

Karışım Tasarımı Yaklaşımıyla  
Nano Yağ Katkılarının Aşınma Özelliklerine  
Etkisinin Eniyilenmesi

Yeliz BURUK

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

Endüstri Mühendisliği Anabilim Dalı

Haziran 2012

Optimization of the Effect of  
Nano-oil Additives to Wear Characteristics  
by Mixture Design Approach

Yeliz BURUK

**MASTER OF SCIENCE THESIS**

Department of Industrial Engineering

June 2012

Karışım Tasarımı Yaklaşımıyla  
Nano Yağ Katkılarının Aşınma Özelliklerine  
Etkisinin Eniyilenmesi

Yeliz BURUK

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Lisansüstü Yönetmeliği uyarınca  
Endüstri Mühendisliği Anabilim Dalı  
Endüstri Mühendisliği Bilim Dalı'nda  
YÜKSEK LİSANS TEZİ  
olarak hazırlanmıştır.

Danışman: Prof. Dr. Nimetullah BURNAK

Haziran 2012

## ONAY

Endüstri Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans öğrencisi Yeliz BURUK'un YÜKSEK LİSANS tezi olarak hazırladığı "Karışım Tasarımı Yaklaşımıyla Nano Yağ Katkılarının Aşınma Özelliklerine Etkisinin Eniyilenmesi" başlıklı bu çalışma, jürimizce lisansüstü yönetmeliğin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

**Danışman** : Prof. Dr. Nimetullah BURNAK

**Yüksek Lisans Tez Savunma Jürisi:**

**Üye** : Prof. Dr. Nimetullah BURNAK

**Üye** : Prof. Dr. A. Sermet ANAGÜN

**Üye** : Prof. Dr. A. Attila İŞLİER

**Üye** : Prof. Dr. Mustafa ANIK

**Üye** : Yrd. Doç. Dr. Osman Nuri ÇELİK

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun ..... tarih ve ..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. Nimetullah BURNAK

Enstitü Müdürü

## ÖZET

Klasik deneme yanılma yöntemlerinden farklı olarak, deney sayısını azaltan, böylece hem süre hem de maliyetler bakımından üstünlük sağlayan karışım deney tasarımları literatürde pek çok alanda çalışmalara konu olmuştur. Bu tez çalışması kapsamında, su verilmiş AISI 4140 çelik malzemelerde, nano yağ katkılarının aşınma üzerindeki etkisinin karışım tasarımları kullanılarak belirlenmesi ve katkı karışımının eniyilenmesi amaçlanmıştır. Süre ve malzeme maliyeti kısıtları karışım tasarımı gibi sistematik bir yaklaşımı kaçınılmaz kılmıştır. En iyi olarak önerilen karışım, doğrulama deneyleri ile kontrol edilmiştir. Çözümün uygulanabilirliği ve geçerliliği istatistiksel olarak doğrulanmıştır. Ele alınan çözüm yaklaşımı pratik, hızlı ve düşük maliyetli bir analiz sağlamakta, farklı amaçlara uygun çözümler sunmaktadır.

Anahtar Kelimeler: Karışım Tasarımı, Yanıt Yüzey Yöntembilimi, Regresyon Analizi, Nano Yağ Katkıları, Aşınma

## SUMMARY

Unlike the conventional trial and error methods, in many areas, mixture design techniques that reduce the required number of experiments, thus enable advantages in terms of both time and cost have a common place in the literature. In the scope of this thesis study, the determination of the effects of nano-oil additives on the wear performance of quenched AISI steel materials by using the mixture design and optimization of the suggested oil-additive mixture have been considered. Due to constraints of time and cost of materials, a systematic approach such as mixture design is inevitable. The most suitable composition has been controlled by the verification experiments. The applicability and validity of the solution have been confirmed statistically. The solution approach provides a practical, quick and inexpensive analysis by offering alternative solutions suitable for different purposes.

**Keywords:** Mixture Design, Response Surface Methodology, Regression Analysis, Nano Oil Additives, Wear

## TEŞEKKÜR

Maddi ve manevi yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyen, tez çalışmalarım süresince uygun bir çalışma ortamı sağlayarak hep yanımda olan canım aileme çok teşekkür ederim.

Bilgi ve tecrübelerini hiçbir zaman esirgemeyen ve danıştığım her konuda beni yönlendirmeye çalışan tüm lisans ve yüksek lisans hocalarıma yardımlarından dolayı çok teşekkür ederim. Ayrıca, tez çalışmalarım kapsamında gerçekleştirilen deneysel uygulamalar konusunda ilgi ve desteğini esirgemeyen, kıymetli vakitlerini, bilgi ve tecrübelerini paylaşmaktan çekinmeyen değerli hocalarım Yrd. Doç. Dr. Osman Nuri Çelik ve Yrd. Doç. Dr. Ezgi Aktar Demirtaş'a teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek Lisans tez çalışmalarımı yürütürken, desteğini hiçbir zaman eksik etmeyen, her konuda beni yönlendiren, bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım ve yürüttüğüm çalışmalarımı örnek aldığım danışman hocam sayın Prof. Dr. Nimetullah Burnak'a katkılarından dolayı sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Tez uygulama çalışmalarım, ESOGU Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu tarafından "201215D01" no'lu proje çerçevesinde desteklenmiştir. Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonuna da ayrıca teşekkürü bir borç bilirim.

## İÇİNDEKİLER

	<b><u>Sayfa</u></b>
<b>ÖZET.....</b>	<b>v</b>
<b>SUMMARY.....</b>	<b>vi</b>
<b>TEŞEKKÜR.....</b>	<b>vii</b>
<b>ŞEKİLLER DİZİNİ .....</b>	<b>xi</b>
<b>ÇİZELGELER DİZİNİ.....</b>	<b>xiii</b>
<b>1. GİRİŞ.....</b>	<b>1</b>
<b>2. KARIŞIM DENEY TASARIMLARI VE LİTERATÜR ARAŞTIRMASI....</b>	<b>4</b>
2.1 Karışım Tasarımları Problemlerinin Yapısı.....	9
2.1.1 Simpleks Kafes (Simplex-Lattice) Tasarım.....	12
2.1.2. Simpleks Merkez (Simplex-Centroid) Tasarım.....	14
2.1.3. Kısıtlı Tasarımlar.....	15
2.2. Karışım Tasarımları Literatür Araştırması.....	21
2.2.1. Karışım Tasarımı Problemlerinin Tarihsel Gelişimi.....	21
2.2.2. Çalışmalar ve Sınıflandırmalar.....	22
2.2.2.1. Tasarım tipine göre çalışmalar.....	23
2.2.2.2. Sektörlere göre çalışmalar.....	24
2.2.2.3. Çalışmalarda kullanılan yazılımlar.....	25
2.2.2.4. Eniyileme tekniğine göre çalışmalar.....	26



## İÇİNDEKİLER (devam)

	<u>Sayfa</u>
<b>3. NANO YAĞ KATKILARININ AŞINMA ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ ÜZERİNE BİR KARIŞIM TASARIMI UYGULAMASI.....</b>	<b>29</b>
3.1. Kullanılan Malzemelerin Tanıtılması ve Laboratuvar Çalışmaları.....	29
3.1.1. Deneyleerde kullanılan malzemeler ve hazırlık süreçleri.....	29
3.1.1.1. Malzeme özellikleri.....	36
3.1.1.2. Yağ karışımı.....	36
3.1.1.3. Nanopartiküller.....	37
3.1.2. Süreç parametrelerinin seçimi.....	39
3.1.3. Yanıt değişkenlerin ölçülmesi.....	40
3.2. Sürecin Analizi ve Önerilen İstatistiksel Çözüm Yaklaşımı.....	41
3.2.1. Faktörler, sınırlar ve tasarım noktalarının belirlenmesi.....	41
3.2.2. Aşınma alanı yanıt değişkenine ilişkin analizler.....	42
3.2.2.1. Model seçimi ve regresyon analizi.....	42
3.2.2.2. Aşınma alanı yanıt değişkeninin eniyilenmesi.....	51
3.2.3. Özgül aşınma oranı yanıt değişkenine ilişkin analizler.....	53
3.2.4. Aşınma iz genişliği yanıt değişkenine ilişkin analizler.....	54
3.2.4.1 Model seçimi ve regresyon analizi.....	54
3.2.4.2 Aşınma İz genişliği yanıt değişkeninin eniyilenmesi.....	61
3.2.5. Yanıtların çoklu eniyilenmesine yönelik analizler.....	62
3.2.6. Doğrulama deneylerinin gerçekleştirilmesi.....	69

**İÇİNDEKİLER (devam)**

	<b><u>Sayfa</u></b>
<b>4. SONUÇ VE ÖNERİLER.....</b>	<b>72</b>
<b>KAYNAKLAR DİZİNİ.....</b>	<b>74</b>
<b>EKLER</b>	

## ŞEKİLLER DİZİNİ

<b><u>Sekil</u></b>	<b><u>Sayfa</u></b>
2.1. Deney sürecinin genel gösterimi.....	4
2.2. İki (a) ve üç (b) bileşen için kısıtlı faktör uzayları.....	10
2.3. Bağımlı ve bağımsız değişkenlerin grafik gösterimi.....	11
2.4. Üç bileşen için simpleks koordinat sistemi .....	12
2.5. Üç ve dört bileşenli bazı simpleks kafes tasarımları.....	14
2.6. Üç (a) ve dört (b) bileşen için simpleks merkez tasarımları.....	15
2.7. Üç ve dört faktörlü simpleks olmayan karışım uzayları.....	17
2.8. Yıllara göre dağılım.....	22
2.9. Tasarım tipine göre dağılım.....	23
2.10. Sektörlere göre dağılım.....	24
2.11. Yazılımlara göre dağılım.....	25
3.1. AISI 4140 çeliği.....	30
3.2. Isıl işlemin gerçekleştiği fırın.....	30
3.3. Deneylerde kullanılan malzemeye ait SEM mikroyapı resmi, %5 Nital.....	31
3.4. Kesme diski.....	31
3.5. Otomatik zımparalama ve parlatma cihazı.....	32
3.6. Tribometre aşınma cihazı.....	33
3.7. Aşınma alanı yanıt değişkeni için referans deney sonuçları.....	34
3.8. İz genişliği yanıt değişkeni için referans deney sonuçları.....	35
3.9. Aşınma alanı için standartlaştırılmış içsel artıklar grafiği.....	45
3.10. Aşınma alanı yanıt değişkeni için artık analiz grafikleri.....	46

## ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<b><u>Sekil</u></b>	<b><u>Sayfa</u></b>
3.11 Aşınma alanı yanıt değişkeni için artıklar grafiği.....	47
3.12. Aşınma alanı yanıt değişkeni için Box-Cox grafiği.....	47
3.13. Aşınma alanı yanıt değişkeni model grafiği.....	49
3.14. Aşınma alanı yanıt değişkeni üç boyutlu yüzey grafiği.....	50
3.15. Aşınma alanı eniyileme yüzey grafiği.....	51
3.16. Aşınma iz genişliği için standartlaştırılmış içsel artıklar grafiği.....	57
3.17. Aşınma iz genişliği yanıt değişkeni için artık analiz grafikleri.....	57
3.18. Aşınma iz genişliği için artıklar grafiği.....	58
3.19. Aşınma iz genişliği için Box-Cox grafiği.....	59
3.20. Aşınma iz genişliği yanıt değişkeni model grafiği.....	60
3.21. Aşınma iz genişliği üç boyutlu yüzey grafiği.....	60
3.22. Aşınma iz genişliği eniyileme yüzey grafiği.....	61
3.23. Eşzamanlı eniyileme model grafiği.....	68
3.24. Eşzamanlı eniyileme üç boyutlu yüzey grafiği.....	68
3.25. Aşınma alanı yanıt değişkeni için doğrulama deneyi.....	70
3.26. Aşınma iz genişliği yanıt değişkeni için doğrulama deneyi.....	71

## ÇİZELGELER DİZİNİ

<b><u>Cizelge</u></b>	<b><u>Sayfa</u></b>
2.1. En iyilik ölçütleri.....	16
2.2. Varyans analizi tablosu.....	18
3.1. Deneyleerde kullanılan AISI 4140 malzemeye ait bileşim (ağ.%).....	29
3.2. Aşınma referans deney sonuçları.....	33
3.3. SAE 10W40 yağ özellikleri.....	37
3.4. Aşınma alanı yanıt deęişkeni model seçimi.....	42
3.5. Aşınma alanı yanıt deęişkeni için varyans analizi tablosu.....	43
3.6. Aşınma alanı yanıt deęişkeni yerel eniyileme sonuçları.....	51
3.7. Özgül aşınma oranı yanıt deęişkeni model seçimi.....	53
3.8. İz genişliği yanıt deęişkeni model seçimi.....	54
3.9. Aşınma iz genişliği yanıt deęişkeni için varyans analizi tablosu.....	55
3.10. Aşınma iz genişliği yerel eniyileme sonuçları.....	61
3.11(a) Yanıt deęişkenlerin eşzamanlı eniyileme sonuçları (önem dereceleri eşit iken).....	66
3.11(b) Yanıt deęişkenlerin eşzamanlı eniyileme sonuçları (önem dereceleri farklı iken).....	67
3.12. Önerilen bileşim için güven ve tahmin aralıkları.....	71

## 1. GİRİŞ

Deney tasarımı yöntemleri, dış kaynaklardaki değişkenliğe duyarsız, etkili bir süreç elde etmek için olduğu gibi süreç performansını iyileştirmek için de kullanılmaktadır. Deney tasarımı, en az sayıda deney ile süreç hakkında en etkili ve hassas şekilde bilgi sahibi olmak amacıyla geliştirilmiş bir stratejidir (Lewis et al., 1999). Bu yöntemler, bir imalat sürecini iyileştirmede kritik bir mühendislik aracıdır. Aynı zamanda yeni süreçlerin geliştirilmesinde de yaygın kullanımı vardır. Bu tekniklerin süreç geliştirmede kullanılmasıyla, çıktılarda iyileşme sağlanacağı gibi maliyetlerde de azalma sağlanabilecektir.

Yanıtın her bir bileşenin oranı olduğu ve bileşenlerin de faktör olarak tanımlandığı deney tasarımı süreci literatürde karışım tasarımı olarak tanımlanmaktadır (Khuri and Cornell, 1996). Yeni ürün tasarımında ve mevcut ürünün özelliklerinin ve kalitesinin geliştirilmesinde karışım tasarımı oldukça etkili bir yöntemdir. Söz konusu yöntem ile iki veya daha fazla maddenin karışımından oluşan ürünlerin istenilen özelliklerinin elde edilmesi veya mevcut özelliklerinin iyileştirilebilmesi için karışımı oluşturan bileşenlerin uygun düzeylerinin belirlenmesi mümkün olmaktadır. Bu yaklaşım, geleneksel olarak uygulanan ve oldukça maliyetli, zaman kaybına neden olan deneme yanılma yöntemine göre işgücü, hammadde ve zaman açısından tasarruf sağlamakta ve ürünün rekabet düzeyini yükseltmektedir. Böylece, yeni ürün geliştirilmesi veya mevcut ürün özelliklerinin iyileştirilmesi çalışmaları etkin bir şekilde gerçekleştirilebilmektedir. Geleneksel deneme yanılma yöntemleri, değişkenler arasındaki etkileşimi gözardı ettiği için olurlu çözümler bulmakta yetersiz kalmaktadır (Menezes et al., 2008). Aksine, deney tasarımı az sayıda deneme ile istenilen özellikleri sağlayan karışımlar sunmaktadır.

Metallerde sürtünme ve aşınma, mühendislik uygulamalarında önemli bir yere sahiptir. Makine bileşenlerinin aşınma direncini arttırmak için esas teknik, aşınmaya dirençli malzeme (demir, çelik veya seramik kaplamalar ya da diğer kompozit malzemeler) ve kaplama geliştirmektir. Diğer bir yaklaşım ise, sürtünen metal

yüzeydeki aşınmayı önlemek amacıyla kullanılan yağ özelliklerinin geliştirilmesidir. Son yıllarda, nano partikül yağ katkılarının kullanımı, belirtilen nedenle yaygınlaşmıştır (Battez, 2008). Sonuçlar, nano partiküllerin yüzeyde sürtünme koşullarında oluşan mikro boşluklar içine dolarak bu kısımlarda tamir etkisi yaptığını ve hem sürtünme katsayısını düşürücü hem de aşınmayı azaltıcı etkiye sahip olduğunu göstermiştir. Genel olarak, katkılar yüzeylerin sürtünme ve aşınma özelliklerini geliştirmek üzere kullanılmaktadır. Nano partikül yağ katkılarının, yüzeyde birbiri ile temas halinde çalışan makine elemanlarında, yüzey pürüzlülüğünü giderici etki göstererek aşınmayı azalttığı görülmektedir. Bu katkıların birçoğu ticari yağların içerisinde standart olarak yer almamaktadır ve günümüz rekabet koşulları daha etkili katkılar geliştirmeyi zorunlu hale getirmektedir.

Ele alınan çalışma kapsamında, nano yağ katkılarının, su verilmiş AISI 4140 çelik malzemelerde aşınma özelliklerine olan etkisinin bilimsel yöntemlerle test edilmesi ve aşınma mekanizmalarına etkisi üzerine istatistiksel araştırmalar gerçekleştirilmektedir. SAE 10W40 tam sentetik yağ içine farklı oranlarda ve bileşimde nano partikül katkısıyla, su verilmiş AISI 4140 çeliğinde sürtünme ve aşınma özellikleri üzerine etkinin tespit edilmesi amaçlanmaktadır. Bu amaçla çinko oksit (ZnO), silisyum nitrür ( $Si_3N_4$ ) ve karbon nano tüp (CNT) partikülleri farklı oranlarda teker teker ve birlikte yağ katkısı olarak kullanılmıştır. Her deney sonunda, malzeme üzerinde ortalama sürtünme katsayısı ve aşınma değerleri kayıt altına alınmıştır.

Söz konusu deney süreci, geleneksel deneme yanılma yöntemleri ile gerçekleştirildiğinde, maliyetli ve uzun süren bir süreç ortaya çıkmaktadır. Oysa literatürde, deney tasarımının özel bir hali olan karışım tasarımı yardımıyla başarılı sonuçlar alındığını gösteren farklı alanlarda pek çok çalışma mevcuttur (Menezes, 2008; Yin, 2009; Nardi, 2004; Fustier, 2008).

Yapılan çalışma kapsamında, deneyler farklı katkı oranlarının etkisini görmek üzere planlanmış ve deney tasarımının özel bir hali olan karışım tasarımları kullanılmıştır. Sonuç olarak, en az aşınma alanı, özgül aşınma oranı ve aşınma iz

geniřliđi deđerine sahip yađ katkısı bileřiminin tespit edilmesi amaçlanmıřtır. Deney tasarımı yöntemiyle tespit edilen ve eniyi olduđu düşünölen bileřim ayrıca dođrulama deneyleri aracılıđıyla kontrol edilmiřtir.

Çalıřmanın ikinci bölümünde, karıřım tasarımları problemleriyle ilgili temel kavramlar ve problemin yapısı üzerinde durulmuřtur. Aynı bölümde, yayın taraması sonucunda eriřilebilen kaynakların sınıflandırılması ve deđerlendirilmesine yer verilmiřtir.

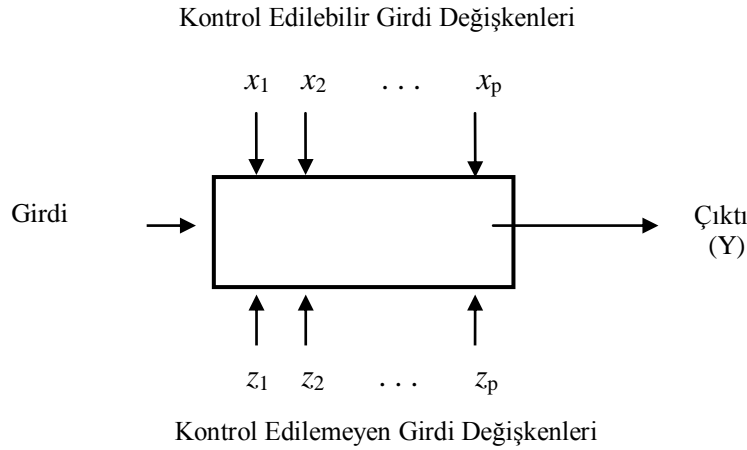
Üçüncü bölümde, çalıřmanın yürütöldüđu laboratuvar ortamı, ürün ve malzeme özellikleri ile ürüne iliřkin performans göstergelerinin ölçüm test ve deney süreci açıklanmıřtır. Ayrıca, problemin çözümlü için önerilen istatistiksel çözümlü yöntemi de bu bölümde tartıřılmıř ve deney sonuçlarının ayrıntılı istatistiksel analizine yer verilmiřtir.

Sonuç ve öneriler kısmında ise, kullanılan yöntemin genel bir deđerlendirmesi yapılmıř ve geleneksel deneme yanılma yöntemi ile önerilen yöntemin karřılařtırılması yapılmıř ve ileride ele alınabilir çalıřmalarla ilgili önerilere yer verilmiřtir.



## 2. KARIŞIM DENEY TASARIMLARI VE LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Deney tasarımı, sürecin ilgilenilen kalite karakteristiğine etki eden kontrol edilebilir değişkenlerin değerlerini sistematik olarak değiştirerek süreç performansını etkileyecek değişken değerlerini belirlemede kullanılan bir tekniktir. Genel olarak, girdi değişkenlerinde amaca dönük gerçekleştirilen test ya da test dizisi olarak ifade edilmektedir. Böylece, çıktıda meydana gelebilecek değişiklikler gözlemlenebilmekte ve tanımlanabilmektedir. Deney süreci, Şekil 2.1’de görüldüğü gibi, girdiyi çıktıya dönüştürebilecek makine, yöntem ve insan bileşimleri ile görselleştirilebilmektedir. Çıktı, bir ya da daha fazla yanıt (performans göstergesi, kalite karakteristiği) içerebilir. Bazı süreç değişkenleri ( $x_1, x_2, \dots, x_p$ ) kontrol edilebilirken, bazıları ( $z_1, z_2, \dots, z_q$ ) kontrol edilememektedir. Sözü edilen, kontrol edilemeyen faktörler gürültü faktörleri olarak isimlendirilmektedir.



Şekil 2.1. Deney sürecinin genel gösterimi

Montgomery (2009), deneyin amaçlarını:

- Yanıt ya da yanıtlar üzerinde en etkili olan değişkenlerin belirlenmesi,
- Yanıt, hedef gereksinimleri sağlarken  $x$ 'lerin belirlenmesi,
- Yanıttaki değişkenlik küçük olacak şekilde  $x$ 'lerin belirlenmesi,

- Kontrol edilemeyen yapıda olan  $z$ 'lerin etkilerini enküçükleyecek  $x$ 'lerin belirlenmesi,  
şeklinde ifade etmektedir.

Deney tasarımı yöntemleri, dış kaynaklardaki değişkenliğe duyarız, etkili bir süreç elde etmek için olduğu gibi süreç performansını iyileştirmek için de kullanılmaktadır. İstatistiksel süreç kontrol teknikleri ve deney tasarımı, süreç geliştirme ve eniyilenmesinde kullanılabilen birbirleriyle yakın ilişkili araçlardır. İstatistiksel süreç kontrolü pasif bir istatistiksel yöntemdir, süreci izler ve sürece ilişkin bilgi biriktirir. Deney tasarımı ise aktiftir ve süreç üzerinde bir dizi deney gerçekleştirerek, girdilerde değişiklik yapmak ve çıktılarda oluşan değişiklikleri gözlemlemek şeklinde elde edilen bilgi ile sürecin iyileştirilmesini sağlamaktadır. Deney tasarımı, aynı zamanda bir sürecin istatistiksel kontrolünün sağlanmasında da önemli bir araçtır. Örneğin, bir kontrol grafiği sürecin kontrol dışı olduğunu gösteriyor olsun. Bu süreç, pek çok kontrol edilebilir girdi değişkeni içerir. Eğer hangi girdi değişkenlerinin önemli olduğu bilinmiyorsa, süreci kontrol altına almak zor ve zaman alıcı olabilir.

Deney tasarımı, bir imalat sürecini iyileştirmede önemli bir mühendislik aracıdır. Aynı zamanda, yeni süreçlerin geliştirilmesinde de yaygın kullanımı söz konusu olmaktadır. Bu tekniklerin süreç geliştirmede kullanılmasıyla; çıktılarda iyileşme, değişkenlikte azalma, hedefe yakın uygunluk, geliştirme süresinde ve maliyetlerde azalma sağlanabilecektir. Deney tasarımı yöntemleri, yeni bir ürün geliştirme ve var olan süreçlerin iyileştirilmesinde, mühendislik tasarımı faaliyetlerinde önemli bir yere sahiptir. Deney tasarımı, altı sigma süreç tasarımı faaliyetleri kapsamında da yaygın olarak kullanılmaktadır. Mühendislik tasarımındaki bazı deney tasarımı uygulamaları; temel tasarım konfigürasyonlarının değerlendirilmesi ve karşılaştırılması, malzeme seçeneklerinin değerlendirilmesi ve performans üzerinde etkili olan ürün tasarım parametrelerinin belirlenmesidir.

Deney tasarımının belirtilen alanlarda kullanılması; imalat sürecinde, performans ve sürdürülebilirlikte iyileşme, düşük üretim maliyeleri ve kısa süren ürün geliştirme süreci ile sonuçlanacaktır (Montgomery, 2009).

Li and Fu'ya (2005) göre Yanıt Yüzey Yöntembilimi (Response Surface Methodology), deneylerin tasarlanmasında, model geliştirmede ve birçok bağımsız değişkenin etkisinin analizinde yararlanılan matematiksel ve istatistiksel teknikler bütünüdür. Deney tasarımının önemli bir dalı olup, bir grup kontrol edilebilir deneysel faktör ile gözlenen sonuçlar arasında var olan ilişkinin araştırılmasına dayalı modellemedir. Yanıt yüzeyler, bağımsız değişkenler ve yanıtlar arasındaki ilişkiyi göstermek üzere grafiksel görsellik de sağlamaktadır (Lundstedt et al., 1998).

Yeni süreçlerin geliştirilmesinde, performansının eniyilenmesinde, bir ürünün formülasyonu ya da tasarımının iyileştirilmesinde yanıt yüzey yöntembilimi kullanılmaktadır. Endüstriyel araştırmalarda yanıt yüzey yöntembiliminin en yaygın uygulamaları, süreç performansını etkileyen pek çok yanıt değişkenin olduğu durumları içermektedir. Böyle bir performansın ölçüm sonucu yanıt, girdi değişkenleri ise bağımsız değişkenler olarak isimlendirilmektedir. Yanıt yüzey yöntembilimi, yalnızca bir sistem ya da sürecin mekanizmasını anlama amaçlı değil, eniyi çalışma koşullarının ya da işletim spesifikasyonlarının karşılandığı bölgedeki faktörlerin eniyi düzeylerinin belirlenmesini de amaçlamaktadır (Myers and Montgomery, 2002).

Deney tasarımı, süreç geliştirme için önemli bir yaklaşımdır. Bu yaklaşımda, hangi faktörlerin inceleneceği, deneyin nasıl gerçekleştirileceği ve verilerin nasıl inceleneceğine ilişkin adımlar izleyen başlıklar altında kısaca açıklanacaktır (Montgomery, 2009).

*Problemin Tanımlanması:* Uygulamada, çoğunlukla bir problemi çözmek için deney tasarımının kullanılması gerektiğinin anlaşılması kolay olmamakta ve bu yüzden problemi açık ve kabul edilebilir bir şekilde tanımlamak zorlaşmaktadır (Montgomery, 2009). Buna rağmen, problem ile ilgili geliştirilebilecek fikirler ve deney amaçlarının

dođru şekilde saptanması gerekmektedir. Problemin açık bir şekilde ifade edilmesi sürecin daha iyi anlaşılmasına ve çözümün daha gerçekçi bir şekilde elde edilmesine katkı sağlayacaktır.

*Performans Karakteristiđinin Seçimi:* Çalışılan süreç hakkında yararlı bilgiler sunan deđişkenlerin seçimi önemlidir ve performans karakteristiđinin birden çok olması pek çok süreç için daha gerçekçi bir durumdur. Bir diđer önemli konu ise, cihaz yeteneđidir ve cihaz yeteneđinin zayıf olduđu durumlarda gözlenen performans karakteristiđi olarak tekrarlı ölçümlerin ortalamasının alınması daha uygun olacaktır.

*Faktörlerin Seçimi ve Düzeylerinin Belirlenmesi:* Deneyin dođruluđu ve güvenilirliđi açısından faktörlerin, bu faktörlerin deđişim göstereceđi aralıkların ve deneyin gerçekleştirileceđi düzeylerin dođru tespit edilmesi önemli olmaktadır. Söz konusu faktörlerin seçilmesinde; Beyin Fırtınası (Brainstorming), Süreç Akış Şeması (Process Flow Chart), Sebep-Sonuç Diyagramı (Cause-Effect Diagram) gibi yöntem ve teknikler kullanılmaktadır. Bu faktörler ile ilgili aralıkları dođru saptayabilmek için sürecin iyi bilinmesi gereklidir. İlgilenilen süreç bilgileri, genellikle uygulama ile kuramsal bilgilerin bileşiminden elde edilmektedir. Deneyin ilk aşamalarında faktörlerin, geçmiş deneylerden elde edilen bilgiler ışığında deđerlendirilmesi oldukça önemlidir. Tasarım parametreleri belirlenirken dikkat edilmesi gereken nokta, amacın ilgili isteđi karşılayacak dođrudan çözümü bulmak deđil, bu isteđi etkileyecek veya çözüme götürebilecek boyutlar, malzeme, şekil gibi bir takım teknik parametrelerinin belirlenmesi olduđudur. Sonraki aşamada hedeflerin oluşturabilmesi için, bu parametrelerin mümkün olduđuunca ölçülebilir olması gerekmektedir.

*Uygun Tasarımın Belirlenmesi:* Tasarım seçiminde, örneklem büyüklüđu, deneyler için uygun deneme sırasının seçimi veya rassal sıralama içerip içermediđine dikkat edilmektedir. Deney sonucunda ana faktör ve etkileşim etkileri tespit edilmeye çalışılmaktadır.

*Deneylerin Gerçekleştirilmesi:* Deneyler gerçekleştirilirken her şeyin plana göre yapıldığından emin olmak için sürecin dikkatli bir şekilde kontrol edilmesi son derece önemlidir. Bu aşamada oluşacak deney hataları, deneyin genel geçerliliğine zarar vermektedir. En ince ayrıntıya kadar izlenecek planın belirlenmesi deneyin başarıya ulaşması için çok önemlidir.

*Verilerin Analizi:* Verilerin çözümlenmesinde istatistiksel metotların kullanılması ile tahmini sonuçlar yerine objektif sonuçlar elde edilmiş olunur. Eğer deney doğru bir şekilde tasarlanır ve bu tasarıma uygun bir şekilde gerçekleştirilirse basit istatistiksel metotlarla olurlu sonuçlara ulaşılabilir. Veri analizinde, varyans analizi aracılığıyla model doğruluğunun kontrol edilmesi önem taşımaktadır.

*Sonuçlar ve Değerlendirme:* Verilerin analizi sonrasında, sonuçların sunumu aşamasında grafiksel yöntemlerden yararlanmak konunun anlaşılabilirliğini kolaylaştırmaktadır.

Belirtilen adımların mümkün olduğunca doğru bir şekilde gerçekleştirilmesi deneyin iyi bir şekilde sonuçlanması için önemli olmaktadır.

Klasik deney tasarımı uygulamasında, parametrelerin biri diğerinden bağımsız olabilir. Böylece, yanıtlar üzerinde her bir faktörün etkisinin bağımsız tahminlenmesi mümkün olabilmektedir (Montgomery, 2005). Faktörlerin çoklu düzeyleriyle tam ya da kesikli faktöriyel tasarım öneren deney tasarımı, etkileşimlerin ve faktör düzeylerinin eniyi bileşiminin tanımlanmasını sağlamaktadır. Oysa karışım tasarımları, birbirine bağımlı faktörleri konu almaktadır.

Deney tasarımı kapsamında literatürde; Faktöriyel Tasarım, Plackett-Burman Tasarımları, Central Composite Tasarım (Merkezi Kompozit Tasarım), Box-Behnken Tasarım, Doehlert Tasarımı ve Karışım Tasarımı gibi yaklaşımlar yer almaktadır. İzleyen bölümde, çalışma kapsamında istatistiksel çözüm tekniği olarak ele alınacak olan karışım tasarımlarına ilişkin ayrıntılı tanım ve açıklamalara yer verilmiştir.

## 2.1. Karışım Tasarımı Problemlerinin Yapısı

Birçok ürün tasarım ve geliştirme süreci, iki ya da daha fazla bileşen içeren ürün yapısının bulunmasını içermektedir. Örneğin; yeni bir temizleme ürünü geliştirme sürecinde, ürün geliştirme mühendisi ya da ilgili araştırmacı, temizleyici özelliklerini eniyileyecek uygun bir bileşim araştıracaktır. Bu durumda yanıt değişkenleri, her bir kimyasal bileşenin ürün yapısında bulunma yüzdesine bağlı olarak değer alacaktır. Yanıtların, formülasyonda kullanılan bileşenlerin oranlarına bağlı bir fonksiyon ile temsil edildiği pek çok endüstriyel problem mevcuttur. Sözü edilen problemler, literatürde karışım tasarımları olarak ifade edilmektedir.

Karışım deneyleri, faktörlerin karışım bileşenlerinin oranı ve yanıt değişkeninin de bileşen oranlarının bir fonksiyonu olduğu, yanıt yüzey yöntembiliminin özel bir halidir. Oransal değerler, her bir bileşen için ölçülen ağırlık, hacim vb. değerler olabilir (Myers and Montgomery, 2002).

Genel olarak,  $q$  bileşenden oluşan bir karışımda  $x_i$ ,  $i$ . bileşenin karışımdaki miktarını temsil ediyor olsun. Bu durumda;

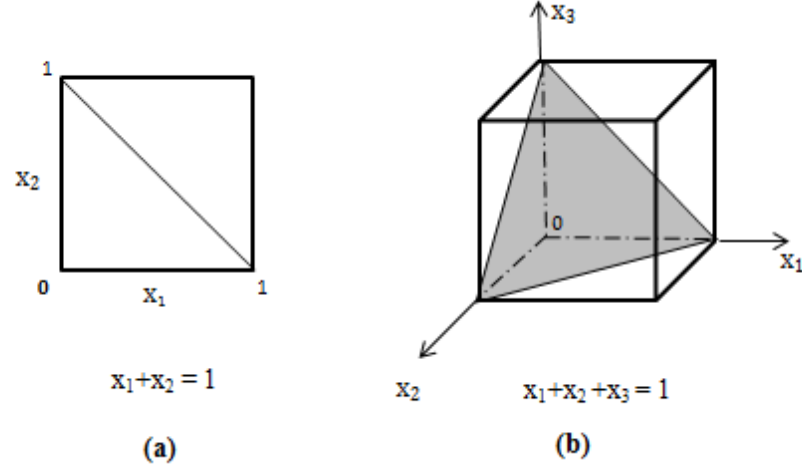
$$x_i \geq 0, \quad i = 1, 2, \dots, q \quad (2.1)$$

ve

$$\sum_{i=1}^q x_i = x_1 + x_2 + \dots + x_q = 1 \quad (2.2)$$

olmak üzere  $x_i$  faktörlerinin düzeyleri bağımsız olmayacak ve daha önce de belirtildiği gibi, bu durum karışım deneylerini klasik yanıt yüzey deneylerinden farklılaştıracaktır. İki ve üç bileşen için grafik gösterim Şekil 2.2'de verilmiştir. İki bileşen için olurlu faktör uzayı  $x_1 + x_2 = 1$  koşulunu sağlayan tüm bileşim değerlerini içerecektir ve bu Şekil 2.2 (a)'da gösterilen doğru parçası ile ifade edilir. Üç bileşen için olurlu uzay Şekil 2.2 (b)'de görüldüğü gibi köşelerin saf karışım (tek bir bileşenin %100 yer aldığı)

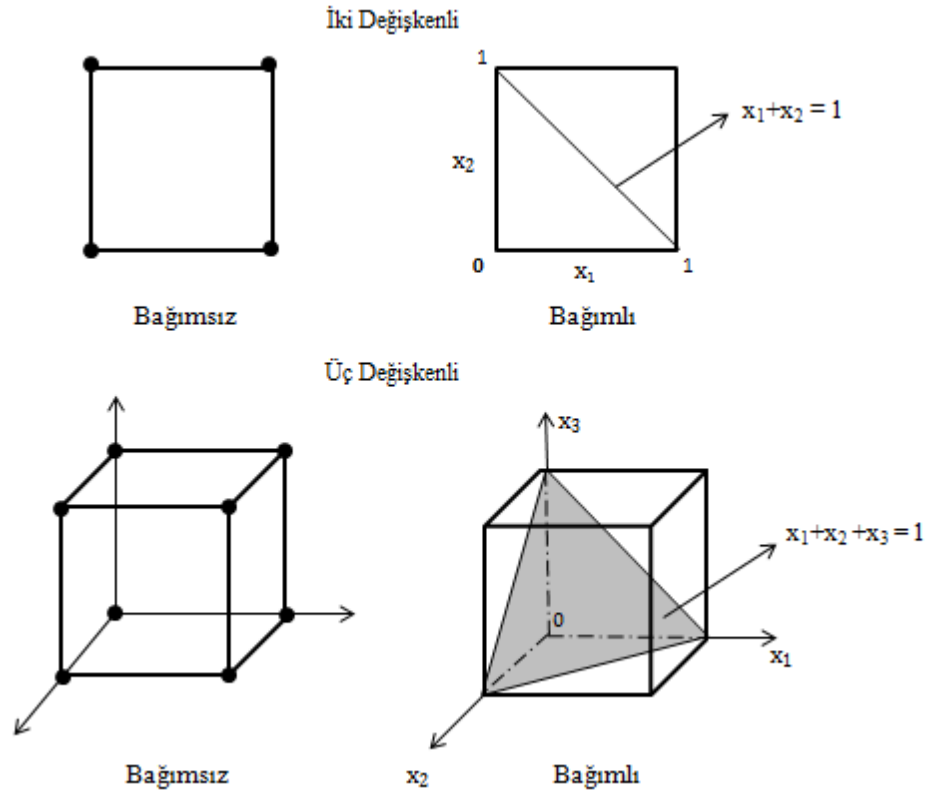
ve kenarların ikili karışımlar olduğu üçgen ile ifade edilmektedir. Genel olarak, deneysel alan,  $q$  bileşenli bir karışım deneyi için simplekstir ve  $q$  köşesi olan  $q-1$  boyutlu bir şekil ile ifade edilmektedir (Myers and Montgomery, 2002).



