

**DENEY TASARIM TEKNİĞİ UYGULANMAMIŞ
OPTİMİZASYON ÇALIŞMALARININ İRDELENMESİ**

Nihat EĞRİ

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ŞUBAT 2008
ANKARA**

Nihat EĞRİ tarafından hazırlanan DENEY TASARIM TEKNİĞİ
UYGULANMAMIŞ OPTİMİZASYON ÇALIŞMALARININ İRDELENMESİ
adlı bu tezin Yüksek Lisans tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. İskender ÖKSÜZ

.....

Tez Danışmanı, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından oy birliği ile Kimya Mühendisliği Anabilim Dalında
Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Serpil EROL

.....

Endüstri Mühendisliği Anabilim Dalı, Gazi Üniversitesi

Prof. Dr. İskender ÖKSÜZ

.....

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Gazi Üniversitesi

Prof. Dr. Metin GÜRÜ

.....

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Gazi Üniversitesi

Prof. Dr. Sebahat ERDOĞAN

.....

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Gazi Üniversitesi

Doç. Dr. Şeref SAĞIROĞLU

.....

Bilgisayar Mühendisliği Anabilim Dalı, Gazi Üniversitesi

Tarih: 06/02/2008

Bu tez ile G.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu Yüksek Lisans derecesini
onamıştır.

Prof. Dr. Nermin ERTAN

.....

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü fikir ve bilgiye eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Nihat EĞRİ

**DENEY TASARIMI TEKNİĞİ UYGULANMAMIŞ
OPTİMİZASYON ÇALIŞMALARININ İRDELENMESİ
(Yüksek Lisans Tezi)**

Nihat EĞRİ

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

Şubat 2008

ÖZET

Sanayide ve bilimsel çalışmalarda proses değişkenleri ve proses değişkenlerinin ürüne etkisi önemli bir inceleme alanıdır. Verimi maksimuma çıkaran parametre takımının bulunmasında kullanılan iki yaklaşım Her Seferinde Bir Parametre (OFAT = One Factor At a Time) ve Deney Tasarımı'dır. OFAT'de, diğerleri sabit tutulurken bir parametre, verim maksimuma ulaşana kadar değiştirilir. Bu, bütün parametreler için tekrarlandıktan sonra böyle tek tek maksimizasyonla bulunan parametre takımının verimi maksimum yapan nokta olduğu kabul edilir. Deney Tasarımı yaklaşımında, problemin parametre uzayında bir nokta takımı seçilir. Her noktanın sağladığı verim deneyle bulunduktan sonra bu nokta takımına analitik bir model uygulanır ve eldeki bilgilerden bir cevap yüzeyi (response surface) elde edilir. Bu çok boyutlu cevap yüzeyinin maksimumu analitik olarak hesaplanır. Bu tezde, bazı araştırmacıların yayınlanan OFAT çalışmalarındaki verileri Deney Tasarımı tipi bir cevap yüzeyinin En Küçük Kareler Metodu ile hesaplanmasında kullanılmıştır. Bu tezdeki yaklaşım daha önce rapor edilen OFAT verilerinden % 11'lere varan daha iyi verim elde edildiğini göstermiştir.

Bilim Kodu : 912.1.079
Anahtar Kelimeler : OFAT, maksimizasyon, deney tasarımı
Sayfa Adedi : 56
Tez Yöneticisi : Prof. Dr. İskender ÖKSÜZ

**A STUDY OF YIELD OPTIMIZATION WORK
WHICH DO NOT USE THE DESIGN OF EXPERIMENTS TECHNIQUE
(M.Sc. Thesis)**

Nihat EĞRİ

**GAZİ UNIVERSITY
INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY
February 2008**

ABSTRACT

In both industrial and scientific work, process variables and their effect on the product is an important area of study. Two approaches to finding the set of parameters for maximizing yield are OFAT (One Factor At a Time) and the Design of Experiments(DOE). In OFAT, one factor is varied until yield is maximized, while others are kept constant. This is repeated for all factors and it is then assumed that this set obtained by individual maximization is also the set that gives the absolute maximum for the yield. In the DOE approach, a set of points in the parameter space of the problem is selected. Yield is experimentally determined for each point and an analytical model is fit to the point set to extract a response surface from available data. The maximum of the multi dimensional yield surface is then calculated. In this thesis, published data of OFAT some authors is used for calculating DOE type yield surface by using least squares. Approach in this thesis indicated yield improvements of up to 11% relative to the OFAT results reported.

Science Code : 912.1.079

Key Words : OFAT, maximization, design of experiments

Page Number: 56

Adviser : Prof. Dr. İskender ÖKSÜZ

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım boyunca değerli yardım ve katkılarıyla beni yönlendiren Hocam Prof. Dr. İskender ÖKSÜZ'e ve manevi destekleriyle beni hiçbir zaman yalnız bırakmayan çok değerli aileme teşekkürü bir borç bilirim.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	iv
ABSTRACT	v
TEŞEKKÜR	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ	ix
ŞEKİLLERİN LİSTESİ	xi
RESİMLERİN LİSTESİ	xii
SİMGELER VE KISALTMALAR	xiv
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI	2
2.1. OFAT	2
2.2. Deney Tasarımı	3
3. METOT	5
3.1. OFAT Yaklaşımı	5
3.2. EKK Yöntemi	7
3.2.1. Doğrusal örnek	7
3.2.2. Eğrisel örnek	9
3.3. Design Expert 7.0.0 Programı	11
4. UYGULAMA	13
4.1. Modifiye Edilmiş Tripsin Sindirim Enziminin Kinetik Karakterizasyonu	13

Sayfa

4.2. Atık Çay Lifleri ve Saplarından Kafein Eldesi	18
4.3. Şeker Pancarı Melasından Nitrik Asitle ve Azot Oksit Gazlarıyla Oksalik Asit Eldesi.....	28
5. SONUÇ VE ÖNERİLER	46
KAYNAKLAR.....	53
ÖZGEÇMİŞ.....	56

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 4.1. Sıcaklığın Kazein Sindirimine Etkisi	13
Çizelge 4.2. pH'ın Kazein Sindirimine Etkisi	14
Çizelge 4.3. Kazein sindirimini maksimum yapan değerler	16
Çizelge 4.4. Karıştırma Hızının kafein verimine etkisi	19
Çizelge 4.5. Su/çay oranının kafein verimine etkisi	19
Çizelge 4.6. Liçing süresinin kafein verimine etkisi	20
Çizelge 4.7. Partikül büyüklüğünün kafein verimine etkisi	20
Çizelge 4.8. H_2SO_4 derişiminin Oksalik Asit verimine etkisi	29
Çizelge 4.9. HNO_3 derişiminin Oksalik Asit verimine etkisi	30
Çizelge 4.10. V_2O_5 derişiminin Oksalik Asit verimine etkisi	30
Çizelge 4.11. Hava Debisinin Oksalik Asit verimine etkisi.....	31
Çizelge 4.12. Birinci reaktör için oksalik asit verimini maksimum yapan değerler	31
Çizelge 4.13. Birinci reaktör için oksalik asit verimini maksimum yapan değerleri	34
Çizelge 4.14. H_2SO_4 derişiminin Oksalik Asit verimine etkisi	37
Çizelge 4.15. İlave su miktarının Oksalik Asit verimine etkisi.....	37
Çizelge 4.16. V_2O_5 derişiminin Oksalik Asit verimine etkisi	38
Çizelge 4.17. Hava debisinin Oksalik Asit verimine etkisi	38
Çizelge 4.18. Sıcaklığın Oksalik Asit verimine etkisi	39
Çizelge 4.19. İkinci reaktör oksalik asit verimini maksimum yapan değerler	39

Çizelge	Sayfa
Çizelge 4.20. İkinci reaktör oksalik asit verimini maksimum yapan değerler	42
Çizelge 5.1. Kazein sindirimini maksimum yapan değerler	48
Çizelge 5.2. Kafein verimini maksimum yapan değerler.....	49
Çizelge 5.3. Birinci reaktör için oksalik asit verimini maksimum yapan değerler	50
Çizelge 5.4. İkinci reaktör için oksalik asit verimini maksimum yapan değerler	51
Çizelge 5.5. İyileştirme % verim	51

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 3.1. Proses.....	5
Şekil 3.2. OFAT yaklaşımı.....	6
Şekil 3.3. Veri noktaları ve Regrasyon	7
Şekil 3.3. En Küçük Kareler Yöntemi	9

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 4.1. Kazein sindirimi parametrelerinin Design Expert 7.0.0’da Yerleştirilmesi	14
Resim 4.2. Kazein sindirimi fonksiyonun Design Expert 7.0.0’da Bulunması	15
Resim 4.3. Kazein sindirim fonksiyonu için Design Expert 7.0.0’da bulunan sonuçlar.....	15
Resim 4.4. Kazein sindirimi fonksiyonun Design Expert 7.0.0’ da bulunan çözüm grafiği	17
Resim 4.5. Kazein sindirimi fonksiyonun Design Expert 7.0.0’da bulunan üç boyutlu çözüm grafiği.....	18
Resim 4.6. Kafein verimi verilerinin Design Expert 7.0.0’da yerleştirilmesi.....	21
Resim 4.7. Kafein verimi fonksiyonun Design Expert 7.0.0’ da bulunması.....	22
Resim 4.8. Kafein verimi fonksiyonu için Design Expert 7.0.0’da bulunan sonuçlar.....	23
Resim 4.9. Kafein verimi fonksiyonun Design Expert 7.0.0’da bulunan çözüm grafiği.....	24
Resim 4.10. Kafein verimi fonksiyonun Design Expert 7.0.0’da bulunan üç boyutlu çözüm grafiği	25
Resim 4.11. Kafein verimi fonksiyonu için Design Expert 7.0.0’da bulunan sonuçlar (Karışım hızı= 0-800 rpm, partikül boyutu= 0,02-1 mm)	26
Resim 4.12. Kafein verimi fonksiyonun Design Expert 7.0.0’da bulunan çözüm grafiği (Karışım hızı= 0-800 rpm, partikül boyutu= 0,02-1 mm)	27
Resim 4.13. Kafein verimi fonksiyonun Design Expert 7.0.0’da bulunan üç boyutlu çözüm grafiği (Karışım hızı= 0-800 rpm, partikül boyutu= 0,02-1 mm)	28

Resim	Sayfa
Resim 4.14. Birinci reaktör için oksalik asit verilerinin Design Expert 7.0.0'da yerleştirilmesi	32
Resim 4.15. Birinci reaktör için oksalik Asit Fonksiyonu Design Expert 7.0.0'da bulunması	33
Resim 4.16. Birinci reaktör oksalik asit fonksiyonu için Design Expert 7.0.0'da bulunan sonuçlar	34
Resim 4.17. Birinci reaktör oksalik asit fonksiyonun Design Expert 7.0.0'da bulunan çözüm grafiği.....	35
Resim 4.18. Birinci reaktör oksalik asit fonksiyonun Design Expert 7.0.0'da bulunan üç boyutlu çözüm grafiği	36
Resim 4.19. İkinci reaktör için oksalik asit verilerinin Design Expert 7.0.0'da yerleştirilmesi	40
Resim 4.20. İkinci reaktör için oksalik asit fonksiyonun Design Expert 7.0.0'da bulunması	41
Resim 4.21. İkinci reaktör için oksalik asit fonksiyonu için Design Expert 7.0.0'da bulunan sonuçlar	42
Resim 4.22. İkinci reaktör için oksalik asit fonksiyonun Design Expert 7.0.0'da bulunan çözüm grafiği.....	44
Resim 4.23. İkinci reaktör için bulunan fonksiyonun Design Expert 7.0.0'da üç boyutlu çözüm grafiği.....	45

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış bazı simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler

Açıklama

°C	Derece selsius
µg	mikrogram
rpm	devir/dakika
ppm	milyonda bir

Kısaltmalar

Açıklama

OFAT	One Factor At A Time(Her Seferde bir Parametere
EKK	En Küçük Kareler
ANOVA	Analysis Of Variance
RSM	Response Surface Method

1. GİRİŞ

Bilimsel birçok çalışmada ve endüstride, proses değişkenleri ve bunların ürünü nasıl etkilediği araştırılır. Bunun için araştırmacılar birçok deneyler yapıp çok sayıda parametrenin (faktörün) ürün üzerindeki olası etkilerini belirlemek amacıyla parametrelerin çeşitli değerleri için prosesi tekrarlar. Verimin, parametrelerin hangi değerlerinde maksimum değere ulaşacağını bulmak için genellikle iki yol kullanılır.

1) "Her seferinde bir parametre" ("One factor at a time") olarak da ifade edebileceğimiz = OFAT) diye adlandırabileceğimiz klasik metotta, parametrelerin birbirinden bağımsızlığı ön kabulü vardır. Önce bir parametre seçilir. Diğerleri sabit tutulur ve birinci parametrede verimin en üst değer aldığı nokta bulunur. Bu bütün parametreler için tekrar edilir ve sonuçta verimin maksimize edildiği kabul edilir.

2) "Deney tasarımı" denilen ve daha yeni olan ikinci yaklaşımda, parametrelerin birbirinden bağımsız olduğu ön kabulü yoktur. Belli algoritmalara göre yeterli sayıda parametre seti seçilir. Her bir set için deney yapılır. Sonuçlar, temelde En Küçük Kareler(EKK) metoduna dayanan bir "cevap yüzeyi (response surface) ~ bu çalışmada verim yüzeyi ~ " denklemine yerleştirilir.

Bu tezde, Deney Tasarımı yapılmadan, sadece OFAT ile incelenmiş çalışmalarda da OFAT noktalarının, EKK metodunda kullanılabileceği gerçeğinden hareket edilmiştir. Bu yaklaşım, parametre setlerinin seçimi için Deney Tasarımı algoritmalarına göre doğal olarak zayıftır. Fakat uygulamacıya daha az deney yapmak, parametrelerin etkilerini daha doğru tahmin etmek ve parametrelerin aralarındaki etkileşimi tahmin etmek noktasından yardımcı olabilir.

2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Proses değişkenleri ve bunların ürünü nasıl etkilediği ile ilgili literatürde çeşitli çalışmalar mevcuttur. Bunlardan bazıları iki başlık altında verilmiştir.

2.1. OFAT

Czitrom yaptığı bir çalışmada, çoğu mühendis ve bilim adamının deneylerini OFAT'la yaptığını belirtmiş ve OFAT'la yapılmış üç gerçek mühendislik deneyinde deney tasarımının her birinde uygulanmasıyla -daha az deney yapmak, faktörlerin etkilerini daha doğru tahmin etmek ve faktörler arasındaki etkileşimi tahmin etmek noktasından-daha avantajlı olduğunu belirtmiştir[1].

Anderson yaptığı çalışmada, “ 2^k ” olarak ifade edilen, k deneylerdeki faktör sayısı, faktöriyel tasarımın uygulamacıya OFAT'a göre daha az deney yapma imkânı verdiğini ve bunun faktör sayısı arttıkça daha da arttığını belirtmiştir. Ayrıca OFAT ile optimize edildiği düşünülen faktörler etkili bir deney tasarım metodu olan Responce Surface Method(RSM) ile analiz edildiğinde, OFAT ile bulunan optimum noktanın asıl optimum noktadan uzak olduğunu belirtmiştir[2].

Lye yaptığı çalışmada, inşaat mühendisliğinde deneylerde yaygın olarak kullanılan OFAT metodunun faktörlerin etkisi ve birbirleriyle etkileşimi hakkında bilgi vermek noktasında yetersiz olduğunu belirtmiştir. Faktöriyel deney tasarım metodunun prosesi tanımak, önemli faktörleri görmek, faktörler arasında etkileşim olup olmadığını anlamak, matematik modeli tahmin etmek ve cevabı(response) optimize etmek noktasında çok daha etkili olduğunu belirtmiştir[3].

Frey ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, OFAT metodunun mühendislik sistemlerindeki parametre tasarımının deneysel çalışmalardaki rolü üzerine çalışmıştır. Sonuçta da eğer yapılacak deney sayısı azsa bunda OFAT metodunun

düşünülebileceği, aksi takdirde ortogonal seri tasarımının düşünülmesinin faydalı olacağını belirtmişlerdir[4].

2.2. Deney Tasarımı

Azin ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, ksilanaz enziminin üretimi için kültür şartlarının optimizasyonunda Taguchi Metotunun kullanışlı olup olmadığı üzerinde çalışmışlardır. Bunun için L16 ortogonal dizin seçilmiştir. Bulunan sonuçlar üzerinde varyans analizi(“Analysis of Variance”) olarak da ifade edebileceğimiz =ANOVA) yapılmış ve optimum şartlar belirlenmiştir. OFAT ve Taguchi metodunu içeren optimizasyon teknikleri uygulandıktan sonra ksilanaz enzimi üretiminde % 41,9’luk bir artış olmuştur. Bu sonuç bu metodun mikrobiyoloji proseslerinin optimizasyonu için uygunluğunu göstermiştir[5].

Guimarães ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, klinik dekstran üretimini maksimize etmek amacıyla dekstran sentezindeki bazı faktörlerin optimizasyonu üzerine çalışmışlardır. Deneyler faktoriyel tasarım ve RSM kullanılarak yapılmıştır. Dekstran sentezi deneylerinde 23 °C ve 60 g/l sakaroz konsantrasyonu reaksiyon şartlarında maksimum verim %32 olarak bulunmuştur[6].

