



Erciyes University Journal of the Institute of Science and Technology

Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

ISSN 1012-2354

Cilt (Volume): 29, Sayı (Issue): 2, Nisan/April-2013

<http://fbe.erciyes.edu.tr/>



Kesikli bir polimetil metakrilat (pmma) reaktörünün sıcaklığının kendinden ayarlamalı pid yöntemi ile kontrolü

Ali Emre ÜNTÜRK¹, Sebahat ERDOĞAN¹, Ayla ALTINTEN¹, Mustafa ALPBAZ²

*Gazi Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, 06570, Maltepe, ANKARA

** Ankara Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, 06100, Tandoğan, ANKARA

ÖZET

Kesikli polimerleşme prosesi uygulanabilirliği ve esnekliği yüzünden endüstride sıkça kullanılır. Endüstriyel kesikli polimerleşme sistemlerinde, ana amaç tepkime süresini düşürmek ve aynı zamanda istenen özelliklerde ürün elde etmektir. Polimer reaktörlerinin tasarım ve kontrolünde, reaksiyon ısısının ortamdaki uzaklaştırılması ve ideal bir karışım sağlanması büyük önem taşır. Reaktör içindeki sıcaklık ve ısı koşulları polimer kalitesini ve dönüşümünü çok fazla etkiler. Bu çalışmada metil metakrilat (MMA) polimerleşme reaktörünün dinamiği incelenmiş ve ceketli kesikli bir reaktörde ısıtıcının verdiği ısı miktarı ayarlanarak, kendinden ayarlamalı PID kontrol ile sıcaklık kontrolünün performansı araştırılmıştır. Çalışma teorik ve deneysel olmak üzere iki kısımdan oluşmuş ve teorik sonuçlar deneysel çalışmada kullanılmıştır. Teorik çalışmada, kütle ve enerji denklemleri kurulup, çözümleri yapılmıştır. Genetik algoritma (GA), kendinden ayarlamalı PID kontrolün model ve ayar parametrelerinin bulunmasında kullanılmıştır. Bu parametreler kullanılarak, polimerleşme üç işletim koşulunda gerçekleştirilmiştir. Yapılan çalışmada çözelti polimerleşmesi seçilmiş, MMA, toluen ve benzoil peroksit (BPO) sırasıyla monomer, çözücü ve başlatıcı olarak kullanılmıştır. Deney esnasında alınan numuneler ile istenen monomer dönüşümü ve ortalama molekül ağırlık değerlerine ulaşıp ulaşılmadığına bakılmıştır. Sonuç olarak parametreleri GA ile bulunan kendinden ayarlamalı PID kontrol yönteminin reaktör içi sıcaklığını istenen set noktasında başarı ile tutabildiği ve istenilen özelliklere sahip polimetilmetakrilat ürün elde edildiği gözlenmiştir.

Anahtar

Kelimeler:

Polimetil metakrilat (PMMA), kesikli reaktör, genetik algoritma, kendinden ayarlamalı PID kontrol

Self-tuning pid control of temperature of a batch polymethylmethacrylate (pmma) reactor

ABSTRACT

The batch polymerization process is widely used in industry for its availability and flexibility in operations. The main objective in the batch polymerization process is to obtain the desired polymer properties as well as to reduce the batch reaction time. In the design and control of polymerization reactor, it is very important removing the heat of reaction and good ideal mixing. Temperature profiles and thermal conditions in the reactor cause significant changes in polymer quality and polymer conversion. In this study, the dynamic of methylmethacrylate (MMA) polymerization reactor and the performance temperature control by using self-tuning PID control method have been investigated by manipulating the heat flow through the heater in the jacketed batch reactor. This study proceeded in two stages namely theoretical and experimental, carrying the results from first to second. In theoretical work, mass and energy balance equations for this batch polymerization reactor were derived and solved. Genetic algorithm (GA) was used to find model parameters and tuning parameters of self-tuning PID control. By using these parameters polymerization have been carried out at different operation temperature. In this study, a solution polymerization was chosen, and MMA, toluene and benzyl peroxide (BPO) were used as monomer, solvent and initiator, respectively. During the experiments, the samples for conversion and molecular weight measurements were taken from the reactor at certain intervals. As a result, it was seen that self-tuning PID controller with the parameters found with GA resulted in a good performance for maintaining the reactor temperature at the desired set point and PMMA with desired properties was obtained.

Key Words:

Polimetil metakrilat (PMMA), kesikli reaktör, genetik algoritma, kendinden ayarlamalı PID kontrol

Günümüzde, polimer teknolojisinin ürünleri kolaylıkla işlenerek değişik şekil ve özelliklerde polimerik malzemelere dönüştürülebilmektedir. Bu malzemeler, düşük yoğunlukları, yüksek ısı ve elektriksel yalıtım özellikleri, yüksek kimyasal dirençleri, yeterli mekanik ve fiziksel özellikleri ile günlük hayatımızın vazgeçilmez malzemeleri olmuştur. Polimer üretimi dünyada sürekli olarak artmaktadır. Bu miktar daha kuvvetli plastik ya da kompozit maddelerin metallerin yerine kullanılmaya başlaması ile daha da artmıştır. Bu yüzden polimerleşme proseslerinde, ürün kontrolü, reaktör tasarımı ve işletim şartları büyük önem kazanmıştır [1-4].

Polimerleşme proseslerinde esas amaç, istenen özelliklere sahip ürün elde etmektir. Bu amaçla polimer reaktörlerinin kontrolü önemlidir. Reaktöre verilen ısı miktarı, soğutma suyu akış hızı ve karıştırma hızı sistemi kontrol eden değişkenler olarak alınabilir.

Proses kontrolün, birçok üretim tesisinde olduğu gibi, polimer tesisinin işletimi ve ekonomisinde de çok stratejik bir etkisi vardır. Polimerleşme reaktörlerinde, fizikokimyasal etkileşimlerin karmaşıklığından ve polimerleşme tepkimelerinin kinetiğinden dolayı karmaşık ve doğrusal olmayan davranış gözlenir. Proses dinamiğinin ve polimer reaktörünün doğrusal olmayan davranışının anlaşılmasının yanı sıra, iyi yapılandırılmış bir kontrol sisteminin eksikliği de polimer tesisinin başarısını tamamen azaltmaktadır. Uygun proses kontrol teknolojisi ve optimizasyon, prosesin kalite, ekonomi ve güvenlik sınırlamalarına uygulayarak en uygun üretimin gerçekleştirilmesini sağlar. Bu nedenlerden dolayı, bu reaktörlerin etkin proses kontrolü çok önemlidir ve bilim çevrelerinde aktif bir araştırma alanı haline gelerek birçok çalışma yapılmasına sebep olmuştur [5-12].

Yapılan çalışma teorik ve deneysel olmak üzere iki aşamadan oluşmuştur.

Teorik çalışmada, metil metakrilatın kesikli polimerleşme tepkimesi için kütle ve enerji denklemleri kurulup, Runge-Kutta-Fehlberg (RKF) ile çözümleri yapılmıştır. Bu benzetim çalışmasının sonucunda bulunan STPID kontrol algoritması parametreleri, deneysel çalışmada polimerleşme tepkimesinin sabit sıcaklıkta gerçekleşmesini sağlamıştır. Tepkime süresince reaktörden belli aralıklarla alınan numuneler kullanılarak monomer dönüşümü ve Ubbelohde viskozimetresi ile viskozite ortalama molekül ağırlığı hesaplanmıştır. Sonuçta, seçilen işletim koşullarında istenen dönüşüm ve ortalama molekül ağırlığına ulaşıp ulaşamadığı kontrol edilmiştir.