Şekil 2.2. İki (a) bileşen ve üç (b) bileşen için kısıtlı faktör uzayları

Karışım problemleri ile pek çok alanda karşılaşılmaktadır. En yaygın kullanım alanı, ürün geliştirme süreçleridir. Orijinal karışım probleminin pek çok farklı biçimi de söz konusudur. Bunlar; bazı bileşen oranları için alt ve üst sınır değerlerinin tanımlanması, karışım oranlarının yanı sıra süreç değişkenlerinin de dikkate alınması ve karışımdaki oranların yanı sıra miktarın da dikkate alınması olarak sayılabilir. Bu alanda pek çok konu, Scheffe (1958, 1961, 1963) tarafından ortaya atılmıştır. Cornell (1990)'in bu konudaki çalışmaları iyi bir referans olarak gösterilmektedir.

Bağımlı değişken ile bağımsız değişken arasındaki farkın daha iyi anlaşılabilmesi için Snee (1974) tarafından gösterilen her iki durum için değişkenlerin aldığı değerler Şekil 2.3'de verilmiştir.



Şekil 2.3. Bağımlı ve bağımsız değişkenlerin grafik gösterimi

Smith (2005) karışım deneylerindeki deneysel tasarım sürecinin planlama, uygulama ve deneyin analizi şeklinde 3 aşamadan oluştuğunu belirtmiştir. Smith karışım deneylerindeki tasarımla ilgili detaylar başta olmak üzere her üç aşamayı ayrıntılı olarak açıklamıştır.

İzleyen alt bölümlerde, karışım deney tasarımlarının farklı uygulamalarında kullanılmak üzere geliştirilen tasarım türlerine yer verilmiştir.



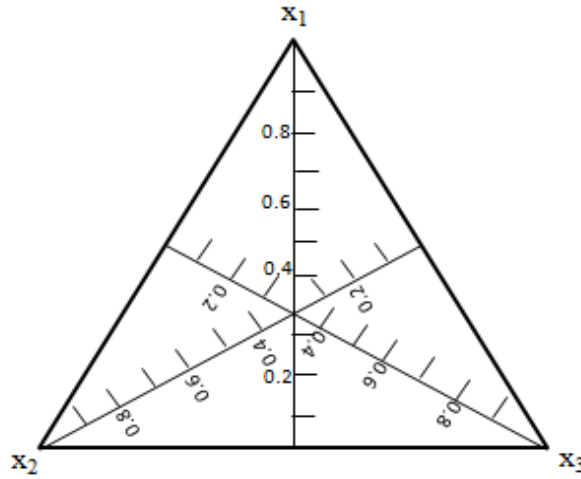
### 2.1.1 Simpleks Kafes (Simplex-Lattice) Tasarım

$q$  bileşenden oluşan  $\{q, m\}$ 'lik bir simpleks kafes tasarımı için koordinat seti;

$$x_i = 0, \frac{1}{m}, \frac{2}{m}, \dots, \frac{m-1}{m}, 1 \quad i = 1, 2, \dots, q$$

şeklinde tanımlanmaktadır. Düzey sayısı “m” ile ifade edilmek üzere, karışım için bu eşitlikten türetilen tüm olası birleşimler kullanılmaktadır.

Karışım oranları için koordinat sistemi simpleks koordinat sistemidir. Üç bileşen için koordinat sistemi Şekil 2.4’de görüldüğü gibi olup, köşeler saf bileşimleri temsil etmektedir (Myers and Montgomery, 2002). Her bir küçük çizgi ise, o doğrultudaki bileşim için %10’luk artışları temsil etmektedir. İç kısımdaki her bir nokta, üç bileşenin de belirli miktarlarda yer aldığı karışım bölgeleridir. Üçgen merkez noktası, üç bileşenin eşit oranlarda yer aldığı karışımı temsil etmektedir.



Şekil 2.4. Üç bileşen için simpleks koordinat sistemi

Örnek olarak, bileşen sayısı üç ( $q=3$ ) ve düzey sayısı iki ( $m=2$ ) için koordinat sistemi;

$$x_i = 0, \frac{1}{2}, 1 \quad i = 1, 2, 3$$

şeklindedir ve simpleks kafes tasarımı temel olarak izleyen altı noktadan oluşmaktadır.

$$(x_1, x_2, x_3) = (1,0,0), (0,1,0), (0,0,1), \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right), \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right), \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right)$$

Belirtilen tasarım  $\{3,2\}$  simpleks kafes tasarımı olarak ifade edilmektedir. Tasarımda yer alan noktaların yanı sıra bazı durumlarda,  $\left(\frac{1}{3}, \frac{1}{3}, \frac{1}{3}\right)$  merkez noktasının da sisteme eklenmesi uygun olabilmektedir.

$$\begin{aligned} \{4,2\} \text{ kafes tasarımı (10 nokta) ise: } & (1,0,0,0), (0,1,0,0), (0,0,1,0), (0,0,0,1), \\ & \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0,0\right), \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}, 0\right), \left(\frac{1}{2}, 0,0, \frac{1}{2}\right), \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right), \\ & \left(0, \frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right), \left(0,0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) \end{aligned}$$

şeklindedir ve  $\left(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}\right)$  merkez noktasının eklenmesi uygun olabilir.

Düzey sayısı üç olduğu durum için ise düzeyler,  $\left(0, \frac{1}{3}, \frac{2}{3}, 1\right)$  olmaktadır ve farklı bileşenler için tasarım noktaları izleyen örnekler aracılığıyla gösterilmiştir.

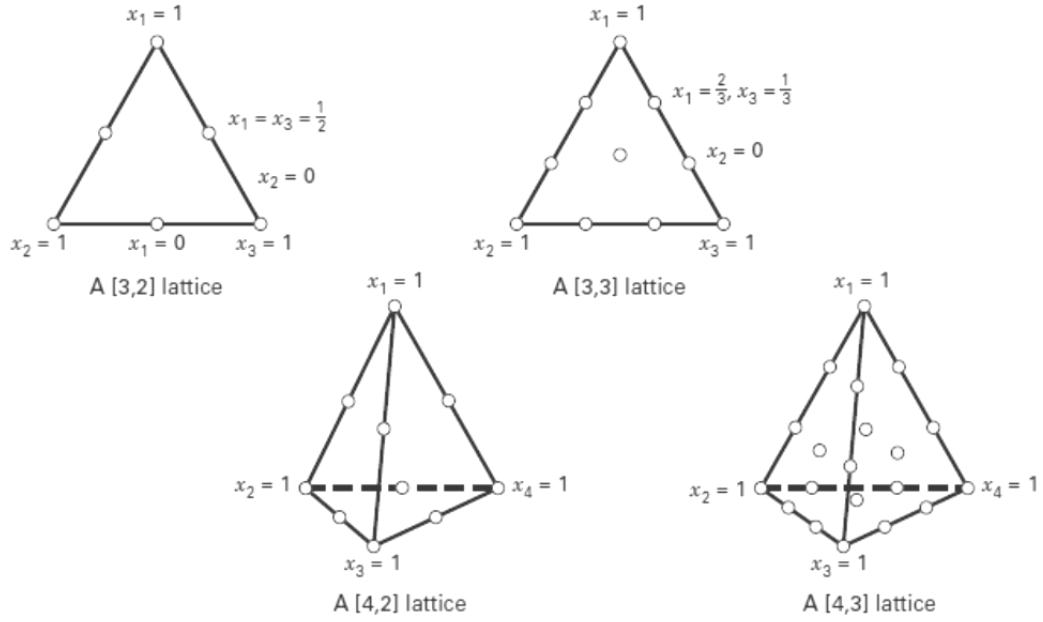
$$\{2,3\} \text{ kafes tasarımı (4 nokta): } (1,0), (0,1), \left(\frac{1}{3}, \frac{2}{3}\right), \left(\frac{2}{3}, \frac{1}{3}\right).$$

$$\{3,3\} \text{ kafes tasarımı (10 nokta): } (1,0,0), (0,1,0), (0,0,1)$$

$$\begin{aligned} & \left(\frac{1}{3}, \frac{2}{3}, 0\right), \left(\frac{2}{3}, \frac{1}{3}, 0\right), \left(\frac{1}{3}, 0, \frac{2}{3}\right), \left(\frac{2}{3}, 0, \frac{1}{3}\right) \\ & \left(0, \frac{1}{3}, \frac{2}{3}\right), \left(0, \frac{2}{3}, \frac{1}{3}\right), \left(\frac{1}{3}, \frac{1}{3}, \frac{1}{3}\right). \end{aligned}$$

Genel olarak,  $\{q, m\}$ 'lik bir simpleks-kafes tasarımı,  $\frac{(q+m-1)!}{m!(q-1)!}$  tasarım noktası içermektedir.  $\{q, m\}$ 'lik bir simpleks-kafes tasarımda noktalar; saf (pure) ya da tek bileşen karışımları, ikili (binary) ya da iki bileşen karışımları, üçlü (ternary) ya da üç bileşen karışımları olmak üzere en çok  $m$  bileşenin olduğu karışımlardan meydana gelmektedir (Cornell, 2002).

Üç ve dört bileşen için bazı simpleks kafes tasarımlarına Şekil 2.5’de yer verilmiştir (Myers and Montgomery, 2002). Uygulamalarda ise, model uygunluğunu kontrol etmek amacıyla, serbestlik derecesi sayısını arttırmak üzere, ek noktaların kullanılması uygun olmaktadır (Box and Draper, 2007).

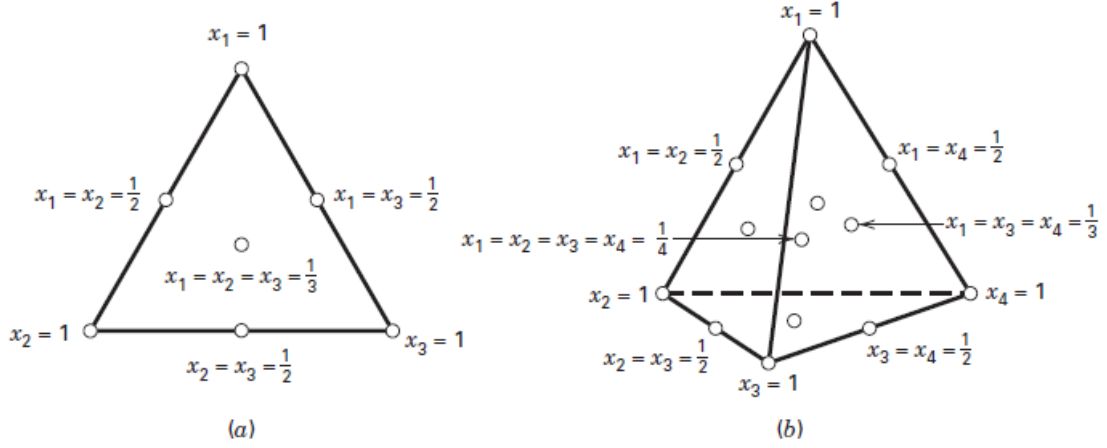


Şekil 2.5. Üç and dört bileşenli bazı simpleks kafes tasarımları

### 2.1.2. Simpleks Merkez (Simplex-Centroid) Tasarım

$q$  bileşenden oluşan simpleks merkez kafes tasarımı,  $2^q - 1$  nokta içermektedir ve bu noktalar;  $q$  tane  $(1,0,0,\dots,0)$ ,  $\binom{q}{2}$  tane  $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0, \dots, 0)$ ,  $\binom{q}{3}$  tane  $(\frac{1}{3}, \frac{1}{3}, 0, \dots, 0)$ , ve bütünsel merkez nokta olan  $(\frac{1}{q}, \frac{1}{q}, 0, \dots, \frac{1}{q})$ 'dir (Myers and Montgomery, 2002).

Üç (a) ve dört (b) bileşen için simpleks merkez tasarım yapısına Şekil 2.6.'da yer verilmiştir. Özel kübik modele uymaya elverişli olan simpleks merkez tasarım, modelde bazı kübik terimlerin yer alması düşünülen tasarımlarda tercih edilmelidir.



Şekil 2.6. Üç (a) ve dört (b) bileşen için simpleks merkez tasarımları

### 2.1.3. Kısıtlı Tasarımlar

Bileşenler için alt ve üst sınırların dikkate alınması gereken tasarımlarda;  $L_i$ ,  $i$ . bileşen için alt sınır ve  $U_i$ ,  $i$ . bileşen için üst sınır olmak üzere,  $L_i \leq x_i \leq U_i$  ve  $i = 1, 2, \dots, q$  kısıtı dikkate alınmaktadır. Kısıtlı karışım tasarımının genel formu izleyen şekilde ifade edilmektedir.

$$\sum_{i=1}^q x_i = x_1 + x_2 + \dots + x_q = 1$$

$$L_i \leq x_i \leq U_i \quad i = 1, 2, \dots, q$$

$$L_i \geq 0 \quad i = 1, 2, \dots, q$$

$$U_i \leq 1 \quad i = 1, 2, \dots, q$$
(2.3)

Söz edilen alt ve üst sınırların dikkate alınmasıyla, olurlu çözüm uzayı simpleksin bir alt bölgesine indirgenmektedir. Sonuç olarak, kısıtlı karışım uzaylarının çözümü için farklı teknikler geliştirilmesi kaçınılmaz olmuştur. Alt ve üst sınır kısıtlarının yer aldığı karışım tasarımı problemleri için uç köşeler tasarımları oluşturulmaktadır. En yaygın kısıtlı tasarımlardan biri D-optimal tasarımdır. Kullanılabilir diğer tasarım seçenekleri ve eniyilik ölçütleri (Mannarswamy et al., 2010) Çizelge 2.1’de görüldüğü gibidir. Kısıtlı bir bölgede köşe koordinatlarının bulunmasında çeşitli algoritmalar

kullanılmıştır. Bunlar; McLean and Anderson (1966) uç köşeler algoritması; Snee and Marquardt (1974) XVERT algoritması; Nigam and Gupta (1983) XVERT1 algoritması ve Cornell (1990) *U*-psedo bileşenlerine dayalı algoritmalarıdır.

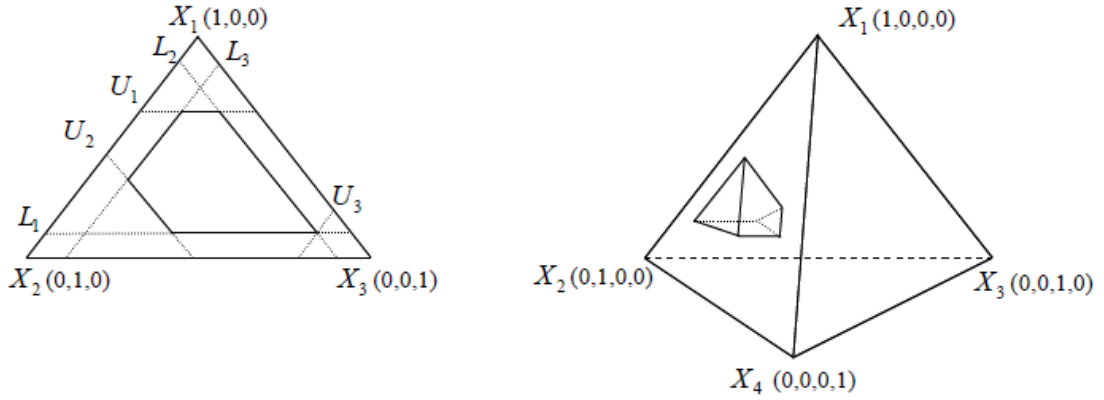
Gerçek hayat uygulamalarında,  $q$  adet bileşenin oranlarına bağlı olarak gerçekleştirilen karışım deney tasarımlarından farklı olarak karışım probleminin özelliğine göre de farklı yaklaşımlar mevcuttur. Bu yaklaşımlardan karşılaşılan probleme en uygun olanı tercih edilerek tasarım ve model buna uygun olarak belirlenmelidir.

Çizelge 2.1. En iyilik ölçütleri

Tasarım Türü	Amaç (lar)
<b>A-optimal</b>	bilgi matrisinin tersinin izini ve model parametrelerindeki değişkenlik toplamını enküçüklemek
<b>C-optimal</b>	birkaç parametrenin diğer parametrelerin doğruluğunun tam olmaması pahasına, hassasiyetle tahmin edilmesi
<b>D-optimal</b>	$(X'X)^{-1}$ matris determinantının enküçüklenmesi
<b>E-optimal</b>	bilgi matrisini enküçük özdeğerinin enbüyüklenmesi, tahmini model parametrelerindeki enbüyük değişkenliğin enküçüklenmesi
<b>G-optimal</b>	hat matrisin <sup>1</sup> köşegen boyunca enbüyük değerini enküçüklemek ve tahmin edilen değerlerdeki değişkenliğin enküçüklenmesi
<b>I-optimal</b>	hata kareleri ortalamasını (HKO) enküçüklemek, tahmin değerlerindeki değişkenliğin enküçüklenmesi
<b>V-optimal</b>	ortalama tahmin değişkenliğinin enküçüklenmesi

Alt veya üst sınırlardan sadece birinin veya her ikisinin, faktörlerin bir kısmında veya tamamında kısıtlar olduğu durumlar mevcut olabilir. Bu tür durumlar, bileşen kısıtlarının olduğu tasarımlar olarak adlandırılan tasarımlara uygundur. Şekil 2.7'de sözü edilen karışım uzayları için örneklere yer verilmiştir.

<sup>1</sup> Hat matrisi:  $X$  veri matrisi olmak üzere,  $X(X^T X)^{-1} X^T$  ile ifade edilen  $n \times n$  boyutlu simetrik katsayılar matrisidir.



Şekil 2.7. Üç ve dört faktörlü simpleks olmayan karışım uzayları

Varyans Analizi Tablosu :  $\{q, m\}$  polinomu,  $\{q, m\}$  simpleks kafes tasarımındaki noktalarda toplanan verilere uydurulduğundan, modeldeki terim sayısı, tasarımda tanımlanmış farklı noktaların sayısına eşit olacaktır. Terim sayısı ise,  $\left(\frac{q+m-1}{m}\right)$  olacaktır. Bu yüzden, modelde açıklanan gözlemlerdeki değişkenlik “regresyona bağlı kareler toplamı” veya “uygun modele bağlı kareler toplamı” olarak adlandırılır.

Regresyona bağlı kareler toplamı,  $SS_R$

$$SS_R = \sum_{u=1}^N (\hat{y}_u - \bar{y})^2 \quad (2.4)$$

eşitliği ile ifade edilmektedir. Modele bağlı  $y_u$ 'nun tahmin değeri  $\hat{y}_u$ 'dir. Tüm gözlemlerin ortalaması ise,  $\bar{y} = (y_1 + y_1 + \dots + y_n)/N$  ile şeklinde hesaplanmaktadır.

Karışımlar içerisindeki tekrarlı gözlemler arasındaki değişkenlik, karışımlar arasındaki farklılıkla açıklanamaz ve artık değişkenliği olarak adlandırılır. Artıkların kareler toplamı  $SS_E$  ile gösterilir ve farklı karışımların sayısı (veya modeldeki terim sayısı)  $p$  ve serbestlik derecesi  $N-p$  olmak üzere,

$$SS_E = \sum_{u=1}^N (y_u - \hat{y}_u)^2 \quad (2.5)$$

formülü ile hesaplanmaktadır.

$N$  tane veri setindeki toplam değişkenlik “toplamın kareler toplamı”,  $SS_T$  olarak adlandırılır. Gözlenen  $y_u$  değerlerinin bütünsel ortalama olan  $\bar{y}$ 'dan sapmalarının kareleri toplamı alınarak,  $SS_T$

$$SS_T = \sum_{u=1}^N (y_u - \bar{y})^2 \quad (2.6)$$

eşitliği ile hesaplanmaktadır.  $SS_T$ ,  $N-1$  serbestlik derecesine sahiptir ve  $SS_R$  ve  $SS_E$ 'nin toplamına eşittir. Eşitlik (2.4), (2.5) ve (2.6) dikkate alınarak  $p$  terim içeren uygun model için varyans analizi tablosu Çizelge 2.2'de gösterilmektedir.

Çizelge 2.2. Varyans Analizi Tablosu

Değişkenlik Kaynağı	Kareler Toplamı	Serbestlik Derecesi	Kareler Ortalaması
Regresyon	$SS_R = \sum_{u=1}^N (\hat{y}_u - \bar{y})^2$	$p - 1$	$SS_R / (p - 1)$
Artık	$SS_E = \sum_{u=1}^N (y_u - \hat{y}_u)^2$	$N - p$	$SS_E / (N - p)$
Toplam	$SS_T = \sum_{u=1}^N (y_u - \bar{y})^2$	$N - 1$	

Matris gösteriminde,  $\mathbf{1}'$ ,  $\mathbf{1}$ 'lerden oluşan  $1 \times N$ 'lik vektörü göstermek üzere,

$$SS_T = \mathbf{y}'\mathbf{y} - \frac{(\mathbf{1}'\mathbf{y})^2}{N} \quad (2.7)$$

$$SS_E = \mathbf{y}'\mathbf{y} - \mathbf{b}'\mathbf{X}'\mathbf{y} \quad (2.8)$$

$$SS_R = \mathbf{b}'\mathbf{X}'\mathbf{y} - \frac{(\mathbf{1}'\mathbf{y})^2}{N} \quad (2.9)$$

eşitlikleri ile işlemler gerçekleştirilmektedir.

Enküçük Kareler Yöntemi:  $N$  gözlem için,  $y_u$ ,  $u$ 'uncu denemede gözlenen yanıt,  $x_{ui}$ ,  $u$ 'uncu denemede  $i$ 'inci bileşenin oranını,  $\beta_i$ , eşitlikteki bilinmeyen parametreyi ve  $\varepsilon_u$ , rassal hatayı temsil etmek üzere,

$$y_u = \beta_1 x_{u1} + \beta_2 x_{u2} + \dots + \varepsilon_u \quad u = 1, 2, \dots, N \quad (2.10)$$

birinci dereceden eşitlik aracılığı ile gösterilen yanıtı ifade etmektedir.

Enküçük kareler yönteminde,  $\beta_i$  bilinmeyen parametreleri için,  $b_i$  tahminler iken,  $i = 1, 2, \dots, q$  olmak üzere,

$$\sum_{i=1}^N (y_u - b_1 x_{u1} - b_2 x_{u2} - \dots - b_q x_{uq})^2 \quad (2.11)$$

aracılığı ile enküçüklenmektedir.

Matris gösterimde,  $N$  gözlemden oluşan birinci dereceden model,  $\mathbf{y} = \mathbf{X}\boldsymbol{\beta} + \boldsymbol{\varepsilon}$  olmak üzere;

$$\mathbf{y} = \begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ \vdots \\ y_N \end{bmatrix}_{(Nx1)} \quad \mathbf{X} = \begin{bmatrix} x_{11} & x_{12} & \dots & x_{1q} \\ x_{21} & x_{22} & \dots & x_{2q} \\ \vdots & \vdots & & \vdots \\ x_{N1} & x_{N2} & \dots & x_{Nq} \end{bmatrix}_{Nxq} \quad \boldsymbol{\beta} = \begin{bmatrix} \beta_1 \\ \beta_2 \\ \vdots \\ \beta_q \end{bmatrix}_{qx1} \quad \boldsymbol{\varepsilon} = \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \vdots \\ \varepsilon_N \end{bmatrix}_{Nx1}$$



olarak ifade edilmektedir (Cornell, 2002).

Enküçük kareler tahminleyicisi  $\beta$ ,  $\mathbf{b} = (\mathbf{X}'\mathbf{X})^{-1}\mathbf{X}'\mathbf{y}$  ve  $\mathbf{b}$ 'nin varyans kovaryans matrisi,  $\text{var}(\mathbf{b}) = (\mathbf{X}'\mathbf{X})^{-1}\sigma^2$  şeklindedir. Model parametrelerini doğru bir şekilde tahmin edebilmek için, karışım verilerini seçmek üzere, uygun tasarımın seçilmesi önemlidir. Karışım oranları belirlenirken ek kısıtların dikkate alınması gerekli ise, simpleks kafes ve simpleks merkez gibi klasik yanıt yüzey tasarımları uygulanamadığından bilgisayar destekli olarak geliştirilen optimal tasarımların dikkate alınması uygun olmaktadır.

## **2.2. Karışım Tasarımları Literatür Araştırması**

Karışım Tasarımları, bu alanda yapılan istatistiksel araştırmalar ve yayın sayıları göz önüne alındığında klasik deney tasarımına kıyasla henüz yeni bir çalışma alanıdır (Piepel, 2006). Bu alanın istatistiksel alt yapısı ile uygulamaları geçtiğimiz 50 yıl içerisinde hazırlanmıştır.

Bu alandaki kuramsal çalışmalar, özellikle ürün formülasyonu ve eniyilenmesinin ilgili endüstrilerde büyük önem kazanması, istatistik hesaplarını kolaylaştıran kişisel bilgisayarların ve bunlara ilişkin yazılımların yaygınlaşmasıyla birlikte artarak devam etmektedir (Muteki et al., 2007).

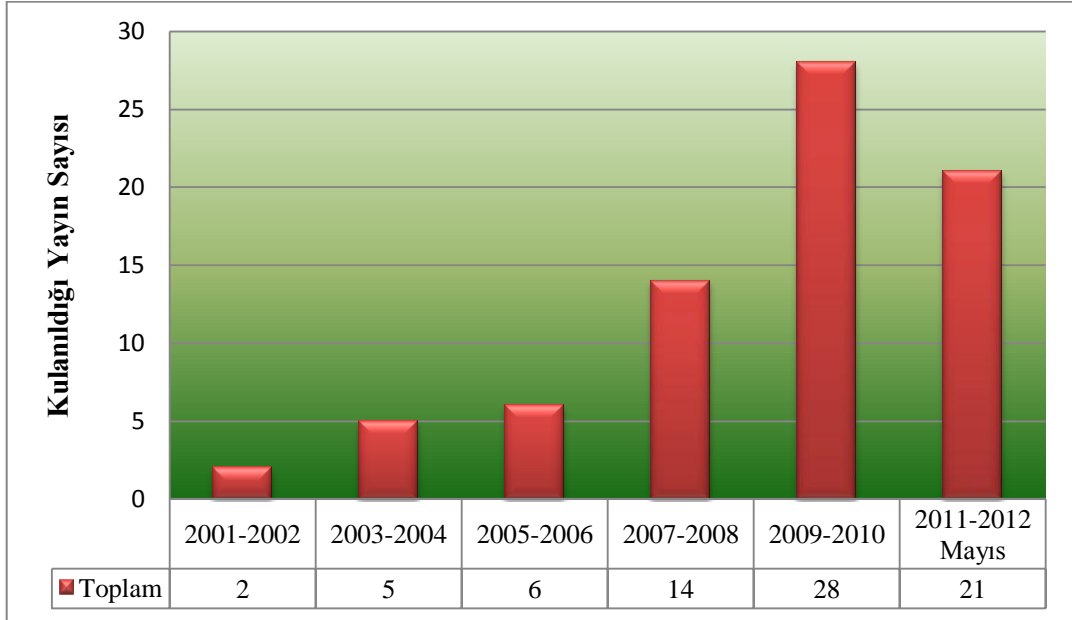
### **2.2.1. Karışım tasarımı problemlerinin tarihsel gelişimi**

Deney tasarımına ilişkin istatistiksel literatürün Clarinbold'un 1955 yılındaki makalesi ile başladığı belirtilmektedir. 1955 ve 1980 yılları arasındaki çalışmalarıyla literatüre önemli katkılarda bulunmuş olan yazarların kronolojik listesine EK-1'de yer verilmiştir. Karışımlara ilişkin ilk çalışmalar, Quenouille'in 1953 yılında yazdığı "The Design and Analysis of Experiments" kitabına dayandırılmaktadır. Yapılan ilk yayın ise, P.J. Claringbold'un 1955 yılında yayınladığı ve hormon dozajlarının fareler üzerindeki etkisini incelediği yayındır. Belirtilen yayını takip eden ilk yayın ise, H. Scheffé'nin 1958 yılında yayınladığı ve matematik teorisine büyük katkı sunan "Experiments with Mixtures" isimli yayınıdır. Scheffé, bu çalışmada en temel kafes tasarımı olan simpleks-kafes tasarımlarını tanıtmış ve kendi adıyla anılan çokterimli matematiksel modelleri geliştirmiştir (Cornell, 2002).

Piepel (2006) karışım tasarımlarına ilişkin 1955 ve 2000 yılları arasında yayımlanmış istatistiksel çalışmaları derlemiş olup, söz konusu çalışmaya EK-2'de yer verilmiştir. Bezerra et al. (2008), yanıt yüzey yönteminin analitik kimya uygulamalarındaki kullanımını araştırmıştır. Leardi (2009), kimya bilminde deney tasarımı uygulamalarını ve deney tasarımına ilişkin temel kavramları açıklamıştır.

### 2.2.2. Çalışmalar ve sınıflandırmalar

Karışım tasarımları, yanıt yüzey yöntembilimi içerisinde önemli bir yer tutmaktadır. Çalışma kapsamında, karışım tasarımını konu alan 2001 – 2012 yılları arasında yayımlanmış 76 uygulamalı çalışma incelenmiştir. Son yıllarda, konuya ilişkin yayınların sayısındaki artış Şekil 2.8’de açıkça görülmektedir. 2012 yılının ikinci yarısında yayımlanacak çalışmalar da dikkate alındığında artışın süreceği söylenebilir. Yıllar geçtikçe, farklı uygulama alanlarında da etkili çözümler sunan tekniğin, araştırmacıların dikkatini çekmeye devam edeceği söylenebilir.

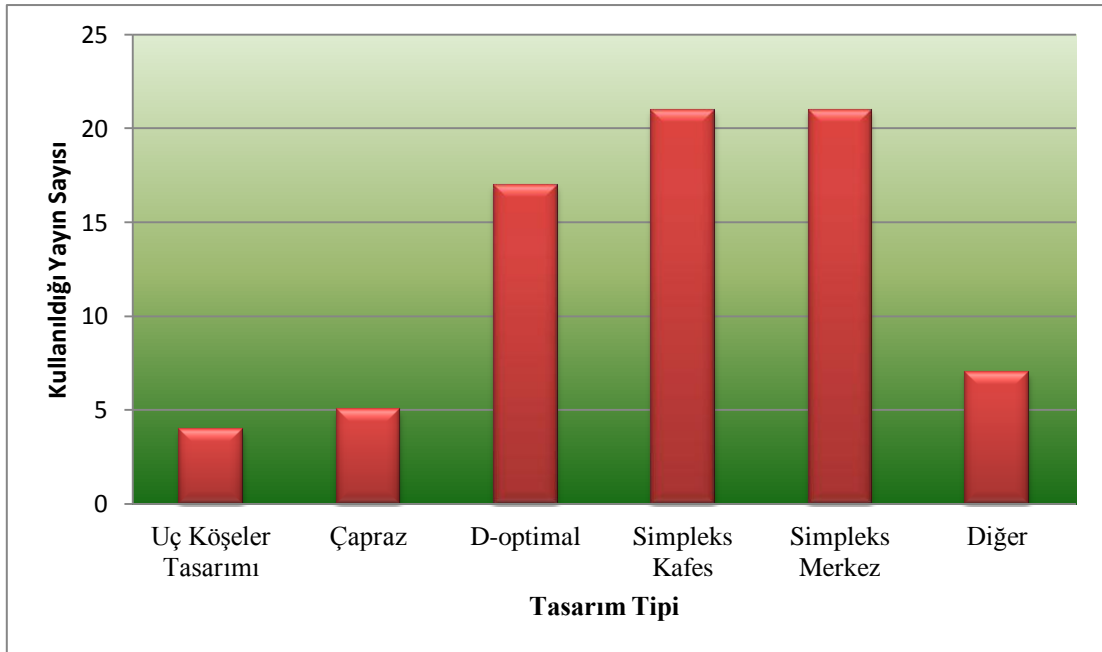


Şekil 2.8. Yıllara göre dağılım

Karışım tasarımı problemlerine getirilen çözüm yaklaşımlarının 2000 yılı itibariyle erişilebilen uygulamalarına bu bölümde yer verilmiştir. Çalışmalar, faktör sayısı, kullanılan tasarım tipi, uygulandığı sektör, yararlanılan yazılım ve yayımlandığı dergi bilgileri dikkate alınarak sınıflandırılmış, sınıflandırma sonuçları EK-3’de gösterilmiştir. İzleyen bölümlerde ise, çalışmalar tasarım tipi, sektör, yazılım ve yararlanılan eniyileme tekniği temelinde alt başlıklar halinde ayrıntılı olarak incelenmiştir.

### 2.2.2.1 Tasarım tipine göre çalışmalar

Önceki bölümde de bahsedildiği gibi, literatürde simpleks kafes, simpleks merkez ve kısıtlı tasarımlar başta olmak üzere farklı uygulamalara yönelik çok sayıda karışım tasarımı yer almaktadır. Çözüm için kullanılan tasarım tipine ilişkin dağılım Şekil 2.9'da görülmektedir.

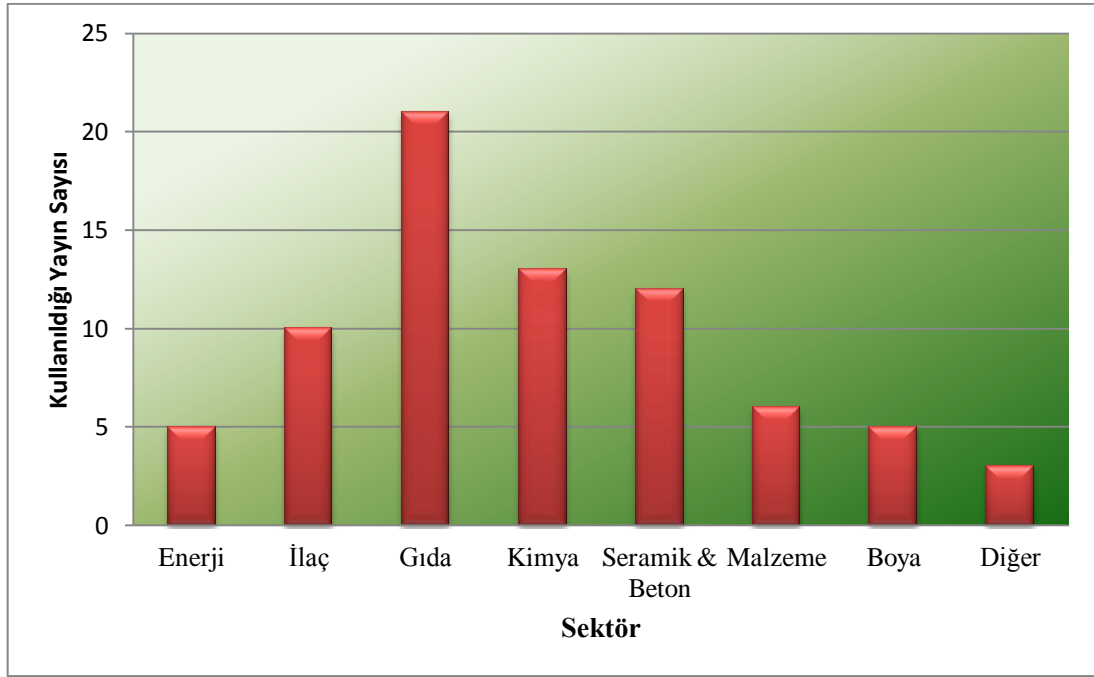


Şekil 2.9. Tasarım tipine göre dağılım

Çalışmalar çözüm yöntemleri açısından irdelendiğinde, simpleks kafes, simpleks merkez tasarımların ön plana çıktığı görülmektedir. Kullanım sıklığı bakımından, söz konusu tasarımları, D-optimal tasarımlar izlemektedir. Diğer kategorisinde ise, az sayıda karşılaşılmakla birlikte, çapraz tasarım ve uç köşeler tasarımları ile I-optimal gibi özel tasarımlar yer almaktadır.