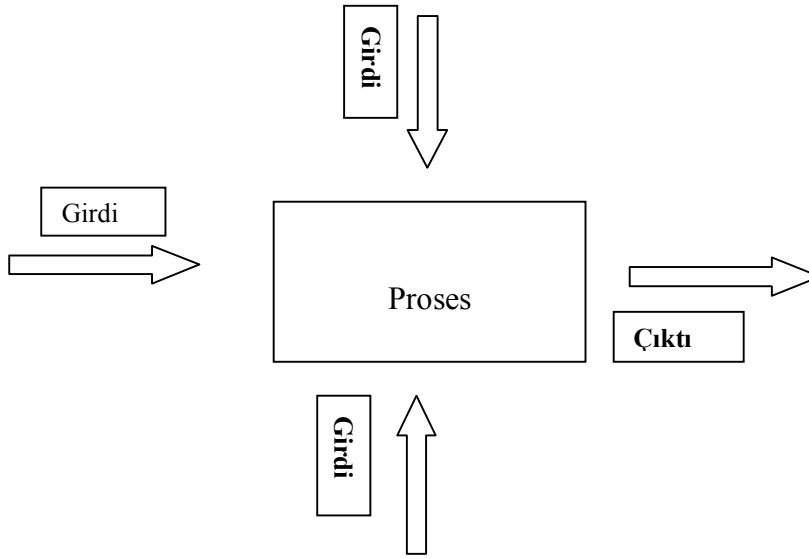
Zeybek yaptığı bir çalışmada, bir pilot tesiste atık su iyileştirilmesinin optimizasyonu üzerine çalışmıştır. Box-Wilson deney tasarım metodu ile $pH=11$, $V=10,8$ l, $Ca(OH)_2=\%$ 6,8, $Q_{FeCl_3} = 14,54$ ml/min ve 20,1 °C optimum fiziksel şartlar belirlenmiş ve pilot testteki atık suyun bulanıklığı % 90 oranında iyileştirilmiştir[7]. Kahya ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, çözelti fazındaki amin, sulu fazdaki laktik asit ile reaksiyona sokulup, organik fazdaki asitin ekstraksiyonu üzerinde çalışmışlardır. Laktik asidin reaktif ekstraksiyonu için optimum şartlar başlangıç laktik asit konsantrasyonu=21 g/l, $pH=2$, sıcaklık 32 °C ve karıştırma hızı= 120 rpm olarak Box-Wilson deney tasarım metodu kullanılarak belirlenmiştir[8].

Güvenç ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, etanolün ekstraksiyonu, sentetik etanol çözeltisi ve et suyu fermantasyonundan bir ekstraksiyon cihazındaki süper kritik CO₂

kullanılıp elde edilmesi üzerinde çalışmışlardır. Bu çalışmada, Box-Wilson deney tasarımı metodu kullanılarak % 15 etanol çözeltisi için bir yığın çözeltisinde optimum ekstraksiyon şartları 313 K, 133 atmosfer ve 30 dakika olarak belirlenmiştir. Bu optimum şartlarda ekstraksiyon verimi birinci adım için %5,8 ve üçüncü adım için %19,2 olarak belirlenmiştir[9].

3. METOT

3.1. OFAT Yaklaşımı

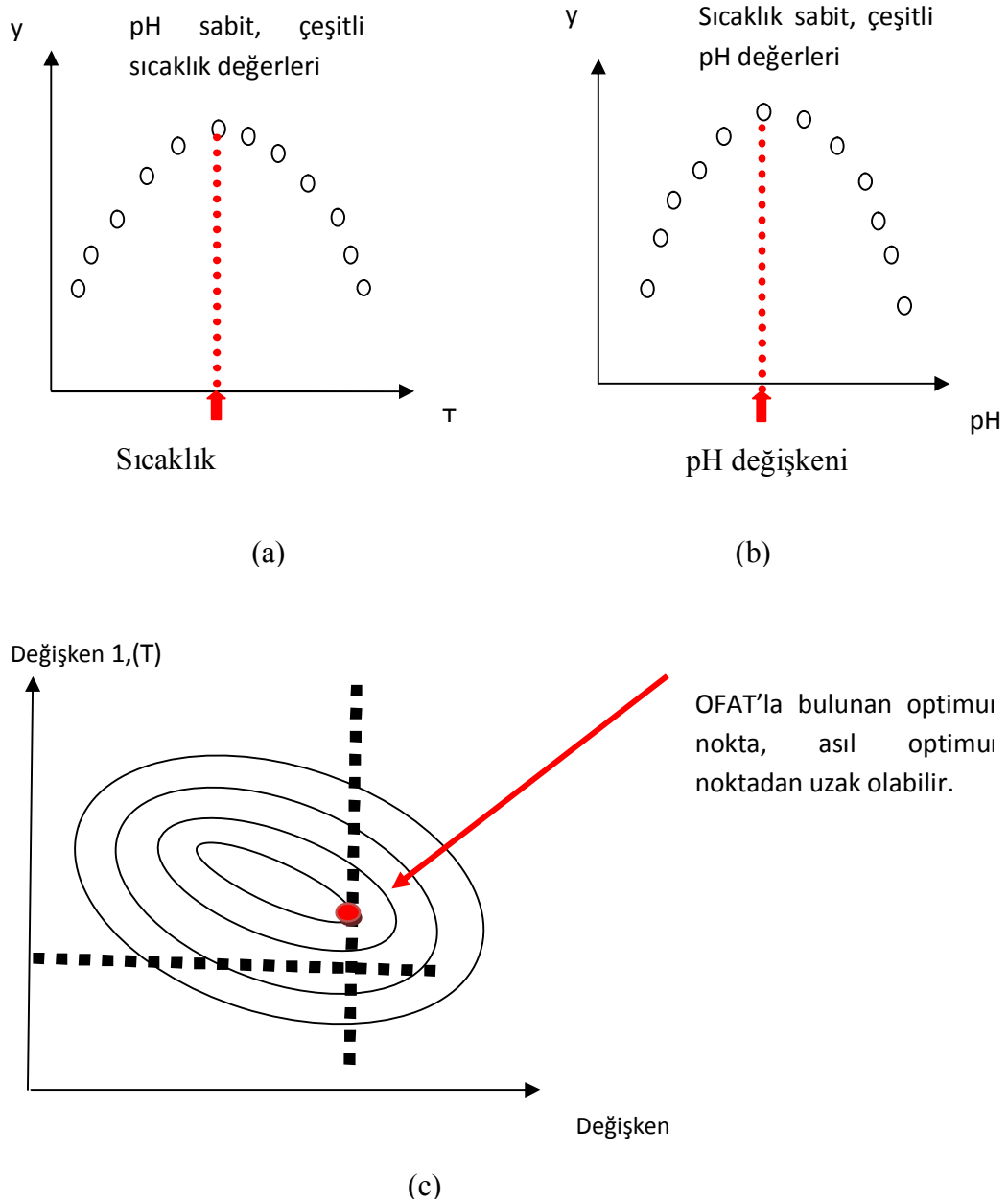


Şekil 3.1. Proses

Şekil 3.1’de görüldüğü gibi girdileri ve çıktısı olan bir proses düşünelim. Bu girdiler; sıcaklık, pH, konsantrasyon, partikül boyutu, katalist tipi vb. gibi prosesini etkileyen herhangi bir parametre olabilir. Bu prosesin içinde ne gibi bir mekanizma işlediğini bilmediğimizi varsayalım. Bunu anlamak için girdilerin optimum olduğu noktaların veya proses girdileri ve çıktıları arasındaki ilişkinin tespit edilmesi gerekir ve bu yüzden deneyler yapılır[10].

Bugün çoğu deney karmaşık bir prosesin optimum şartlarının bulunması ve çıktının maksimum yapılması için sistematik olmayan bir yolla yapılır. Bir girdi(parametre) değiştirilirken diğer girdiler sabit tutulur, bu girdi için optimum nokta bulunduğundan sonra aynı işlem diğer girdiler için de tekrarlanır. Böyle bir metot OFAT diye adlandırılır[11].

Şekil 3.1’de görülebileceği gibi OFAT yöntemi girdiler(parametreler) arasındaki etkileşimin fazla olduğu durumlarda optimum noktanın yeri hususunda net bilgi vermemektedir. OFAT’la yapılan deneylerde bulunulduğu düşünülen optimum nokta, gerçekte optimum nokta olmayabilir. Bununla beraber deneyi yapan kişi optimum noktayı bulduğunu zanneder[11].



Şekil 3.2. OFAT yaklaşımı

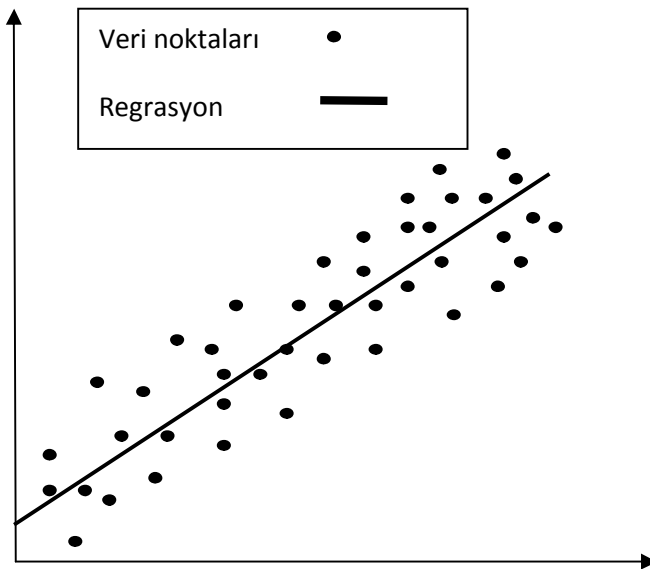
(a) Sıcaklık için OFAT (b) pH için OFAT (c) Gerçek yüzeyde OFAT

Şekil 3.2’den de görülebileceği gibi OFAT yaklaşımında elde edilen sonuç açısından birçok problem vardır. Asıl optimum noktaya ulaşamaz. Etkisiz ve gereksiz birçok deneme yapılır. Faktörler aynı anda değiştiği zaman optimum noktaların ve çıktının maksimum noktasının ne olacağı hakkında yeteri kadar bilgi vermeyebilir(Yani etkileşimler ihmal edilir). Çıktının maksimum noktası asıl maksimumdan farklı olabilir[11].

3.2. EKK Yöntemi

EKK yöntemi, birbirine bağlı olarak değişen iki fiziksel büyüklük arasındaki matematiksel bağlantıyı, mümkün olduğunca gerçeğe uygun bir denklem olarak yazmak için kullanılır. Bir başka deyişle bu yöntem, ölçüm sonucu elde edilmiş veri noktalarına "mümkün olduğu kadar yakın" geçecek bir fonksiyon eğrisi bulmaya yarar[12].

3.2.1. Doğrusal örnek



Şekil 3.3. Veri noktaları ve Regrasyon

Şekil 3.3’de görülen noktalar ölçümle elde edilmiş veri noktalarını, çizgi ise EKK yöntemi ile bulunmuş teorik bağlantıyı ifade eder.

Basit bir örnek vermek gerekirse, aralarında doğrusal (lineer) bir bağlantı olan, X ve Y adında iki fiziksel büyüklük düşünelim. (Mesela, X belli bir ağaç türünün yaşı, Y aynı tür ağacın gövde çapı olabilir.) Y ’yi X ’in fonksiyonu olarak yazmak istiyoruz. Bu iki büyüklük arasındaki bağlantı doğrusal olduğuna göre, eşitlik 3.1 olarak ifade edilebilir:

$$Y = aX + b \quad (3.1)$$

Bulunmaya çalışılan şey, eşitlik 3.1’deki a ve b sayıları için mümkün olan en doğru değerlerdir. Bu değerleri belirlemek için bir dizi ölçüm yaptığımızı düşünelim. Ağaç örneğine dönersek, ilgilendiğimiz türden pek çok ağacın yaşını ve gövde çapını ölçelim. Bu ölçümler bize bir dizi (x_i, y_i) çifti verecektir. Bir kartezyen düzlem üzerinde bu çiftlere karşılık gelen noktaları tek tek işaretlersek, kabaca düz bir çizgi üzerinde yayılmış bir "noktalar bulutu" elde ederiz. Noktalar, çeşitli sebeplerden dolayı (ölçüm hataları, istisnai durumlar, modele katılmayan dış etkiler, vs.) kusursuz bir çizgi üzerinde çıkmayacaktır.

X ve Y arasındaki bağlantıyı tek bir doğrusal denklem olarak ifade etmek istiyorsak, bu noktalara mümkün olduğunca yakın geçecek bir çizgi bulmalıyız. Bir başka deyişle, yukarıdaki denklemde a ve b ’yi öyle seçmeliyiz ki, ortaya çıkan çizgi veri noktalarına mümkün olduğunca yakın olsun.

EKK yöntemi, denklemin verdiği (teorik) Y değerleri ile ölçümlerin verdiği (gerçek) Y değerleri arasındaki farkların *karelerinin* toplamını küçültme fikrine dayanır. Bu yöntem, denklemdeki a ve b sayılarını, bahsedilen kareler toplamını en küçük yapacak şekilde seçer (ve adını da buradan alır)[12].

3.2.2. Eğrisel örnek

Aralarında doğrusal olmayan (non-lineer) bir bağlantı olan, fiziksel büyüklükler için de benzer şekilde EKK yöntemi kullanılabilir.

EKK yöntemi denklem formunun bilinmesini gerektir. Bu formda bağımsız değişkenin üsleri ile birlikte birden çok bağımsız değişkenin çeşitli biçimleri bulunabilir.

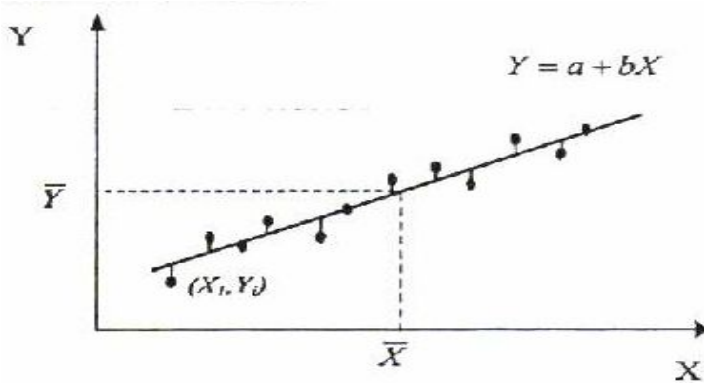
$$Q=aX + bY + cZ \quad (3.2)$$

$$Q=aX + bX + cY + dY^2 + eXY \quad (3.3)$$

EKK'nın işe yaraması için değişkenler arasındaki ilişkiyi gösteren formun katsayılardan bağımsız olarak biliniyor olması gerekir.

Formun nasıl olacağına karar verdikten sonra katsayılar bulunur. Tüm örnek sonuçlarına bakılarak hata terimlerinin karelerini en düşük yapan katsayılar türev yardımıyla bulunur. Burada türevin sıfır olduğu noktanın en küçük değer olması kuralından faydalanılır[12].

Buraya kadar anlatılanları formül olarak ifade edecek olursak;



Şekil 3.4. En Küçük Kareler Yöntemi

EKK yöntemi, Şekil 3.4’de $y = a + bx$ doğrusu üzerindeki (x_i, y_i) noktaları ile verilen (x_i, y_i) serpmeye noktaları arasındaki uzaklıkların kareleri toplamını minimum yapan a ve b katsayılarını bulma işleminden ibaret olduğu daha önce belirtilmişti. Bu katsayılar bulununca, $y = a + bx$ doğrusu (regresyon doğrusu) bulunmuş olur.

Bu uzaklıkların kareleri toplamı eşitlik 3.5 ve eşitlik 3.6’da verilmiştir.

$$\bar{y}_i = a + bx_i \quad (3.4)$$

$$T = \sum_1^n (\bar{y} - y_i)^2 \quad (3.5)$$

$$T = \sum_1^n (a + bx_i - y_i)^2 \quad (3.6)$$

eşitlik 3.5 ve eşitlik 3.6’daki T ’yi minimum yapan a ve b sayılarını bulmak için, T ’nin a ve b ye göre kısmi türevlerini sıfır yapan değerlerin bulunması gerekir. Bunun için,

$$\frac{\partial T}{\partial a} = \sum_1^n (a + bx_i - y_i) = 0 \quad (3.7)$$

$$\frac{\partial T}{\partial b} = \sum_1^n (a + bx_i - y_i)x_i = 0 \quad (3.8)$$

3.7 ve 3.8 denklem sisteminin çözülmesi gerekir. Bu denklemler düzenlenirse,

$$\begin{pmatrix} n & \sum_1^n x_i \\ \sum_1^n x_i & \sum_1^n x_i^2 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a \\ b \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sum_1^n y_i \\ \sum_1^n x_i y_i \end{pmatrix} \quad (3.9)$$

matris 3.9 yazılabilir. Matris 3.9 soldan sağa doğru M , A , N ile gösterilirse,

$$MA = N \quad (3.10)$$

3.10 eşitliği elde edilir. Şekil 3.4’de serpmeye diyagramındaki noktaların koordinatlarından yararlanarak,

$$X = \begin{pmatrix} 1 & x_1 \\ 1 & x_2 \\ \dots & \dots \\ 1 & x_n \end{pmatrix} \quad (3.11) \quad \text{ve} \quad Y = \begin{pmatrix} y_1 \\ y_2 \\ \dots \\ y_n \end{pmatrix} \quad (3.12)$$

3.11 ve 3.12 matrisleri bulunur. 3.11 ve 3.12 matrisleri tanımlanırsa,

$$M = X^T X \quad [3.13] \quad \text{ve} \quad N = X^T Y \quad (3.14)$$

eşitlik 3.13 ve eşitlik 3.14 olduğu görülür. Buradan,

$$(X^T X) A = X^T Y \quad (3.15)$$

eşitlik 3.15 çıkar. Eşitlik 3.15’den A matrisi çözülürse,

$$A = (X^T X)^{-1} X^T Y \quad (3.16)$$

eşitlik 3.16 bulunabilir. Eşitlik 3.16’daki matrisleri yerlerine yazarak A matrisi bulunabilir. Bu da aranan *a* ve *b* katsayılarının bulunması demektir[13].

