Optimiranje procesa konvekcijskog sušenja uzoraka hrastovog drveta premazanih zaštitnim sredstvom "Čuvar Fronta"

Adžić, Darko

Master's thesis / Diplomski rad

2014

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **Josip Juraj Strossmayer University of Osijek, FACULTY OF FOOD TECHNOLOGY / Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku, Prehrambeno-tehnološki fakultet Osijek**

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:109:979454

Rights / Prava: In copyright / Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: **2024-03-28**

REPOZITORIJ PTFOS PREHRAMBENO-TEHNOLOŠKI FAKULTET OSIJEK dabar DIGITALNI AKADEMSKI ARHIVI I REPOZITORIJI

Repository / Repozitorij:

Repository of the Faculty of Food Technology Osijek

zir.nsk.hr

SVEUČILIŠTE JOSIPA JURJA STROSSMAYERA U OSIJEKU

dabar DIGITALNI AKADEMSKI ARHIVI I REPOZITORIJI

SVEUČILIŠTE JOSIPA JURJA STROSSMAYERA U OSIJEKU

PREHRAMBENO-TEHNOLOŠKI FAKULTET OSIJEK

Darko Adžić

OPTIMIRANJE PROCESA KONVEKCIJSKOG SUŠENJA UZORAKA HRASTOVOG DRVETA PREMAZANIH ZAŠTITNIM SREDSTVOM „ČUVAR FRONTA“

DIPLOMSKI RAD

Osijek, siječanj 2014.

TEMELJNA DOKUMENTACIJSKA KARTICA

DIPLOMSKI RAD

Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku
Prehrambeno-tehnološki fakultet Osijek
Zavod za procesno inženjerstvo
Katedra za projektiranje tehnoloških procesa i konstrukcijske materijale
Franje Kuhača 20, 31000 Osijek, Hrvatska

Znanstveno područje: Biotehničke znanosti
Znanstveno polje: Prehrambena tehnologija
Nastavni predmet: Optimizacija i projektiranje industrijskih procesa
Tema rada je prihvaćena na 1. sjednici Fakultetskog vijeća Prehrambeno-tehnološkog fakulteta Osijek održanoj 30. listopada 2013. godine
Mentor: doc. dr. sc. *Stela Jokić*
Komentor: doc. dr. sc. *Jasmina Lukinac Čačić*

OPTIMIRANJE PROCESA KONVEKCIJSKOG SUŠENJA UZORAKA HRASTOVOG DRVETA PREMAZANIH ZAŠTITNIM SREDSTVOM „ČUVAR FRONTA“

Darko Adžić, 171-DI

Sažetak:

U ovom radu provedeno je sušenje piljenica hrasta u laboratorijskom tunelskom sušioniku različitog vremena trajanja sušenja (4, 10, 20, 30 i 36 h) pri različitim brzinama strujanja zraka (0,5, 1,0, 1,5, 2,5 i 3,0 ms^{-1}) i temperaturama sušenja (40, 55, 65, 80 i 90 °C). Pojava čeonih pukotina je odabrana kao reprezentativna greška sušenja, a praćena je računalnom analizom slike čela piljenica. Optimiranje je provedeno s ciljem poboljšanja kvalitete izlaznog proizvoda sa što manjom potrošnjom energije, a korištena je metoda odzivnih površina – RSM (engl. Response Surface Methodology). Ovisnost odziva (površine čeonih pukotina, potrošnje električne energije i konačnog sadržaja vode) o ulaznim (nezavisnim) varijablama procesa te njihova interakcija prikazana je modelom dobivenim ovom metodom. Na osnovi tog modela mogu se predvidjeti rezultati eksperimenata bilo kojih vrijednosti ulaznih parametara u istom području (od 4 do 36 h, od 40 do 90°C, itd.) te tako dati optimalne procesne parametre za provedbu sušenja. Ovakav je način provedbe eksperimenata, mjerenja vrijednosti te optimiranja moguće, uz nadogradnju opreme, koristiti za razvoj alata za usporedbu kvalitete različitih premaznih sredstava koja se koriste u zaštiti drva prilikom sušenja.

Ključne riječi: Sušenje drva, čeone pukotine, optimizacija, premazi

Rad sadrži: 59 stranica
21 slika
8 tablica
0 priloga
19 literaturnih referenci

Jezik izvornika: hrvatski

Sastav Povjerenstva za obranu:

1.	Izv. prof. dr. sc. *Darko Velić*	predsjednik
2.	Doc. dr. sc. *Stela Jokić*	član-mentor
3.	Doc. dr. sc. *Jasmina Lukinac Čačić*	član-komentor
4.	Prof. dr. sc. *Mate Bilić*	zamjena člana

Datum obrane: 28. siječnja 2014.

Rad je u tiskanom i elektroničkom (pdf format) obliku pohranjen u Knjižnici Prehrambeno-tehnološkog fakulteta Osijek, Franje Kuhača 20, Osijek.

