcaklık kontrolü bulunan bir çelik fırın ve verilerin derlendiği bir yazılımdan oluşmaktadır.



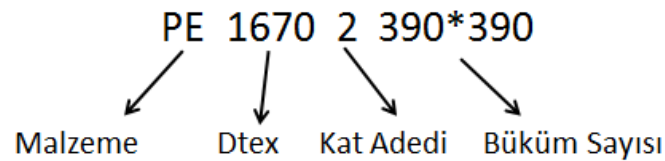
Şekil 5.5 % kısıalma ölçüm cihazı (Testrite)

Minitab Release 16

Deney sonuçlarının analiz edilmesinde Minitab Release 16 programı kullanılmıştır. Bu program değişken etkilerinin grafiksel gösterim yöntemi olarak da kullanılmaktadır.

5.2 Deneylerde Kullanılan Malzemeler

Kordsa Global İzmit tesisinde üretilen 792 kodlu poliester (PE) iplik kullanılmıştır. 1670 dtex olarak üretilmiş olan poliester iplik, 2 katın birbiri etrafında, metrede 390 kez döndürülmesi (tpm) ile büküm işlemi tamamlanmış kord ipliği haline getirilmiştir. Dtex, 10.000 metre uzunluğunda bir ipliğin gram cinsinden ağırlığını ifade etmektedir. Sistematik tanımı PE 1670 2 390*390 olarak betimlenmektedir (Şekil 5.6). Denemeler esnasında yüzeyi aktiflenmemiş poliester kord ipliği kullanılmıştır (Bknz Bölüm 3).



Şekil 5.6 Poliester kord kodlaması

Büküm ve dokuma işlemlerinden sonra elde edilen kord bezi ile kauçuk karışımının yapışmasını sağlayabilmek amacıyla hem kord bezine, hem de kauçuk karışımına bağlanabilecek bir kimyasal olan RFL (Resorsinol+formaldehit+lateks) çözeltisi kullanılmaktadır. RFL karışımı hazırlama detayları Bölüm 4'de verilmiştir. RFL çözeltisinin içerdiği resorsinol ve formaldehit poliester esaslı ham kord bezi ile lateks ise kauçuk ile kimyasal olarak bağlanmaktadır.

Poliester kordların iyileştirme işleminde kullanılmakta olan aktifleyici 1. banyo (1.Kimyasal Karışım) ve RFL banyosu (2. Kimyasal Karışım) kimyasal karışımının içerikleri aşağıda verilmiştir.

Çizelge 5.1 Genel aktifleyici 1. banyo bileşimi

Kullanılan kimyasallar	Bileşimdeki miktar(% ağırlık)
Bloke izosiyonat	2
Epoksi Reçine	1
Saf Su	97
TOPLAM	100

Çizelge 5.2 Genel RFL 2. banyo bileşimi

Kullanılan kimyasallar	Bileşimdeki miktar(% ağırlık)
Yumuşak su	49.0
Vinil Piridin lateks	42.0
Amonyak	3.5
Formaldehit, %37	2.9
Resorsinol	1.9
Kostik (NaOH), %10	0.5
Köpük giderici+B4	0.1
TOPLAM	100

Yapışma testlerinin yapılması aşamasında farklı iki kauçuk karışımı kullanılmaktadır. Tek Kord Şerit Yapışma testi için HSC 283 kodlu standart kauçuk hamuru, H yapışma testi için ise GT kodlu standart kauçuk hamuru kullanılmıştır.

Bölüm 5.5’de detaylandırılmış olan kord bezi yüzey modifikasyonu denemelerinde 3 farklı tip silika kullanılmıştır. Kullanılan silika özellikleri, markaları ve üretici firma bilgileri Çizelge 5.3’de verilmiştir. Presilanize silika ile gerçekleştirilen denemelerde, The Dow Chemical Company ürünü olan Triton X 100 (oktilfenol etilen oxide) dispers ajanı olarak kullanılmıştır.

Çizelge 5.3 Kord bezi yüzey modifikasyonu denemelerinde kullanılan malzemeler

Silika Tipi	Marka	Firma	Yüzey Alanı (m ² /g)	İçerik
Presilanize Silika	Coupsil 8113	Evonik	180	100 kısım Ultrasil VN3 tipi silika ile 12,7 kısım Si69 (Bis (tri-etoksipropil)polisulfid)
Nano Silika Dispersiyonu	Dispercoll S 5005	Bayer AG	50	50 kısım amorf silikon dioksit
Nano Silika Dispersiyonu	Dispercoll S 3030	Bayer AG	300	30 kısım amorf silikon dioksit

5.3 Kord Bezi Mekanik Dayanıklılığının Belirlenmesi

5.3.1 Uygulanan testler

Fiziksel Özellik Tayini

Kord (iyileştirme işleminden geçiş, kord bezi çözgü iplikleri) fiziksel özellikleri belirlemek amacıyla ASTM D 885–06 test yöntemleri kullanılmaktadır.

İyileştirme işleminden geçmiş kordların kopma dayanımı ve belirli kuvvetlerdeki uzamaları Instron cihazında ölçülmektedir. Burada kordlar test edilmeden önce 45°C de 15 dakika şartlandırılmaktadır.

Kopma dayanımı, kopmadaki uzama ve 6.8 kg'da uzama değerleri bu test yöntemine göre belirlenir.

Kordun fiziksel özelliklerini belirlemek üzere Instron cihazının her iki çenesine kordu yerleştirdikten sonra belirli bir ön germe verilerek, belirli hızlarda çekilerek yapılan testlerdir. Yapılan çalışmalar 5 kez tekrar edildikten sonra alınan değerler bilgisayar tarafından otomatik olarak kaydedilir.

$$KU = \left[\frac{\text{kordun son uzunluğu (cm)} - \text{kordun ilk uzunluğu (cm)}}{\text{kordun ilk uzunluğu (cm)}} \right] * 100 \quad (5.1)$$

Yüksek Sıcaklıktaki Kısılması

Testrite cihazı ile yüksek sıcaklıkta boyca ağırlıklı kısılma ölçümü testidir ve ASTM D 4974-04 yöntemine göre gerçekleştirilmektedir. Burada kordlar test edilmeden önce 24

saat standart laboratuvar koşullarında bekletilir. Standart laboratuvar koşulları: sıcaklık: 24± 2 °C, bağıl nem: % 55± 3.

Test edilecek kordun uzunluğu yaklaşık 75 cm olmalıdır. Test için kullanılan Testrite cihazının sıcaklığı 177 °C, korda verilen ön germe 126 gr ve kordun cihaz içerisinde kalış süresi 2 dakikadır. Uygulanan işlem sonrasında kordların boyları ölçülerek kaydedilir. Ölçüm 5 kez tekrar edildikten sonra ortalama değerler alınarak % kısalma hesaplanır.

$$\% \text{ Kısalma} = \left[\frac{\text{kordun ilk uzunluğu (cm)} - \text{kordun son uzunluğu (cm)}}{\text{kordun ilk uzunluğu (cm)}} \right] * 100 \quad (5.2)$$

5.3.2 Pilot tesiste tek kord yüzey işlemi (Terbiye işlemi)

Yüzey işlemi için 3 fırınlı, 2 banyo sistemli ve 5 gerdirme bölmeli Computreater 2000 marka cihaz kullanılmaktadır. Kord, birinci banyo bölgesinde yüzey aktivasyon banyosuna, ikinci banyo bölgesinde ise RFL banyosuna daldırılmaktadır. Isıl işlem fırınlarından çıkan kord bir makara üzerine sarılır. Şekil 5.1 ve 5.2 de sistemin tamamı gösterilmiştir.

5.3.3 Yapışma Dayanımı Testleri

5.3.3.1 H yapışma

Bu yapışma testinde amaç yüzeyi yapıştırıcı kimyasal ile kaplanmış ve terbiye işlemine tabi tutulmuş kordlar ile kauçuk karışımı arasındaki kimyasal bağın durumunu kontrol etmektir. H yapışma testi ASTM D 4776 standardına göre yapılmıştır.

H yapışma testi için yaklaşık 50 cm boyunda kord numuneleri hazırlanır ve uçlarından birbirine düğümlenir. 6 x10 kalıpları ile 1670 dtex poliester kordları için aynı anda 2 ayrı numunenin testi yapılır. Test edilecek kordlar birden fazla ise birbirine karışmaması için düğümlerin ucuna kord numarasını yazan bir bant yapıştırılır. Rutubet kapmaması ve ışığa maruz kalmaması için siyah polietilen torbaya koyarak ağzı kapalı olarak test edilene kadar saklanmalıdır.

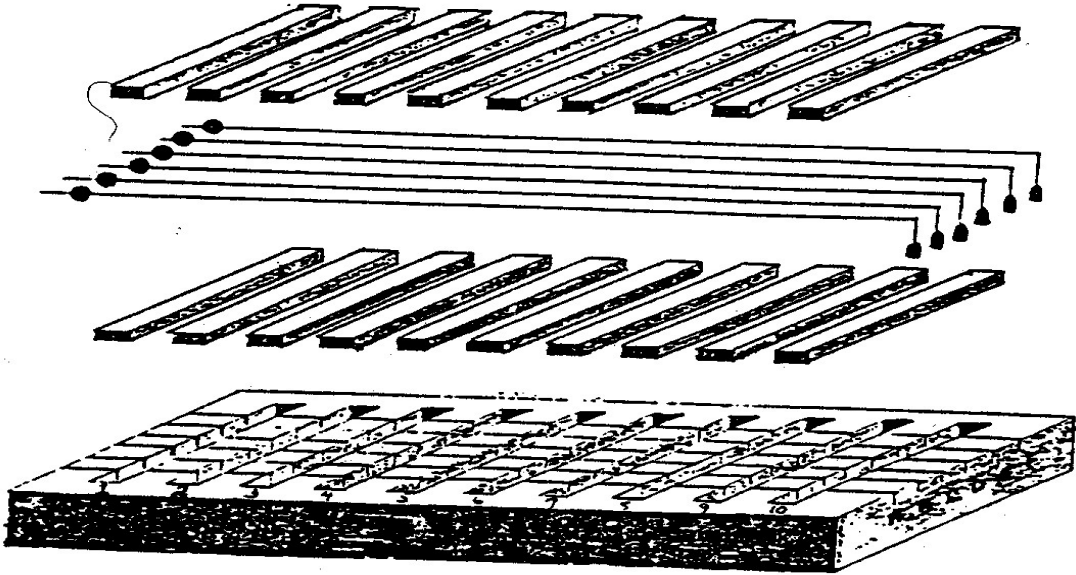
Daha önceden uygun boyutlarda kesilerek hazırlanmış olan kauçuk hamurdan (lastik karışımı, GT lastik hamuru) bir kalıp için gerekli miktar olan 16 adet alınır. Polietilenlerini çıkararak açılmış yüzeyleri üste gelecek şekilde yerleştirilir. Bu

yüzeyle el değmemesine dikkat edilmelidir. Hazırlanan hamurların açılmış yüzeyleri üste gelecek şekilde kalıptaki yuvalarına hızlı ve dikkatli bir şekilde yerleştirilir (Şekil 5.7).



Şekil 5.7 H yapışma için kullanılan kalıp resmi

Şekil 5.8’de şematik olarak gösterildiği gibi, test edilecek kordlar alınıp, düğümlü uçlarını yan yana olan iki kord yuvasına tutturarak boydan boyya geçirilir. Kordun ortasına da iki yuvaya ait parça için 100 gr’lık ön germe ağırlığı asılır. Diğer iki yuvaya da diğer kordu aynı şekilde yerleştirip ön germe ağırlığı takılır.

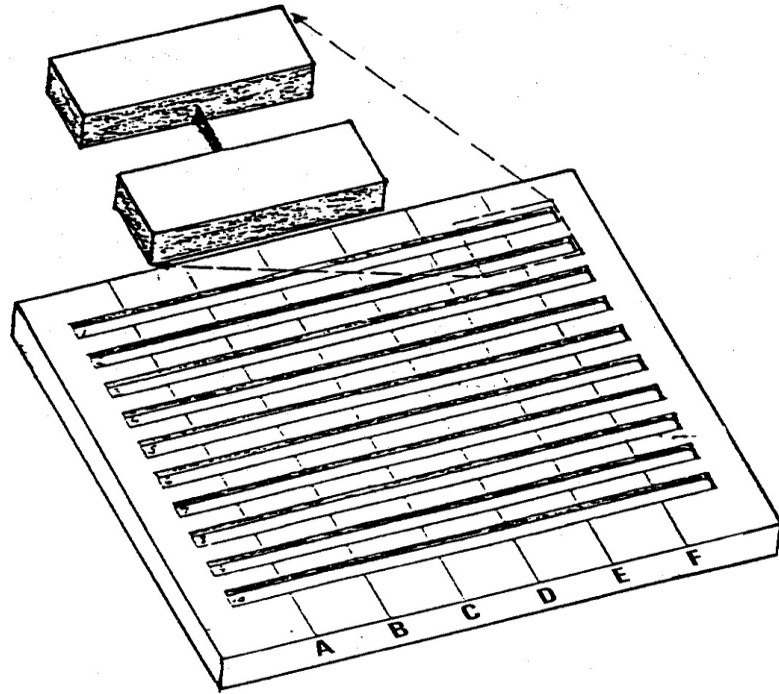


Şekil 5.8 Kordların test kalıbına yerleştirilmesi

Diğer hamurları açılan yüzeyleri kalıba yerleştirilmiş olan hamurun üstüne gelecek şekilde tam üst üste çakıştırarak yerleştirilir. Yerleştirme işlemi tamamlandıktan sonra

diğer düz plaka tam üst üste gelecek şekilde pres plakalarının tam ortasına yerleştirilir. Tüm bu işlemler üç dakikada tamamlanmalıdır. Hazırlanan kalıp 153 ± 2 °C sıcaklıkta, 3.2 MPa basınçta 25 dakika süre ile ısıtım işlem uygulanır (pişirilir). Bu süre sonunda kalıptan hiç bekletilmeden çıkartılır.

Ön germe ağırlıkları kalıptan alındıktan sonra kalıbın üst plakası tornavida veya lastik çekiç ile alınır. Kordlardan tutarak tornavida yardımı ile yapışma numunesi derhal çıkartılır. Numune hemen soğuk bir yere alınıp 30 dakika bekletilir. Daha sonra kordlara paralel olarak hamurun tam ortasından kesilir. Her bir numune orta doğrusu kord olan H şekli ile elde edilerek kesilir (Şekil 5.9). Bu şekilde elde edilen numunelerin dışarı taşan hamurları makasla temizlenir.



Şekil 5.9 Kord ve kauçuk ile H şeklinde test numunesi hazırlanması

Instron cihazına H yapışma çeneleri takılarak kalibrasyonu yapılır. Her kord için 8 tekrar yapıldıktan sonra otomatik olarak sonuçlar bilgisayardan alınır. Yapışmanın birimi kgf/kord olarak verilmektedir.

5.3.3.2 Tek kord şerit yapışma testi

Bu yapışma testinde de amaç banyo edilmiş kordlar ile kauçuk karışımı arasında oluşturulan kimyasal bağın durumunu kontrol etmektir. Tek kord şerit yapışma testi için “Kordsa şerit kord yapışma testi” standartları kullanılmıştır.

Tek kord şerit yapışma testi için yaklaşık 75 cm boyunda kord numuneleri hazırlanır. Aynı anda 3 farklı kord numunesinin testi yapılabilir. Kalıbın yapışma numunesi verecek bölümüne 3 kord 7 kez geçecek şekilde yerleştirilir. Bunu yaparken kordun tüm kısımlarının aynı gerginlikte olduğu el değmeden kordun kalıbın dışında kalan yerinden kontrol edilir. Test yapılacak kısma ince hamur yerleştirilip (test hamuruna yapışmaması için) üzerine selefon bant yerleştirilir. İnce hamur üzerine testi yapılan kord numarası yazılır. Daha önceden uygun boyutlarda kesilerek hazırlanmış olan kauçuk hamuru (lastik karışımı, HSC 283 kodlu standart hamuru) kalıp içine düzgünce yerleştirilir (Şekil 5.10).

160±2 °C sıcaklıkta, 2.4 MPa basınçta 20 dakika süre ile pişirilir. Bu süre sonunda kalıp hiç bekletilmeden çıkartılır. Kord ile kauçuk karışımı arasındaki bağın, yüksek sıcaklıktaki dayanımını ölçümlmek amacı ile, bu tez çalışması dahilinde pişirme süresi 20 dakika ve 60 dakika olarak çalışılmıştır.



Şekil 5.10 Tek kord şerit yapışma testinde kullanılan numune hazırlama kalıbı

Kalıp prestlen alındıktan sonra kalıbın üst plakası tornavida veya lastik çekiç ile alınır. Kordlardan tutarak tornavida yardımı ile hazırlanan kord-kauçuk numunesi derhal çıkartılır. Numune hemen soğuk bir yere alınıp 30 dk. bekletilir. Her bir numunenin 1. ve 7. kordları kesilerek 5 kord ile çekim yapılır.

Instron cihazına şerit yapışma çeneleri takılarak kalibrasyonu yapılır. Kordlar üst çeneye, hamur kısmı alt çeneye takılarak çekme testi yapılır. Her kord için 2 tekrar

yapıldıktan sonra otomatik olarak sonuçlar bilgisayardan alınır. Yapışmanın birimi kgf/kord olarak verilmektedir.

5.4 Deneysel Tasarım ile Belirlenen Yüzey İşlemi Denemeleri

Kord bezi iyileştirme işlemi sıcaklık ve süre değişkenleri optimizasyonunda, iki ayrı yol izlenmiştir. Üç sıcaklık fırınından oluşan sistemde iki fırına ait işlem değişkenleri sabit tutularak bir fırındaki değişkenlik faktöriyel tasarım yöntemi ile incelenmiştir. Bu her üç fırın için de tekrar edilmiştir. Aynı zamanda, ürün nihai özellikleri açısından önemli olduğu bilinen 2. ve 3. fırın değişkenleri aynı anda değiştirilerek ve 1. Fırın işlem parametreleri sabit tutularak “Response Surface Desing” yöntemi ile çalışılmıştır. Modellerin oluşturulmasına ilişkin detaylı bilgi Bölüm 7’de açıklanmaktadır. Kord bezi yüzey işlemi (terbiye işlemi) parametre optimizasyonu çalışmalarında yüzey işlem kimyasalları değiştirilmemiş, aynı içerikteki kimyasal karışımlar kullanılmıştır.

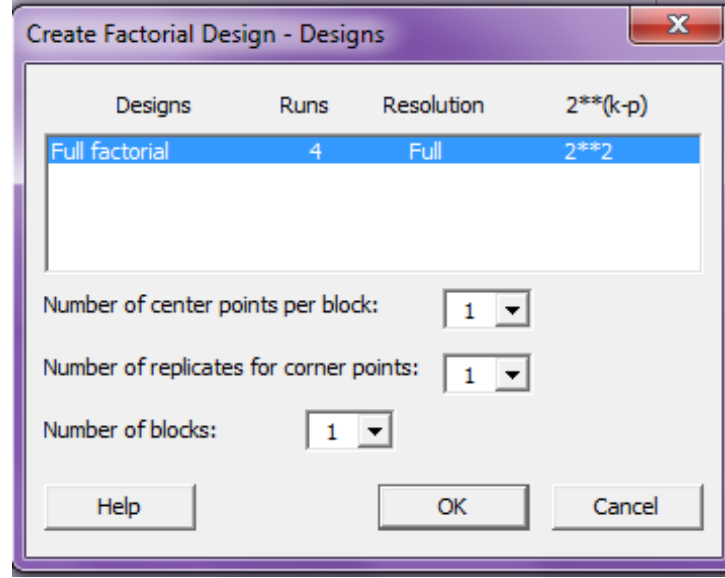
Kord bezinin yüzey işleminin gerçekleştirildiği, Bölüm 2’de Şekil 2.5 ile gösterilmiş olan yüzey işlem prosesindeki banyoları takip eden fırın sıcaklıkları ve fırında kalma sürelerine bağlı olarak kord bezi fiziksel özellikleri (kopma mukavemeti, kopmada anındaki % uzama değeri, % kısalma değeri, 6.8 kg yük altında % uzama değeri) ve kord bezi kauçuk bağlanma dayanımları (tek kord şerit yapışma değeri, H yapışma değerleri) ölçümlenmiştir.

Yüzey işleminde kullanılan 3 fırın için de çalışmalar ayrı ayrı yürütülmüştür. Farklı fırınlarda gerçekleştirilen çalışmaların kıyaslanabilmesi için referans iyileştirme koşulları seçilmiş ve belirlenen referans proses Çizelge 5.4’te verilmiştir.

Çizelge 5.4 Referans yüzey işlem prosesi koşulları

Terbiye İşlem Bölgesi	Değer	Birim
1. Fırın Sıcaklığı	240	°C
1. Fırın Süresi	40	saniye
2. Fırın Sıcaklığı	140	°C
2. Fırın Süresi	40	saniye
3. Fırın Sıcaklığı	230	°C
3. Fırın Süresi	40	saniye

Tam etkensel tasarım yöntemi esasına dayanarak Minitab programında 2 değişken ve 2 kademeli (2^2) bir model oluşturulmuştur. Oluşturulan model denkleminde merkez noktası ve blok sayısı 1 olarak belirlenmiştir. Deney tasarımı doğrultusunda 5 farklı koşulda gerçekleştirilecek deney grupları oluşturulmuştur. Her bir deney grubu ilgili bölümde değerlendirilmiştir. Minitab programı çalışma sayfası Şekil 5.11’de verilmiştir.



Şekil 5.11 Minitab programı çalışma sayfası

5.4.1 1. fırın sıcaklık ve süre değişimi modeli için gerçekleştirilen denemeler

Ürün özelliklerinin 1. Fırın sıcaklığına ve maruziyet süresine bağlı olarak değişiminin incelenmesinde yapılan çalışmalar bu bölümde özetlenmiştir. Tam etkensel tasarım yöntemi kullanılarak 2 değişken ve 2 kademeli (2^2) bir model oluşturulmuştur. Merkez noktası ve blok sayısı 1 olarak belirlenmiştir. Fırın sıcaklığı ve süresi için girilen değer aralıkları Çizelge 5.5’de verilmiştir. 1. Fırın, üç fırınlı bir sistemde 1. işlem bölgesini temsil etmektedir. Aktivasyon banyosu ile kaplanan kord 1. Fırında kurutularak 2. banyoda RFL ile kaplamaya hazır hale getirilmelidir. Poliester kordların erime sıcaklığı $255\text{ }^{\circ}\text{C}$ dir. Bu nedenle azami sıcaklık $245\text{ }^{\circ}\text{C}$ olarak belirlenmiştir.

Çizelge 5.5 1. fırın sıcaklık ve süre sınır değerleri

1. Değişken	1. Kademe	1. Fırın Sıcaklığı min.	200	°C
	2. Kademe	1. Fırın Sıcaklığı max.	245	°C
2. Değişken	1. Kademe	1. Fırın maruziyet süresi min.	20	s
	2. Kademe	1. Fırın maruziyet süresi max.	120	s

Girilmiş olan parametreler doğrultusunda 2^2 tam etkensel tasarım yöntemi ile Çizelge 5.6'da listelenmiş olan beş basamaklı deney seti oluşturularak, 2. ve 3. fırın sıcaklıkları Çizelge 5.6'da verilmiş olan referans değerlerde sabit tutularak computreater-laboratuvar ölçekli yüzey işlemi (terbiye) pilot tesisinde çalışılmıştır. Computreater cihazı proses kısıtlamaları doğrultusunda, kord ipinin hattan geçiş hızı tüm deneyler için sabit tutularak maruziyet süresi tekrar hesaplanmıştır. Değerlendirme kısmında yapılan denemelerde gerçekleştirilen maruziyet süreleri kullanılmıştır.

Çizelge 5.6 Minitab programı ile tasarlanan deneylerin koşulları

Sistem No	Standart Sıralama	Çalışma Sıralaması	Merkez Noktası	Blok	1. Firm		Pas Sayısı	Computreater Hızı (m/dak)	1. Firm		2. Firm		3. Firm	
					Maruziyet Süresi (1t)	Sıcaklığı (1T)			Maruziyet Süresi (1t)	Gerçekleştirilen (1t)	Maruziyet Süresi (2t)	Sıcaklığı (2T)	Maruziyet Süresi (3t)	Sıcaklığı (3T)
29800	2	1	1	1	244	20	1	7.2	23	140	70	230	70	
29801	5	2	0	1	222	70	3	7.2	70	140	70	230	70	
29802	1	3	1	1	200	20	1	7.2	23	140	70	230	70	
29803	4	4	1	1	243	120	5	7.2	117	140	70	230	70	
29804	3	5	1	1	200	120	5	7.2	117	140	70	230	70	

5.4.2 2. fırın sıcaklık ve süre değişimi modeli için gerçekleştirilen denemeler

2 değişken ile 2 kademeli (2^2) olarak oluşturulan modelde kullanılan sınır değerler Çizelge 5.7’de listelenmiştir. 2. Fırın, kurutma işleminin gerçekleştirildiği bölgedir. 2. Fırından çıkan kord, 3. Fırında yüksek sıcaklığa gireceği için düşük sıcaklıklarda da çalışılabilmektedir. Bu nedenle, en düşük sıcaklık kurutmaya uygun olarak 120 °C, en yüksek sıcaklık ise poliester kordların erime sıcaklık sınırı sebebi ile 245 °C olarak belirlenmiştir.

Çizelge 5.7 2. Fırın sıcaklık ve süre sınır değerleri

1. Değişken	1. Kademe	2. Fırın Sıcaklığı min.	120	°C
	2. Kademe	2. Fırın Sıcaklığı max.	245	°C
2. Değişken	1. Kademe	2. Fırın maruziyet süresi min.	20	Saniye
	2. Kademe	2. Fırın maruziyet süresi max.	120	Saniye

Girilmiş olan sınırlar doğrultusunda tam etkensel tasarım yönteminin belirlemiş olduğu deney koşulları ve computreater cihazı kabiliyetleri doğrultusunda hesaplanan yeni maruziyet süreleri Çizelge 5.8’de verilmiştir.

Çizelge 5.8 Minitab programı ile tasarlanan deneylerin koşulları

Sistem No	Standart Sıralama	Çalışma Sıralaması	Merkez Noktası	Blok	2T	2 t _t	Pas Sayısı	Computer Hızı (m/dak)	2 t _g	1T	1t _t	3T	3t _t
29795	5	1	0	1	182.5	70	3	7.2	70	240	70	230	70
29796	1	2	1	1	120	20	1	7.2	23	240	70	230	70
29797	3	3	1	1	120	120	5	7.2	117	240	70	230	70
29798	4	4	1	1	245	120	5	7.2	117	240	70	230	70
29799	2	5	1	1	245	20	1	7.2	23	240	70	230	70

5.4.3 3. fırın sıcaklık ve süre değişimi için gerçekleştirilen denemeler

2 değişken ile 2 kademeli (2^2) olarak oluşturulan modelde kullanılan sınır değerler Çizelge 5.9'de verilmiştir. 3. Fırın ikinci işlem bölgesini temsil etmektedir. RFL, aktivasyon banyosu ve poliester arasındaki reaksiyon bu aşamada oluşmaktadır. Reaksiyon sıcaklıklarına çıkabilmek için 3. Fırında en düşük sıcaklık 210 °C, en yüksek sıcaklık ise 245 °C olarak belirlenmiştir.

Çizelge 5.9 3. Fırın Sıcaklık ve Süre Sınır Değerleri

1. Değişken	1. Kademe	3. Fırın Sıcaklığı min.	210	°C
	2. Kademe	3. Fırın Sıcaklığı max.	245	°C
2. Değişken	1. Kademe	3. Fırın maruziyet süresi min.	20	Saniye
	2. Kademe	3. Fırın maruziyet süresi max.	90	Saniye

Girilmiş olan sınırlar doğrultusunda tam etkensel tasarım yönteminin belirlemiş olduğu deney koşulları ve computreater cihazı kabiliyetleri doğrultusunda hesaplanan yeni maruziyet süreleri Çizelge 5.10'da verilmiştir.