### 2.2.2.2 Sektörlere göre çalışmalar

Erişilebilen yayınlar için yapılan sektör temelindeki sınıflama Şekil 2.10'da görülmektedir. Çalışmalar, sektör açısından incelendiğinde gıda sektöründeki karışım tasarımlarının ön plana çıktığı dikkat çekmektedir.

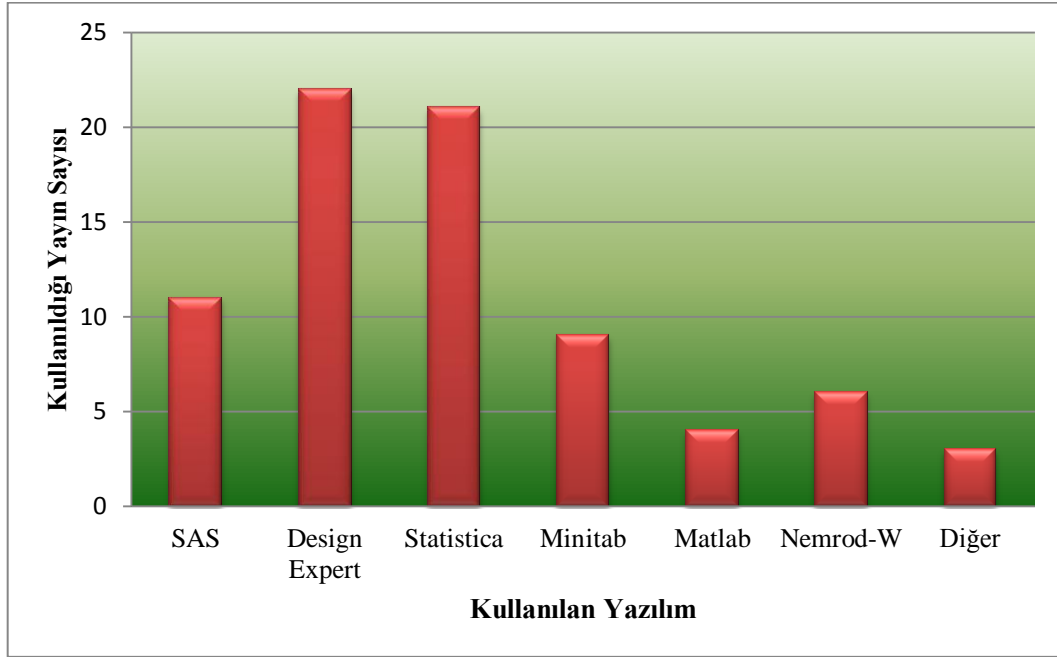


Şekil 2.10. Sektörlere göre dağılım

Karşılaşılma sıklığı bakımından, gıda sektörünü kimya, seramik & beton, ilaç, malzeme boya ve enerji sektörleri izlemektedir. Diğer olarak belirtilen grupta ise, tekstil gibi uygulamada az sayıda karşılaşılan sektörler yer almaktadır.

### 2.2.2.3. Çalışmalarda kullanılan yazılımlar

Erişilebilen çalışmalar, kullanılan yazılım bakımından irdelendiğinde, yazılım tiplerine göre dağılım Şekil 2.11’de görülmektedir.



Şekil 2.11. Yazılımlara göre dağılım

Design Expert ile Statistica'nın incelenen yayınlarda en çok tercih edilen yazılımlar olduğu açıkça görülmektedir. Kullanım sıklığı bakımından söz konusu yazılımları, SAS ve Minitab izlemektedir. Diğer olarak belirtilen grupta ise, kullanımı nispeten az olan yazılımlar ile hangi yazılımın kullanıldığı açıkça belirtilmemiş olan çalışmalar yer almaktadır. Ayrıca, farklı yazılımların birbirlerine üstünlükleri dikkate alınarak, aynı çalışmada birden fazla yazılım kullanılan çalışmalara da rastlanmıştır (Karaman vd., 2011; Bautista-Gallego et al., 2011; Chen et al., 2010; Furlanetto et al., 2011; Ketelaere et al., 2011; Abdullah & Chin, 2010; Dias et al., 2011).

#### 2.2.2.4. Eniyileme tekniğine göre çalışmalar

Eniyileme, tek ya da çok yanıtı eniyileyen bileşimin arayış süreci olarak tanımlanmaktadır. Tek yanıtlı problemler için yanıt yüzey yöntembilimi kullanılarak eniyinin bulunması göreceli olarak kolay iken, pek çok gerçek hayat problemi birden fazla yanıtın eniyilenmesini gerektirmektedir. Tek bir amaç üzerinde eniyileme yapılması, eniyi çözüme ulaşmada yetersiz kalmaktadır. Buna karşın, birden çok çelişen ya da örtüşen amacın dikkate alınmasıyla, eniyiye yakın çözümler bulunması mümkün olabilmektedir.

Karışım Tasarımı eniyilemesi, her bir amaç için bireysel isteğin (desirability) tanımlanabildiği sistematik bir yaklaşım ile eniyiye yakın sonuçlar araştırmaktadır. Eniyi karışımı bulmak üzere, tecrübeye dayalı tahmin ya da deneme yanılma metodu çok zaman alıcı ve yüksek maliyetler getiren yöntemlerdir (Sánchez-Arias et al., 2008).

Yanıt yüzeyde, yüzey grafiklerinin analizi, karışım tasarımının davranışını gösteren etkili ve görsel bir yöntemdir (Cornell, 1990). Yüzey grafiklerini, basit eniyileme için kullanmak da mümkün olmaktadır. Kabul edilebilir yanıt değişkenler için, alt ve üst sınırlar dikkate alınarak olurlu bölgeler belirlenmekte ve eniyi bileşimi elde etmek üzere kullanılmaktadır. Elde edilen söz konusu bölgeleri; maliyet, yoğunluk, renk gibi pek çok performans karakteristiği ile bütünleştirip, birden fazla amaca uygun bir bölge araştırmak mümkün olabilmektedir. Pek çok gerçek hayat problemi, birden fazla yanıtın birlikte dikkate alınmasını gerektirmektedir. Söz konusu problemlerin çözümü için ise, çok ölçütlü yöntemler kullanılmaktadır. Çok sayıda kalite karakteristiği dikkate alındığında, yanıtlar arasında bir ödünleşme gerekli olmaktadır (Bezerra et. al., 2008). Boya (Fatemi et al., 2006) ve seramik (Correia et al., 2004) başta olmak üzere pek çok farklı sektörde eş zamanlı eniyileme problemleri dikkate alınmıştır.

Eniyileme aşamasında, her bir yanıtın önemini göstermek üzere bir ağırlık katsayısı atanmaktadır. Derringer and Suich (1980) tarafından geliştirilen istek fonksiyonları (desirability functions), Design Expert başta olmak üzere pek çok yazılımda çoklu eniyileme aracı olarak kullanılmaktadır. Aynı zamanda, Cornell (1990)

de istek fonksiyonlarının karışım tasarımlarına uygulanması konusunda detaylı bilgi vermektedir. Yöntem, bireysel hedeflerin tek bir istek fonksiyonu ile temsil edilmesi ve yerel eniyi çözümlerin araştırılmasına dayanmaktadır. Diğer bir deyişle, her bir performans göstergesine ilişkin ölçülen göstergeler, birimsiz tek bir ölçekte gösterilmek üzere düzenlenmektedir. Böylelikle, bireysel eniyilerden hareketle, bütünsel tek bir göstergeye ulaşmak mümkün olmaktadır.

Yanıtların çoklu eniyilenmesinde, Bezerra et al. (2010) ikinci dereceden modeli kullanarak elde edilen yanıt yüzeyi kullanmış ve bütünsel olarak kabul edilebilir alanları grafik olarak göstermiştir. Monaco et al. (2010) birden fazla yanıt değişken için örtüşen alanları istek fonksiyonu aracılığıyla belirlemiş ve yanıtların eşzamanlı eniyildiği reçeteler türetmiştir. Zorba ve Kurt (2006), sığır, tavuk ve hindi eti için eniyi karışım oranlarını tespit etmek üzere, farklı yanıtları yüzey grafikleri kullanarak eniyilemiştir. Zhou et al. (2007) birden fazla yanıt için beklentilerin karşılandığı bölgeyi araştırmıştır. Sonuçlar için arama algoritması, karışım tasarımının en dik tepe noktasından başlamakta, hedef yanıt değere ulaşmaya kadar devam etmektedir. Eniyilenmesi beklenen birden fazla amaç fonksiyonu yazılım aracılığıyla bütünleştirilmekte ve eniyileme boyutunda iyi sonuçlar verdiği görülmektedir.

Tüm durumlar için uygulanabilir, çok amaçlı bir eniyileme tekniği bilinmemekle birlikte, bazı durumlarda yapay sinir ağları, bulanık mantık, genetik algoritmalar ve parçacık sürü optimizasyonu gibi birden fazla tekniğin birlikte kullanımı gerekli olmaktadır. Moreira et al. (2007) çalışmalarında kültür ortamını eniyileyecek bileşimi bulmak üzere, iki yaklaşım benimsemiştir. İlki, yanıt yüzey yöntemi ve ikincisi yapay sinir ağlarının kullanımınıdır. Sözü edilen çalışma, karışım tasarımlarının ve çok yanıtlı problemlerin eniyilenmesi problemlerinde yapay sinir ağlarının kullanımının ilk örneğidir. Modellerin karmaşıklığı sebebiyle, yapay sinir ağlarının başarılı sonuçlar verdiği görülmüştür.

Yin et al. (2009) selenyumca zenginleştirilmiş maya üretmek üzere, üç bağımsız değişkenin biyokütle ve selenyum verimi üzerindeki etkilerini inceledikleri



çalışmalarında, etkili olan faktör ve etkileşimleri tespit etmeyi amaçlamışlardır. Altı düzeyli üç faktörden oluşan bir D-optimal model ile süreci temsil etmişlerdir.

Nikzade et al. (2012) yüzey grafikleri aracılığıyla yanıtların eniyi değerlerini araştırmıştır. Karaman et al. (2011) çalışmalarında, kabul edilebilir özelliklerde ürün üretebilmek üzere en iyi tat özelliklerine ve en tutarlı akış davranış indeksine sahip ürünü araştırmışlardır. Liu et al. (2010), yüzey grafikleri aracılığıyla her bir parametre için uygun bölgeyi tespit etmişlerdir.

Dooley et al. (2012), her müşterinin hedonik verilerine karışım modeli uygulamıştır. Ortalama skorlar yerine, her bir müşterinin yanıtlarına dayanan bireysel modelleme müşterileri anlamada daha etkili olmuştur. Eniyilenmek üzere birkaç yanıt birlikte dikkate alındığında, yüzey grafiklerinin örtüştüğü alanlardan hareketle eniyi bölgeyi tespit mümkün olmakta, ancak çok sayıda bağımlı değişkenin dikkate alınmasının gerekli olduğu durumlarda yüzey grafikleri yetersiz kalmaktadır. Böyle durumlarda, istek fonksiyonları (Derringer and Suich, 1980) kullanımı daha uygun olmaktadır.

Fustier et al. (2008), tüm faktörleri aynı ölçüğe getirerek, yüzey grafikleri aracılığıyla eniyi karışım bölgelerini araştırmışlardır. Kurulan doğrusal olmayan regresyon modelleri, tahmini çıktı değerleri için verilen tanım aralıkları içerisinde, grafikler aracılığıyla en uygun bileşimin araştırılmasını sağlamaktadır.

### 3. NANO YAĞ KATKILARININ AŞINMA ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ ÜZERİNE BİR KARIŞIM TASARIMI UYGULAMASI

AISI 4140 kalite çelik malzemeler soğuk iş takım çeliği grubundadır ve oldukça yaygın kullanım alanına sahiptir. Özellikle dişli uygulamalarında kullanımı olan bu malzemeler genellikle yağ ortamında çalıştırılmakta ve temas yüzeylerinde adhesif aşınma gerçekleşmektedir. Yağ ortamında kullanılan makine elemanlarında aşınmayı azaltmak amacıyla yağ katkıları kullanımı uygulanmaktadır. Grafit, çeşitli metal oksitler, nano elmas partiküller ve bazı elementlerin nitrür formları yağ katkısı olarak kullanılmaktadır.

Bu çalışma kapsamında makine elemanı olarak yaygın kullanım alanı olan AISI 4140 malzeme altlık (substrate) olarak seçilmiş ve SAE 10W40 tam sentetik yağ ortamında ve Çinko Oksit, Karbon Nano Tüp ve Silisyum Nitrür katkılı yağ ortamında sürtünme ve aşınma davranışı incelenmiştir.

#### 3.1. Kullanılan Malzemelerin Tanıtılması ve Laboratuvar Çalışmaları

Deneyler kapsamında kullanılan malzemeler, yapılan deneylere ait bilgiler ve elde edilen sonuçlara bu bölümde yer verilmiştir.

##### 3.1.1. Deneylerde kullanılan malzemeler ve hazırlık süreçleri

Çalışma kapsamında kullanılan çelik malzemeye ait bileşime Çizelge 3.1'de yer verilmiştir. Kullanılan numunelerin elastisite modülü 210 GPa ve poisson oranı 0,29'dur.

Çizelge 3.1. Deneylerde kullanılan AISI 4140 malzemeye ait bileşim (ağ.%)

C	Si	Mn	P	S
0,401 %	0,20 %	0,96 %	< 0,01 %	< 0,01 %
Cr	Mo	Ni	Fe	
0,94 %	0,19 %	0,13 %	Bal. %	

30 mm apında ve 300 mm boyunda kesilmiş AISI 4140 malzemeler (Şekil 3.1), açık atmosferli fırın içinde (Şekil 3.2) 860°C sıcaklıkta 75 dakika ostenitlenmiş ve yağ ortamında su verilmiştir. Ardından kalıntı gerilmeleri gidermek amacıyla numuneler 300°C'de 30 dakika menevişlenmiştir.

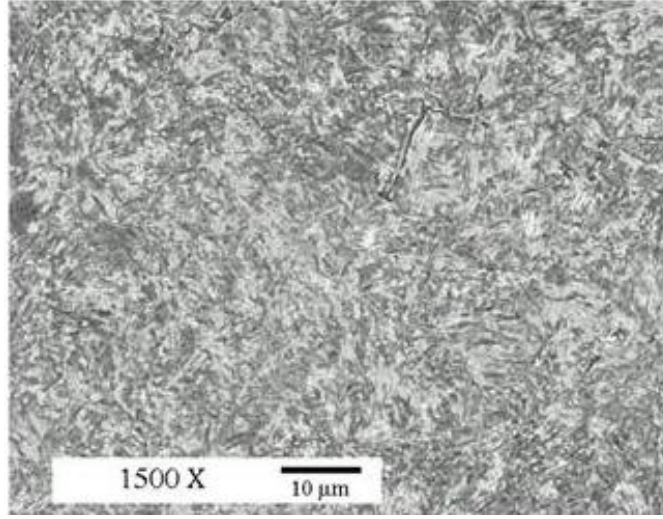


Şekil 3.1. AISI 4140 çeliği

Menevişlenmiş numuneler havada soğumaya bırakılmıştır. Su verilmiş malzemeler üzerinden, örnek numune alınarak mikro yapısı incelenmiş ve yapının tamamen masif martenzit olduğu doğrulanmıştır. Numuneye ait mikro yapı resmine Şekil 3.3'de yer verilmiştir.



Şekil 3.2. Isıl işlemin gerçekleştiği fırın



Şekil 3.3. Deneylerde kullanılan malzemeye ait SEM mikroyapı resmi, %5 Nital.

Aşınma deneylerinde kullanılan numuneler 300 mm'lik çubuklar üzerinden otomatik numune kesme cihazında (Şekil 3.4) SiC kesme diski kullanılarak, 3200 d/d disk dönme hızı ve 0,4 mm/s ilerleme hızında otomatik olarak 8 mm'lik dilimler halinde kesilmiştir. Kesme işlemi yüksek debili soğutma sıvısı altında yapılmış, numunelerin ısınmasına ve bu ısı etkisiyle mikro yapılarının değişmesine izin verilmemiştir.



Şekil 3.4. Kesme diski

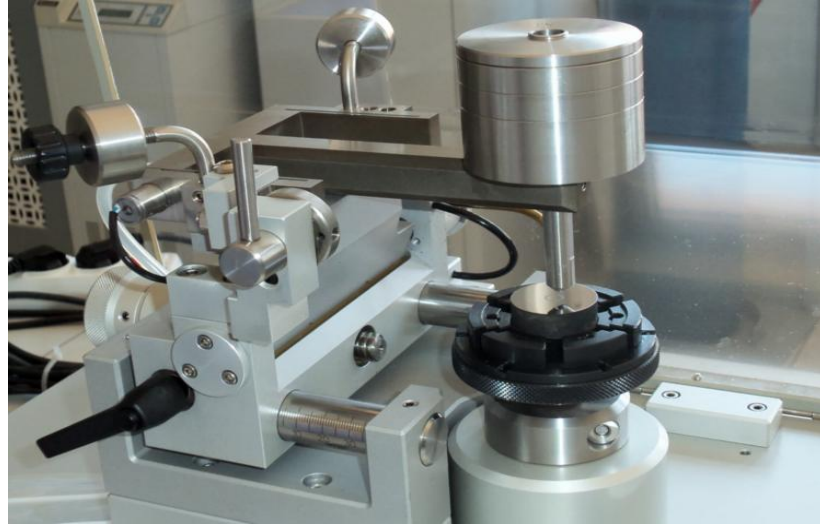
Bu aşamadan sonra numunelerin metalografik hazırlıkları yapılmıştır. Şekil 3.5'te görülen otomatik numune zımparalama cihazında 220, 320 ve 600 grid zımpara ile 60 N basma kuvveti uygulanarak 10'ar dakika yüzeyler zımparalanmıştır. Zımparalama işlemi sırasında soğutucu olarak su kullanılmıştır. Aynı cihaz üzerinde 3 µm monokristalin elmas parlatma solüsyonu ile çuha kumaş üzerinde 20 dk süreyle parlatma işlemi gerçekleştirilmiştir. Parlatılan numunelerin yüzey pürüzlülük değeri 0,02 µm seviyesine getirilmiştir. Hazırlanan numuneler etil alkol ile temizlenip, kurutulduktan sonra poşetler içinde saklanmıştır.



Şekil 3.5. Otomatik zımparalama ve parlatma cihazı

Aşınma deneyleri CSM Tribometer kullanılarak Ball-on-Disc geometrisinde yapılmıştır. Deneyler sırasında 3 mm WC (Tungsten karbür) bilye kullanılmıştır. Kullanılan bilyelerin elastisite modülü 690 GPa, poisson oranı 0,24 ve yüzey pürüzlülük değeri  $R_a=0,01 \mu\text{m}$ 'dir. Tüm aşınma deneyleri 10 N normal yük altında ve 5 cm/s çevresel hızla yapılmıştır. Numune üzerinde 6 mm'lik bir çap üzerinde aşınma yapılmış ve tüm deneyler 40 m yol boyunca yapılmıştır. Deney süresince saniyede 10 veri toplayacak şekilde mesafeye ve deney süresine bağlı sürtünme katsayısı değerleri kaydedilmiştir.

Kuru kořul ařınma deneyi ve katkısız yaę ortamında yapılan ařınma deneyi referans ařınma deneyi olarak alınmıřtır. Kuru kořulda yapılan ařınma deneyi sonrasında bilye üzerinde herhangi bir ařınma izine rastlanmamıřtır. Dolayısıyla sũrtũnme katsayısının daha dũřuk olacaęı yaę ortamında yapılan deneylerde de bilye üzerinde bir ařınma olması beklenmemiřtir. Bu durum ařınmayı sadece altlık malzeme üzerinde yapılacak analizlerle karakterize etmeyi mũmkũn kılmıřtır. Deneylerde kullanılan ařınma cihazının resmi Őekil 3.6.'da verilmiřtir.



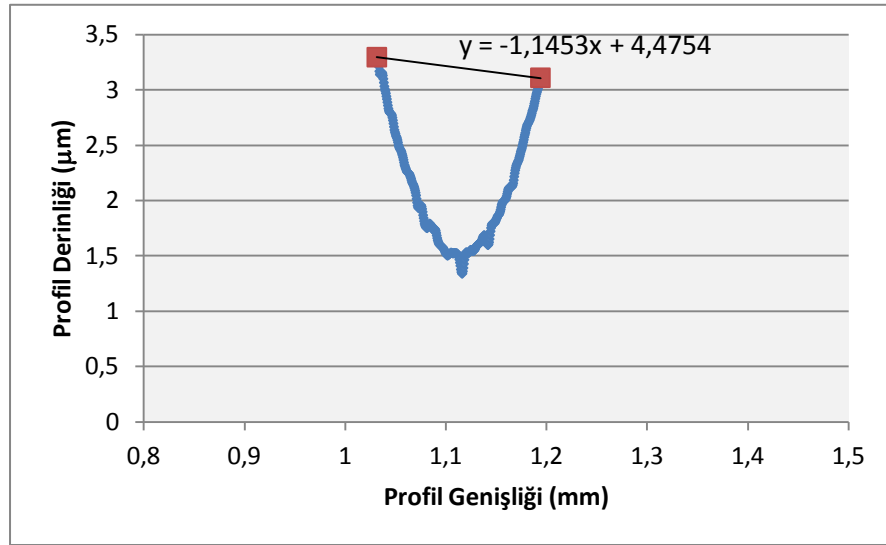
Őekil 3.6. Tribometre ařınma cihazı

Referans deneyler tamamlandıktan sonra numuneler üzerinden ařınma profilleri Mitutoyo SJ-400 profilometre ile ۆlçũlmũřtũr. Ařınma sonrası yũzey pũrũzlũlũk deęerlerine Őizelge 3.2'de yer verilmiřtir.

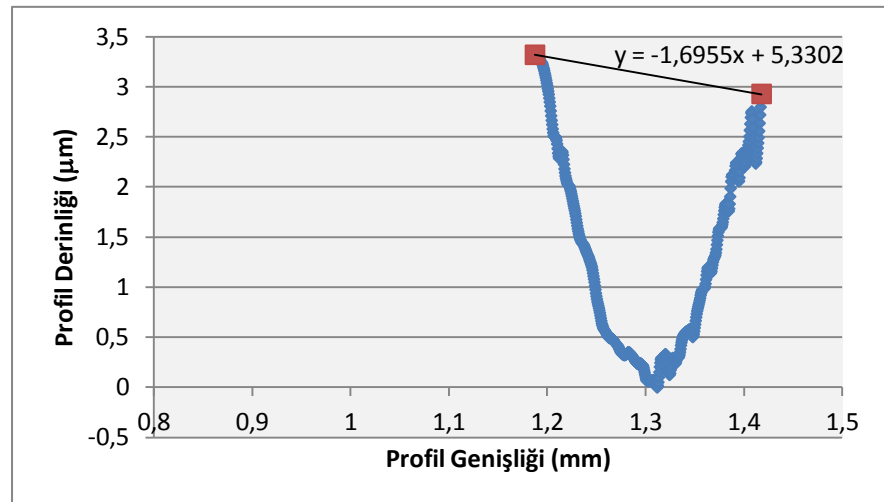
Āizelge 3.2. Ařınma referans deney sonuĀları

Kuru Kořul Ařınma Deneyi		Katkısız Yaę Ařınma Deneyi	
<b>Ra</b>	0,161 $\mu$ m	<b>Ra</b>	0,051 $\mu$ m
<b>Rz</b>	1,21 $\mu$ m	<b>Rz</b>	0,72 $\mu$ m
<b>Rq</b>	0,237 $\mu$ m	<b>Rq</b>	0,096 $\mu$ m

Aşınma sonucunda oluşan alanın hesaplanması amacıyla, profilometre cihazı ölçüm sonucunda elde edilen veri grubu excel ortamına aktarılmıştır. Aşınmaya maruz kalan bölge için, aşınma alanını temsil eden parabolün uç noktalarından geçen doğru denklemi belirlenmiş ve doğru altında kalan alan integral alınarak hesaplanmıştır. Katkısız yağ ve kuru koşul ortamlarında gerçekleştirilen deneyler sonucunda aşınma alanı hesabında kullanılmak üzere çizilen grafiklere Şekil 3.7’de yer verilmiştir.



(a) Katkısız yağ aşınma profili

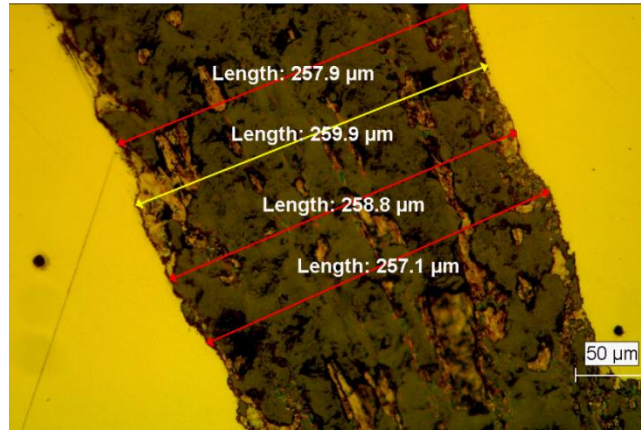


(b) Kuru koşul aşınma profili

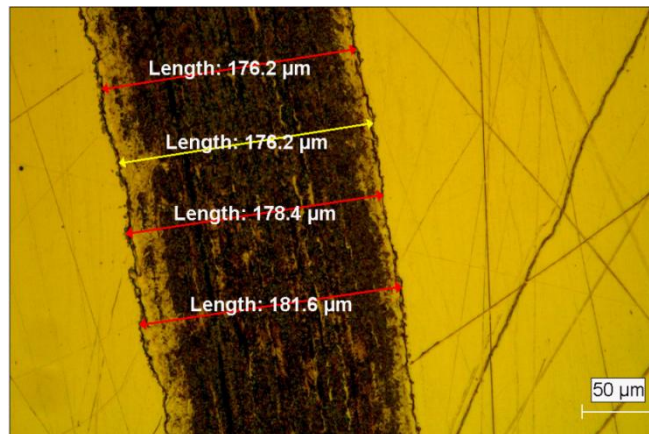
Şekil 3.7. Aşınma alanı yanıt değişkeni için referans deney sonuçları

Kuru kořul deneyi sonucunda, ařınma alanı 438,92  $\mu\text{m}^2$  olarak hesaplanmıřtır. Katkısız yaę ortamında gerekleřtirilen deney sonucunda ise ařınma alanı 186,26  $\mu\text{m}^2$  olarak bulunmuřtur.

Ařınma deneyi sonrasında, ölçölen bir dięer gösterge de ařınma iz geniřlięidir. Deęerler 4 ayrı noktadan ölçölmüřtür. Őekil 3.8 (a)'da kuru kořul referans deney sonucu ölçölmüř ve ortalama 258,425  $\mu\text{m}$  olarak hesaplanmıřtır. Őekil 3.8 (b)'de katkısız yaę ortamında deney gerekleřtirilmiř, iz geniřlięi ortalaması 178,2  $\mu\text{m}$  olarak hesaplanmıřtır.



(a) Kuru kořul ařınma deneyi iz geniřlięi



(b) Katkısız yaę ařınma deneyi iz geniřlięi

Őekil 3.8. İz geniřlięi yanıt deęiřkeni iin referans deney sonuları



Ön karakterizasyon analizleri kapsamında, malzeme sertliği 52 HRc olarak ölçülmüştür. Ayrıca aşınma testine tabi tutulan numunelere ait yüzey profilleri ölçülmüş, numunelerin deney öncesi yüzey profili değerleri tüm numunelerde Ra değeri 0,02 µm seviyesine gelecek şekilde parlatma işlemi yapılmıştır. Aşınma deneylerinin sonrasında, aşınma izleri üzerinden tekrar profil ölçümü yapılmıştır. Aşınma profilleri üzerinden özgül aşınma oranı ve mikroyapı görüntüleri üzerinden görüntü analizörü ile aşınma iz genişlikleri hesaplanmıştır. Aynı zamanda söz konusu değerler çalışma kapsamında performans göstergeleri (yanıt değerler) olarak dikkate alınmıştır. İleri aşınma karakterizasyonu, Taramalı Elektron Mikroskopu (Scanning electron microscopy, SEM) ve Enerji Dağılım Spektroskopisi (Energy dispersive spectroscopy, EDS) analizleri aracılığı ile gerçekleştirilmektedir.

### **3.1.1.1 Malzeme özellikleri**

AISI 4140 krom molibden alaşımlı çelik malzemedir. Makina sistemlerinde yaygın olarak kullanılan AISI 4140 iyi tokluk ve yüksek mukavemet özelliklerine sahiptir. Makine sistemlerinin hemen tümünde aşınma önleyici olarak yağ kullanılmaktadır. Yağ içine katı nano partiküller ekleyerek aşınma özelliklerinin iyileştirilmesi son yılların önemli araştırma konularından olmuştur. AISI 4140 malzemelerin yaygın kullanıldığı uçak gaz türbin dişlileri, nakil parçaları gibi birçok uygulamada nano yağ katkılarının kullanımı mümkündür.

### **3.1.1.2. Yağ karışımı**

Deneyler kapsamında kullanılan tam sentetik SAE 10W40 yağa ait özellikler Çizelge 3.3'de verilmiştir. SAE 10W40 tam sentetik yağ, ekstra koruma istenen uygulamalar için idealdir. Özellikle motorlu taşıtlarda yaygın olarak kullanılmaktadır ve oldukça geniş bir sıcaklık bandında özelliklerini yitirmeden kullanılabilir.

Çizelge 3.3. SAE 10W40 yağ özellikleri

Yoğunluk 15°C (kg/m <sup>3</sup> )	882
Kinematik Viskozite 20 °C (mm <sup>2</sup> /s)	13,7 / 15,1
Akma Noktası °C	-30
Parlama Noktası °C (COC)	206

Sözü edilen yağ, sanayide kullanım alanının yaygınlığı ve ekonomideki kritik önemi sebebiyle çalışmaya konu olmuştur.

### 3.1.1.3. Nanopatiküller

Farklı nano partiküllerin yağ katısı olarak aşınma özelliklerini iyileştirmek amacıyla kullanımı giderek yaygınlaşmaktadır. Literatürde bu konularda yapılmış yayınlar bulunmaktadır. Bu yayınlar genellikle tek bir nano partikül katkının tekil etkisini sorgulamak üzere tasarlanmıştır (Zhou et al., 1999; Xue et al., 1997; Liu and Chen, 2000; Hu and Dong, 1998; Chen and Liu, 2006; Qui et al., 2001; Tao et al., 1996; Rapoport et al., 2001; Chen and Liu, 2001).

Partikül yağ katkılarının sürtünme katsayısını ve aşınma oranını azaltıcı etkisinin; partikül boyutu, şekli ve konsantrasyona bağlı olduğu bilinmektedir (Wu et al., 2007). Chinas-Castillo and Spikes (2003), altın partikülleri kullanarak, partikül büyüklüğünün etkisini araştırmışlardır. Sonuçlar 20 nm'lik partiküllerin daha etkin olduğunu göstermiştir. Bunun sebebinin, 5 nm'lik parçacıkların 20 nm'lik parçacıklara aşınma izleri üzerine daha az tutunabilmeleri gösterilmiştir. Liu et al. (2000), küçük boyutlu nanopatiküllerin, yüzey koruyucu bir film oluşturarak anti-aşındırıcı etkisini arttırdığını ortaya koymuşlardır.

Battez (2008), PAO 6 içerisindeki nanopatikül süspansiyonunun aşınma davranışlarını incelemiştir. Çalışmada, CuO, ZnO ve ZrO<sub>2</sub> partiküllerinin %0,5, %1 ve %2'lik katkılarının 2 dk süreyle aşınma sürecine etkisi araştırılmıştır. 165 N yük, 2 m/s hız ve 3,066 m mesafe koşullarında deneyler gerçekleştirilmiştir. Aşınma testleri

sonucunda, SEM ve EDS analizleri gerçekleştirilmiştir. Çalışma sonucunda, temel yağa kıyasla tüm katkıların sürtünmeyi azaltıcı etki gösterdiği tespit edilmiştir. Tribolojik davranışta en iyi sonucun ZnO ve ZrO<sub>2</sub>'nin %0,5'lik katkılarında görüldüğü, CuO'nun ise en küçük aşınma ve en yüksek sürtünme katsayısını gösterdiği tespit edilmiştir.

Wu et al. (2007) çalışmalarında, API-SF motor yağı ile temel yağın CuO, TiO<sub>2</sub> ve nano elmas partikül katkılarının tribolojik özelliklere etkisini araştırmışlardır. Deneysel sonuçlar, özellikle CuO katkısının standart yağda iyi bir aşınma azaltıcı olduğunu göstermiştir.

Karbon nano tüpler (CNT) metaller üzerindeki önemli etkileri ile bilimsel ve teknolojik alanda gittikçe daha çok önem kazanmaktadır. Araştırmalar, yüksek elastisite modülü, elastik zorlanmalara ve eğilme zorlanmasına dayanım yeteneği gibi mekanik özelliklere sahip olduklarını göstermiştir. Ağırlıkları alışılmış karbon fiberlerin yarısından daha azdır ve çekme mukavemeti ise en az on kat daha fazladır. CNT'ler gelişmiş mekanik özellikleri ve gösterdikleri tribolojik performans nedeniyle kompozit ve kaplama imalatında kullanılmaktadır (Chen et al., 2003). Çalışma kapsamında kullanılacak olan çok duvarlı karbon nanotüplerin, nano dolgu malzemesi olarak mükemmel mekanik dayanım, termal iletkenlik ve termal kararlılık özellikleriyle aşınma direncini artırmak üzere iyi bir alternatif olduğu görülmektedir.

Çinko oksit (ZnO) inorganik bir bileşik olup yaygın olarak plastik, seramik, cam, çimento, yağlayıcı, boya, merhem, yapıştırıcı, pigment başta olmak üzere çok sayıda malzeme ve üründe katkı maddesi olarak kullanılan, su ile çözünmeyen beyaz bir tozdur. Literatürde, çinko oksitin tek başına etkisinin ne olduğunu ele alan aşınma çalışmaları yer almaktadır. Ancak, diğer nano partiküllerle birlikte etkisinin ne olacağına ilişkin herhangi bir çalışmaya rastlanılmamıştır.

Silisyum nitrür (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) silisyum ve azot içeren kimyasal bileşiktir. Geniş bir sıcaklık aralığında, orta ısı iletkenlik, düşük ısı genleşme katsayısı ve seramik için olağandışı yüksek kırılma tokluğu özellikleri gösteren yüksek dayanımına sahip sert bir

malzemedir. Bu özelliklerin bir arada bulunması mükemmel termal şok direnci, yüksek sıcaklıkta yapısal yük dayanım yeteneği ve üstün aşınma direnci kabiliyeti sağlamaktadır. Silisyum nitür, çoğunlukla; gaz türbinleri, otomobil motor parçaları, rulman ve metal işleme ve kesme takımları gibi yüksek dayanıklılık ve yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılmaktadır. Silisyum nitür rulmanlar, NASA uzay mekiklerinin ana motorlarında da kullanılmaktadır. Silisyum nitür, literatürde yağ katkısı olarak aşınmayı azaltıcı etkisinin olduğu bilinen malzemelerden değildir. Ancak,  $Si_3N_4$  gibi sert bir malzeme olan elmasın aşınma azaltıcı etki göstermesi ve aşınma direnci kabiliyetinin bilinmesi çalışma kapsamında bir alternatif olarak ele alınmasını sağlamıştır.

### 3.1.2. Süreç parametrelerinin seçimi

Tribometre cihazında metal, seramik, polimer ve kompozit gibi malzemelerin aşınma deneyleri gerçekleştirilmektedir. Farklı yükler (0,25N' dan 20N'a kadar) altında, farklı bilyeler (çelik,  $Si_3N_4$ , WC,  $Al_2O_3$  gibi) ve farklı hızlar (0,5 cm/s'den 50 cm/s'ye kadar) kullanılarak aşınma deneyleri gerçekleştirilmektedir. Aşınma deneyi sonucunda numunenin sürtünme katsayısı, özgül aşınma oranı ve kullanılan bilyenin aşınma oranı tespit edilmektedir.