2. Soğutma Ceketli Kesikli Bir Polimer Reaktörünün Matematiksel Modellenmesi

Soğutma ceketli kesikli bir polimer reaktörünün matematiksel modellemesinde bazı varsayımlar yapılmıştır;

1. Reaktör içinde tam karışma vardır, karışımın ortalama ısı kapasitesi sıcaklık ve derişime bağlı değildir.
2. Polimerleşmenin başlama ve sonlanma basamaklarındaki ısı, büyüme basamağındaki ısı yanında ihmal edilmiştir.
3. Soğutma suyunun giriş sıcaklığı sabittir.
4. Monomerler sadece büyüme basamağında tükenmiştir.

2.1. Monomer ve Başlatıcı için Kütle Denklikleri

Monomer ve başlatıcı için kütle denkliklerinde bazı varsayımlar yapılmıştır;

1. Yoğunluğun artmasından dolayı hacim azalması ihmal edilmiştir. Böylece derişimde meydana gelen derişimler tepkime esnasında oluşan derişimlere eşittir.
2. Tepkime ortamında meydana gelen viskozite derişimlerinin tepkime kinetiğine etkisi yoktur.
3. Radikallerin ortamdaki monomer, çözücü ve polimer zincirlerine aktarımları ihmal edilmiştir.
4. Radikal taşıyan derişik uzunluktaki polimer zincirlerinin tepkime verme yetenekleri aynı alınmıştır.
5. Stirenin ısı polimerleşmesi göz önüne alınmamıştır.

$$\frac{d[I]}{dt} = -k_d I \quad (2)$$

2.2. Reaktör ve Soğutma Ceketinin Enerji Denkliği

Reaktör için enerji denkliği

$$V \rho C_p \frac{dT}{dt} = Q + (-\Delta H) R_m V - UA(T - T_c) \quad (3)$$

Burada; R_m , monomer tepkime hızıdır.

$$R_m = \frac{dM}{dt} \quad (4)$$

$$T_c = \frac{T_{ci} + T_{co}}{2} \quad (5)$$

Ceket için enerji denkliği

$$V_c \rho_c C_{pc} \frac{dT_{co}}{dt} = m C_{pc} (T_{ci} - T_{co}) + UA(T - T_c) \quad (6)$$

Tüm ısı aktarım katsayısı (U) viskozitenin bir fonksiyonu olarak alınmıştır [13];

$$U = \frac{1}{S \mu_r^{0,33} + F} \quad (7)$$

Burada S ve F sabittir.

$$S = \frac{D_t^{0,33}}{1,01 k_r^{0,67} \rho^{0,66} N^{0,66} D_i^{1,45} C_p^{0,33} H_i^{0,12}} \quad (8)$$

$$F = \frac{D_t}{D_t + 2x} \frac{1}{h_0} + \frac{D_t x}{D_{LM} k_c} \quad (9)$$

Viskozitenin teorik olarak hesaplanabilmesi için elde edilen deneye dayalı denklem [13];

$$\mu_r = \mu_0 + 0,9615 \frac{[(M_0 - M)MW]^{0,654}}{(I_0 - I)^{-0,588}} \quad (10)$$

$$\mu_0 = 3.727 \times 10^{-3} T_0 + 3.009 \times 10^{-3} M_0^2 - 327.6 I_0^3 \quad (11)$$

μ_0 ; Başlangıç anındaki viskozite değeridir. Enerji denklikleri viskozitenin ilavesi ile yeniden düzenlenirse, aşağıdaki denklem elde edilir:

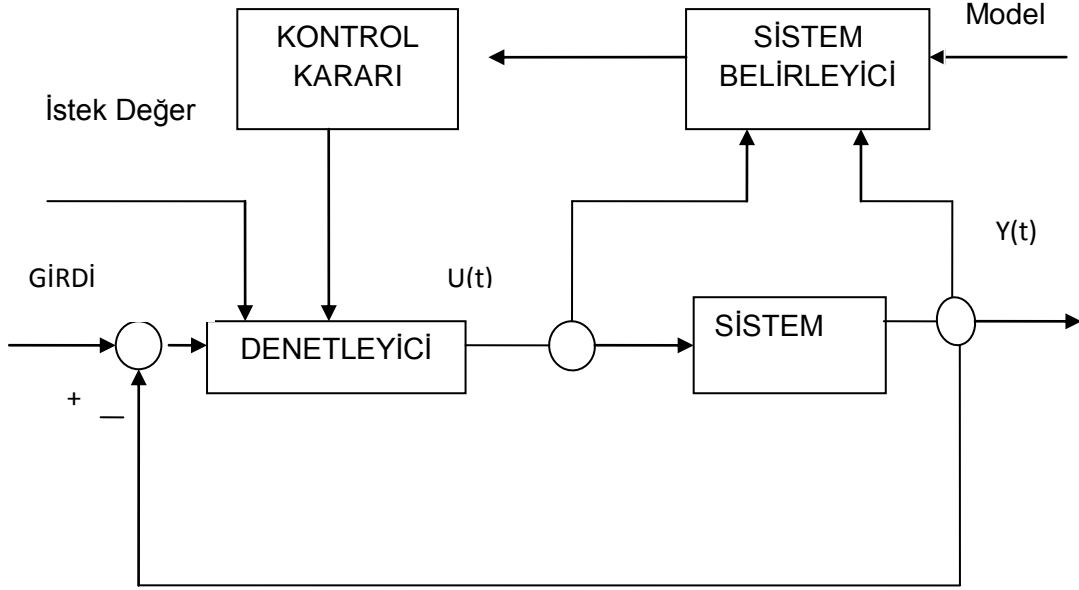
$$\frac{dT}{dt} = \frac{Q}{V \rho C_p} + \frac{(-\Delta H)R_m}{\rho C_p} - \frac{A(T - T_c)}{V \rho C_p (S \mu_r^{0,33} + F)} \quad (12)$$

$$\frac{dT_{c0}}{dt} = \frac{m(T_{ci} - T_{co})}{V_c \rho_c} + \frac{A(T - T_c)}{V_c \rho_c C_{pc} (S \mu_r^{0,33} + F)} \quad (13)$$

3. Kendinden Ayarlamalı PID (STPID) Kontrol Mekanizması

Kendinden ayarlamalı kontrol mekanizması, parametre tahmin edici ile otomatik kontrol sistemlerini bir arada bulunduran bir kontrol mekanizmasıdır. Bu tip bir kontrolde önce kontrol edilecek sistem için doğrusal bir model belirlenir. Bu modelin yapısı model parametrelerinin polinom mertebesi ile açıklanır.

Kullanılan kendinden ayarlamalı kontrol mekanizması için, geri beslemeli kontrol sistemlerinden farklı olarak çıkış değişkeninin varyansının minimum olması şartı istenir. Kendinden ayarlamalı kontrol mekanizması iki basamaktan oluşur. Birinci basamakta, sisteme giren ve çıkanın ölçülmesi ve bunun bir sistem modeli oluşturması için kullanılması, ikinci basamakta ise, bir kendinden ayarlamalı mekanizmasının uygulanmasıdır [14].