3.3. Design Expert 7.0.0 Programı

Design Expert 7.0.0 yazılım programı deney tasarımı için kullanımı kolay bir programdır. Bu programla deneyler hızlı bir şekilde kurulup, veriler analiz edilip, sonuçlar grafik olarak görülebiliyor. Program ile prosesi etkileyen önemli faktörler görülebildiği gibi, RSM ile ideal proses tanımlanıyor ve optimum ürün formülasyonları da Karışık Deney Tasarımı ile yapılabiliyor. Tasarım içindeki

denemelere kullanışlı tasarım editörü sayesinde ekleme, çıkarma ve kopyalama yapılabilir. Açıklamalı istatistiksel analizler ve kapsamlı içerik yardım sistemi sayesinde çıktılar kolaylıkla yorumlanabiliyor. Etkileşimli iki boyutlu renkli grafik desteği ile grafik üzerine kontur çizebiliyor veya koordinatları gösteren ve çıktıların tahmin edildiği bayraklar yerleştirilebiliyor. Döndürülebilen üç boyutlu renkli grafik ile de çıktı görselliği daha da kolaylaşıyor. Design Expert'in güçlü optimizasyon özellikleri sayesinde eşzamanlı düzinelerce çıktı maksimize veya minimize edilebiliyor. Bu program ile prosesi veya ürünü(çıktıyı) optimize etmek için :

- Faktöriyel Tasarım
- Response Surface Methods (RSM)
- Karışık Tasarım Teknikleri
- Kombine Tasarımlar

temel başlıklarında birçok deney tasarım yöntemleri uygulanabiliyor.

4. UYGULAMA

Bu çalışmada, Design Expert 7.0.0 bilgisayar programını kullanılarak başka araştırmacıların OFAT'la optimize ettiklerini düşündükleri prosesler incelendi ve onların verilerine EKK metoduyla cevap yüzeyine en uygun denklemi bulundu. Bu işlemten sonra parametrelerin alabileceği sınırlar içinde verim yüzeyinin maksimum noktası arandı.

4.1. Modifiye Edilmiş Tripsin Sindirim Enziminin Kinetik Karakterizasyonu

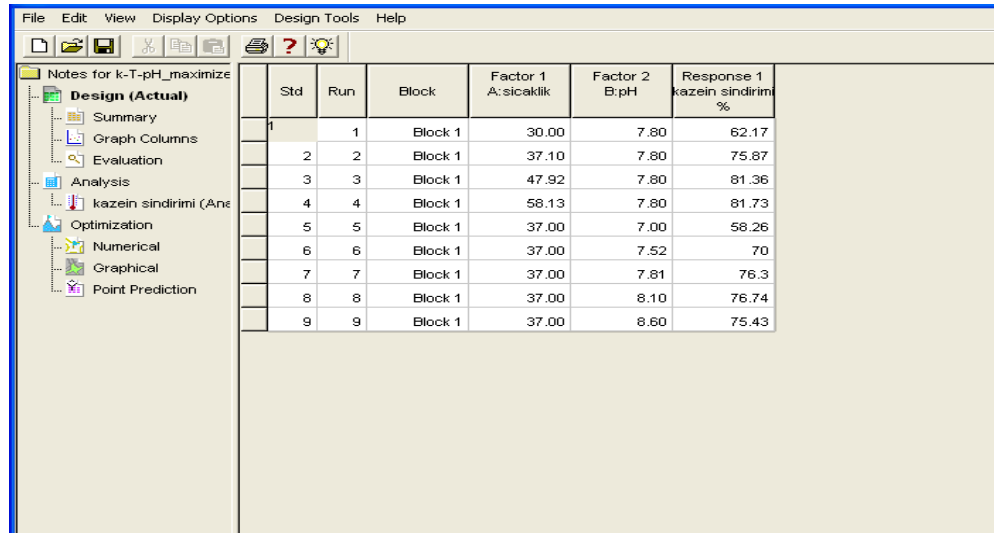
Erin ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, proteinlerin triptik sindirimi için optimum şartların belirlenmesi üzerinde çalışmışlardır. Protein olarak kazeini kullanmışlardır. Bu çalışmada verimi etkileyen parametreler pH ve sıcaklıktır. Deneysel çalışmalar sonucunda sıcaklık 48 °C civarı, pH 7,8-8,1 aralığı maksimum kazein sindirimini sağlayan optimum şartlar olarak tespit edilmiştir. Deneysel olarak belirlenen optimum şartlarda % kazein sindiriminin ne olduğu belirtilmemiştir[17].

Çizelge 4.1. Sıcaklığın Kazein Sindirimine Etkisi (pH = 7,8)[17].

Sıcaklık (°C)	% Kazein Sindirimi
30	62.17
37,1	75.87
47,92	81.36
58,13	81.73

Çizelge 4.2. pH'ın Kazein Sindirimine Etkisi (Sıcaklık = 37 °C)[17].

pH	% Kazein Sindirimi
7	58.26
7,52	70
7,81	76.3
8,1	76.74
8,5	75.43

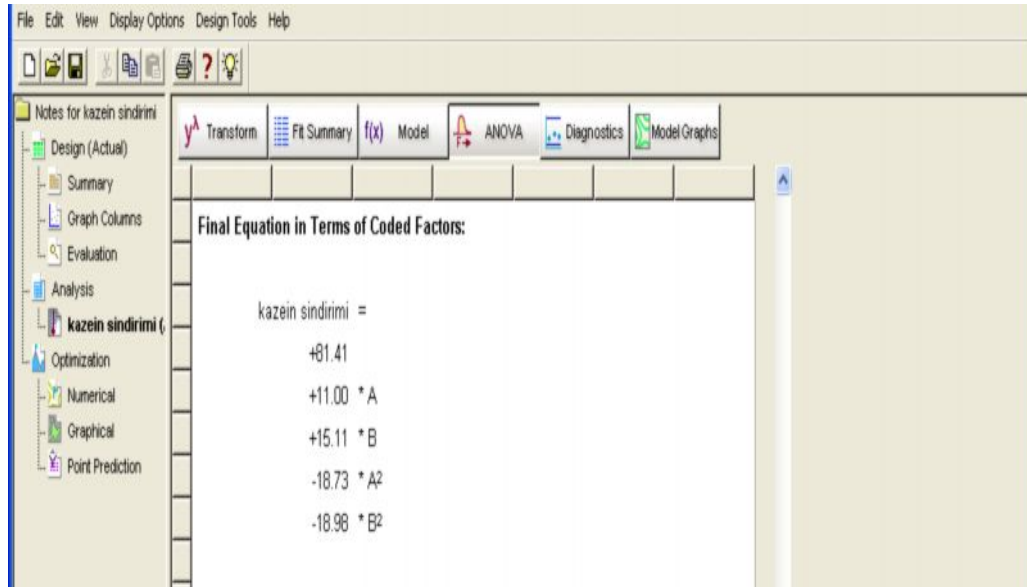


The screenshot shows the Design Expert 7.0.0 software interface. The left sidebar contains a tree view with the following items: Notes for k-T-pH_maximize, Design (Actual), Summary, Graph Columns, Evaluation, Analysis, kazein sindirimi (Ana), Optimization, Numerical, Graphical, and Point Prediction. The main window displays a table with the following data:

	Std	Run	Block	Factor 1 A: sıcaklık	Factor 2 B: pH	Response 1 kazein sindirimi %
1		1	Block 1	30.00	7.80	62.17
2		2	Block 1	37.10	7.80	75.87
3		3	Block 1	47.92	7.80	81.36
4		4	Block 1	58.13	7.80	81.73
5		5	Block 1	37.00	7.00	58.26
6		6	Block 1	37.00	7.52	70
7		7	Block 1	37.00	7.81	76.3
8		8	Block 1	37.00	8.10	76.74
9		9	Block 1	37.00	8.60	75.43

Resim 4.1. Kazein sindirimi parametrelerinin Design Expert 7.0.0'da yerleştirilmesi

Bu veriler Design Expert 7.0.0'da kullanıldığında elde edilen fonksiyon Resim 4.2'de gösterilmiştir.

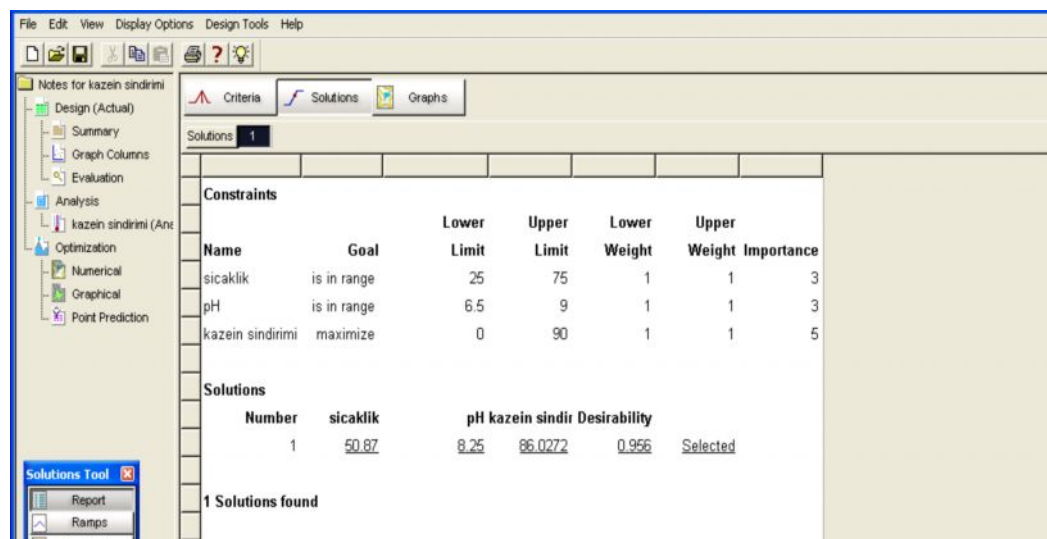


Resim 4.2. Kazein sindirimi fonksiyonun Design Expert 7.0.0’da bulunması

Bulunan kazein sindirimi fonksiyonu:

$$\text{Kazein sindirimi} = 81.41 + 11.00A + 15.11B - 18.73A^2 - 18.98B^2 \quad (4.1)$$

Elde edilen 4.1 fonksiyonu Design Expert 7.0.0 programı kullanılıp çözüldüğünde Resim 4.3’deki sonuçlar elde edilir.



Resim 4.3. Kazein sindirim fonksiyonu için Design Expert 7.0.0’da bulunan sonuçlar

Design Expert 7.0.0'da bulunan sonuçlar Çizelge 4.3'de verilmiştir.

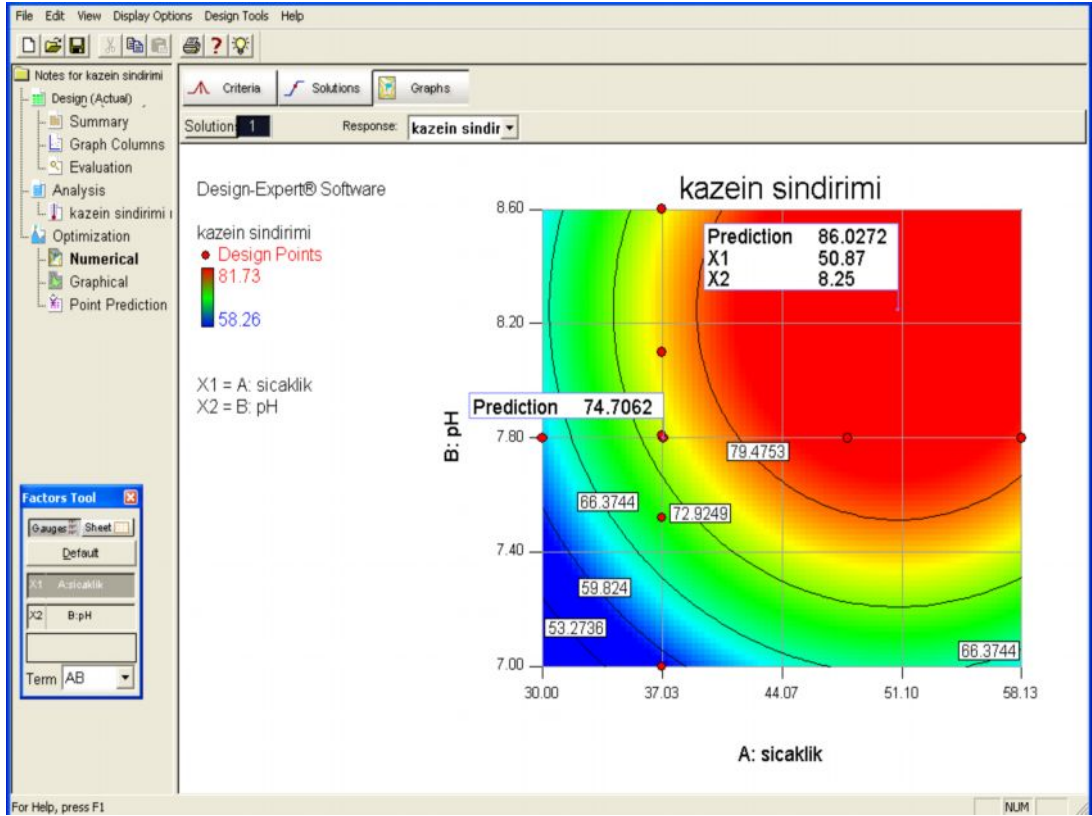
Çizelge 4.3. Kazein sindirimini maksimum yapan değerler

Parametre	Optimum Değer
Sıcaklık	50,87 °C
pH	8,25

Bulunan Çizelge 4.3'deki optimum değerlerle ulaşılan kazein sindirimi % 86,027 olarak bulunmuştur.

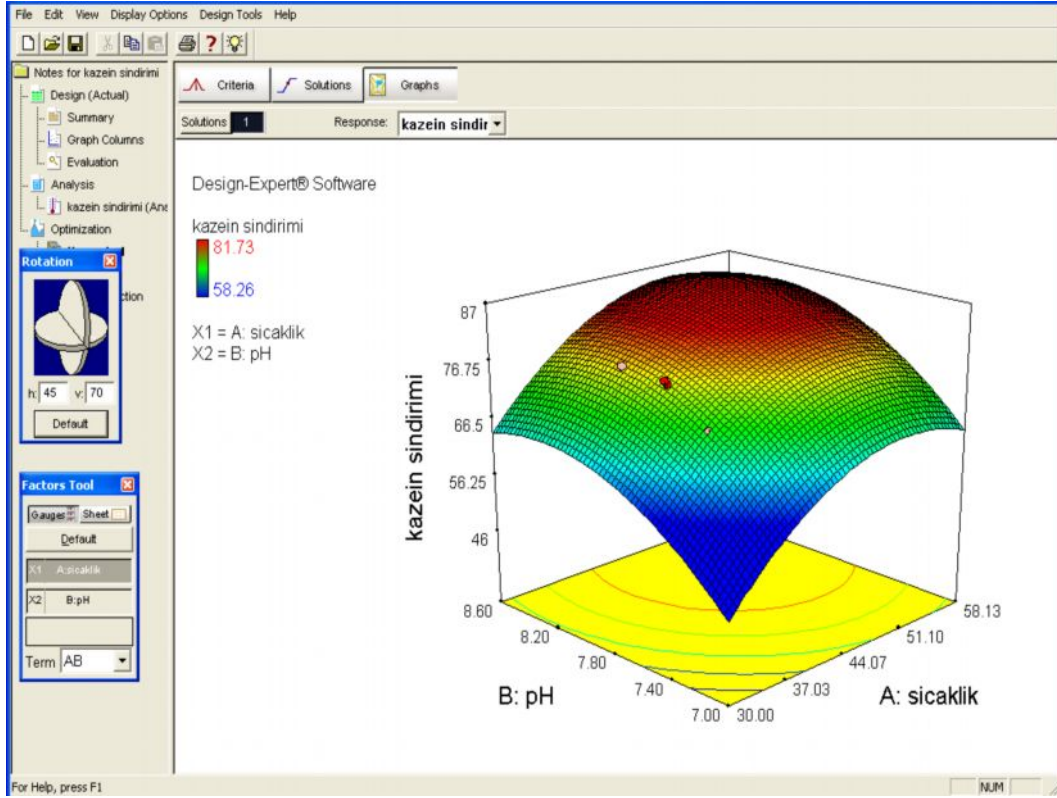
Bulunan çözümler Erin ve arkadaşlarının[17] makalesindeki sıcaklık 48 °C civarı, pH 7,8-8,1 optimum şartları ile karşılaştırıldığında sıcaklık 50,87 °C, pH 8,25 değerleri ve bu şartlardaki maksimum kazein sindirimi % 86,027 olduğu Resim 4.3 görülebilir.

Bulunan Çizelge 4.3'deki sonuçlar grafiğe geçirildiğinde kazein sindirimi % 86,027 olduğu daha net olarak Resim 4.4 ve Resim 4.5'de görülebilir.