Bu çalışmada, aşınma deneyleri 10 N normal yük altında gerçekleştirilmiştir. Deneylerde altlık malzeme olarak AISI 4140 çelik malzeme, karşı cisim olarak WC bilya ( $\varnothing 3$  mm) kullanılmış ve kayma hızı 5 cm/sn olacak şekilde sabitlenmiştir. Aşınma iz çapı 6 mm olup bu yük altında meydana gelen hesaplanmış Hertzian Temas gerilmesi 2,93 GPa'dır.

### 3.1.3. Yanıt deęişkenlerin ölçülmesi

Performans göstergeleri olarak da nitelendirilen yanıt deęişkenleri; aşınma alanı, özgül aşınma oranı ve aşınma iz genişliğidir. CSM marka tribometre cihazı ile gerçekleştirilen her bir deney yaklaşık 15 dakika sürmüştür. Karışım tasarımı deney planı çerçevesinde hazırlanan karışımlar, Design Expert yazılımının önerdiği rassal sırada deney grubuna uygulanmış ve deneyler sonucunda sürtünme katsayıları kayıt altına alınmıştır. Her bir numunenin mikroskopik görüntüleri incelenmiş ve aşınma iz genişlikleri 4 ayrı noktadan ölçülmüştür. Profil ölçümleri yapılmış, aşınma alanları belirlenmiştir. Özgül aşınma oranı değeri ise, aşınma alanından hareketle hesaplanmıştır.

Aşınma testleri sonrası, SEM ve EDS analizleri ile bu tez çalışması kapsamında detaylı olarak deęinilmeyecek olan, ileri analizler gerçekleştirilecektir.

### 3.2. Sürecin Analizi ve Önerilen İstatistiksel Çözüm Yaklaşımı

Karışım tasarımları; faktörlerin karışımın bileşenleri ve yanıt değişkeninin de her bir bileşenin oranlarının bir fonksiyonu olduğu özel bir durumdur. İzleyen alt bölümlerde, ele alınan yanıt değişkenler çerçevesinde deney planları ve herbir yanıt için analiz sonuçlarına yer verilmiştir.

#### 3.2.1 Faktörler, sınırlar ve tasarım noktalarının belirlenmesi

SAE10W40 yağı içerisinde ZnO, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve CNT nanopartiküllerinin % 0,2'lik katkı düzeyinde, birlikte ve ayrı ayrı etkileri araştırılmıştır. Her bir deney için toplamda 46 gramlık yağ ve nanopartikül karışımı hazırlanmış, toplam katkı miktarı en çok 0,092 gram olarak belirlenmiştir. Belirtilen katkı düzeyi, % 0,2'lik bileşime karşı gelmektedir. Daha yüksek oranlarda kullanılan katkıların aglomerasyona (topaklanma) yol açtığı görülmüş ve bu sebeple söz konusu değerler üst sınır olarak belirlenmiştir. Literatürde benzer nanopartiküllerle yapılmış çalışmalar yer almakla birlikte, nanopartiküllerin birlikte etkileşimlerin araştırılmasına yönelik bir çalışmaya rastlanamamıştır. Bu sebeple, her bir nanopartikülün davranışını izleyebilmek adına alt sınır sıfır, üst sınır ise kullanılabilir enbüyük yüzde partikül bileşimi (gram) olarak belirlenmiştir. Sonuç olarak, literatürdeki çalışmalar ve uzman görüşlerinden hareketle katkıların alt ve üst limitleri:

$$0 \leq \text{ZnO} \leq 0,092, 0 \leq \text{Si}_3\text{N}_4 \leq 0,092, 0 \leq \text{CNT} \leq 0,092 \quad (3.1)$$

şeklinde belirlenmiştir.

Bileşenlerin oransal olarak toplamı yüzde yüzlük bileşime, bir diğer ifadeyle toplam kullanılabilir katkı miktarına eşit olacak şekilde belirlenmiştir. Karışım tasarımında kullanılan katkıların yanıtlar üzerindeki etkilerini görebilmek üzere, Design-Expert yazılımından yararlanılmıştır. Eşitlik 3.1'de belirtilen kısıtlar çerçevesinde, simpleks kafes deney planı türetilmiştir.

### 3.2.2 Aşınma alanı yanıt değişkenine ilişkin analizler

Aşınma sonuçlarının analizinde kullanılan göstergelerden ilki, aşınan bölgenin büyüklüğüdür. Söz konusu büyüklüğü tespit etme ve karşılaştırma aşınan en büyük derinliğin tespiti ile mümkün olabileceği gibi, aşınan alanın toplam büyüklüğünün tespiti ile de mümkün olmaktadır. Çalışma kapsamında, gerçeği temsil etme yeteneğinin fazla olması sebebiyle aşınan toplam alan yönüyle karşılaştırma yapılmıştır. Yazılım aracılığıyla türetilen simpleks kafes deney tasarım planına ve karşı gelen aşınma alanı yanıt değişkeni ölçüm değerlerine EK-4’te yer verilmiştir. Deneyler gerçekleştirilirken, yazılım tarafından önerilen rassal deney sırası dikkate alınmıştır. Karışım tasarımında yer alan noktalardan hareketle deneyler gerçekleştirilmiştir. Deneyler sonucunda her bir numunenin profil ölçümleri yapılmıştır. Karşı gelen ölçümler sonucu, aşınma testi profil ölçüm sonuçlarına EK-5’te yer verilmiştir.

#### 3.2.2.1 Model seçimi ve regresyon analizi

Uygun modelin belirlenmesi amacıyla Design Expert yazılımından yararlanılmıştır. En büyük  $R^2$  ve en küçük standart sapma değerlerine karşı gelen model önerilmiştir. Model seçimi için yazılımın önerdiği model uygunluk ve uyum yetersizliği sonuçları EK-6’da yer almaktadır. Model seçiminde kullanılan istatistiklere ilişkin sonuçlar Çizelge 3.4’de gösterilmektedir.

Çizelge 3.4. Aşınma alanı yanıt değişkeni model seçimi

Model	Std. Sapma	$R^2$	Düzeltilmiş $R^2$	Tahmin edilen $R^2$	
Doğrusal	31,79882	0,090093	-0,03989	-0,29869	
Karesel	27,20271	0,476804	0,238988	-0,30515	
Özel Kübik	28,21783	0,488207	0,181131	-0,60996	
Kübik	5,865473	0,984521	0,964619	0,88242	<b>Önerilen</b>

Yazılım tarafından, en yüksek  $R^2$  ve en küçük standart sapma değerine sahip olması itibariyle süreci temsil etmek üzere kübik model önerilmiştir. Aşınma alanı yanıt değişkeni için varyans analizi tablosu Çizelge 3.5'de yer almaktadır.

Çizelge 3.5. Aşınma alanı yanıt değişkeni için varyans analizi tablosu

<b>Kaynak</b>	<b>Kareler Toplamı</b>	<b>sd.</b>	<b>Kareler Ortalaması</b>	<b>F değeri</b>	<b>p-değeri</b>
<b>Model</b>	15317,1	9	1701,9	49,4685	< 0,0001
<b>Doğrusal Karışım</b>	1401,66	2	700,828	20,3707	0,0012
<b>AB</b>	2745,39	1	2745,39	79,7991	< 0,0001
<b>AC</b>	4883,38	1	4883,38	141,943	< 0,0001
<b>BC</b>	45,2485	1	45,2485	1,31522	0,2891
<b>ABC</b>	421,45	1	421,45	12,2501	0,01
<b>AB(A-B)</b>	5296,65	1	5296,65	153,956	< 0,0001
<b>AC(A-C)</b>	1728,06	1	1728,06	50,2287	0,0002
<b>BC(B-C)</b>	2688,65	1	2688,65	78,1498	< 0,0001
<b>Artık</b>	240,826	7	34,4038		
<b>Uyum yetersizliği</b>	169,033	3	56,3443	3,13925	0,149
<b>Saf hata</b>	71,7934	4	17,9484		
<b>Toplam</b>	15558	16			

Modelin F değerinin 49,47 ve p-değerinin  $0,0001 < 0,05$  olması modelin anlamlılığını göstermektedir. Ayrıca, model terimlerinin "Prob > F" değerinin  $< 0,05$  olması da modelin geçerliliğini desteklemektedir. Yazılım, p'nin 0,10'dan büyük değerleri için model terimlerinin anlamlı olmadığını kabul etmektedir. Modelde, çok sayıda kritik öneme sahip olmayan terim mevcut olması halinde model indirgenmesi önerilmiştir, ancak sadece BC ikili etkileşiminin kritik öneme sahip olmadığı görülmüş ve hiyerarşik yapı da dikkate alınarak ilgili ikili etkileşim modelden çıkarılmamıştır. Model için gerçekleştirilen uyum yetersizliği testi sonucunda F değeri 3,14 ve p-değeri  $0,1490 > 0,05$  olarak hesaplanmıştır. Bu durumda, uyum yetersizliğinin anlamlı olmadığı



söylenbilir. Mevcut durumda, AB, AC, ABC, AB(A-B), AC(A-C), BC(B-C) modelin anlamlı etki oluşturan etkileşim terimleridir.

A, B ve C göreceli olarak ZnO, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve Karbon Nano Tüpü göstermek üzere, aşınma alanı için belirlenen uygun regresyon denklemi (3.2) izleyen şekildedir:

$$Y_{\text{aşınma alanı}} = 1437,615 * A + 1472,586 * B + 1242,559 * C - 21684,2 * A * B - 31787,9 * A * C - 3059,450 * B * C + 741480,0155 * A * B * C + 702125,559 * A * B * (A - B) - 438433,693 * A * C * (A - C) + 551322,147 * B * C * (B - C) \quad (3.2)$$

$$S = 5,87 \quad R^2 = \% 98,45 \quad R_d^2 = \% 96,46 \quad R_{\text{tahmin}}^2 = \% 88,24$$

$$\text{Durbin-Watson İstatistiği} = 1,62034$$

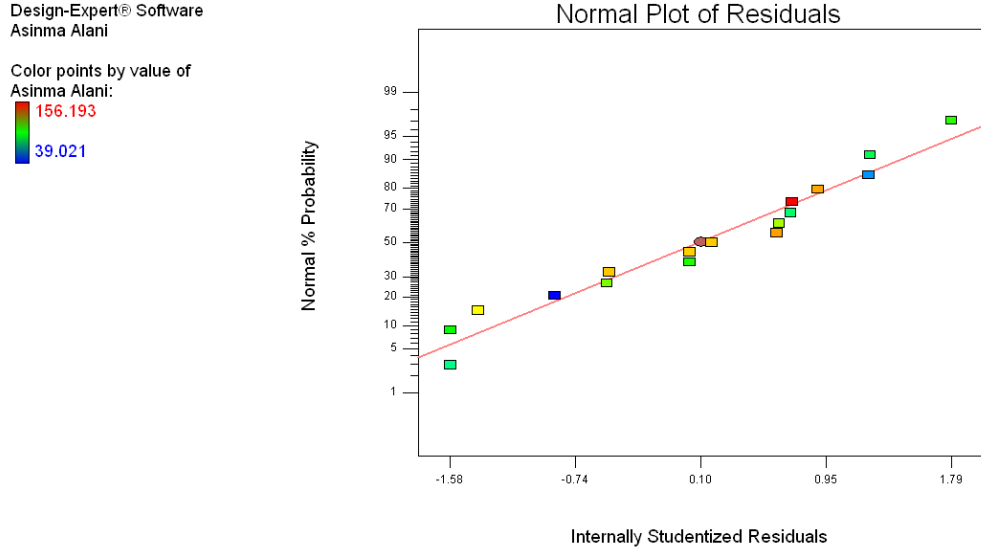
Mendenhall and Sincich (2003), regresyon analizi için geçerli varsayımların karışım deneyleri için de geçerli olduğunu belirtmiştir. Hata teriminin olasılık dağılımına ilişkin izleyen dört temel varsayım kontrol edilmiştir.

- Hata teriminin ortalaması sıfırdır.
- Her bağımsız değişken için hata teriminin olasılık dağılımının varyansı sabittir.
- Hata terimleri normal dağılır.
- Herhangi iki terime ilişkin hatalar bağımsızdır.

Karışım tasarımında, klasik artıkların analizi yerine, standartlaştırılmış artıkların (studentized residuals) analizinin dikkate alınması önerilmiştir (Myers and Montgomery, 2002). Söz konusu varsayımların sağlanması, en küçük kareler yöntemi tahminleyicilerinin güvenilirliğini garanti etmek bakımından da önemlidir. Artık grafikleri ve test istatistikleri raporları ile varsayımların sağlanıp sağlanmadığı kontrol edilebilmektedir.

Söz konusu analizler, Design Expert yazılımı istatistiksel durum raporları aracılığıyla gerçekleştirilmiştir. Artıkların analizi, klasik regresyon analizinden

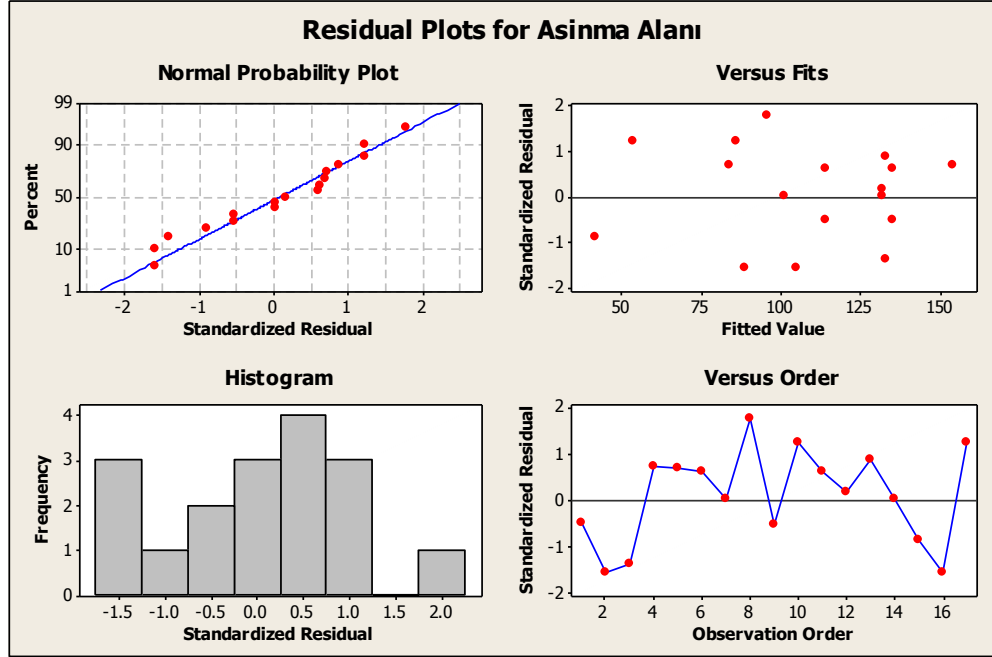
bağımsız olarak, önerildiği gibi standartlaştırılmış artıklar (studentized residuals) dikkate alınarak gerçekleştirilmiştir. Böylece, yanıtların ölçülen gerçek birimleri yerine, artıkların standart sapması cinsinden izlenmesi mümkün olabilmektedir. Aşınma alanı yanıt değişkeni için artıkların normal dağıldığı Şekil 3.9'da görülmektedir.



Şekil 3.9. Aşınma alanı için standartlaştırılmış içsel artıklar grafiği

Düz kırmızı çizgiden olan sapmalar, dönüşümle düzeltilmesi mümkün olabilen normal olmayan duruma işaret etmektedir. Aşınma alanı yanıt değişkeni için artıkların olasılık dağılımı, temel regresyon varsayımı olan normalliğin karşılandığının göstergesidir.

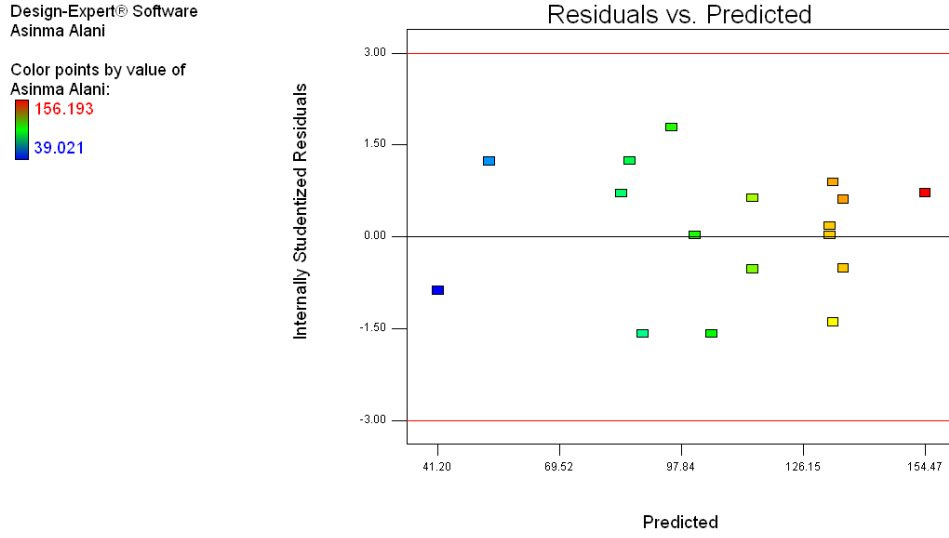
Ayrıca, Minitab yazılımı aracılığıyla da aşınma alanı yanıt değişkeni için normallik varsayımları kontrol edilmiştir. Sonuçlar, Şekil 3.10'da görülmekte olup, artıkların normal dağıldıkları hipotezi reddedilememiş ve normallik varsayımlarının sağlandığını doğrulanmıştır.



Şekil 3.10. Aşınma alanı yanıt değişkeni için artık analiz grafikleri

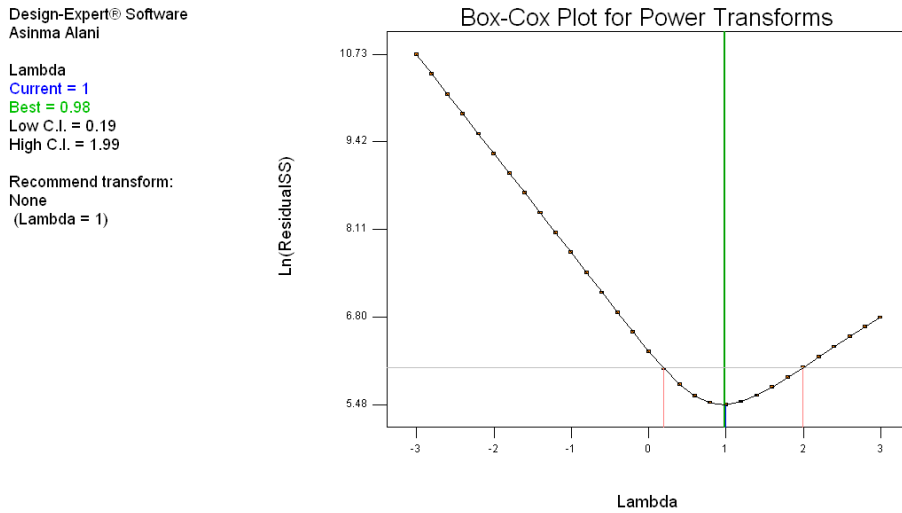
Ek olarak, artıkların bağımsızlığı Minitab yazılımında mevcut olan Durbin-Watson test istatistiği aracılığıyla kontrol edilmiştir. Klasik Durbin-Watson tabloları, sabit terim içermeyen regresyon modelleri için uygun olmamaktadır. Bunun yerine, Farebrother (1980) tabloları kullanılmaktadır. Durbin-Watson test istatistiği sıfır ile dört arasında değer almakta, sıfıra yakın sonuçlar pozitif yönde korelasyon olduğunu, dörde yakın değerler negatif korelasyon olduğu göstermektedir. Sıfır hipotezi artıklar arasında korelasyon olmadığı, alternatif hipotez ise pozitif ya da negatif korelasyon mevcut şeklinde kurulmaktadır. Durbin-Watson istatistiği sonucu 1,6203 olarak hesaplanmıştır. Söz konusu değer, tabloda belirtilen alt sınırın altında ve üst sınırın üzerinde olmadığı için, artıklar arasında korelasyon olmadığı doğrulanmıştır.

Sabit varyans varsayımı ise artıklara karşı gelen tahmin değerleri grafikleriyle kontrol edilmiştir. Grafikte, sıfır çizgisi etrafında rassal bir dağılım beklenmektedir. Aksi durumda, yanıt değişken için veri dönüşümü gerekli olacaktır. Söz konusu grafik Şekil 3.11’de görüldüğü gibi, belirgin şekilde bir desen göstermemiştir ve bu durum sabit varyans varsayımını doğrulamaktadır.



Şekil 3.11. Aşınma alanı yanıt değişkeni için artıklar grafiği

Herhangi bir dönüşüme gerek olup olmadığını tespit etmek üzere Box-Cox grafiği incelenmiştir. Artıkların kareler toplamının doğal logaritması alınarak oluşturulan eğrinin enküçük noktası, önerilen eniyi lambda değerini göstermektedir. Eğer, yüzde 95 güven aralığında değer “1” ise herhangi bir dönüşüm önerilmemektedir. Aşınma alanı yanıt değişkeni için herhangi bir dönüşüme gerek olmadığı (Lambda=1) görülmüştür. Aşınma alanı yanıt değişkeni için Box-Cox dönüşüm grafiğine Şekil 3.12’de yer verilmiştir.



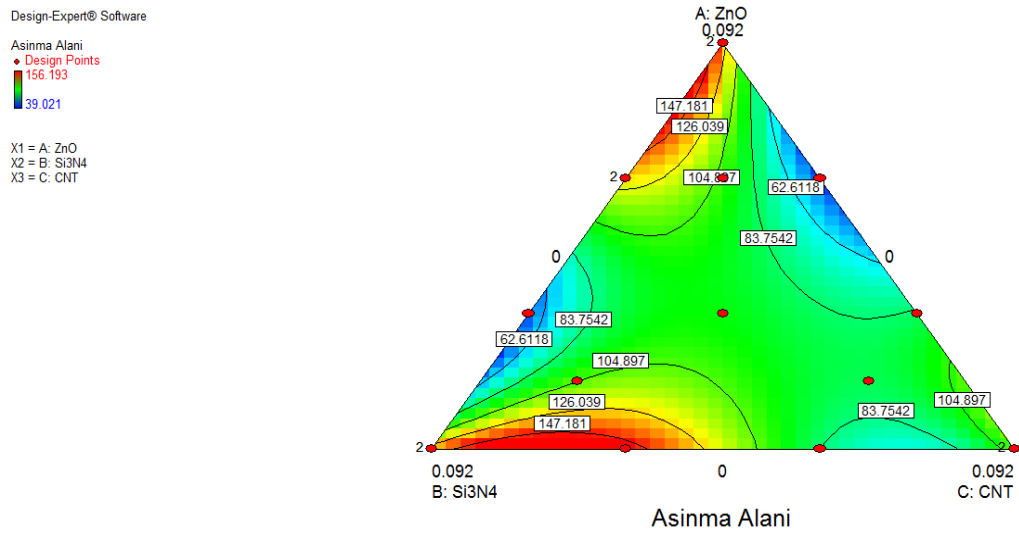
Şekil 3.12. Aşınma alanı yanıt değişkeni için Box-Cox grafiği

Ayrıca, aşınma alanı yanıt değişkeni için uç noktalar ve benzeri özel durum istatistikleri de kontrol edilmiş ve tüm bu analizlerin yer aldığı model yeterliliği durum istatistikleri raporuna EK-7’de yer verilmiştir. Rapor, gerçekleşen ve tahmin değerlerin birbirine oldukça yakın olduğunu göstermektedir.

Gerçekleşen ve tahmin değerleri farkı, artıklar (residuals) olarak ifade edilmektedir. Leverage, 0 ile 1 arasında değişen bir değer olup, her bir tasarım noktasının model tahmin değerlerini ne derecede etkilediğinin bir göstergesidir. Değerin “1” olması, tahmin değerinden elde edilen sonuç ile deneysel gözlem sonucunun aynı olduğu anlamına gelmektedir. Diğer deyişle, her bir noktanın model uygunluğunu ne derecede etkilediğinin bir göstergesidir. Uç noktalar için özel sebeplerin araştırılması, gerekirse deney tekrarı gerekli olmaktadır. Aşınma alanı yanıt değişkeni için böyle bir durum söz konusu değildir. İçsel Standartlaştırılmış Artıklar (Internally Studentized Residuals), gerçekleşen ve tahmin değerlerinin uzaklığının standart sapma cinsinden bir ölçüsüdür. Dışsal Standartlaştırılmış Artıklar (Externally Studentized Residuals) ise, gerçekleşen ve tahmin değerleri için uç noktaların bulunması durumunda, söz konusu noktaları analiz dışı bırakmak üzere, özel sebeplerin araştırılmasını gerektirmektedir. Eğer, böyle bir sebep mevcut ise, deney tekrarına gidilmesi ya da noktanın analiz dışı bırakılması önerilmektedir. DFFITS değeri, her bir noktanın tahmin değerleri üzerindeki etkisinin bir göstergesidir ve standartlaştırılmış bir değerdir. Cook mesafesi (Cook’s Distance) ise, belirtilen nokta analizden çıkarıldığı durumda, regresyondaki değişimin bir ölçüsüdür. Diğer noktalara göre çok uzakta olan bir noktanın var olması durumunda, bu durumun özel bir nedenden kaynaklanıp kaynaklanmadığının araştırılması önerilmektedir.

Durum istatistikleri bir bütün olarak düşünüldüğünde, model uygunluğunu bozacak uç noktaların varlığı tespit edilememiştir. Söz konusu regresyon varsayımların geçerliliği doğrulanmıştır. Bu durum, önerilen modelin kullanılabilirliğinin bir göstergesidir.

Aşınma alanı yanıt değişkenine ilişkin model grafiği Şekil 3.13’de görülmektedir. Grafik üzerindeki çizgiler, eş yükselti eğrilerini temsil etmekte olup, farklı bileşimlere ait yanıt değerlerini göstermektedir. Model grafiklerinde, aşınma alanı yanıt değişkeninin saf bileşimler için büyük değerler aldığı görülmektedir. İkili bileşimlerde ise nispeten küçük değerler elde edilebilmiş olması, eniyi bileşimlere ikili ya da üçlü bileşimlerle ulaşılabileceğinin bir göstergesidir.



Şekil 3.13. Aşınma alanı yanıt değişkeni model grafiği

Koyu mavi alanlar, aşınma alanı göstergesi için küçük değerleri, kırmızı alanlar ise büyük değerleri temsil etmektedir. Temel amaç, aşınma alanının enküçülenmesi iken, Şekil 3.13’da gösterilen mavi bölgelerin, ZnO ve CNT ile Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve CNT bileşimlerini ifade etmesinden hareketle, söz konusu bölgelerin yanıt değişkenler için uygun bileşimlere işaret ettiği görülmektedir. Elde edilen sonuçlardan hareketle, söz konusu partiküllerin oluşturduğu birlikte etkileşimin aşınma alanı yanıt değişkeni üzerinde etkili olduğu söylenebilmektedir. Ancak en uygun bileşime karar vermek üzere, diğer göstergelerle birlikte analiz uygun olacaktır.

Aşınma alanı yanıt değişkenine ilişkin üç boyutlu yüzey grafiği Şekil 3.14'de verilmiştir. Üç boyutlu yüzey grafiği de yüzey grafiği gibi aynı ikili bileşimlerin daha etkili sonuç verebildiği görüşünü desteklemektedir.

Design-Expert® Software

Asınma Alanı

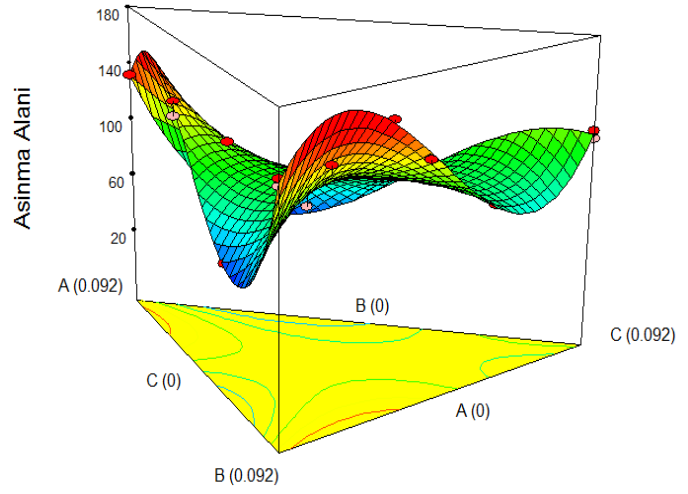
156.193

39.021

X1 = A: ZnO

X2 = B: Si3N4

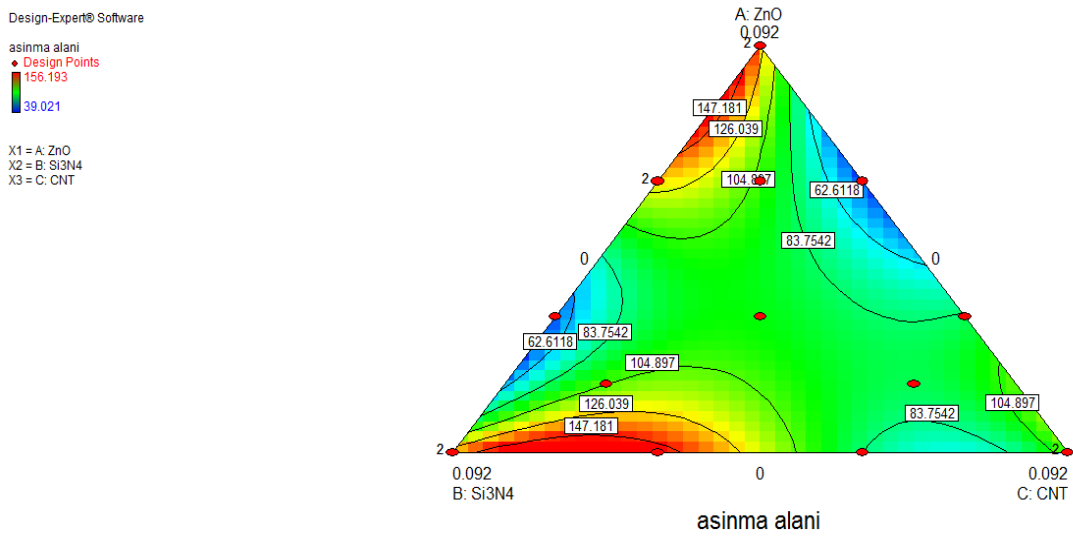
X3 = C: CNT



Şekil 3.14. Aşınma alanı yanıt değişkeni üç boyutlu yüzey grafiği

### 3.2.2.2 Aşınma alanı yanıt değişkeninin eniyilenmesi

Aşınma alanı yanıt değişkeninin eniyi değerini belirlemek üzere Design Expert yazılımının eniyileme modülü kullanılmıştır. Eniyileme sonucu elde edilen yüzey grafiği Şekil 3.15’de görüldüğü gibidir.



Şekil 3.15. Aşınma alanı eniyileme yüzey grafiği

Aşınma alanı tek başına yanıt değişkeni olarak düşünülüp enküçülenmeye çalışıldığında elde edilen yerel eniyi sonuçlara Çizelge 3.6’de yer verilmiştir. Aşınma alanı yanıt değişkeni tek başına enküçülenmeye çalışılırsa, önerilen eniyi bileşim ZnO ve CNTnin ikili bileşimi olmaktadır. Yazılım, ilgili partiküller için, 0,062 gram ZnO ile 0,030 gram CNT karışımının iyi sonuç vereceğini öngörmektedir.

Çizelge 3.6. Aşınma alanı yanıt değişkeni yerel eniyileme sonuçları

Number	ZnO	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	CNT	Aşınma Alanı (µm <sup>2</sup> )	İstek	
1	0,062	0	0,030	41,33225	0,980278	<b>Önerilen</b>
2	0,024	0,068	0	48,86352	0,916003	



Genel olarak deęerlendirildięinde, binde ikilik partikül katkısı için yapılan analizlerde, %67 oranında ZnO ve %33 oranında CNT karışımının aşınma alanı için enküçükleme amacına uygun olarak eniyi sonucu vereceęi öngörülmektedir. Önerilen ikinci bileşim ise, ZnO ve Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ikili bileşimidir. Eniyileme sonuçlarına baęlı olarak, toplamda binde ikilik partikül katkısı için %26 oranında ZnO ve %74 oranında Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> bileşiminin de iyi sonuç vereceęi öngörülmektedir. Ancak, söz konusu sonuçların geçerlilięinin söylenebilmesi için doęrulama deneylerinin gerçekleştirilmesi gerekmektedir.

### 3.2.3 Özgül aşınma oranı yanıt değişkenine ilişkin analizler

Özgül aşınma oranı yanıt değişkeni aşınma alanından hareketle hesaplanan bir gösterge olup, aşınma alanından hareketle hesaplanmıştır. Aşınma alanından hareketle hesaplanan özgül aşınma oranı değerlerine EK-8'de yer verilmiştir. Model seçiminde kullanılan model istatistiklerine ilişkin sonuçlara Çizelge 3.7'da yer almaktadır.

Çizelge 3.7. Özgül aşınma oranı yanıt değişkeni model seçimi

Model	Std. Sapma	R <sup>2</sup>	Düzeltilmiş R <sup>2</sup>	Tahmin edilen R <sup>2</sup>	
Doğrusal	1,499949	0,090092	-0,0399	-0,29869	
Karesel	1,283151	0,476803	0,238987	-0,30515	
Özel Kübik	1,331035	0,488206	0,18113	-0,60996	
Kübik	0,276674	0,984521	0,964619	0,882426	<b>Önerilen</b>

En yüksek R<sup>2</sup> ve en küçük standart sapma değerine sahip olması itibariyle kübik model önerilmiştir.

A, B ve C göreceli olarak ZnO, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve Karbon Nano Tüpü göstermek üzere, özgül aşınma oranı için belirlenen uygun regresyon denklemi (3.3) izleyen şekildedir:

$$\begin{aligned}
 Y_{\text{özgül aşınma oranı}} \cdot 10^{-6} = & 67,80876 * A + 69,45828 * B + 58,60801 * C - 1022,84 * A \\
 & * B - 1499,43 * A * C - 144,312 * B * C + 34975,51 * A * B * C + 33119,23 * \\
 & A * B * (A - B) - 20680,9 * A * C * (A - C) + 26005,9 * B * C * (B - C)
 \end{aligned} \quad (3.3)$$

$$S = 0,276 \quad R^2 = \% 98,45 \quad R_d^2 = \% 96,46 \quad R_{\text{tahmin}}^2 = \% 88,24$$

$$\text{Durbin-Watson İstatistiği} = 1,62033$$

Aşınma alanından hareketle türetilen bir gösterge olması itibariyle, varyans analizi tablosu, normallik varsayımlarının geçerliliği ve eniyileme sonucunda önerilen bileşim aşınma alanı ile aynı olmaktadır. Belirtilen sebeplerle, aynı hesaplamalara bir kez daha yer verilmemiştir.

### 3.2.4 Aşınma iz genişliği yanıt değişkenine ilişkin analizler

Aşınma deneyleri sonucunda elde edilen göstergelerden biri de aşınma iz genişliğidir. Yazılım aracılığıyla türetilen simpleks kafes deney tasarım planına ve karşı gelen iz genişliği ölçüm değerlerine EK-9'da yer verilmiştir. Deneyler gerçekleştirilirken, yazılım tarafından önerilen rassal deney sırası dikkate alınmıştır. Karışım tasarım planında yer alan noktalardan hareketle deneyler gerçekleştirilmiş ve aşınma iz genişliği yanıt değişkeni, süreçteki değişkenliği azaltmak ve deneysel hatayı en aza indirebilmek üzere 4 ayrı noktadan ölçülmüştür. Mikroyapı görüntüleri üzerinden görüntü analizörü ile aşınma iz genişlikleri hesaplanmıştır. Deneylere ilişkin iz genişliği yanıt değişkeni mikroyapı görüntülerine EK-10'da yer verilmiştir.

#### 3.2.4.1 Model seçimi ve regresyon analizi

Uygun modelin belirlenmesi amacıyla Design Expert yazılımından yararlanılmıştır. En yüksek  $R^2$  ve en küçük standart sapma değerlerine karşı gelen model önerilmiştir. Model seçimi için yazılımın önerdiği model uygunluk ve uyum yetersizliği sonuçları EK-11'de yer almaktadır. Model seçiminde kullanılan istatistiklere ilişkin sonuçlar Çizelge 3.8'de gösterilmektedir.