Şekil 1. Kendinden ayarlamalı PID kontrol mekanizmasının blok diyagramı

Sistem modeli kesikli ise bir kesikli zaman algoritmasında sistem çıktısı $x(t)$ ve girdisi $u(t)$ formunu almaktadır.

Kesikli bir modele sahip sistemin doğrusal fark eşitliği Eş 14'de ifade edilmiştir.

$$x(t) + a_1x(t-1) + \dots + a_nx(t-na) = b_0u(t) + b_1u(t-1) + \dots + b_nu(t-nb) \quad (14)$$

Eş. 14, kesikli zaman transfer fonksiyonu olarak aşağıdaki şekilde ifade edilebilir.

$$x(t) = \frac{B}{A}u(t) \quad (15)$$

Bu denklemdeki A ve B polinomları aşağıda ifade edilmiştir.

$$A = 1 + a_1z^{-1} + a_2z^{-2} + \dots + a_nz^{-na} \quad (16)$$

$$B = b_0 + b_1z^{-1} + b_2z^{-2} + \dots + b_nz^{-nb} \quad (17)$$

A ve B polinomu sistemin kökleri ve sıfırlarıdır. A polinomunun köklerinden biri birim çemberin dışında kalırsa sistem kararlı değildir. B polinomunun köklerinden biri birim çemberin dışında kalırsa sistem minimum olmayan faz sistemi olur.

Sadece sistemin ölçülebilir çıktısını etkileyen yük dikkate alınır, kendinden ayarlamalı kontrol mekanizmasında kesikli polimer reaktörü için bir doğrusal fark eşitliği oluşur. Buna CARMA model denklemi denir.

$$y(t) = \frac{B}{A}u(t-1) + \frac{C}{A}e(t) \quad (18)$$

Eş. 18'de y çıkış, u giriş değişkenini, e sistem sapmasını göstermektedir.

$$A = 1 + a_1z^{-1} + a_2z^{-2} \text{ ve } B = b_0 \text{ olarak alınır:}$$

$$y(t) = \frac{b_0 z^{-1}}{1 + a_1z^{-1} + a_2z^{-2}} u(t) = \frac{B}{A} u(t-1) \quad (19)$$

Bir kendinden ayarlamalı PID algoritmasını hız formuna çevirmek için kesikli zamanda PID kontrol algoritması göz önüne alınır.

$$u(t) = \frac{S}{R} [r(t) - y(t)] \quad (20)$$

Burada $r(t)$ ayar noktasını göstermektedir.

$$S = s_0 + s_1 z^{-1} + s_2 z^{-2} \quad (21)$$

$$R = 1 - z^{-1} \quad (22)$$

S ve R değerleri Eş. 20'de yerine konulursa ve Eş. 19 ile birleştirilirse aşağıdaki denklem elde edilir.

$$y(t) = \frac{b_0 z^{-1} [s_0 + s_1 z^{-1} + s_2 z^{-2}]}{(1 - z^{-1})(1 + a_1 z^{-1} + a_2 z^{-2}) + b_0 z^{-1} (s_0 + s_1 z^{-1} + s_2 z^{-2})} r(t) = \frac{BS}{T} r(t-1) \quad (23)$$

Tailoring polinomu olarak adlandırılan T polinomunun kutupları sistem tasarımcısı tarafından seçilir.

$$T = AR + z^{-1}BS \quad (24)$$

Ayrıca T polinomu aşağıdaki şekilde de tanımlanabilir.

$$T = 1 + t_1 z^{-1} + t_2 z^{-2} + t_3 z^{-3} \quad (25)$$

t_1 , t_2 ve t_3 kullanıcı tarafından seçilir.

S polinomunun katsayıları Eş. 26-28'den hesaplanır.

$$s_0 = \frac{t_1 - a_1 + 1}{b_0} \quad (26)$$

$$s_1 = \frac{t_2 - a_2 + a_1}{b_0} \quad (27)$$

$$s_2 = \frac{t_3 + a_2}{b_0} \quad (28)$$

K_c , τ_1 ve τ_d değerleri Eş. 29-31'den hesaplanır.

$$K_c = (s_0 - s_1 - 3s_2)/2 \quad (29)$$

$$\tau_1 = K_c / K_I = [(s_0 - s_1 - 3s_2)/2] / [(s_0 + s_1 + s_2)/\Delta T] \quad (30)$$

$$\tau_d = K_d / K_c = [s_2 \Delta T] / [(s_0 - s_1 - 3s_2)/2] \quad (31)$$

Kontrol sinyali Eş. 32'den hesaplanır.

$$\Delta u_n = K_c \left(1 + \frac{\Delta T}{2\tau_1} + \frac{\tau_d}{\Delta T} \right) e_n + K_c \left(\frac{\Delta T}{2\tau_1} - 1 - \frac{2\tau_d}{\Delta T} \right) e_{n-1} + K_c \frac{\tau_d}{\Delta T} e_{n-2} \quad (32)$$

Bu çalışmada t_2 ve t_3 sıfır olarak alınmıştır. Kontrol sistemi için t_1 ayar parametresi ve a_1 , a_2 ve b_0 model parametreleri Genetik Algoritma yardımıyla bulunmuştur [14].

4. Genetik algoritma

Genetik algoritmalar doğadaki doğal seçim ve doğal genetik mekanizmasını temel alan stokastik bir arama yöntemidir. Doğal seçim Darwin tarafından ortaya atılmış bir teoridir. Darwin' e göre bireyler değişen çevre şartlarına uyum sağlamada farklılıklar gösterir. En iyi uyum sağlayan canlı hayatta kalır. Bundan dolayı zayıf bireylerin taşıdıkları genler yavaş yavaş yok olurken en iyinin genleri yaşamda kalır.

Bir yığındaki (popülasyon) türlerde genetik değişim iki yolla meydana gelir. Birincisi organizmaların genlerinde mutasyon olması, ikincisi genlerin üreme sonucu farklı bileşimler oluşturması ve bunların yeni nesillere aktarılması durumunda

Yeni populasyon oluşturulması için seçilen çözümler uygunluklarına göre seçilir. Bu istenen çözüm sağlanıncaya kadar devam ettirilir.

4.1. Genetik Algoritmanın Aşamaları

1. *Başlangıç*: n adet kromozom içeren populasyonun oluşturulması (problemin uygun bir çözümü)
2. *Uygunluk*: Her x kromozomu için uygunluğun f(x) değerlendirilmesi,
3. *Yeni populasyon*: Yeni populasyon oluşuncaya kadar aşağıdaki adımların tekrar edilmesi,
 - a. *Seçim*: İki ebeveyn kromozomun uyumluluğuna göre seçimi (daha iyi uyum seçilme şansını artırır.),
 - b. *Çaprazlama*: Yeni bir fert oluşturmak için ebeveynlerin bir çaprazlama olasılığına göre çaprazlanması. Eğer çaprazlama yapılmazsa yeni fert anne veya babanın kopyası olacaktır.
 - c. *Mutasyon*: Yeni ferdin mutasyon olasılığına göre kromozom içindeki konumu değiştirilir.

olur. Bazen türler kalıtım yolu ile yeni özellikler kazanır ve bu özellikleriyle yaşadıkları ortamda daha avantajlı konuma gelerek yaşayabilir ve üreyebilirler. Böylece avantajlı gene sahip bireyler şartlara daha iyi uyum sağladıkları için yaşayabilirken daha zayıf gene sahip bireyler yok olurlar. Doğal seçimle en iyi olanın yaşaması prensibine dayalı olarak biyolojik sistemlerdeki gelişim sürecini simüle eden genetik algoritmalar ilk defa Michigan Üniversitesi'nden John Holland tarafından 1975'te önerilmiştir [15].