Resim 4.4. Kazein sindirimi fonksiyonun Design Expert 7.0.0’da bulunan çözüm grafiği

Erin ve arkadaşlarının[17] makalesinde sıcaklık 48°C civarı, pH 7,8-8,1 optimum şartlarında % kazein sindiriminin ne olduğu belirtilmemiştir. Resim 4.4’den de görülebileceği gibi OFAT yaklaşımı ile bu maksimum kazein sindirimi % 74,706’dir. Yine Resim 4.4’den görülebileceği gibi bu verilerle maksimum kazein sindirimi % 86,027’dir. Bu da % 11,321’lik çok daha iyi bir kazanım demektir.



Resim 4.5. Kazein sindirimi fonksiyonunun Design Expert 7.0.0’da bulunan üç boyutlu çözüm grafiği

4.2. Atık Çay Lifleri ve Saplarından Kafein Eldesi

Gürü ve İçen yaptıkları çalışmada, atık çay lifleri ve saplarından kafein eldesi ve en yüksek verimin elde edildiği optimum şartların belirlenmesi üzerinde çalışmışlardır. Bu çalışmada verimi etkileyen parametreler karıştırma hızı, su/çay oranı, sıcaklık, zaman ve partikül büyüklüğüdür. Deneysel çalışmalar sonucunda karıştırma hızı 200 rpm, su/çay oranı 18,5 ml su/g çay, sıcaklık 98,5 °C, liçing süresi 16 dakika, partikül büyüklüğü 0,250 mm-0,355 mm değerleri maksimum kafein verimini sağlayan optimum şartlar olarak tespit edilmiştir. Deneysel olarak belirlenen optimum şartlarda çayda kuru madde de kütlece % 1,156 oranında kafein elde edilmiştir[19].

Çizelge 4.4. Karıştırma Hızının kafein verimine etkisi
(15 ml su/g çay, 95,5 °C, 30 dakika, 0,500 mm-0,355 mm)[18].

Karıştırma Hızı (rpm)	% Kafein (kütlece)
0	0,862
100	0,873
200	0,886
300	0,866
400	0,844
600	0,812
800	0,793

Çizelge 4.5. Su/çay oranının kafein verimine etkisi
(200 rpm, 98,5 °C, 30 dakika, 0,500 mm-0,355 mm)[18].

ml su/g çay	% Kafein (kütlece)
10	0,701
12,5	0,814
15,0	0,902
17,5	1,001
18,5	1,010
20,0	0,974
25,0	0,876

Çizelge 4.6. Liçing süresinin kafein verimine etkisi
(200 rpm, 15 ml su/g çay, 98,5 °C, 0,500 mm-0,355 mm)[18].

Liçing Süresi (dakika)	% Kafein (kütlece)
10	1,013
13	1,071
15	1,119
16	1,126
17	1,112
20	1,076
25	1,044
30	1,010

Çizelge 4.7. Partikül büyüklüğünün kafein verimine etkisi
(200 rpm, 98,5 °C, 15 ml su/g çay, 16 dakika)[18].

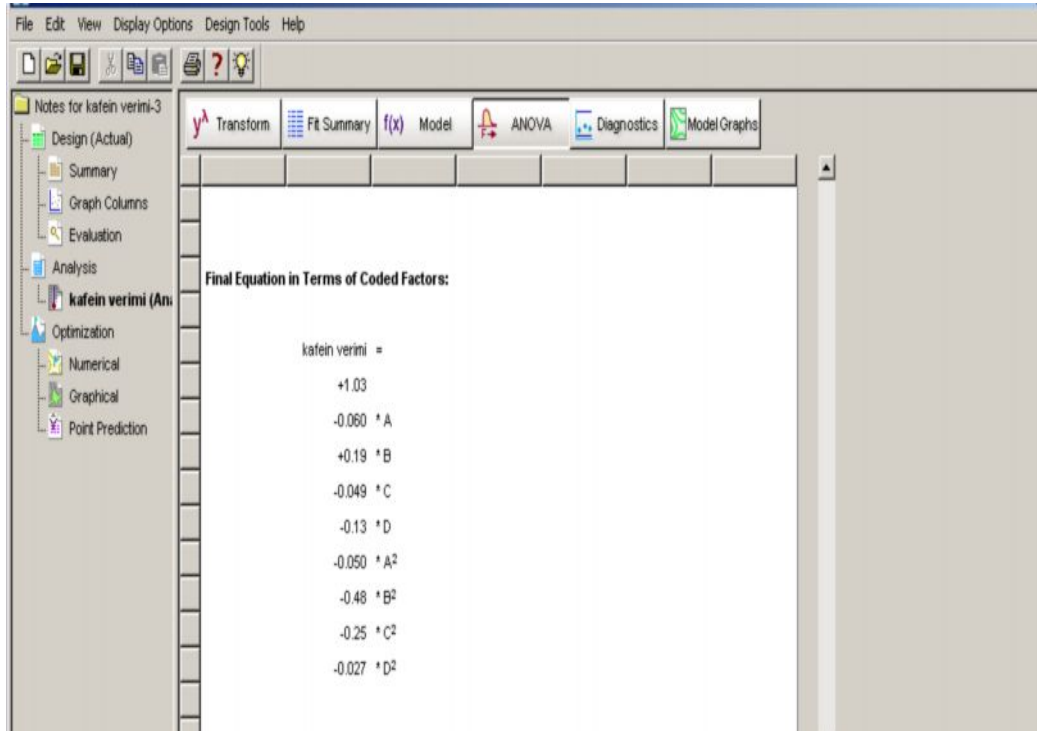
Partikül Boyutu	% Kafein (kütlece)
1,000 mm -0,710mm	0,962
0,710 mm -0,500 mm	1,050
0,500 mm -0,355 mm	1,126
0,355 mm -0,250 mm	1,156
0,250 mm' den küçük	1,148

Çizelge 4.4, Çizelge 4.5, Çizelge 4.6 ve Çizelge 4.7'deki veriler Design Expert 7.0.0'da yerleştirilirse denklem 4.2 elde edilir.

File Edit View Display Options Design Tools Help									
Notes for kafein verimi-3									
Design (Actual)									
Summary									
Graph Columns									
Evaluation									
Analysis									
kafein verimi (Analy:									
Optimization									
Numerical									
Graphical									
Point Prediction									
Std	Run	Block	Factor 1 A: karıştırma hızı rpm	Factor 2 B: su/çay ml/g	Factor 3 C: licing süresi dakika	Factor 4 D: partikül boyutu mm	Response 1 kafein verimi %m/m		
1	1	Block 1	0.00	15.00	30.00	0.43	0.862		
2	2	Block 1	100.00	15.00	30.00	0.43	0.873		
3	3	Block 1	200.00	15.00	30.00	0.43	0.886		
4	4	Block 1	300.00	15.00	30.00	0.43	0.866		
5	5	Block 1	400.00	15.00	30.00	0.43	0.844		
6	6	Block 1	600.00	15.00	30.00	0.43	0.812		
7	7	Block 1	800.00	15.00	30.00	0.43	0.793		
8	8	Block 1	200.00	10.00	30.00	0.43	0.701		
9	9	Block 1	200.00	12.50	30.00	0.43	0.814		
10	10	Block 1	200.00	15.00	30.00	0.43	0.902		
11	11	Block 1	200.00	17.50	30.00	0.43	1.001		
12	12	Block 1	200.00	18.50	30.00	0.43	1.01		
13	13	Block 1	200.00	20.00	30.00	0.43	0.974		
14	14	Block 1	200.00	25.00	30.00	0.43	0.876		
15	15	Block 1	200.00	18.50	10.00	0.43	1.013		
16	16	Block 1	200.00	18.50	13.00	0.43	1.071		
17	17	Block 1	200.00	18.50	15.00	0.43	1.119		
18	18	Block 1	200.00	18.50	16.00	0.43	1.126		
19	19	Block 1	200.00	18.50	17.00	0.43	1.112		
20	20	Block 1	200.00	18.50	20.00	0.43	1.076		
21	21	Block 1	200.00	18.50	25.00	0.43	1.044		
22	22	Block 1	200.00	18.50	30.00	0.43	1.01		
23	23	Block 1	200.00	18.50	16.00	0.85	0.962		
24	24	Block 1	200.00	18.50	16.00	0.61	1.05		
25	25	Block 1	200.00	18.50	16.00	0.43	1.126		
26	26	Block 1	200.00	18.50	16.00	0.31	1.156		
27	27	Block 1	200.00	18.50	16.00	0.21	1.148		

Resim 4.6. Kafein verimi verilerinin Design Expert 7.0.0’da yerleştirilmesi

Bu veriler Design Expert 7.0.0’da kullanıldığında elde edilen fonksiyon Resim 4.7’dedir:

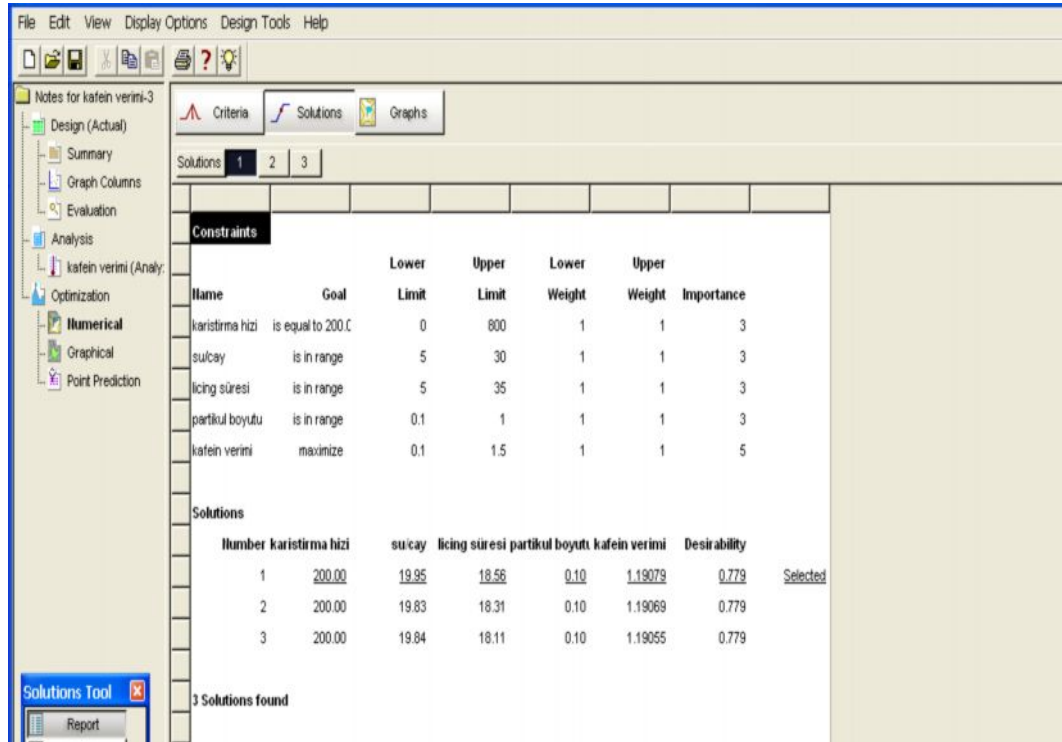


Resim 4.7. Kafein verimi fonksiyonunun Design Expert 7.0.0’da bulunması

Bulunan kafein verimi fonksiyonu:

$$\text{Kafein verimi} = 1.03 - 0,060A + 0,19B - 0,049C - 0,13D - 0,050A^2 - 0,48B^2 - 0,25C^2 - 0,027D^2 \quad (4.2)$$

Elde edilen 4.2 fonksiyonu Design Expert 7.0.0 programı kullanılıp çözüldüğünde Resim 4.8’deki sonuçlar elde edilir.



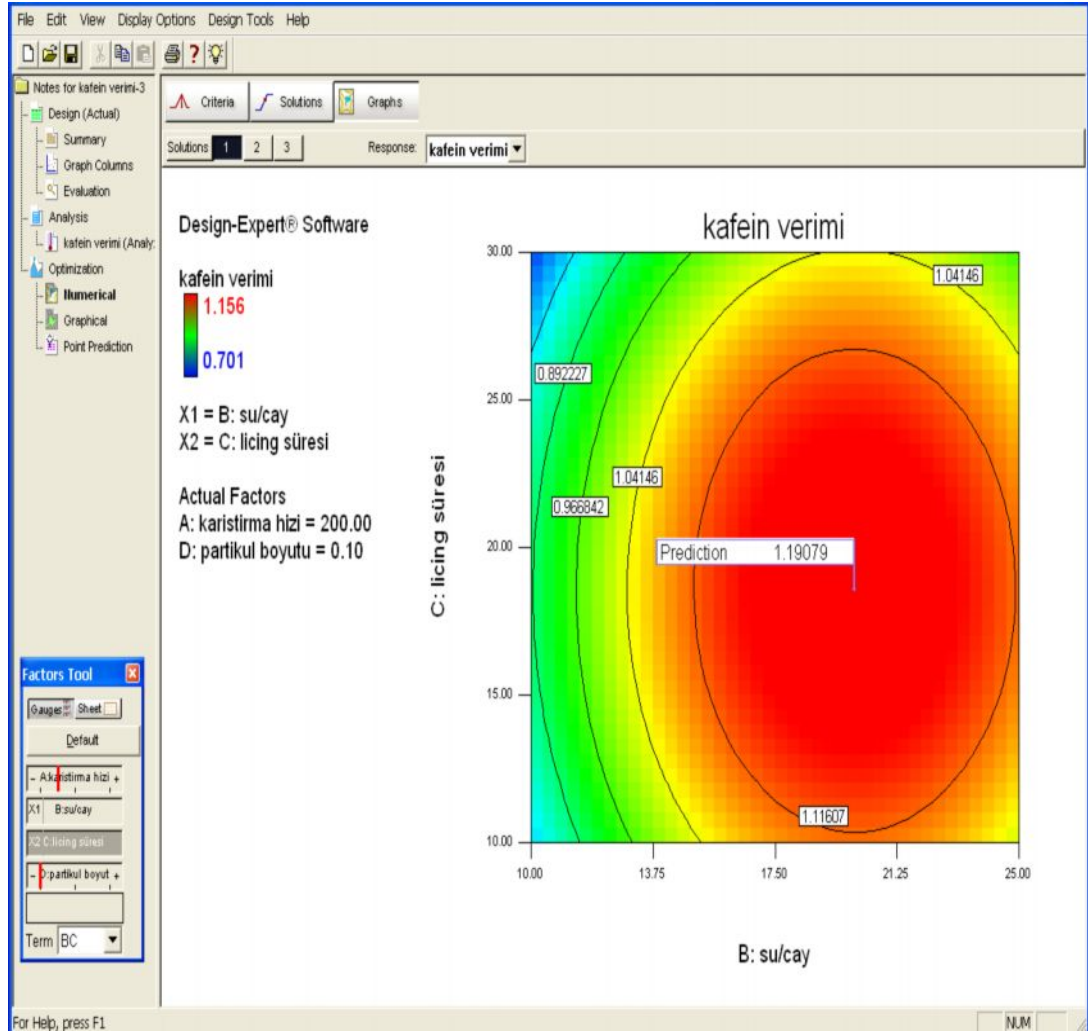
Resim 4.8. Kafein verimi fonksiyonu için Design Expert 7.0.0’da bulunan sonuçlar

Bulunan sonuçlar:

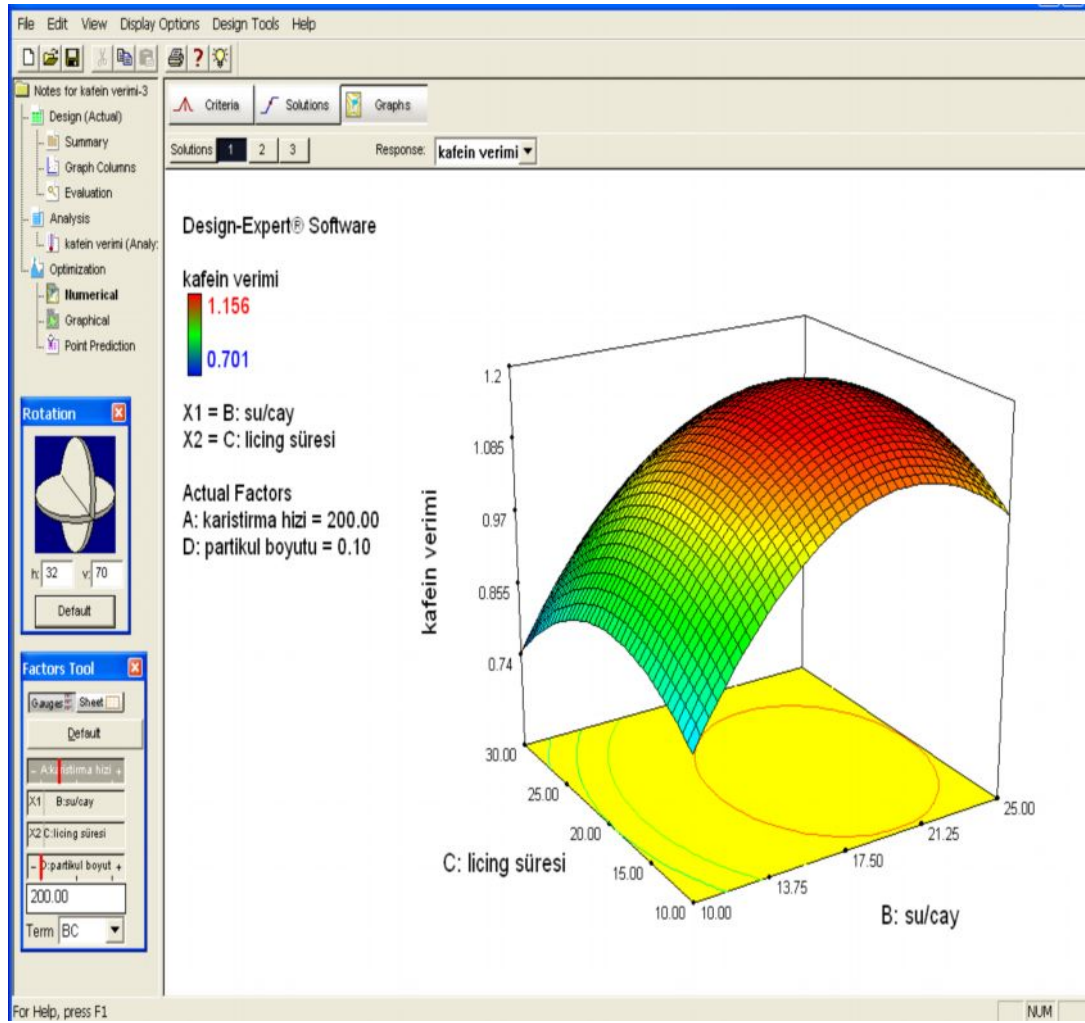
Karıştırma hızı= 200 rpm, su/çay= 19,95 ml su/g çay, liçing süresi= 18,56 dakika, partikül boyutu= 0,1 mm bu optimum şartlarda kafein verimi= % 1,191

Bulunan çözümler Gürü ve İçen’in[19] makalesindeki karıştırma hızı 200 rpm, su/çay oranı 18,5 ml su/g çay, liçing süresi 16 dakika, partikül büyüklüğü 0,250 mm-0,355 mm değerleri optimum şartları ve bu şartlardaki maksimum kafein verimi % 1,156 ile karşılaştırıldığında karıştırma hızı 200 rpm, su/çay oranı 19,95 ml su/g çay, liçing süresi 18,56 dakika, partikül büyüklüğü 0,1mm değerleri ve kafein veriminin %1,191 olduğu görülebilir. Bu da Gürü ve İçen’in[19] makalesindeki verimden yaklaşık % 3’lük daha iyi bir kazanım demektir.