BASIC DOCUMENTATION CARD

GRADUATE THESIS

University Josip Juraj Strossmayer in Osijek
Faculty of Food Technology Osijek
Department of pocess engineering
Subdepartment of equipment and process design
Franje Kuhača 20, HR-31000 Osijek, Croatia

Scientific area: Biotechnical sciences
Scientific field: Food technology
Course title: Process design and optimisation
Thesis subject was approved by the Faculty Council of the Faculty of Food Technology Osijek at its session no. 1 held on October 10, 2013.
Supervisor: *Stela Jokić,* PhD, assistant prof.
Co-supervisor: *Jasmina Lukinac Čačić,* PhD, assistant prof.

OPTIMISATION OF CONVECTION DRYING PROCESS OF OAK WOOD PROTECTED WITH „CUVAR FRONTA" COATING

Darko Adžić, 171-DI

Summary:
Drying process of oak samples was conducted under different conditions. Different temperatures (40, 55, 65, 80 i 90°C), duration (4, 10, 20, 30 i 36h) and air flow speed (0,5, 1,0, 1,5, 2,5 i 3,0 ms^{-1}) were used. As a representative "drying error" checking was chosen and measured using computer picture analysis. Aim of optimisation was to improve the quality of final wooden product and to reduce energy consumption. Response Surface Methodology was used in optimisation procedure. Correlation of responses (checking area, energy consumption and final moisture content) and input parameters are shown in model. It is possible to predict the result of experiments with same range of input parameters by using this model which is the first step in finding the optimal process parameters. This way of planning, conduction and optimisation of drying processes can be used to develop a quality determination tool for wood protection coatings (protection from checking in kiln drying processes).

Key words: *Kiln drying timber, optimisation, end checking, coatings*

Thesis contains: 59 pages
21 figures
8 tables
0 supplements
19 references

Original in: Croatian

Defense committee:

1.	*Darko Velić*, PhD, associate prof.	chair person
2.	*Stela Jokić* , PhD, assistant prof.	supervisor
3.	*Jasmina Lukinac Čačić* , PhD, assistant prof.	Co-supervisor
4.	*Mate Bilić* , PhD, full prof.	stand-in

Defense date: January 28, 2014.

Printed and electronic (pdf format) version of thesis is deposited in Library of the Faculty of Food Technology Osijek, Franje Kuhača 20, Osijek.

Sadržaj

1. UVOD ... 8

2. TEORIJSKI DIO ... 9

2.1. SUŠENJE DRVA ... 9

2.1.1. Slobodna i vezana voda ... 9

2.1.2. Utezanje i bubrenje ... 10

2.1.3. Higroskopna histereza ... 11

2.1.4. Struktura drva ... 11

2.1.5. Greške sušenja ... 13

2.2. PREMAZI ... 17

2.2.1. Sastav premaza ... 18

2.3. OPTIMIRANJE PROCESA SUŠENJA METODOM ODZIVNIH POVRŠINA ... 27

2.3.1. Metoda odzivnih površina ... 27

2.3.2. Plan pokusa ... 29

2.3.3. Centralno kompozitni plan pokusa ... 30

2.3.4. Grafički prikaz odzivne površine ... 32

3. EKSPERIMENTALNI DIO ... 34

3.1. ZADATAK ... 34

3.2. MATERIJAL ... 34

3.3. METODE ... 35

3.3.1. Mjerenje sadržaja vode u drvu ... 35

3.3.2. Konvekcijski tunelski sušionik ... 35

3.3.3. Izrada plana pokusa sušenja ... 38

3.3.4. Način provedbe sušenja ... 41

3.3.5. Mjerenje površine čeonih pukotina ... 41

4. REZULTATI ... 43

5. RASPRAVA ... 52

6. ZAKLJUČCI ... 57

7. LITERATURA ... 58

Popis oznaka, kratica i simbola

u	Sadržaj vode
up	Početni sadržaj vode
uk	Konačni sadržaj vode
RSM	Response Surface Methodology
G_0	Apsolutna suha masa drva
r_0	Volumna masa drva u apsolutno suhom stanju
Ur	Ravnotežni sadržaj vode
DIA	Digital image analysis
DOE	Design of Experiments
CCD	Central composite design
CCF	Face central composite design
BBD	Box-Behnken design
FFD	Full factorial design
n_c	broj ponavljanja u centralnoj točki
n_f	faktorska točka
n_a	aksijalna točka
z	broj eksperimentalnih faktora
ANOVA	Analysis of variance ili Analysis of means using variance

1. UVOD

Na sušenje krutih materijala otpada oko 10% ukupno potrošene energije u glavnim industrijskim sektorima u Europi (Bahu, 1988.). Sušionici konvekcijskog tipa čine 90% industrijskih sušionika koji koriste vrući zrak. Proizvodnja suhog drva zahtijeva veliku količinu energije, štoviše, kvaliteta proizvoda i proizvodni troškovi uvelike ovise o vođenju samog procesa sušenja.

Osušeno drvo je manje mase, čvršće, dimenzijski (i oblikom) stabilnije, otpornije na napade insekata i plijesni te podobnije primjeni premaza (Dinwoodie, 1982.).

Sadržaj vode je najvažnije svojstvo drva i utječe na sve prerađivače i korisnike. Najčešće se izražava s *u* i definiran je kao odnos mase vode koju sadrži drvo u odnosu na težinu apsolutno suhog drva. Svi dijelovi živog stabla sadrže vodu koja često čini preko polovine njegove ukupne mase. Nakon određenog vremena sušenja početni se sadržaj vode *up* mijenja u konačni (željeni) sadržaj vode *uk*.