Genetik algoritmalar doğada geçerli olan en iyinin yaşaması kuralına dayanarak sürekli iyileşen çözümler üretir. Bunun için "iyi" nin ne olduğunu belirleyen bir uygunluk (fitness) fonksiyonu ve yeni çözümler üretmek için yeniden kopyalama (recombination), çaprazlama (crossover), değiştirme (mutation) gibi operatörler kullanılır. Genetik algoritmaların bir diğer önemli özelliği de bir grup çözümlerle uğraşmasıdır. Bu sayede çok sayıda çözüm içinden iyi bireyler seçilip kötü bireyler elenebilir.

Genetik algoritma geleneksel yöntemlerle çözümü zor veya imkansız olan problemlerin çözümünde kullanılmakta ve iyi sonuçlar vermektedir. Algoritma ilk olarak populasyon diye tabir edilen bir çözüm (kromozomlarla ifade edilir) seti ile başlatılır. Bir populasyondan alınan sonuçlar bir öncekinden daha iyi olacağı beklenen yeni bir populasyon oluşturmak için kullanılır.

d. *Ekleme*: Yeni bireyin yeni popülasyona eklenmesi.

4. *Değiştirme*: Algoritmanın yeniden çalıştırılmasında oluşan yeni popülasyonun kullanılması,

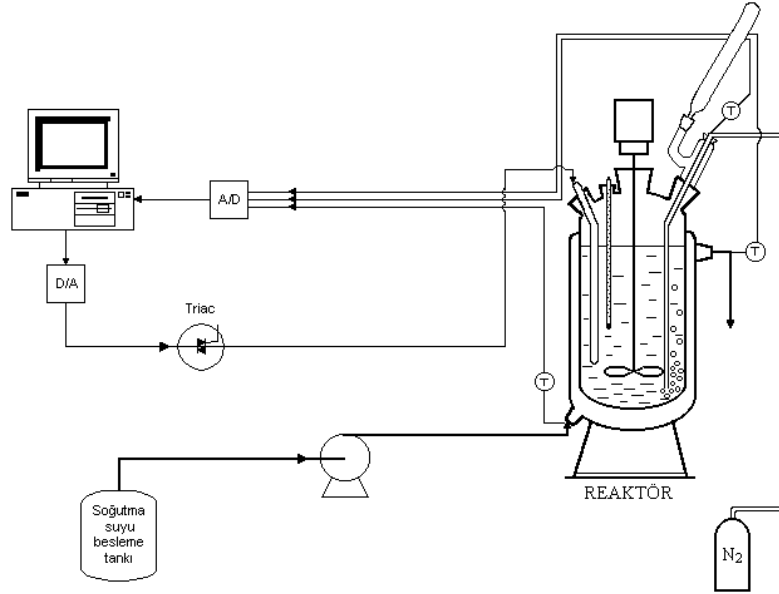
5. *Test*: Eğer sonuç tatmin ediyorsa algoritmanın sona erdirilmesi ve son popülasyonun çözüm olarak sunulması.

6. *Döngü*: 2. adıma geri dönülmesi.

Görüldüğü üzere genetik algoritmanın yapısı oldukça geneldir ve herhangi bir probleme uygulanabilir. Kromozomların tanımlanması genellikle ikili düzendeki sayılarla yapılır. Çaprazlama işlemi için kullanılan bireyler iyi bireylerden seçilir. GA kullanılarak bir problem çözülecekse algoritmanın ne zaman sonlanacağına kullanıcı karar vermektedir. GA'nın belli bir sonlanma kriteri yoktur. Sonucun yeterince iyi olması veya yakınsamanın sağlanması algoritmanın durması için kriter olarak kullanılabilir.

5. Deney yöntemi

Metil metakrilat polimerleşmesinin gerçekleştirildiği soğutma ceketli reaktör, dökme camdan yapılmış bir karıştırma kabıdır. Reaktörün iç hacmi 1000 ml, soğutma ceketinin hacmi ise 570 ml'dir. Kapaktaki rodajları sırası ile dalgıç ısıtıcı, termocift, azot gazı girişi, geri soğutucu, karıştırıcı ve termometre yerleştirilmiştir. Diğer iki termocift de soğutma suyunun giriş ve çıkış sıcaklıklarını okumak için kullanılmaktadır. Çalışılan deney sistemi Şekil 2'de gösterilmiştir.



Şekil 2. Metil metakrilat polimerleşmesinin olduğu deney sistemi

Bu çalışma, temel olarak iki aşamadan oluşur: İlk aşamada teorik çalışmalara yer verilmiştir. Optimum işletim şartları belirlenmiş ve teorik olarak bu işletim şartlarında kendinden ayarlanabilir PID kontrolü sistemde uygulanmıştır. İkinci aşamada ise optimum şartların sisteme deneysel olarak uygulanmasına yer verilmiştir. Ayarlanabilen değişken olarak dalgıç ısıtıcı yardımıyla sisteme verilen Q ısı seçilmiştir.

Sistemin en iyi kontrol edici parametre değerleri önce teorik olarak FORTRAN90'da yazılmış genetik algoritma programı ile bulunmuş sonra bu parametreler deneysel kontrol

6. Araştırma sonuçları

Bu bölümde teorik ve deneysel çalışmalar sonucunda elde edilen sonuçlara yer verilmiştir. Ayrıca deneysel verilerle teorik sonuçların karşılaştırılması yapılmıştır.

Minimum tepkime zamanı için sabit sıcaklık yöntemi kullanılarak optimizasyon yapılmış ve seçilen işletim koşulları Tablo 1'de verilmiştir. Optimizasyonda hedeflenen monomer dönüşümü %50 ve istenen sayıca ortalama molekül ağırlık 150000 g/gmol olarak seçilmiştir.

çalışmalarında kullanılmıştır. Prosesin deneysel sıcaklık kontrolü visiDAQ programı üzerinden gerçekleştirilmiştir.

Deneysel çalışmalarda başlangıç monomer hacmi 500 ml ve başlangıç çözücü hacmi 500 ml (%50 MMA + %50 Toluen) olarak alınmıştır. Sistem set noktası sıcaklığına gelene kadar ısıtılmıştır. Bu arada çalışılan set noktası sıcaklığı için yatışkın durum ısıtıcı değeri belirlenmiş ve sisteme sıcaklık ile birlikte set edilmiştir. Bu işlemler yapılırken çevrimiçi bilgisayara visiDAQ programında sıcaklık kontrolünü sağlayacak kontrol programı (STPID) yüklenmiştir. Yapılan deneye göre istenen yatışkın koşul reaktör sıcaklığı sağlandıktan sonra, benzoil peroksit aniden reaktör içerisine atılarak polimerleşme tepkimesi başlatılır.