Bulunan bu sonuçlar grafiğe geçirildiğinde kafein veriminin %1,191 olduğu daha net olarak Resim 4.9 ve Resim 4.10’da görülebilir.



Resim 4.9. Kafein verimi fonksiyonunun Design Expert 7.0.0’da bulunan çözüm grafiği



Resim 4.10. Kafein verimi fonksiyonunun Design Expert 7.0.0’da bulunan üç boyutlu çözüm grafiği

Ayrıca Gürü ve İçen’in[19] makalesinde, karıştırma hızının 200 rpm değerine ulaşınca kadar arttığı ve daha yüksek karıştırma hızlarında vorteks oluşumundan dolayı karıştırmanın etkinliğinin azaldığı için karıştırma hızı 200 rpm’de sabit tutulmuş ve maksimum kafein verimini sağlayan karıştırma hızı olarak alınmıştır. Ayrıca partikül boyutu küçüldükçe kafein veriminin artacağı belirtilmiştir.

Karıştırma hızının 0-800 rpm aralığında değiştiğini varsayılarak ve partikül boyut aralığı 0,02-1 mm alınarak Design Expert 7.0.0 programında yerine yerleştirildiğinde Resim 4.11’deki sonuçlar elde edildi.

Constraints

Name	Goal	Lower Limit	Upper Limit	Lower Weight	Upper Weight	Importance
karıştırma hızı	is in range	0	800	1	1	3
su/çay	is in range	5	30	1	1	3
liçing süresi	is in range	5	35	1	1	3
partikül boyutu	is in range	0.02	1	1	1	3
kafein verimi	maximize	0.1	1.5	1	1	5

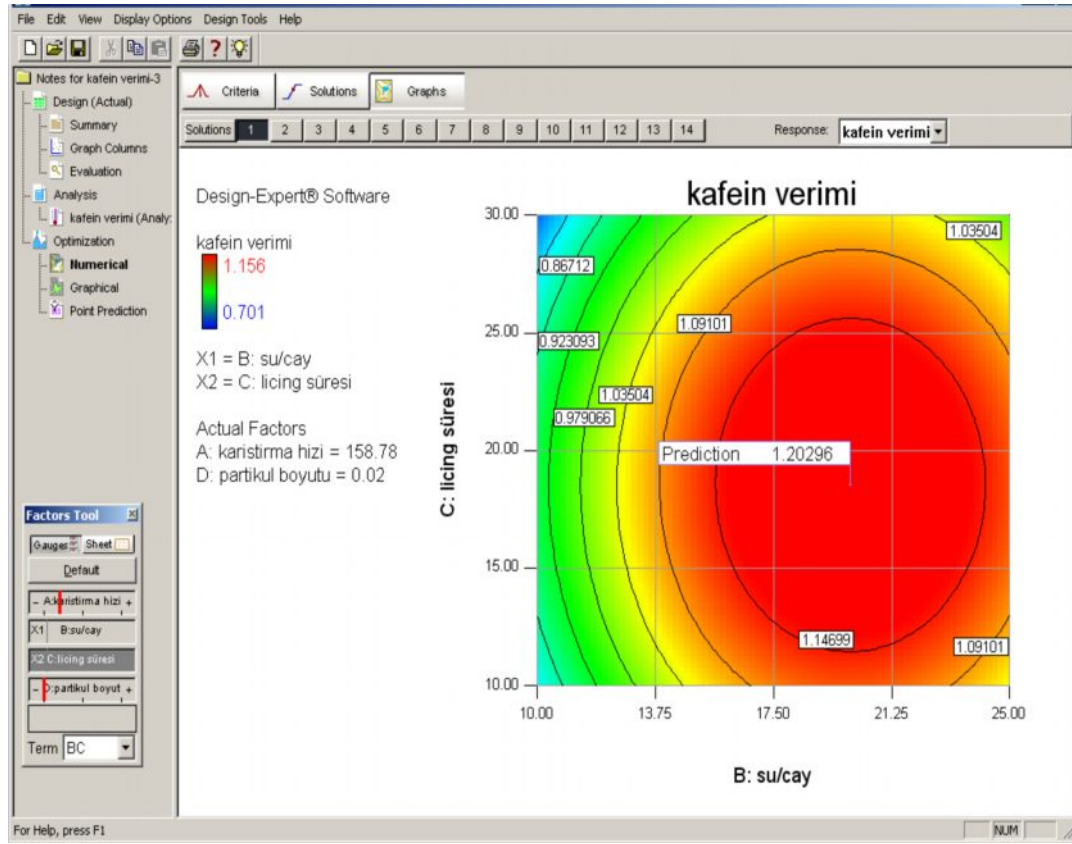
Solutions

Number	karıştırma hızı	su/çay	liçing süresi	partikül boyutu	kafein verimi	Desirability	Selected
1	158.78	19.94	18.53	0.02	1.20296	0.788	Selected
2	162.67	19.91	18.55	0.02	1.20295	0.788	
3	156.73	19.98	18.42	0.02	1.20294	0.788	
4	162.25	19.97	18.69	0.02	1.20293	0.788	
5	151.87	19.91	18.40	0.02	1.20292	0.788	
6	144.75	19.99	18.70	0.02	1.20287	0.788	
7	182.36	19.76	18.32	0.02	1.20263	0.788	
8	187.39	19.90	18.27	0.02	1.20261	0.788	
9	193.56	19.88	18.69	0.02	1.20254	0.788	
10	191.90	20.14	18.74	0.02	1.20246	0.787	
11	190.48	19.94	18.06	0.02	1.20239	0.787	
12	202.27	19.82	18.43	0.02	1.20231	0.787	
13	180.56	19.31	18.36	0.02	1.20156	0.787	
14	40.42	20.01	18.84	0.02	1.19854	0.785	

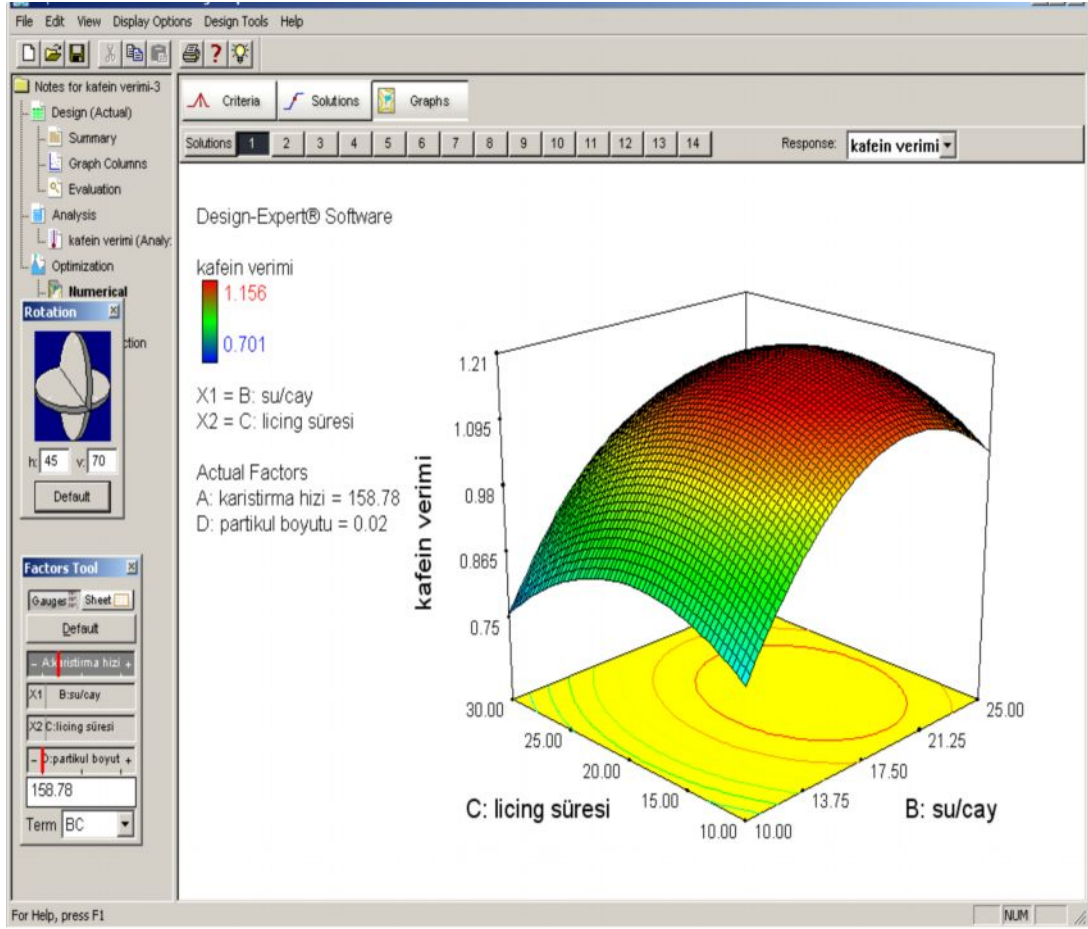
Resim 4.11. Kafein verimi fonksiyonu için Design Expert 7.0.0’ da bulunan sonuçlar (Karışım hızı= 0-800 rpm, partikül boyutu= 0,02-1 mm)

Bulunan sonuçlar:

Karıştırma hızı= 158,78 rpm, su/çay= 19,94 ml su/g çay, liçing süresi= 18,53 dakika, partikül boyutu= 0,02 mm bu optimum şartlarda kafein verimi= % 1,203



Resim 4.12. Kafein verimi fonksiyonunun Design Expert 7.0.0’ da bulunan çözüm grafiği (Karıştırma hızı= 0-800 rpm, partikül boyutu= 0,02-1 mm)



Resim 4.13. Kafein verimi fonksiyonunun Design Expert 7.0.0’ da bulunan üç boyutlu çözüm grafiği (Karıştırma hızı= 0-800 rpm, partikül boyutu= 0,02-1 mm)

Resim 4.11’de görülebileceği gibi karıştırma hızının optimum noktası Gürü ve İçen’in[19] makalesinde belirtildiği gibi 200 rpm değil 158,78 rpm olduğu bulunmuş ve bu hızın üstündeki hızlarda kafein veriminin düştüğü görülmüştür. Ayrıca Gürü ve İçen’in[19] makalesinde belirtildiği gibi partikül boyutu küçüldükçe kafein verimini artığı görülmüştür. Partikül boyutu 0,1 mm iken kafein verimi %1,191 partikül boyutu 0,02 mm alındığında kafein verimi %1,203 olarak bulunmuştur.

4.3. Şeker Pancarı Melasından Nitrik Asitle ve Azot Oksit Gazlarıyla Oksalik Asit Eldesi

Gürü ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, şeker sanayinde yan ürün olarak elde edilen şeker pancarı melasından nitrik asit ve azot oksit gazları ile oksalik asit üretimi ve en

yüksek verimin elde edildiği optimum şartların belirlenmesi üzerinde çalışmışlardır. Bu reaksiyon için üç reaktör kullanılmıştır. Birinci reaktörde sülfürik asit, nitrik asit, katalizör miktarları ile melas derişimi, hava debisi ve sıcaklık parametrelerinin verime etkileri incelenirken ikinci ve üçüncü reaktörde ise sülfürik asit, katalizör miktarları ile melas derişimi, hava debisi ve sıcaklık parametrelerinin verime etkileri incelenmiştir[20].

4.3.1. Birinci reaktör

Çizelge 4.8. H_2SO_4 derişiminin Oksalik Asit verimine etkisi
(4,62 g HNO_3 /g melas, 0,9 mg V_2O_5 /g melas, 37,5 ml Hava/g melas dk)[21].

H_2SO_4 derişimi (g/g melas)	% Oksalik Asit Verimi
0,0	46,46
1,0	65,201
1,5	72,422
1,9	73,835
1,95	73,846
2,0	73,793
2,25	72,187
2,5	68,692
3,0	61,300

Çizelge 4.9. HNO₃ derişiminin Oksalik Asit verimine etkisi
(1,95 g H₂SO₄ /g melas, 0,9 mg V₂O₅/g melas, 37,5 ml Hava/g melas dk)[21].

HNO ₃ derişimi (g/g melas)	% Oksalik Asit Verimi
3,0	59,322
3,5	67,184
3,8	69,312
4,2	71,203
4,62	73,846
5,0	75,180
5,5	74,844
6,0	73,072

Çizelge 4.10. V₂O₅ derişiminin Oksalik Asit verimine etkisi
(1,95 g H₂SO₄ /g melas, 5,0 g HNO₃/g melas, 37,5 ml Hava/g melas)[21].

V ₂ O ₅ derişimi (mg/g melas)	% Oksalik Asit Verimi
0,36	53,973
0,49	69,065
0,6	74,845
0,7	75,802
0,8	76,117
0,9	75,180
1,0	72,602
1,23	70,961

Çizelge 4.11. Hava Debisinin Oksalik Asit verimine etkisi
(1,95 g H₂SO₄ /g melas, 5,0 g HNO₃/g melas, 0,7 mg V₂O₅ derişimi/g melas)[21].

Hava Debisi (ml/g melas dk)	% Oksalik Asit Verimi
4,0	62,526
15,2	72,192
24,5	75,722
30,0	76,031
37,5	75,802
48,7	76,307
63,16	76,564

Bu veriler sonucu makalede birinci reaktör için oksalik asit verimini maksimum yapan değerler Çizelge 4.12’de verilmiştir.

Çizelge 4.12.Birinci reaktör için oksalik asit verimini maksimum yapan değerler[21].

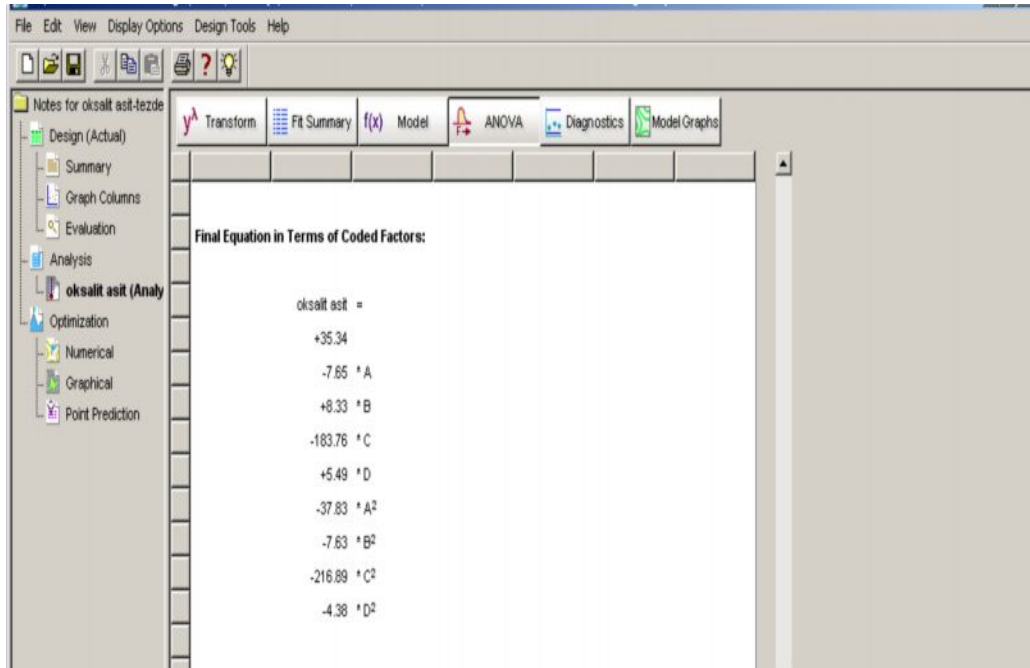
Parametre	Optimum Değer
H ₂ SO ₄	1,95 g/g melas
HNO ₃	5,0 g/g melas
V ₂ O ₅	0,7 mg/g melas
Hava Debisi	30 ml/g melas dk

Çizelge 4.12’deki optimum değerlerle ulaşılan oksalik asit verimi ise birinci reaktör için % 76,031 olmuştur.