Çizelge 5.10 Minitab programı ile tasarlanan deneylerin koşulları

Sistem No	Standart Sıralama	Çalışma Sıralaması	Merkez Noktası	Blok	3T	3t	Pas Sayısı	Computer Hızı (m/dak)	3tg	1T	1 t	2T	2t
29770	5	1	0	1	227.5	55	3	9.3	54	240	54	140	54
29771	2	2	1	1	245	18	1	9.3	18	240	54	140	54
29772	1	3	1	1	210	18	1	9.3	18	240	54	140	54
29773	3	4	1	1	210	90	5	9.3	90	240	54	140	54
29774	4	5	1	1	245	90	5	9.3	90	240	54	140	54

5.4.4 2. ve 3. fırın sıcaklık ve süre değişiminin birlikte değerlendirmesi

Bu deney setinin kurgulanmasındaki amaç 2. ve 3. fırınlar arası etkileşimi tespit etmektir. Tam etkensel tasarım kullanılarak 17 deney ile model oluşturulabilirdi. Ancak, belirlenen değer aralığının dışında kalabilecek alan hakkında yorum yapmak mümkün olmayacaktır. Aynı zamanda değişkenlerin etkileşimini saptamak da tam etkensel tasarım yöntemi ile mümkün değildir (Bknz Bölüm 4). Tepki yüzey tasarımı kullanılarak belirlenen sınır değerlerin dışına atılan değerler ile, modelin belirlenenden daha geniş bir değer aralığında çalışması sağlanmıştır. Tam etkensel tasarım ile tepki yüzey tasarımı arasındaki farklılık Bölüm 4’te detaylandırılmıştır.

Bu deney seti 31 denemeden oluşmaktadır. 4 değişken 4 yüzeyde incelenmiştir ve 16 adet köşe noktası, 7 adet merkezi nokta ve 8 adet aksel nokta ile toplam 31 deney noktası belirlenmiştir.

Aynı zamanda değişkenler arası etkileşimi görebilmek ve daha kesin bir yaklaşım oluşturabilmek için 2. ve 3. Fırın sıcaklık ve zaman modellemesinde tepki yüzey tasarımı kullanılmıştır. 2. ve 3. Fırın sıcaklık ve süre sınır değerleri Çizelge 5.11’de listelenmiştir.

Çizelge 5.11 2. ve 3. Fırın Sıcaklık ve Süre Sınır Değerleri

1. Değişken	1. Kademe	2. Fırın Sıcaklığı min.	120	°C
	2. Kademe	2. Fırın Sıcaklığı max.	160	°C
2. Değişken	1. Kademe	2. Fırın maruziyet süresi min.	20	Saniye
	2. Kademe	2. Fırın maruziyet süresi max.	120	Saniye
3. Değişken	1. Kademe	3. Fırın Sıcaklığı min.	200	°C
	2. Kademe	3. Fırın Sıcaklığı max.	250	°C
4. Değişken	1. Kademe	3. Fırın maruziyet süresi min.	30	Saniye
	2. Kademe	3. Fırın maruziyet süresi max.	90	Saniye

Girilmiş olan sınırlar doğrultusunda tepki yüzey tasarım yönteminin belirlemiş olduğu deney koşulları ve computreater cihazı kabiliyetleri doğrultusunda hesaplanan yeni maruziyet süreleri Çizelge 5.12’de verilmiştir.

Çizelge 5.12 Minitab programı ile tasarlanan deneylerin koşulları

Standart Sıralama	Çalışma Sıralaması	Merkez Noktası	Blocks	2T	2t	3T	3t	Com. Hızı (mdak)	1. Fırın Pas Sayısı			2. Fırın Pas Sayısı			3. Fırın Pas Sayısı		
									1T	1tg	2T	2T	2tg	3T	3T	3tg	
31	1	0	1	125	70	230	40	12.6	238	40	124	5	67	217	3	40	
2	2	1	1	150	20	200	20	8.4	238	3	149	1	20	198	1	20	
7	3	1	1	100	120	240	20	8.4	238	3	100	6	120	235	1	20	
17	4	-1	1	75	70	220	40	12.6	238	3	75	5	67	216	3	40	
28	5	0	1	125	70	220	40	12.6	238	3	40	5	67	217	3	40	
16	6	1	1	150	120	240	60	8.4	238	3	60	6	120	236	3	60	
20	7	-1	1	125	170	220	40	4.2	238	1	40	5	200	217	1	40	
8	8	1	1	150	120	240	20	8.4	237	3	60	6	120	235	1	20	
24	9	-1	1	125	70	220	80	6.3	238	1	27	3	80	217	3	80	
12	10	1	1	150	120	200	60	8.4	238	3	60	6	120	197	3	60	
1	11	1	1	100	20	200	20	8.4	238	3	60	1	20	197	1	20	
19	12	-1	1	0	0	220	40	12.6	238	3	40	0	0	217	3	40	
29	13	0	1	125	70	220	40	12.6	238	3	40	5	67	217	3	40	
22	14	-1	1	100	120	200	60	8.4	238	3	60	6	120	197	3	60	
11	15	1	1	100	120	200	20	8.4	238	3	60	6	120	197	1	20	
3	16	1	1	100	120	200	20	8.4	238	3	60	6	120	197	1	20	
27	17	0	1	125	70	220	40	4.2	238	1	40	1	40	216	1	40	
26	18	0	1	125	70	220	40	12.6	238	3	40	5	67	217	3	40	
10	19	1	1	150	20	200	60	8.4	238	3	60	1	20	198	3	60	
6	20	1	1	150	20	240	20	8.4	238	1	60	1	20	236	1	20	
23	21	-1	1	125	70	0	0	7.2	238	3	70	3	70	0	0	0	
15	22	1	1	100	120	240	60	8.4	238	3	60	6	120	236	3	60	
5	23	1	1	100	20	240	20	8.4	238	3	60	1	20	236	1	20	
4	24	1	1	150	120	200	20	8.4	238	3	60	6	120	197	1	20	
14	25	1	1	150	20	240	60	8.4	237	3	60	1	20	235	3	60	
25	26	0	1	125	70	220	40	12.6	238	3	40	5	67	217	3	40	
9	27	1	1	105	20	200	60	8.4	238	3	60	1	20	197	3	60	
18	28	-1	1	175	70	220	40	12.6	238	3	40	5	67	217	3	40	
30	29	0	1	125	70	220	40	12.6	238	3	40	5	67	217	3	40	
13	30	1	1	100	20	240	60	8.4	238	3	60	1	20	235	3	60	
21	31	-1	1	125	70	180	40	12.6	238	3	40	5	67	178	3	40	

5.4.5 2. ve 3. fırın sıcaklık ve süre değişiminden elde edilen modelin kontrol denemeleri

2. ve 3. fırın deneme sonuçları neticesinde fiziksel özelliklerin ve kord-kauçuk yapışma dayanımı özelliğinin değişkenlere bağlı modelleri oluşturulmuştur. Oluşturulan bu modellerin yapılacak yeni çalışmalara ışık tutması beklenmektedir. Örneğin, 6.8 kg yük altında tek kord % uzama değerinin hangi sıcaklık ve sürelerde elde edilebileceği model yardımı ile hesaplanabilmelidir. Bunun gerçekleşebilmesi için elde edilen modellerin yeni denemelerin sonuçlarına yakın değerler vermesi gerekmektedir.

Modellerin kesinliğini kontrol edebilmek amacı ile Bölüm 5.4.4'te belirtilen 2. ve 3. fırın sıcaklık ve maruziyet süreleri aralığında 5 deneme planlanmış ve computreater cihazında denemeler çalışılmıştır. Deneme koşulları Çizelge 5.13'de verilmiştir.

Çizelge 5.13 Oluşturulan modelin kontrolü için tasarlanan deneylerin koşulları

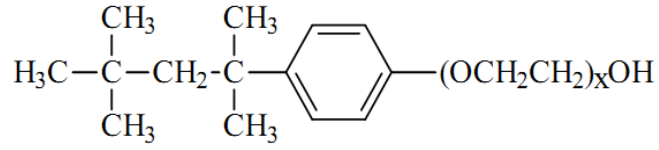
Sistem No	2T	2 t	1T	1t _t	3T	3t
29267	125	66.7	239	40	217	40
29268	125	66.7	239	40	208	40
29269	125	66.7	239	40	198	40
29270	125	66.7	239	40	189	40
29271	125	66.7	239	40	179	40

5.5 Kord Bezi Yüzey Modifikasyonu Denemeleri

5.5.1 Presilanize silika ile gerçekleştirilen denemeler

US 2009/0044893 patent çalışmasında kullanılan presilanize silika Evonik AG firmasından tedarik edilmiştir. Denemelerde kullanılan presilanize silika yüksek yüzey alanına sahip olan (180 m²/g) silika türü olduğu için tercih edilmiştir. İki aşamalı yüzey işleminde, 1. Banyo içeriği değiştirilmemiştir ve 2. Banyo olarak kullanılan RFL banyosuna Çizelge 5.14'te listelenen oranlarda presilanize silika eklenerek denemeler gerçekleştirilmiştir.

Banyo çalışmaları öncesi, presilanize silikanın nasıl disperse edileceğinin tespit edilmesi amacı ile laboratuvarında farklı konsantrasyonlarda çözeltiler hazırlanmıştır. Bu çözeltilerde Triton X 100 (Şekil 5.12) dispersiyon ajanı olarak kullanılmıştır.



Şekil 5.12 Triton X 100; oktilfenol etilen oksit'in kimyasal yapısı

Çizelge 5.14 Presilanize silika çözeltilerinin bileşimi (% ağırlık)

Deneme	1.	2.	3.	4.	5.
Su	76	86	92	87	93
Presilanize Silika	23	13	7	13	7
Triton X 100	1	1	1	-	-

Presilanize silikanın çökme ihtimaline karşılık hazırlanan çözeltiler gözlem altında tutulmuştur. Hazırlanan presilanize silika karışımlarının 24 saat sonunda görünüşleri incelendiğinde bileşiminde ağırlıkça % 1 oranında Triton X 100 bulunan 3 numaralı karışımda çökmenin olmadığı söylenebilir (Şekil 5.13). % 7 presilanize silika içeren 3 numaralı karışımda oluşan çökme fark edilmeyecek kadar düşüktür. Bu nedenle kord yüzey işleminde 3 numaralı çözelti bileşimine göre silika eklenerek denemeler planlanmıştır ve computreater cihazında gerçekleştirilmiştir. RFL bileşimi sabit tutulan banyoya ağırlıkça % 7.7, % 5.5 ve % 3.3 presilanize silika eklenmiştir. Çizelge 5.3'de verilen sıcaklık ve sürelerde yüzey işlemi tabii uygulanmıştır.



Şekil 5.13 Silika çözeltilerinin 24 saat bekleme süresi sonunda görüntüleri

5.5.2 Silika dispersiyonu ile gerçekleştirilen denemeler

Tez çalışması kapsamında eklenen silika nanopartiküllerinin boyutunun etkisini de görebilmek amacıyla iki farklı partikül boyutunda silika ile çalışılmıştır. Bu amaçla

Bayer AG firmasından temin edilen <20 nm ve 50-60 nm aralığında partikül boyutunda silika içeren dispersiyonlar farklı oranlarda RFL içerikli 2. banyoya eklenmiştir.

1. Partikül boyutu 50-60 nm aralığında ve % 50 konsantrasyona sahip silika dispersiyonu RFL içerikli 2. banyoya farklı oranlarda eklenmiştir. PE kord, laboratuvar koşullarında computreater cihazında 1. banyo içeriği değiştirilmeden RFL içerikli 2. banyoya 50-60 nm boyutlu silika eklenerek Çizelge 5.3'de belirtilen koşullarda yüzey işlemine tabi tutulmuştur. 50-60 nm boyutlu silika ile gerçekleştirilen denemelerin silika konsantrasyonları Çizelge 5.14'de verilmiştir ve Deneme 1 silika eklenmeden yapılan kontrol çalışmasıdır.

Çizelge 5.15 50-60 nm boyutlu silika konsantrasyonları

Deneme	1*	2	3	4
Silika Konsantrasyonu (% ağırlık)	0	1.00	2.00	4.00

*Kontrol denemesi

2. Partikül boyutu <20 nm ve % 30 konsantrasyona sahip silika dispersiyonu RFL içerikli 2. banyoya farklı oranlarda eklenmiştir. PE kord, laboratuvar koşullarında computreater cihazında 1. banyo içeriği değiştirilmeden RFL içerikli 2. banyoya <20 nm boyutlu silika eklenerek Çizelge 5.3'de belirtilen koşullarda yüzey işlemine tabi tutulmuştur. Denemelerin gerçekleştirildiği silika konsantrasyonları Çizelge 5.15'de verilmiştir ve Deneme 5 silika eklenmeden yapılan kontrol çalışmasıdır.

Çizelge 5.16 <20 nm boyutlu silika konsantrasyonları

Deneme	5	6	7	8	9
Silika Konsantrasyonu (% ağırlık)	0	0.75	1.50	2.25	3

*Kontrol denemesi

5.6 Yüzey İşlemi Sürecinin Modellemesi için Minitab Programı ile Deneysel Tasarım

PE kord yüzey işlemi denemeleri sonucunda elde edilen kord-kauçuk yapışma dayanımı ve kord fiziksel özellikleri sonuçları Minitab programı ile değerlendirilmiştir. Tek fırın parametreleri değerlendirmesinde tam etkensel tasarım deney seti oluşturan “Factorial design” aracı kullanılmıştır. “Factorial design” ile her iki değişkenin (sıcaklık ve süre) aynı anda parametreler üzerinde etkisi incelenmiştir. 2. ve 3. Fırın sıcaklık ve

sürelerinin etkisini birlikte incelemek için tepki yüzey tasarım aracı olan “Response Sureface Design” kullanılmıştır.

BÖLÜM 6

SONUÇLAR

6.1 Deneysel Tasarım ile Belirlenen Yüzey İşlemi Denemeleri Sonuçları

6.1.1 1. Fırın Proses Koşullarının Etkisinin İncelendiği Test Sonuçları

1. fırın işlem koşullarının değerlendirilmesi amacı ile gerçekleştirilen denemeler Bölüm 5.4.1’de verilmiştir. Gerçekleştirilen denemelerde elde edilmiş olan test sonuçları Çizelge 6.1’de listelenmiştir.

Çizelge 6.1 1. fırın sıcaklık ve süre değişimi modeli için elde edilen test sonuçları

Deneme No	Kopma Mukavemeti (kg)	Kopmada Uzama (%)	6.8 kg'da Uzama (%)	H-Yapışma Dayanımı (kg)	Tek Kord Şerit Yapışma Dayanımı (kg)	Kısalma (%)	1 Saat Pişirme Sonrası - (kg)
1	21.81	14.12	5.14	17.8	2.268	1	1.412
2	21.47	15.52	5.71	14.795	1.75	1.2	1.6
3	21.37	15.75	5.82	14.011	2.354	1.3	1.029
4	20.89	12.99	4.78	20.77	3.01	1.1	2.07
5	21.87	16.07	5.89	18.67	2.38	1.20	1.10

6.1.2 2. Fırın Proses Koşullarının Etkisinin İncelendiği Test Sonuçları

2. fırın işlem koşullarının değerlendirilmesi amacı ile gerçekleştirilen denemeler Bölüm 5.4.2’de verilmiştir. Gerçekleştirilen denemelerde elde edilmiş olan test sonuçları Çizelge 6.2’de listelenmiştir.

Çizelge 6.2 2. fırın sıcaklık ve süre değişimi modeli için elde edilen test sonuçları

Deneme No	Kopma Mukavemeti (kg)	Kopmada Uzama (%)	6.8 kg'da Uzama (%)	H-Yapışma Dayanımı (kg)	Tek Kord Şerit Yapışma Dayanımı (kg)	Kısalma (%)	1 Saat Pişirme Sonrası - (kg)
1	21.71	14.1	5.23	16.89	2.1	1.1	1.76
2	21.36	13.92	5.27	17.22	2.1	1	1.72
3	21	13.62	5.14	14.5	2.11	1.1	1.41
4	20.34	13.69	5.07	20.55	2.75	0.9	1.72
5	21.06	14.08	5.26	17.76	2.15	1.00	1.56

6.1.3 3. Fırın Proses Koşulları Etkisinin İncelendiği Denemelerin Test Sonuçları

3. fırın proses koşullarının değerlendirilmesi amacı ile gerçekleştirilen denemeler Bölüm 5.4.3'de verilmiştir. Gerçekleştirilen denemelerde elde edilmiş olan test sonuçları Çizelge 6.3'de listelenmiştir.

Çizelge 6.3 3. fırın sıcaklık ve süre değişimi modeli için elde edilen test sonuçları

Deneme No	Kopma Mukavemeti (kg)	Kopmada Uzama (%)	6.8 kg'da Uzama (%)	H-Yapışma Dayanımı (kg)	Tek Kord Şerit Yapışma Dayanımı (kg)	Kısalma (%)	1 Saat Pişirme Sonrası - (kg)
1	22.07	14.62	5.33	20.31	3.38	1.2	3.75
2	21.59	15	5.38	16.78	2.44	1.23	3.87
3	21.95	13.29	4.83	20.99	3.06	1.2	3.96
4	22.07	13.26	4.93	16.37	2.73	1.2	3.9
5	21.69	15.52	5.57	16.92	2.45	1.20	3.12

6.1.4 2. ve 3. Fırın Proses Koşullarının Birlikte İncelendiği Denemelerin Test Sonuçları

2. ve 3. fırın proses koşullarının birlikte değerlendirilmesi amacı ile gerçekleştirilen denemeler Bölüm 5.4.4'te verilmiştir. Gerçekleştirilen denemelerde elde edilmiş olan test sonuçları Çizelge 6.4'te listelenmiştir.

Çizelge 6.4 2. ve 3. fırın model denemeleri test sonuçları

Deneme No	Kopma Mukavemeti (kg)	Kopmada Uzama (%)	6.8 kg'da Uzama (%)	H-Yapışma Dayanımı (kg)	Tek Kord Şerit Yapışma Dayanımı (kg)	Kısalma (%)	1 Saat Pişirme Sonrası - (kg)
1	22.00	14.07	5.05	20.82	2.74	1.3	1.81
2	21.96	12.91	4.60	13.93	1.98	1.5	1.12
3	20.86	13.83	5.17	20.15	2.53	1.3	1.14
4	22.07	13.83	4.98	16.36	2.35	1.4	1.26
5	21.88	13.81	5.01	17.52	1.58	1.3	1.36
6	20.91	14.13	5.24	19.31	2.76	1.2	1.39
7	21.13	14.24	4.95	10.18	1.07	1.1	0.66
8	21.55	13.95	5.01	16.03	2.81	1.5	0.88
9	21.48	15.29	5.15	13.15	1.39	1.4	0.88
10	20.70	12.43	4.71	17.85	2.23	1.4	0.66
11	22.00	13.27	4.61	16.91	2.43	1.5	1.34
12	19.87	13.91	4.01	12.82	1.34	1.8	0.59
13	21.33	13.30	4.99	19.65	2.44	1.5	1.42
14	20.48	15.11	5.44	14.72	1.73	1.5	1.41
15	21.77	13.24	4.74	16.58	2.45	1.3	0.81
16	20.98	12.46	4.61	18.48	2.55	1.5	1.07
17	21.82	13.61	4.97	18.23	2.30	1.4	1.28
18	22.01	13.85	5.00	16.47	2.31	1.5	1.08
19	21.95	13.11	4.66	15.22	2.77	1.4	1.57
20	21.98	14.56	5.14	16.08	2.10	1.3	1.02
21	21.20	12.92	4.16	13.94	1.22	2.0	0.63
22	21.12	14.32	5.28	14.77	2.67	1.2	1.28
23	21.40	15.92	6.21	16.27	1.98	0.8	1.56
24	21.16	12.83	4.84	18.97	2.63	1.4	0.92
25	21.25	14.29	5.25	15.51	2.68	1.2	1.35
26	21.90	13.89	5.16	16.67	2.53	1.4	1.40
27	22.00	13.41	4.71	17.16	2.62	1.4	1.07
28	20.53	13.81	5.10	12.98	1.46	1.4	0.94
29	21.84	13.61	4.94	17.22	2.26	1.4	1.35
30	21.18	14.15	5.17	16.18	2.19	1.3	1.08
31	22.11	13.26	4.65	20.56	2.56	1.8	1.36

6.1.5 2. ve 3. Fırın Sıcaklık ve Süre Değişiminden Elde Edilen Modelin Kontrol Denemeleri Sonuçları

Çizelge 5.11’de verilmiş olan deneme koşullarında computreater cihazı ile denemeler gerçekleştirilmiştir. Denemeler sonucunda elde edilen fiziksel özellikler ve kord-kauçuk yapışma dayanımı sonuçları Çizelge 6.5’de verilmiştir.

Çizelge 6.5 Elde edilen modelin kontrolü için tasarlanan deneylerin test sonuçları

Sistem No	Kopma Mukavemeti (kg)	Kopmada Uzama (%)	6.8 kg'da Uzama (%)	H-Yapışma Dayanımı (kg)	Tek Kord Şerit Yapışma Dayanımı (kg)	Kısalma (%)	1 Saat Pişirme Sonrası (kg)
29267	21.53	13.58	5.1	20.93	2.73	1.4	1.42
29268	21.83	13.22	4.85	20.92	2.95	1.5	1.64
29269	21.83	13.11	4.81	19.74	2.87	1.6	1.84
29270	21.58	12.76	4.72	13.42	2.86	1.5	1.94
29271	21.26	12.47	4.7	15.30	2.75	1.8	1.72

6.2 Kord Bezi Silika Yüzey Modifikasyonu Denemeleri Sonuçları

6.2.1 Presilanize Silika ile Gerçekleştirilen Denemeler

Farklı konsantrasyonlarda çalışılan denemeler, tek kord şerit yapışma test metodu ile değerlendirilmiştir. Deneme sonuçları Çizelge 6.6’da verilmiştir.

Çizelge 6.6 Presilanize silika çözeltisi ile yüzey işlemi deneme sonuçları

Sistem No	24169*	24176	24177	24178
Presilanize Silika Konsantrasyonu (% ağı)	0	Presilanize Silika: % 7.7 + Triton X 100 : % 0.7	Presilanize Silika: % 5.5 + Triton X 100: % 0.7	Presilanize Silika: % 3.3 + Triton X 100: % 0.7
Tek Kord Yapışma, kg**	3.03	2.607	2.834	2.682

* Kontrol

**Vulkanizasyon Koşulları; 160 °C, 20 dak.

6.2.2 Farklı Boyutta Silika İle Gerçekleştirilen Denemeler

50-60 nm aralığında ve <20 nm partikül boyutlu silika içeren dispersiyonlar ile yapılan çalışmaların sonuçları Çizelge 6.7 ve 6.8'de verilmiştir. Denemeler, tek kord şerit yapışma yöntemi ile değerlendirilmiştir.

Çizelge 6.7 50-60 nm partikül boyutlu silika ile yapılan deneme sonuçları

Sistem No	26103*	26102	26101	26100
Silika Konsantrasyonu (% ağı)	0	1.00%	2.00%	4.00%
Tek Kord Yapışma Yöntemi, kg	2.62	2.67	2.67	2.45

* Kontrol

**Vulkanizasyon Koşulları;160 °C, 20 dak.

Çizelge 6.8 <20 nm partikül boyutlu silika ile yapılan deneme sonuçları

Deneme	28941*	26943	26944	26945	26946
Silika Konsantrasyonu(% ağı)	0	0.75%	1.50%	2.25%	3%
Tek Kord Yapışma, kg **	1.86	1.87	2.03	2.23	2.33
Tek Kord Yapışma, kg ***	0.94	1.05	1.07	1.14	1.37

* Kontrol

** Vulkanizasyon Koşulları;160 °C, 20 dak.

***Vulkanizasyon Koşulları;160 °C, 60 dak.

DEĞERLENDİRME

7.1 Fırın Sıcaklık ve Süreleri Değişiminin Kord Bezi Özelliklerine Etkisinin Değerlendirilmesi

Denemeler sonucunda elde edilmiş olan test sonuçları Minitab programı yardımı ile değerlendirilmiştir. Her bir yanıt için program çalıştırılmış ve fırın sıcaklık ve süresine bağlı olarak yanıtların değişimi modellenmiştir.

7.1.1 1. Fırın Proses Koşulları Etkisinin Değerlendirilmesi

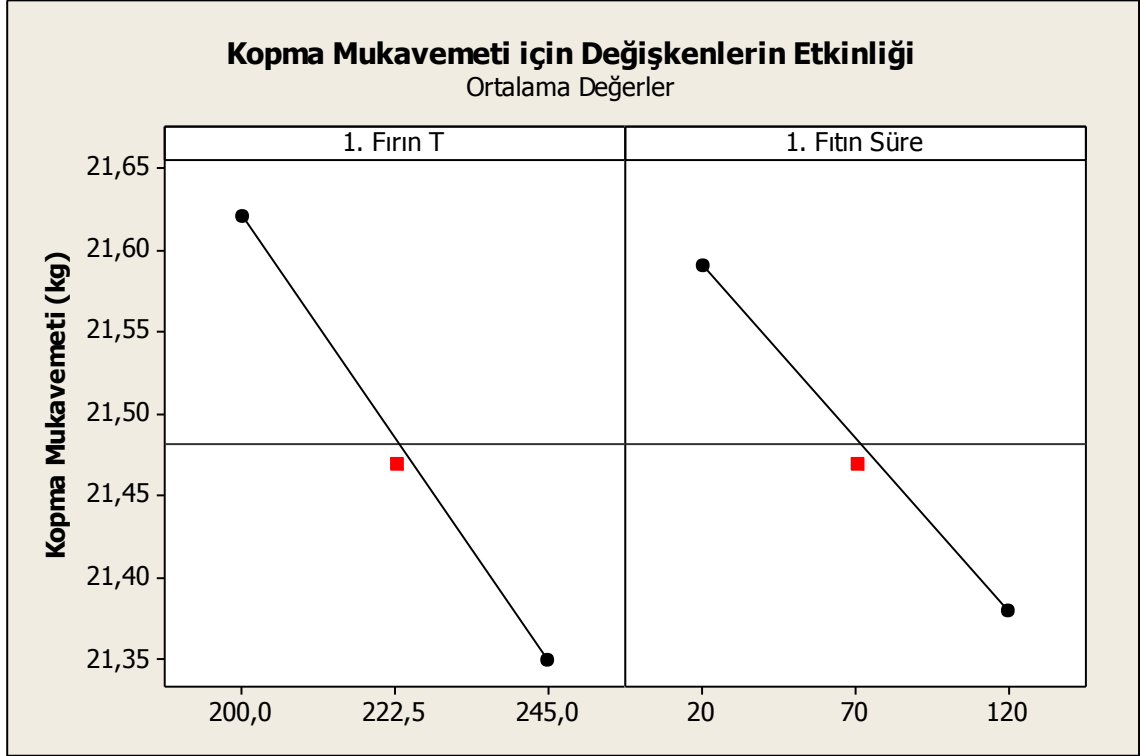
Kopma Mukavemeti

Kopma mukavemetinin (KM) sıcaklık ve süre ile değişimini incelemek üzere Minitab programı ile elde edilen eşitlikler değerlendirilmiştir.

1. Fırın sıcaklığına ve 1. Fırında kalma süresine bağlı olarak kopma mukavemetinin (KM) değerlendirmesi yapıldığında, elde edilen eşitlik kesinlik değeri oldukça düşüktür ($R-Sq (R^2) = 18.86 \%$). Sıcaklık ve maruziyet süresi artışı ile kopma mukavemeti özelliğinde azalma yönünde eğilim olacağı ifade edilebilir, ancak eşitlik içerisinde 1. Fırın sıcaklık ve maruziyet süresi parametrelerinin katsayılarının da çok düşük olmasından anlaşılacağı üzere 1. Fırın sıcaklığı ve maruziyet süresi kopma mukavemeti üzerinde belirgin bir etkisi yoktur [21]. Şekil 7.1'de gösterildiği üzere, Sıcaklık ve süre artışı, kopma mukavemetinin düşmesine neden olmaktadır.

$$R-Sq = 18.86\%$$

$$KM = 22.9764 - 0.0060000 * 1T - 0.00223404 * 1t_g \quad (7.1)$$



Şekil 7.1 1. Fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin kopma mukavemeti üzerinde etkisi

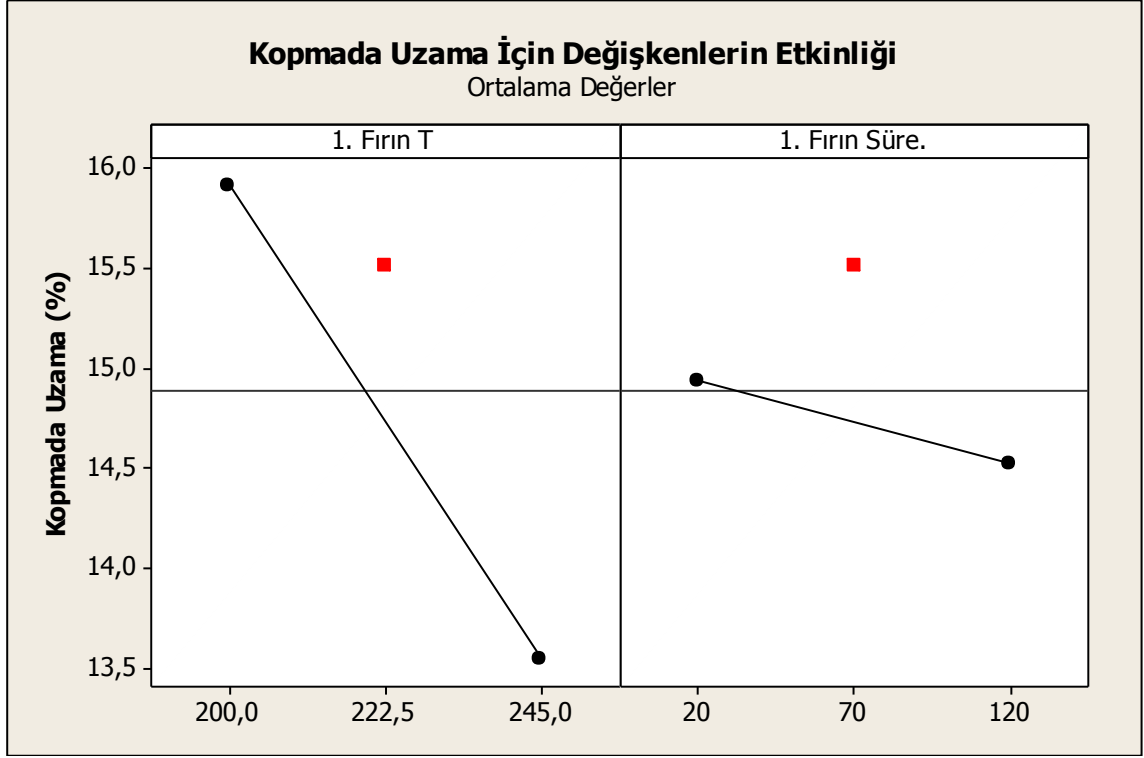
Kopmada Uzama

Kopma mukavemeti özelliğine benzer şekilde, kopmada uzama (KU) değeri de 1. Fırın parametrelerine bağlı olarak değişmemektedir. P değeri her iki parametre için de α değeri olan 0.05'den büyük sonuçlanmıştır. Etkinlik grafiğine bakıldığında (Şekil 7.2) sıcaklık artışı ile kopmada uzama değerinin beklenenin aksine düşeceği görülmektedir. Ancak bu düşüş, istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır.