Tepkime ısıveren olduğundan dolayı meydana gelen sıcaklık değişimleri kendinden ayarlamalı PID kontrol ile reaktör içi sıcaklığın önceden belirlenen sabit sıcaklık değerinde kalması sağlanmıştır. Deney süresince soğutma suyu giriş sıcaklığı, soğutma suyu çıkışı sıcaklığı, reaktör içi sıcaklığı ve triyak modülü aracılığı ile ısıtıcıya gönderilen sinyal değerleri bilgisayar ekranında çevrimiçi olarak görülebilmektedir. Bu değerler aynı zamanda kaydedilebilmektedir. Deney sırasında belli sürelerde ve tepkime sonunda sistemden numuneler alınmış ve metanol içerisinde çöktürülmüştür. Daha sonra alınan numuneler ile % monomer dönüşümü ve viskozite ortalama molekül ağırlığı hesaplanmıştır.

Tablo 3. GA kullanılarak elde edilen STPID model ve ayar parametreleri

Deney no	T _R (°C)	a ₁	a ₂	b ₀	t ₁
1	70	-	0.25177	0.00084	-
2	75	-	0.25003	0.00076	-
3	80	-	0.25028	0.00091	-

Bu bölümde kendinden ayarlamalı PID kontrollü polimetil metakrilat deneylerinin sonuçları açıklanmaya çalışılacaktır.

Tablo 1. Seçilen işletim koşulları (X_d=%50, M_{nd}=150000 g/gmol)

Deney no	T _R (°C)	C _{Io} (mol/L)	C _{Mo} (mol/L)	t _f (s)
1	70	0.030	4.690	9200
2	75	0.022	4.690	6300
3	80	0.016	4.690	4200

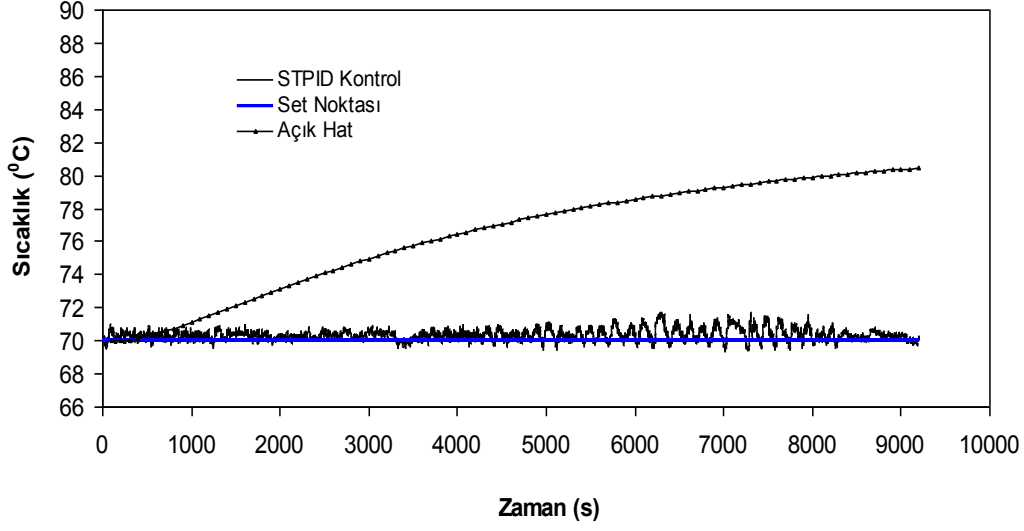
STPID parametreleri genetik algoritma kullanılarak bulunmuştur. Kullanılan genetik algoritma parametreleri Tablo 2'de verilmiştir (Altınten vd., 2008).

Tablo 2. Genetik algoritma parametreleri

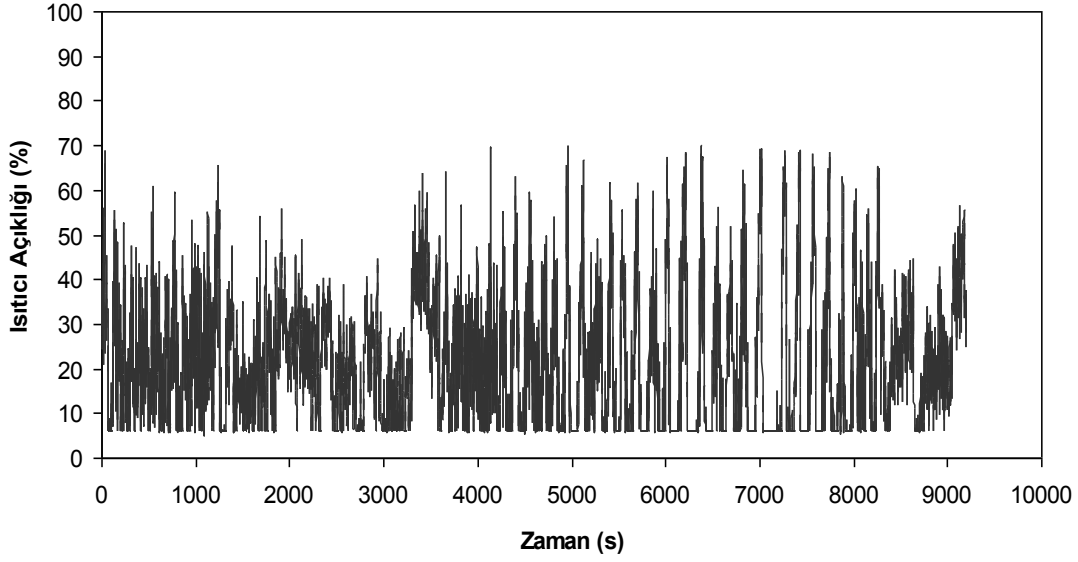
Maksimum nesil sayısı (M)	30
Popülasyon büyüklüğü (N)	40
Çaprazlama olasılığı (p _c)	60 % , uniform
Mutasyon olasılığı (p _m)	7 %
Seçim yöntemi	turnuva

GA kullanılarak elde edilen kendinden ayarlamalı PID kontrol için model ve ayar parametreleri (a₁, a₂, b₀, t₁) Tablo 3'de verilmiştir. Kendinden ayarlamalı PID kontrolünde GA kullanılarak elde edilen parametreler VisiDAQ bilgisayar programına uyumlu olarak çalıştırılan kontrol deneylerinde kullanılmıştır.

Tablo 1' de verilen birinci işletim koşulu için teorik bilgisayar programı sonucu elde edilen açık hat sıcaklık-zaman değişimi Şekil 3'de gösterilmektedir. Polimetil metakrilatın polimerleşmesi ısıveren olduğundan reaktör sıcaklığında teorik olarak yaklaşık 11°C artış olacağı bulunmuştur. Teorik sıcaklık artışının bulunmasından sonra kontrol programı çalıştırılarak polimerleşme reaktörünün sıcaklık kontrolü yapılmıştır. Teorik olarak GA ile bulunan STPID için en iyi model ve kontrol parametreleri (Tablo 3, Deney no 1) deney sistemine bağlı bilgisayarda visiDAQ programında yerine koyulmuş ve deneysel çalışmada kullanılmıştır. Polimerleşme reaktörü tepkime sıcaklığı olan 70°C'ye kadar ısıtılmış ve sistemin yatışkın hale gelmesi sağlanmıştır. Başlatıcı sisteme eklenirken kendinden ayarlamalı PID kontrol programı çalıştırılmıştır. Sıcaklığın zamanla değişimi Şekil 3'de gösterilmiştir.