Tijekom procesa sušenja, ovisno o načinu provođenja sušenja, vrsti i kvaliteti drva, javljaju se tzv. greške sušenja koje umanjuju kvalitetu drva, a očituju se u mnogo oblika kao što su skorjelost, površinske pukotine, diskoloracija, kolaps drva, čeone pukotine, promjene oblika i curenje smole.

Svrha sušenja drva jest smanjenje sadržaja vode u drvu na traženi sadržaj vode u što kraćem vremenu. Kvaliteta osušenog drva mora odgovarati postavljenim zahtjevima, a postupak uklanjanja vode mora biti automatiziran koliko je to moguće, ekonomičan i sa što manjim utroškom energije (Pervan, 2000.).

U ovom radu provedeno je sušenje piljenica hrasta u laboratorijskom tunelskom sušioniku različitog trajanja pri različitim brzinama strujanja zraka i temperaturama sušenja. Pojava čeonih pukotina je odabrana kao reprezentativna greška, a mjerena je računalnom analizom slike fotografiranih čela piljenica. Optimiranje je provedeno s ciljem poboljšanja kvalitete izlaznog proizvoda sa što manjom potrošnjom energije, a korištena je metoda odzivnih površina – RSM (engl. *Response Surface Methodology*).

2. TEORIJSKI DIO

2.1. SUŠENJE DRVA

Drvo, koje je jedan od najvažnijih materijala, pristupačno je u velikim količinama u sirovu stanju, ali uglavnom s prevelikim sadržajem vode (Pervan, 2000.). Sadržaj vode u drvu mora biti značajno smanjen iz više razloga, a to su:

- smanjivanje promjena dimenzija,
- poboljšanje mehaničkih svojstava (povećanje čvrstoće),
- izbjegavanje naknadnih pojava mrlja i propadanja drvne mase (plijesni ne rastu na drvu sadržaja vode ispod 20%, insekti ispod 10%),
- priprema za daljnju preradu (lijepljenje, zaštitu, dekoriranje),
- smanjivanje mase proizvoda (zbog troškova transporta).

Sušenje drva može se provoditi na dva načina:

- Prirodnim putem, sušenjem na zraku kada se građa uglavnom manjih dimenzija, propisno složena izlaže prirodnom strujanju zraka (proces zahtijeva duže vrijeme sušenja, nekoliko tjedana).
- Tehničko sušenje kada se drvo, odnosno građa posebno slaže u specijalne komore, u sušionike i intenzivno izlaže usmjerenom strujanju zraka određene vlažnosti i temperature (Gojković, 1983.).

Težina drva bez vode naziva se apsolutna suha težina, *Go* na kojoj se baziraju sve težine i sadržaji vode. Volumna masa u apsolutno suhom stanju *ro* odnos je težine apsolutno suhog drva *Go* s volumenom u utegnutom stanju na 0% sadržaja vode (Pervan, 2000.).

2.1.1. Slobodna i vezana voda

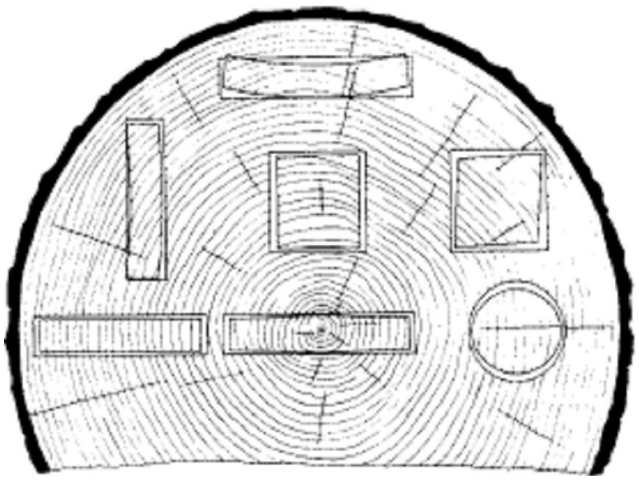
Voda koja se nalazi u staničnim šupljinama naziva se slobodna voda. Količina slobodne vode (ne nalazi se u staničnim stjenkama) vrlo je velika. Gotovo sva voda iznad 25-30% sadržaja vode jest slobodna i može se relativno lako ukloniti, dok se voda koja se nalazi u staničnim stijenkama naziva vezanom vodom. To je sadržaj vode ispod 30%. Ovaj dio vode teško je odstranjiv iz drva i objašnjava smanjenje brzine sušenja drva s povećanjem stupnja osušenosti drva.

Područje sadržaja vode na prijelazu iz slobodne vode u vezanu vodu naziva se područjem točke zasićenosti vlakanaca, *Tzv*. Ovisno o vrsti drva, srednja vrijednost točke zasićenosti vlakanaca kreće se oko 26% (Pervan, 2000.). Ova točka ima više različitih utjecaja, pa se tako sa smanjenjem sadržaja vode ispod točke zasićenosti vlakanaca smanjuje veličina drva (drvo se uteže). Uvjeti sušenja također se mijenjaju sa smanjenjem sadržaja vode ispod točke zasićenosti vlakanaca.