Std	Run	Block	Factor 1 A:H2SO4 mg	Factor 2 B:HNO3 mg	Factor 3 C:V2O5 mg	Factor 4 D:Hava Debisi mg/dk	Response 1 oksalit asit %
1	1	Block 1	0.00	4620.00	0.90	37.500	46.46
2	2	Block 1	1000.00	4620.00	0.90	37.500	65.201
3	3	Block 1	1500.00	4620.00	0.90	37.500	72.422
4	4	Block 1	1900.00	4620.00	0.90	37.500	73.835
5	5	Block 1	1950.00	4620.00	0.90	37.500	73.846
6	6	Block 1	2000.00	4620.00	0.90	37.500	73.793
7	7	Block 1	2250.00	4620.00	0.90	37.500	72.187
8	8	Block 1	2500.00	4620.00	0.90	37.500	68.692
9	9	Block 1	3000.00	4620.00	0.90	37.500	61.3
10	10	Block 1	1950.00	3000.00	0.90	37.500	59.322
11	11	Block 1	1950.00	3500.00	0.90	37.500	67.184
12	12	Block 1	1950.00	3800.00	0.90	37.500	69.312
13	13	Block 1	1950.00	4200.00	0.90	37.500	71.203
14	14	Block 1	1950.00	4620.00	0.90	37.500	73.846
15	15	Block 1	1950.00	5000.00	0.90	37.500	75.18
16	16	Block 1	1950.00	5500.00	0.90	37.500	74.844
17	17	Block 1	1950.00	6000.00	0.90	37.500	73.072
18	18	Block 1	1950.00	5000.00	0.00	37.500	5.186
19	19	Block 1	1950.00	5000.00	0.27	37.500	33.455
20	20	Block 1	1950.00	5000.00	0.36	37.500	53.973
21	21	Block 1	1950.00	5000.00	0.49	37.500	69.065
22	22	Block 1	1950.00	5000.00	0.60	37.500	74.845
23	23	Block 1	1950.00	5000.00	0.70	37.500	75.802
24	24	Block 1	1950.00	5000.00	0.80	37.500	76.117
25	25	Block 1	1950.00	5000.00	0.90	37.500	75.18
26	26	Block 1	1950.00	5000.00	1.00	37.500	72.602
34	27	Block 1	1950.00	5000.00	1.23	37.500	70.961
27	28	Block 1	1950.00	5000.00	0.70	4.000	62.526
28	29	Block 1	1950.00	5000.00	0.70	15.200	72.192
29	30	Block 1	1950.00	5000.00	0.70	24.500	75.722
30	31	Block 1	1950.00	5000.00	0.70	30.000	76.031

Resim 4.14. Birinci reaktör için oksalik asit verilerinin Design Expert 7.0.0’da yerleştirilmesi

Çizelge 4.8, Çizelge 4.9, Çizelge 4.10 ve Çizelge 4.11’deki veriler Design Expert 7.0.0’da yerine yerleştirilirse birinci reaktör için fonksiyon 4.2 elde edilir. Fonksiyon 4.2 Resim 4.15’de görülebilir.

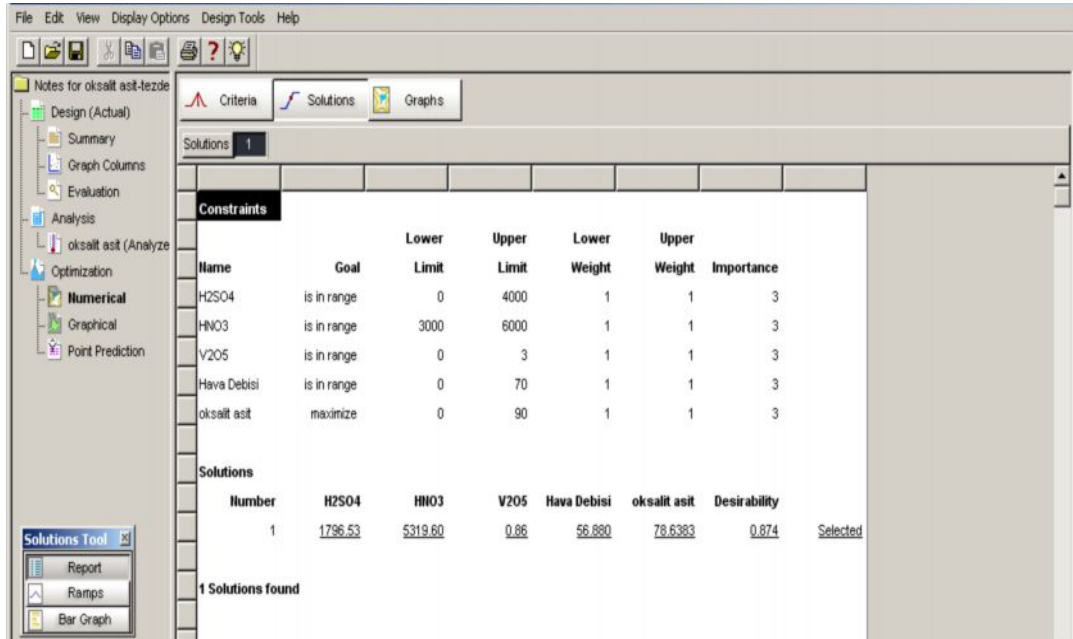


Resim 4.15. Birinci reaktör için Oksalik Asit Fonksiyonu Design Expert 7.0.0’da bulunması

Bulunan oksalik asit fonksiyonu(birinci reaktör):

$$\text{Oksalik asit} = 35,34 - 7,65 A + 8,33 B - 183,76 C + 5,49 D - 37,83 A^2 - 7,63 B^2 - 216,89 C^2 - 4,38 D^2 \quad (4.3)$$

Elde edilen 4.3 fonksiyonu Design Expert 7.0.0 programı kullanılıp çözüldüğünde Resim 4.16’daki sonuçlar elde edilir.



Resim 4.16. Birinci reaktör oksalik asit fonksiyonu için Design Expert 7.0.0'da bulunan sonuçlar

Design Expert 7.0.0'da bulunan sonuçlar Çizelge 4.13'de verilmiştir.

Çizelge 4.13. Birinci reaktör için oksalik asit verimini maksimum yapan değerler

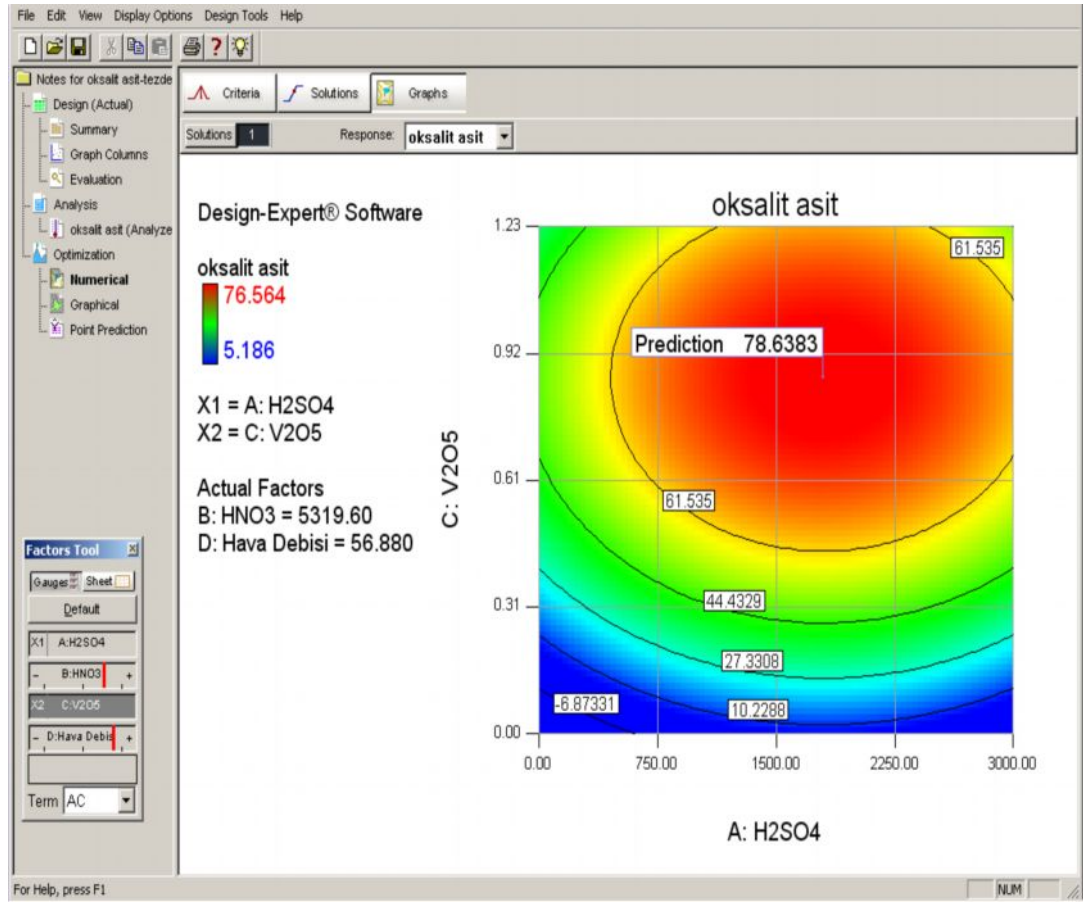
Parametre	Optimum Değer
H ₂ SO ₄	1,796 g/g melas
HNO ₃	5,316 g/g melas
V ₂ O ₅	0,86 g/g melas
Hava Debisi	56,88 ml/g melas dk

Bulunan bu optimum değerlerle ulaşılan oksalik asit verimi ise birinci reaktör için % 78,639 olarak bulunmuştur.

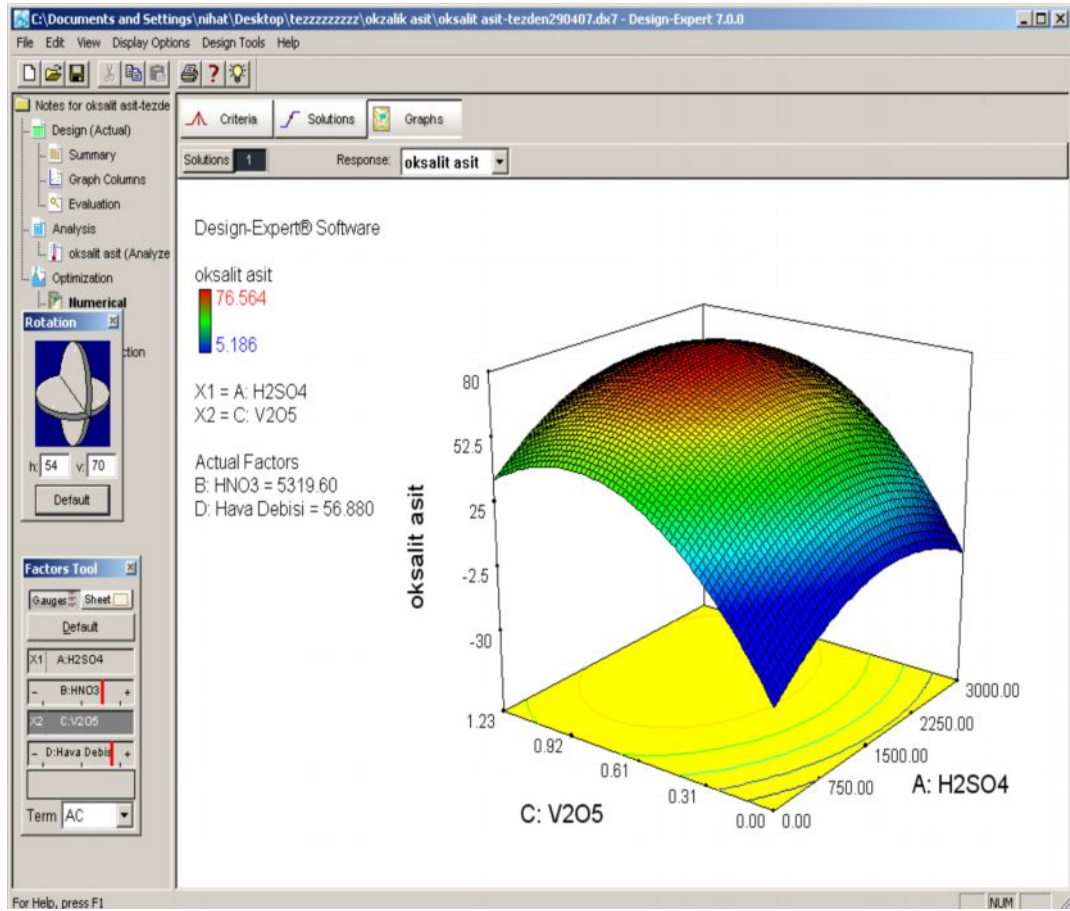
Bulunan çözümler Gürü ve arkadaşlarının[20] makalesindeki sülfürik asit 1,95 g/g melas, nitrik asit 5,0 g/g melas, Vanadyum pentoksit 0,7 mg/g melas, hava debisi 30 ml/g melas dk optimum şartları ve bu şartlardaki maksimum oksalik asit verimi %

76,031 ile karşılaştırıldığında sülfürik asit 1,796 g/g melas, nitrik asit 5,316 g/g melas, Vanadyum pentoksit 0,86 mg/g melas, hava debisi 56,88 ml/g melas dk değerleri ve oksalik asit veriminin % 78,638 olduğu görülebilir. Bu da Gürü ve arkadaşlarının[20] makalesindeki verimden yaklaşık % 2,607'lük daha iyi bir kazanım demektir.

Bulunan Çizelge 4.13'deki sonuçlar grafiğe geçirildiğinde oksalik asit veriminin % 78,638 olduğu Resim 4.17 ve Resim 4.18'de daha net olarak görülebilir.



Resim 4.17. Birinci reaktör oksalik asit fonksiyonun Design Expert 7.0.0'da bulunan çözüm grafiği



Resim 4.18. Birinci reaktör oksalik asit fonksiyonu Design Expert 7.0.0'da bulunan üç boyutlu çözüm grafiği

4.3.2. İkinci reaktör

Çizelge 4.14. H₂SO₄ derişiminin Oksalik Asit verimine etkisi
(2 g su/g melas, 2,125 l hava/g melas dk, 1,23 mg V₂O₅ /g melas, 55 °C)[21].

H ₂ SO ₄ derişimi (g/g melas)	% Oksalik Asit Verimi
1,5	26,689
1,75	43,736
2,0	53,705
2,5	63,712
3,0	67,424
3,3	70,314
3,5	65,573
3,75	56,745

Çizelge 4.15. İlave su miktarının Oksalik Asit verimine etkisi
(3,3 g H₂SO₄ /g melas, 2,125 l hava/g melas dk, 1,23 mg V₂O₅ /g melas 55 °C)[21].

İlave su miktarı (g/g melas)	% Oksalik Asit Verimi
0,76	yok
0,90	20,869
1,20	40,410
1,50	64,805
1,75	74,079
2,00	70,314

Çizelge 4.16. V_2O_5 derişiminin Oksalik Asit verimine etkisi

(1,75 g su/g melas, 2,125 l hava/g melas dk, 3,3 g H_2SO_4 /g melas, 55 °C)[21].

V_2O_5 (mg/g melas)	% Oksalik Asit Verimi
0,4	56,325
0,6	70,123
0,7	72,326
0,8	76,188
0,9	77,891
1,0	76,245
1,1	76,184
1,2	74,080

Çizelge 4.17. Hava debisinin Oksalik Asit verimine etkisi

(1,75 g su/g melas, 0,9mg V_2O_5 /g melas, 3,3 g H_2SO_4 /g melas, 55 °C) [21].

Hava Debisi (l/g melas dk)	% Oksalik Asit Verimi
1,225	63,851
1,625	72,042
1,875	75,186
2,125	77,891
2,5	78,054
3,16	77,527

Çizelge 4.18. Sıcaklığın Oksalik Asit verimine etkisi

(1,75 g su/g melas, 0,9mg V_2O_5 /g melas, 3,3 g H_2SO_4 /g melas, 2,5 l hava/g melas dk)[21].

Sıcaklık ($^{\circ}C$)	% Oksalik Asit Verimi
45	58,687
50	68,196
55	78,011
58	78,868
60	78,169
70	69,521
80	51,748

Çizelge 4.14, Çizelge 4.15, Çizelge 4.16, Çizelge 4.17 ve Çizelge 4.18'deki veriler sonucu Gürü ve arkadaşlarının[20] makalesinde ikinci reaktör için oksalik asit verimini maksimum yapan değerler Çizelge 4.19'da verilmiştir.

Çizelge 4.19. İkinci reaktör için oksalik asit verimini maksimum yapan değerler[21].