Şekil 3. 70°C’de polimetil metakrilat ile gerçekleştirilen deney sonucu elde edilen sıcaklık-zaman değişimi



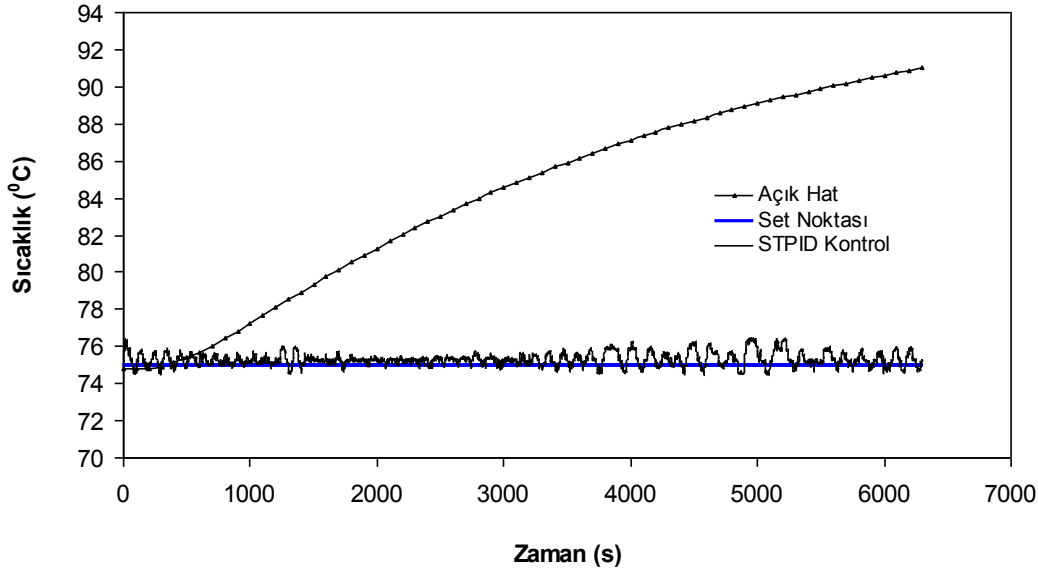
Şekil 4. 70°C’de polimetil metakrilat ile gerçekleştirilen deney sonucu elde edilen ısıtıcı açıklığı-zaman değişimi

Şekil 3’de görüldüğü üzere polimerleşme reaktörünün sıcaklığında 4000 s süresince 69.5–70.5°C sıcaklık bandında salınım gösterdiği deneysel olarak gözlemlenmiştir. Bu süreden sonra polimetil metakrilat reaktöründe jelleşme sistemin sıcaklık kontrolü üzerinde olumsuz etkide bulunmaya başlamıştır. Sıcaklık değerinde salınımlarda artış olmuştur. Sıcaklık aralığı 69.5–71.5°C bandında hareket etmiştir. Isıtıcın verimli şekilde çalışması sıcaklık kontrolünün yapılmaya çalışıldığı polimerleşme sistemi için önemlidir. Polimerleşmenin olumsuz sonucu olarak jel oluşumu ortaya çıkmaktadır. Bu işletim koşulu için ayarlanabilen değişkenin zamanla değişimi Şekil 4’de gösterilmiştir.

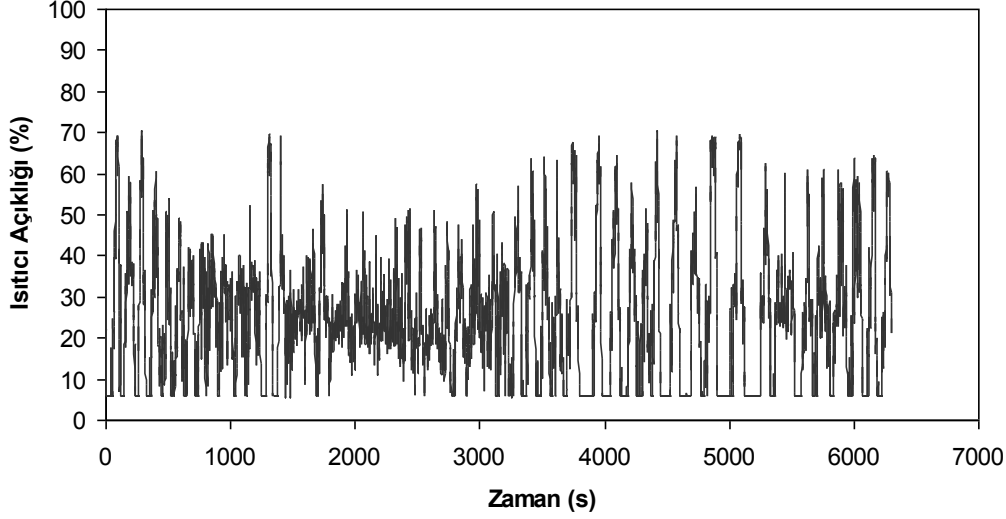
Polimerleşmenin 4000 s süresi içerisinde ısıtıcı sistemi kontrol etmekte oldukça başarılı olmuştur. Sıcaklıktaki dalgalanmaların başladığı bu süreden sonra ısıtıcının gücünde de dalgalanmalar gözlenmiştir. Isıtıcının çalışması ile sıcaklık aralığının benzer salınımlar gösterdiği göz önünde bulundurulmalıdır. Tablo 1’de verilen ikinci işletim koşulu için yapılan teorik çalışma sonucunda reaktör içi sıcaklık artışının ekzotermik reaksiyon nedeniyle yaklaşık 16 °C olduğu belirlenmiştir (Şekil 5).

İkinci işletim koşulu için yapılan polimer deneyi sonucunda reaktör içi sıcaklığının zamanla değişimi Şekil 5’de gösterilmiştir. Başlatıcı eklenmesi esnasında polimerleşme reaktöründe 74.5–76.5°C sıcaklık aralığında dalgalanma gözlenmiştir. Polimerleşme reaktörünün sıcaklığında 3000 s süresince sıcaklık bandında salınımın azaldığı ve polimerleşme reaktörünün istenen set noktası sıcaklığına yaklaştığı deneysel olarak gözlemlenmiştir. Bu süreden sonra polimetil metakrilat reaktöründe jelleşme sistemin sıcaklık kontrolü üzerinde olumsuz etkide bulunmaya başlamıştır. Sıcaklık değerinde salınımlarda artış olmuştur. Sıcaklık aralığı 74,5–76,5°C bandında hareket etmiştir.

Polimetil metakrilat için 70°C gerçekleştirilen ilk kontrollü denemeye göre salınım daha fazla olmuştur. 75°C sıcaklıkta gerçekleştirilen bu deneyde sıcaklığın artırılması ile jel oluşumunun polimerleşme reaktörünün kontrolünü zorlaştırdığı düşünülmüştür. Sonuç olarak, kendinden ayarlamalı PID kontrolün bu sıcaklık sistemin kontrolünü başarılı bir şekilde gerçekleştirdiği görülmüştür. Bu deney için ayarlanabilen değişkenin zamanla değişimi Şekil 6’de verilmiştir.