Drvo se prilagođava uvjetima okoline, tj. klimi (temperaturi i relativnoj vlažnosti zraka). S promjenom klimatskih uvjeta sadržaj vode drva se mijenja, odnosno raste ili pada. Drvo se ponaša higroskopno. Stanje kada se drvo nalazi u ravnoteži odnosno kada ne prima vlagu iz zraka i ne otpušta vlagu u zrak označava se kao higroskopna ravnoteža, a odgovarajući sadržaj vode u drvu takva stanja naziva se ravnotežni sadržaj vode ili vlaga ravnoteže drva, *Ur*. Za daljnju preradbu, skladištenje, prodaju, sušenje drva, dijagram higroskopne ravnoteže od velike je važnosti.

2.1.2. Utezanje i bubrenje

Kad se mijenja sadržaj vode u drvu ispod točke zasićenosti vlakanaca mijenja se i volumen drva, a time i dimenzija drva. Ako se iz drva odstrani voda, drvo će se utezati, a ako se drvo vlaži, drvo će bubriti. Ovisno o strukturi piljenice, drvo će se utezati više tangentno nego radijalno. Utjecaj utezanja u ovisnosti o smještaju piljenice unutar stabla može se vidjeti na **Slici 1.**



Slika 1. Utjecaj utezanja o smještaju piljenice unutar stabla (Pervan, 2000.)

Vrijednosti koje se odnose na volumno utezanje, tangencijalno utezanje i radijalno utezanje važne su za daljnju preradu drva, jer se moraju utvrditi odgovarajuće postavke prije početka sušenja, da bi se dobile odgovarajuće točne mjere. Postoje i odgovarajuće vrijednosti za promjene oblika u slučaju kada je voda ponovno apsorbirana, tj. kada dolazi do bubrenja. Međutim vrijednosti bubrenja neznatno su manje nego vrijednosti utezanja.

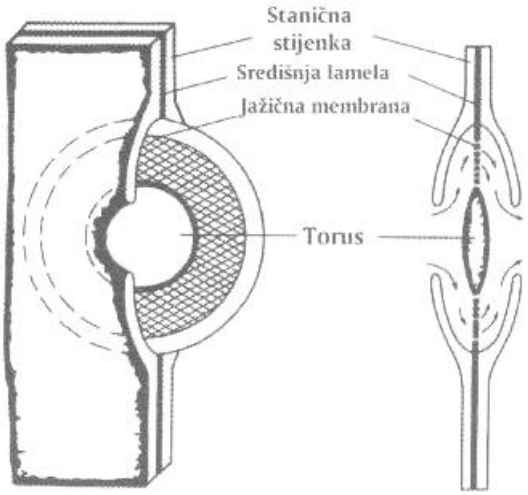
2.1.3. Higroskopna histereza

Prilikom ponovnog upijanja vode ne postiže se ravnotežni sadržaj vode jednak onom što ga je drvo imalo prije sušenja, bez obzira na to što je jednaka temperatura sušenja i jednaka relativna vlaga zraka. Postignuta vrijednost biti će manja, a ta se pojava naziva higroskopnom histerezom. Ova je pojava važna samo za skladištenje osušenog drva. U tom slučaju vrijednosti bubrenja nisu praktično važne s obzirom na to da drvo treba biti sušeno na način da se postigne ravnotežni sadržaj vode i da se samo vrijednosti utezanja uzimaju u obzir.

2.1.4. Struktura drva

U hrvatskom jeziku pojam drvo je dvoznačan. On u biološkom smislu znači stablo, dakle cijelu živu biljku, a u tehničkom smislu drvo označava neživi drvni materijal kojeg stablo proizvodi za vrijeme cijelog svog života.

Drvni materijal se općenito sastoji od godova različitih boja. God predstavlja jednogodišnji prirast drva. Svjetliji se dio goda naziva rano drvo čije stanice provode vodu i hranjive sastojke od korijena prema krošnji jer su veće i imaju tanje stanične stijenke. Tamniji dio goda se naziva kasno drvo, a sastoji se od stanica s debljim staničnim stijenkama i njegova je uloga mehanička. Drvo se na poprečnom presjeku dijeli na tamniji unutrašnji dio koji se zove srž i svjetliji, uži vanjski dio poznat kao bjeljika. Većina vode provodi se kroz bjeljiku gdje se i nalazi većina vode koju stablo sadrži. Ova podjela u drvu objašnjava zašto se voda lakše i brže odstranjuje iz bjeljike nego iz srži. Ako se daske ispiljene iz zone bjeljike suše zajedno s daskama ispiljenima iz zone srži, nastaju razlike u konačnom sadržaju vode, te razlike moguće je izjednačiti odgovarajućim utroškom vremena. Iznad točke zasićenosti vlakanaca drvo sadrži vodu vezanu unutar staničnih stijenki, a u staničnim šupljinama velike količine slobodne vode. Stanice su uglavnom cjevasta oblika sa zatvorenim krajevima. Kretanje tekućine iz stanice u stanicu odvija se kroz velik broj jažica (Slika 2.).



Slika 2. Jažica (Pervan, 2000.)