1. Fırında yüksek sıcaklığa maruz bırakılan kord tekrar belirlenen gerilim altında ısıl işleme uğramaktadır. Termoplastik özelliğinden dolayı tekrar sıcaklık ve gerilim kuvveti altında işlem gören poliester malzemelerin fiziksel yapısı değişmekte ve ilk bölgede kazandığı özellikleri sonraki aşamalarda değişebilmektedir. Bu nedenle 2. ve 3. fırınlarda gerçekleştirilen işlemler son ürün performansında daha etkili hale gelebilmektedir. Sonraki bölümlerde, 2. ve 3. fırın değişkenleri de incelenmiştir.

$$R-Sq = 92.19 \%$$

$$KU = 26.6602 - 0.0523333 * 1T - 0.00405000 * 1t_g \quad (7.2)$$



Şekil 7.2 1. Fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin kopmada uzama üzerinde etkisi

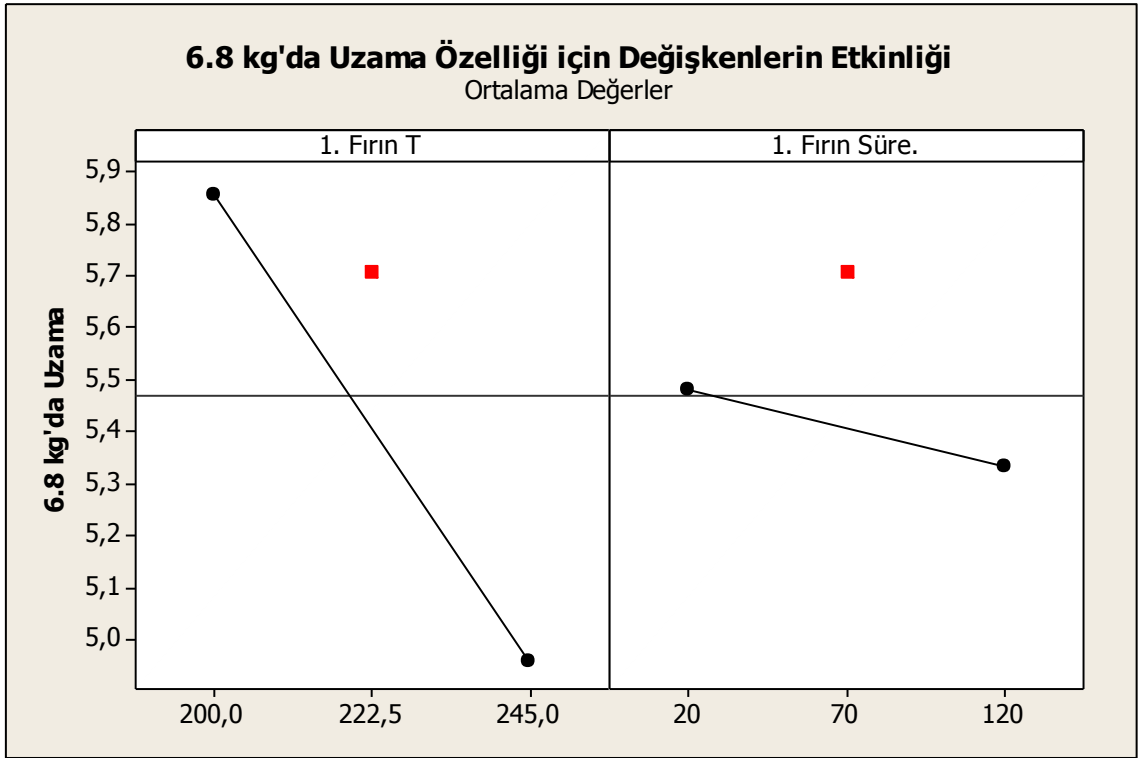
6.8 kg Yük Altında % Uzama

Lastik takviye PE kordlarının kopmada uzama eğrileri incelendiğinde kordun ilk uzadığı bölgede kuvvetin sabit kaldığı, ardından eğrinin yükseldiği ve sabit bir modül değerine ulaştığı görülür. Uzamanın azami değere ulaştığı noktada kord kopmaktadır. Kordun kopmada uzama eğrisi boyunca farklı bölgelerde farklı modül değerleri elde edileceği için lastik endüstrisinde 0.002 g/dtex' de modül değerine bakılmaktadır. Tez kapsamında yapılan çalışmalarda kullanılan 2 katlı, 1670 dtex kord için 6.8 kg da uzama değeri ipliğin modül davranışını verecektir.

Olasılık değeri fırın sıcaklığı etkisi belirlenen P değeri, (alfa, α) değeri, 0.05 den büyük olarak tespit edilmiştir. Minitab ile yapılan analize göre 6.8 kg'daki uzama özelliği, istatistiksel olarak 1. Fırın sıcaklık ve maruziyet süresine bağlı değildir. Değişkenlerin etkisi Şekil 7.3'de verilmiştir. 6.8 kg'da uzama, kopmada uzama değişkeni için elde edildiği gibi sıcaklık artışı ile azalmaktadır. Ancak bu değişim, istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır. 6.8 kg da uzama değeri, kopmada uzama değeri gibi 1. Fırın değişkenlerinden bağımsızdır. 1. Fırın model denklemi Eşitlik 7.3'te verilmiştir.

$$R-Sq = 95.09 \%$$

$$6.8 \text{ kg'da Uzama} = 9.93428 - 0.0198889 * 1T - 0.00145000 * 1t_g \quad (7.3)$$



Şekil 7.3 1. Fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin 6.8 kg'da uzama özelliği üzerinde etkisi

% Kısılma

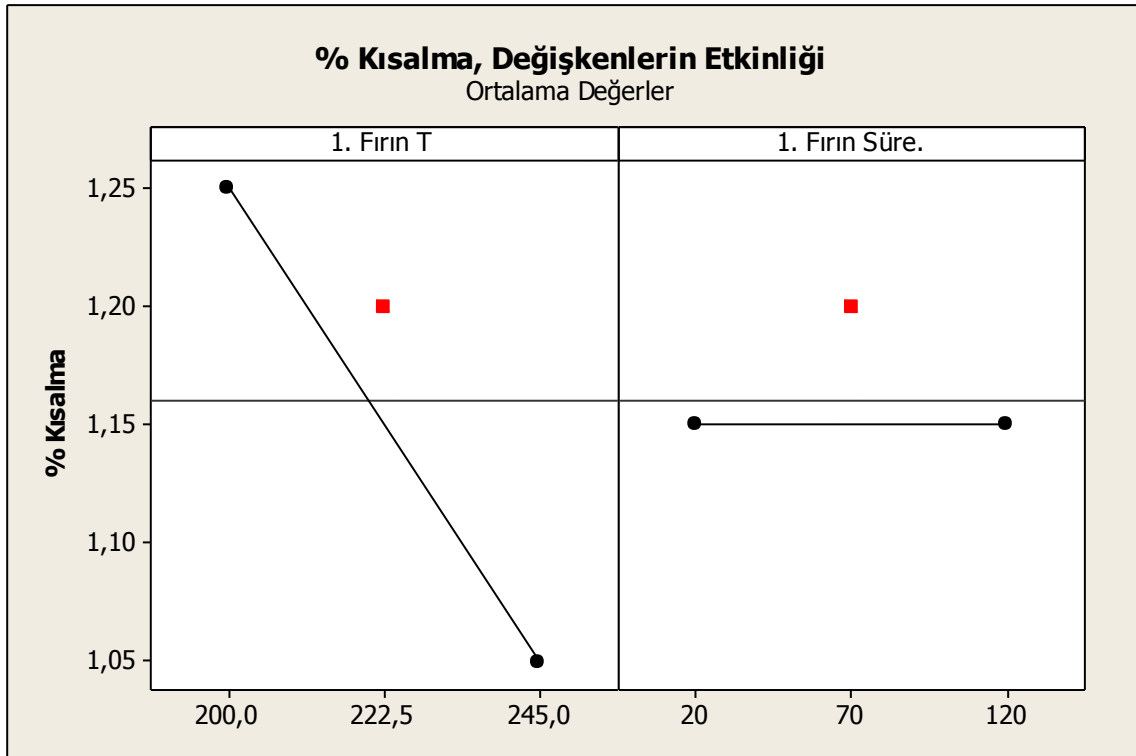
Polimerik iplik üretiminde, birçok mekanik ısı işlem sonrası, nihai ipliğin yapısı yoğunlukla, elyaf boyunca dizilmiş zincirlerden oluşan kristalin yapıdadır. Buna rağmen elyaf içerisinde bulunan amorf yapıdaki bölgeler kordun fiziksel özellikleri üzerinde etkili olmaktadır. Poliester ve naylon gibi termoplastik kordlar, sıcaklığa maruz kaldıklarında kısalma eğilimi göstermektedir. İplik içerisindeki tek eksenli dizilmiş olan kristalin yapıdaki polimer zincirleri, elyaf yapısının anizotropik olmasına neden olmaktadır. İplik içerisindeki düzenli yapı düşük entropiye neden olmaktadır. Entropideki düşüş, enerjideki düşüş ile dengelenebilirse, moleküler dizilim sabit tutulabilir. Bu nedenle, iplik ısı işlemine maruz kaldığında, entropi de yükselme eğilimine geçmektedir. Bu da amorf bölgelerdeki dizilimin değişmesine ve elyafın terbiye işlemi esnasında amorf bölgelerdeki polimer zincirlerinin kristallenmesi sonucu kısalma eğilimi göstermesine neden olmaktadır [14].

% kısalma sonuçları Minitab programı ile değerlendirildiğinde, P değeri sıcaklık değişkeni için 0.05 üzerinde hesaplanırken maruziyet süresi için hesaplanamamıştır. Bu sonuçtan, % kısalma değerinin 1. Fırın sıcaklık ve maruziyet süresine bağlı olmadığı

yorumunu yapmak mümkündür (Eşitlik 7.4). Şekil 7.4’de verilen grafik incelendiğinde sıcaklık artışı ile kısalma değerinde düşüş görülmektedir, ancak uzama özelliklerinde olduğu gibi bu değişim istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır. Kord, kısalma özelliklerinin ısı ile değişmesi beklenir. Ancak, 1. Fırından çıkan kordların bir sonraki aşamalarda tekrar ısı ile işleme maruz kalıyor olması, 1. Fırın ısı işlemi etkisiz hale getirmektedir.

R-Sq = 80.77 %

$$\% \text{ Kısalma} = 2.13889 - 0.00444444 * 1 T \quad (7.4)$$



Şekil 7.4 1. Fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin % kısalma özelliği üzerindeki etkisi

H Yapışma

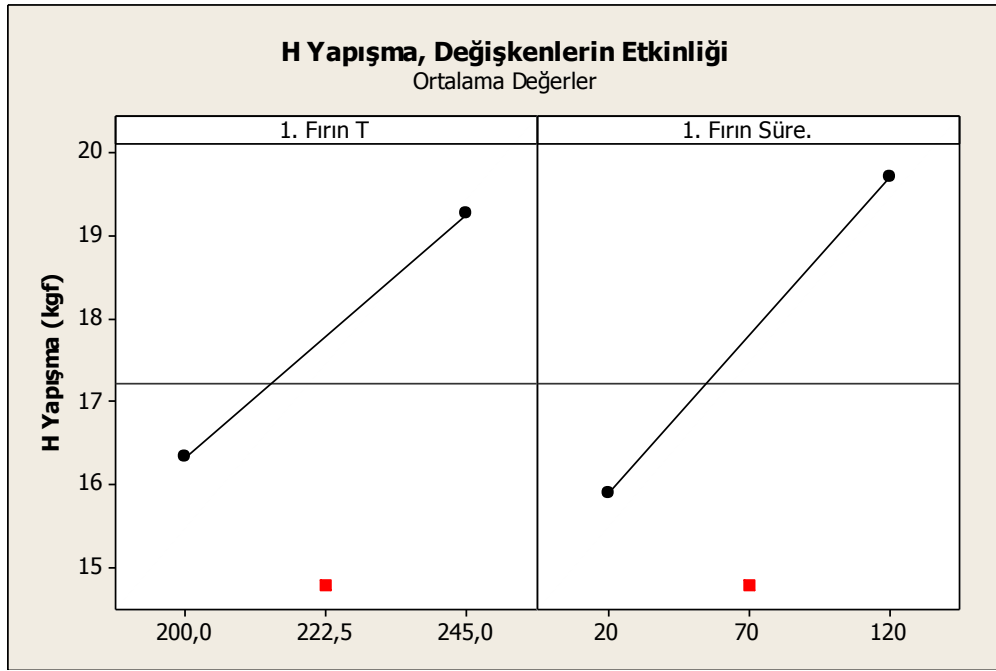
1. Fırın sıcaklığının ve maruziyet süresinin yapışmaya etkisi çalışılmıştır. Kord-kauçuk bağlanma ölçüm testleri temel olarak ikiye ayrılmaktadır; kordun kauçuk karışımının içinden çekilerek gerçekleştirilen testler ve kauçuğun kordun yüzeyinden sıyrılarak bağlanma dayanımının ölçüldüğü testler. H yapışma, kordun kauçuğun içinden çekilerek ölçümlenen testler sınıfına girmektedir ve lastik endüstrisinde en çok kullanılan yöntemlerden birisidir [8].

Zekiye Toker tarafından hazırlanan yüksek lisans tez çalışmasında, naylon 66 kord ile kauçuk karışımı arasındaki bağlanma dayanımının, hem sıcaklık artışı ile, hem de süre

artışı ile düştüğü gözlemlenmiştir [15]. Poliester kord ile gerçekleştirdiğimiz testlerde ise, 1. Fırın sıcaklık ve maruziyet süresi değişkenlerinin, H yapışma testi ile ölçülen kord-kauçuk bağlanma dayanımı üzerinde etkili olmadığı görülmektedir. Aromatik izosiyonatlar yüksek sıcaklıklarda dimerleri (uretdiones), trimerleri (izosiyanuratlar) ve karbonimide yapısını üretmektedir. İzosiyanuratlar yüksek sıcaklıklarda üretildikleri için, tekrar izosiyonat gruplarına dekompoze olabilmektedir. Yüksek sıcaklıklarda oluşan karbonimidler poliester fonksiyonel grupları ile reaksiyona girerek kovalent bağ oluşturabilirler [26]. Sıcaklık yükselmesi ile yapışma dayanımının artışı karbonimid grupları ile açıklanabilir. İstatistiksel açıdan bakıldığında 1. Fırın sıcaklık ve maruziyet süresinin, H yapışma test sonuçları üzerinde etkili olmadığı görülmektedir. Elde edilen model eşitlik aşağıda verilmiştir;

$$R-Sq = 97.73\%$$

$$H \text{ Yapışma} = 0.57182 + 1T * 0.0654889 + 1t_g * 0.0381200 \quad (7.5)$$



Şekil 7.5 1. Fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin h yapışma test sonuçları üzerinde etkisi

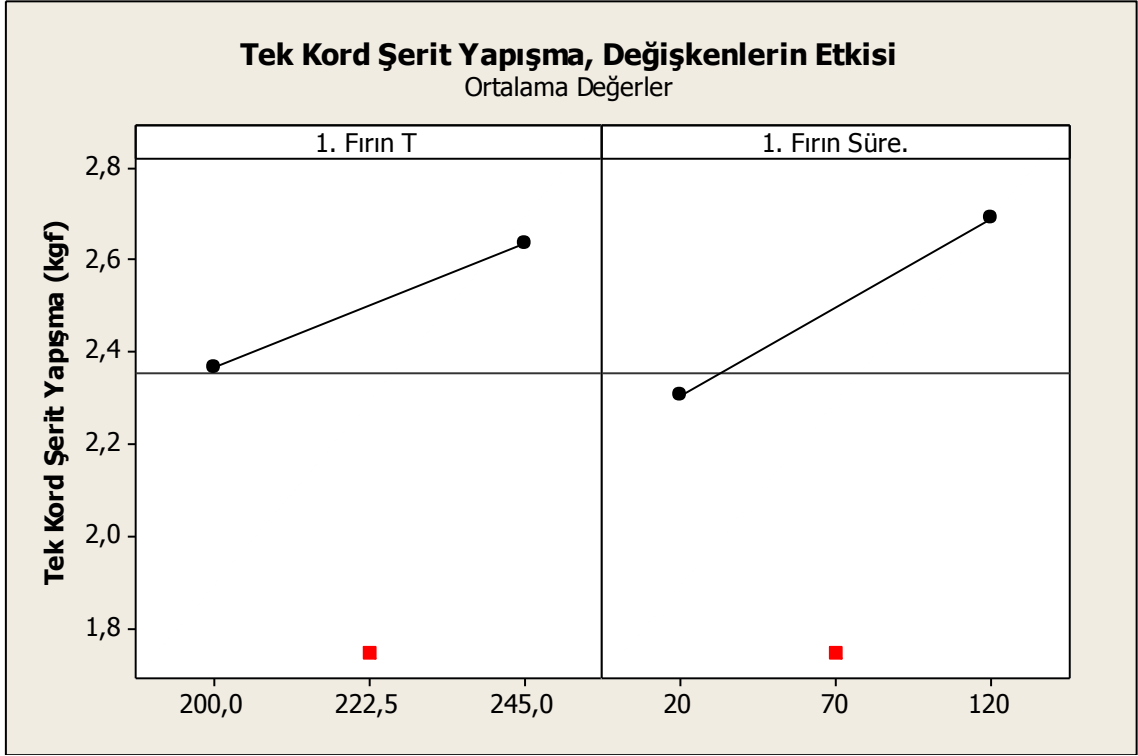
Tek Kord Şerit Yapışma

H Yapışma test yönteminden farklı olarak Tek Kord Şerit Yapışma yönteminde, kordlar kauçuk içerisinde vulkanize edildikten sonra 90° ile kauçuktan soyulmaktadır. Klasik şerit yapışma yönteminde, bu açı 180° dir. Test sonuçları analizi tek kord şerit yapışma

dayanımının 1. Fırın sıcaklık ve maruziyet süresi değişkenlerine bağlı olmadığını göstermektedir (Eşitlik 7.6).

R-Sq = 84.04%

$$\text{Tek Kord Şerit Yapışma} = 0.88931 + 1T*0.00604444 + 1t_g * 0.00384000 \quad (7.6)$$



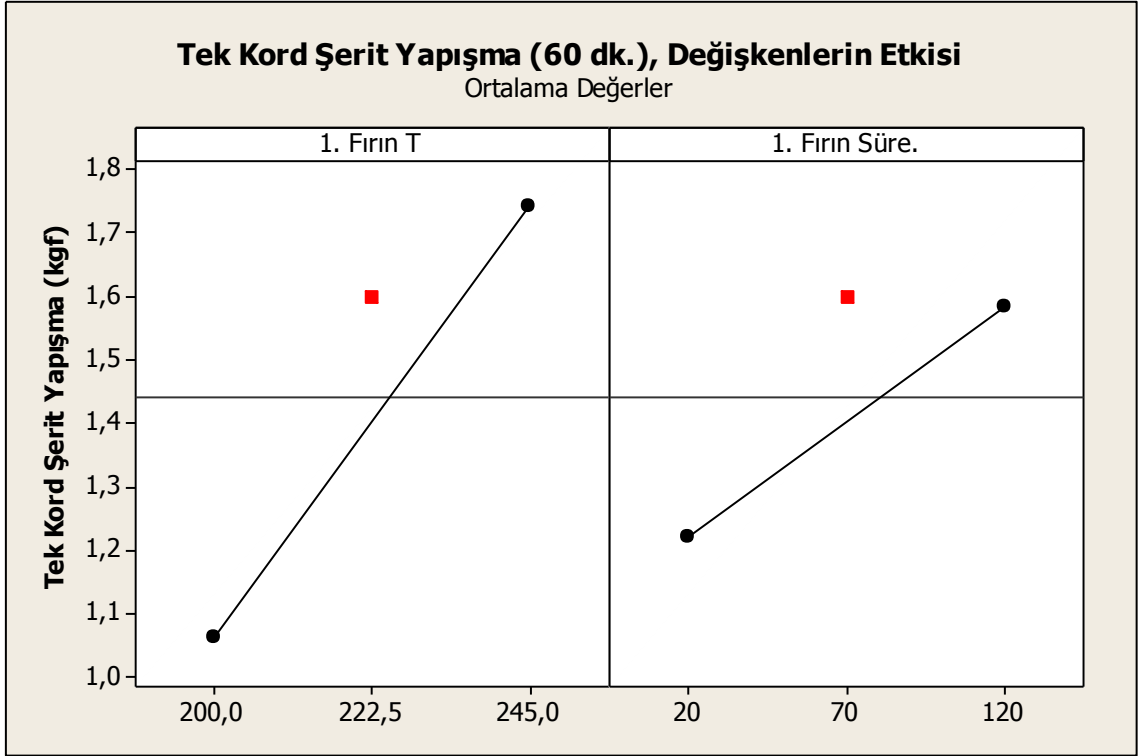
Şekil 7.6 1. Fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin tek kord şerit yapışma test sonuçları üzerinde etkisi

Pireste 1 Saat Pişirme Sonrası Tek Kord Şerit Yapışma

Lastik üretiminde, ebatların değişmesi ile birlikte pişirme süreleri de değişmektedir. Poliester kordların yapışma mekanizması Bölüm 3’de detaylı olarak anlatılmıştır. 10 dakika ile 60 dakika arası değişebilen pişirme sürelerinde, poliester kord ile kauçuk arasında bağlanma dayanımının azalmaması için, tek kord şerit yapışma numuneleri 1er saat pişirilerek ölçümlenmiştir. Test sonuçları Minitab ile analiz edildiğinde, 1 saat pişirme sonrası ölçülen yapışma dayanımında, 1. Fırın değişkenlerine bağlı olmadığı tespit edilmiştir. ($p>0.05$) elde edilen model ve kesinlik derecesi aşağıda verilmiştir;

R-Sq = 87.83%

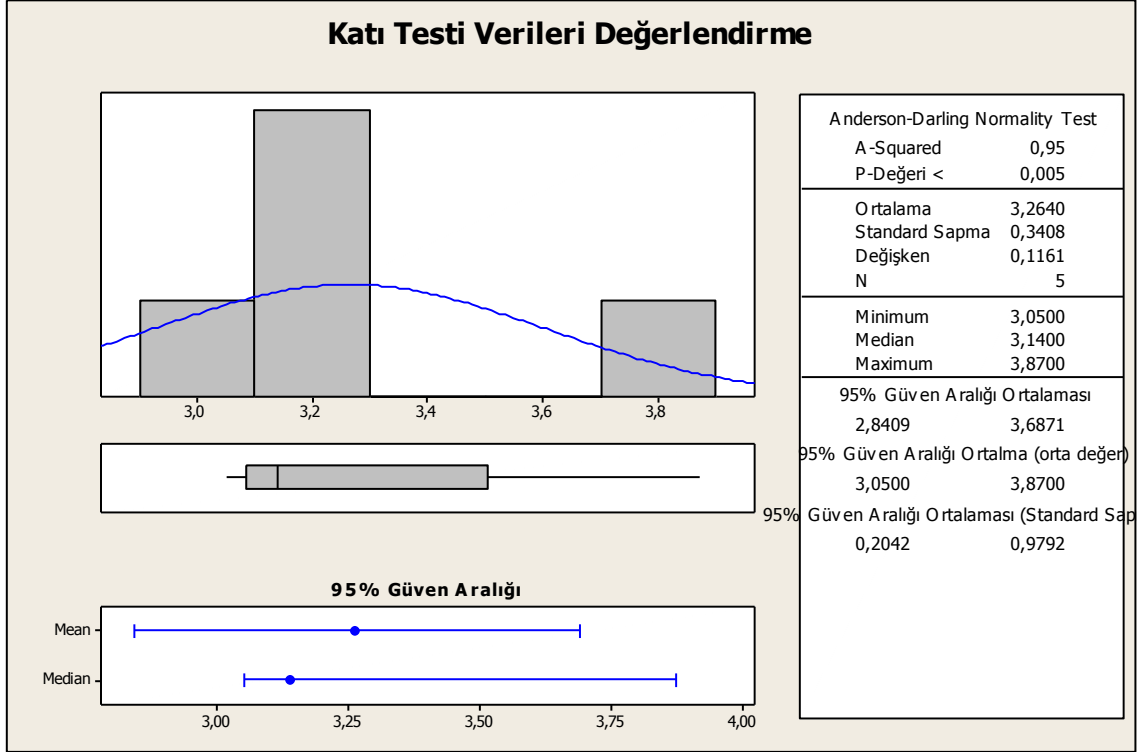
$$\text{Pireste 1 Saat Pişirme Sonrası Tek Kord Şerit Yapışma} = -2.19732 + 1T * 0.0150333 + 1t_g * 0.00364500 \quad (7.7)$$



Şekil 7.7 1. Fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin 60 dk. vulkanize edilmiş tek kord şerit yapışma test sonuçları üzerinde etkisi

Katı Oranları

Kord-kauçuk yapışma (bağlanma) dayanımı, kordun yüzeyine aldığı kimyasal miktarı ile ilişkilidir. Yüzeyinde daha fazla kimyasal bulunan kordun, bağlanma dayanımının da yüksek olacağı bilinmektedir [17]. Bu nedenle kordun yüzeyine aldığı kimyasal ölçümünün yapıldığı katı testi sonuçları dağılımı değerlendirilmiştir. Test varyasyonunun yüksek olması nedeniyle dağılım normal olarak değerlendirilememiştir. ($p < 0.05$) Katı test sonuçları ortalama değer aralığı % 2.8 ile % 3.7 arasında verilmiştir. Üretim koşulları için de bu aralık geniş bir aralıktır. 1. Fırın değişkenlerine bağlı olarak, kord-kauçuk bağlanma kuvveti değişkenliği değerlendirmelerinde, kesinlik derecelerinin düşük tespit edilmesinin sebebi katı testi sonuçlarındaki varyasyonla da ilişkilidir.



Şekil 7.8 1. Fırın katı testi sonuçları normallik ölçümü

7.1.2 2. Fırın Proses Koşulları Etkisinin Değerlendirilmesi

Kopma Mukavemeti

2. fırın, iyileştirme işleminde sadece kurutma fırını olarak görev yapmaktadır. Bu nedenle sıcaklık aralığı 1. ve 3. Fırından farklı olarak 120 °C ile 245 °C arasında değiştirilmiştir. 1. Fırın, 1. Kimyasal banyoya daldırıldıktan sonra, yüzeyi kimyasal ile kaplanmış kordun yüksek sıcaklığa çıktığı ilk fırındır ve kord bu bölgede hem kurutulmakta hem de yüzey kimyasallarının aktifleştiği sıcaklığa çıkılarak aktifleyici banyo ile kord arasında kimyasal reaksiyon gerçekleştirilmektedir. (Bölüm 4) Bu nedenle sıcaklık aralığı 200 °C ile 245 °C arasında çalışılmıştır. 3. Fırın ise, kordun sıcaklığa maruz kaldığı son bölgedir ve kord kuruma sonrası 3. Fırına girmektedir. Bu nedenle 210 °C ile 245 °C aralığında değerlendirilmiştir.