Çizelge 3.8. İz genişliği yanıt değişkeni model seçimi

Model	Std. Sapma	$R^2$	Düzeltilmiş $R^2$	Tahmin edilen $R^2$	
<b>Doğrusal</b>	17,96281	0,13999	0,017135	-0,30790	
<b>Karesel</b>	13,31244	0,62886	0,460166	0,05579	
<b>Özel Kübik</b>	13,74444	0,64035	0,424561	-0,16508	
<b>Kübik</b>	4,044757	0,97819	0,950165	0,75442	<b>Önerilen</b>

Yazılım tarafından, en yüksek  $R^2$  ve en düşük standart sapma değerine sahip olması itibariyle süreci temsil etmek üzere kübik model önerilmiştir. Aşınma iz genişliği yanıt değişkenine ilişkin varyans analizi tablosu Çizelge 3.9'da yer almaktadır.

Çizelge 3.9. Aşınma iz genişliği yanıt değişkeni için varyans analizi tablosu

Kaynak	Kareler Toplamı	sd.	Kareler Ortalaması	F değeri	p-değeri
<b>Model</b>	5138,082	9	570,898	34,89583	< 0,0001
<b>Doğrusal Karışım</b>	735,3261	2	367,6631	22,47321	0,0009
<b>AB</b>	2283,618	1	2283,618	139,5849	< 0,0001
<b>AC</b>	1051,579	1	1051,579	64,27723	< 0,0001
<b>BC</b>	124,6328	1	124,6328	7,618112	0,0281
<b>ABC</b>	124,0829	1	124,0829	7,584499	0,0283
<b>AB(A-B)</b>	967,6199	1	967,6199	59,14525	0,0001
<b>AC(A-C)</b>	965,4204	1	965,4204	59,0108	0,0001
<b>BC(B-C)</b>	241,0171	1	241,0171	14,73204	0,0064
<b>Artık</b>	114,5204	7	16,36006		
<b>Uyum Yetersizliği</b>	84,37043	3	28,12348	3,731141	0,1179
<b>Saf Hata</b>	30,15	4	7,5375		
<b>Toplam</b>	5252,602	16			

Modelin F değerinin 34,90 ve p-değerinin  $0,0001 < 0,05$  olması modelin anlamlılığını göstermektedir. Model terimlerinin "Prob > F" değerinin  $< 0,05$  olması da anlamlılığı göstermektedir. Yazılım, 0,10'dan büyük değerler için model terimlerinin anlamlı olmadığı kabul etmektedir. Çok sayıda anlamlı olmayan terim mevcut olması halinde model indirgenmesine gidilmesi önerilmiştir. Model için gerçekleştirilen uyum yetersizliği testi sonucunda F değeri 3,73 olarak hesaplanmıştır. Bu durumda uyum yetersizliğinin anlamlı olmadığı söylenebilir. Mevcut durumda, AB, AC, BC, ABC, AB(A-B), AC(A-C), BC(B-C) modelin anlamlı etki oluşturan etkileşim terimleridir.

A, B ve C göreceli olarak ZnO, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve Karbon Nano Tüpü (CNT) göstermek üzere, uygun regresyon denklemi (3.4) izleyen şekildedir:

$$Y_{\text{iz genişliği}} = 1744,427 * A + 1758,566 * B + 1435,178 * C - 19776,6 * A * B - 14751,1 * A * C - 5077,59 * B * C + 402329,83 * A * B * C + 300100,33 * A * B * (A - B) - 327705,065 * A * C * (A - C) + 165067,78 * B * C * (B - C) \quad (3.4)$$

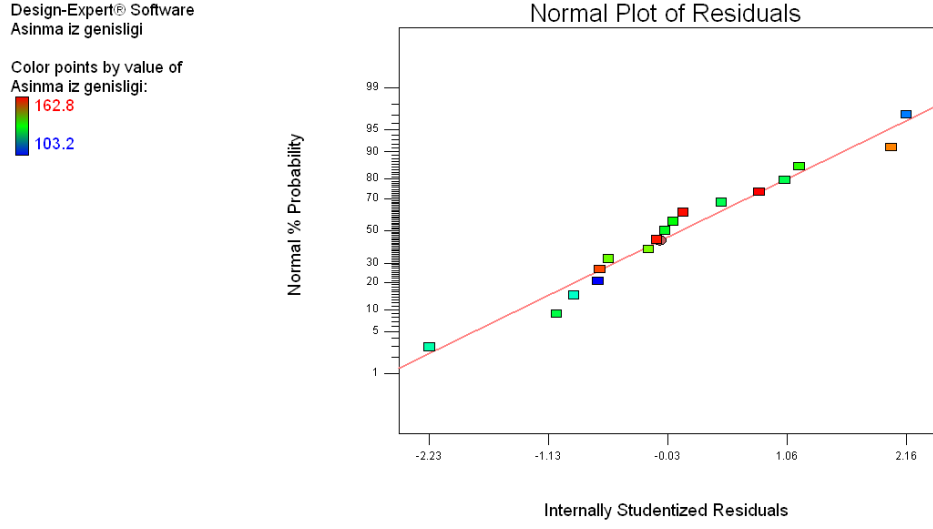
$$S = 4,04 \quad R^2 = \% 97,82 \quad R_d^2 = \% 95,02 \quad R^2_{\text{tahmin}} = 75,44$$

$$\text{Durbin-Watson İstatistiği} = 1,5532$$

Aşınma alanı ve aşınma iz genişliği yanıt değişkenleri için söz edilen regresyon varsayımları, aşınma iz genişliği yanıt değişkeni için de kontrol edilmiştir. Myers and Montgomery (2002)'nin önerdiği gibi, klasik artıklar yerine, karışım tasarımlarında içsel ve dışsal artıkların analizi dikkate alınmıştır. Söz konusu varsayımların sağlanması, enküçük kareler yöntemi tahminleyicilerinin güvenilirliğini garanti etmek için önemli olup, artık grafikleri ve test istatistikleri raporları ile varsayımların sağlanıp sağlanmadığı kontrol edilebilmektedir.

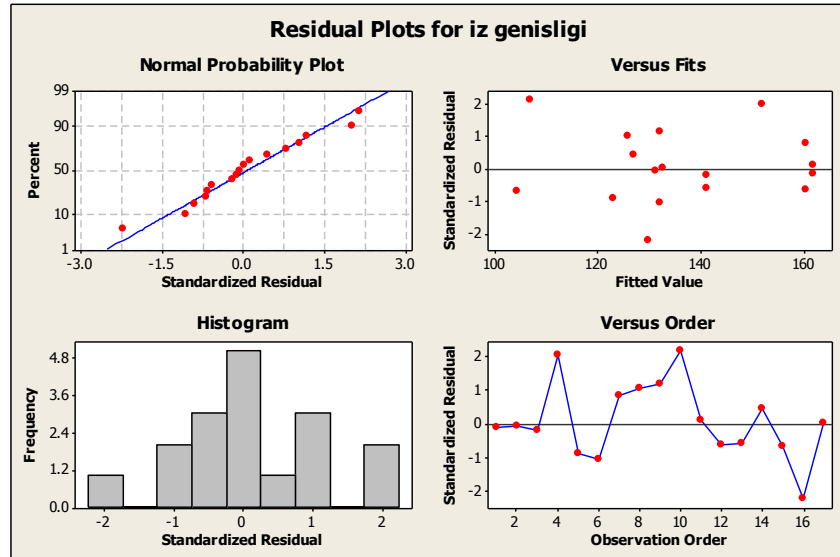
Söz konusu analizler Design Expert yazılımı istatistiksel durum raporları aracılığıyla gerçekleştirilmiştir. Artıkların analizi, klasik regresyon analizinden bağımsız olarak standartlaştırılmış içsel artıklar dikkate alınarak yapılmıştır. Böylece, yanıtların ölçülen gerçek birimleri yerine, artıkların standart sapması cinsinden izlenmesi mümkün olmuştur. Artıkların normal dağılım görünümü Şekil 3.16'da görülmektedir.

Düz kırmızı çizgiden olan sapmalar, dönüşümle düzeltilmesi mümkün olabilen normal olmayan duruma işaret etmektedir. Aşınma iz genişliği yanıt değişkeni için artıkların olasılık dağılımı, temel regresyon varsayımı olan normalliğin karşılandığını göstermektedir.



Şekil 3.16. Aşınma iz genişliği için standartlaştırılmış içsel artıklar grafiği

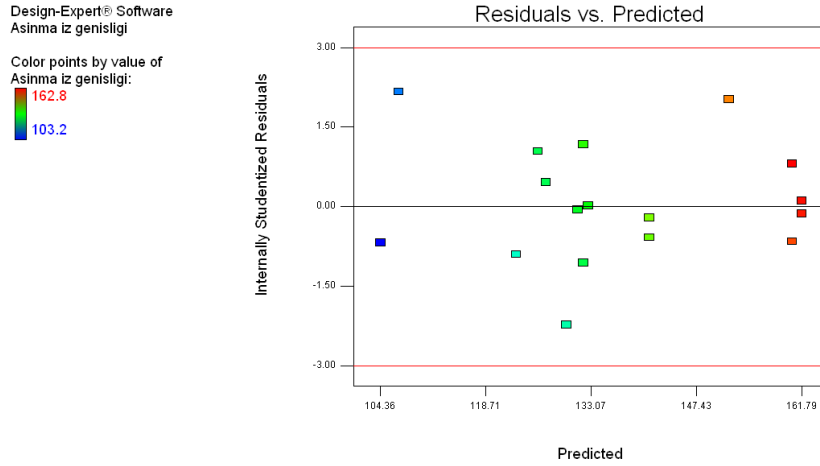
Ayrıca, Minitab yazılımı aracılığıyla aşınma iz genişliği yanıt değişkeni için normallik varsayımları kontrol edilmiştir. Sonuçlar, Şekil 3.17’de görülmekte olup, artıkların normal dağıldıkları hipotezi reddedilememiş ve normallik varsayımlarının sağlandığını doğrulanmıştır.



Şekil 3.17. Aşınma iz genişliği yanıt değişkeni için artık analiz grafikleri

Ek olarak, artıkların bağımsızlığı Minitab yazılımında mevcut olan Durbin-Watson test istatistiği aracılığıyla kontrol edilmiştir. Analiz sonucunda, Durbin-Watson istatistiği, 1,5532 olarak hesaplanmıştır. Söz konusu değer, artıklar arasında korelasyon olmadığını doğrulamaktadır.

Sabit varyans varsayımı, artıklara karşı gelen tahmin değerleri grafikleriyle kontrol edilmiştir. Grafikte sıfır çizgisi etrafında rassal bir dağılım beklenmektedir. Aksi durumda, yanıt için verilerin dönüştürülmesi gerekliliği söz konusu olabilecektir. Söz konusu grafik Şekil 3.18’de görülmekte olup, belirgin şekilde bir desen göstermemiştir ve bu durum sabit varyans varsayımını doğrulamaktadır.



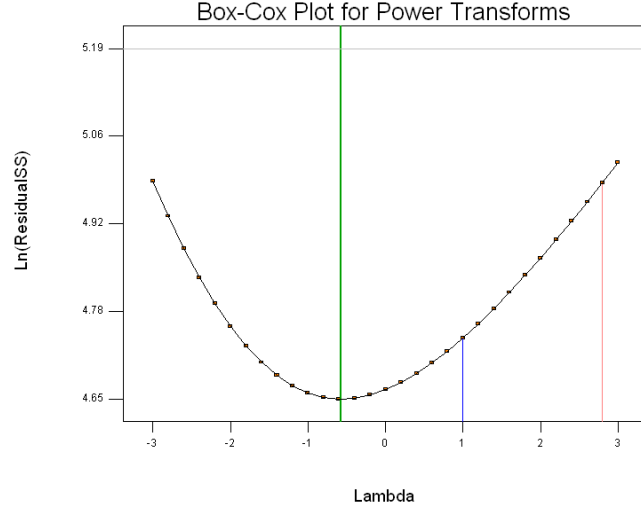
Şekil 3.18. Aşınma iz genişliği için artıklar grafiği

Box-Cox grafiği verilerde herhangi bir dönüşüme gerek olup olmadığının tespiti amacıyla incelenmiş ve herhangi bir dönüşüme gerek olmadığı ( $\lambda=1$ ) görülmüştür. Box-Cox dönüşüm grafiğine Şekil 3.19’de yer verilmiştir.

Design-Expert® Software  
Aşınma iz genişliği

Lambda  
Current = 1  
Best = -0.57  
Low C.I. = -3.92  
High C.I. = 2.79

Recommend transform:  
None  
(Lambda = 1)

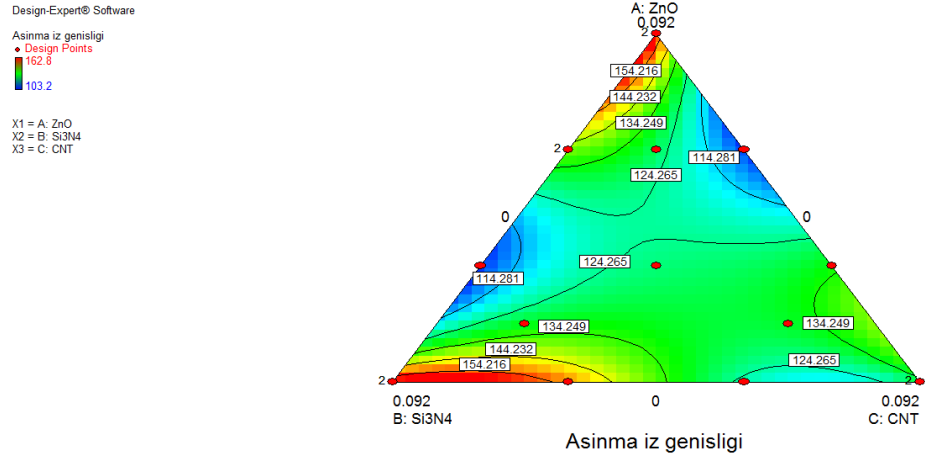


Şekil 3.19. Aşınma iz genişliği için Box-Cox grafiği

Ayrıca, uç noktalar ve benzeri özel durum istatistikleri de kontrol edilmiş ve tüm bu analizlerin yer aldığı durum istatistikleri raporu EK-12’de sunulmuştur. İstatistikler bir bütün olarak dikkate alındığında, model uygunluğunu bozacak bir durum tespit edilememiştir. Bu durum, regresyon varsayımlarının geçerliliğini doğrulamakta ve önerilen modelin kullanılabilirliğini göstermektedir.

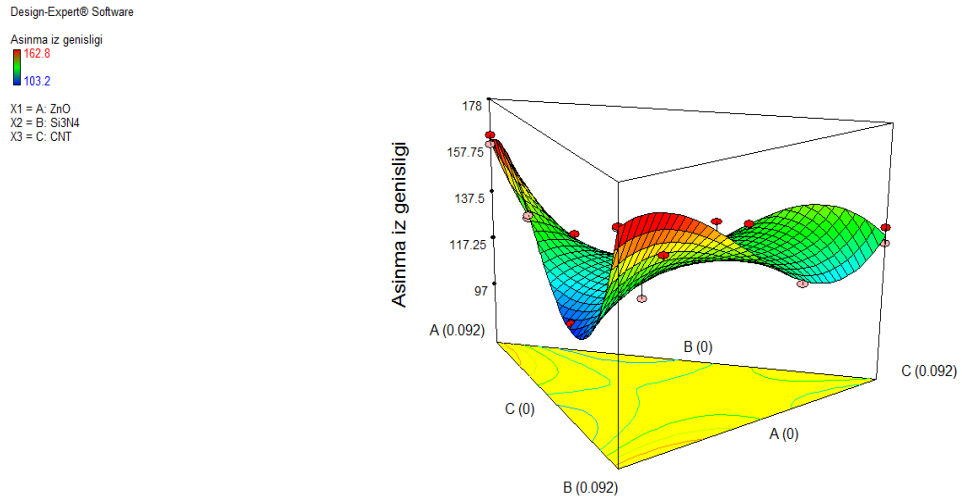
Aşınma iz genişliğine ilişkin model grafiği Şekil 3.20’de görülmektedir. Grafik üzerindeki çizgiler, farklı bileşimlere ait yanıt değerleri göstermektedir. Koyu mavi alanlar, iz genişliğinin küçük değerlerini, kırmızı alanlar ise büyük değerlerini temsil etmektedir. Tek başına ZnO ve Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> aşınma iz genişliğinde en kötü sonuçlar verdiği görülmüştür. En iyi değerlerin ise ZnO ve CNT ile ZnO ve Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ikili bileşimlerinde elde edildiği görülmektedir. Elde edilen sonuçlar, söz konusu partiküllerin oluşturduğu birlikte etkileşimin aşınma iz genişliği yanıt değişkeni üzerinde daha etkili olduğunu göstermektedir. Ancak en uygun bileşime karar vermek üzere, diğer göstergelerle birlikte analiz uygun olacaktır.





Şekil 3.20. Aşınma iz genişliği yanıt değişkeni model grafiği

Aşınma iz genişliğine ilişkin üç boyutlu grafiği Şekil 3.21’de verilmiştir. Hem model hem yüzey grafiklerinde yanıtın saf bileşimler için model grafiğiyle uyumlu olarak büyük değerler aldığı görülmektedir. Benzer şekilde, ikili bileşimlerde nispeten küçük değerler elde edilebilmiştir.



Şekil 3.21. Aşınma iz genişliği üç boyutlu yüzey grafiği

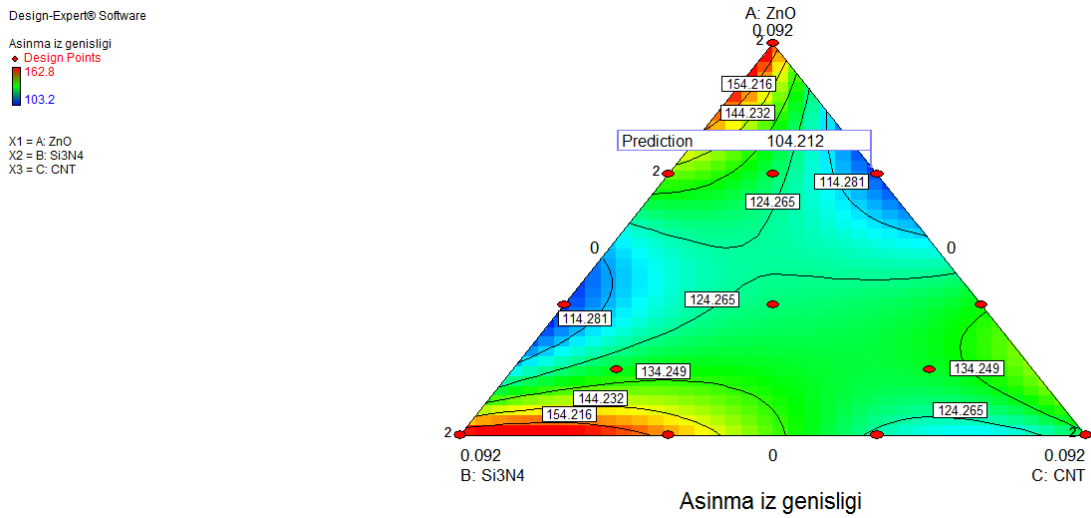
### 3.2.4.2 Aşınma iz genişliği yanıt değişkeninin eniyilenmesi

Aşınma iz genişliği yanıt değişkeninin eniyi değerini belirlemek üzere Design Expert yazılımı eniyileme modülü kullanılmıştır. Tek başına aşınma iz genişliği enküçüklenmeye çalışıldığında elde edilen yerel eniyi sonuçlara Çizelge 3.10'de yer verilmiştir.

Çizelge 3.10. Aşınma iz genişliği yerel eniyileme sonuçları

No	ZnO	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	CNT	Aşınma İz Genişliği (µm)	İstek	
1	0,063	0	0,029	104,2122	0,983017	Önerilen
2	0,028	0,064	0	106,5849	0,943206	
3	0	0,019	0,073	118,7697	0,738763	

Sonuçlara göre, ZnO ve CNT ikili bileşiminin eniyi değeri vereceği öngörülmektedir. Yaklaşık % 98,3 oranında bir yakınlıkla belirtilen hedefe ulaşıldığı istek değeri aracılığıyla görülmektedir. Aşınma iz genişliği tek başına gösterge olarak dikkate alındığında elde edilen eniyileme yüzey grafiğine Şekil 3.22'de yer verilmiştir.



Şekil 3.22. Aşınma iz genişliği eniyileme yüzey grafiği

### 3.2.5. Yanıtların çoklu eniyilenmesine yönelik analizler

Ürün geliştirme sırasında ortaya çıkan genel bir problem, ürün özelliklerinin arzu edilen bileşiminin, diğer bir deyişle istenilen spesifikasyonları sağlayan ve gerekli test ve deneyleri başarı ile sağlamış bileşimi elde edebilmektir. Bu durum, birden fazla sayıda yanıt değişkeninin eşzamanlı eniyilmesi ile mümkün olabilecektir.

Karışım tasarımları, bir ya da daha çok yanıt değişkeni için eniyi bileşimi sağlayan bileşen oranlarını bulmayı amaçlamaktadır (Furlanetto et al., 2011). Çok yanıtlı deney sonuçlarının analizi, verilerin çok değişkenli yapısının dikkate alınmasını gerektirmektedir. Yanıtlar arasında var olabilecek ilişkiler, tek yanıt değişkenli incelemelerin anlamsız olmasına sebep olabilmektedir. Bu yüzden yanıt değişkenleri birbirinden bağımsız olarak incelenmemelidir. Bir yanıt için en iyi olan koşullar, diğer yanıtlar için en iyiden çok uzak ya da uygulanması imkansız olabilir. Bir yaklaşım tüm yanıtların eşyükselti eğrilerinin üst üste konulması ile, koşulların tüm yanıtlar için yaklaşık en iyi olduğu bir bölgenin belirlenmesi olabilir (Lind et al., 1960). Ancak bu süreç, çok sayıda girdi değişkeni ve yanıt içeren sistemlerde sınırlıdır.

Bu problemlere getirilmiş bir diğer yaklaşım doğrusal programlamadır. Hartmann ve Beaumont (1968) ile Nicholson ve Pullen (1969) doğrusal programlama modeline dayalı bir eniyileme yaklaşımı önermişlerdir. Ancak, söz konusu yaklaşım dayandığı felsefe itibariyle dezavantajlıdır. Bu yöntem, tek bir yanıt değişkeninin diğer yanıt değişkenlerinin kısıtlı olduğu duruma bağlı olarak eniyilenmesini içermektedir. Oysa çoğu gerçek hayat probleminde amaç, birden çok yanıt değişkeninin arasındaki ödünleşmenin eniyilenmesidir ve Derringer Suich çoklu yanıt eniyileme prosedürü (Derringer and Suich, 1980) önermiştir.

Aritmetik ortalama ya da başka bir fonksiyon yerine,  $d_i$ 'lerin geometrik ortalamasının alınması tercih edilmektedir.  $\hat{y}_i$ 'nin  $d_i$ 'ye dönüşümü tek yönlü ve çift

yönlü istek dönüşümleri olmak üzere iki ayrı şekilde gerçekleştirilmektedir (Derringer ve Suich, 1980).

Tek yönlü durum için,  $\hat{y}_i$  arttığında  $d_i$  de artmaktadır ve  $\hat{y}_i$  enbüyüklediğinde  $d_i = 1$  olmaktadır.  $\hat{y}_i$ 'nin enküçülenmesi,  $-\hat{y}_i$ 'nin enbüyüklenmesi durumuna denktir. Derringer ve Suich (1980) tek yönlü enbüyüklenme durumu için izleyen dönüşümü kullanmışlardır:

$$d_i = \begin{cases} 0 & \hat{y}_i < L \\ \left[ \frac{\hat{y}_i - L}{T - L} \right]^r & L \leq \hat{y}_i \leq T \\ 1 & \hat{y}_i > T \end{cases} \quad (3.5)$$

$L$  değeri,  $\hat{y}_i$ 'nin kabul edilebilir en küçük değeridir. Uygulayıcı,  $\hat{y}_i < L$  olduğunda, ürünün kabul edilemez olacağını dikkate alarak  $L$ 'lerin değerini belirlemektedir ve böylece  $d_i = 0$ ,  $D = 0$  olmaktadır.  $T$  değeri,  $\hat{y}_i$ 'in en büyük kabul edilebilir değerini vermektedir. Gerçekte, bu durumda tek yönlü dönüşümü ele aldığımız için,  $\hat{y}_i$ 'in en yüksek değeri yoktur. Bununla birlikte, uygulamalara bakılacak olursa,  $\hat{y}_i$  değeri için bir  $T$  değeri seçilebilir. Burada,  $T$  değerinin aşılması fazla bir anlam ifade etmeyebilir. Aşıldığı taktirde yanıtlar üzerinde etkisi olmayacak bir  $T$  değeri tespit edilmiş ise,  $T$  değeri aşıldığında istek değerinin 1 olarak kalacağı kabul edilir.

Dönüşümde kullanılan  $r$  değeri de uygulayıcı tarafından seçilmektedir.  $\hat{y}_i$ 'in arzu edildiği değere çok yakın olması isteniyorsa,  $r$ 'in büyük bir değerinin seçilmesi gerektiği görülmektedir. Ancak  $\hat{y}_i$ 'nin  $L$ 'in çok üzerinde olması bir anlam ifade etmiyorsa  $r$ 'nin küçük bir değeri belirlenebilir. Örneğin,  $r = 0,1$  iken  $L$ 'in üzerindeki herhangi bir  $\hat{y}_i$  değerinin,  $L$ 'in üzerindeki diğer başka  $\hat{y}_i$ 'lerle, hemen hemen aynı istek derecesine sahip olduğu anlamına gelmektedir (Derringer and Suich, 1980).

Çift yönlü dönüşümler, yanıt değişken için hem bir enküçük hem de enbüyük kısıtının olduğu durumda ortaya çıkmakta ve izleyen dönüşüm dikkate alınmaktadır:

$$d_i = \begin{cases} \left[ \frac{\hat{y}_i - L}{c_i - L} \right]^s & L \leq \hat{y}_i \leq c_i \\ \left[ \frac{\hat{y}_i - T}{c_i - T} \right]^p & c_i \leq \hat{y}_i \leq T \\ 0 & \hat{y}_i < L \text{ veya } \hat{y}_i > T \end{cases} \quad (3.6)$$

Bu durumda,  $L$  değeri  $\hat{y}_i$ 'in en küçük kabul edilebilir değeri ve  $T$  de en büyük kabul edilebilir değeridir. Bu sınırların dışı ise ürünün kabul edilemez olduğu duruma karşı gelmektedir.  $c_i$  için seçilen değer,  $\hat{y}_i$  için en çok istenen değerdir ve  $L$  ile  $T$  arasında değer almaktadır.  $s$  ve  $p$  değerleri ise tek yönlü dönüşümdeki  $r$  ile aynı rolü oynamaktadır. Örneğin,  $\hat{y}_i$ 'in  $c_i$ 'ye çok yakın olması isteniyorsa,  $s$  ve  $p$ 'nin büyük değerleri seçilmelidir. Bu durumda istek derecesi  $d_i$ ,  $\hat{y}_i$ 'in değeri  $c_i$ 'ye çok yakın olmadıkça fazla büyük olmayacaktır. Diğer taraftan,  $\hat{y}_i$ 'in  $L$  ile  $T$  arasındaki bütün değerleri hemen hemen aynı derecede kabul edilebilir ise,  $s$  ve  $p$ 'nin küçük değerleri seçilebilir. Ayrıca herhangi  $\hat{y}_i$  değeri için,  $c_i$ 'nin üzerinde ancak  $T$ 'nin altındaki herhangi bir değer kabul edilebilir ise,  $s$ 'nin büyük bir değeri ve  $p$ 'nin küçük bir değeri seçilmektedir.

Harrington (1965) tarafından ortaya çıkarılan ve Derringer ve Suich (1980) tarafından geliştirilen istek (desirability) fonksiyonu, her bir tahmini yanıt değişkeni  $\hat{y}_i$ 'i, bir istek değeri  $d_i$ 'ye dönüştürmektedir. İstek değeri,  $0 \leq d_i \leq 1$  aralığında değer almaktadır. İlgili yanıt, istenilen değere yaklaştıkça, karşı gelen istek değeri olan  $d_i$  de artacaktır. Ardından bireysel istek değerleri,  $r$  tane yanıt için geometrik ortalama kullanılarak birleştirilmektedir (Derringer ve Suich, 1980).

$$D = (d_1 \cdot d_2 \cdot \dots \cdot d_r)^{1/r} \quad (3.7)$$

Bu durumda,  $D$  değeri, birleşik yanıt seviyelerinin çekiciliğinin genel bir değerini ifade etmektedir. Diğer deyişle,  $D$ ,  $[0, 1]$  aralığında değer almakta ve karakteristikler istenilen düzeye ulaştıkça değeri artmaktadır. Yanıt değişkenlerinden herhangi birinin değeri sıfır olduğunda ise  $D = 0$  olmaktadır. Eğer  $d_i$ , 1 değerini alıyorsa istenilen noktaya tam olarak ulaşılmış olarak yorumlanırken, 0 değerini almış ise yanıt değişkeninin belirlenen bölgenin dışında bir değer olduğu düşünülmektedir. Her bir yanıt değişkeni için istek fonksiyonu ayrı ayrı hesaplanmaktadır (Montgomery, 2001).

Design Expert yazılımı aracılığıyla sürecin eniyelenmesi gerçekleştirilmiştir. Her bir bağımsız değişken için istenilen aralık veya hedef yanıt değerleri seçilmekte ve gerekli koşulları sağlayan uygun faktör düzeylerinin belirlenmesi amaçlanmaktadır. Olası seçilebilir hedefler; enbüyükleme, enküçükleme, hedef değer ve aralık belirlemedir. Sonuçta, amaçlar istek fonksiyonu aracılığı ile bütünleştirilmektedir. Yanıt yüzeylerin bileşimlerinin bir istek fonksiyonu ile ifade edilmesi sebebiyle iki ya da daha fazla enbüyük, enküçük veya eniyi nokta önerilebilmektedir. Aynı zamanda, tasarım uzayında birden fazla başlangıç noktası belirlenmesi, “eniyi” yerel eniyilerin bulunması olasılığını arttırmaktadır.

Çalışma kapsamında dikkate alınan yanıt değişkenlerin (aşınma derinliği, özgül aşınma oranı, aşınma iz genişliği) her biri enküçüklenmek istenen değerlerdir. Ancak, her birinin enküçük değeri vereceği bileşim değerleri farklı olabildiğinden bir ödünleşmeye gidilmesi gerekli olmaktadır.

Yerel eniyi noktaların bulunması amacıyla, 30 farklı başlangıç noktasından hareketle eniyileme gerçekleştirilmiştir. Yanıt değişkenlerin arasındaki göreceli önem dikkate alınmış ve yanıtların önem derecelerinin eşit olduğu ve olmadığı durumlar ayrı ayrı analiz edilmiştir.

Design Expert yazılımı aracılığıyla yapılan analizlerde, önem derecesinin değiştirilmesiyle önerilen eniyi sonuçların değişmediği görülmüştür. Tüm yanıtların eşit önem derecesine sahip olduğu varsayılan durum için sonuçlara Çizelge 3.11 (a)'da yer verilmiştir.

Çizelge 3.11.(a) Yanıt değişkenlerin eşzamanlı eniyileme sonuçları  
(önem dereceleri eşit iken)

Yanıtlar	Hedef	Alt Sınır	Üst Sınır	Önem
Aşınma iz genişliği ( $\mu\text{m}$ )	Enküçükleme	103,2	162,8	3
Aşınma oranı ( $\times 10^{-6}$ ) ( $\text{mm}^3/\text{Nm}$ )	Enküçükleme	1,8403	7,3673	3
Aşınma alanı ( $\mu\text{m}^2$ )	Enküçükleme	39,021	156,193	3
<b>Önerilen Çözümler</b>	<b>ZnO (g)</b>	<b>Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (g)</b>	<b>CNT (g)</b>	
<b>1</b>	<u>0,062</u>	<u>0</u>	<u>0,03</u>	
<b>2</b>	0,026	0,066	0	
<b>3</b>	0	0,019	0,073	
<b>Önerilen Çözümler</b>	<b>Aşınma iz genişliği (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Aşınma oranı (<math>\times 10^{-6}</math>) (<math>\text{mm}^3/\text{Nm}</math>)</b>	<b>Aşınma alanı (<math>\mu\text{m}^2</math>)</b>	<b>İstek</b>
<b>1</b>	104,243	1,943	41,202	<u>0,981*</u>
<b>2</b>	107,007	2,3118	49,017	0,921
<b>3</b>	118,774	3,450	73,150	0,718

Sonuçlara göre, istek fonksiyonu değeri %98,1 olan birinci bileşim önerilmektedir. Buna göre, aşınma alanı, özgül aşınma oranı ve aşınma iz genişliği birlikte düşünüldüğünde eniyi bileşimin ZnO ve CNT bileşimi ile elde edileceği görülmektedir. Tabloda görülen değerler, partiküllerin gram cinsinden değerleridir. Genel olarak, eniyi bileşimin yanıtların eşit derecede önemli olduğu durum için, binde ikilik katkı için yaklaşık %67 ZnO ve %33 CNT bileşimi ile elde edilebileceği söylenebilmektedir.

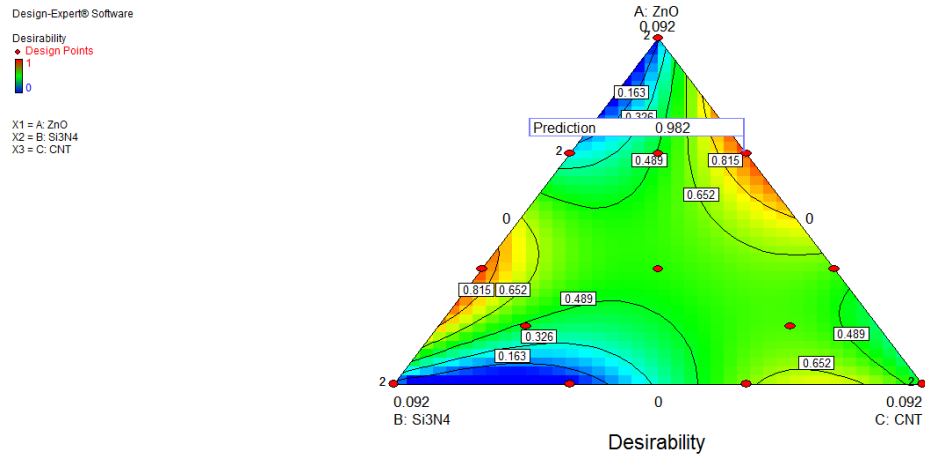
Genel olarak, yapılan analiz sonuçları bir bütün olarak düşünüldüğünde aşınma alanı, aşınma iz genişliği ve aşınma alanından hareketle hesaplanan özgül aşınma oranı yanıt değişkenlerinin birbiriyle çelişmeyen bileşimler önerdiği görülmüştür. Ancak, aşınma iz genişliği küçük olan bir deneyde, aşınma derinliğinin çok büyük olması da mümkün olabilmektedir. Bu durumda, göreceli olarak aşınma alanının enküçüklenmesinin önemli olduğu durumun göz önünde bulundurulmasını gerektirmektedir. Söz konusu durumun etkisini görebilmek üzere, aşınma alanı ve özgül aşınma oranının göreceli olarak daha önemli olduğu durum için analizler tekrar edilmiştir. Analiz sonuçlarına, Çizelge 3.11 (b)'de yer verilmiştir. Sonuçlar, yanıtlar için görece önemdeki farklılaşmanın, eniyi bileşimi değiştirmedeğini göstermiştir.