Kretanje vode kroz drvo vrlo je kompliciran proces i može se objasniti fizikalnim načelima. Kapilarne sile, difuzijski procesi i odnosi tlaka pare kontroliraju ovo kretanje vode. Samo su rezultati i utjecaji ovih procesa koji se zbivaju unutar drva važni za sušenje drva. U vezi s tim, dolje navedeni detalji mogu se primijeniti na sve vrste drva:

- Drvo gubi svoju slobodnu vodu vrlo brzo i jednoliko iznad točke zasićenosti vlakanaca. Gubitak vode je konstantan. Raspon u kojem se odvija ovaj gubitak vode jest od početnog sadržaja vode do otprilike 35% sadržaja vode.
- U prijelaznom periodu oko točke zasićenosti vlakanaca drvo gubi slobodnu vodu i dio vezane vode mnogo polakše i nepravilnije. Smanjenje sadržaja vode više nije linearno, nego se dobiva po krivulji. Raspon ovog smanjenja sadržaja vode kreće se u granicama od 35% - 20% sadržaja vode.
- Ispod točke zasićenosti vlakanaca količina vode koja se odstranjuje iz drva pada sa smanjenjem sadržaja vode. Razlog tome leži u činjenici da je većina preostale vode vezana u staničnim stjenkama.

Krivulja brzine sušenja nakon drugog stupnja sušenja postaje gotovo linearna s naglašenijom linearnošću porastom suhoće drva. Ovo se područje nalazi između 20% sadržaja vode i konačnog sadržaja vode koji se može postići u praksi, a to je između 5 i 6% (Pervan, 2000.).

2.1.5. Greške sušenja

Pravilno kontinuirana sušionica s odgovarajućom potpunom automatskom kontrolom u velikoj mjeri sprječava greške sušenja i značajne gubitke novčanih sredstava. Drvo koje je prirodno sušeno izloženo je u jednakoj mjeri nastanku grešaka kao i drvo koje se suši umjetnim načinom, uz uvjet da je postupak sušenja pravilno proveden.

Svrha je sušenja da transformira prirodno sirovo drvo, s njegovim širokim spektrom različitih kemijskih i strukturnih osobina i obilježja, u kvalitetan i obradiv materijal (Pervan, 2000.).

Razlike između bjeljike i srži, ranog i kasnog drva, čvrstoće i spiralnosti smjera vlakanaca, varirajućih ponašanja utezanja, u različitim smjerovima žice (radijalnom i tangentnom) karakteristike su koje su vidljive odmah, a izvori su brojnih grešaka. Nadalje, zbog različite permeabilnosti kretanja tekućina kroz drvo koja varira od piljenice do piljenice teško se može spriječiti određena varijacija u rasporedu sadržaja vode. Kemijske promjene prilikom sušenja mogu rezultirati diskoloracijom.

2.1.5.1. Diskoloracija ili pojava mrlja

Nastanak mrlja na površini nema veću važnost jer se lako može odstraniti blanjanjem (mehaničkim uklanjanjem površinskog sloja). Nastaju kada para ili vreli kondenzat isparava s površine drva. Na hrastu plavocrvene ili smeđe mrlje nastaju kao posljedica međusobne reakcije željeza i tanina za razliku od četinjača gdje postoji opasnost od nastanka plavih mrlja, a uzrokuje ih vrsta gljiva. Smeđe mrlje nastaju i kao posljedica skladištenja na otvorenom u vlažnoj klimi. Razne ostale vrste drva (bijeli bor, Vajmutov bor) sklone su nastanku smeđih mrlja uzrokovanih djelovanjem enzima.

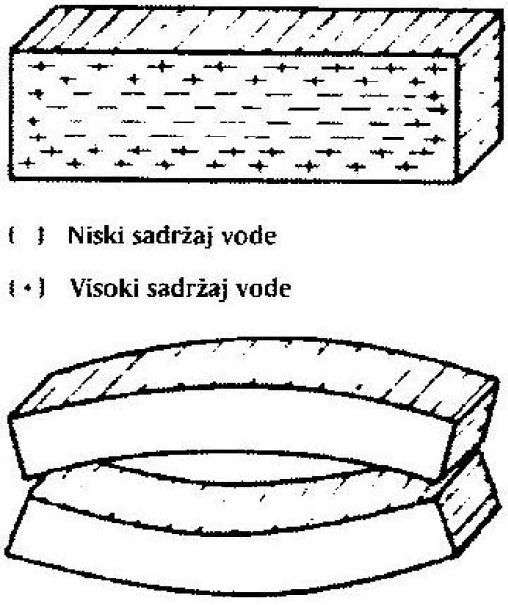
U hrastu s visokim sadržajem vode promjena boje se može pojaviti već na relativno niskim temperaturama sušenja (35 – 40°C), ovisno o području rasta i mineralnim sastojcima tla, a javljaju se u obliku svijetlih i produženih mrlja ili vrlo svijetlih mrlja. Ova vrsta promjene boje nije samo površinska nego prodire i u dubinu.

Da bi se izbjegle ovakve pojave potrebno je sušenje drva provoditi na niskim temperaturama i što je moguće nižim relativnim vlažnostima zraka.

2.1.5.2. Skorjelost, površinske i unutarnje pukotine

Skorjelost je povećanje postojećeg naprezanja između slojeva drva uslijed velike razlike u sadržaju vode. Rezultat skorjenosti su površinske pukotine i deformacija nakon što se drvo raspili.