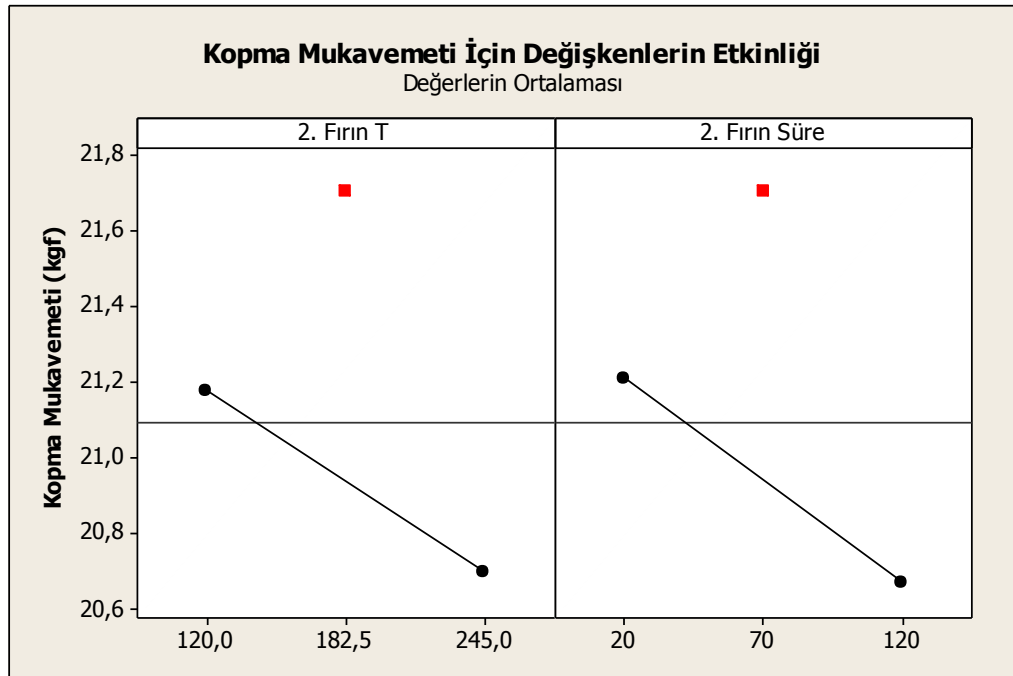
1. Fırın değerlendirmelerinde elde ettiğimiz bulgulara benzer olarak, 2. Fırın sıcaklık ve maruziyet süreleri de kopma mukavemeti üzerinde etkili bulunmamıştır. ($p > 0.05$) Her 3 fırının da aynı maksimum sıcaklıkta çalıştırılmış olması, son işlem fırını olması dolayısı ile 3. fırını ön plana çıkarmaktadır.

Elde edilen model doğrultusunda, kopma mukavemetinin, artan fırın sıcaklığı ile birlikte azalacağı yönündedir. Bu tespit J. P. Rath, T. K., Chaki ve D. Khastgir tarafından yayınlanmış olan “Effect of Thermal Treatment on Structure and Properties of Polyester Tire Cords” makalesi verileri ile örtüşmektedir. Sıcaklığın etkisi ile elyaf içerisindeki % kristal oranı ve ortalama kristal büyüklüğü değişmektedir ve iplikte oluşturulan homojenite bozunmaktadır [14].

R-Sq = 96.85%

$$KM = 22.0188 - 0.00384 * 2 T - 0.0054 * 2 t_g \quad (7.8)$$

Şekil 7.9’da verildiği üzere, kopma mukavemeti 2. Fırında sıcaklık ve maruziyet süresi artışı ile azalmaktadır.



Şekil 7.9 2. Fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin kopma mukavemeti üzerinde etkisi

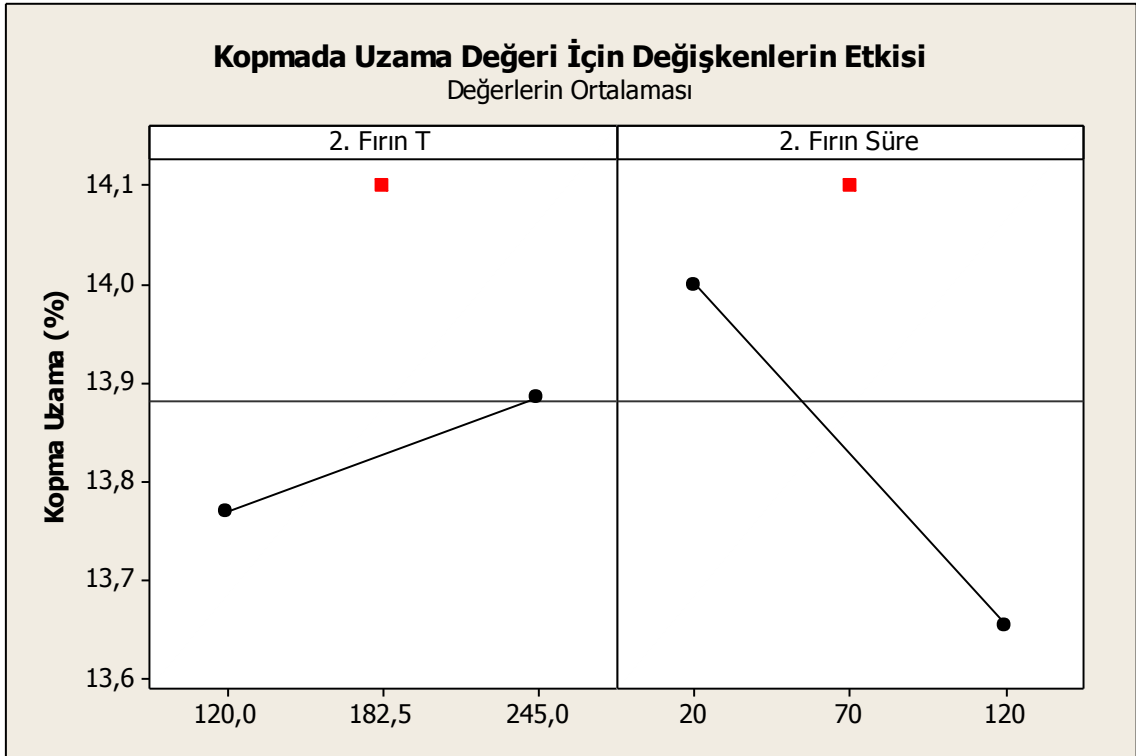
Kopmada Uzama

Kopmada uzama özelliği de kopma mukavemeti gibi, 2. Fırın sıcaklık ve maruziyet süresi değişkenlerine bağlı değildir. ($p > 0.05$) Model ile elde edilen katsıyalara da bakıldığında, kopmada uzama üzerinde sıcaklık ve maruziyet süresinin etkisi düşük olduğu görülmektedir. 2. Fırın sonuçları da son bölgede uygulanan sıcaklık ve sürenin önemini vurgulamaktadır.

R-Sq = 98.95%

$$KU=13.9011 + 0.00092*2 T -0.00345 * 2t_g \quad (7.9)$$

Şekil 7.10'da değişkenlerin etkisi gösterilmiştir. Sıcaklık artışı ile kopmada uzama artarken, uygulama süresi arttığında düşmektedir. Sıcaklığa daha uzun süre maruz kalan kordun amorf bölgede dolaşıklığının artışı ile kopmada uzamanın artması beklenir. 2. Fırından çıkan kord 3. Fırında tekrar sıcaklığa maruz kaldığı için, 2. Fırının etkisi görülememektedir.



Şekil 7.10 2. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin kopmada uzama üzerinde etkisi

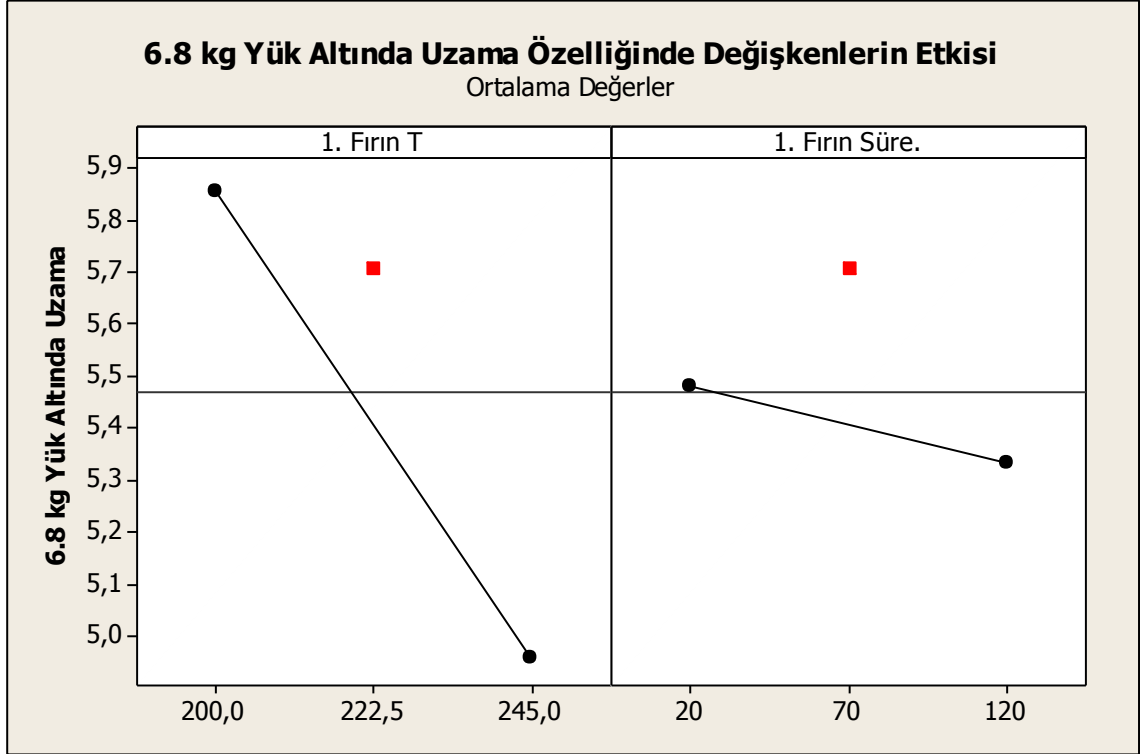
6.8 kg Yük Altında % Uzama

6,8 kg'da uzama özelliği, kordun kopmada özelliği ile benzer biçimde değişmektedir. 2. Fırın sıcaklık ve maruziyet süresi, 6.8 kg'da uzama özelliği üzerinde de etkili değildir. ($p>0.05$). Elde edilen eşitlik aşağıda verilmiştir.

$$R-Sq = 96.97\%$$

$$6.8 \text{ kg'da Uzama} = 5.35540 - 3.20000E-04 * 2 T - 0.0016 * 2 t_g \quad (7.10)$$

Değişkenlerin etkisine, grafik ile bakıldığında süre azalması ile 6.8 kg'da uzamanın azaldığı görülür. Sıcaklık etkisi, maruziyet süresi etkisine göre daha düşüktür.



Şekil 7.11 2. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin 6,8 kg'da uzamadaki etkisi

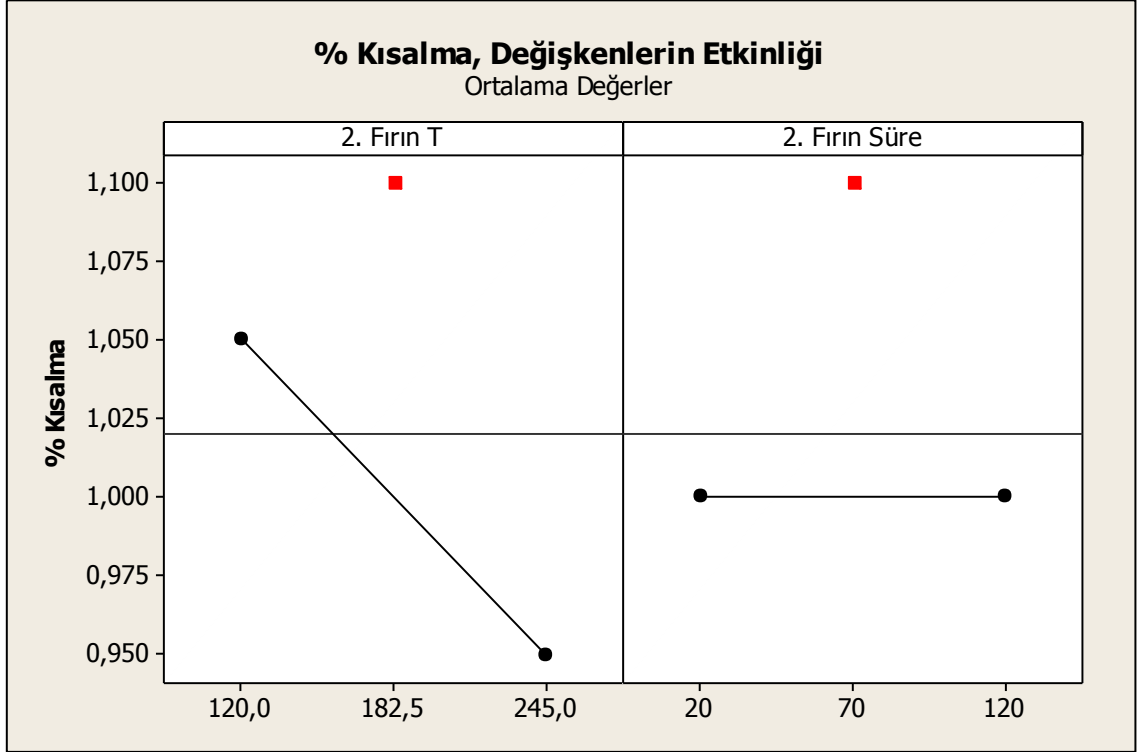
% Kısılma

1. Fırın etken değişken analizinde olduğu gibi, 2. Fırında da süre ve sıcaklık kısılma özelliği değişiminde etkin bulunmamıştır. Elde edilen eşitliğin kesinliği % 64.29 dur.

$$R-Sq = 64.29\%$$

$$\% \text{ Kısılma} = 1.14600 - 8.00000E-04 * 2 T + 0 * 2 t_g \quad (7.11)$$

1. Fırın değerlendirmesinde ifade edildiği üzere, 2. Fırın etkinliğinde de süre etkisiz değişkendir. Sıcaklık artışı ile, amorf yapıların düzensizliğe yönelmesi sonucu % kısılma artacaktır. Terbiye fırınları içerisinde kısılan kord, test esnasında tekrar sıcaklığa maruz kaldığında daha düşük kısılma eğiliminde bulunacaktır.



Şekil 7.12 2. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin % kısalma özelliğine etkisi

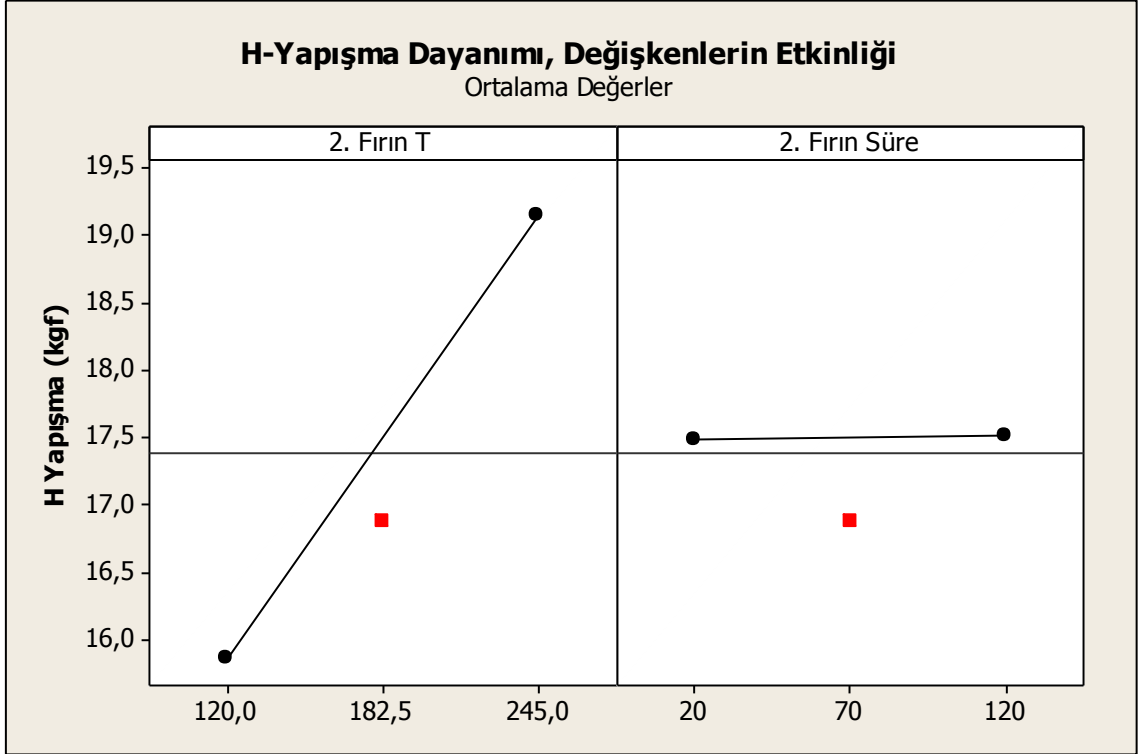
H Yapışma

2. Fırın, kurgulanan iyileştirme işleminde 2. Kimyasal kaplama banyosundan çıkan kordun kurutulmasına yönelik tasarlanmıştır. Bu nedenle, 2. Fırın değişkenlerinin H yapışma test sonuçları üzerinde etkili olması beklenmemektedir. Minitab ile yapılan analizde de her iki değişkenin etkisi, istatistiksel olarak anlamsız bulunmuştur.

R-Sq = 59.50%

$$H \text{ Yapışma} = 12.6798 + 2T * 0.0263520 + 2t_g * 0.0003 \quad (7.12)$$

İstatistiksel olarak anlamsız bulunmuş olan sıcaklık etkisi, H yapışma test sonuçlarında sıcaklığın artışı ile artış yönündedir.



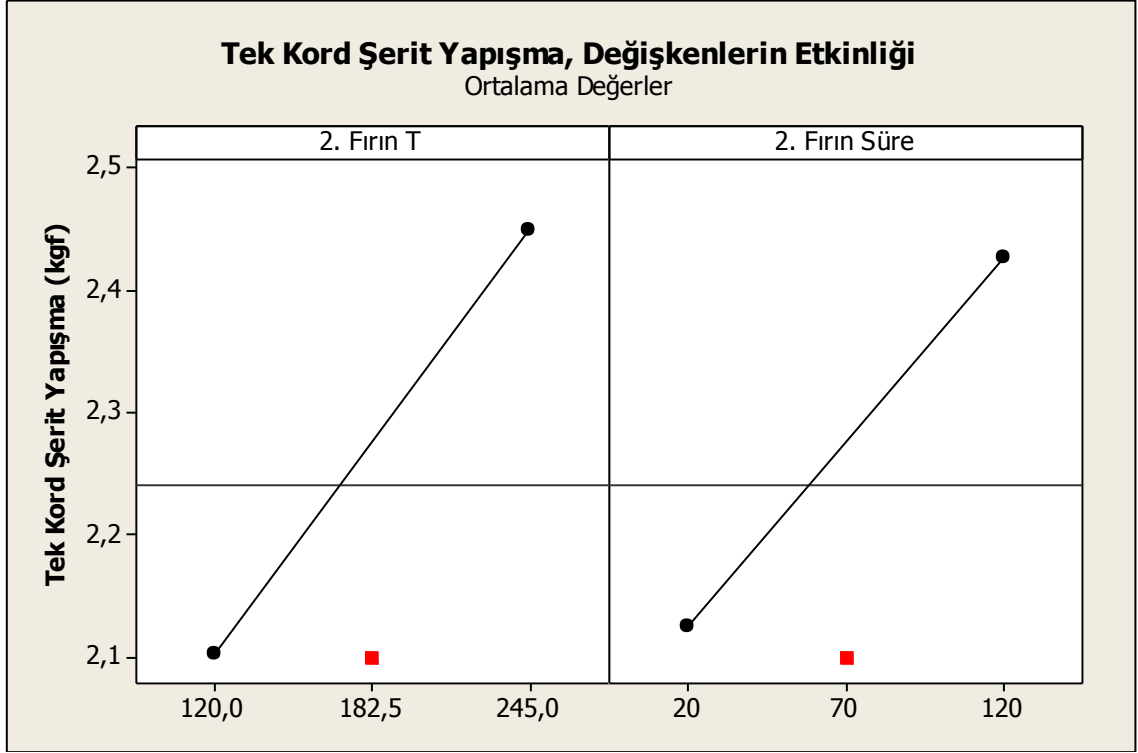
Şekil 7.13 2. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin h yapışma test sonucuna etkisi

Tek Kord Şerit Yapışma

Tek Krod Şerit Yapışma Test Yöntemi da yine kord-kauçuk bağlanma dayanımını ölçme amacı ile kullanılmıştır. Değişkenlerin etkinliğinin, H Yapışma test yönteminde elde edilenlere benzer şekilde istatistiksel olarak anlamsız değerlendirilmiştir. Ancak etkinlik grafiğine bakıldığında H yapışma test sonucu değerlendirmesinin aksine maruziyet süresinin etkinliği sıcaklık ile benzer özellik göstermektedir. Tek kord şerit yapışma yöntemi ile ölçülen dayanım kuvveti değeri H yapışma yönteminde ölçülenene göre daha düşüktür. Bu da, bu test yönteminin daha hassas olmasını sağlamaktadır. H yapışma test yöntemi ile görülmeyen etkinin, tek kord şerit yapışma ile görülmesinin nedeni budur. İki farklı test yöntemi ile kord-kauçuk bağlanma dayanımı ölçülmesinin temel sebebi de budur.

$$R-Sq = 72.84\%$$

$$\text{Tek Kord Şerit Yapışma} = 1.55964 + 2 T * 0.002768 + 2 t_g * 0.00301 \quad (7.13)$$



Şekil 7.14 2. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin tek kord şerit yapışma test sonucuna etkisi

Pireste 1 Saat Pişirme Sonrası Tek Kord Şerit Yapışma

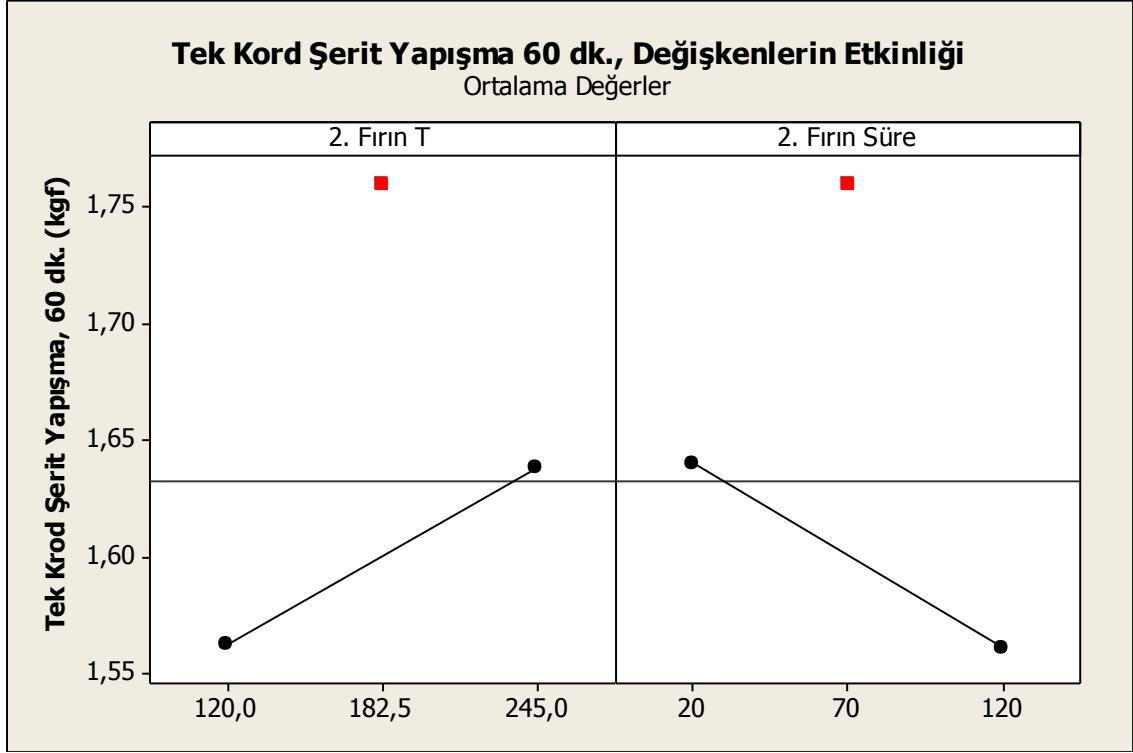
1 saat pişirme sonrası ölçümlenen kord-kauçuk yapışma dayanımı test sonuçları üzerinde, sıcaklık ve maruziyet süresi istatistiksel olarak etkin bulunmamıştır. Tek Kord Şerit Yapışma (20 dakika pişirme süresi) değerlendirmesinden farklı olarak, 1 saat pişirilerek ölçülen tek kord şerit yapışma sonuçlarında, maruziyet süresi arttığında, dayanım kuvveti düşmektedir. Pişirme süreleri arasında 40 dakika farklılık vardır. 20 dakika vulkanizasyon sonrası, kord-kauçuk reaksiyonunun tamamlanmadığını, dolayısı ile maruziyet süresi arttırıldıkça, bağlanma dayanımının da artma eğilimde olduğunu, ancak, kord-kauçuk numuneleri 60 dakika vulkanize edildiğinde gerekli reaksiyon süresinin aşıldığını ve reaksiyonun dekompozisyona yöneldiğini yorumlamak mümkündür.

$$R-Sq = 36.84\%$$

$$\text{Pireste 1 Saat Pişirme Sonrası Tek Kord Şerit Yapışma} = 1.54630 + 2T * 0.0006 - 2 t_g *$$

$$0.00079$$

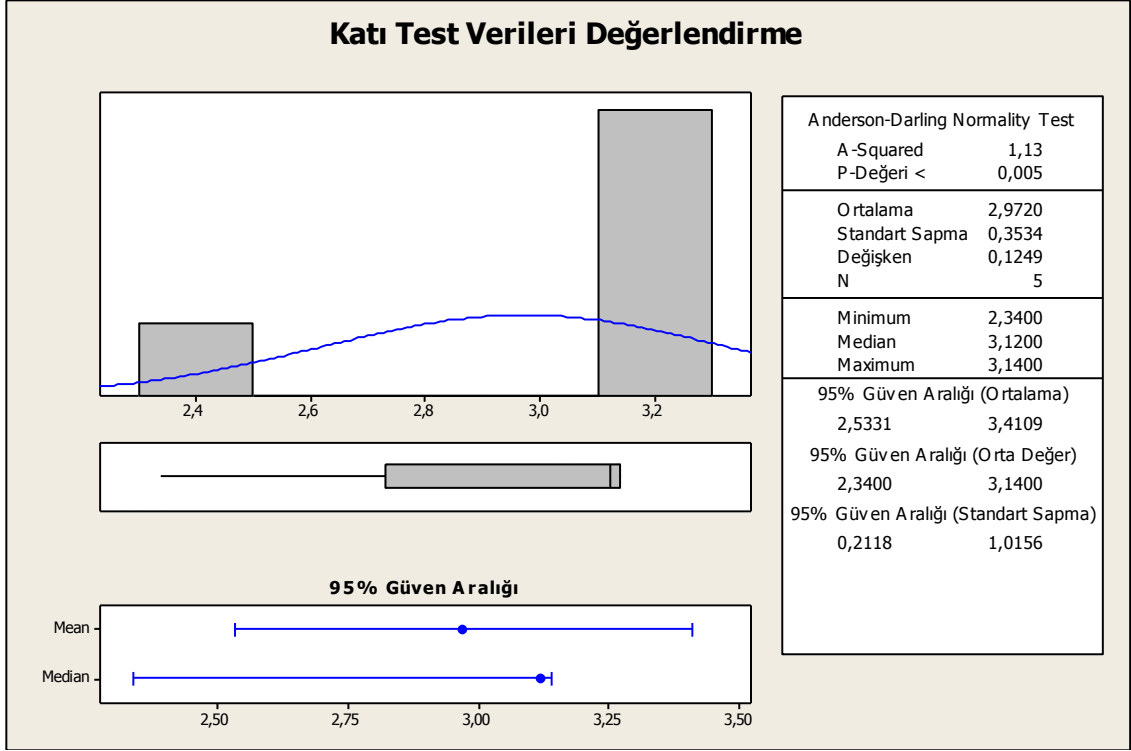
$$(7.14)$$



Şekil 7.15 2. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin 1 pişirme sonrası tek kord şerit yapışma test sonucuna etkisi

Katı Oranları

Katı test sonuçları % 2.5 ile % 3.4 aralığındadır. İstatistiksel olarak, verilerin dağılımı homojen bulunmamıştır ($p < 0.05$). Test yönteminin varyasyona açık olması, heterojen sonuç dağılımına neden olmuş olabilir.