Çizelge 3.11.(b) Yanıt değişkenlerin eşzamanlı eniyileme sonuçları  
(önem dereceleri farklı iken )

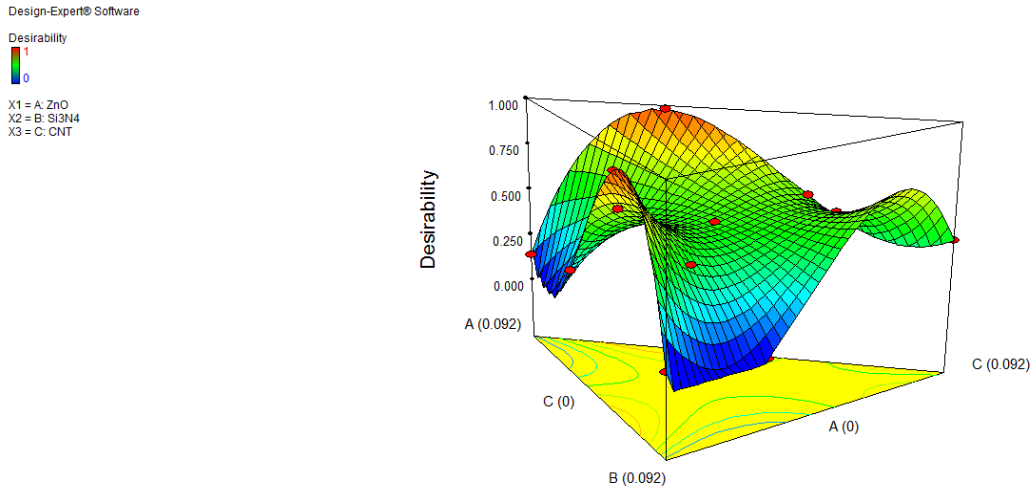
Yanıtlar	Hedef	Alt Sınır	Üst Sınır	Önem
Aşınma iz genişliği ( $\mu\text{m}$ )	Enküçükleme	103,2	162,8	3
Aşınma oranı ( $\times 10^{-6}$ ) ( $\text{mm}^3/\text{Nm}$ )	Enküçükleme	1,8403	7,3673	5
Aşınma alanı ( $\mu\text{m}^2$ )	Enküçükleme	39,021	156,193	5
Önerilen Çözümler	ZnO (g)	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (g)	CNT (g)	
1	<u>0,062</u>	<u>0</u>	<u>0,03</u>	
2	0,025	0,067	0	
3	0	0,019	0,073	
Önerilen Çözümler	Aşınma iz genişliği ( $\mu\text{m}$ )	Aşınma oranı ( $\times 10^{-6}$ ) ( $\text{mm}^3/\text{Nm}$ )	Aşınma alanı ( $\mu\text{m}^2$ )	İstek
1	104,255	1,943	41,193	<u>0,981</u>
2	107,136	2,307	48,919	0,919
3	118,774	3,450	73,149	0,715



Önem derecesinin eşit olduğu ve aşınma alanının göreceli olarak daha önemli olduğu durumlar için yapılan analizlerde ZnO ve CNT bileşimleri eniyi sonucu vermiştir. Söz konusu eniyi bileşimin de açıkça görüldüğü eşzamanlı eniyileme yüzey grafiğine Şekil 3.23'de, üç boyutlu model grafiğine ise Şekil 3.24'de yer verilmiştir.



Şekil 3.23. Eşzamanlı eniyilenme model grafiği



Şekil 3.24. Eşzamanlı eniyileme üç boyutlu yüzey grafiği

### 3.2.6. Doğrulama deneylerinin gerçekleştirilmesi

Modelin geçerliliği, doğrulama deneylerinin beklenen sonuçları vermesi ile mümkün olmaktadır. Doğrulama deneyi, analiz sonuçlarının doğru olup olmadığına karar verilmesinde bir test niteliğindedir.

Doğrulama, yeni bir gözlem için elde edilen yanıt değerinin tahmin aralığı içinde bulunup bulunmadığının test edilmesidir (Montgomery, 2005).  $x_0$  noktasında gelecekteki bir gözlem  $y_0$  için, yüzde  $(1-\alpha)$  güven seviyesinde tahmin aralığı izleyen şekilde olacaktır:

$$\hat{y}(x_0) - t_{\frac{\alpha}{2}, n-p} \sqrt{\hat{\sigma}^2 (1 + x_0' (X'X)^{-1} x_0)} \leq y_0 \leq \hat{y}(x_0) + t_{\frac{\alpha}{2}, n-p} \sqrt{\hat{\sigma}^2 (1 + x_0' (X'X)^{-1} x_0)} \quad (3.8)$$

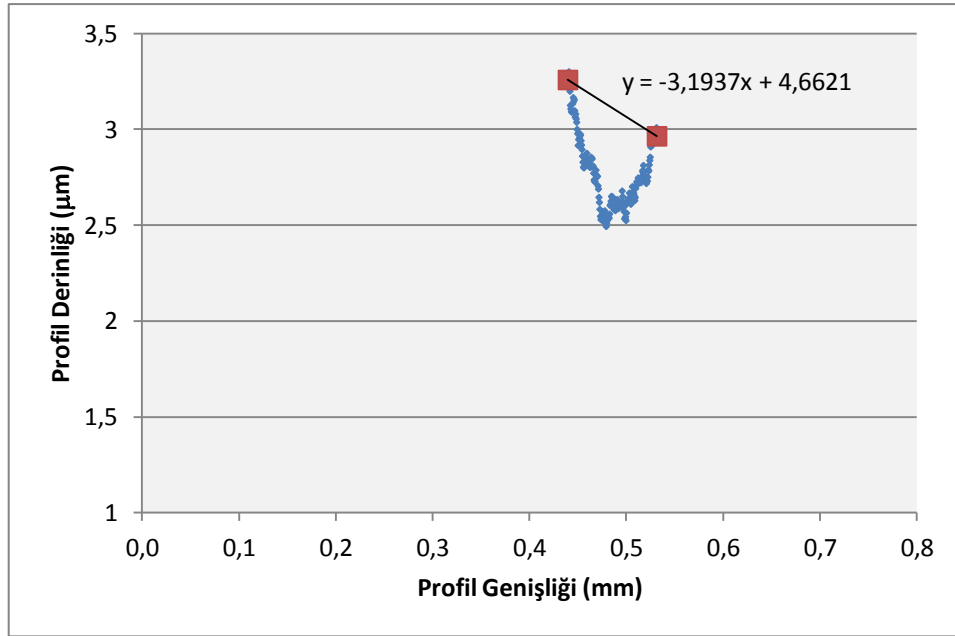
$\hat{y}(x_0) = x_0' \beta$  gelecekteki bir gözlem için nokta tahmini,  $n$  orijinal deneydeki gözlem sayısı, orijinal deneyden geliştirilen modeldeki parametre sayısı,  $t_{\alpha/2, n-p}$ ,  $n-p$  serbestlik derecesine sahip t dağılımının üst %  $\alpha/2$ 'lik kısmı ve  $\hat{\sigma}^2 = \text{HKO}$ 'dır. Model terimlerinin, ortalaması sıfır, varyansı  $\hat{\sigma}^2$  olan normal dağıldığı ve bağımsız olduğu kabul edilir.

Doğrulama, geliştirilen modelde seçilmiş noktaya karşı gelen yanıt değerini tahmini, seçilen bu noktada doğrulama deneyinin gerçekleştirilmesi ve sonrasında yanıt üzerinde bu gerçek gözlem değerinin ölçümü şeklinde gerçekleştirilmektedir. Elde edilen yeni gözlem değeri, tahmin aralığı içerisine isabet etmiş ise, model doğrulanmıştır. Bu durumda, analizlerin geçerli olduğu sonucuna ulaşılabilir.

Çözümler arasında en büyük istek değerine sahip olan bileşimin doğrulama deneylerine tabi tutulması önerilmiştir (Monaco et al., 2010). Bu sebeple çalışmada, önerilen seçenekler arasında en büyük istek değerine sahip olan bileşim doğrulama deneylerini gerçekleştirmek üzere seçilmiştir.

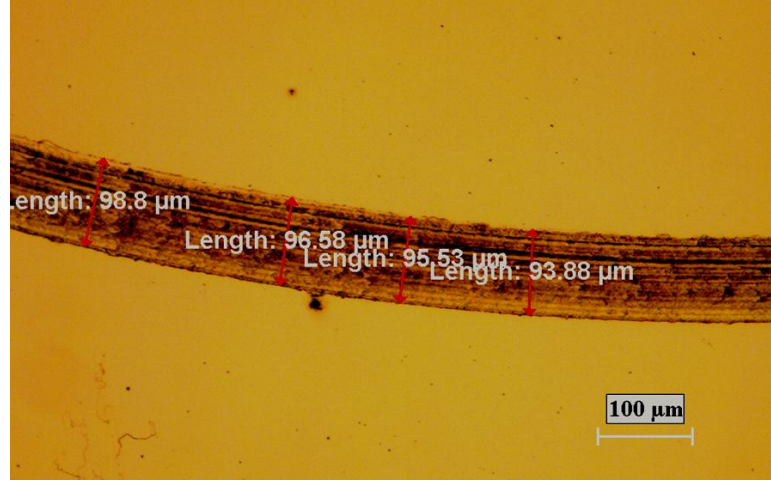
Doğrulama deneyine ilişkin profil ölçümü sonucu elde edilen aşınma profiline EK-13’de yer verilmiştir.

Aşınma sonucunda oluşan alanın hesaplanması amacıyla, aşınmaya maruz kalan bölgenin uç noktalarından geçen doğru denklemi belirlenmiş ve doğru altında kalan alan hesaplanmıştır. Toplam aşınma alanı  $32,04 \mu\text{m}^2$  olarak hesaplanmış olup, ilgili grafiğe Şekil 3.25’de yer verilmiştir. Aşınma alanından hareketle, özgül aşınma oranı “ $1,51 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ” olarak hesaplanmıştır.



Şekil 3.25. Aşınma alanı yanıt değişkeni için doğrulama deneyi

Aşınma iz genişliği dört farklı noktadan ölçülmüş olup, ölçüm sonuçlarına Çizelge 3.10’da yer verilmiştir. Değişkenliği azaltmak üzere, aritmetik ortalama alınarak değerlendirme yapılmıştır. Aşınma iz genişliği ortalama olarak  $96,19 \mu\text{m}$  olarak hesaplanmıştır.



Şekil 3.26. Aşınma iz genişliği yanıt değişkeni için doğrulama deneyi

Söz konusu önerilen bileşim için, deney sonuçlarının tahmin ve güven aralıklarında yer aldığı görülmüştür. %95 güven seviyesinde söz konusu bileşime ve karşı gelen güven ve tahmin aralıkları değerlerine Çizelge 3.12’de yer verilmiştir.

Çizelge 3.12 Önerilen bileşim için güven ve tahmin aralıkları

Yanıt Değişkenler	Deneysel Sonuçlar	Tahmin Değerleri	%95 Güven Düzeyi	
			Güven Aralığı	Tahmin Aralığı
Aşınma iz genişliği ( $\mu\text{m}$ )	96,19	104,27	(95,54; 113,01)	(91,32; 117,23)
Aşınma oranı ( $\times 10^{-6}$ ) ( $\text{mm}^3/\text{Nm}$ )	1,51	1,94	(1,35; 2,54)	(1,06; 2,83)
Aşınma alanı ( $\mu\text{m}^2$ )	32,04	41,185	(28,53; 53,85)	(22,41; 59,96)

#### 4. SONUÇ VE ÖNERİLER

Günümüzde pek çok yeni ürün geliştirme ve ürün iyileştirme sürecinde deneme yanılma yöntemi izlenmektedir. Bu tez çalışması kapsamında, nano yağ katkılarını temel alan aşınma performansını iyileştirici bir katkı karışımı geliştirilmesinde karışım tasarımı tekniğinin malzeme bilimi üzerindeki bir uygulaması ele alınmıştır. Ayrıntılı bir literatür çalışması yapılmış, gıda ve kimya sektörleri başta olmak üzere pek çok sektörde karışım tasarımı uygulamalarının geniş yer tuttuğu görülmüştür. Söz konusu tekniğin, malzeme bilimindeki uygulamalarının ise nispeten az olduğu dikkat çekmiştir. Sözü edilen tekniğin uygulama alanı bakımından böyle bir istatistiksel çalışmaya rastlanamamıştır. Gerçekleştirilen çalışmanın, uygulama alanı itibariyle bir ilk olduğu düşünülmektedir.

Simpleks kafes tasarımdan hareketle türetilmiş deney planı çerçevesinde deneyler gerçekleştirilmiş, model uygunluğu ve regresyon varsayımları incelenmiş, yüzey grafikleri aracılığıyla sonuçlar analiz edilmiştir. Sonuç olarak, her bir amaç için en uygun faktör düzeylerine, ikili ve üçlü etkileşimler dikkate alınarak karar verilmiştir. Her bir ölçüt için ayrı ayrı eniyileme yapılmış, ayrıca her üç ölçütü dikkate alan çoklu eniyileme gerçekleştirilmiştir. Bunun için, Derringer Suich çoklu eniyileme yaklaşımı kullanılmıştır. Tüm göstergeleri bir arada dikkate alan bu yaklaşım ile önerilen eniyi bileşim için, sonuçların doğruluğunu test etmek üzere doğrulama deneyi gerçekleştirilmiştir. Analizlerden elde edilen sonuçların, güven ve tahmin aralıklarında yer aldığı görülmüştür. Sonuçlar, ZnO (%67) ve CNT (%33) ikili etkileşiminin eniyi sonucu verdiğini göstermiştir.

Önerilen istatistiksel yöntem, kısa zamanda, az maliyetle kullanıcıya çözüm seçenekleri sağlayan bir yaklaşımdır. Bu yaklaşımın, ürün formülasyonu geliştirme çalışmaları kapsamında endüstride yaygın uygulama alanı bulabileceği düşünülmektedir. Uygulanan yöntem sayesinde, kısa sürede, amaca uygun, olurlu çözümler elde edilebilmektedir. Önerilen yaklaşım, yazılımlar aracılığıyla anlaşılır ve kolay uygulanabilir olmasının yanı sıra, kullanıcının uygulamada karşılaştığı farklı

durumlar karşısında etkili karar alabilmesine de olanak tanımaktadır. Çalışma, karışım tasarımı yönteminden yararlanılarak bilimsel bir temele dayandırılmış, ileride yapılacak çalışmalara örnek teşkil edebilecek bir uygulama sunulmuştur.

Karışım Tasarımı uygulamalarında, deneysel çalışmanın başarılı olabilmesi için çevre koşulları, insan, malzeme gibi tüm faktörlerin dikkate alınması ve bu faktörlerin uygun düzeylerinde sabitlenmesi önemli olmaktadır. Süreç hakkında yeterli bilgi yok ise, ön deneme çalışmaları yapılması ve en uygun faktör düzeylerinin buna göre belirlenmesi uygun olmaktadır. Ayrıca, bir dizi süreç değişkeni ile karışım değişkenlerinin bir arada düşünüldüğü problemler ve karışımların karışımlarını öngören yapının incelenmesi de mümkündür (Dingstad, 2004). Bu sebeple, ileriki çalışmalarda, belirli düzeylerde sabitlenmiş olan yük, altlık malzeme, karşı cisim, kayma hızı gibi parametreler için uygun çoklu düzeyler tanımlanarak daha iyi sonuçların elde edilebileceği karışım süreç tasarımları oluşturulabilir.

Ayrıca, bu çalışmada deneyler nano partikül katkısının binde iki olduğu durum için planlanmıştır. İleriki çalışmalar kapsamında, farklı oranlardaki katkının etkisi de araştırılması mümkündür. Elde edilecek sonuçların, farklı partikül oranı eklentisiyle farklı eniyi bileşim ve oranlar olabileceği tahmin edilmektedir. Yanı sıra çözümde, çoklu eniyileme kapsamında doğrusal olmayan programlama ve sezgisel yöntemlerden yararlanılması da düşünülebilir.

## KAYNAKLAR DİZİNİ

- Abdullah, N. and Chin, N.L., 2010, Simplex-centroid mixture formulation for optimised composting of kitchen waste, *Bioresource Technology*, 101, 8205–8210.
- Akalin, O., Akay, K. U. and Sennaroglu, B., 2010, Self-Consolidating High-Strength Concrete Optimization by Mixture Design Method, *Aci Materials Journal*, 107, 4, 357-364.
- Akalin, O., Akay, K.U. and Sennaroglu, B., Tez, M., 2010, Optimization of chemical admixture for concrete on mortar performance tests using mixture experiments, *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 104, 233–242.
- Arroyo-Lo'pez, F.N., Bautista-Gallego, J., Chiesa, A., Dura'n-Quintana, M.C. and Garrido-Ferna'ndez, A., 2009, Use of a D-optimal mixture design to estimate the effects of diverse chloride salts on the growth parameters of *Lactobacillus pentosus*, *Food Microbiology*, 26, 396–403.
- Asiaban, S. and Moradian, S., 2011, Investigation of tensile properties and dyeing behavior of various polypropylene/polyamide 6 blends using a mixture experimental design, *Dyes and Pigments*, 92, 642-653.
- Ayed, L., Achour, S. and Bakhrouf, A., 2011, Application of the mixture design to decolourise effluent textile wastewater using continuous stirred bed reactor, *Water SA*, 37, 21-26.
- Ayed, L., Achour, S., Khelifi, E., Cheref, A. and Bakhrouf, A., 2010, Use of active consortia of constructed ternary bacterial cultures via mixture design for Congo Red decolorization enhancement, *Chemical Engineering Journal*, 162, 2, 495–502.
- Azevedo, S., Cunha, L. M., Mahajan, P. V. and Fonseca, S. C., 2011, Application of simplex lattice design for development of moisture absorber for oyster mushrooms, *Procedia Food Science* 1, 184 – 189.
- Barbuta, M. and Lepadatu, D., 2008, Mechanical characteristics investigation of Polymer Concrete Using Mixture Design of Experiments and Response Surface Method, *Journal of Applied Sciences*, 8, 12, 2242-2249.
- Battez, A. H., Gonzalez, R., Viesca, J.L., Fernandez, J. E., Fernandez, J. M. D., Machado, A., Chou, R. and Riba, J., 2008, CuO, ZrO<sub>2</sub> and ZnO nanoparticles as antiwear additive in oil lubricants, *Wear*, 265, 422-428.

**KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)**

- Bautista-Gallego, J., Arroyo-López, F.N., López-López, A. and Garrido-Fernández, A., 2011, Effect of chloride salt mixtures on selected attributes and mineral content of fermented cracked Aloreña olives, *LWT - Food Science and Technology*, 44, 120-129.
- Bautista-Gallego, J., Arroyo-López, F.N., Durán-Quintana, M.C., Garrido-Fernández, A., 2010, Fermentation profiles of Manzanilla-Aloreña cracked green table olives in different chloride salt mixtures, *Food Microbiology*, 27, 403-412.
- Bezerra, M. A., Santelli, R. E., Oliveira, E. P., Villar, L. S. and Escaleira, L. A., 2008, Response Surface Methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry, *Talanta*, 76, 965-977.
- Bezerra, M. A., Castro, J. T., Macedo, R.C. and Silva, D. G., 2010, Use of constrained mixture design for optimization of method for determination of zinc and manganese in tea leaves employing slurry sampling, *Analytica Chimica Acta*, 670, 33–38.
- Borges, C. N., Bruns, R. E., Almeida, A. A. and Scarminio, I. S., 2007, Mixture–mixture design for the fingerprint optimization of chromatographic mobile phases and extraction solutions for *Camellia sinensis*, *Analytica Chimica Acta*, 595, 28–37.
- Box, G. E. P and Draper, N. R., 2007, *Response Surfaces, Mixtures and Ridge Analysis*, John Wiley and Sons, 857 p.
- Breitkreitz , M. C., Jardim, Isabel C.S.F. and Bruns, R. E., 2009, Combined column–mobile phase mixture statistical design optimization of high-performance liquid chromatographic analysis of multicomponent systems, *Journal of Chromatography A*, 1216, 1439–1449.
- Cafaggi, S., Leardi, R., Parodi, B., Caviglioli, G. and Bignardi, G., 2003, An example of application of a mixture design with constraints to a pharmaceutical formulation, *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 65, 139– 147.
- Chen, B., Wang, M., Lu, W. and Chang, J., 2007, Use of active consortia of constructed ternary bacterial cultures via mixture design for azo-dye decolorization enhancement, *Journal of Hazardous Materials*, 145, 404–409.
- Chen, L., Huang, C., Hsiao, M. and Tsai, F., 2010, Mixture design optimization of the composition of S, C, SnO<sub>2</sub>-codoped TiO<sub>2</sub> for degradation of phenol under visible light, *Chemical Engineering Journal*, 165, 482–489.



**KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)**

- Chen, R., Zhang, Z., Feng, C., Hu, K., Li, M., Li, Y., Shimizu, K., Chen, N. and Sugiura, N., 2010, Application of simplex-centroid mixture design in developing and optimizing ceramic adsorbent for As(V) removal from water solution, *Microporous and Mesoporous Materials*, 131, 115–121.
- Chen, S. and Liu, W., 2001, Characterization and antiwear ability of non-coated ZnS nanoparticles and DDP-coated ZnS nanoparticles, *Materials Research Bulletin* 36, 137–143.
- Chen, S. and Liu, W., 2006, Oleic acid capped PbS nanoparticles: synthesis, characterization and tribological properties, *Materials Chemistry and Physics*, 98, 183–189.
- Chen, W. X., Tu, J. P., Wang, L. Y., Gan, H. Y., Xu, Z. D. and Zhang, X. B., 2003, Tribological application of carbon nanotubes in a metal-based composite coating and composites, *Carbon*, 41, 215–222.
- Chen, W., Su, W. and Hsu, H., 2012, Continuous flow electrocoagulation for MSG wastewater treatment using polymer coagulants via mixture-process design and response-surface methods, *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 43, 2, 246, 2.
- Chinas-Castillo, F. and Spikes, H.A., 2003, Mechanism of action of colloidal solid dispersions, *Transactions ASME*, 125, 552–557.
- Claringbold, P.J., 1955, Use of the Simplex Design in the study of joint action of related hormones, *Biometrics*, 11, 174-185.
- Cornell, J.A., 1990, *How to Apply Response Surface Methodology*, The ASQC Basic References in Quality Control: Statistical Techniques, 8, ASQC, Wisconsin.
- Cornell, J.A., 2002, *Experiments with Mixtures, Designs, Models and the Analysis of Mixture Data*, 3rd edition, John Wiley and Sons, New York.
- Correia, S.L., Hotza, D. and Segadães, A. M., 2004, Simultaneous optimization of linear firing shrinkage and water absorption of triaxial ceramic bodies using experiments design, *Ceramics International*, 30, 917–922.
- Derringer, G. and Suich, R., 1980, Simultaneous Optimization of Several Response Variables, *Journal of Quality Technology*, 12, 214-219.
- Design-Expert Software, 2007, Version 7.0.0 User's Guide.

**KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)**

- Dias, F.S., Alves, S. L., Santos, W. N. L., Bruns, R. E. and Bezerra, M. A., 2011, Mixture Design optimization of an analytical procedure for iron extraction and determination from cassava leaves by slurry sampling flame atomic absorption spectrometry, *Spectroscopy Letters*, 44, 388–392.
- Didier, C., Etcheverrigaray, M., Kratje, R. and Goicoechea, H.C., 2007, Crossed mixture design and multiple response analysis for developing complex culture media used in recombinant protein production, *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 86, 1–9.
- Didier, C., Forno, G., Etcheverrigaray, M., Kratje, R. and Goicoechea, H., 2009, Novel chemometric strategy based on the application of artificial neural networks to crossed mixture design for the improvement of recombinant protein production in continuous culture, *Analytica Chimica Acta*, 650, 167–174.
- Dingstad, G., Egelanddal, B. and Næs, T., 2003, Modeling methods for crossed mixture experiments—a case study from sausage production, *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 66, 175–190.
- Dingstad, G.I., Westad, F. and Næs, T., 2004, Three case studies illustrating the properties of ordinary and partial least squares regression in different mixture models, *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 71, 33–45.
- Do, J. and Liou, B., 2011, A mixture design approach to optimizing the cathodic compositions of proton exchange membrane fuel cell, *Journal of Power Sources*, 196, 1864–1871.
- Dooley, L., Threlfall, R. T. and Meullenet, J., 2012, Optimization of blended wine quality through maximization of consumer liking, *Food Quality and Preference*, 24, 40–47.
- Duée, C., Désanglois, F., Lebecq, I., Moreau, G., Leriche, A. and Follet-Houttemane C., 2009, Mixture designs applied to glass bioactivity evaluation in the Si–Ca–Na system, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 355, 943–950.
- Farebrother, R.W., 1980, Pan's Procedure for the Tail Probabilities of the Durbin-Watson Statistic, *Applied Statistics*, 29, 224–227.
- Fatemi, S., Varkani, M.K., Ranjbar, Z. and Bastani, S., 2006, Optimization of the water-based road-marking paint by experimental design, mixture method, *Progress in Organic Coatings*, 55, 337–344.

**KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)**

- Furlanetto, S., Cirri, M., Piepel, G., Mennini, N. and Mura, P., 2011, Mixture experiment methods in the development and optimization of microemulsion formulations, *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 55, 610–617.
- Fustier, P., Castaigne, F., Turgeon, S.L. and Biliaderis, C.G., 2008, Flour constituent interactions and their influence on dough rheology and quality of semi-sweet biscuits: A mixture design approach with reconstituted blends of gluten, water-solubles and starch fractions, *Journal of Cereal Science*, 48, 144–158.
- García-García, E. and Totosaus, A., 2008, Low-fat sodium-reduced sausages: Effect of the interaction between locust bean gum, potato starch and j-carrageenan by a mixture design approach, *Meat Science*, 78, 406–413.
- Garcia, L.M.Z., Oliveira, T.F., Soares, P.K., Bruns, R.E. and Scarminio, I.S., 2010, Statistical mixture design — Principal component determination of synergic solvent interactions for natural product extractions, *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 103, 1–7.
- Giese, E. C., Dekker, R. F.H., Scarminio, I. S., Barbosa, A. M. and Silva, R., 2011, Comparison of  $\beta$ -1,3-glucanase production by *Botryosphaeria rhodina* MAMB-05 and *Trichoderma harzianum* Rifai and its optimization using a statistical mixture-design, *Biochemical Engineering Journal*, 53, 239–243.
- Gonnissen, Y., Gonçalves, S. I. V. Remon, J. P. and Vervaet, C., 2008, Mixture Design applied to optimize a directly compressible powder produced via cospray drying, *Drug Development and Industrial Pharmacy*, 34, 248–257.
- Harington, J., 1965, The Desirability Function, *Industrial Quality Control*, 21, 494-498.
- Hartmann, N. E. and Beaumont, R. A., 1968, Optimum compounding by computer, *Journal of the Institute of the Rubber Industry*, 2, 272-275.
- Haware, R. V., Wright, P. R., Morris, K. R. and Hamad M. L., 2011, Data fusion of Fourier transform infrared spectra and powder X-ray diffraction patterns for pharmaceutical mixtures, *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 56, 5, 944-9.
- Hu, Z. S. and Dong, J. X., 1998, Study on antiwear and reducing friction additive of nanometer titanium oxide, *Wear* 216, 92–96.

**KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)**

- Jeirani, Z., Jan, B. M., Ali, B. S., Noor, I. M., Hwa, S. C. and Saphanuchart, W., 2012, The optimal mixture design of experiments: Alternative method in optimizing the aqueous phase composition of a micro emulsion, *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 112, 1-7.
- Kamoun, A., Chaabouni, M., Sergent, M. and Phan-Tan-Luu, R., 2002, Mixture design applied to the formulation of hydrotropes for liquid detergents, *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 63, 69–79.
- Karaman, S., Yilmaz, M.T. and Kayacier, A., 2011, Simplex lattice mixture design approach on the rheological behavior of glucomannan based salep-honey drink mixtures: An optimization study based on the sensory properties, *Food Hydrocolloids*, 25, 1319-1326.
- Kardar, P., Ebrahimi, M., Bastani, S. and Jalili, M., 2009, Using mixture experimental design to study the effect of multifunctional acrylate monomers on UV cured epoxy acrylate resins, *Progress in Organic Coatings*, 64, 74–80.
- Ketelaere, B., Goos, P. and Brijs, K., 2011, Prespecified factor level combinations in the optimal design of mixture-process variable experiments, *Food Quality and Preference*, In Press.
- Khmiri, A., Samet, B. and Chaabouni, M., 2012, Cross mixture design to optimise the formulation of a ground waste glass blended cement, *Construction and Building Materials*, 28, 680-686.
- Khuri A. I. and Cornell J. A., 1996, *Response Surfaces: Designs and Analyses*, New York: M. Dekker.
- Kim, S. M., 2003, Surimi–alginate gels as affected by setting: a study based on mixture design and regression models, *Food Research International*, 36, 295–302.
- Learidi, R., 2009, *Experimental Design in Chemistry: A Tutorial*, *Analitica Chimica Acta*, 652, 161-172.
- Lewis, G.A., Mathieu, D. and Phan-Tan-Luu, R., 1999, *Pharmaceutical Experimental Design*, Marcel Dekker Inc., New York.
- Li, Q. H. and Fu, C. L., 2005, Application of response surface methodology for extraction optimization germinant pumpkin seeds protein, *Journal of Food Chemistry*, 92, 01-706.

**KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)**

- Lind, E. E., Goldin, J. and Hickman, J. B., 1960, Fitting yield and cost response surfaces, *Chemical Engineering Programme*, 56, 62–68.
- Liu, F., Dai, R., Zhu, J. and Li, X., 2010, Optimizing color and lipid stability of beef patties with a mixture design incorporating with tea catechins, carnosine, and  $\alpha$ -tocopherol, *Journal of Food Engineering*, 98, 170–177.
- Liu, W. and Chen, S., 2000, An investigation of the tribological behaviour of surface modified ZnS nanoparticles in liquid paraffin, *Wear*, 238, 120–124.
- Lonni, A. A., Longhini, R., Lopes, G. C., Mello, J. C. and Scarminio, I. S., 2012, Statistical mixture design selective extraction of compounds with antioxidant activity and total polyphenol content from *Trichilia catigua*, *Analytica Chimica Acta*, 719, 57-60.
- Lu, W. B., Kao, W. C., Shi, J. J. and Chang, J. S., 2008, Exploring multi-metal biosorption by indigenous metal-hyperresistant *Enterobacter* sp. J1 using experimental design methodologies, *Journal of Hazardous Materials*, 153(1-2), 372-81.
- Lundstedt, T., Seifert, E., Abramo, L., Thelin, B., Nystrom, A., Pettersen, J. and Bergman, R., 1998, *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 42, 1, 3-40(38).
- Mage, I. and Næs, T., 2005, Split-plot design for mixture experiments with process variables: A comparison of design strategies, *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 78, 81– 95.
- Mali, S., Debiagi, F., Grossmann, M. V. E. and Yamashita, F., 2010, Starch, sugarcane bagasse fibre, and polyvinyl alcohol effects on extruded foam properties: A mixture design approach, *Industrial Crops and Products*, 32, 353–359.
- Mannarswamy, A., Munson-McGee, S. H. and Andersen, P. K., 2010, D-optimal designs for the Cross viscosity model applied to guar gum mixtures, *Journal of Food Engineering*, 97, 403–409.
- Marafon, A. P., Sumi, A., Alcântara, M. R., Tamime, A. Y., Oliveira, M. N., 2011, Optimization of the rheological properties of probiotic yoghurts supplemented with milk proteins, *LWT - Food Science and Technology*, 44, 2, 511–519.

**KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)**

- Martinello, T., Kaneko, T. M., Velasco, M. V. R., Taqueda, M. E. S. and Consiglieri, V.O., 2006, Optimization of poorly compactable drug tablets manufactured by direct compression using the mixture experimental design, *International Journal of Pharmaceutics*, 322, 87–95.
- Mclean, R. A. and Anderson, V. L., 1966, Extreme Vertices Design of Mixture Experiments, *Technometrics*, 8, 447-456.
- Mendenhall, W. and Sincich, T., 2003, *Second Course in Statistics, A: Regression Analysis*, Pearson.
- Menezes, R. R. Marques, L. N. Campos, L. A. Ferreira, H. S. Santana, L. N. L. and Neves, G. A., 2010, Use of statistical design to study the influence of CMC on rheological properties of bentonite dispersions for water-based drilling fluids, *Applied Clay Science* 49, 1, 13–20.
- Menezes, R. R., Brasileiro, M. I., Gonçalves, W. P., Lima Santana, L. N., Neves, G. A., Ferreira, H. S., Ferreira, H. C., 2009, Statistical Design for Recycling Kaolin Processing Waste in the Manufacturing of Mullite-Based Ceramics, *Materials Research*, 12, 201-209.
- Menezes, R. R., Malzac Neto H. G., Santana, L. N. L., Lira, H. L., Ferreira, H. S. and Neves, G. A., 2008, Optimization of wastes content in ceramic tiles using statistical design of mixture experiments, *Journal of the European Ceramic Society*, 28, 3027–3039.
- Mittal, V., 2008, Modeling the Behavior of Polymer-layered Silicate Nanocomposites using Factorial and Mixture Designs, *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 21, 9, Doi: 10.1177/0892705707085217.
- Moldes, A., Cendon, Y. and Barral, M.T., 2007, Evaluation of municipal solid waste compost as a plant growing media component, by applying mixture design, *Bioresource Technology*, 98, 3069–3075.
- Monaco, R. D., Miele, N.A., Cavella, S. and Masi, P., 2010, New chestnut-based chips optimization: Effects of ingredients. *LWT-Food Science and Technology*, 43, 126–132.
- Montgomery, D. C., 2001, *Design and Analysis of Experiments*, John Wiley and Sons, New York, 684 p.

**KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)**

- Montgomery, D.C., 2005, Design and Analysis of Experiments, John Wiley & Sons, New York, 680 p.
- Montgomery, D.C., 2009, Statistical Quality Control, 425, John Wiley & Sons, New York, 656 p.
- Moreira, G.A., Micheloud, G.A., Beccaria, A.J. and Goicoechea, H.C., 2007, Optimization of the Bacillus thuringiensis var. Kurstaki HD-1 -endotoxins production by using experimental mixture design and artificial neural networks, Biochemical Engineering Journal, 35, 48–55.
- Mura, P., Furlanetto, S., Cirri, M., Maestrelli, F., Marras, A. M. and Pinzauti, S., 2005, Optimization of glibenclamide tablet composition through the combined use of differential scanning calorimetry and D-optimal mixture experimental design, Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, 37, 1, 65-71.
- Muteki, K., MacGregor, J.F. and Ueda, T., 2007, Mixture designs and models for the simultaneous selection of ingredients and their ratios, Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 86, 17–25.
- Myers, R.H. and Montgomery, D.C., Response Surface Methodology: Process and product optimization using designed experiments, second ed., John Wiley & Sons, USA, 2002.
- Nano, R. M. W., Bruns, R. E., Ferreira, S. L. C., Baccan, N. and Cadore, S., 2009, Statistical mixture design development of digestion methods for Oyster tissue using inductively coupled plasma optical emission spectrometry for the determination of metallic ions, Talanta, 80, 2, 559-64.
- Nardi, J.V., Acchar, W. and Hotza, D., 2004, Enhancing the properties of ceramic products through mixture design and response surface analysis, Journal of the European Ceramic Society, 24, 375–379.
- Nicholson, T. A. J. and Pullen, R. D., 1969, Statistical and Optimization Techniques in the design of rubber compounds, Computer Aided Design, 1, 39-47.
- Nigam, A.K., Gupta, S.C. and Gupta, S., 1983, A New Algorithm for Extreme Vertices Designs for Linear Mixture Models, Technometrics, 25, 367-371.
- Nikzade, V., Tehrani, M. M. and Saadatmand-Tarzjan, M., 2012, Optimization of low-cholesterol-low-fat mayonnaise formulation: Effect of using soy milk and some stabilizer by a mixture design approach, Food Hydrocolloids, 28, 344-352.

**KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)**

- Piepel, G. F. 50 years of mixture experiment research: 1955-2004, in: A.I. Khuri (Ed.), *Response Surface Methodology and Related Topics*; World Scientific, Singapore, 2006, 283-327 pp.
- Prakasham, R.S., Sathish, T., Brahmaiah, P., Rao, Ch.S., Rao, R.S. and Hobbs, P.J., 2009, Biohydrogen production from renewable agri-waste blend: Optimization using mixer design, *International Journal of Hydrogen Energy*, 34, 6143–6148.
- Qiu, S., Zhou, Z., Dong, J. and Chen, G., 2001, Preparation of Ni nanoparticles and evaluation of their tribological performance as potential additives in oils, *Journal of Tribology*, 123, 441–443.
- Quenouille, M.H., 1953, *The Design and Analysis of Experiments*, Charles Griffen and Company, London, England.
- Rao, P.V. and Baral, S.S., 2011, Experimental design of mixture for the anaerobic co-digestion of sewage sludge, *Chemical Engineering Journal*, 172, 977–986.
- Rapoport, L., Lvovsky, M., Lapsker, I., Volovik, Y., Feldman, Y. and Tenne, R., 2001, Friction and wear of bronze powder composites fullerene-like WS<sub>2</sub> nanoparticles, *Wear* 249, 150–157.
- Sánchez-Arias, V., Fernández, F. J., Villaseñor, J. and Rodríguez, L., 2008, Enhancing the co-composting of olive mill wastes and sewage sludge by the addition of an industrial waste, *Bioresource Technology*, 99, 6346–6353.
- Santafé'-Moros, A., Goza'lvez-Zafrilla, J.M., Lora-García, J. and García-Dí'az, J.C., 2005, Mixture design applied to describe the influence of ionic composition on the removal of nitrate ions using nanofiltration, *Desalination*, 185, 289–296.
- Santos, W. P. C., Castro, J. T., Bezerra, M. A., Fernandes, A. P., Ferreira, S. L. C. and Korn, M. G. A., 2009, Application of multivariate optimization in the development of an ultrasound-assisted extraction procedure for multielemental determination in bean seeds samples using ICP OES, *Microchemical Journal*, 91, 2, 153–158.
- Sarabia, L.A., Ortiz, M.C. and Sánchez, M.S., 2009, D-optimal design used to optimize a multi-response class-modelling method, *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 95, 138–143.



**KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)**

- Schabbach, L. M. ,Fredel, M. C. and Hotza, D., 2001, Three-component lead borosilicate frit, *American Ceramic Society Bulletin*. 80, 7, 57-63.
- Scheffé, H., 1958, Experiments with Mixtures, *Journal of the Royal Statistical Society B*, 20, 344-360.
- Scheffé, H., 1961, Reply to Mr. Quenouille's Comments About My Paper on Mixtures, *Journal of the Royal Statistical Society B*, 23, 171-172.
- Scheffé, H., 1963, The Simplex-Centroid Design for Experiments with Mixtures, *Journal of the Royal Statistical Society, B*, 25, 235-251.
- Siefarth, C., Tyapkova, O., Beauchamp, J., Schweiggert, U., Buettner, A. and Bader, S., 2011, Mixture design approach as a tool to study in vitro flavor release and viscosity interactions in sugar-free polyol and bulking agent solutions, *Food research international*, 44, Doi: 10.1016/j.foodres.2011.08.005.
- Smith, W.F., *Experimental Design for Formulation, ASA-SIAM Series on Statistics and Applied Probability, SIAM, Philadelphia, 2005.*
- Snee, R.D., and Marquardt, D.W., 1974, Extreme Vertices Designs for Linear Mixture Models, *Technometrics*, 16, 399-408.
- Soares, D. X., Scarminio, I. S. and Bruns, R. E., 2011, Mixture designs for exploring class diversity and metabolite fingerprinting: An efficient column chromatographic strategy, *Analytica Chimica Acta*, 702, 288– 294.
- Soares, P. K., Bruns, R. E. and Scarminio, I. S., 2009, Statistical mixture design investigation of fractionated and total extracts from *Erythrina speciosa* Andrews leaves, *JSS Journal*, 32, 4, 644-52.
- Soares, P.K., Bruns, R.E. and Scarminio, I.S., 2008, Statistical mixture design—Varimax factor optimization for selective compound extraction from plant material, *Analytica Chimica Acta*, 613, 48–55.
- Tao, X., Jiazheng, Z. and Kang, X., 1996, The ball-bearing effect of diamond nanoparticles as an oil additive, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 29, 2932–2937.

**KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)**

- Vieira, R.K., Soares, R.C., Pinheiro, S.C., Paiva, O.A., Eleuterio, J.O. and Vasconcelos, R.P., 2010, Completely random experimental design with mixture and process variables for optimization of rubberized concrete, *Construction and Building Materials*, 24, 1754–1760.
- Wu, Y. Y. Tsui, W. C. and Liu, T. C., 2007, Experimental analysis of tribological properties of lubricating oils with nanoparticle additives, *Wear* 262, 819–825.
- Xue, Q., Liu, W. and Zhang, Z., 1997, Friction and wear properties of a surfacemodified TiO<sub>2</sub> nanoparticle as an additive in liquid paraffin, *Wear* 213, 29–32.
- Yang, H., Yan, R., Chen, H., Zheng, C., Lee, D. H., and Liang, D. T., 2006, In-Depth Investigation of Biomass Pyrolysis Based on Three Major Components: Hemicellulose, Cellulose and Lignin, *Energy Fuels*, 2006, 20, 1, 388–393, Doi: 10.1021/ef0580117.
- Yin, H., Chen, Z., Gu, Z. and Han, Y., 2009, Optimization of natural fermentative medium for selenium-enriched yeast by D-optimal mixture design, *LWT - Food Science and Technology*, 42, 327–331.
- Zhou, J., Yang, J., Zhang, Z., Liu, W. and Xue, Q., 1999, Study on the structure and tribological properties of surface-modified Cu nanoparticles, *Materials Research Bulletin*, 34, 9, 1361-1367.
- Zhou, J., LIU, X., Huang, K., Dong, M. and Jiang, H., 2007, Application of the Mixture Design to Design the Formulation of Pure Cultures in Tibetan kefir, *Agricultural Sciences in China*, 6, 11, 1383–1389.
- Zorba, O., Kurt, S., 2006, Optimization of emulsion characteristics of beef, chicken and turkey meat mixtures in model system using mixture design, *Meat Science*, 73, 611–618.

## EKLER

- Ek.1. 1955-1980 yılları arasında karışım tasarımları üzerine yapılan önemli çalışmaların kronolojik dağılımı
- Ek. 2. Karışım tasarımlarına ilişkin 1955 ve 2000 yılları arasında yayımlanmış istatistiksel çalışmalar
- Ek. 3. Karışım tasarımı uygulamalarının sınıflandırılması
- Ek. 4. Aşınma alanı yanıt değişkeni için simpleks kafes deney tasarımı planı
- Ek. 5. Aşınma alanı yanıt değişkeni profil ölçümleri
- Ek. 6. Aşınma alanı yanıt değişkeni için model seçimi
- Ek. 7. Aşınma alanı yanıt değişkeni model yeterliliği istatistikleri raporu
- Ek. 8. Özgül aşınma oranı yanıt değişkeni için simpleks kafes deney tasarımı planı
- Ek. 9. Aşınma iz genişliği yanıt değişkeni için simpleks kafes deney tasarımı planı
- Ek. 10. Aşınma iz genişlikleri
- Ek. 11. Aşınma iz genişliği yanıt değişkeni için model seçimi
- Ek. 12. Aşınma iz genişliği yanıt değişkeni için model yeterliliği istatistikleri raporu
- Ek. 13. Aşınma alanı yanıt değişkeni için doğrulama deneyi profil ölçüm sonuçları

**Ek. 1.** 1955-1980 yılları arasında karışım tasarımları üzerine yapılan önemli çalışmaların kronolojik dağılımı

Yıl	Yazar(lar)	Yayın Sayısı	Yıl	Yazar(lar)	Yayın Sayısı
1955	Claringbold	1	1970	Becker; Cornell & Good; Gorman; Nigam	4
1958	Scheffé	1	1972	Narcy & Renaud	1
1959	Quenouille	1	1973	Cornell; Nigam; Snee	3
1961	Scheffé; Kiefer	2	1974	Marquardt & Snee; Nigam; Snee & Marquardt	3
1962	Gorman & Hinman; Wagner & Gorman	2	1975	Cornell; Cornell & Ott; Draper & St. John ; Kiefer; Laake; Rusin; Snee	7
1963	Kenworthy; Scheffé; Wagner & Gorman	3	1976	Nigam; Snee & Marquardt; Sobolev & Chemleva	3
1964	Uranisi	1	1977	Cornell; Draper & St. John; Galil & Kiefer	3
1966	Cruise; Gorman; Kurotori; McLean & Anderson; Murty	5	1978	Becker; Cornell & Gorman; Kiefer; Park	4
1967	Diamond; Drew	2	1979	Cornell; Cornell & Khuri; Goel & Nigam; Hare; Morris & Snee; Snee	6
1968	Becker; Lambrakis; Murty & Das; Thompson & Myers	4	1980	Daniel & Wood; Goel; Piepel	3

**Ek. 2.** Karışım tasarımlarına ilişkin 1955 ve 2000 yılları arasında yayımlanmış istatistiksel çalışmalar

Yıl	Tasarım Tipi	Yazar (Yıl)
1955	Two-part simplex design at 3 amounts	Claringbold(1955)
1958	Simplex-Lattice and modifications	Scheffe (1958); Gorman and Hinman (1962); Wagner & Gorman (1962); Lambrakis(1969); Chen & Zhu (1984); Cornell (1986); Chasalow & Brand (1995)
1963	Simplex-Centroid (a) Augmented (b) Restricted region (c) Crossed with factorial for process variables Factorial in ratios ( $X_i/X_j$ )	Scheffe (1963); Bownds et al. (1965) Cornell (1986) Murthy and Murty (1983,1989) Scheffe (1963), Cornell (1990) Kenworthy (1963)
1965	Response surface in q-1 variables	Draper and Lawrence (1965); Thompson and Myers (1968); Cornell and Good (1970); Piepel & Cornell (1992,1994)
1966	Extreme Vertices	McLean and Anderson (1966); Gorman (1966); Diamond (1967); Snee and Marquardt (1974); Nigam et al. (1983)
1968	Multiple Lattice	Lambrakis (1968) Cornell and Ramsey (1998)
1970	Block Designs	Nigam (1970, 1976); Draper et al. (1993); Lewis et al. (1993); Murthy and Murty (1993); Prescott et al. (1993)
1971	For including process variables  (a) Fractional plans	Scheffe (1963); Cornell (1971); Hare (1979); Vuchkov et al. (1981); Czitrom (1988,1989) Duineveld et al. (1993); Cornell and Gorman (1984)
1973	Symmetric-Simplex	Saxena and Nigam (1973,1977); Cornell (1990)
1975	For Cox's model	Cornell (1975)
1976	Screening Designs	Snee and Marquardt (1976); Piepel (1990,1991)
1977	For models with inverse terms D-optimal Design	Draper and St. John (1977); Galil and Kiefer (1977)
1978	Radial designs	Becker (1978)
1979	For multicomponent constraints	Snee (1979)
1980	Systematic	Goel (1980)

**Ek. 2.** Karışım tasarımlarına ilişkin 1955 ve 2000 yılları arasında yayımlanmış istatistiksel çalışmalar (devam)

Yıl	Tasarım Tipi	Yazar (Yıl)
1982	Derived from factorials Axis-slope-rotatable	Murthy and Murty (1982); Park and Kim (1982,1988)
1987	Mixture-Amount	Piepel and Cornell (1987); Hilgers and Bauer (1995)
1988	For paired-comparison experiments	Charter and Beaver (1988)
1990	Axial	Cornell (1990)
1993	Central Composite Analogue	Piepel et al. (1993b)
1994	Robust Design, noise factors	Tsubaki (1994); Goldfarb, Borrer, et al. (2004b)
	Augmentation with components and/or design points	Hrma et al.(1994); Piepel et al. (1995, 2004); Cooley at al. (2003)
	Uniform	Fang & Wang (1994); Chan & Guan (1998)
1996	Extended Hexagon Lattice	Bruns et al. (1996)
1998	For Additive quadratic or cubic models	Chan et al. (1998a, 1998b)
2000	Bayesian two-stage optimal	Lin, Myers & Ye (2000)

### Ek.3. Karışım tasarımı uygulamalarının sınıflandırılması

No	Makale Adı	Faktör Sayısı	Tasarım Tipi	Sektör	Kullanılan Yazılım	Yayımlandığı Dergi	Referans
1	Simplex lattice mixture design approach on the rheological behavior of glucomannan based salep-honey drink mixtures: An optimization study based on the sensory properties	3	Simpleks Kafes	Gıda	Sas, Minitab, Statistica	Food Hydrocolloids	Karaman vd. (2011)
2	Application of simplex lattice design for development of moisture absorber for oyster mushrooms	3	Simpleks Kafes	Gıda	Statistica	Procedia Food Science	Azevedo et al. (2011)
3	Effect of chloride salt mixtures on selected attributes and mineral content of fermented cracked Aloreña olives	3	Simpleks Kafes	Gıda	Design Expert, Statistica	LWT - Food Science and Technology	Bautista-Gallego et al. (2011)
4	Fermentation profiles of Manzanilla-Aloreña cracked green table olives in different chloride salt mixtures	3	Simpleks Kafes	Gıda	Design Expert, Statistica	Food Microbiology	Bautista-Gallego et al. (2010)
5	New chestnut-based chips optimization: Effects of ingredients	3	Simpleks Kafes	Gıda	Design Expert	LWT - Food Science and Technology	Monaco et al. (2010)
6	Low-fat sodium-reduced sausages: Effect of the interaction between locust bean gum, potato starch and k-carrageenan by a mixture design approach	3	Simpleks Kafes	Gıda	SAS	Meat Science	Garcı'a-Garcı'a & Totosaus (2008)
7	Optimization of emulsion characteristics of beef, chicken and turkey meat mixtures in model system using mixture design	3	Simpleks Kafes	Gıda	SAS	Meat Science	Zorba & Kurt (2006)

### Ek.3. Karışım tasarımı uygulamalarının sınıflandırılması (Devam)

No	Makale Adı	Faktör Sayısı	Tasarım Tipi	Sektör	Kullanılan Yazılım	Yayımlandığı Dergi	Referans
8	Optimization of blended wine quality through maximization of consumer liking	3	Simpleks Merkez	Gıda	SAS	Food Quality and Preference	Dooley et al. (2012)
9	Optimization of low cholesterol-low fat mayonnaise formulation: Effect of using soy milk and some stabilizer by a Mixture Design approach	3	Simpleks Merkez	Gıda	Design Expert	Food Hydrocolloids	Nikzade et al. (2012)
10	Optimization of the rheological properties of probiotic yoghurts supplemented with milk proteins	3	Simpleks Merkez	Gıda	Statistica	LWT - Food Science and Technology	Marafon et al. (2011)
11	Optimizing color and lipid stability of beef patties with a mixture design incorporating with tea catechins, carnosine, and $\alpha$ -tocopherol	3	Simpleks Merkez	Gıda	SAS	Journal of Food Engineering	Liu et al. (2010)
12	Flour constituent interactions and their influence on dough rheology and quality of semi-sweet biscuits: A mixture design approach with reconstituted blends of gluten, water-solubles and starch fractions	3	Simpleks Merkez	Gıda	SAS	Journal of Cereal Science	Fustier et al. (2008)
13	Modeling methods for crossed mixture experiments— a case study from sausage production	3	Çapraz	Gıda		Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems	Dingstad et al. (2003)
14	Application of the Mixture Design to Design the Formulation of Pure Cultures in Tibetan kefir	5	D-optimal	Gıda	Design Expert	Agricultural Sciences in China	Zhou vd. (2007)



### Ek.3. Karışım tasarımı uygulamalarının sınıflandırılması (Devam)

No	Makale Adı	Faktör Sayısı	Tasarım Tipi	Sektör	Kullanılan Yazılım	Yayımlandığı Dergi	Referans
15	Optimization of natural fermentative medium for selenium-enriched yeast by D-optimal mixture design	3	D-optimal	Gıda	Design Expert	LWT - Food Science and Technology	Yin et al. (2009)
16	Optimization of the water-based road-marking paint by experimental design, mixture method	3	Özel Kübik Model	Boya	Design Expert	Progress in Organic Coatings	Fatemi et al. (2006)
17	Optimization of wastes content in ceramic tiles using statistical design of mixture experiments	3	Simpleks Kafes	Seramik & Beton	Statistica	Journal of the European Ceramic Society	Menezes et al. (2008)
18	Application of the mixture design to decolourise effluent textile wastewater using continuous stirred bed reactor	3	Simpleks Kafes	Tekstil	Minitab	Water SA	Ayed et al. (2011)
19	Mixture design optimization of the composition of S, C, SnO <sub>2</sub> -codoped TiO <sub>2</sub> for degradation of phenol under visible light	3	Simpleks Merkez	Seramik	Minitab, Design Expert	Microporous and Mesoporous Materials	Chen et al. (2010)
20	Tutorial: An example of application of a mixture design with constraints to a pharmaceutical formulation	4	D-optimal	İlaç	Matlab	Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems	Cafaggi et al. (2003)
21	Statistical Design for Recycling Kaolin Processing Waste in the Manufacturing of Mullite-Based Ceramics	3	Simpleks Kafes	Seramik	Statistica	Materials Research	Menezes et al. (2009)
22	Simultaneous optimization of linear firing shrinkage and water absorption of triaxial ceramic bodies using experiments design	3	Simpleks Kafes	Seramik	Statistica	Ceramics International	Correia et al. (2004)

### Ek.3. Karışım tasarımı uygulamalarının sınıflandırılması (Devam)

No	Makale Adı	Faktör Sayısı	Tasarım Tipi	Sektör	Kullanılan Yazılım	Yayımlandığı Dergi	Referans
23	Optimization of glibenclamide tablet composition through the combined use of differential scanning calorimetry and D-optimal mixture experimental design	4	D-optimal	İlaç	Nemrod-W	Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis	Mura et al. (2005)
24	Novel chemometric strategy based on the application of artificial neural networks to crossed mixture design for the improvement of recombinant protein production in continuous culture	3	Çapraz	İlaç	Design Expert	Analytica Chimica Acta	Didier et al. (2009)
25	Mixture experiment methods in the development and optimization of microemulsion formulations	3	Özel Kübik Model	İlaç	Design Expert, Nemrod-W	Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis	Furlanetto et al. (2011)
26	Statistical mixture design—Varimax factor optimization for selective compound extraction from plant material	4	Simpleks Merkez	Malzeme	Statistica	Analytica Chimica Acta	Soares et al. (2008)
27	Optimization of chemical admixture for concrete on mortar performance tests using mixture experiments	4	D-Optimal	Seramik & Beton	Mathematica	Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems	Akalin et al. (2010)
28	Mixture design applied to describe the influence of ionic composition on the removal of nitrate ions using nanofiltration	3	Simpleks Kafes		Design Expert	Desalination	Santafe'-Moros et al. (2005)
29	Mixture design applied to the formulation of hydrotropes for liquid detergents	4	D-optimal	İlaç	Nemrod-W	Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems	Kamoun et al. (2002)

### Ek.3. Karışım tasarımı uygulamalarının sınıflandırılması (Devam)

No	Makale Adı	Faktör Sayısı	Tasarım Tipi	Sektör	Kullanılan Yazılım	Yayımlandığı Dergi	Referans
30	Statistical mixture design—Principal component determination of synergic solvent interactions for natural product extractions	5	Simpleks Merkez	Malzeme	SAS	Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems	Garcia et al. (2010)
31	Crossed mixture design and multiple response analysis for developing complex culture media used in recombinant protein production	3	Çapraz	İlaç	Nemrod-W	Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems	Didier et al. (2007)
32	D-optimal design used to optimize a multi-response class-modelling method		D-optimal	İlaç	Nemrod-W	Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems	Sarabia et al. (2009)
33	Prespecified factor level combinations in the optimal design of mixture-process variable experiments	6	D-optimal	Gıda	Matlab, SAS	Food Quality and Preference	Ketelaere et al. (2011)
34	Split-plot design for mixture experiments with process variables: A comparison of design strategies		D-optimal	Gıda	A Language and Environment for Statistical Computing, R Foundation for Statistical Computing	Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems	Mage & Naes (2005)
35	D-optimal designs for the Cross viscosity model applied to guar gum mixtures		D-optimal	Gıda	Matlab	Journal of Food Engineering	Mannarswamy et al. (2010)
36	Use of active consortia of constructed ternary bacterial cultures via mixture design for azo-dye decolorization enhancement		Uç Köşeler	Boya	Design Expert	Journal of Hazardous Materials	Chen et al. (2007)
37	Biohydrogen production from renewable agri-waste blend: Optimization using mixer design	3	Simpleks Kafes	Enerji	Statistica	International Journal of Hydrogen Energy	Prakasham et al. (2009)

### Ek.3. Karışım tasarımı uygulamalarının sınıflandırılması (Devam)

No	Makale Adı	Faktör Sayısı	Tasarım Tipi	Sektör	Kullanılan Yazılım	Yayımlandığı Dergi	Referans
38	Surimi–alginate gels as affected by setting: a study based on mixture design and regression models	3	D-optimal	Gıda	Design Expert	Food Research International	Kim (2003)
39	Using mixture experimental design to study the effect of multifunctional acrylate monomers on UV cured epoxy acrylate resins	4	D-optimal	Boya	Design Expert	Progress in Organic Coatings	Kardar et al. (2009)
40	Use of active consortia of constructed ternary bacterial cultures via mixture design for Congo Red decolorization enhancement	3	D-optimal	Boya	Minitab	Chemical Engineering Journal	Ayed et al. (2010)
41	Use of a D-optimal mixture design to estimate the effects of diverse chloride salts on the growth parameters of <i>Lactobacillus pentosus</i>	4	D-optimal	Gıda	Design Expert	Food Microbiology	Arroyo-Lo'pez et al. (2009)
42	Use of constrained mixture design for optimization of method for determination of zinc and manganese in tea leaves employing slurry sampling	3	Uç Köşeler	Kimya	Statistica	Analytica Chimica Acta	Bezerra et al. (2010)
43	A cross mixture design to optimise the formulation of a ground waste glass blended cement	3	Çapraz	Seramik & Beton	Nemrod-W	Construction and Building Materials	Khmiri et al. (2012)
44	Mixture–mixture design for the fingerprint optimization of chromatographic mobile phases and extraction solutions for <i>Camellia sinensis</i>	3	Simpleks Merkez	Kimya	A Language and Environment for Statistical Computing, R Foundation for Statistical Computing	Analytica Chimica Acta	Borges et al. (2007)

### Ek.3. Karışım tasarımı uygulamalarının sınıflandırılması (Devam)

No	Makale Adı	Faktör Sayısı	Tasarım Tipi	Sektör	Kullanılan Yazılım	Yayımlandığı Dergi	Referans
45	Application of simplex-centroid mixture design in developing and optimizing ceramic adsorbent for As(V) removal from water solution	3	Simpleks Merkez	Kimya	Design Expert	Chemical Engineering Journal	Chen et al. (2010)
46	Completely random experimental design with mixture and process variables for optimization of rubberized concrete	3	Çapraz	Seramik & Beton		Construction and Building Materials	Vieira et al. (2010)
47	Experimental design of mixture for the anaerobic co-digestion of sewage sludge	4	Simpleks Merkez	Enerji	Minitab	Chemical Engineering Journal	Rao & Baral (2011)
48	Starch, sugarcane bagasse fibre, and polyvinyl alcohol effects on extruded foam properties: A mixture design approach	3	Uç Köşeler Tasarımı	Gıda	Statistica	Industrial Crops and Products	Mali et al. (2010)
49	Enhancing the properties of ceramic products through mixture design and response surface analysis	3	İkinci Dereceden Polinomial Model	Seramik & Beton		Journal of the European Ceramic Society	Nardi et al. (2004)
50	Investigation of tensile properties and dyeing behavior of various polypropylene /polyamide 6 blends using a mixture experimental design	3	Uç Köşeler Tasarımı	Tekstil	Minitab	Dyes and Pigments	Asiaban & Moradian (2011)
51	Optimization of poorly compactable drug tablets manufactured by direct compression using the mixture experimental design	7	Tarama	İlaç	Design Expert	International Journal of Pharmaceutics	Martinello et al. (2006)

### Ek.3. Karışım tasarımı uygulamalarının sınıflandırılması (Devam)

No	Makale Adı	Faktör Sayısı	Tasarım Tipi	Sektör	Kullanılan Yazılım	Yayımlandığı Dergi	Referans
52	Optimization of the Bacillus thuringiensis var. Kurstaki HD-1-endotoxins production by using experimental mixture design and artificial neural networks	3	Simpleks Kafes	Kimya		Biochemical Engineering Journal	Moreira et al. (2007)
53	Simplex-centroid mixture formulation for optimised composting of kitchen waste	3	Simpleks Merkez	Enerji	Minitab, Design Expert	Bioresource Technology	Abdullah & Chin (2010)
54	In-Depth Investigation of Biomass Pyrolysis Based on Three Major Components: Hemicellulose, Cellulose and Lignin	3	Simpleks Kafes	Enerji		Energy Fuels	Yang et al. (2006)
55	Evaluation of municipal solid waste compost as a plant growing media component, by applying mixture design	3	Uç köşeler tasarımı	Enerji	Statistica	Bioresource Technology	Moldes et al. (2007)
56	Mixture design approach as a tool to study in vitro flavor release and viscosity interactions in sugar-free polyol and bulking agent solutions	4	D-optimal	Gıda	Design Expert	Food Research International	Siefarth et al. (2011)
57	Statistical mixture design investigation of fractionated and total extracts from Erythrina speciosa Andrews leaves	4	Simpleks Merkez	Malzeme	Statistica	Jss Journal	Soares et al. (2009)
58	Three-component lead borosilicate frit		Simpleks Kafes	Seramik & Beton		American Ceramic Society Bulletin	Schabbach et al. (2001)

### Ek.3. Karışım tasarımı uygulamalarının sınıflandırılması (Devam)

No	Makale Adı	Faktör Sayısı	Tasarım Tipi	Sektör	Kullanılan Yazılım	Yayımlandığı Dergi	Referans
59	Statistical mixture design development of digestion methods for Oyster tissue using inductively coupled plasma optical emission spectrometry for the determination of metallic ions	3	Simpleks Merkez	Kimya		Talanta	Nano et al. (2009)
60	Application of multivariate optimization in the development of an ultrasound-assisted extraction procedure for multielemental determination in bean seeds samples using ICP OES	3	Simpleks Merkez	Kimya	Statistica	Microchemical Journal	Santos et al. (2009)
61	Continuous flow electrocoagulation for MSG wastewater treatment using polymer coagulants via mixture-process design and response-surface methods	3	Çapraz	Kimya	Statistica	Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers	Chen et al. (2012)
62	Data fusion of Fourier transform infrared spectra and powder X-ray diffraction patterns for pharmaceutical mixtures	4	Simpleks Merkez	İlaç	Matlab	Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis	Haware et al. (2011)
63	Exploring multi-metal biosorption by indigenous metal hyperresistant Enterobacter sp. J1 using experimental design methodologies	3	Simpleks Kafes	Malzeme	SAS	Journal of Hazardous Materials	Lu et al. (2008)
64	Statistical mixture design selective extraction of compounds with antioxidant activity and total polyphenol content from <i>Trichilia catigua</i>	4	Simpleks Merkez	Kimya	Statistica	Analytica Chimica Acta	Lonni et al. (2012)
65	Use of statistical design to study the influence of CMC on the rheological properties of bentonite dispersions for water-based drilling fluids		Simpleks Merkez	Seramik & Beton	Statistica	Applied Clay Science	Menezes et al. (2010)

### Ek.3. Karışım tasarımı uygulamalarının sınıflandırılması (Devam)

No	Makale Adı	Faktör Sayısı	Tasarım Tipi	Sektör	Kullanılan Yazılım	Yayımlandığı Dergi	Referans
66	The optimal mixture design of experiments: Alternative method in optimizing the aqueous phase composition of a microemulsion	4	I-optimal	Kimya	Design Expert	Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems	Jeirani et al. (2012)
67	Mechanical characteristics investigation of Polymer Concrete Using Mixture Design of Experiments and Response Surface Method	4	Simpleks Kafes	Seramik & Beton		Journal of Applied Sciences	Barbuta and Lepadatu (2008)
68	A mixture design approach to optimizing the cathodic compositions of proton exchange membrane fuel cell	3	Simpleks Kafes	Enerji	SAS	Journal of Power Sources	Do and Lioub (2011)
69	Mixture designs applied to glass bioactivity evaluation in the Si–Ca–Na system	3	D-optimal	Malzeme	SAS	Journal of Non-Crystalline Solids	Duée et al. (2009)
70	Combined column–mobile phase mixture statistical design optimization of high-performance liquid chromatographic analysis of multicomponent systems	3	Simpleks Merkez	Kromatografi		Journal of Chromatography A	Breitkreitz et al. (2009)
71	Mixture Design Optimization of an Analytical Procedure for Iron Extraction and Determination From Cassava Leaves by Slurry Sampling Flame Atomic Absorption Spectrometry	3	Simpleks Merkez	Kimya	Statistica, Minitab	Spectroscopy Letters	Dias et al. (2011)
72	Mixture designs for exploring class diversity and metabolite fingerprinting: An efficient column chromatographic strategy	4	Simpleks Kafes	Kromatografi		Analytica Chimica Acta	Soares et al. (2011)



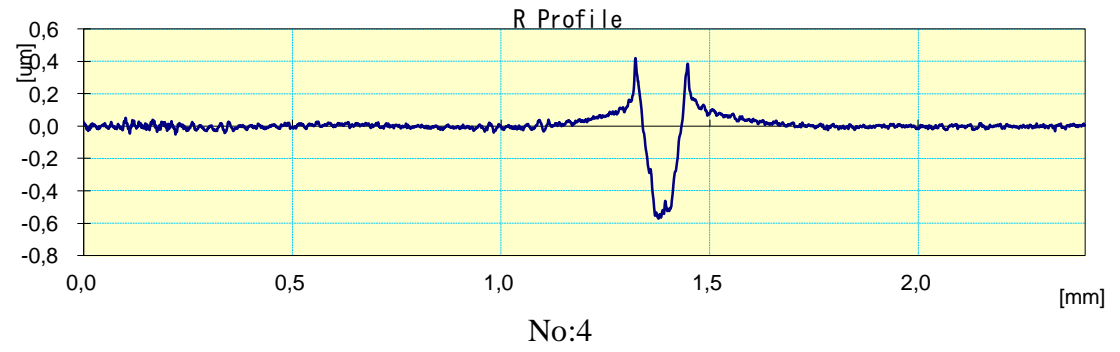
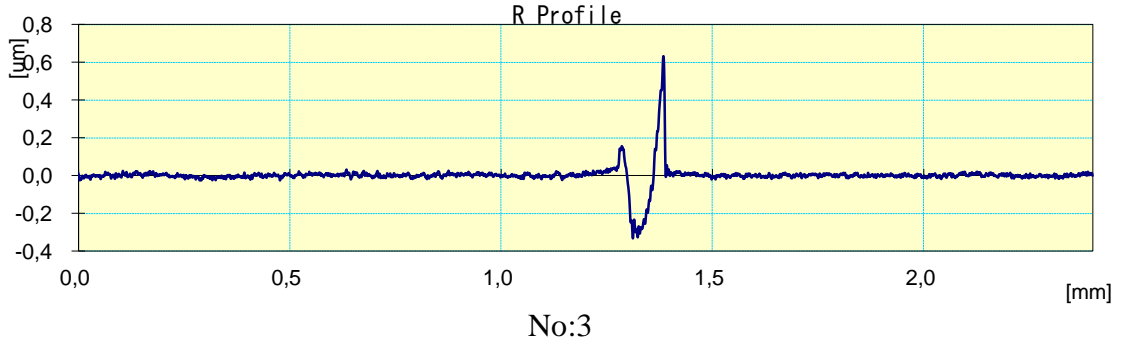
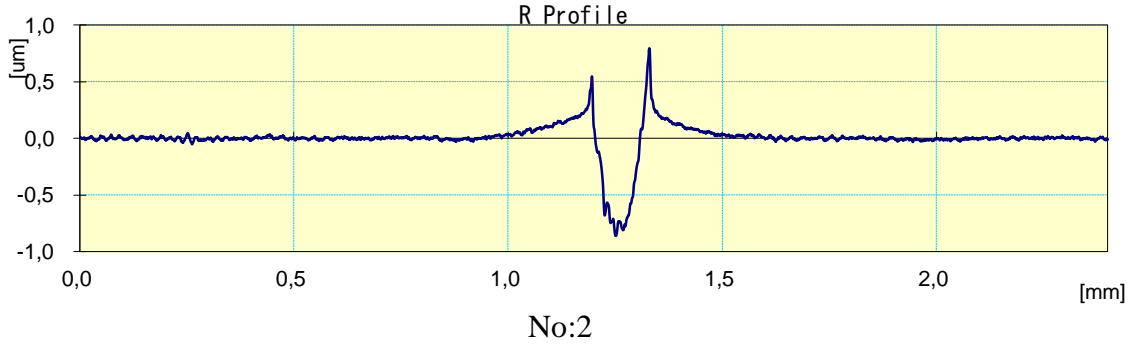
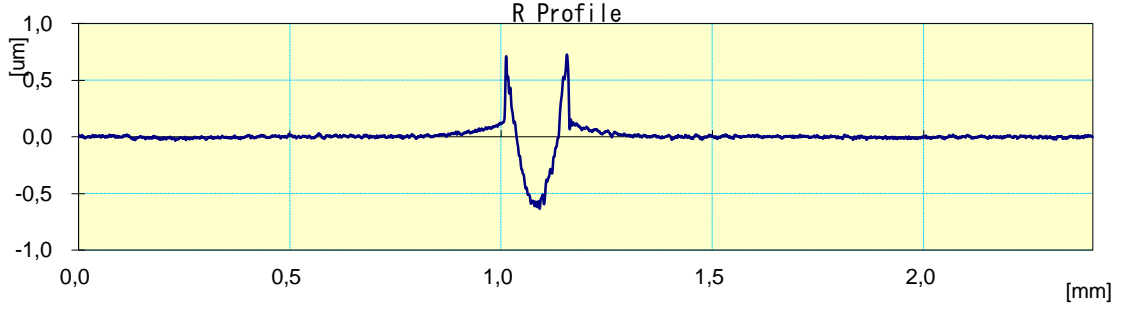
### Ek.3. Karışım tasarımı uygulamalarının sınıflandırılması (Devam)

No	Makale Adı	Faktör Sayısı	Tasarım Tipi	Sektör	Kullanılan Yazılım	Yayımlandığı Dergi	Referans
73	Mixture Design Applied to Optimize a Directly Compressible Powder Produced via Cospray Drying	3	D-optimal	İlaç	Design Expert	Drug Development and Industrial Pharmacy	Gonnissen et al. (2008)
74	Comparison of $\beta$ -1,3-glucanase production by <i>Botryosphaeria rhodina</i> MAMB-05 and <i>Trichoderma harzianum</i> Rifai and its optimization using a statistical mixture-design	3	Simpleks Kafes	Kimya	Statistica	Biochemical Engineering Journal	Giese et al. (2011)
75	Self-Consolidating High-Strength Concrete Optimization by Mixture Design Method	8	D-optimal	Seramik & Beton	Design Expert	Aci Materials Journal	Akalin et al. (2010)
76	Modeling the Behavior of Polymer-layered Silicate Nanocomposites using Factorial and Mixture Designs	3	Simpleks Kafes	Malzeme	Minitab	Journal of Thermoplastic Composite Materials	Mittal (2008)

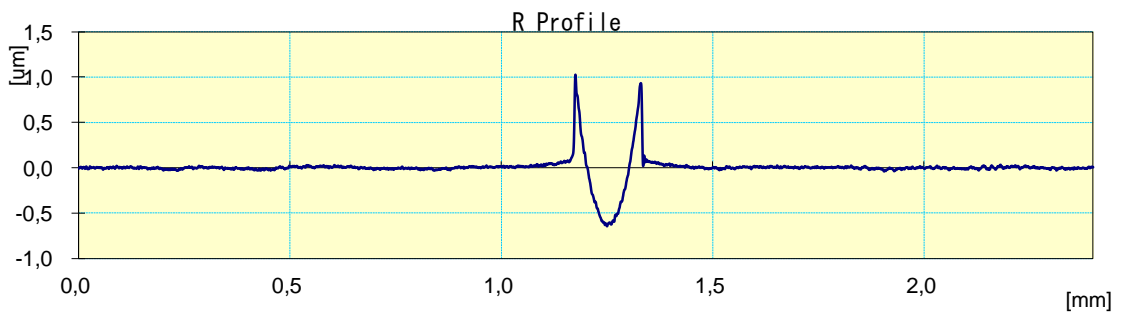
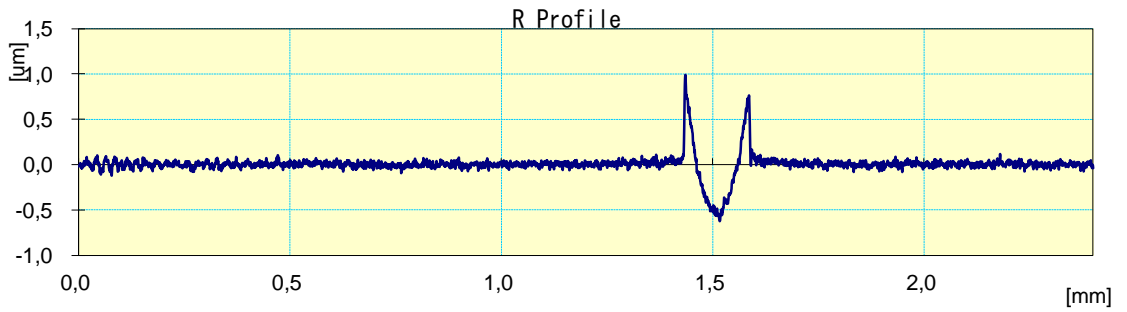
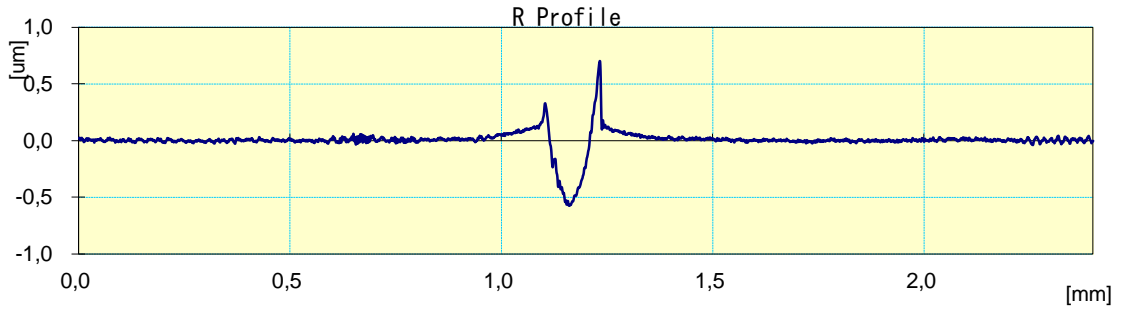
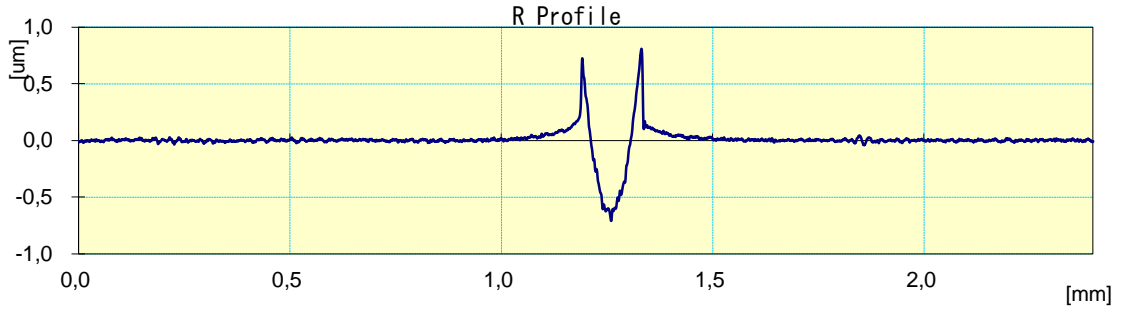
**Ek. 4.** Aşınma alanı yanıt değişkeni için simpleks kafes deney tasarımı planı