Ako je zrak u sušioniku presuh površina drva se prebrzo suši (posebno u slučaju visokog sadržaja vode piljenice), odnosno vanjski slojevi drva otpuštaju prebrzo svoju vlagu, pojavljuje se nepravilan gradijent sadržaja vode između vanjskog i unutrašnjeg sloja. Kada sadržaj vode padne ispod točke zasićenosti vlakanaca u vanjskim slojevima, otpočet će utezanje koje sprečava tok vode i smanjuje količinu koja dolazi iz unutrašnjih slojeva. Tada na površinskom sloju nastaje velika tenzija utezanja jer unutrašnji sloj drva još ne može promijeniti svoj originalni volumen zbog visokog sadržaja vode. Ravni uzorak ispiljen iz piljenice, prerezan po sredini, savinut će se prema gore vanjskom stranom zbog tenzijskih naprezanja. U tom slučaju radi se o obrnutoj skorjelosti (**Slika 3.**).



Slika 3. Obrnuta skorijelost

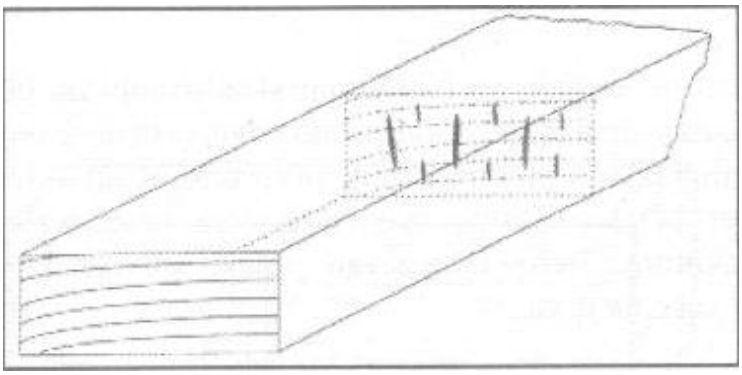
Prilikom procesa sušenja potrebno je pravilnom kontrolom, izbjeći pojavu previsokog gradijenta između površine i unutrašnjosti drva.

Površinske pukotine mogu se pojaviti kao posljedica obrnute skorjelosti u slučaju presuhe klime u fazi zagrijavanja, na početku faze sušenja, s obzirom na to da su transverzna naprezanja koja se javljaju u površinskom sloju veća od naprezanja u ostalim slojevima.

Površinske pukotine javljaju se i prilikom skladištenja na otvorenome zraku, posebno kada je drvo izloženo suncu i vrlo suhoj, vjetrovitoj vanjskoj klimi (proljeće) (Pervan, 2000.).

Ako postoji obrnuta skorjelost i ako se nastavlja sušenje, odstranjivanje vode nastavit će se stupnjevito i unutar drva te će se javiti utezanje kada sadržaj vode padne ispod točke zasićenosti vlakanaca. Vanjska se tenzijska naprezanja smanjuju i postiže se stanje bez naprezanja. Vanjski slojevi postaju nesavitljivi i krhki, a nesavitljivost postaje tolika da više ne mogu pratiti normalno utezanje unutrašnjih slojeva. Kako rastu unutarnja naprezanja, raste i napetost u vanjskim slojevima. U drvu nastaje unutarnja skorjelost. Tanki uzorak izrezan po sredini savinuti će se prema unutra pod unutarnjim tenzijskim naprezanjima.

U teških drva listača, kao što je hrast, prijeti opasnost od nastanka unutarnjih pukotina zbog naprezanja koja izazivaju skorjelost (ako je sušenje prebrzo na visokim temperaturama zraka i premalenim vrijednostima vlažnosti zraka) (**Slika 4.**).



Slika 4. Unutarnje pukotine

Ako se prepozna na vrijeme, skorjelost se može spriječiti trenutačnim navlaživanjem i promjenom uvjeta zraka, kako bi se izbjegao nastanak ove vrste greške (Pervan, 2000.).

2.1.5.3. Čeone pukotine

Kao što je to s pojavom površinskih pukotina zbog specifične pojave skorjelosti, krajevi debla kao i bjeljika mogu se osušiti mnogo prije nego unutarnji slojevi (**Slika 5.**).



a b

Slika 5. Čeone pukotine na: (a) deblu, (b) piljenici (elementu namještaja).

Vrednije drvo, za koje se pretpostavlja da na njemu mogu nastati čeone pukotine, premazuje se sredstvima za zaštitu čela (boje na bazi sintetskih smola ili voska).

2.1.5.4. Promjene oblika

Ako se daske s paralelnim stranicama izviju, tj. spiralno deformiraju, razlog je u spiralnom smjeru vlakanaca. To pokazuje da je postupak sušenja bio neujednačen. Vitoperenje se može spriječiti samo pravilnim, pažljivim slaganjem i stezanjem složajeva oprugama ili pritiskanjem betonskim utezima (Pervan, 2000.).

Ako se daske s paralelnim stranicama cilindrično deformiraju, saviju ili postanu koritave, ove se pojave zajednički nazivaju promjene oblika kao posljedica postupka sušenja. Razlog je nejednoliko utezanje koje nastaje zbog zagrijavanja samo jedne strane ili češće kao rezultat načina rezanja, s obzirom na to da utezanje nije jednako u radijalnom i tangentnom smjeru.