Şekil 7.16 1. fırın katı testi sonuçları normallik ölçümü

7.1.3 3. Fırın Proses Koşulları Etkisinin Değerlendirilmesi

Kopma Mukavemeti

Analiz sonucunda, kopma mukavemeti özelliğinde sıcaklığın etken değişken olduğu ($p < 0.05$), maruziyet süresinin ise istatistiksel olarak etkili olmadığı tespit edilmiştir ($p > 0.05$). Minitab ile elde edilen veriler doğrultusunda, % 99.95 kesinlikle, kopma mukavemetinin (KP) 3. fırın sıcaklık ve maruziyet süresine bağlı olarak değişimi Eşitlik 7.1 de verildiği gibidir;

$$R-Sq = 99.95\%$$

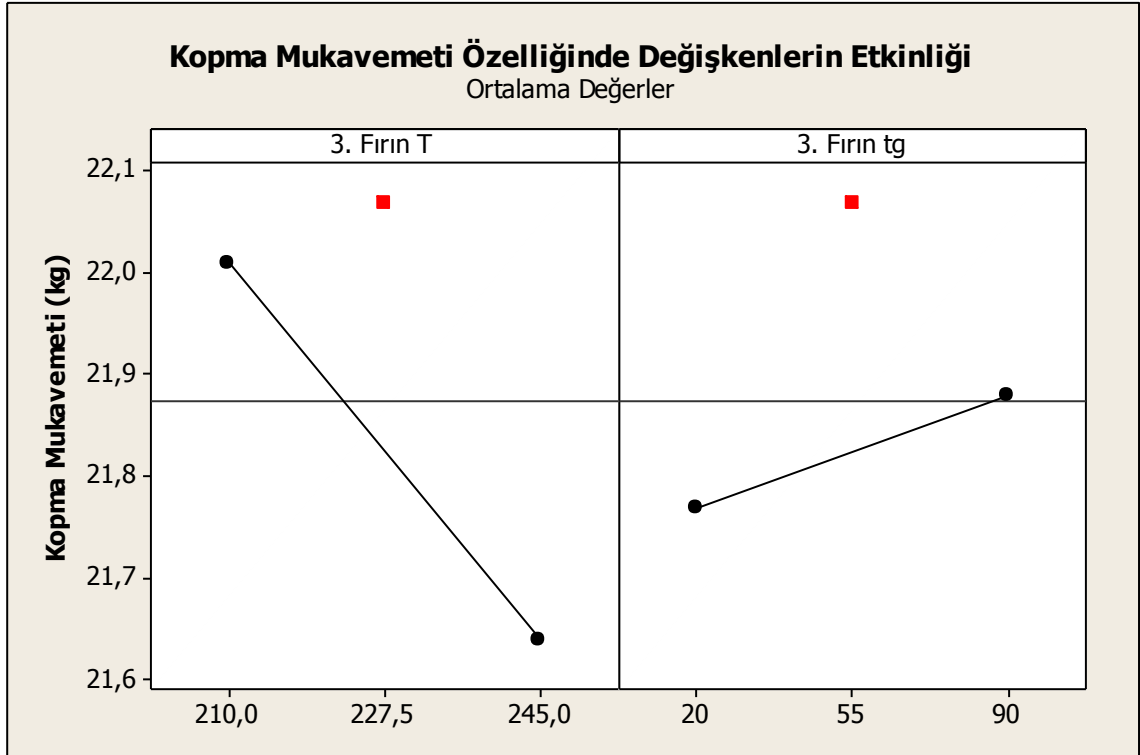
$$KM = 24.1475 - 0.0105714 * 3 T + 0.00152778 * 3 t_g \quad (7.15)$$

Olasılık değeri fırın sıcaklığı etkisi belirlenen alfa (α) değer, 0.05 den küçük olarak 0.017 tespit edilmiştir. P değeri fırın maruziyet süresi için ise 0.058 olarak tespit edilmiştir. Bu verilere dayanarak kopma mukavemeti üzerinde fırın sıcaklığının etkili ancak fırın maruziyet süresinin istatistiksel olarak etkisiz olduğunu söylemek mümkündür.

Sıcaklık artışı ile kopma mukavemetinin düşüşü 2. Fırın değişken değerlendirmesinde de saptanmıştır. Açıklanıldığı üzere, yüksek sıcaklıklarda ipliğin kristal yapısında meydana gelen değişiklik, kopma mukavemeti özelliğini olumsuz yönde etkilemektedir.

Maximum kopma mukavemeti yaklaşık 220 °C de elde edilmektedir. 210 ile 220 °C arasındaki artışın nedeni, iplik kristalin oranının kritik noktaya ulaşması olarak açıklanabilir. Poliesterin erime sıcaklığı 260°C dir ve 260°C sıcaklığa yaklaştıkça, sıcaklığın mukavemet üzerindeki etkisi artmaktadır [14].

Maruziyet süresinin etkisi, sıcaklık etkisi kadar belirgin görülmemektedir. Elde edilen model de aynı sonucu göstermektedir.



Şekil 7.17 3. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin kopma mukavemeti üzerinde etkisi

Kopmada Uzama

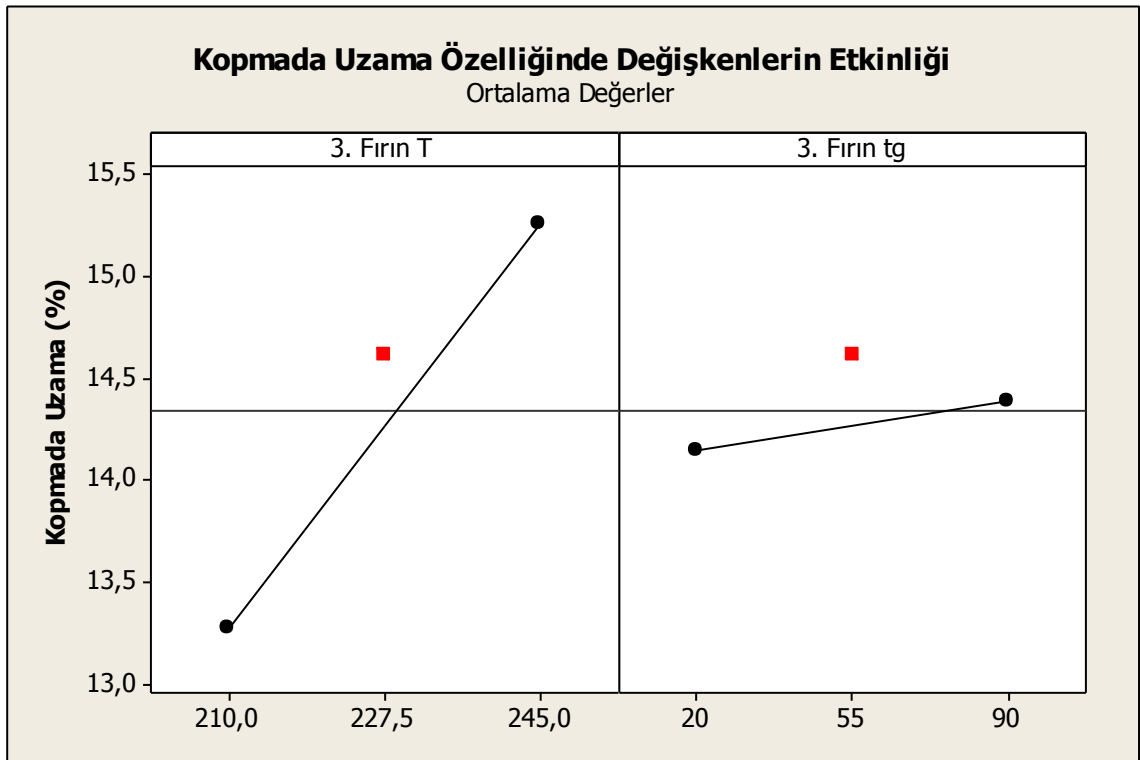
Sıcaklık ve maruziyet süreleri, istatistiksel olarak etkili bulunmamıştır ($p>0.05$). Kopma anındaki % uzama özelliği 3. Fırın sıcaklık ve maruziyet süresine bağlı olarak değerlendirilmiş ve % 98.19 kesinlik ile 7.4 eşitliği elde edilmiştir.

R-Sq = 98.19%

$$KU = 1.18125 + 0.0567143*3 T + 0.00340278*3 t_g \quad (7.4)$$

Sıcaklık artışı ile birlikte kopmada uzama değerinin arttığı görülmektedir. J. P. Rath, T. K., Chaki ve D. Khastgir tarafından yayınlanmış olan “Effect of Thermal Treatment on Structure and Properties of Polyester Tire Cords” adlı makalede ele alınmış ve sıcaklık ile kopmada uzama değerinin artışı zincir katlanması (chain-folding) olarak açıklanmıştır. Yüksek sıcaklık altında, kısalma kuvveti üzerinde gerilim uygulanmadığı sürece, amorf bölgelerin dolaşıklığı artmaktadır. Artan dolaşıklık, amorf bölgelerin, iyileştirme işlemi sonrası kopmada uzama değerini arttırmaktadır [14].

Maruziyet süresi, kopma mukavemeti özelliğinde olduğu gibi, kopmada uzama özelliği üzerinde de, istatistiksel olarak etkili değildir.



Şekil 7.18 3. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin kopma uzama özelliği üzerinde etkisi

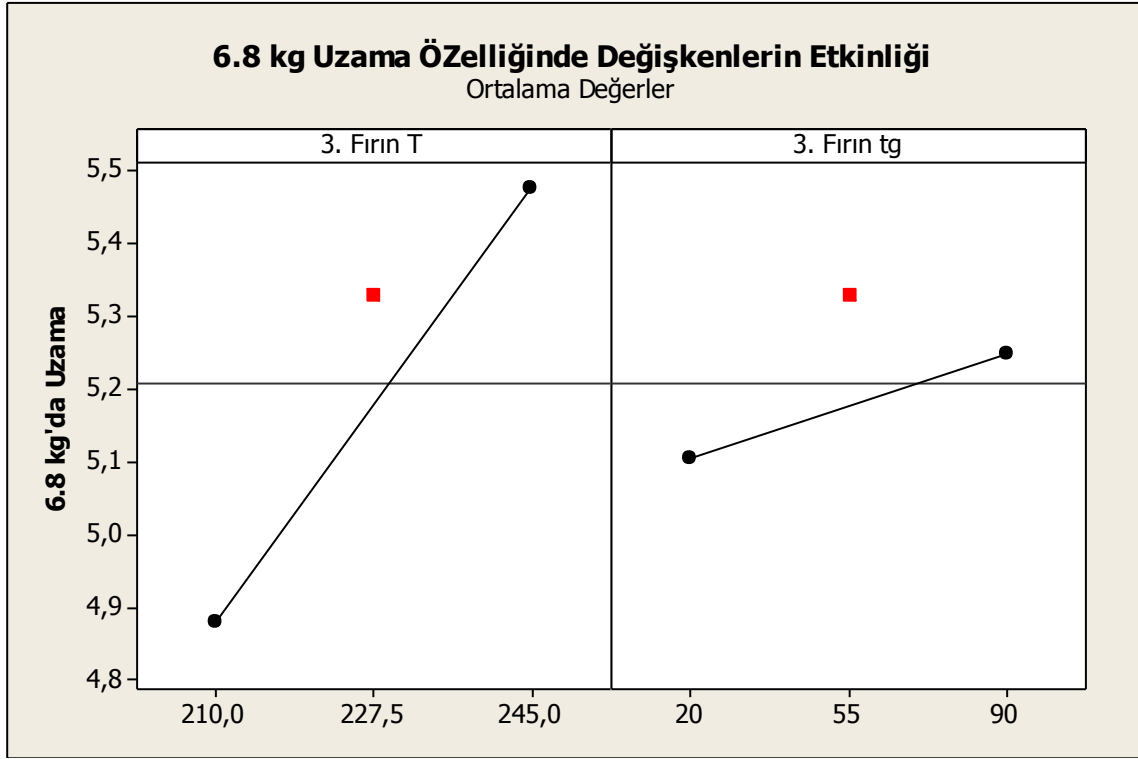
6.8 kg yük Altında % Uzama

6.8 kg yük altında % uzama değeri tam etkensel tasarım yöntemi ile değerlendirilmiştir. Sıcaklık değişkeni 6.8 kg uzama özelliği üzerinde istatistiksel olarak etkili ($p < 0.05$) ancak maruziyet süresi etkisizdir ($p > 0.05$). Analiz sonucu elde edilen eşitlik 7.10 da belirtildiği gibidir.

$$R-Sq = 99.49\%$$

$$6.8 \text{ kg'da Uzama} = 1.20125 + 0,017 * 3T + 0.002013893 * 3 t_g \quad (7.10)$$

6.8 kg yük altında uzama, kopmada uzama özelliğine benzer değişkenlerden, benzer şekillerde etkilenmektedir. Her iki özelliğin, ipliğin uzama özelliği ile ilgili olması sebebiyle beklenen bir sonuçtur.



Şekil 7.19 3. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin 6.8 kg yük altında uzama özelliği üzerindeki etkisi

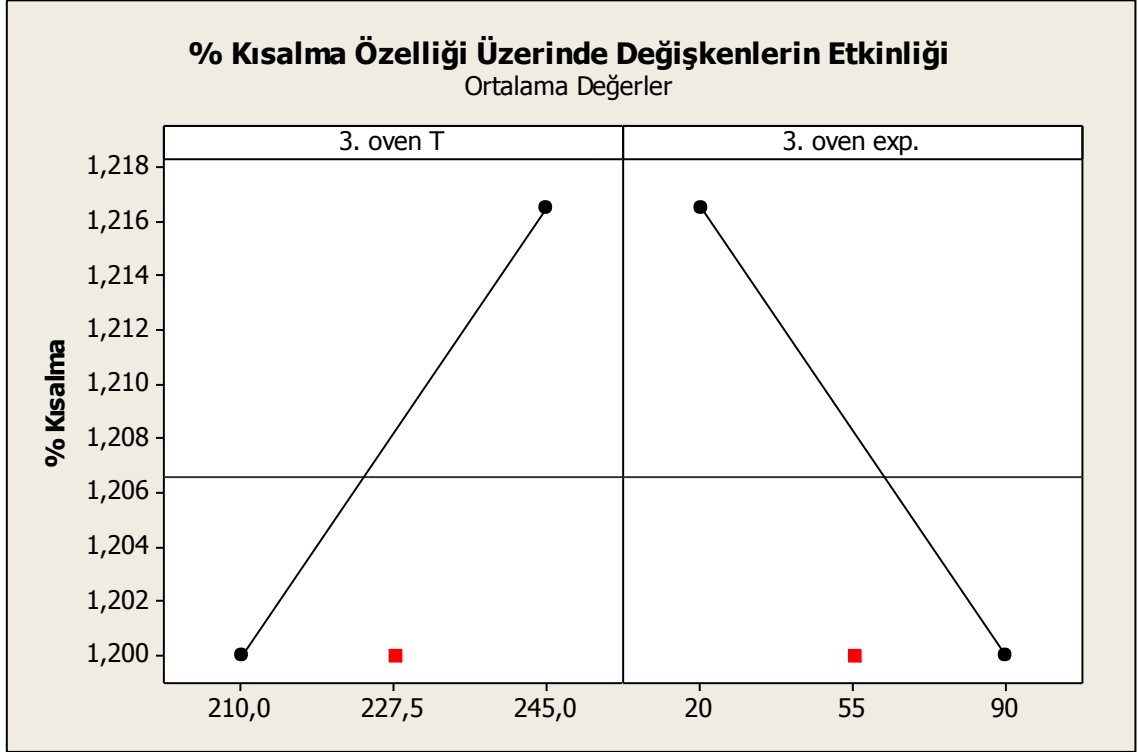
% Kısalma

Sıcaklık ve maruziyet süreleri, % kısalma özelliği üzerinde etkili bulunmamıştır. 3. Fırının son bölge olması dolayısı ile sıcaklık değişkeni ile değişiyor olması beklenmektedir. Test sonuçları hassasiyetinin düşük olması (virgülden sonra tek hane ile ölçümler alınabilmektedir) nedeniyle, sonuç değerler birbirine çok yakın çıkmıştır. İstatistiksel olarak sağlıklı değerlendirme yapılamamıştır. Sıcaklığın etkisi ile amorf bölgelerde meydana gelen değişikliğin, % uzama özelliklerini etkilediği gibi, kısalma özelliğini de etkilemesi beklenir.

Denemeler sonucunda elde edilmiş olan % kısalma sonuçları Minitab aracılığı ile analiz edilerek 7.13 eşitliği oluşturulmuştur.

$$R-Sq = 68.75\%$$

$$\% \text{ Kısalma} = 1.11337 + 0.000471429 * 3T - 2.29167E-04 * 3t_g \quad (7.13)$$



Şekil 7.20 3. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin % kısılma özelliği üzerindeki etkisi

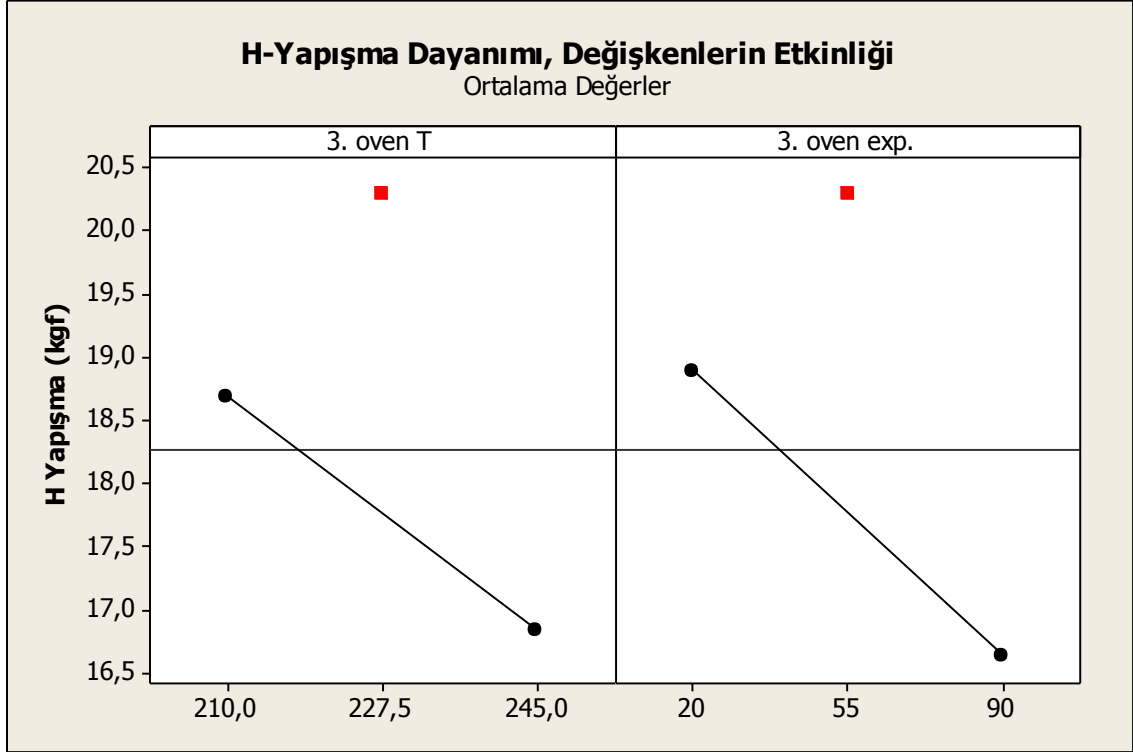
H Yapışma

Hem sıcaklık hem de maruziyet süresi, H yapışma test sonuçları üzerinde istatistiksel olarak etkisiz bulunmuştur. H yapışma, kord-kauçuk yapışma dayanımını ölçülemektedir ve bu da kord ile kauçuk arasındaki reaksiyona bağlıdır. Sıcaklık, reaksiyon üzerinde etkili bir değişken olması dolayısı ile H yapışma testi sonuçları üzerinde de etkili olması beklenir. Burada gerçekleştirilen analizlerde etkinin tespit edilemeyişinin nedeni test yöntemi kaynaklı varyasyon olarak değerlendirilmiştir. Gerçekleştirilen 5 denemede 2 grup yapışma test sonucu elde edilmiştir. 3 deneme yaklaşık 16 kgf, 2 denemede yaklaşık 20 kgf bağlanma dayanımı ölçülmüştür. Değerler normal dağılım vermediği için, etkinlik değerlendirmesi de sağlıklı yapılamamıştır.

Elde edilen eşitlikteki katsayılar ve etkinlik grafiği değerlendirildiğinde fırın sıcaklığının maruziyet süresinden daha etkili olduğu görülmektedir.

$$R-Sq = 70.48\%$$

$$H \text{ Yapışma} = 31.3926 - 0,0525000*3T - 0.0311875*3t_g \quad (7.14)$$



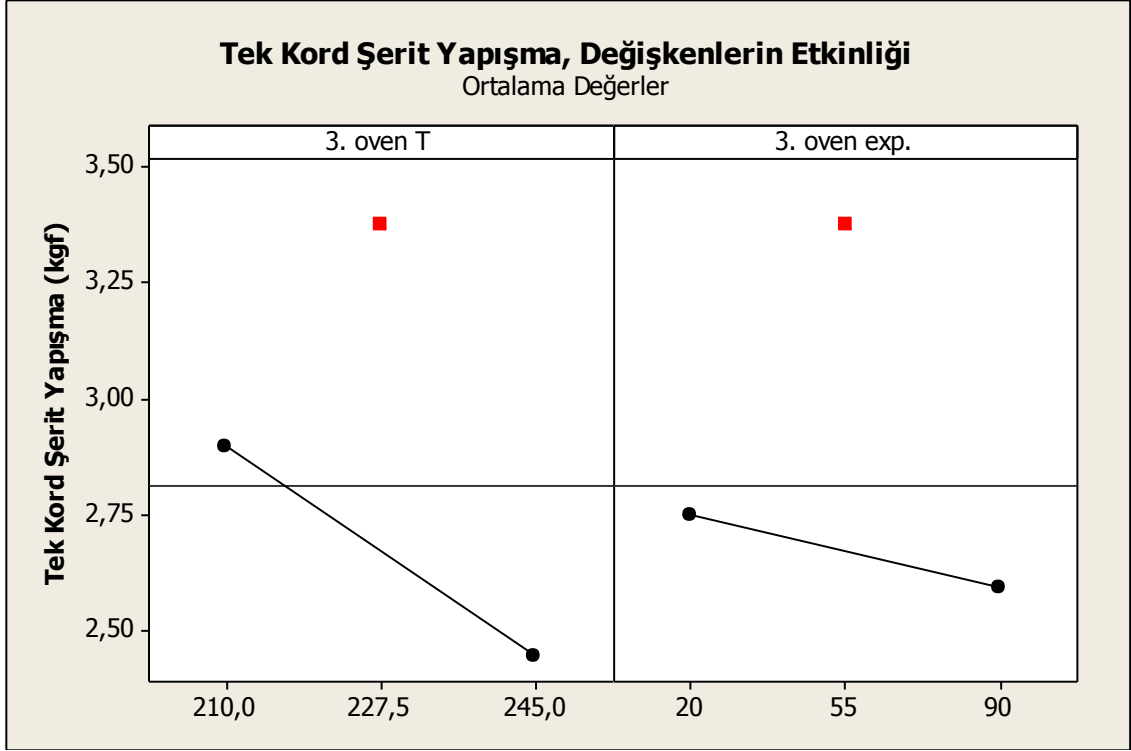
Şekil 7.21 3. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin h-yapışma özelliği üzerindeki etkisi

Tek Kord Şerit Yapışma

Tek kord şerit yapışma yöntemi kord-kauçuk arası yapışma mukavemetini analiz etmekte kullanılan bir diğer yöntemdir. % 95.58 olarak tespit edilen R-Sq değeri H yapışma değerlendirmesine göre daha yüksek bir yaklaşım elde edilmesine olanak sağlamıştır. (7.17) H yapışma yönteminde elde edilen bulgulara benzer olarak fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin etkinliği, istatistiksel olarak anlamsız bulunmuştur.

$$R-Sq = 95.58\%$$

$$\text{Tek Kord Şerit Yapışma} = 5.71813 - 0.0128714 * 3T - 0.00218750 * 3 t_g \quad (7.17)$$



Şekil 7.22 3. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin tek kord şerit yapışma özelliği üzerindeki etkisi

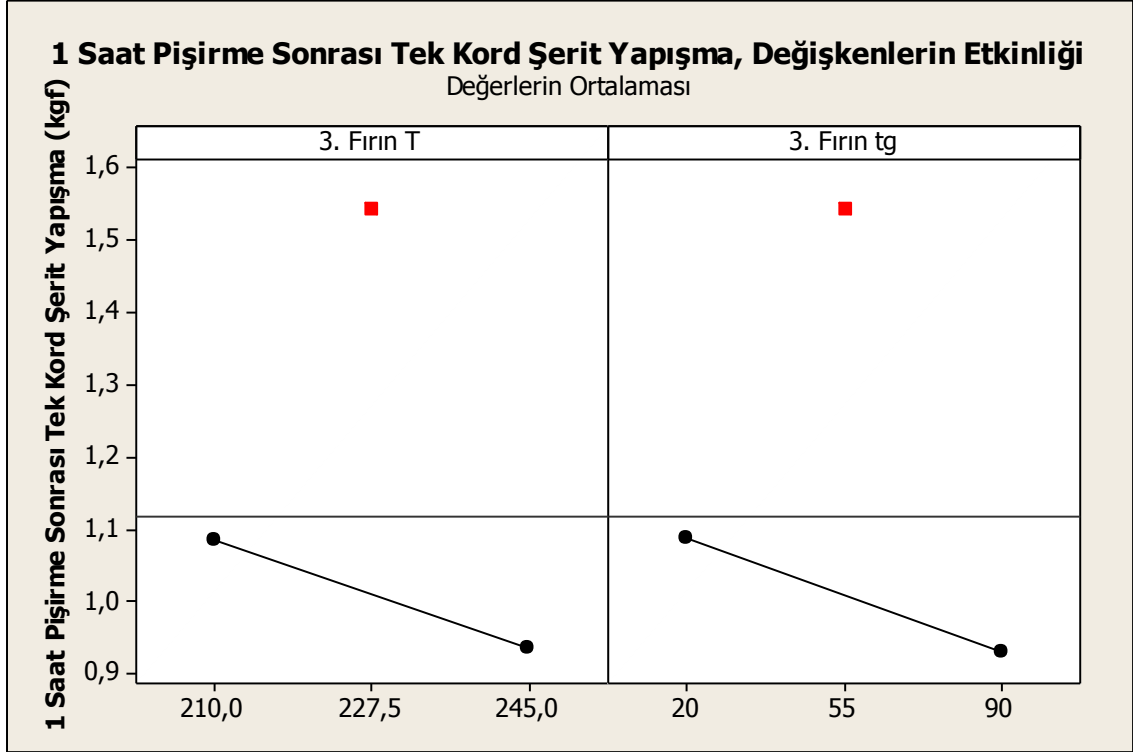
Pireste 1 Saat Pişirme Sonrası Tek Kord Şerit Yapışma

Tek kord şerit yapışma ve H yapışma yöntemlerinden farklı olarak, maruziyet süresinin fırın sıcaklığından daha etkili olduğu tespit edilmiştir.