Parametre	Optimum Değer
H_2SO_4	3,3 g/g melas
İlave su Miktarı	1,75 g/g melas
V_2O_5	0,9 g/g melas
Hava Debisi	2,5 l/g melas dk
Sıcaklık	58 $^{\circ}C$

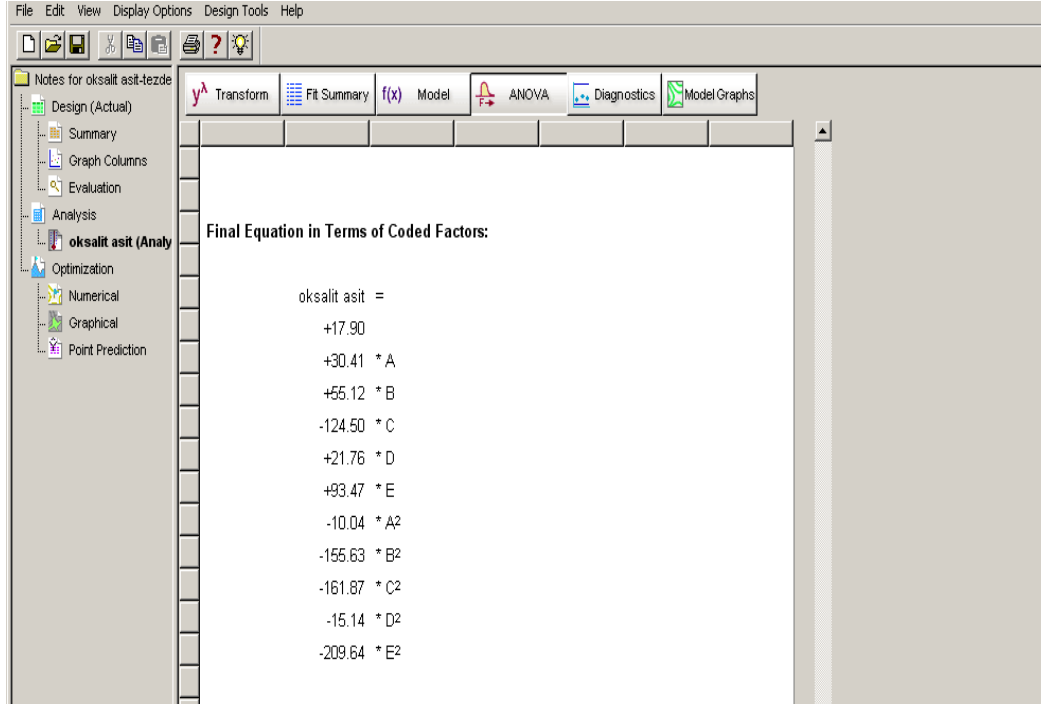
Çizelge 4.19'daki optimum değerlerle ulaşılan oksalik asit verimi ise ikinci reaktör için % 78,868 olmuştur.

Bu veriler Design Expert 7.0.0 programında yerine koyulduğunda elde edilen fonksiyon Resim 4.20'dedir.

Std	Run	Block	Factor 1 A: H2SO4 mg	Factor 2 B: ilave su miktarı mg/g	Factor 3 C: V2O5 mg	Factor 4 D: Hava Debisi mg/dk	Factor 5 E: Sıcaklık C	Response 1 oksalit asit %
1	1	Block 1	17.00	2000.000	1.23	2125.000	55.00	14.715
2	2	Block 1	1500.00	2000.000	1.23	2125.000	55.00	26.689
3	3	Block 1	1750.00	2000.000	1.23	2125.000	55.00	43.736
4	4	Block 1	2000.00	2000.000	1.23	2125.000	55.00	53.705
5	5	Block 1	2500.00	2000.000	1.23	2125.000	55.00	63.712
6	6	Block 1	3000.00	2000.000	1.23	2125.000	55.00	67.424
7	7	Block 1	3300.00	2000.000	1.23	2125.000	55.00	70.314
8	8	Block 1	3500.00	2000.000	1.23	2125.000	55.00	65.573
9	9	Block 1	3750.00	2000.000	1.23	2125.000	55.00	56.745
10	10	Block 1	3300.00	760.000	1.23	2125.000	55.00	0
11	11	Block 1	3300.00	900.000	1.23	2125.000	55.00	20.869
12	12	Block 1	3300.00	1200.000	1.23	2125.000	55.00	40.41
13	13	Block 1	3300.00	1500.000	1.23	2125.000	55.00	64.805
14	14	Block 1	3300.00	1750.000	1.23	2125.000	55.00	74.079
15	15	Block 1	3300.00	2000.000	1.23	2125.000	55.00	70.314
16	16	Block 1	3300.00	1750.000	0.40	2125.000	55.00	56.325
17	17	Block 1	3300.00	1750.000	0.60	2125.000	55.00	70.123
18	18	Block 1	3300.00	1750.000	0.70	2125.000	55.00	72.326
19	19	Block 1	3300.00	1750.000	0.80	2125.000	55.00	76.188
20	20	Block 1	3300.00	1750.000	0.90	2125.000	55.00	77.891
21	21	Block 1	3300.00	1750.000	1.00	2125.000	55.00	76.245
22	22	Block 1	3300.00	1750.000	1.10	2125.000	55.00	76.184
23	23	Block 1	3300.00	1750.000	1.20	2125.000	55.00	74.08
24	24	Block 1	3300.00	1750.000	0.90	1225.000	55.00	63.851
25	25	Block 1	3300.00	1750.000	0.90	1625.000	55.00	72.042
26	26	Block 1	3300.00	1750.000	0.90	1875.000	55.00	75.186
27	27	Block 1	3300.00	1750.000	0.90	2125.000	55.00	77.891
28	28	Block 1	3300.00	1750.000	0.90	2500.000	55.00	78.054
29	29	Block 1	3300.00	1750.000	0.90	3160.000	55.00	77.527
30	30	Block 1	3300.00	1750.000	0.90	2500.000	45.00	58.687
31	31	Block 1	3300.00	1750.000	0.90	2500.000	50.00	68.196

Resim 4.19. İkinci reaktör için oksalik asit verilerinin Design Expert 7.0.0'da yerleştirilmesi

Çizelge 4.14, Çizelge 4.15, Çizelge 4.16 ve Çizelge 4.17 ve Çizelge 4.18'deki veriler Design Expert 7.0.0'da yerine yerleştirilirse ikinci reaktör için fonksiyon 4.3 elde edilir. Fonksiyon 4.2 Resim 4.15'de görülebilir.

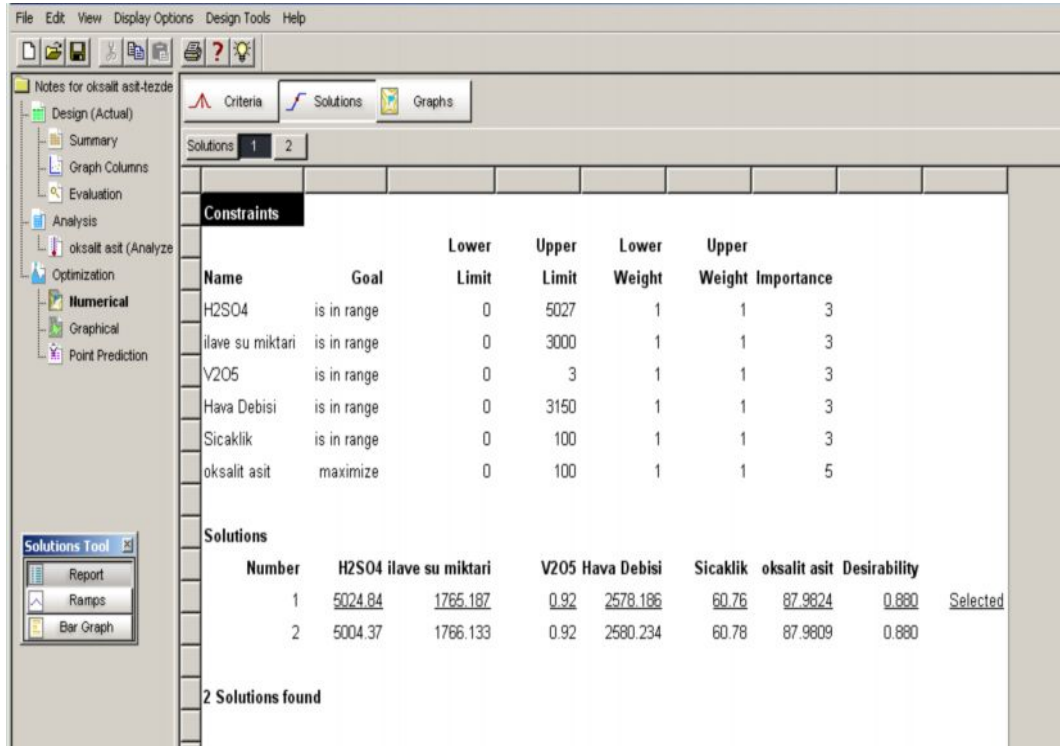


Resim 4.20. İkinci reaktör için oksalik asit fonksiyonun Design Expert 7.0.0’da bulunması

Bulunan oksalik asit fonksiyonu(ikinci reaktör):

$$\begin{aligned} \text{Oksalik asit} = & 17,90 + 30,41 A + 55,12 B - 124,50 C + 21,76 D + 93,47 E - 10,04 A^2 \\ & -155,63B^2 - 161,87 C^2 - 15,14 D^2 - 209,64 E^2 \end{aligned} \quad (4.4)$$

Elde edilen 4.4 fonksiyonu Design Expert 7.0.0 programı kullanılıp çözüldüğünde Resim 4.21’deki sonuçlar elde edilir.



Resim 4.21. İkinci reaktör için oksalik asit fonksiyonu için Design Expert 7.0.0’da bulunan sonuçlar

Design Expert 7.0.0’da bulunan sonuçlar Çizelge 4.20’de verilmiştir.

Çizelge 4.20. İkinci reaktör için oksalik asit verimini maksimum yapan değerler

Parametre	Optimum Değer
H ₂ SO ₄	5,024 g/g melas
İlave su Miktarı	1,765 g/g melas
V ₂ O ₅	0,92 mg/g melas
Hava Debisi	2,578 l/g melas dk
Sıcaklık	60,76 °C

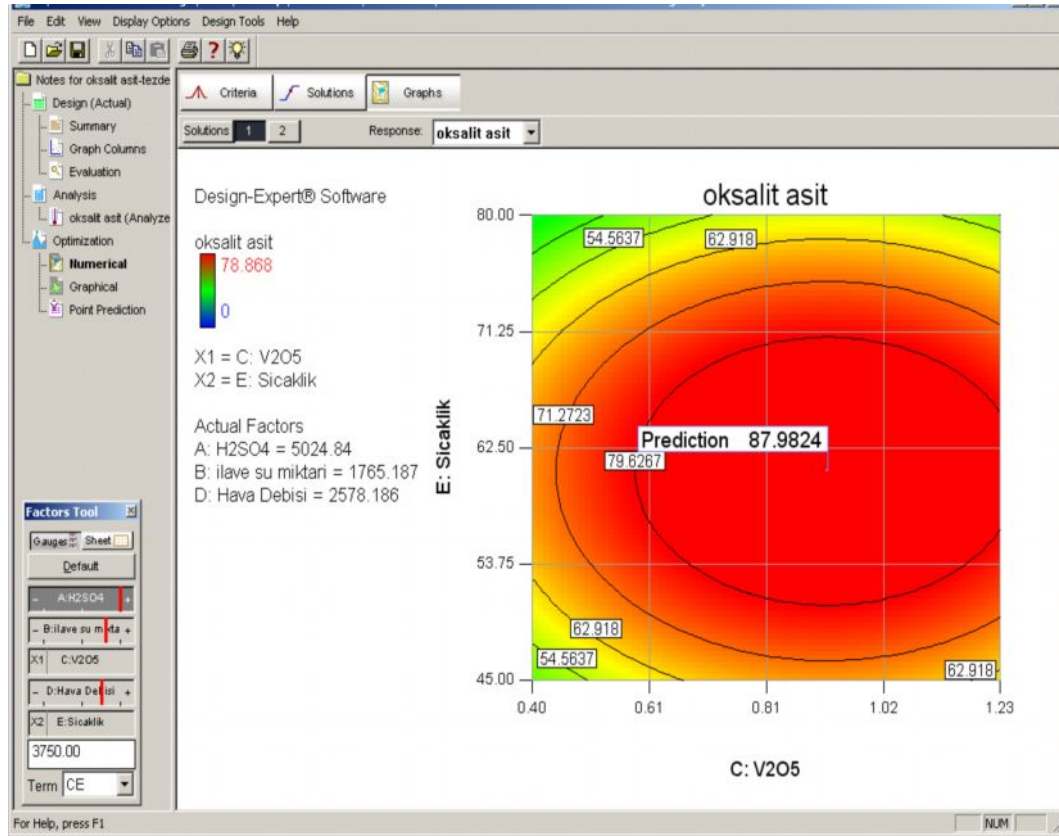
Çizelge 4.20’deki optimum değerlerle ulaşılan oksalik asit verimi ise ikinci reaktör için % 87,982 olarak bulunmuştur.

Bulunan çözümler Gürü ve arkadaşlarının[20] makalesindeki sülfürik asit 3,3 g/g melas, ilave su miktarı 1,75 g/g melas, Vanadyum pentoksit 0,9 mg/g melas, hava debisi 2,5 l/g melas dk, sıcaklık 58 °C optimum şartları ve bu şartlardaki maksimum oksalik asit verimi % 78,868 ile karşılaştırıldığında sülfürik asit 5,024 g/g melas, ilave su miktarı 1,765 g/g melas, Vanadyum pentoksit 0,92 mg/g melas, hava debisi 2,578 l/g melas dk, sıcaklık 60,76 °C değerleri ve oksalik asit veriminin % 87,982 olduğu görülebilir. Bu da makaledeki verimden % 9,114'lük çok daha iyi bir sonuç demektir.

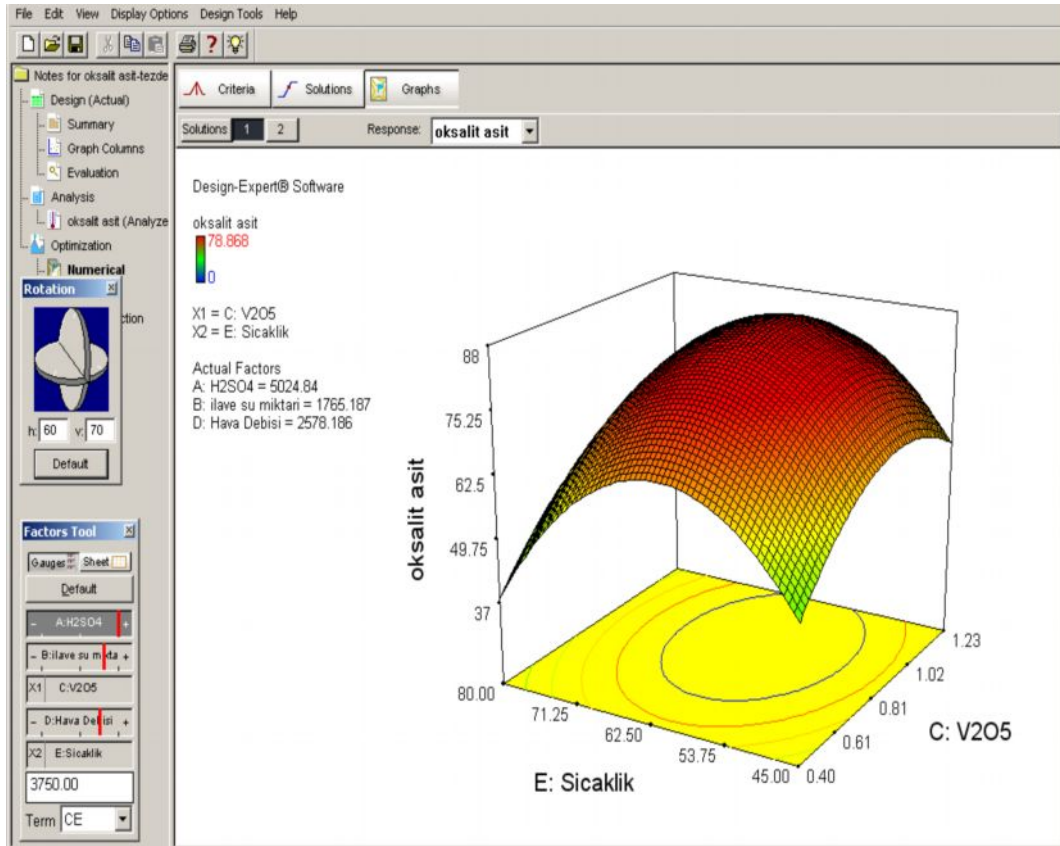
Ayrıca Gürü ve arkadaşlarının[20] makalesinde sülfürik asit miktarı ikinci reaktör için 0,017–3,75 g/g melas aralığında alınmış ve 3,3 g/g melas değerinde ulaşıncaya kadar oksalik asit veriminde artış olduğu ancak bu değerden sonra verimde düşüş olduğu belirtilmiştir.

Design Expert 7.0.0 programıyla bulunan çözümde sülfürik asit aralığı 0-5,027 g/g melas olarak aldığı anda oksalik asit verimindeki artışın 5,024 g/g melas ulaşıncaya kadar olduğu ve bu değerden sonra verimde düşüş olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.20'de bulunan sonuçlar grafiğe geçirildiğinde ikinci reaktör için oksalik asit veriminin % 87,982 olduğu daha net olarak Resim 4.22 ve Resim 4.23'de görülebilir.