2.2. PREMAZI

Premazna sredstva su tekući do pastozni, a katkada i praškasti materijali, koji se sastoje od veziva (najčešće organske prirode), a ovisno od vrste sadrže i pigmente, punila, otapala i aditive. Raznim postupcima nanose se na podlogu, na kojoj se rasprostiru u tankom jednoličnom sloju, koji fizikalnim ili kemijskim putem otvrdnjavaju i stvaraju ravnomjeran suhi premaz (Antonijević, 1992.).

Premaz je čvrsti sloj koji nastaje sušenjem filma premaznog sredstva na podlozi (Antonijević, 1992.).

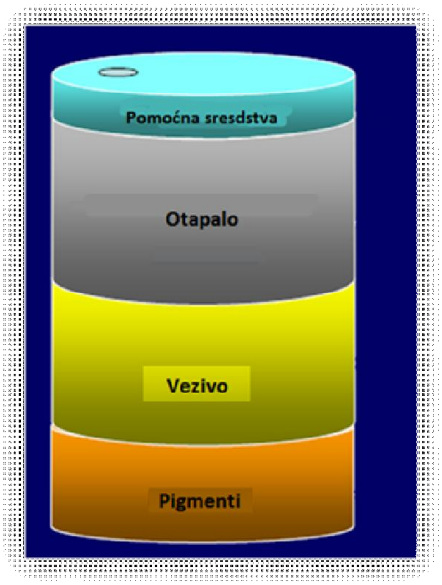
Premazi su najčešće tekuće tvari, koje se u tankim slojevima nanose na površine predmeta da bi, nakon nanošenja, očvrsnule u tanki film koji dobro prijanja na podlogu.

Ovaj očvrsnuti film ima uglavnom dvije uloge:

- Zaštititi površinu predmeta od vanjskih utjecaja, na primjer da spriječi dodir osnovnog materijala podloge s korozivnim tvarima iz okoline (kisik, vlaga), da podlogu štiti od manjih mehaničkih stresova (habanje, grebanje, udari), itd. (zaštitna funkcija),
- Dati površini predmeta željeni izgled, na primjer obojenje, sjaj (dekorativna funkcija).

2.2.1. Sastav premaza

Premazi su smjese (**Slika 6.**).



Slika 6. Sastav premaza

U sastav premaza ulaze tvari koje su po kemijskom sastavu i agregatnom stanju međusobno vrlo različite.

Kod proizvodnje premaza se ne događaju nikakve kemijske reakcije.

Kod nekih premaza, ovisno o vezivu koje je upotrijebljeno, kemijske reakcije događaju se tek kada se premaz, nanesen u tankom sloju na podlogu, pretvara u film premaza, ali ne kod svih.

Sirovine koje ulaze u sastav premaza dijele se na četiri grupe:

- Veziva,
- Otapala,
- Pigmenti i punila,
- Pomoćna sredstva.

2.2.1.1. Veziva

Veziva su neisparljivi dio premaznog sredstva (bez pigmenata i punila), koji ima zadatak formirati čvrsti film premaza i povezati čestice pigmenata međusobno i s podlogom (Antonijević, 1992.).

Veziva (engleski: binders, njemački: Bindemittel) su najvažniji sastojak svakog premaza.

Ključno svojstvo svakog veziva je filmogenost, odnosno sposobnost stvaranja filma. Uz rijetke iznimke (npr. kalijevo vodeno staklo, gašeno vapno), veziva su u današnje vrijeme uglavnom organske makromolekule, namjerno sintetizirane kao veziva za razne vrste premaza. Uobičajen je naziv za njih sintetske smole.

Veziva mogu stvarati film, nakon ugradnje u premaz i nanošenja u tankom sloju na podlogu, na 2 osnovna načina:

- Sušenjem,
- Kemijskom promjenom.

Mnogi polimeri koji se koriste kao veziva za premaze kao što su npr. polimeri akrilatne kiseline, vinil acetata, vinil klorida, i njihovi kopolimeri ili kopolimeri sa drugim monomerima, na pr. stirenom, etilenom, butadienom, stvaraju film interdifuzijom polimernih lanaca, kada se ovi u mokrom nanosu premaza približe jedan drugom, zbog isparavanja otapala.

Ovakva veziva su u izvornom obliku već čvrste tvari, pa se isporučuje u obliku granula, koje proizvođači premaza otapaju u odgovarajućim otapalima, ili već otopljeni u otapalima. Nakon isparavanja otapala ostaje tanak film polimera u izvornom kemijskom obliku.

Filmovi premaza sa ovakvim vezivima mogu biti vrlo otporni na UV zračenje, atmosferilije, te na anorganske kemikalije, kiseline, lužine, vodu, morsku vodu, ali se u filmu premaza kemijski ne mijenjaju, pa film ostaje topljiv u otapalima u kojima je topljivo vezivo premaza. Premazi s takvim vezivima se koriste u građevinarstvu, zaštiti kontejnera za

prekomorski transport, konstrukcije, ali samo na onim mjestima na kojima se ne očekuje djelovanje nekih organskih otapala.