R-Sq = 90.46%

$$1 \text{ saat Pişirme Sonrası Tek Kord Şerit Yapışma} = 2.09750 - 0.00425714 * 3T - 0.00219444 * 3t_g \quad (7.18)$$

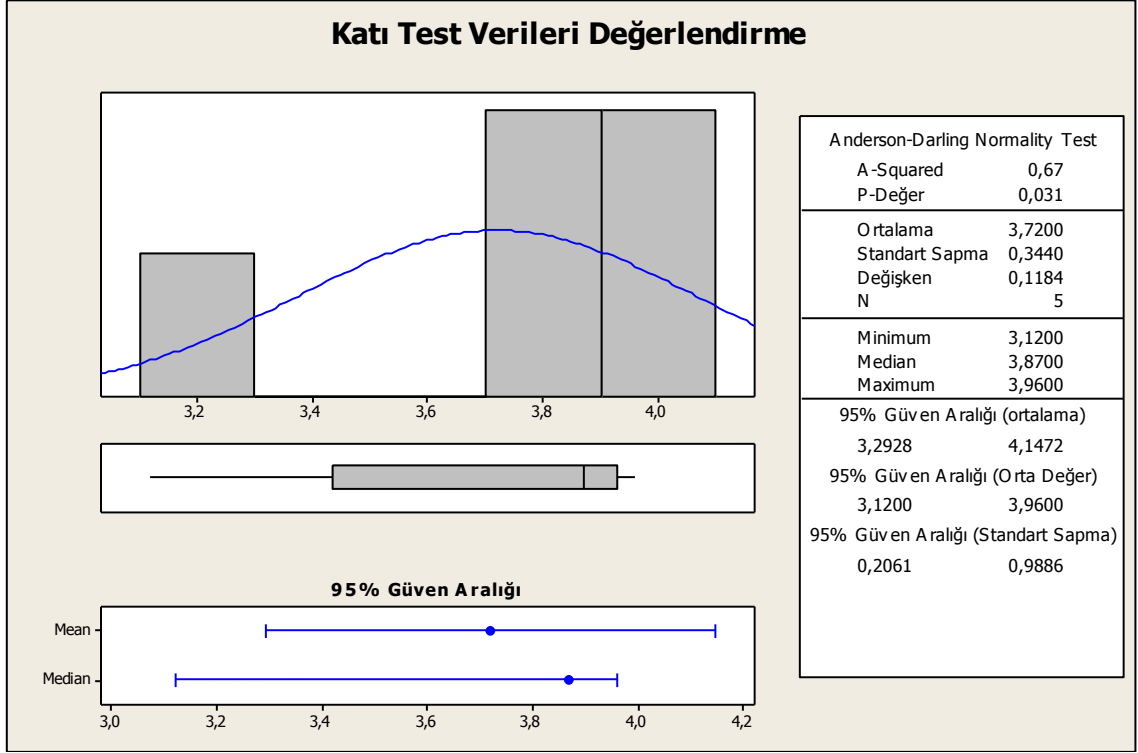
1 saat pişirme sonrası bağlanma dayanımı, hem sıcaklık hem de süre artışı ile azalma eğilimindedir. Kord-kauçuk arası reaksiyon, 60 dakikalık pişirme işlemi sonrası doyum noktasına ulaşarak, bozunmaya başlamaktadır. Bu nedenle, uzun süreli pişirme işlemlerinde, yapışma dayanımının yüksek olması istenen kord bezlerinde, son fırın sıcaklıklarının düşük ve maruziyet sürelerinin düşük belirlenmesi doğru olacaktır.



Şekil 7.23 13. fırın sıcaklığı ve maruziyet süresinin 1 saat pişirme sonrası tek kord şerit yapışma özelliği üzerindeki etkisi

Katı Oranları

Yapışma testlerini etkileyen ve ölçülebilen bir değer olması nedeni ile kord yüzeyindeki kimyasal oranı önemlidir. Bu değişkenin etkisini anlayabilmek amacı ile tüm numunelerden % katı testi yapılmış ve sonuçları Şekil 7.16 da verilmiştir. Standart sapma 0.3440 olarak tespit edilmiştir ve sonuçlar % 3.5 ile % 4 aralığında yoğunlaşmıştır. Kord yüzeyindeki kimyasal miktarlarının yaklaşık olduğunu söylemek mümkündür.



Şekil 7.24 3. Fırın katı testi sonuçları normallik ölçümü

7.1.4 2. ve 3. Fırın Sıcaklık Ve Süreleri Değişiminin Kord Bezine Özelliklerine Etkisinin Değerlendirilmesi

Terbiye işleminin laboratuvar koşullarında canlandırılmasının yapıldığı computreater cihazı tek hız ile çalışmaktadır. Fırınların çıkışlarında bulunan makaralar ile, kord ipliği fırınlarda birden fazla defa dolaştırılarak istenen maruziyet süreleri elde edilmektedir. Ancak kordun takip ettiği yol nedeniyle, deney tasarımında istenen sürelerin aynısını gerçekleştirmek mümkün değildir. Kordsa Global'in yetkinlikleri ve bilgi birikimi doğrultusunda ve fırınların tek tek incelemelerinden elde edilen veriler doğrultusunda 3. Fırının en etkili fırın olduğu bilinmektedir. Bu nedenle, 3. Fırın için tasarlanan süreler baz alınarak, kord hızına karar verilmiştir. Belirlenen hızda, 2. Fırın geçiş sayıları ile oynanarak, tasarlanan sürelere en yakın süreler ayarlanmıştır. Tasarlanan deneyler değerlendirilerek oluşturulan modelde, gerçekleştirilen süreler kullanılmıştır. (Çizelge 5.11)

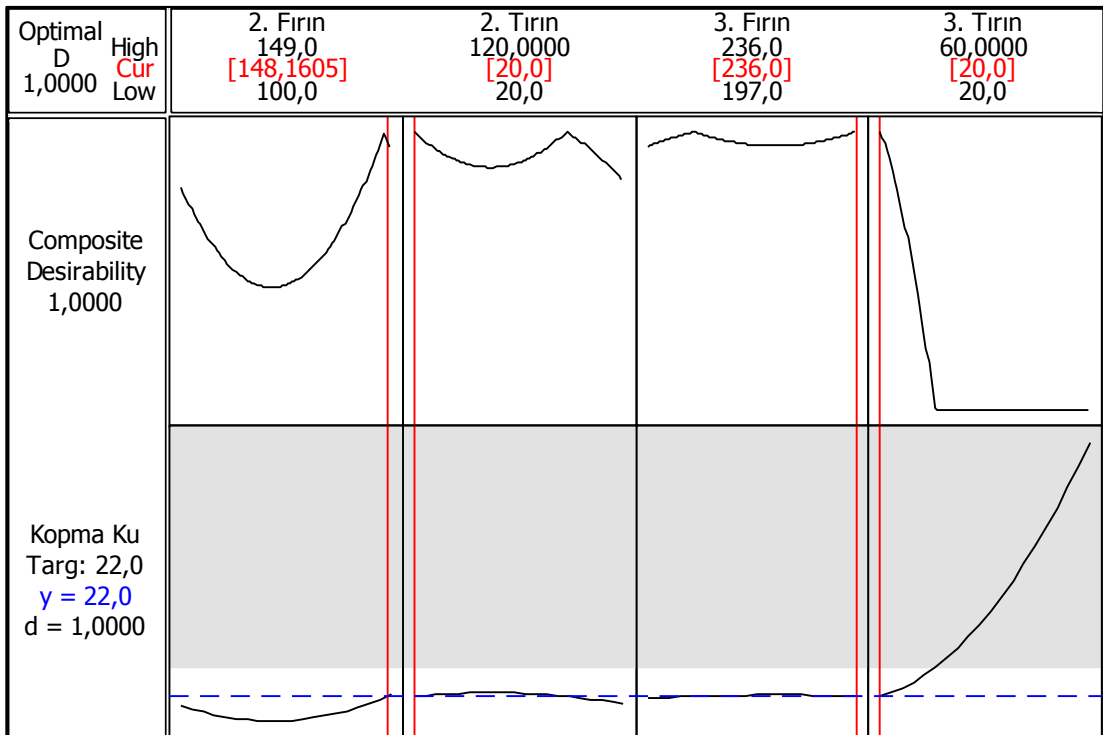
Tasarlanan sıcaklıklar computreater çalışma koşullarına aynen girilmiştir. Ancak, fırın izolasyon ve rezistanslarının el verdiği ölçüde gerçekleşen sıcaklıklar, her bir fırın içerisinde bulunan 3 prob ile ölçümlenmiştir. Tasarlanan deneylerin sonuçları

değerlendirilirken, ölçülen fırın sıcaklıklarının ortalamaları kullanılmıştır. (Çizelge 5.11)

7.1.4.1 Kopma Mukavemeti

Kopma Mukavemeti analizi Minitab ile yapıldığında, model ile uyumsuz olan değerler çıkarılarak kesinlik artırılmıştır. 2. Fırın sıcaklık, 2. Fırın maruziyet süresi, 3. Fırın sıcaklık ve 3. Fırın maruziyet süreleri etkili değişkenler olarak tespit edilmiştir. Değerlendirme, EK-A Bölümünde Çizelge EK-A.1 ile verilmiştir. Etkili değişkenler kalın harfler ile belirtilmiştir. Yüksek sıcaklıklar ve uzun maruziyet süreleri kopma mukavemetini azaltmaktadır. Yükselen sıcaklık ile iplik içerisindeki kristalin grupların yapılarının deforme olduğu ve bunun da kopma mukavemetini düşürdüğü yukarıda ifade edilmiştir. Elde edilen sonuçlar, bulgular ve literatür ile doğru orantılıdır.

Kopma mukavemeti değerini 22 kg elde edebilmek için optimum koşullar Şekil 7.25’de verilmiştir. Referans olarak belirlenen terbiye işleminde 40 saniye olan 2. Fırın ve 3. Fırın maruziyet süreleri 20 saniyeye düşürülebilmektedir. Ancak bunun için 2. ve 3. Fırın sıcaklıklarının artırılması gerekmektedir.



Şekil 7.25 Kopma mukavemeti optimum değer grafiği

7.1.4.2 Kopmada Uzama

Deney tasarım sıralamasına göre (STD order) 20, 24, 12, 23, 13 ve 29 nolu deneme sonuçları çıkarılarak % 96.95 yaklaşık eşitlik elde edilmiştir. Bulgulara göre, modelin tamamında en etkin değişkenler 3. Fırın sıcaklığı ve 2. Fırın maruziyet süresidir. Değerlendirme, EK-A Bölümünde Çizelge EK-A.2 ile verilmiştir. Etkili değişkenler kalın harfler ile belirtilmiştir. Modeli oluşturmak için kullanılan değişken aralıkları göz önüne alındığında ise 2. Fırın ve 3. Fırın sıcaklık ve süre değişkenlerinin önemli olduğu görülmekte, 3. Fırın değişkenlerinin daha etkili olduğu yükselen katsayılardan anlaşılmaktadır. 3. Fırında artan sıcaklık ve maruziyet süresi kopmada uzama değerini azaltırken, 2. Fırında artan sıcaklık ve maruziyet süresi arttırmaktadır.

7.1.3 başlığı altında ifade edildiği üzere, artan sıcaklık ile birlikte polimer zincirlerindeki dolaşıklık artmaktadır. Artan dolaşıklık, kordun test esnasında çekilmesi ile açılmakta ve kopmada uzama değerini arttırmaktadır. 2. Fırında artan dolaşıklık, 3. Fırında daha yüksek sıcaklıklara maruz kalınması ile ısıl sabitlemeye maruz kalmakta ve 3. Fırında artan sıcaklık ve maruziyet süresi kopmada uzama değerini düşürmektedir.

7.1.4.3 6.8 kg Yük Altında % Uzama

6.8 kg kuvvet altında uzama özelliği incelendiğinde 3. ve 2. Fırın sıcaklıklarının etkili olduğu görülmektedir. Değerlendirme, EK-A Bölümünde Çizelge EK-A.3 ile verilmiştir. Etkili değişkenler kalın harfler ile belirtilmiştir. Kopmada uzama özelliğinden farklı olarak hem 2. Fırın hem de 3. Fırın sıcaklıklarının artışı 6.8 kg altındaki uzama değeri üzerinde artış yönünde etkilidir. Sıcaklık artışı ile amorf bölge dolaşıklığının artması bu neticenin gerekçesidir.

6.8 kg da uzama özelliği lastik üreticilerinin lastik ve kalıp tasarımlarına göre değişiklik göstermektedir. Gelen müşteri taleplerine istinaden, elde edilen veriler ile, daha az deneme yaparak müşteri taleplerini karşılamak mümkün olacaktır.

7.1.4.4 % Kısılma

% Kısılma özelliği de yine uzama özelliği gibi, polimer zincirindeki amorf bölgenin davranışına bağlıdır. En etkili parametre son bölge maruziyet süresi olarak ön plana çıkmıştır. Değerlendirme, EK-A Bölümünde Çizelge EK-A.4 ile verilmiştir. Etkili değişkenler kalın harfler ile belirtilmiştir. Maruziyet süresinin artışı kısılma yüzdesini

de arttıracaktır. Bölüm 7.1.1 de açıklanıldığı üzere, korda yüklenen enerji, sürenin uzatılması ile arttırıldığı için korddaki düzensiz yapı artacak ve kısalmaya neden olacaktır. Bu işlem terbiye işleminde gerilim kuvveti altında yapılmıştır. Gerilim kuvveti altında gerçekleşemeyen kısalma davranışı serbet ortamda yapılan ölçümde kısalma davranışını arttırmaktadır.

7.1.4.5 H yapışma

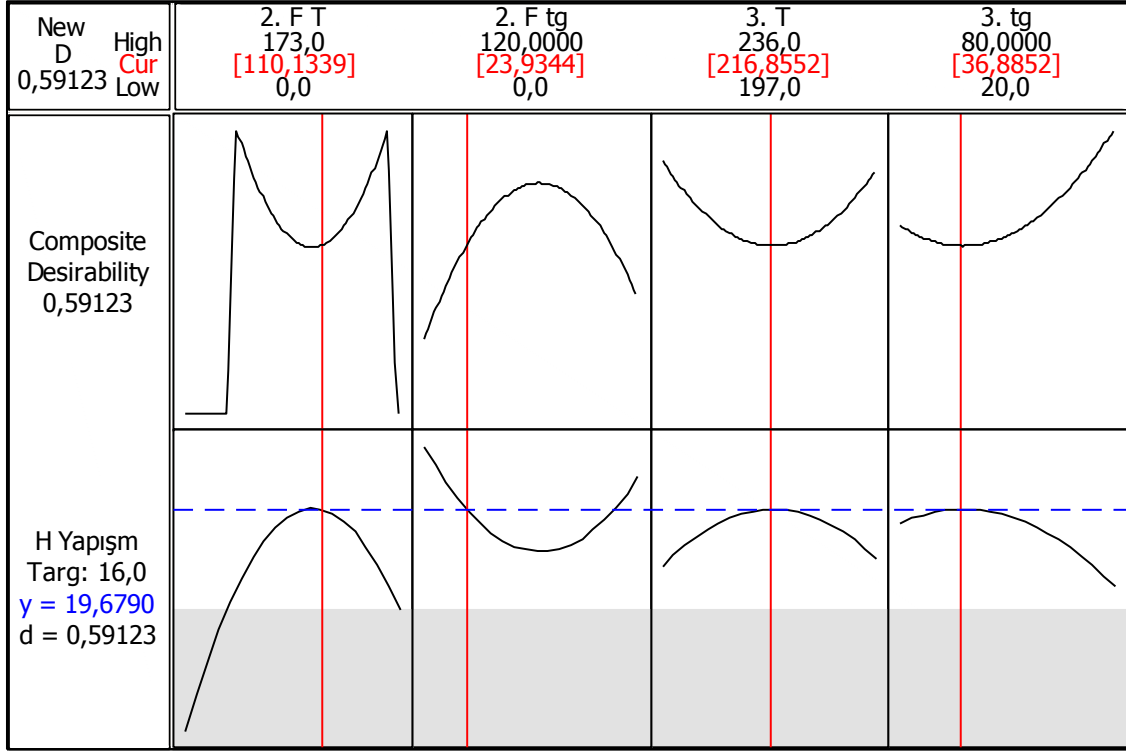
Kord bezi ile kauçuk arasında kimyasal reaksiyonun gerçekleşmesi için kullanılan ara yüzey kimyasalları Bölüm 3’de anlatılmıştır. Kord bezi ile kauçuk arasında dayanıklı bir bağlanmanın oluşabilmesi için kord bezi-kaplama kimyasalları-kauçuk arasında kimyasal reaksiyonun gerçekleşmesi gerekmektedir. Sıcaklığın, bir kimyasal reaksiyon için en etkin parametrelerden biri olduğu bilinmektedir. Yüksek sıcaklıktaki moleküller, yüksek termal enerjiye sahiptir. Kimyasal reaksiyon hızının sıcaklığa bağlı eşitliği 1878 yılında Hood tarafından matematiksel olarak tarif edilmiştir. Ardından Arrhenius tarafından geliştirilen eşitliğe göre sıcaklık artışı ile eksponansiyel olarak reaksiyon hızı da artmaktadır. Terbiye prosesi esnasında sıcaklık artışı ile reaksiyon hızı da artacak ve kimyasal bağların artışı ile kord-kaplama yüzeyi arasındaki bağ güçlenecektir [21].

$$k = Ae^{-E/RT} \quad (7.19)$$

H yapışma yöntemi ile yapılan kord-kauçuk bağlanma kuvveti test sonuçları Minitab programı ile incelendiğinde, 2. ve 3. Fırın sıcaklıklarının, istatistiksel olarak da etkili olduğu görülmektedir. Değerlendirme, EK-A Bölümünde Çizelge EK-A.5 ile verilmiştir. Etkili değişkenler kalın harfler ile belirtilmiştir. Beklendiği üzere, katsayılar, verilen sıcaklık aralıkları dahilinde incelendiğinde, sıcaklık artışı ile H yapışma dayanımı da artmaktadır.

Müşteri taleplerine göre, bu tez denemelerinde kullanılan kord bezi (1670 dtex, 2 kat) için asgari yapışma dayanımının 16 kgf olması gerekmektedir. Min 16 kgf mukavemeti elde edebilmek için 2. ve 3. Fırın sıcaklıklarının olması gereken optimum sıcaklıklar Minitab ile belirlenerek Şekil 7.26 da verilmiştir. 16 kgf hedef değer olarak belirlenen optimizasyon grafiğinde, mevcut işletme koşullarından daha düşük sıcaklıklarda ve sürelerde 19 kgf bağlanma dayanımı elde edilebileceği görülmektedir. 2. Fırın sıcaklığı 140 °C den 110 °C ve 3. Fırın sıcaklığı 230 °C den 216 °C’ye düşürülebilir.

Elde edilen verilerden emin olmak adına modelin sağlamlasının yapılması gerekmektedir. Bölüm 7.1.5’de, yeniden gerçekleştirilen denemelerin sonuçları, Bölüm 7.1.4’de modelden elde edilen eşitliklerin sonuçları ile kıyaslanmıştır. Burada, eşitliğin kesinlik derecesinin % 81.84 olduğu göz ardı edilmemelidir. Yapışma dayanımı, işlem koşullarına ilave olarak, test yönteminden ve kordun kaplandığı kauçuk karışımından gelecek değişkenliklere açıktır.



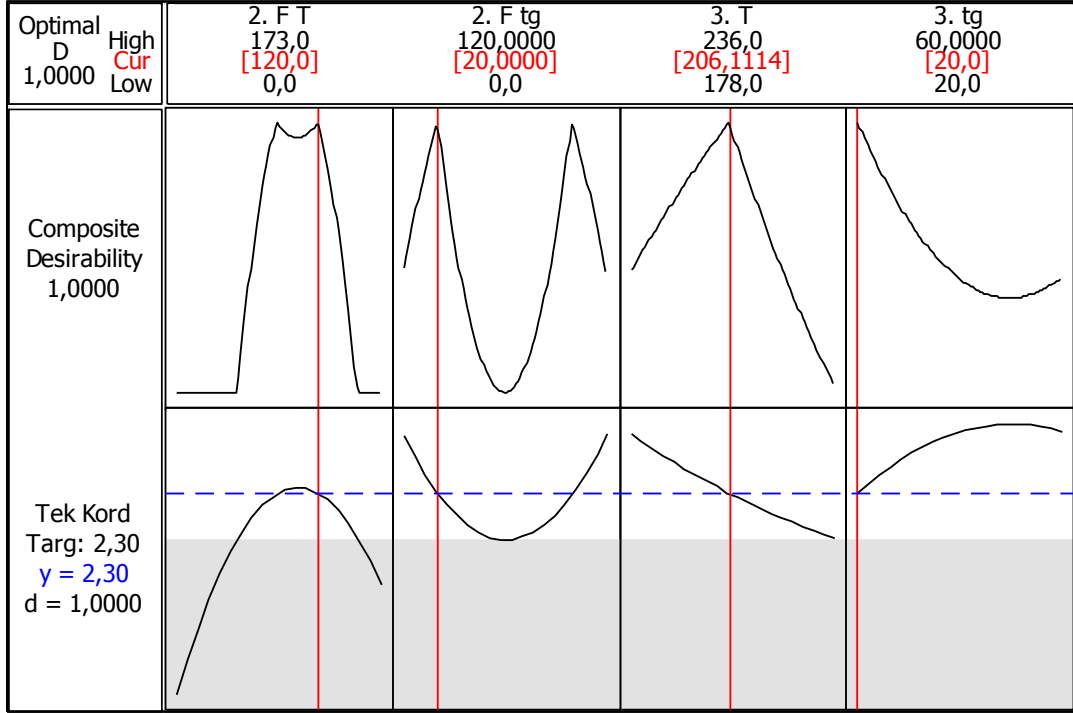
Şekil 7.26 H yapışma metodu ile optimum değer grafiği

7.1.4.6 Tek kord şerit yapışma

Tek Kord Şerit Yapışma yöntemi ile elde edilen verilerin değerlendirilmesinde, istatistiksel olarak anlamlı değişken tespit edilmemiştir. Katsayılara bakıldığında maruziyet süresinin artması ile ölçülen bağlanma mukavemetinin de artacağı görülmektedir. Diğer taraftan, 2. Fırın ve 3. Fırın sıcaklık artışının ölçülen bağlanma dayanımını düşüreceği modelden elde edilen bilgiler arasındadır. Değerlendirme, EK-A Bölümünde Çizelge EK-A.6 ile verilmiştir.

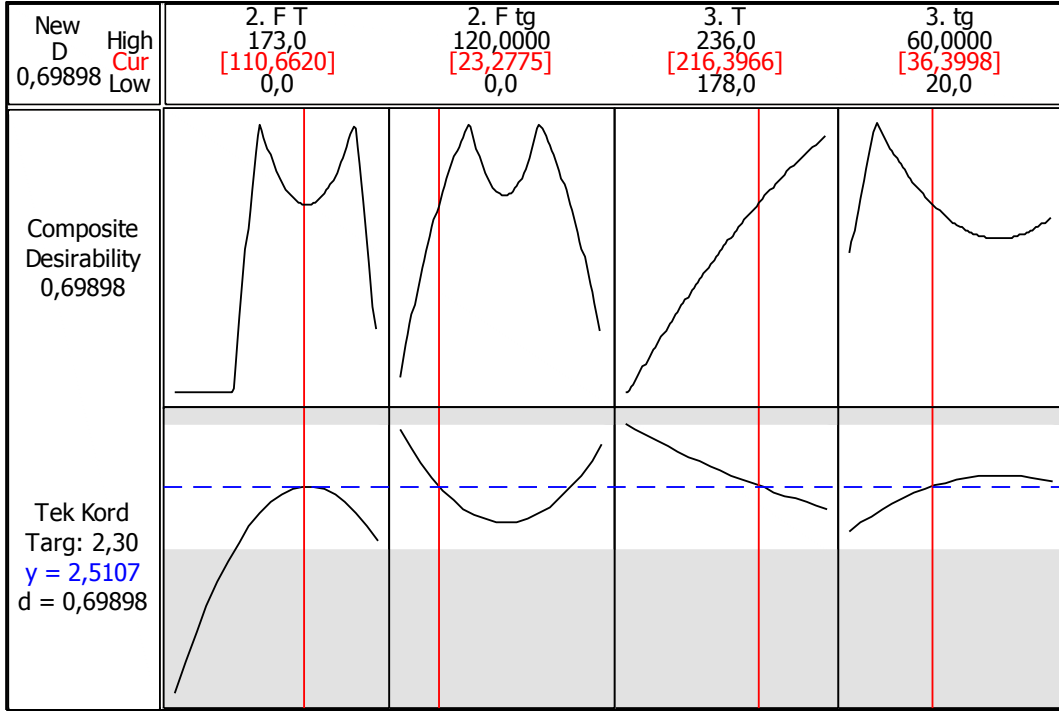
Tek kord şerit yapışma yöntemi sonuçları değerlendirmesinde elde edilen modelin kesinliği, H yapışma test yöntemi ile elde edilen modelin kesinliğinden (% 81.84) daha düşüktür. Kontrol çalışmalarında elde edilecek sonuçlar modeller hakkında daha güvenilir bilgi edinilmesine yardımcı olacaktır.

Optimizasyon şekline bakıldığında, 2.3 kgf tek kord şerit yapışma test sonucu elde edebilmek için, yine H yapışma yöntemi modelinde olduğu gibi daha düşük 2. ve 3. Fırın sıcaklıkları ile çalışılabilir. 2. Fırın sıcaklığı 140 °C den 120 °C ve 3. Fırın sıcaklığı 230 °C den 206 °C'ye düşürülebilir. Grafikte görülen d (desirability) değeri, belirlenen değişken değerlerinde, sonucun elde edilebilme oranını vermektedir. d değerinin 1 olması, bu olasılığın gerçekleşebilir olmasını ifade etmektedir.



Şekil 7.27 Tek kord şerit yapışma metodu ile optimum değer grafiği

H yapışma yönteminde elde edilen işletme koşulları ile gerçekleşecek tek kord şerit yapışma sonuç değerlendirildiğinde ise, 2.51 kgf bağlanma dayanımı elde edilebileceği görülmektedir. Ancak d değerinin düşüşü ile bunun gerçekleşme olasılığının düşük olduğu söylenebilir.



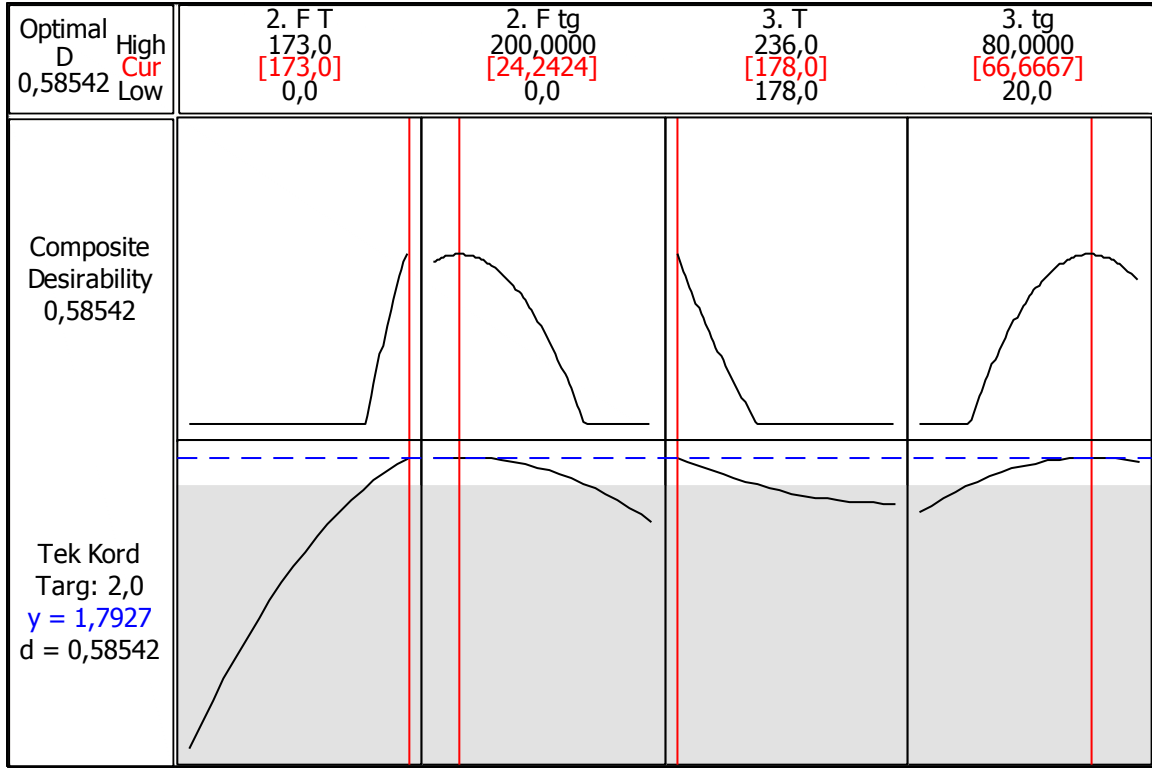
Şekil 7.28 H yapışma metodu optimum değerinin tek kord şerit yapışma yöntemi ile değerlendirilmesi

7.1.4.7 Pireste 1 Saat Pişirme Sonrası Tek Kord Şerit Yapışma

1 saat pişirme sonrası elde edilen bağlanma dayanımı kuvvetleri Minitab ile değerlendirildiğinde 2. Fırın sıcaklığı ve maruziyet süresi istatistiksel olarak anlamlı değişken olarak saptanmıştır. Değerlendirme, EK-A Bölümünde Çizelge EK-A.7 ile verilmiştir. Etkili değişkenler kalın harfler ile belirtilmiştir. Model katsayıları, deneysel tasarımın oluşturulması aşamasında belirlenen sıcaklık ve maruziyet süreleri çerçevesinde incelendiğinde ise 3. Fırın sıcaklık ve süresi ön plana çıkmaktadır. Burada sıcaklık ve maruziyet süresi artışı, 1 saat pişirme sonrası bağlanma dayanımını düşürmektedir.