Şekil 5. 75°C’de polimetil metakrilat ile gerçekleştirilen deney sonucu elde edilen sıcaklık-zaman değişimi

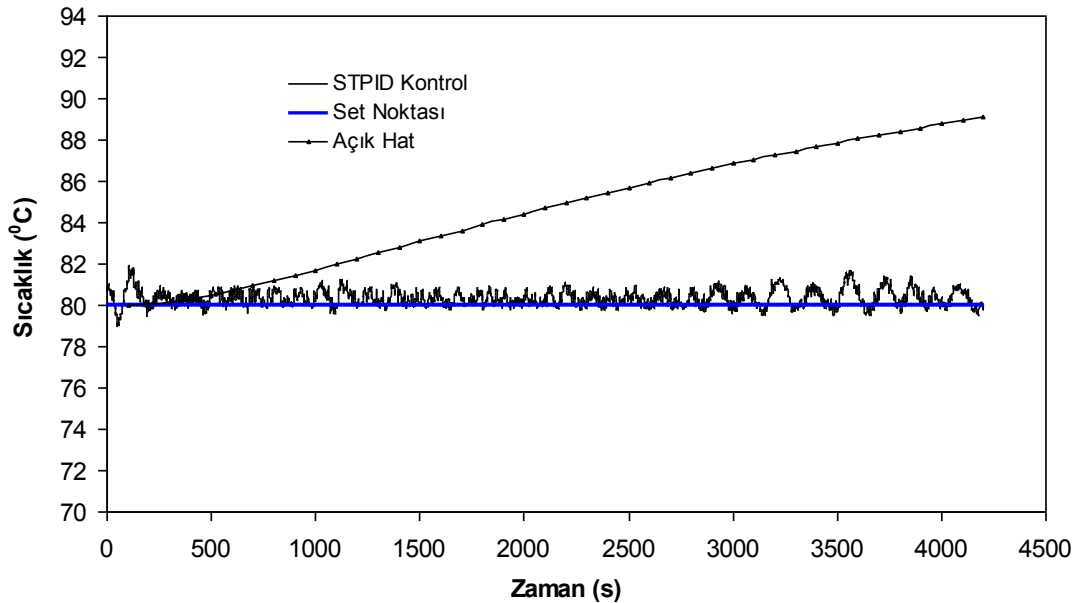


Şekil 6. 75°C'de polimetil metakrilat ile gerçekleştirilen deney sonucu elde edilen ısıtıcı açıklığı-zaman değişimi

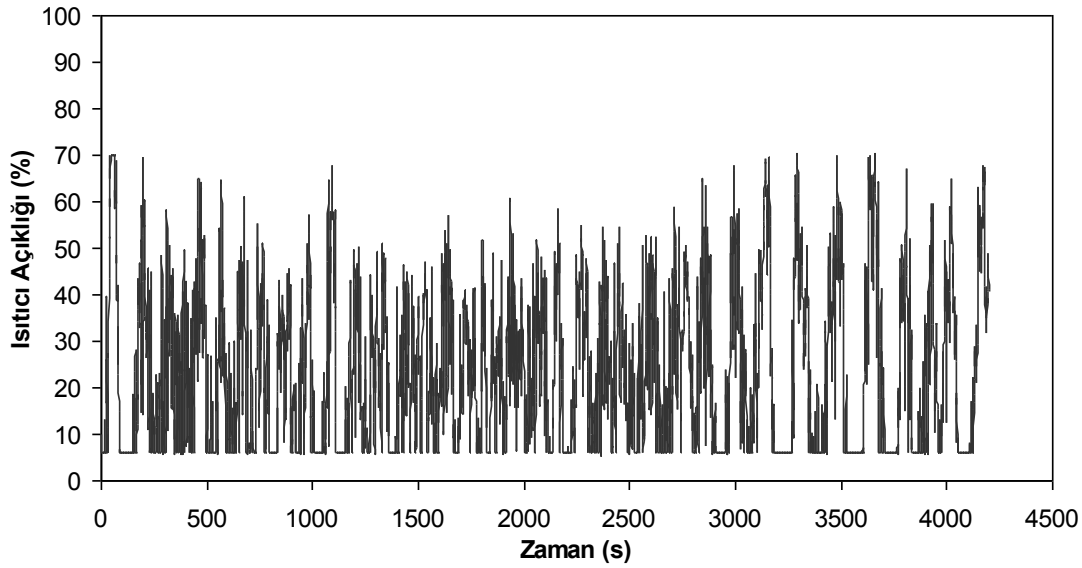
Başlatıcı eklenmesi ile birlikte ısıtıcı kontrollü olarak çalıştırılmaktadır. Isıtıcı polimerleşme sisteminden çevrimiçi olarak okunan sıcaklık değerine göre kendini ayarlamaktadır. Isıtıcının salınımlarında reaktör sıcaklığına benzer dalgalanmalar görülmektedir. Başlatıcı eklenmesinden sonra oluşan bant geniş olmuş ve 2000–3000 s aralığında salınım azalmıştır. Bu bölümde ısıtıcının sıcaklık kontrolünde zorlanmadığı görülmektedir. Jelleşmenin başlaması ile ısıtıcı etrafında daha yoğun polimerleşme olmuştur. Sıcaklığın eşit dağılması nedeniyle ısıtıcı daha fazla salınım göstermiştir.

Tablo 1'de verilen üçüncü işletim koşulu için teorik bilgisayar programı sonucu elde edilen sıcaklık-zaman değişimi Şekil 7'de gösterilmektedir. Bu işletim koşulunda, reaktör içi sıcaklığında teorik olarak 10 °C artış olacağı bulunmuştur.

Üçüncü işletim koşulunda yapılan polimetil metakrilat için deneysel kontrol çalışması sonucunda elde edilen reaktör içi sıcaklığının zamanla değişimi de Şekil 7'de gösterilmektedir. Başlatıcı eklenmesi esnasında polimerleşme reaktöründe 79–81.5°C' sıcaklık aralığında dalgalanma gözlenmiştir. Polimerleşme reaktörünün sıcaklığında 3000 s süresince sıcaklık bandında salınımın azaldığı ve polimerleşme reaktörünün ayarlanan sıcaklığa yaklaştığı deneysel olarak gözlemlenmiştir. 3000 saniyeden sonra polimetil metakrilat reaktöründe jelleşme sistemin sıcaklık kontrolü üzerinde olumsuz etkide bulunmaya başlamıştır. Sıcaklık değerinde salınımlarda artış olmuştur. Sıcaklık aralığı 79.5–81.5°C bandında hareket etmiştir. Kullanılan STPID kontrol yönteminin ekzotermik reaksiyon nedeniyle ortaya çıkan sıcaklık artışını başarılı bir şekilde kontrol edilebildiği söylenebilir.



Şekil 7. 80°C'de polimetil metakrilat ile gerçekleştirilen deney sonucu elde edilen sıcaklık-zaman değişimi



Şekil 8. 80°C'de polimetil metakrilat ile gerçekleştirilen deney sonucu elde edilen ısıtıcı açıklığı-zaman değişimi

Şekil 8'de 80°C'de polimetil metakrilat ile gerçekleştirilen deney sonucu elde edilen ayarlanabilen değişkenin zamanla değişimi gösterilmiştir. Isıtıcının salınımlarında reaktör sıcaklığına benzer dalgalanmalar görülmektedir.

Polimetil metakrilatın üretildiği polimerleşme deneylerinde belirli zaman aralıklarında numuneler alınmıştır. Alınan örnekler metanol içerisinde çöktürülmüş ve bir gün bekletildikten sonra monomer dönüşümünün ve viskozite ortalama molekül ağırlığının bulunmasında kullanılmıştır. Tablo 4'de üç işletim koşulu için elde edilen deneysel sonuçlar verilmiştir.