Resim 4.22. İkinci reaktör için oksalik asit fonksiyonunun Design Expert 7.0.0'da bulunan çözüm grafiği



Resim 4.23. İkinci reaktör için bulunan fonksiyonun Design Expert 7.0.0’da üç boyutlu çözüm grafiği

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Kimya mühendisliği uygulamalarının önemli bir bölümünde, birden fazla parametrenin rol oynadığı bir reaksiyon söz konusudur. Eğer bu reaksiyon bir bileşimin üretimi amacını taşıyorsa, doğal olarak, verimin maksimize edilmesi söz konusudur.

Verimin, parametrelerin hangi değerlerinde maksimuma ulaşacağını bulmak için genellikle iki yol kullanılır.

1) OFAT diye adlandırabileceğimiz klasik metotta, parametrelerin birbirinden bağımsızlığı ön kabulü vardır. Önce bir parametre seçilir. Diğerleri sabit tutulur ve birinci parametrede verimin en üst değer aldığı nokta bulunur. Sonra ikinci parametreye geçilir. Birinci parametre, daha önceki deney serisi de bulunan noktada tutularak bu kez sadece ikinci parametreye göre maksimum bulunur. Bu işlem son parametreye kadar tekrarlanır ve sonuçta verimin maksimize edildiği kabul edilir.

2) "Deney tasarımı" denilen ve daha yeni olan ikinci yaklaşımda, parametrelerin bir birinden bağımsız olduğu ön kabulü yoktur. Belli algoritmalara göre yeterli sayıda parametre seti seçilir. Her bir set için deney yapılır. Sonuçlar, temelde en küçük kareler metoduna dayanan bir "cevap yüzeyi (response surface) ~ bu çalışmada verim yüzeyi ~ denklemine yerleştirilir. Kullanılan denklem genellikle her parametre için polinomik bir ifadedir. En küçük kareler metoduyla cevap yüzeyine en uygun denklem bulunur. Bu işlemden sonra parametrelerin alabileceği sınırlar içinde verim yüzeyinin maksimum noktası aranır ve bu noktanın, verimi en üst değerine çıkaran nokta olduğu kabul edilir. Bulunan noktanın doğruluğu, kullanılan modelin, diğer bir deyişle katsayıları hesaplanan polinomun, gerçeği ne derecede yansıttığı, istatistik metotlarla incelenir.

Bu çalışmada, Deney Tasarımı yapılmadan, sadece OFAT ile incelenmiş reaksiyonlarda da OFAT noktalarının, yukarıda sözü edilen EKK çalışmasında

kullanılabileceği gerçeğinden hareket edilmiştir. Bu yaklaşım, parametre setlerinin seçimi için Deney Tasarımı algoritmalarına göre doğal olarak zayıftır. Fakat uygulamacıya daha az deney yapmak, faktörlerin etkilerini daha doğru tahmin etmek ve faktörler arasındaki etkileşimi tahmin etmek noktasından yardımcı olabilir.

Yapılan çalışmada özetle şu işlemler gerçekleştirilmiştir:

❖ Literatürde, en az iki parametreye göre verimin bir maksimumdan geçtiği OFAT çalışmaları aranmıştır[17, 19, 20].

❖ Bu çalışmalarda bulunan sonuçlar, Design Expert 7.0.0 programı, polinoma dayalı bir EKK hesap makinesi gibi kullanılmış ve EKK metoduyla bulunan verim yüzeyinin maksimum noktası, orjinal çalışmadaki deneysel maksimum ile karşılaştırılmıştır.

Yaklaşımın uygulandığı dört çalışmadan bir tanesinde OFAT sonucunun standart hata EKK çalışmasıyla bulunan maksimum noktasının iyileştirmesinden daha büyüktür. Bu gruba giren çalışmalarda, parametrelerin gerçekten birbirinden bağımsız olduğu anlaşılmaktadır. Bu deney(ler)in, Deney Tasarımı metoduyla tekrarlanması sonucu çok fazla değiştirmeyebilir.

Üç çalışmada ise, verim yüzeyinin işaret ettiği maksimum verim iyileştirmeleri, çalışmalarda bulunan maksimum verimlerin standart hatadan daha küçüktür. Bu çalışmalarda ya parametrelerin gerçekte bağımlı olduğu yahut da maksimum verim civarında yüzeyin yüksek eğiminden dolayı daha iyi parametre setleri bulunabilir. (Başka bir deyişle, yüzeydeki maksimum verim civarında yüzey, deney noktalarının sıklığına göre hızlı değişmektedir ve gerçek maksimum, deney noktalarının daha sık aralıklarla tanımlanmasıyla kayda değer derecede yükseltilebilir.) Bu deney(ler)in, Deney Tasarımı metoduyla tekrarlanması daha elverişli parametre setlerinin bulunması sonucunu getirebilir.

Yapılan deneyler için ayrı ayrı şu yorumlar yapılabilir:

Modifiye Edilmiş Tripsin Sindirim Enziminin Kinetik Karakterizasyonu

Erin ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, proteinlerin sindirimi için optimum şartların belirlenmesi üzerinde çalışmışlardır. Protein olarak kazeini kullanmışlardır. Bu çalışmada verimi etkileyen parametreler pH ve sıcaklıktır. Deneysel çalışmalar sonucunda sıcaklık 48 °C civarı, pH 7,8-8,1 aralığı maksimum kazein sindirimini sağlayan optimum şartlar olarak tespit edilmiştir. Deneysel olarak belirlenen optimum şartlarda % kazein sindiriminin ne olduğu belirtilmemiştir[17].

Çizelge 5.1. Kazein sindirimini maksimum yapan değerler

Parametre	Orijinal makaledeki optimum değer	Bulunan optimum değer
Sıcaklık	48 °C	50,87 °C
pH	7,8-8,1	8,25

Erin ve arkadaşları[17] yaptıkları çalışmada, verim yüzeyinin işaret ettiği maksimum verim % 74,706 ve standart hata 1,13, bu çalışmada bulunan verim % 86,027 ve aradaki % 11,321'lik fark standart hatadan çok daha büyüktür. Bu sonuç, Erin ve arkadaşları[10] yaptıkları çalışma için ya parametrelerin gerçekte bağımlı olduğu veya maksimum verim civarında yüzeyin yüksek eğiminden dolayı daha iyi parametre setlerinin bulunabileceğini ve daha yüksek verime sahip bir parametre setinin varlığına işaret etmektedir. Bu deney(ler)in, Deney Tasarımı metoduyla tekrarlanması ile daha elverişli parametre setlerinin bulunması sonucunu getirebilir.

Atık Çay Lifleri ve Saplarından Kafein Eldesi

Gürü ve İçen yaptıkları çalışmada, atık çay lifleri ve saplarından kafein eldesi ve en yüksek verimin elde edildiği optimum şartların belirlenmesi üzerinde çalışmışlardır. Bu çalışmada verimi etkileyen parametreler karıştırma hızı, su/çay oranı, sıcaklık, zaman ve partikül büyüklüğüdür. Deneysel çalışmalar sonucunda karıştırma hızı 200

rpm, su/çay oranı 18,5 ml su/g çay, sıcaklık 98,5 °C, liçing süresi 16 dakika, partikül büyüklüğü 0,250 mm-0,355 mm değerleri maksimum kafein verimini sağlayan optimum şartlar olarak tespit edilmiştir. Deneysel olarak belirlenen optimum şartlarda çayda kuru madde de kütlece % 1,156 oranında kafein elde edilmiştir[19].

Çizelge 5.2. Kafein verimini maksimum yapan değerler

Parametre	Orijinal makaledeki optimum değer	Bulunan optimum değer
Karıştırma hızı	200 rpm	200 rpm
su/çay oranı	18,5 ml su/g çay	19,95 ml su/g çay
Liçing süresi	16 dakika	18,56 dakika
Partikül büyüklüğü	0,25-0,355 mm	0,1 mm

Gürü ve İçen[19] yaptıkları çalışmada, verim yüzeyinin işaret ettiği maksimum verim % 1,156 ve standart hata 0,048, bu çalışmada bulunan verim %1,191 ve aradaki yaklaşık % 3'lük fark standart hatadan daha büyüktür. Gürü ve İçen[19] yaptıkları çalışma için parametrelerin gerçekte bağımlı olduğu veya maksimum verim civarında yüzeyin yüksek eğiminden dolayı daha iyi parametre setlerinin bulunabileceğini gösterir. Bu deney(ler)in, Deney Tasarımı metoduyla tekrarlanması daha elverişli parametre setlerinin bulunması sonucunu getirebilir.

Şeker Pancarı Melasından Nitrik Asitle ve Azot Oksit Gazlarıyla Oksalik Asit Eldesi

Gürü ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, şeker sanayinde yan ürün olarak elde edilen şeker pancarı melasından nitrik asit ve azot oksit gazları ile oksalik asit üretimi ve en yüksek verimin elde edildiği optimum şartların belirlenmesi üzerinde çalışmışlardır. Bu reaksiyon için üç reaktör kullanılmıştır. Birinci reaktörde sülfürik asit, nitrik asit, katalizör miktarları ile melas derişimi, hava debisi ve sıcaklık parametrelerinin verime etkileri incelenirken ikinci ve üçüncü reaktörde ise sülfürik asit, katalizör

miktarları ile melas derişimi, hava debisi ve sıcaklık parametrelerinin verime etkileri incelenmiştir[20].

a. Birinci reaktör

Çizelge 5.3. Birinci reaktör için oksalik asit verimini maksimum yapan değerler

Parametre	Orijinal makaledeki optimum değer	Bulunan optimum değer
H ₂ SO ₄	1,95 g/g melas	1,796 g/g melas
HNO ₃	5,0 g/g melas	5,316 g/g melas
V ₂ O ₅	0,7 g/g melas	0,86 g/g melas
Hava Debisi	30 ml/g melas dk	56,88 ml/g melas dk

Gürü ve arkadaşları[20] yaptıkları çalışmada birinci reaktör için verim yüzeyinin işaret ettiği maksimum oksalik asit verimi % 76,031 ve standart hata 2,4, bu çalışmada bulunan verim % 78,638 ve aradaki % 2,607'lük fark standart hataya yakındır. Gürü ve arkadaşları yaptıkları çalışmada birinci reaktör için daha iyi parametre setlerinin bulunabileceği şüphelidir.

b. İkinci reaktör

Çizelge 5.4. İkinci reaktör için oksalik asit verimini maksimum yapan değerler

Parametre	Orijinal makaledeki optimum değer	Bulunan optimum değer
H ₂ SO ₄	3,3 g/g melas	5,024 g/g melas
İlave su Miktarı	1,75 g/g melas	1,765 g/g melas
V ₂ O ₅	0,9 g/g melas	0,92 g/g melas
Hava Debisi	2,5 l/g melas dk	2,578 l/g melas dk
Sıcaklık	58 °C	60,76 °C

Gürü ve arkadaşları[20] yaptıkları çalışmada ikinci reaktör için verim yüzeyinin işaret ettiği maksimum oksalik asit verimi % 78,868 ve standart hata 10,17, bu çalışmada bulunan verim % 87,982 ve aradaki % 9,114'lük fark standart hatadan daha küçüktür. Bu da, Gürü ve arkadaşları[20] yaptıkları çalışmada ikinci reaktör parametrelerinin gerçekten birbirinden bağımsız olduğu ve maksimum verim yüzeyinin de yapılan parametre setleri civarında olduğu söylenebilir.

Çizelge 5.5. İyileştirme % verim

	Orijinal makaledeki % verim	Bu çalışmada bulunan % verim	Aradaki fark %	Standart Hata
Kazein sindirimi	74,706	86,027	11,32	1,13
Kafein eldesi	1,156	1,191	3	0,048
Oksalik asit eldesi birinci	76,031	78,639	2,61	2,4
Oksalik asit eldesi ikinci	78,868	87,982	9,12	10,17

Sonuç olarak, bu çalışmada bulunan bazı maksimum verimlerin orijinal makalelerdeki OFAT ile bulunan maksimum verimlerden, standart hata ile açıklanamayacak ölçüde yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Bu da, literatürde deney tasarımı uygulanmadan, sadece OFAT ile yapılmış birçok çalışmanın bu yöntemle yeniden gözden geçirilmesiyle;

- Parametrik çalışmalarda, özellikle şartların sabit tutulmasının oldukça zor olduğu durumlarda, deney sayısını azaltarak prosesi etkileyen parametrelerin optimum noktalarının ve çıktı(ların)nın maksimum nokta(larının)sının bulunmasına,
- Parametrelerin proses üzerindeki etkilerini daha doğru tahmin etmeğe,
- Prosesi etkileyen parametrelerin aralarındaki etkileşimi tahmin etmeğe,
- Değişen optimizasyon değerlerindeki parametrelerin etkileşiminin göz önünde tutulmasına,

yardımcı olabilir.

Ayrıca, bu çalışma, araştırmacılara, deneylerine prosesi etkileyen parametreler için hangi çalışma aralıklarında başlamaları gerektiği noktasından bir fikir verebilir.

KAYNAKLAR

1. Czitrom, May, “One-Factor-at-a-Time Versus Designed Experiments”, *The American Statistician*, 53(2): 126-131, (1999).
2. Anderson, June/July, “Trimming the FAT out of Experimental Methods”, *SPIE’s oemagazine*, 32, (2005).
3. Lye, L. M., “Design of Experiments(DOE) in Civil Engineering: Are we still in the 1920’s?”, *Annual Conference of the Canadian Society for Civil Engineering*, Montréal, Québec, Canada, 1-10, (2002).
4. Frey D. D., Engelhardt F., Greitzer E. M., “A role for “one-factor-at-a-time” experimentation in parameter design”, *Research in Engineering Design*, 14 : 65-74, (2003).
5. Azin M., Moravej R., Zareh D., “Production of xylanase by *Trichoderma longibrachiatum* on a mixture of wheat bran and wheat straw: Optimization of culture condition by Taguchi method”, *Science Direct*, 1-5, (2006).
6. Guimarães D. P., Costa F.A.A., Rodrigues M. I., Maugeri F., “Optimization of dextran syntesis and acidic hydrolisis by surface response analysis”, *Braz. J. Chem. Eng.*, São Paulo June, 16(2): 5-16 , (1999).
7. Zeybek Z., “Application of experimental design to the treatment of dye waste water in a pilot plant”, *Adnan Menderes University, 4th AACD Congress*, 29 Sept-3 Oct., Kuşadası-AYDIN/ TURKEY, 115-118, (2004).
8. Kahya E., Bayraktar E., Mehmetoğlu Ü., “Optimization of Process Parameters for Reactive Lactic Acid Extraction”, *Turk J Chem*, 25, 223- 230, (2001).

9. Güvenç E., Mehmetoğlu E. ve Çalimli Ü., “Supercritical CO₂ Extraction of Ethanol”, *Turk J Chem*, 23, 285- 291, (1999).
10. Ünver Ö., Gamgam H., “Uygulamalı İstatistik Yöntemler”, *Siyasal Kitabevi*, Ankara, 276- 282, 317-319, (1999).
11. Mendelhall W., Sincich T., “A Second Course In Statistics Regresson Analysis” 6th ed.” *Pearson Prentice Hall*, New Jersey, 92-108, 166-170, (2003).
12. Hayran M., Özdemir O., “Bilgisayar İstatistik ve Tıp”, *Hekimler Yayın Birliği*, Ankara, 248-250, (1995).
13. Heperkan Y., “Tıpta İstatistik Yöntem ve Uygulamaları”, *Ankara Üniversitesi Tıp Fakültesi Yayını*, 2-5, (1981).
14. Kesici T., Kocabaş Z., “ Biyoistatistik”, *Anakara Üniversitesi Basımevi*, 1-2, (1998).
15. Esin A., Ekni M., Gamgam H., “Sağlık Bilimlerinde İstatistik”, *Gazi Üniversitesi Basın-Yayın Yüksek Okulu Matbaası*, Ankara, 9-10, (1991).
16. Şenocak M., “Biyoistatistik” *İstanbul Üniversitesi Cerrahpaşa Tıp Fakültesi Yayını*, İstanbul, 18-19, (1998).
17. Erin J. F., Jason R. C. and Kelvin H. L., “Kinetic characterization of sequencing grade modified trypsin”, *Proteomics* 2005, 5: 2319–2321, (2005).
18. İçen H., “Çay Fabrikası Atıklarından Kafein Eldesi Ve Optimum Şartların Belirlenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 46-57, (2001).

19. Gürü M., İçen H., “Obtaining of caffeine from Turkish tea fiber and stalk wastes”, *Bioresource Technology* **94**: 17-19, (2004).
20. Gürü M., Bilgesu Ali Y., Pamuk V., “Production of oxalic Acid from sugar beet molasses by formed nitrogen oxides”, *Bioresource Technology* **77**: 81-86, (2001).
21. Gürü M., “Şeker Pancarı Melasından Nitrik Asitle Ve Azot Oksit Gazlarıyla Oksalik Asit Eldesi Ve Optimum Şartların Belirlenmesi”, Doktora Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 60-83, 92-110, (1992).

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : EĞRİ, Nihat

Uyruğu : T.C.

Doğum tarihi ve yeri : 01.01.1974 ÇORUM-İskilip

Medeni hali : Evli

Telefon : 0 (312) 257 16 90

Faks : 0 (312) 257 16 11

e-mail : nihategri@gmail.com.

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Lisans	Gazi Üniversitesi/ Kimya Müh.	2000
Lise	Seyranbağları Lisesi	1992

İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2004-2005	Kastamonu Valiliği	Proje Uzmanı
2005-....	Çalışma ve Sos. Güv. Bak.	İSG Uzman Yrd.

Yabancı Dil

İngilizce