Bölüm 7.1.2 ve 7.1.3 de açıklandığı üzere 1 saat pişirme sonrası bağlanma dayanımı, hem sıcaklık hem de süre artışı ile azalma eğilimindedir. Kord-kauçuk arası reaksiyon, 60 dakikalık pişirme işlemi sonrası doyum noktasına ulaşarak, bozunmaya başlamaktadır. Bu nedenle, uzun süreli pişirme işlemlerinde, yapışma dayanımının yüksek olması istenen kord bezlerinde, son fırın sıcaklıklarının düşük ve maruziyet sürelerinin düşük belirlenmesi doğru olacaktır.

1 saat pişirme sonrası tek kord şerit yapışma dayanım ölçümü için optimizasyon grafiği çizildiğinde de daha düşük 2. ve 3. Fırın sıcaklıkları ile çalışması gerektiği görülmektedir. (Şekil 7.29)

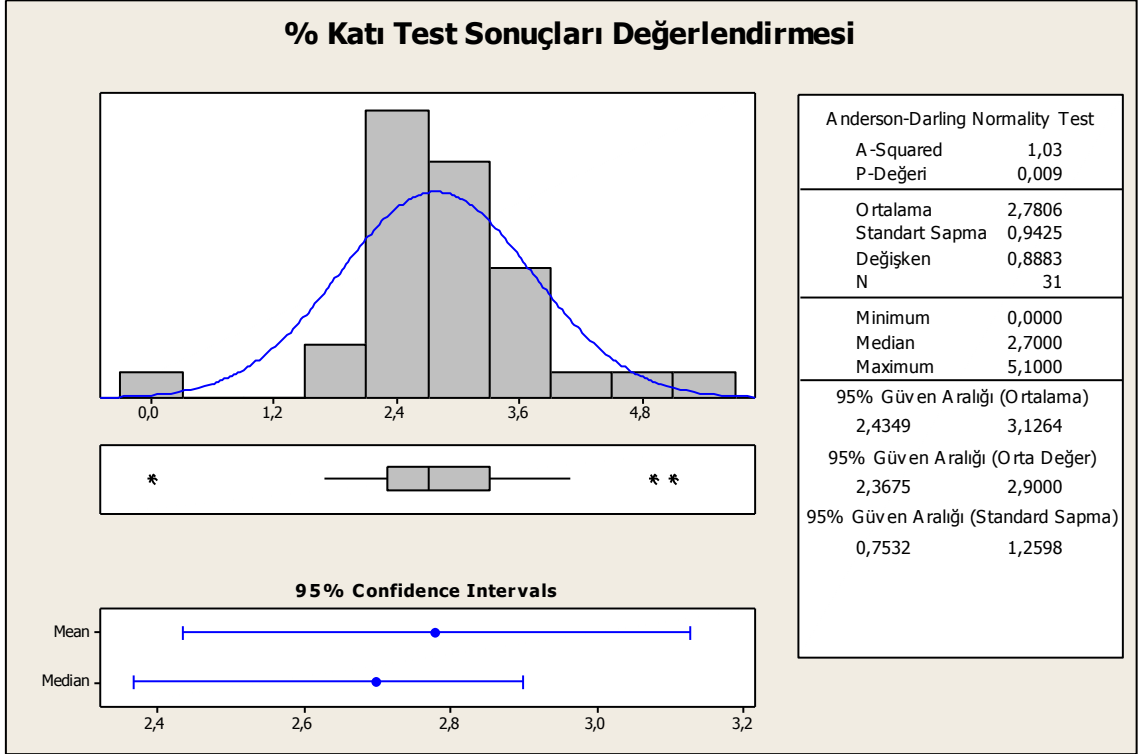


Şekil 7.29 1 saat pişirme sonrası tek kord şerit yapışma yöntemi optimum değerleri

7.1.4.8 Katı Oranları

Katı test sonuçları % 2.43 ile % 3.13 aralığındadır. İstatistiksel olarak, verilerin dağılımı homojen bulunmamıştır ($p < 0.05$). Test metodunun varyasyona açık olması, heterojen sonuç dağılımına neden olmuş olabilir. Bölüm 2.2.4 de ifade edildiği üzere, “dewebber” adı verilen emiş nozulları ile fazla kimyasal çözeltisi kord bezi yüzeyinden çekilmektedir ancak üretim esnasında, kordun yüzeyinde kalan kimyasal ile ilgili herhangi bir kontrol yapılmamaktadır.

Tek kord şerit yapışma ve H Yapışma yöntemleri ile üretilen modellerin kesinlik derecelerinin düşük olması (R-sq), kordların üzerlerine aldıkları kimyasal oranlarının değişkenlik göstermesinden de kaynaklanabilmektedir.



Şekil 7.30 2. ve 3. Fırın katı testi sonuçları normallik ölçümü

7.1.5 Kontrol Denemeleri

Kontrol denemeleri Bölüm 5.4.5 'de verilen değişken koşullarında gerçekleştirilmiştir. Bölüm 7.2'de elde edilen sabit değer ve katsayılar ile, değişkenler yerine koyularak sonuçlar hesaplanmıştır (Çizelge 7.1). Eşitlik 7.20 de kullanılan katsayılar (C_0, C_1, \dots, C_{14}) Çizelge 7.2'de verilmiştir. Hesaplanan sonuçlar, deneme sonucunda elde edilen numunelerin test sonuçlarına oranlanarak, modelin kesinlik derecesi hesaplanmıştır.

$$\begin{aligned}
 Y_i = & C_0 + C_1 * 2\text{Fırın Sıcaklığı} + C_2 * 2 \text{ Maruziyet Süresi} + C_3 * 3\text{Fırın Sıcaklığı} + C_4 * 3 \\
 & \text{Maruziyet Süresi} + C_5 * 2\text{Fırın Sıcaklığı} * 2\text{Fırın Sıcaklığı} + C_6 * 2 \text{ Maruziyet Süresi} * 2 \\
 & \text{Maruziyet Süresi} + C_7 * 3\text{Fırın Sıcaklığı} * 3\text{Fırın Sıcaklığı} + C_8 * 3 \text{ Maruziyet Süresi} * 3 \\
 & \text{Maruziyet Süresi} + C_9 * 2\text{Fırın Sıcaklığı} * 2 \text{ Maruziyet Süresi} + C_{10} * 2\text{Fırın Sıcaklığı} \\
 & * 3\text{Fırın Sıcaklığı} + C_{11} * 2\text{Fırın Sıcaklığı} * 3 \text{ Maruziyet Süresi} + C_{12} * 2 \text{ Maruziyet Süresi} \\
 & * 3\text{Fırın Sıcaklığı} + C_{13} * 2 \text{ Maruziyet Süresi} * 3 \text{ Maruziyet Süresi} + C_{14} * 3\text{Fırın Sıcaklığı} \\
 & * 3 \text{ Maruziyet Süresi}
 \end{aligned} \tag{7.20}$$

$$Y_1 = \text{Kopma Mukavemeti (kgf)}$$

$$Y_2 = \text{Kopmada Uzama(\%)}$$

$$Y_3 = 6,8 \text{ kg yük altında uzama (\%)}$$

$Y_4=H$ Yapışma(kgf)

$Y_5=K$ ısalma(%)

$Y_6=$ Tek Kord Şerit Yapışma Dayanımı (kg)

$Y_7=1$ Saat Pişirme Sonrası (kg)

$R=$ Deneme Sonucu (DS) / Model ile Hesaplanan (MH)

Deneme sonuçları ile modelden elde edilen veriler kıyaslandığında, kopma mukavemeti, kopmada uzama, 6.8 kg yük altında uzama özellikleri için oluşturulan modellerin, % 95 kesinlik ile, gerçeğine en az % 94 oranında yakın sonuç verdiği görülmektedir. % kısalma özelliği için elde edilen modelde R değeri % 85.35 olduğu bilinmektedir. Modelin oluşturulmasında kullanılan değerler (Bknz. Bölüm 6.1.4) virgülden sonra tek hanelidir. Modelin kesinlik derecesinin arttırılabilmesi için kısalma testi ölçümlerinde hassasiyet arttırılmalıdır. Bu nedenle, % kısalma özelliği, kopmada uzama ve 6.8 kg yük altında uzama ile benzer değişkenlere bağlı olsa da model aynı kesinlikte oluşturulamamıştır.

Yapışma testleri model sonucu kontrollerinde gerçek değerden sapma daha yüksektir. Bunun sebebi Bölüm 7.2 de ifade edildiği üzere, yapışma test yönteminin kord özelliklerine bağlı olduğu gibi, kauçuk karışımı, test koşulları gibi dış etkenlerden etkilenmesidir.

Elde edilen modeller, kopmada uzama, kopma mukavemeti, 6.8 kg yük altında uzama özellikleri için direk kullanılabilir. Yapışma özellikleri için ise model ile elde edilen değer ile gerçekleşen değer arasındaki sapma % 25 oranında yüksek olabileceği için, fırın sıcaklıkları ve maruziyet süreleri değişimi altında yapışmanın etkilenme eğiliminin göz önünde bulundurularak çalışılması daha sağlıklı olacaktır.

Çizelge 7.1 Model ile hesaplanan fiziksel özellikler ile test sonuçlarının karşılaştırılması

	Sistem No	Deneme Sonucu (DS)	Model ile Hesaplanan (MH)	Modelin % 95 Kesinlik ile Doğruluk Oranı (DS/MH)
Kopma Mukavemeti (kg)	29267	21.53	21.92	98%
	29268	21.83	21.97	99%
	29269	21.83	22.02	99%
	29270	21.58	22.06	98%
	29271	21.26	22.09	96%
Kopmada Uzama (%)	29267	13.58	13.887	98%
	29268	13.22	13.589	97%
	29269	13.11	13.379	98%
	29270	12.76	13.297	96%
	29271	12.47	13.327	94%
6.8 kg Yük Altında % Uzama (%)	29267	5.1	5.058	101%
	29268	4.85	4.948	98%
	29269	4.81	4.834	100%
	29270	4.72	4.737	100%
	29271	4.7	4.637	101%
Kısalma (%)	29267	1.4	2.144	65%
	29268	1.5	2.185	69%
	29269	1.6	2.269	71%
	29270	1.5	2.380	63%
	29271	1.8	2.542	71%
H-Yapışma (kg)	29267	20.931	17.374	120%
	29268	20.924	17.065	123%
	29269	19.74	15.467	128%
	29270	13.416	12.902	104%
	29271	15.301	8.798	174%
Tek Kord Şerit Yapışma (kg)	29267	2.729	2.232	122%
	29268	2.948	2.260	130%
	29269	2.872	2.303	125%
	29270	2.856	2.353	121%
	29271	2.746	2.423	113%
Pireste 1 Saat Pişirme Sonrası Tek Kord Şerit Yapışma (kg)	29267	1.424	1.309	109%
	29268	1.638	1.301	126%
	29269	1.839	1.319	139%
	29270	1.935	1.359	142%
	29271	1.723	1.432	120%

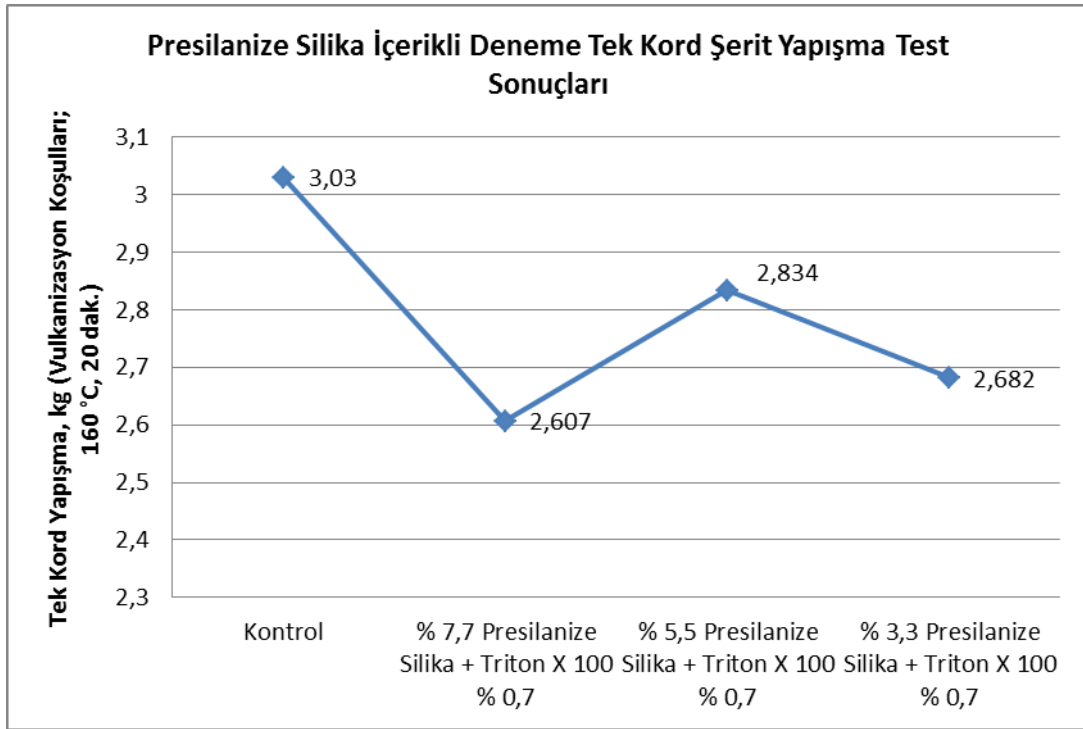
Çizelge 7.2 2. ve 3. Fırın sıcaklık ve maruziyet süreleri değişkenlerine bağlı elde edilen modellerin katsayıları

Katsayılar	Y ₁	Y ₂	Y ₃	Y ₄	Y ₅	Y ₆
	Kopma Mukavemeti (kg)	Kopmada Uzama, (%)	6,8 kg'da Uzama (%)	H Yapışma. (kgf)	Tek Kord Şerit Yapışma (kgf)	Kısalma (%)
R	99.91	96.95	93.78	81.84	62.47	85.34
C0	29.3502	22.6766	0.415156	-314.627	11.1974	11.2663
C1	-0.0648	0.0654	0.0290916	0.2239	-0.0123	-0.0025
C2	0.0019	0.0654	0.0108665	-0.0598	-0.0522	-0.0084
C3	-0.0358	-0.1593	0.00824847	2.9377	-0.0652	-0.0908
C4	0.0942	-0.102	0.00319380	0.3449	0.0372	0.0393
C5	-	-	-5.37214E-05	-0.001	-0.0001	-
C6	-0.0003	-0.0004	-1.61181E-05	0.0016	0.0003	0.0002
C7	-	0.0006	3.84961E-05	-0.0066	0.0001	0.0002
C8	-0.0001	0.0022	-7.02231E-05	-0.0027	-0.0007	-0.0004
C9	-	0.0002	7.08350E-06	0.0003	-	-
C10	0.0004	-0.0004	-7.63063E-05	-0.0002	0.0002	-
C11	-0.0006	0.0001	3.09252E-05	0.0008	0.0001	-
C12	0.0001	-0.0002	-4.37067E-05	-0.0006	0.0001	-
C13	0.0002	0.0002	2.20875E-05	-0.0008	-0.0002	-
C14	-0.0002	-0.0004	4.65112E-07	-0.0011	0.0001	-

7.2 Kord Bezi Yüzey Modifikasyonu Denemelerinin Değerlendirilmesi

7.2.1 Presilanize silika ile gerçekleştirilen denemelerin değerlendirilmesi

Denemeler tek kord şerit yapışma yöntemi ile değerlendirilmiştir ve sonuçlar Şekil 7.31’de gösterilmiştir. Presilanize silika eklenmiş 2. banyo ile yüzey işleme tabi tutulan kord bezi numunelerinde, tek kord şerit yapışma değerinin düştüğü görülmektedir. 2. kimyasal kaplama banyosuna eklenen presilanize silikanın, iyileştirme işlemi sonrası banyo küvetine çöktüğü tespit edilmiştir. Homojen bir karışım elde edilememiş olması test sonuçlarını da olumsuz yönde etkilemiştir. Aynı zamanda presilanize silikanın çöküyor olması, endüstriyel açıdan da kullanılabilirliğini sınırlamaktadır.



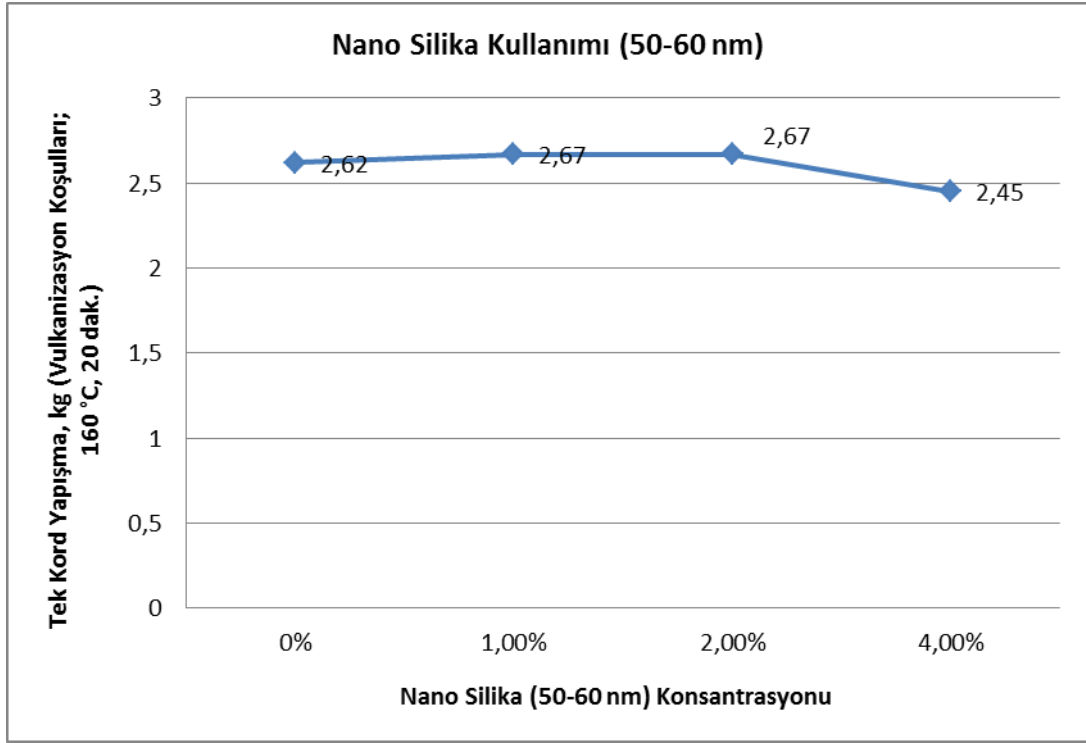
Şekil 7.31 Farklı oranlarda presilanize silika içeren 2. kimyasal banyo ile iyileştirme işlemine tabi tutulmuş poliester kord bezinin tek kord şerit yapışma sonuçları

7.2.2 Nano silika dispersiyonu ile gerçekleştirilen denemelerin değerlendirilmesi

Presilanize olarak tedarik edilen ve denemelerde kullanılan silikanın banyo içerisinde çökmesi üzerine, dispersiyon halinde satılan silika araştırması yapılarak, bu bölümde değerlendirilecek olan denemeler çalışılmıştır.

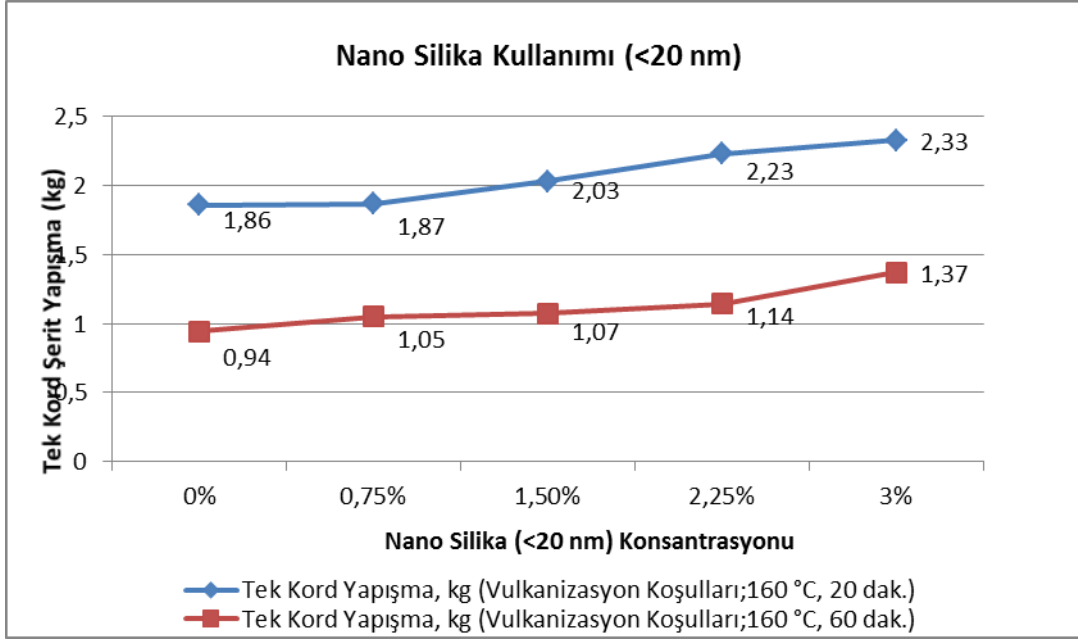
% 50, 50-60 nm aralığında parça büyüklüğünde nano silika içeren dispersiyon, ikinci yüzey kaplama kimyasalına farklı konsantrasyonlarda eklenerek, Çizelge 5.2 de verilen koşullarda iyileştirme işlemi uygulanmıştır. Elde edilen numunelerin kord bezi-kauçuk bağlanma dayanımı tek kord yapışma yöntemi ile ölçülmüştür.

Yapılan testler neticesinde kord-kauçuk bağlanma dayanımında artışa rastlanmamıştır. Parçacıkların kord yüzeyine tutunamaması dolayısı ile kord bezi-kauçuk arasındaki bağlanmada yer alamaması, yapışma dayanımında fark göremeyişimizin sebebi olabilir.



Şekil 7.32 Farklı oranlarda nano silika (50-60 nm) içeren 2. kimyasal banyo ile iyileştirme işlemine tabi tutulmuş poliester kord bezinin tek kord şerit yapışma sonuçları 50-60 nm boyutundaki nano silikalar ile yapılan çalışma ardından, 20 nm boyundaki nano silika içeren % 30 luk dispersiyon ile benzeri çalışma tekrarlanmıştır. Parça büyüklüğünün küçülmesi ile, ve artan nano silika oranları ile birlikte yapışma mukavemetinin arttığı görülmüştür. 20 dakika vulkanizasyon süresi ile hazırlanan numunelerde, % 3 nano silikanın ikinci yüzey kaplama kimyasalına eklenmesi yapışma mukavemetini % 25 arttırırken, 60 dakika vulkanizasyon süresi ile hazırlanan numunelerde % 3 nano silikanın ikinci yüzey kaplama kimyasalına eklenmesi yapışma mukavemetini % 46 arttırmıştır. 20 nm den daha düşük parça büyüklüğüne sahip nano silikanın ikinci yüzey kaplama kimyasalına eklenmesi 20 dakika ve 60 dakika

vulkanizasyon süresi ile hazırlanan kord bezi numunelerinde yapışma mukavemetini belirgin olarak arttırmaktadır.



Şekil 7.33 Farklı oranlarda nano silika (<20 nm) içeren 2. kimyasal banyo ile iyileştirme işlemine tabi tutulmuş poliester kord bezinin tek kord şerit yapışma sonuçları

SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında, iki farklı yol izlenerek poliester kord bezi – kauçuk bağlanma özelliğinin iyileştirilmesi hedeflenmiştir. Deneysel tasarım yöntemlerinden biri olan tepki yüzey tasarım ve tam etkensel tasarım yöntemleri kullanılarak, kord bezi üretim süreci değişkenlerinin, kord bezi - kauçuk yapışma değerine ve kord bezi fiziksel özelliklerine etkileri incelenmiştir. Böylelikle, hem kord bezi üretim sürecinin, hem de kord bezi - kauçuk yapışmasının iyileşmesi için çalışma yapılmıştır. Bu amaçla, üretim sürecinde, kord bezine yapışma özelliğinin verildiği iyileştirme bölümüne ait süreç değişkenleri incelenmiştir.

Tez kapsamında yürütülen ikinci çalışması ise, poliester kord bezi kaplama karışımının iyileştirilmesi ile kord bezi – kauçuk yapışma özelliğinin artırılması üzerine yürütülmüştür. İki aşamalı olarak gerçekleştirilen poliester iyileştirme işleminde, 2. kimyasal banyosuna presilanize silika ve nano silika (50 nm ve <20 nm boyutlarında) dispersiyonu eklenerek denemeler gerçekleştirilmiştir.

Kord bezi üretim sürecindeki değişkenlerin, kord bezi - kauçuk yapışma değerine ve kord bezi fiziksel özelliklerine etkilerinin incelendiği deneyler sonucunda, kord bezi - kauçuk yapışma değerine en fazla etkisi olan değişkenlerin fırın sıcaklıkları olduğu anlaşılmıştır.

Üç fırın ve iki kimyasal kaplama banyosu bulunan yüzey işlem sisteminde yapılan deneylerde değişkenlerin etkisi, her bir fırın bölmesi için ayrı ayrı tam etkensel tasarım yöntemi ile değerlendirilirken, 2. ve 3. fırın bölmeleri tepki yüzey tasarım yöntemi ile beraber değerlendirilmiştir. Her bir fırın için ayrı ayrı gerçekleştirilen deneyler sonucunda, 3. fırının, son bölge olması sebebiyle, kord bezi fiziksel özellikleri ve

yapışma dayanımı özelliği üzerinde diğer iki fırın bölümünden daha etkin olduğu istatistiksel olarak tespit edilmiştir.

Her üç fırın için yapılan deneylerde kopma mukavemeti sıcaklık artışı ile azalmaktadır. Sıcaklığın etkisi ile iplik içerisindeki % kristal oranı ve ortalama kristal büyüklüğünün değişmesi ile, iplikte oluşturulan homojenitenin bozunması ile kopma mukavemeti düşüşünün gerçekleştiği düşünülmektedir. 2. ve 3. fırın birlikte değerlendirildiğinde ise sıcaklıklar istatistiksel olarak da anlam kazanmaktadır. Sıcaklık artışı ile kopma mukavemetinin düşüşü tepki yüzey tasarımı modellemesi ile de ispatlanmıştır.

Poliester kord bezinin kopmada uzama özelliği için, hem tam etkensel tasarım ile hem de tepki yüzey tasarımı ile değerlendirme yapıldığında, sıcaklık ve maruziyet süreleri etkisi, istatistiksel olarak anlamlı bulunmuştur. Sıcaklığın artışı ile poliester kordun amorf bölgelerinde artan dolaşıklık, kordun test esnasında çekilmesi ile açılmakta ve kopmada uzama değerini arttırmaktadır. 2. Fırında artan dolaşıklık, 3. Fırında daha yüksek sıcaklıklara maruz kalınması ile ısıl sabitleme yaratmakta ve 3. Fırında artan sıcaklık ve maruziyet süresi kopmada uzama değerini düşürmektedir.

6.8 kg yük altında uzama özelliği de kopmada uzama özelliği gibi fırın sıcaklıklarına bağlı olarak değişmektedir. Özellikle son bölge sıcaklığı artışı, 6.8 kg yük altında uzama değerini arttırmaktadır.

Sıcaklık artışı ile iplik üzerinde entropi yükselme eğilimine geçmektedir. Bu da amorf bölgelerdeki dizilimin değişmesine ve elyafın, terbiye işlemi esnasında kısalma eğilimi göstermesine neden olmaktadır. Bu nedenle kısalma özelliği değişiminde sıcaklığın istatistiksel olarak etkili olması beklenir. Ancak, tüm çalışmalarda sadece son fırın maruziyet süresi etkili parametre olarak saptanmıştır. Test sonuçları hassasiyetinin düşük olması (virgülden sonra tek hane ile ölçümler alınabilmektedir) nedeniyle, sonuç değerlerin birbirine çok yakın çıkmasının istatistiksel olarak sağlıklı değerlendirme yapılamamasına neden olduğu düşünülmektedir.