Tablo 4. Deneysel dönüşüm ve viskozite ortalama molekül ağırlık sonuçları

Deney No	X (%)	M _v (g/gmol)
1	36.0	145600
2	38.6	140600
3	37.7	132200

5. Kaynaklar

- Demir, N., İhtiyoloji. İstanbul Üniversitesi Fen Fakültesi Yayınları, No: 219, 396s. İstanbul, 1992.
- Kjorsvik, E., Rhersen, L., Histomorphology of the Early Yolk-Sac Larva of the Atlantic Halibut (*Hippoglossus hippoglossus* L.) an Indication of the Timing of Functionality. J Fish Biol, 41 1–19, 1992.
- Ekingen, G., Balık Anatomisi. Mersin Üniversitesi Su Ürünleri Fakültesi Yayınları, No: 1, 254s. Mersin, 2001.
- Osman, A.H.K., Caceci, T., Histology of the Stomach of *Tilapia nilotica* (Linnaeus 1758) from the River Nile. J Fish Biol, 38: 212–223, 1991.
- Boulhic, M., Gabaudan, J., Histological study of the organogenesis of the digestive system and swim bladder of the Docer Sole, *Solea solea* (Linnaeus 1758). Aquaculture, 102: 373–396, 1992.
- Clarke, A.J., Witcomb, D.M., A study of the histology and morphology of the digestive tract of common eel (*Anguilla anguilla*). J Fish Biol, 16: 159–170, 1980.
- Ross, M.H., Reith, E.J., Histology a text and atlas, 15. acylated sialic acids. J Histochem Cytochem, 24: 1225–1230, 1976.
- Lev, R., Spicer, S.S., Specific staining of sulphate groups with alcian blue at low pH. J Histochem Cytochem, 12: 309, 1964.
- Scott, J.E., Dorling, J., Differential staining of acid glycosaminoglycans (mucopolysaccharides) by Alcian blue in salt solutions. Histochemie, 21: 277–285, 1965.
- Gomori: Gomori's Aldehyde Fuchsin stain. In: cellular pathology technique (C FA Culling, RT Allison, and WT Barr, eds). Butterworths, pp.238–240, London, 1952
- Spicer Mayer: Aldehyde Fuchsin/Alcian Blue. In: cellular pathology technique (C.F.A. Culling, R.T. Allison, and W.T. Barr, eds) Butterworths, 233p, London, 1960.
- McManus, J.F.A., Histological and histochemical uses of periodic acid. Stain Technol, 23: 99–108, 1948.
- Mowry, R.W., Alcian blue techniques for the histochemical study of acidic carbohydrates. J Histochem Cytochem, 4: 407–408, 1956.
- Ribeiro, L., Sarasquete, C., Dinis, M.T., Histological

- pp.419-423, New York, 1985.
8. Baran, İ., Timur, M., Balık Bilimi. Ankara Üniversitesi Veteriner Fakültesi Yayınları, No: 392, 176s. Ankara, 1983.
 9. Çelikkale, M.S., Balık Biyolojisi. Karadeniz Teknik Üniversitesi Sürmene Deniz Bilimleri ve Teknolojisi Yüksekokulu Yayınları, No:101, 387s. Trabzon, 1991.
 10. Çetinkaya, O., Balık Besleme. Yüzüncü Yıl Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları, No: 9, 137s. Van, 1995.
 11. Lee, J.H., Ku, S.K., Park, K.D., Lee, H.S., Immunohistochemical study of the gastrointestinal endocrine cells in the *Korean aucha perch*. J Fish Biol, 65: 170–181, 2004.
 12. Hibiy, T.: An atlas of fish histology. College of Agriculture and Veterinary Medicine Nihon Üniv., No: 154, 147p. Tokyo, 1982.
 13. Rombout, J.H., Reinecke, M., Immunohistochemical localization of (neuro) peptide hormones in endocrine cells and nerves of the gut of a stomachless teleost fish, *Barbus conchoniis* (Cyprinidae). Cell Tissue Res, 237(1): 57–65, 1984.
 14. Culling, C.F.A., Reid, P.E., Dunn, W.L., A new histochemical method for the identification and visualization of both side chain acylated and non-consideration of mucin glycoproteins. J Fish Biol, 70: 1523–1534, 2007.
 28. consideration of mucin glycoproteins. J Fish Biol, 70: 1523–1534, 2007.
 29. Ferri, D., Liquori, G.E., Scillitani, G., Morphological and histochemical variations of mucous and oxynticoptic cells in the stomach of the seps, *Chalcides chalcides*. J Anat, 194: 71–77, 1999.
 30. Diaz, A.O., Garcia, A.M., Figueroa, D.E., Goldemberg, A.L., The mucosa of digestive tract in *Micropogonias furnieri*: A light and electron microscope approach. Anat Histol Embryol, 37: 251–256, 2008.
 31. Gisbert, E., Sarasquete, M.C., Williot, P., Castello-Orvay, F., Histochemistry of the development of the digestive system of *Siberian sturgeon* during early ontogeny. J Fish Biol, 55: 596–616, 1999.
 32. Tibbetts, I.R. The distribution and function of mucous cells and their secretions in the alimentary tract of *Arrhamphus sclerolepis krefftii*. J Fish Biol, 50: 809–820, 1997.
 33. Domeneghini, C., Radaelli, G., Bosi, G., Arrighi, S., Giancamillo, A.D., Pazzaglia, M., Mascarello, F., Morphological and histochemical differences in the structure of the alimentary canal in feeding and runt (feed deprived) white sturgeons (*Acipenser transmontanus*). J Appl Ichthyol, 18: 341–346, 2002.
 34. Scocco, P., Menghi, G., Ceccarelli, P., Histochemical differentiation of glycoconjugates occurring in the tilapine intestine. J Fish Biol, 51: 848–857, 1997.
 - Park, J.Y., Kim, I.S., Kim, S.Y., Structure and mucous histochemistry of the intestinal respiratory tract of the mud loach, *Misgurnus anguillicaudatus* (Cantor). J Appl Ichthyol, 19: 215–219, 2003.
 23. Pedini, V., Scocco, P., Radaelli, G., Fagioli, O., Ceccarelli, P., Carbohydrate histochemistry of the alimentary canal of the shi drum, *Umbrina cirrosa* L. Anat Histol Embryol, 30: 345–349, 2001.
 24. Diaz, A.O., Garcia, A.M., Devinenti, C.V., Goldemberg, A.L., Morphological and histochemical characterization of the mucosa of the digestive tract in *Engraulis anchoita*. Anat Histol Embryol, 32: 341–346, 2003.
 25. Murray, H.M., Wright, G.M., Goff, G.P., A comparative histological and histochemical study of the post-gastric alimentary canal from three species of Pleuronectid, the atlantic halibut, the yellowtail flounder and the winter flounder. J Fish Biol, 48: 187–206, 1996.
 26. Burrin, D.G., Stoll, B., Guan, X., Glucagon-like peptide 2 function in domestic animals. Domest Anim Endocrin, 24(2): 103–122, 2003.
 27. Neuhaus, H., Van Der Marel, M., Caspari, N., Meyer, W., Enss, M.L., Steinhagen, D., Biochemical and histochemical study on the intestinal mucosa of the Common carp *Cyprinus carpio* L., with special and histochemical development of the digestive system of *Solea senegalensis* larvae. Aquaculture, 171: 293–308, 1999.