			<b>Component 1</b>	<b>Component 2</b>	<b>Component 3</b>	<b>Response</b>
			<b>Actual</b>			
<b>Std</b>	<b>Run</b>	<b>Type</b>	<b>A:ZnO</b>	<b>B:Si3N4</b>	<b>C:CNT</b>	<b>Asınma Alanı</b>
1	12	Vertex	0,0920	0,0000	0,0000	132,991
2	13	ThirdEdge	0,0613	0,0307	0,0000	136,909
3	15	ThirdEdge	0,0613	0,0000	0,0307	39,021
4	10	ThirdEdge	0,0307	0,0613	0,0000	56,136
5	8	Center	0,0307	0,0307	0,0307	102,3
6	17	ThirdEdge	0,0307	0,0000	0,0613	88,785
7	11	Vertex	0,0000	0,0920	0,0000	138,021
8	4	ThirdEdge	0,0000	0,0613	0,0307	156,193
9	5	ThirdEdge	0,0000	0,0307	0,0613	88,502
10	9	Vertex	0,0000	0,0000	0,0920	112,12
11	14	AxialCB	0,0613	0,0153	0,0153	101,022
12	16	AxialCB	0,0153	0,0613	0,0153	98,025
13	2	AxialCB	0,0153	0,0153	0,0613	82,005
14	7	Vertex	0,0920	0,0000	0,0000	132,379
15	1	Vertex	0,0000	0,0920	0,0000	133,35
16	6	Vertex	0,0000	0,0000	0,0920	116,929
17	3	ThirdEdge	0,0613	0,0307	0,0000	126,996

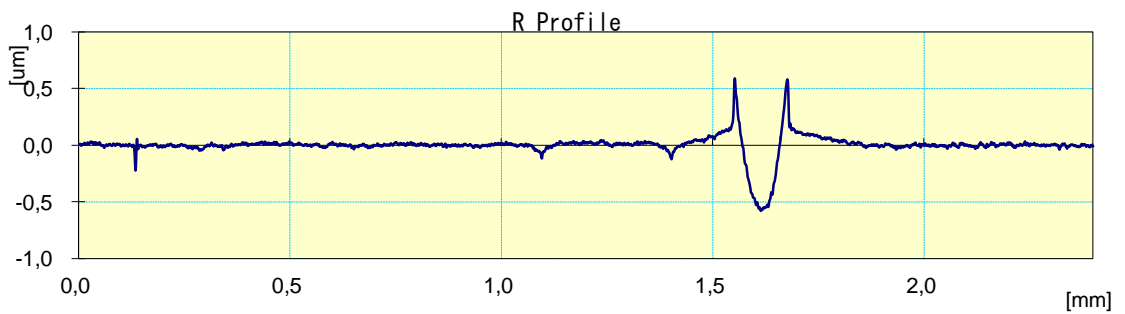
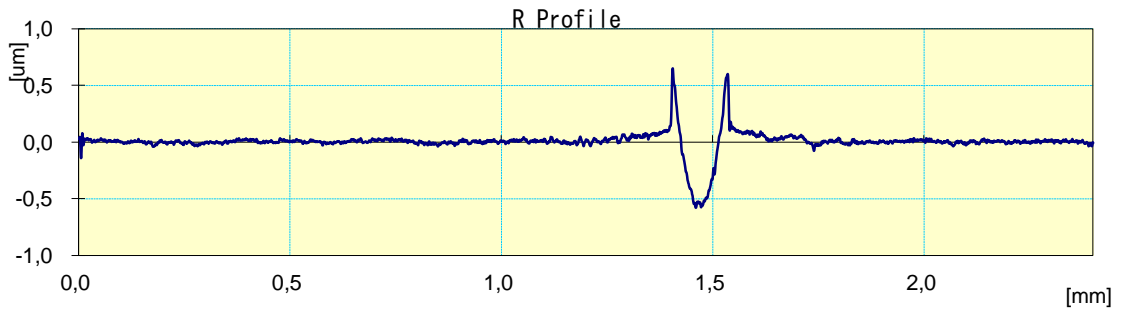
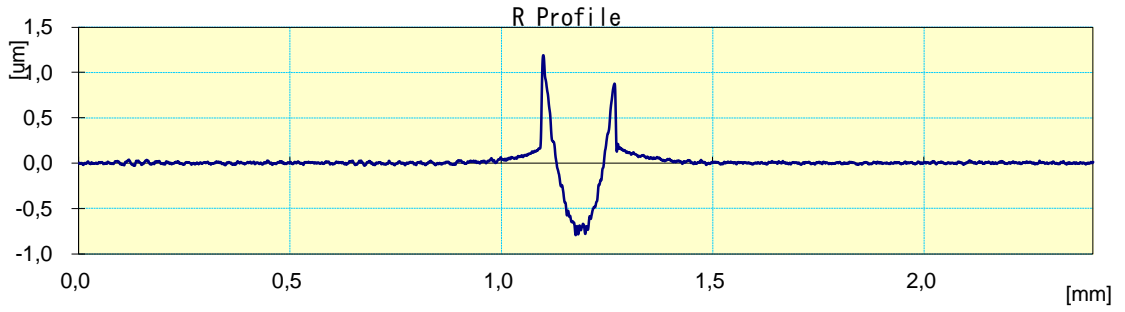
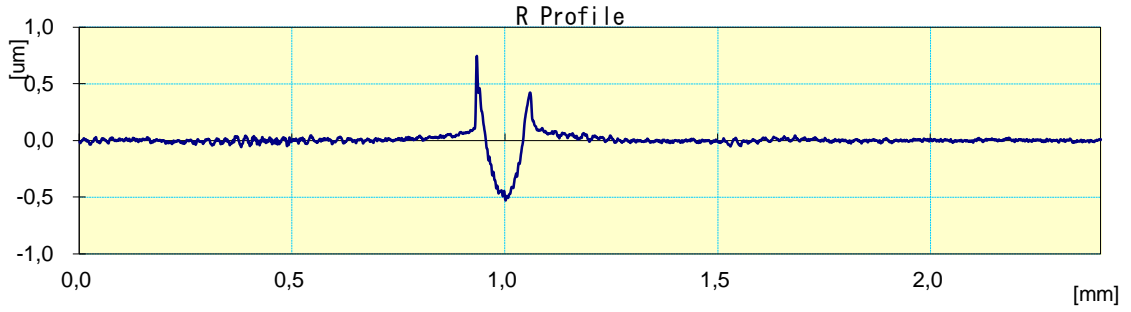
**Ek. 5. Aşınma alanı yanıt değişkeni profil ölçümleri**



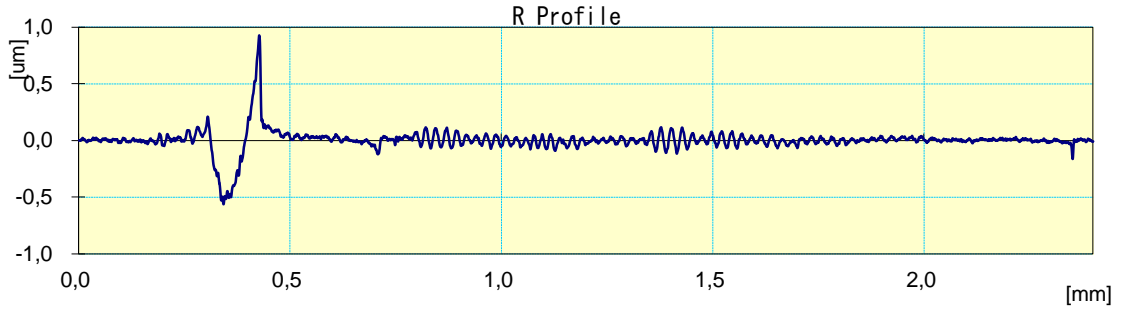
**Ek. 5. Aşınma alanı yanıt değişkeni profil ölçümleri (devam)**



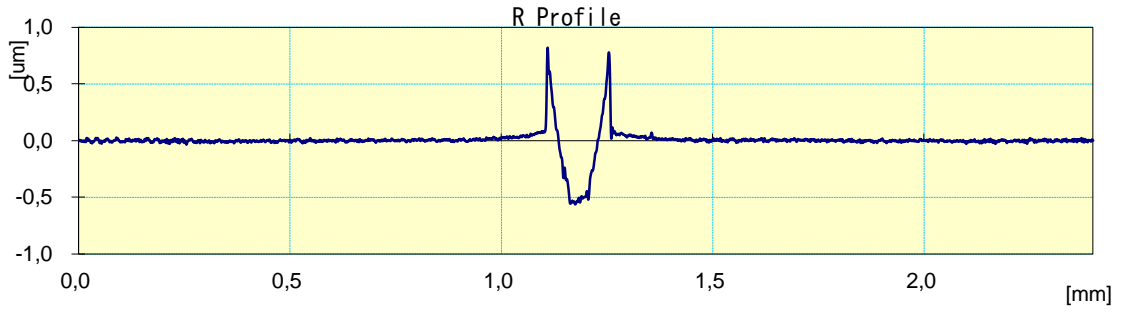
**Ek. 5. Aşınma alanı yanıt değişkeni profil ölçümleri (devam)**



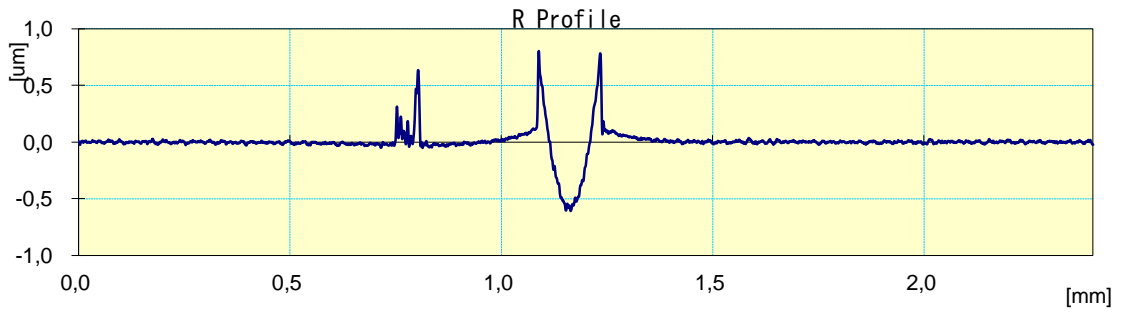
**Ek. 5. Aşınma alanı yanıt değişkeni profil ölçümleri (devam)**



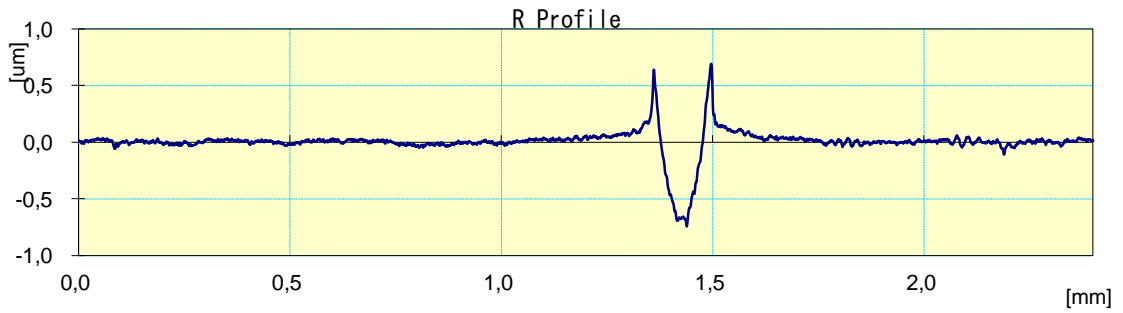
No:13



No:14

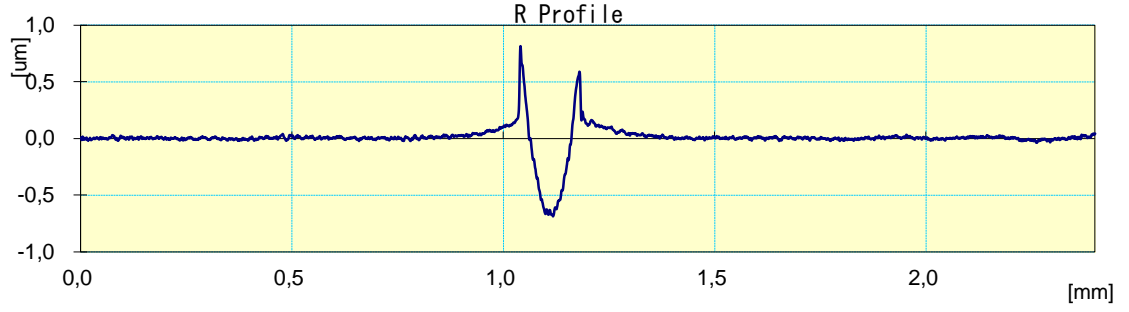


No:15



No:16

**Ek. 5. Aşınma alanı yanıt değişkeni profil ölçümleri (devam)**



No:17

**Ek. 6.** Aşınma alanı yanıt değişkeni için model seçimi

Response	Asınma Alanı		Transform:	None		
<b>*** Mixture Component Coding is L_Pseudo. ***</b>						
<b>Sequential Model Sum of Squares [Type I]</b>						
Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F Value	p-value Prob > F	
Mean vs Total	198868,2	1	198868,2			
Linear vs Mean	1401,657	2	700,8283	0,69309	0,5164	
Quadratic vs Linear	6016,445	3	2005,482	2,710155	0,0961	
Sp Cubic vs Quadratic	177,4051	1	177,4051	0,222802	0,6470	
<b>Cubic vs Sp Cubic</b>	<b>7721,633</b>	<b>3</b>	<b>2573,878</b>	<b>74,81381</b>	<b>&lt; 0,0001</b>	<b>Suggested</b>
Residual	240,8264	7	34,40378			
Total	214426,1	17	12613,3			
<b>Lack of Fit Tests</b>						
Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F Value	p-value Prob > F	
Linear	14084,52	10	1408,452	78,47246	0,0004	
Quadratic	8068,071	7	1152,582	64,21656	0,0006	
Special Cubic	7890,666	6	1315,111	73,27195	0,0005	
<b>Cubic</b>	<b>169,033</b>	<b>3</b>	<b>56,34434</b>	<b>3,139248</b>	<b>0,1490</b>	<b>Suggested</b>
Pure Error	71,79342	4	17,94835			



**Ek. 7.** Aşınma alanı yanıt değişkeni model yeterliliği istatistikleri raporu

Diagnostics Case Statistics					Internally Studentized Residual	Externally Studentized Residual	Influence on Fitted Value DFFITS	Cook's Distance	Run Order
Standard Order	Actual Value	Predicted Value	Residual	Leverage					
1	132,991	132,2606	0,73041	0,498934	0,175921	0,163232	0,162884	0,003082	12
2	136,909	133,0466	3,862444	0,454913	0,89192	0,8771	0,801272	0,066392	13
3	39,021	41,2002	-2,1792	0,822776	-0,88254	-0,86671	-1,86747	0,361597	15
4	56,136	53,12095	3,015047	0,825617	1,230947	1,287466	* 2,80	0,717387	10
5	102,3	95,57104	6,728963	0,58831	1,787969	2,245758	* 2,68	0,456831	8
6	88,785	85,7967	2,988301	0,831656	1,241715	1,301892	* 2,89	0,761708	17
7	138,021	135,4779	2,543112	0,498919	0,612504	0,582903	0,581645	0,037354	11
8	156,193	154,4698	1,723173	0,831656	0,716022	0,688604	1,53053	0,253278	4
9	85,502	83,81449	1,687511	0,834568	0,70735	0,679618	1,526463	0,252413	5
10	112,12	114,3154	-2,1954	0,498938	-0,52877	-0,49962	-0,49856	0,027841	9
11	101,022	100,8988	0,123206	0,432152	0,027875	0,025809	0,022515	5,91E-05	14
12	98,025	104,8393	-6,81434	0,460661	-1,58194	-1,82718	-1,68866	0,213747	16
13	82,005	88,77179	-6,76679	0,469194	-1,58348	-1,82995	-1,72047	0,221636	2
14	132,379	132,2606	0,11841	0,498934	0,028519	0,026405	0,026349	0,000081	7
15	133,35	135,4779	-2,12789	0,498919	-0,5125	-0,48364	-0,4826	0,026152	1
16	116,929	114,3154	2,613598	0,498938	0,629492	0,600027	0,598754	0,039458	6
17	126,996	133,0466	-6,05056	0,454913	-1,3972	-1,52329	-1,3916	0,162922	3
* Exceeds limits									

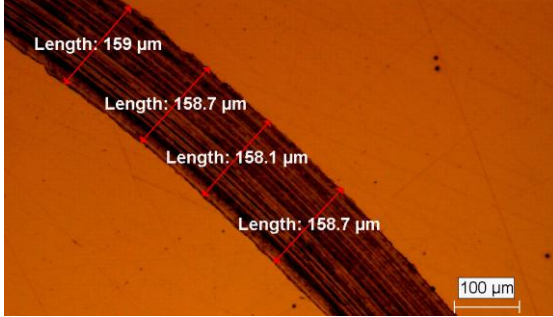
**Ek. 8.** Özgöl aşınma oranı yanıt değişkeni için simpleks kafes deney tasarımı planı

			<b>Component 1</b>	<b>Component 2</b>	<b>Component 3</b>	<b>Response</b>
<b>Std</b>	<b>Run</b>	<b>Type</b>	<b>A:ZnO</b>	<b>B:Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub></b>	<b>C:CNT</b>	<b>Özgöl Aşınma Oranı (x 10<sup>-6</sup>)</b>
1	12	Vertex	0,092	0,000	0,000	6,27286
2	13	ThirdEdge	0,061	0,031	0,000	6,45767
3	15	ThirdEdge	0,061	0,000	0,031	1,8403
4	10	ThirdEdge	0,031	0,061	0,000	2,64761
5	8	Center	0,031	0,031	0,031	4,82517
6	17	ThirdEdge	0,031	0,000	0,061	4,18767
7	11	Vertex	0,000	0,092	0,000	6,51012
8	4	ThirdEdge	0,000	0,061	0,031	7,3673
9	5	ThirdEdge	0,000	0,031	0,061	4,03281
10	9	Vertex	0,000	0,000	0,092	5,28838
11	14	AxialCB	0,061	0,015	0,015	4,76488
12	16	AxialCB	0,015	0,061	0,015	4,62352
13	2	AxialCB	0,015	0,015	0,061	3,86785
14	7	Vertex	0,092	0,000	0,000	6,24399
15	1	Vertex	0,000	0,092	0,000	6,28979
16	6	Vertex	0,000	0,000	0,092	5,51522
17	3	ThirdEdge	0,061	0,031	0,000	5,99008

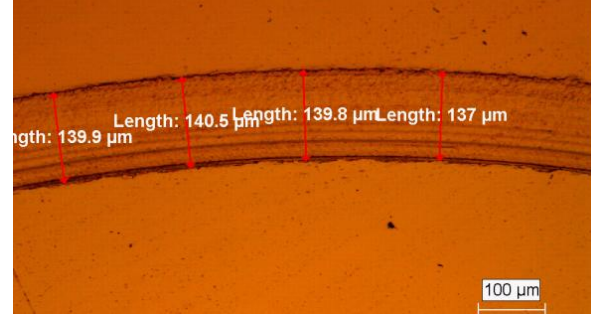
**Ek. 9.** Aşınma iz genişliği yanıt değişkeni için simpleks kafes deney tasarımı planı

			<b>Component 1</b>	<b>Component 2</b>	<b>Component 3</b>					<b>Response</b>
<b>Std</b>	<b>Run</b>	<b>Type</b>	<b>A:ZnO</b>	<b>B:Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub></b>	<b>C:CNT</b>	<b>Ölçüm 1</b>	<b>Ölçüm 2</b>	<b>Ölçüm 3</b>	<b>Ölçüm 4</b>	<b>Aşınma İz Genişliği</b>
1	12	Vertex	0,0920	0,0000	0,0000	159	158,7	158,1	158,7	158,6
2	13	ThirdEdge	0,0613	0,0307	0,0000	139,9	140,5	139,8	137	139,3
3	15	ThirdEdge	0,0613	0,0000	0,0307	105,1	103,9	104,4	103,8	103,2
4	10	ThirdEdge	0,0307	0,0613	0,0000	100,7	120,2	105,7	115,3	110,5
5	8	Center	0,0307	0,0307	0,0307	124,4	129,7	127	132	128,5
6	17	ThirdEdge	0,0307	0,0000	0,0613	133,4	130,5	135,1	131,9	132,7
7	11	Vertex	0,0000	0,0920	0,0000	156,4	160	164,7	167,5	162,1
8	4	ThirdEdge	0,0000	0,0613	0,0307	157,7	155,3	152,4	155,3	155,2
9	5	ThirdEdge	0,0000	0,0307	0,0613	124,7	124	117,5	119,3	121,4
10	9	Vertex	0,0000	0,0000	0,0920	138,6	132,8	134	135,9	135,4
11	14	AxialCB	0,0613	0,0153	0,0153	124	129,7	127,6	132	128,3
12	16	AxialCB	0,0153	0,0613	0,0153	124,4	122,8	122,9	125,2	123,1
13	2	AxialCB	0,0153	0,0153	0,0613	131,9	129,6	131,4	132,2	131,1
14	7	Vertex	0,0920	0,0000	0,0000	164,2	162,8	161,7	162,6	162,8
15	1	Vertex	0,0000	0,0920	0,0000	157,2	161,8	162,6	164,1	161,4
16	6	Vertex	0,0000	0,0000	0,0920	130,6	131,5	128,5	129,1	129
17	3	ThirdEdge	0,0613	0,0307	0,0000	139,2	143,7	137,2	141,3	140,4

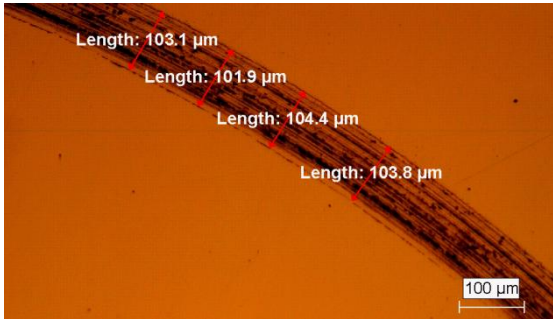
## Ek. 10. Aşınma iz genişlikleri



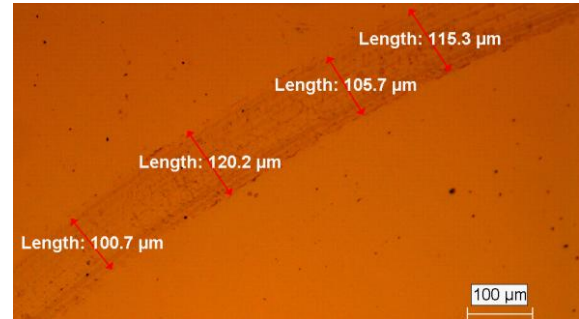
No:1



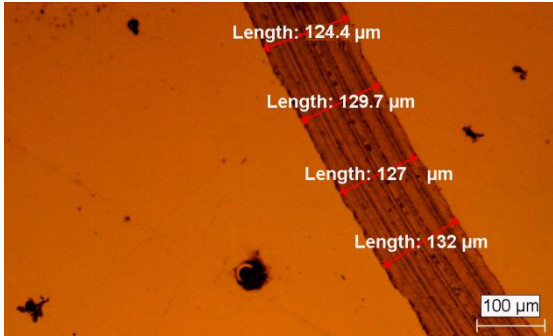
No:2



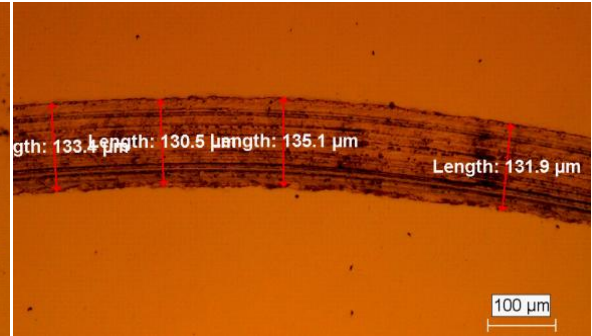
No:3



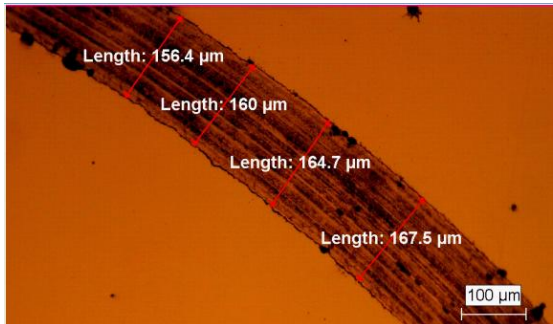
No:4



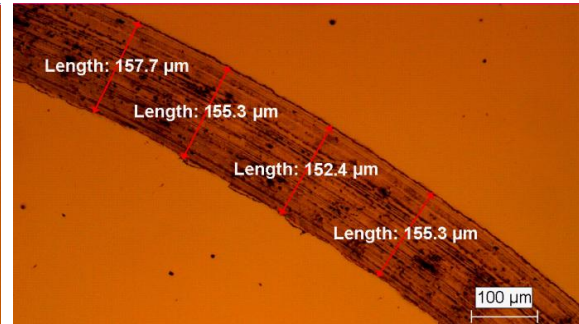
No:5



No:6

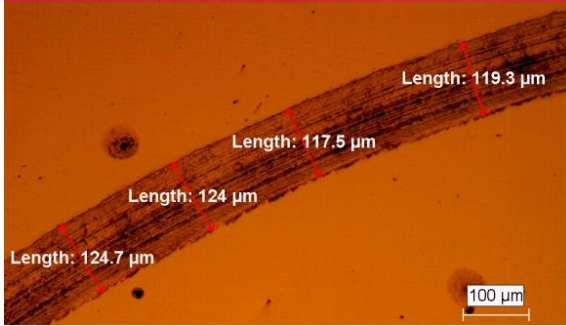


No:7

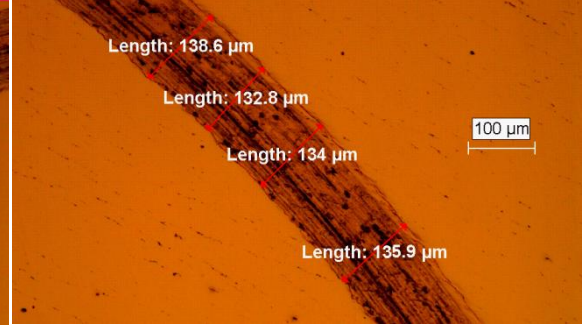


No:8

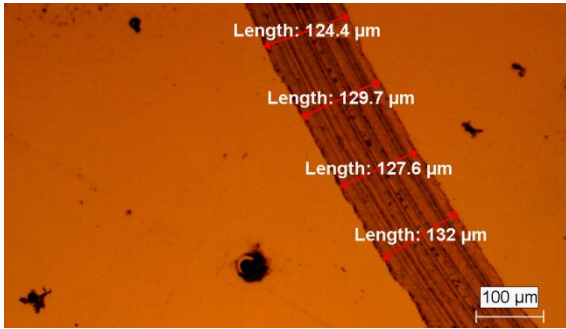
## EK. 10. Aşınma iz genişlikleri (devam)



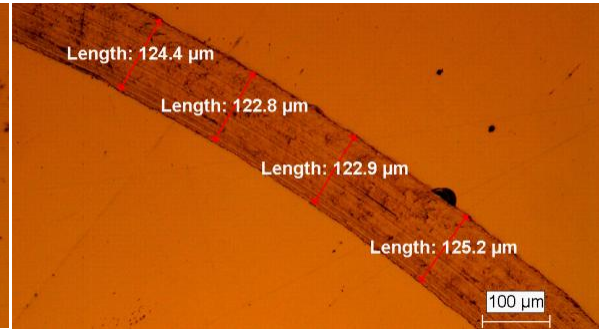
No:9



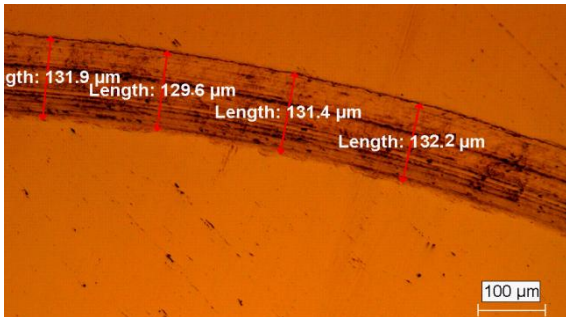
No:10



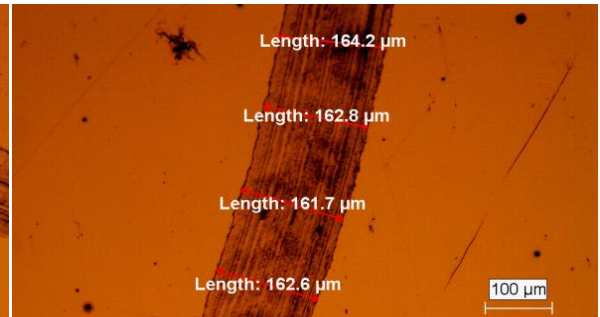
No:11



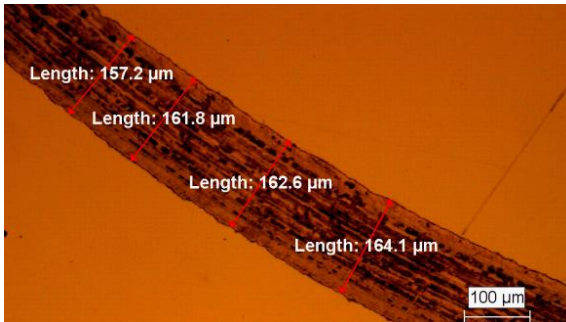
No:12



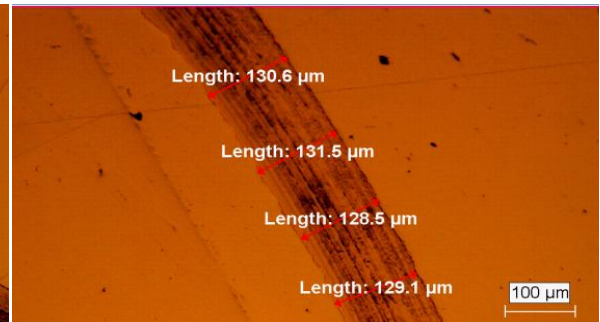
No:13



No:14

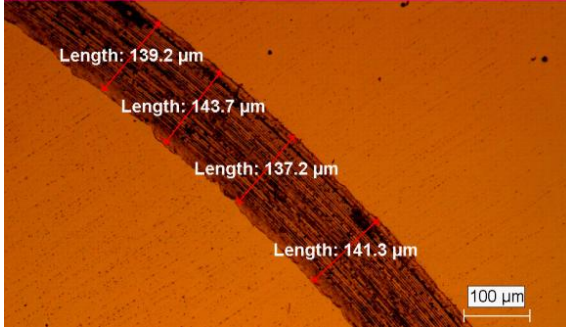


No:15



No:16

## EK. 10. Aşınma iz genişlikleri (devam)



No:17

**EK. 11.** Aşınma iz genişliği yanıt değişkeni için model seçimi

Asınma iz genişliği			Transform: None			
<b>Sequential Model Sum of Squares [Type I]</b>						
Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F Value	p-value Prob > F	
Mean vs Total	317431,1	1	317431,1			
Linear vs Mean	735,3261	2	367,6631	1,139466	0,3479	
Quadratic vs Linear	2567,846	3	855,9487	4,82984	0,0221	
Sp Cubic vs Quadratic	60,33418	1	60,33418	0,319381	0,5844	
<u>Cubic vs Sp Cubic</u>	<u>1774,576</u>	<u>3</u>	<u>591,5252</u>	<u>36,15666</u>	<u>0,0001</u>	<b>Suggested</b>
Residual	114,5204	7	16,36006			
Total	322683,7	17	18981,4			
<b>Lack of Fit Tests</b>						
Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F Value	p-value Prob > F	
Linear	4487,126	10	448,7126	59,5307	0,0007	
Quadratic	1919,28	7	274,1829	36,37584	0,0018	
Special Cubic	1858,946	6	309,8243	41,10439	0,0015	
<u>Cubic</u>	<u>84,37043</u>	<u>3</u>	<u>28,12348</u>	<u>3,731141</u>	<u>0,1179</u>	<b>Suggested</b>
Pure Error	30,15	4	7,5375			

**Ek. 12.** Aşınma iz genişliği yanıt değişkeni model yeterliliği istatistikleri raporu

<b>Standard Order</b>	<b>Actual Value</b>	<b>Predicted Value</b>	<b>Residual</b>	<b>Leverage</b>	<b>Internally Studentized Residual</b>	<b>Externally Studentized Residual</b>	<b>Influence on Fitted Value DFFITS</b>	<b>Cook's Distance</b>	<b>Run Order</b>
<b>1</b>	158,6	160,4873	-1,88727	0,498934	-0,65916	-0,63014	-0,6288	0,043265	<b>12</b>
<b>2</b>	139,3	141,0332	-1,73321	0,454913	-0,5804	-0,55076	-0,50314	0,028113	<b>13</b>
<b>3</b>	103,2	104,3563	-1,15633	0,822776	-0,67909	-0,65051	-1,40163	0,2141	<b>15</b>
<b>4</b>	110,5	106,8469	3,653115	0,825617	2,162813	3,476492	* 7,56	* 2,21	<b>10</b>
<b>5</b>	128,5	125,794	2,705989	0,58831	1,042674	1,050331	1,25558	0,155358	<b>8</b>
<b>6</b>	132,7	132,6772	0,022846	0,831656	0,013767	0,012746	0,028329	9,36E-05	<b>17</b>
<b>7</b>	162,1	161,7881	0,311918	0,498919	0,108942	0,100946	0,100728	0,001182	<b>11</b>
<b>8</b>	155,2	151,8417	3,35832	0,831656	2,023626	2,908289	* 6,46	* 2,02	<b>4</b>
<b>9</b>	121,4	122,882	-1,48204	0,834568	-0,90086	-0,88704	-1,99234	0,409409	<b>5</b>
<b>10</b>	135,4	132,0364	3,363599	0,498938	1,174806	1,213893	1,211318	0,137432	<b>9</b>
<b>11</b>	128,3	126,9046	1,395435	0,432152	0,457827	0,430357	0,375432	0,015952	<b>14</b>
<b>12</b>	123,1	129,7306	-6,63061	0,460661	-2,23219	-3,8496	* -3,56	0,42558	<b>16</b>
<b>13</b>	131,1	131,2768	-0,1768	0,469194	-0,06	-0,05556	-0,05224	0,000318	<b>2</b>
<b>14</b>	162,8	160,4873	2,312732	0,498934	0,807766	0,785343	0,783671	0,064971	<b>7</b>
<b>15</b>	161,4	161,7881	-0,38808	0,498919	-0,13554	-0,12565	-0,12538	0,001829	<b>1</b>
<b>16</b>	129	132,0364	-3,0364	0,498938	-1,06053	-1,07172	-1,06945	0,111995	<b>6</b>
<b>17</b>	140,4	141,0332	-0,63321	0,454913	-0,21204	-0,19695	-0,17992	0,003752	<b>3</b>
* Exceeds limits									



**Ek. 13.** Aşınma alanı yanıt değişkeni için doğrulama deneyi profil ölçüm sonuçları