Kord bezi-kauçuk bağlanma dayanımı test sonuçları incelendiğinde, tam etkensel tasarım ile yapılan değerlendirmelerde sıcaklık ve maruziyet süreleri istatistiksel olarak etkili bulunmamıştır. Birinci kaplama kimyasalı içerisinde yer alan bloke izosiyanatların aktivasyon sıcaklığı üzerine çıkmış olması sebebi ile 1. fırın sıcaklığının istatistiksel olarak etkili değişken tespit edilmediği öngörülmektedir. 2. ve 3. fırın birlikte

değerlendirildiğinde, 2. ve 3. fırın sıcaklıkları istatistiksel olarak da anlam kazanmaktadır. Sıcaklık artışı ile yapışma mukavemetinin de artacağı, maruziyet sürelerinin artışı ile de azalacağı tespit edilmiştir. Ancak burada ifade edilmek istenen, deneysel tasarım için girilmiş olan aralıklar içerisinde gösterdiği eğilimdir. Optimum değer grafiği çizildiğinde, H yapışma metodu ile 19 kgf yapışma mukavemeti elde edilebilmesi için 2. Fırın sıcaklığı 110 °C, 2. Fırın maruziyet süresi 23 saniye, 3. Fırın sıcaklığı 216 °C ve 3. Fırın maruziyet süresi 37 saniyedir. Kontrol olarak çalışılan endüstriyel iyileştirme işlemi koşullarında ise 2. Fırın sıcaklığı 140 °C ve 3. Fırın sıcaklığı 230 °C dir. Kontrol ile kıyaslandığında fırın sıcaklıklarının düşürülmesi H yapışma test sonuçlarında düşüşe neden olmayacağı yönündedir. 3. Fırının tam etkensel tasarım yöntemi ile değerlendirilmesinde de, fırın sıcaklıklarının artışı ile H yapışma dayanımının düşüş eğiliminde olacağı görülmektedir. Fırın sıcaklıklarının düşürülmesi ve maruziyet sürelerinin kısaltılması, iyileştirme işlemi maliyetinde azalmaya imkan sağlarken, ürün kalitesini değiştirmemektedir. Optimizasyon ile elde edilen fırın sıcaklık ve maruziyet süreleri, işletme koşullarında tekrarlanarak, üretim işlem koşullarında düzenleme yapılacaktır.

1 saat pişirme sonrası (standartı 20 dakikadır) ölçülen tek kord şerit yapışma yönteminde ise, optimum yapışma dayanımının elde edilebilmesi için 3. fırın sıcaklığının 178 °C'ye düşürülmesi, 2. Fırın sıcaklığının ise 173 °C'ye çıkarılması gerektiği tespit edilmiştir. Kord-kauçuk arası reaksiyon, 60 dakikalık pişirme işlemi sonrası doyum noktasına ulaşarak, bozunmaya başlamaktadır. Bu nedenle, uzun süreli pişirme işlemlerinde, yapışma dayanımının yüksek olması istenen kord bezlerinde, son fırın sıcaklıklarının düşük ve maruziyet sürelerinin düşük belirlenmesi doğru olacaktır.

Poliester kord bezi kaplama karışımının iyileştirilmesi ile kord bezi – kauçuk yapışma özelliğinin artırılması için 1. kimyasal banyo karışımına eklenen presilanize silika uygulamasında, yapışma dayanım testlerinde iyileşme görülmemiştir. Çalışmalar esnasında dibe çöken presilanize silika, homojen bir karışım elde edilememesine neden olarak kord bezi – kauçuk yapışma mekanizmasına katkıda bulunmuştur. Aynı zamanda presilanize silikanın çökme eğilimi, endüstriyel açıdan da uygulanabilirliğini sınırlamaktadır.

Presilanize silikanın dibe çökmesi sebebiyle, % 50 konsantrasyonda, 50 nm parça büyüklüğünde nano silika içeren dispersiyon, ikinci yüzey kaplama kimyasalına

eklenerek tek kord şerit yapışma yöntemi ile test edilmiş ve bu kimyasal takviyesi ile de iyileştirme görülememiştir.

20 nm'den düşük parça büyüklüğündeki nano silika içeren % 30 luk dispersiyon ile benzeri çalışma tekrarlanmıştır. Parça büyüklüğünün küçülmesi ile ve artan nano silika oranları ile birlikte yapışma mukavemetinin arttığı görülmüştür. 20 dakika vulkanizasyon süresi ile hazırlanan numunelerde, % 3 nano silikanın ikinci yüzey kaplama kimyasalına eklenmesi yapışma mukavemetini % 25 arttırırken, 60 dakika vulkanizasyon süresi ile hazırlanan numunelerde % 3 nano silikanın ikinci yüzey kaplama kimyasalına eklenmesi yapışma mukavemetini % 46 arttırmıştır. 20 nm den daha düşük parça büyüklüğüne sahip nano silikanın ikinci yüzey kaplama kimyasalına eklenmesi 20 dakika ve 60 dakika vulkanizasyon süresi ile hazırlanan kord bezi numunelerinde yapışma mukavemetini belirgin olarak arttırmaktadır. 20 nm'den düşük parça büyüklüğündeki nano silika içeren kimyasal banyo ile üretim hattında yüzey kaplama işlemi tekrarlanacaktır. Benzer sonuçların, üretim hattında gerçekleştirilen üründe de elde edilmesi halinde, 20 nm'den düşük parça büyüklüğündeki nano silika kullanımına geçilmesi önerilmektedir.

KAYNAKLAR

- [1] Şanyılmaz, M., (2006). DeneY Tasarımı ve Kalite Geliştirme Faaliyetlerinde Taguchi Yöntemi ile bir Uygulama, Yüksek Lisans Tezi, Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kütahya.
- [2] Karakoç, Ö., (2006). DeneYlerin Faktöriyel Tasarımı, Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [3] Hiromitu T., Takayuki S. ve Yasumi K., (1995). Adhesive compositions for rubber and fiber, rubber-reinforcing synthetic fibers, and fiber-reinforced rubber structures, EP 0 695 793 B1 BE DE FR GB IT LU NL.
- [4] Reuter R. F., Imhoff S. J. A., Göksoy M. ve Schmitz F., (2007). Agricultural or Industrial Tire With Polyester Cord, US 2007/0277920 A1 US.
- [5] Solomon, T. S., (1984). Preperation of cord for Bonding to Rubber, US 4448813 US.
- [6] Kalafus E. F. ve Wise R. M., (1974). Bonding Polyester to Rubber, US3857730 US, 31 December 1974.
- [7] Boles, H. J., (1976). Adhesion/Bonding Dip for Tire Reinforcement Fabrics, US 3964950 US.
- [8] Jamshidi M., Afshar F., Mohammadi N. ve Pourmahdian S., (2005), “Study on cord/rubber interface at elevated temperatures by H-pull test method”, Applied Surface Science, 249: 208-215.
- [9] Mruk R., Frantzen A., Schmitz F., Loesslein W. A. L., Julien S., Imhoff A., Thielen G. M. V. ve Donckels Y., (2009). Pneumatic tire, US2009/0044893 A1 US.
- [10] Mihara S., (2009). Reactive Processing of Silica-Reinforced Tire Rubber, Doktora Tezi, University of Twente, Yokohama Rubber Co. LTD, Enschede, Hollanda.
- [11] Ph. Colomban, Ramirez J. M. H., Paquin R., Marcellan A. ve Bunsell A., (2006), “Micro-Raman study of the fatigue and fracture behaviour of single PA66 fibers: Comparison with single PET and PP fibres”, Engineering Fracture Mechanics, 73:2463-2475.
- [12] Simal A. L. ve Martin A. R., (1998), “Structure of Heat-Treated Nylon 6 and 6.6 Fibers I. The Shrinkage Mechanism”, Journal of Applied Polymer Science, 68:441-452.

- [13] Bendak A., Kantouch A. ve Nasr M. F., (1997), “Some Studies on Thermal Treatments of Polyester Fibers: Structural Changes”, *Journal of Applied Polymer Science*, 66:2773-2780.
- [14] Rath J. P., Chaki T. K. ve Khashtgir D., (2011), “Effect of Thermal Treatment on Structure and Properties of Polyester Tire Cords”, *Journal of Applied Polymer Science*, 124: 266–274.
- [15] Toker, Z. (2008). Taguchi Yöntemi ile Yapışma Optimizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Kocaeli Üniversitesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, Kocaeli.
- [16] Neil M., (2004), *Light Vehicle Tyres*, 2004.
- [17] Ayyıldız, Y. (2008), *Tire Cord Production and Fabric Properties Training Notes*, Kordsa Global.
- [18] Özdizdar, A. (2004), *Teknik Tekstil Sektör Araştırması*, İstanbul Ticaret Odası, İstanbul.
- [19] Gupta V. B. ve Kothari V. K., (1997), *Manufactured Fibre Technology*, 14, Chapman & Hall, 271-317.
- [20] Fourné, F. (1999), *Synthetic Fibers*, Carl Hanser Verlag, Munich.
- [21] Eirich, F. R., (1978), *Science and Technology of Rubber*, Third Edition, Elsevier Academic Press Inc., United States of America.
- [22] Fleming R. A. ve Livingston D. I., (1978), *Tire Reinforcement and Tire Performance*, Edition 2013, American Society for Testing and Materials, Ohio, United States of America.
- [23] Agee R. D. ve Pigott W. T., (1980), *Nylon Tire Cord Heat Setting*, *Elastomerics*, 28-34.
- [24] Trask C. ve Pomies F., “Treating Optimization of Advanced Polyester Tire Cord”, *Alliedsignal Performance Fibers*, Longlaville, France.
- [25] McDonel E. T., (2006), *Pneumatic Tire*, National Highway Traffic Safety Administration, Akron, United States of America.
- [26] Durairaj, R. B., (2005), *Resorcinol Chemistry, Technology and Applications*, Berlin.
- [27] Rodriguez J.F., Pérez V.M., Padmanabhan D. ve Renaud J.E., (2001), “Sequential approximate optimization using variable fidelity response surface approximations”, *Struct Multidisc Optim*, 22:24–34.
- [28] Khuri A. I. ve Mukhopadhyay S., (2010), “Response Surface Methodology” *WIREs Comp Stat*, 2:128-149.
- [29] Živorad L., (2004), *Desing of Experiments in Chemical Engineering*, Wiley-VCH, Germany.
- [30] Dean A. M. ve Voss D., (1999), *Design and Analysis of Experiments*, Springer-Verlag, New York
- [31] Düzgünes O., Kesici T., Kavuncu O. ve Gürbüz F. (1987), *Araştırma ve Deneme Metodları*, Ankara Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları, Ankara.
- [32] Park, G., (2007), *Analytic Methods for Design Practice*, 15. Edition, Springer.

- [33] Kasap, Ş., (2006), F-4 Uçaklarında Yakıt Tüketimini Etkileyen Faktörlerin 2k Deneyleri ve Taguchi Yöntemiyle Belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.
- [34] Kul, S., (2004), Cevap Yüzeyi Yöntemleri, Yüksek Lisans Tezi, Mersin Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Mersin
- [35] Sibanda W. ve Pretorius P., (2013), “Comparative study of the application of central composite face-centred (CCF) and Box-Behnken designs (BBD) to study the effect of demographic characteristics on HIV risk in South Africa” Netw Model Anal Health Inform Bioinforma, 13-32.
- [36] Plasun R., 3.1.5 Central Composite Designs
<http://www.iue.tuwien.ac.at/phd/plasun/node32.html>, 15 Haziran 2013.
- [37] Norman R. D. ve Lin D. K. J., (1996), Handbook of Statics, Elsevier Science B. V., 13. Edition
- [38] Allen, T. T., (2006), Introduction To Engineering Statics And Six Sigma, Springer-Verlag London Limited
- [39] Eren, İ., (2004), Patateslerin Osmotik Dehidrasyonunun "Response Surface" Metodu Kullanılarak Optimizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Ege Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir
- [40] Aditya V. G. ve Mallick B. R., (2008), Preperation of Silica Nanoparticles Using Microemulsion Techniques, Bachelor Thesis, Department of Chemical Engineering, National Institute of Technology, Rourkela.
- [41] Upadhyay S. K. (2006), Chemical Kinetics and Reaction Dynamics. Springer, Anamaya, Kanbur, India.
- [42] Goethals P. L. ve Cho B. R., (2011), “Using higher precision-based response surface designs to determine the optimal process target”, Int J Adv Manuf Technol, 56:13-30.
- [43] Baynal K. ve Aksu B., Shainin Deney Tasarımı ile Çıktı Değişkenliğinin Azaltılması ve Bir Uygulama, Yöneylem Araştırması ve Endüstri Mühendisliği 29. Ulusal Kongre.
- [44] Jung S., Park T., Jun K., Yoon J., Lee S. ve Chung W., (2009), “A study on the optimization method for a multi-body system using the response surface analysis”, Journal of Mechanical Science and Technology, 23: 950-953.

2. VE 3. FIRIN SICAKLIK VE SÜRELERİ DEĞİŞİMİNİN KORD BEZİ ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

2. ve 3. fırın sıcaklık ve süre değişkenlerinin birlikte incelendiği tepki yüzey tasarımı değerlendirmeleri aşağıdaki çizelgelerde paylaşılmıştır. Her bir parametre için etkili değişkenler koyu harfler ile işaretlenmiştir.

Çizelge EK-A.1 2. ve 3. fırın değişkenlerinin kopma mukavemeti üzerindeki etkisi

R-Sq = 99,25%					
Kopma Mukavemeti için Tahmin Edilen Katsayılar					
Sabit	Katsayı	SE	Kat.	T	P
Terimler	21,8895	0,02817		777,091	0,000
2. Fırın T	-0,0625	0,02538		-2,462	0,043
2. Tırın tg	-0,1724	0,02385		-7,230	0,000
3. Fırın T	-0,1244	0,02467		-5,043	0,001
3. Tırın tg	-0,1873	0,02404		-7,791	0,000
2. Fırın T*2. Fırın T	-0,0143	0,02261		-0,633	0,547
2. Tırın tg*2. Tırın tg	-0,5157	0,04377		-11,782	0,000
3. Fırın T*3. Fırın T	-0,0179	0,02191		-0,815	0,442
3. Tırın tg*3. Tırın tg	-0,0220	0,02054		-1,071	0,320
2. Fırın T*2. Tırın tg	0,0176	0,03101		0,567	0,588
2. Fırın T*3. Fırın T	0,1985	0,02513		7,900	0,000
2. Fırın T*3. Tırın tg	-0,2536	0,03090		-8,209	0,000
2. Tırın tg*3. Fırın T	0,0759	0,02487		3,053	0,019
2. Tırın tg*3. Tırın tg	0,1333	0,02986		4,466	0,003
3. Fırın T*3. Tırın tg	-0,0575	0,02472		-2,328	0,053
Sabit	Katsayı				
Terimler	29,3502				
2. Fırın T	-0,0648120				
2. Tırın tg	0,00163692				
3. Fırın T	-0,0357632				
3. Tırın tg	0,0807566				
2. Fırın T*2. Fırın T	-2,28991E-05				
2. Tırın tg*2. Tırın tg	-2,06289E-04				
3. Fırın T*3. Fırın T	-4,46428E-05				
3. Tırın tg*3. Tırın tg	-5,49934E-05				
2. Fırın T*2. Tırın tg	1,40687E-05				
2. Fırın T*3. Fırın T	0,000397010				
2. Fırın T*3. Tırın tg	-5,07244E-04				
2. Tırın tg*3. Fırın T	7,59223E-05				
2. Tırın tg*3. Tırın tg	0,000133343				
3. Fırın T*3. Tırın tg	-1,43862E-04				

Çizelge EK-A.2 2. ve 3. fırın değişkenlerinin kopmada uzama özelliği üzerindeki etkisi

R-Sq = 96,95%				
Kopmada Uzama için Tahmin Edilen Katsayılar				
Sabit	Katsayı	SE Kat.	T	P
Terimler	13,9956	0,07069	197,981	0,000
2. Fırın T	-0,1215	0,04748	-2,558	0,028
2. Tırın tg	-0,2851	0,05944	-4,796	0,001
3. Fırın T	0,8374	0,06913	12,114	0,000
3. Tırın tg	0,0954	0,05762	1,656	0,129
2. Fırın T*2. Fırın T	-0,0147	0,02980	-0,494	0,632
2. Tırın tg*2. Tırın tg	-1,1081	0,38840	-2,853	0,017
3. Fırın T*3. Fırın T	0,2534	0,06230	4,068	0,002
3. Tırın tg*3. Tırın tg	0,8699	0,38085	2,284	0,045
2. Fırın T*2. Tırın tg	0,2508	0,05679	4,417	0,001
2. Fırın T*3. Fırın T	-0,1835	0,06063	-3,027	0,013
2. Fırın T*3. Tırın tg	0,0295	0,06023	0,489	0,635
2. Tırın tg*3. Fırın T	-0,2275	0,05881	-3,868	0,003
2. Tırın tg*3. Tırın tg	0,1787	0,05860	3,050	0,012
3. Fırın T*3. Tırın tg	-0,1582	0,06091	-2,598	0,027

Sabit	Katsayı
Terimler	22,6766
2. Fırın T	0,0653645
2. Tırın tg	0,0741686
3. Fırın T	-0,159266
3. Tırın tg	-0,102049
2. Fırın T*2. Fırın T	-2,35283E-05
2. Tırın tg*2. Tırın tg	-4,43230E-04
3. Fırın T*3. Fırın T	0,000633559
3. Tırın tg*3. Tırın tg	0,00217465
2. Fırın T*2. Tırın tg	0,000200677
2. Fırın T*3. Fırın T	-3,67031E-04
2. Fırın T*3. Tırın tg	5,89477E-05
2. Tırın tg*3. Fırın T	-2,27503E-04
2. Tırın tg*3. Tırın tg	0,000178709
3. Fırın T*3. Tırın tg	-3,95591E-04

Çizelge EK-A.3 2. ve 3. fırın değişkenlerinin 6.8 kg yük altında % uzama özelliği
üzerindeki etkisi

R-Sq = 93,78%				
6,8 kg'da Uzama için Tahmin Edilen Katsayılar				
Sabit	Katsayı	SE Kat.	T	P
Terimler	5,09820	0,03564	143,054	0,000
2. Fırın T	0,01517	0,02411	0,629	0,540
2. Tırın tg	0,03817	0,02843	1,343	0,202
3. Fırın T	0,25215	0,03289	7,667	0,000
3. Tırın tg	0,06180	0,02885	2,142	0,052
2. Fırın T*2. Fırın T	-0,03358	0,01087	-3,089	0,009
2. Tırın tg*2. Tırın tg	-0,04030	0,01887	-2,135	0,052
3. Fırın T*3. Fırın T	0,01540	0,02996	0,514	0,616
3. Tırın tg*3. Tırın tg	-0,02809	0,02731	-1,029	0,322
2. Fırın T*2. Tırın tg	0,00885	0,03141	0,282	0,782
2. Fırın T*3. Fırın T	-0,03815	0,03709	-1,029	0,322
2. Fırın T*3. Tırın tg	0,01546	0,03541	0,437	0,669
2. Tırın tg*3. Fırın T	-0,04371	0,03543	-1,234	0,239
2. Tırın tg*3. Tırın tg	0,02209	0,03354	0,659	0,522
3. Fırın T*3. Tırın tg	0,00019	0,03547	0,005	0,996

Sabit	Katsayı
Terimler	0,415156
2. Fırın T	0,0290916
2. Tırın tg	0,0108665
3. Fırın T	0,00824847
3. Tırın tg	0,00319380
2. Fırın T*2. Fırın T	-5,37214E-05
2. Tırın tg*2. Tırın tg	-1,61181E-05
3. Fırın T*3. Fırın T	3,84961E-05
3. Tırın tg*3. Tırın tg	-7,02231E-05
2. Fırın T*2. Tırın tg	7,08350E-06
2. Fırın T*3. Fırın T	-7,63063E-05
2. Fırın T*3. Tırın tg	3,09252E-05
2. Tırın tg*3. Fırın T	-4,37067E-05
2. Tırın tg*3. Tırın tg	2,20875E-05
3. Fırın T*3. Tırın tg	4,65112E-07

Çizelge EK-A.4 2. ve 3. fırın değişkenlerinin % kısalma özelliği üzerindeki etkisi

R-Sq = 85,35%				
	Katsayı	SE Kat.	T	P
Sabit				
Terimler	1,39317	0,02813	49,533	0,000
2. Fırın T	0,00094	0,01943	0,048	0,962
2. Tırın tg	-0,00933	0,02351	-0,397	0,698
3. Fırın T	-0,02902	0,02704	-1,073	0,304
3. Tırın tg	-0,06452	0,02345	-2,751	0,018
2. Fırın T*2. Fırın T	0,00394	0,01255	0,314	0,759
2. Tırın tg*2. Tırın tg	0,05365	0,16455	0,326	0,750
3. Fırın T*3. Fırın T	0,08171	0,02582	3,165	0,008
3. Tırın tg*3. Tırın tg	-0,17100	0,16108	-1,062	0,309
2. Fırın T*2. Tırın tg	0,02587	0,02261	1,144	0,275
2. Fırın T*3. Fırın T	-0,00105	0,02453	-0,043	0,966
2. Fırın T*3. Tırın tg	-0,00054	0,02342	-0,023	0,982
2. Tırın tg*3. Fırın T	0,01453	0,02353	0,618	0,548
2. Tırın tg*3. Tırın tg	-0,01435	0,02254	-0,637	0,536
3. Fırın T*3. Tırın tg	-0,01312	0,02357	-0,557	0,588

	Katsayı
Sabit	
Terimler	11,2686
2. Fırın T	-0,00247913
2. Tırın tg	-0,00840055
3. Fırın T	-0,0907712
3. Tırın tg	0,0393311
2. Fırın T*2. Fırın T	6,29963E-06
2. Tırın tg*2. Tırın tg	2,14586E-05
3. Fırın T*3. Fırın T	0,000204271
3. Tırın tg*3. Tırın tg	-4,27488E-04
2. Fırın T*2. Tırın tg	2,06954E-05
2. Fırın T*3. Fırın T	-2,10735E-06
2. Fırın T*3. Tırın tg	-1,07965E-06
2. Tırın tg*3. Fırın T	1,45311E-05
2. Tırın tg*3. Tırın tg	-1,43501E-05
3. Fırın T*3. Tırın tg	-3,28116E-05

Çizelge EK-A.5 2. ve 3. fırın değişkenlerinin H yapışma özelliği üzerindeki etkisi

R-Sq = 81,84%				
Sabit	Katsayı	SE Kat.	T	P
Terimler	17,2640	0,4563	37,835	0,000
2. Fırın T	-0,7527	0,2953	-2,549	0,027
2. Tırın tg	0,5728	0,3557	1,610	0,136
3. Fırın T	-1,3224	0,5165	-2,560	0,027
3. Tırın tg	-0,6081	0,3528	-1,724	0,113
2. Fırın T*2. Fırın T	-0,6134	0,1449	-4,234	0,001
2. Tırın tg*2. Tırın tg	2,9131	1,2449	2,340	0,039
3. Fırın T*3. Fırın T	-2,6382	1,2549	-2,102	0,059
3. Tırın tg*3. Tırın tg	-0,8070	0,3786	-2,131	0,056
2. Fırın T*2. Tırın tg	0,3060	0,3285	0,932	0,372
2. Fırın T*3. Fırın T	-0,1205	0,3673	-0,328	0,749
2. Fırın T*3. Tırın tg	0,3401	0,3490	0,975	0,351
2. Tırın tg*3. Fırın T	-0,4854	0,3518	-1,380	0,195
2. Tırın tg*3. Tırın tg	-0,6051	0,3386	-1,787	0,101
3. Fırın T*3. Tırın tg	-0,3769	0,3524	-1,070	0,308

Sabit	Katsayı
Terimler	-314,627
2. Fırın T	0,223899
2. Tırın tg	-0,0512875
3. Fırın T	2,93766
3. Tırın tg	0,295635
2. Fırın T*2. Fırın T	-9,81378E-04
2. Tırın tg*2. Tırın tg	0,00116524
3. Fırın T*3. Fırın T	-0,00659543
3. Tırın tg*3. Tırın tg	-0,00201748
2. Fırın T*2. Tırın tg	0,000244776
2. Fırın T*3. Fırın T	-2,40933E-04
2. Fırın T*3. Tırın tg	0,000680257
2. Tırın tg*3. Fırın T	-4,85380E-04
2. Tırın tg*3. Tırın tg	-6,05085E-04
3. Fırın T*3. Tırın tg	-9,42364E-04

Çizelge EK-A.6 2. ve 3. fırın değişkenlerinin tek kord şerit yapışma özelliği üzerindeki etkisi

R-Sq = 62,47%				
Sabit	Katsayı	SE Kat.	T	P
Terimler	2,23297	0,12038	18,549	0,000
2. Fırın T	-0,04414	0,07691	-0,574	0,576
2. Fırın tg	0,13908	0,09069	1,534	0,149
3. Fırın T	-0,03205	0,10896	-0,294	0,773
3. Fırın tg	0,08889	0,09077	0,979	0,345
2. F T*2. F T	-0,07923	0,05355	-1,480	0,163
2. F tg*2. F tg	0,47144	0,68852	0,685	0,506
3. T*3. T	0,02737	0,10948	0,250	0,807
3. tg*3. tg	-0,20093	0,66651	-0,301	0,768
2. F T*2. F tg	0,00459	0,09013	0,051	0,960
2. F T*3. T	0,08989	0,09632	0,933	0,368
2. F T*3. tg	0,03015	0,09213	0,327	0,749
2. F tg*3. T	0,11872	0,09317	1,274	0,225
2. F tg*3. tg	-0,13715	0,08919	-1,538	0,148
3. T*3. tg	0,02687	0,09323	0,288	0,778

Sabit	Katsayı
Terimler	11,1974
2. Fırın T	-0,0122922
2. Fırın tg	-0,0447110
3. Fırın T	-0,0651745
3. Fırın tg	0,0319141
2. F T*2. F T	-1,26768E-04
2. F tg*2. F tg	0,000188576
3. T*3. T	6,84157E-05
3. tg*3. tg	-5,02334E-04
2. F T*2. F tg	3,67117E-06
2. F T*3. T	0,000179771
2. F T*3. tg	6,03021E-05
2. F tg*3. T	0,000118723
2. F tg*3. tg	-1,37147E-04
3. T*3. tg	6,71809E-05

Çizelge EK-A.7 2. ve 3. fırın değişkenlerinin 1 saat pişirme sonrası elde edilen bağlanma dayanımına etkisi

R-Sq = 87,32%				
Sabit	Katsayı	SE Kat.	T	P
Terimler	1,31168	0,04716	27,812	0,000
2. F T	-0,03681	0,02929	-1,257	0,231
2. F tg	-0,08205	0,03380	-2,428	0,030
3. T	0,06419	0,04018	1,598	0,134
3. tg	0,04520	0,03348	1,350	0,200
2. F T*2. F T	-0,03799	0,01185	-3,206	0,007
2. F tg*2. F tg	-0,05476	0,02366	-2,315	0,038
3. T*3. T	0,05717	0,03742	1,528	0,150
3. tg*3. tg	-0,10476	0,03394	-3,086	0,009
2. F T*2. F tg	0,01186	0,03435	0,345	0,735
2. F T*3. T	-0,07174	0,03848	-1,864	0,085
2. F T*3. tg	0,16227	0,03678	4,412	0,001
2. F tg*3. T	0,04530	0,03717	1,219	0,245
2. F tg*3. tg	0,04122	0,03528	1,168	0,264
3. T*3. tg	0,01764	0,03718	0,474	0,643

Sabit	Katsayı
Terimler	5,21699
2. F T	0,0316423
2. F tg	-0,0113755
3. T	-0,0466791
3. tg	-0,0299448
2. F T*2. F T	-6,07871E-05
2. F tg*2. F tg	-2,19046E-05
3. T*3. T	0,000142925
3. tg*3. tg	-2,61912E-04
2. F T*2. F tg	9,48494E-06
2. F T*3. T	-1,43472E-04
2. F T*3. tg	0,000324549
2. F tg*3. T	4,53032E-05
2. F tg*3. tg	4,12200E-05
3. T*3. tg	4,41075E-05

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : Neslihan GÜLBEYCAN
Doğum Tarihi ve Yeri : Bursa- Orhangazi 17/08/1982
Yabancı Dili : İngilizce
E-posta : gulbeycan@hotmail.com

ÖĞRENİM DURUMU

Derece	Alan	Okul/Üniversite	Mezuniyet Yılı
Y.Lisans	Kimya Mühendisliği	Yıldız Teknik Üniversitesi	2014
Lisans	Kimya Mühendisliği	Ege Üniversitesi	2006
Lise	Fen Bilimleri	Orhangazi Anadolu Lisesi	2000

İŞ TECRÜBESİ

Yıl	Firma/Kurum	Görevi
2011-devam	Kordsa Global	Proje Lideri
2006-2011	Aktaş Hava Süspansiyon Sistemleri	Ar-ge Karışım

YAYINLARI

Sunum

1. Deniz. S. ve Gülbeycan N. (2013), “Silica Effect on PET/Rubber compound Surface Adhesion”, 9th European Congress of Chemical Engineering ECCE9 , 21 April 2013.