Do nedavno vrlo rasprostranjena vrsta premaza koji očvršćavaju običnim sušenjem (isparavanjem otapala) su „nitro boje“ ili „nitro lakovi“. Esterifikacijom dijela hidroksilnih grupa u celulozi sa dušičnom kiselinom, dobiva se celulozni nitrat (pogrešno ali prihvaćeno: nitroceluloza), topljiv u jakim otapalima (esteri, ketoni), koji je u smjesi sa omekšivačima (plastifikatorima), bez kemijskih reakcija, sposoban stvoriti film. Nitro boje i lakovi se u zemljama EU više uopće ne koriste, zbog visokih rizika za zdravlje korisnika i velike emisije otapala u atmosferu (HOS) te zbog lake zapaljivosti.

Druga veziva očvršćavaju tako da se nakon nanošenja premaza na podlogu kemijski mijenjaju.

Najveća i najzastupljenija grupa premaza sa ovim tipom veziva, sa kojom svakodnevno dolazimo u dodir, su alkidne boje za široku potrošnju, temeljne i pokrivne (Dorr i Holzinger, 1989.).

Alkidi su makromolekule nastale kondenzacijom polivalentnih alkohola (dvovalentni glikol, trovalentni glicerin, peterovalentni pentaeritriol), sa dvovalentnim kiselinama, od kojih se najčešće koristi ftalna. U industrijskoj proizvodnji se umjesto glicerina koriste trigliceridi masnih kiselina koji se u sintezi uz pomoć topline i katalizatora razbijaju na mono i di-gliceride na kojima ostaju lanci masnih kiselina, a ovi se zatim kondenziraju sa dvovalentnom kiselinom. Veličina molekule se regulira prekidom reakcije u određenom trenutku, na pr. naglim hlađenjem reaktora. Alkidne smole rijetko imaju molekularnu masu veću od 5000, dok polimeri koji služe kao veziva koja očvršćuju bez kemijskih promjena imaju molekularne mase od 30000 do preko 100000.

Ako masne kiseline poput linolne kiseline iz lanenog ulja imaju najmanje 2 dvostruke veze u lancu oni su skloni oksidaciji kisikom iz zraka i upravo je to kemijski mehanizam očvršćavanja ovog tipa premaza: premaz oksidira. Kisik iz zraka, uz pomoć katalizatora ugrađenih u premaz (organometalni spojevi kobalta, cinka, mangana, cirkonija, kalcija, željeza) oksidira dvostruke veze i spaja čitav niz makromolekula u još veće molekule, po cijelom volumenu filma premaza (Talbert, 2008.).

Formulatori premaza nazivaju ovakvu vrstu očvršćavanja „omrežavanje“ jer dolazi do beskrajnog niza povezivanja makromolekula pa je teoretski moguće da svo vezivo u premazu na nekim vratima, obojenim oksidativno sušivom alkidnom bojom, predstavlja jednu molekulu.

Popis predmeta koji se boje alkidnim premazima je vrlo dugačak te se prostire u granama građevinarstva, autoindustrije, brodogradnje, drvne industrije itd.

Ako molekule masnih kiselina sadrže hidroksilne skupine, neće doći do spontanih reakcija sa kisikom iz zraka, ali su smole sa hidroksilnim skupinama sposobne za druge reakcije. Hidroksilne skupine spontano, već kod sobne temperature, reagiraju sa izocijanatima stvarajući „uretansku“ vezu. Tako npr. očvršćava dvokomponentni poliuretanski lak za parket. Poliolna komponenta premaza koja sadrži makomolekule sa hidroksilnim skupinama tek se neposredno prije nanošenja pomiješa sa vezivom koje sadrži poliizocijanatne makromolekule. One u filmu premaza reagiraju dajući kemijski promijenjen, vrlo otporan i dobro „omrežen“ film.

Poliuretanski premazi, što je tipičan i usvojen naziv za skupinu premaza koji nastaju reakcijom između hidroksilnih i izocijanatnih skupina, vrlo su rasprostranjeni u svim domenama privrede (Streitberger i Dössel, 2008.). Njima se štite i ukrašavaju željeznički vagoni, atmosferi izloženi drveni predmeti, veliki i skupi građevinski strojevi, parketi, konstrukcije i sl.

Hidroksilne skupine su sposobne reagirati i sa amino skupinama ali im je za to potrebna energija. Zato se veziva koja sadrže hidroksilne i druga koja sadrže amino grupe smiju pomiješati u istu ambalažu. Kada se nanesu, ovakvi premazi neće očvrsnuti ako se ne izlože visokim temperaturama (obično 120 do 180°C) kojima se izlaže cijeli obojeni predmet (na pr. karoserije automobila). Kod visokih temperatura hidroksilne grupe reagiraju sa amino grupama uz oslobađanje vode omrežavajući makromolekule u kemijski drugačiji film premaza. Ovaj tip premaza je tipično sastavljen od alkidnih i amino smola, najčešće malamina a u stručnom se žargonu naziva „pečenjaci“ i najčešće služi za prvo bojanje automobila, poljoprivrednih strojeva i nekih proizvodnih strojeva.

Sa amino grupama spontano reagiraju i epoksidne grupe. Makromolekule epoksidnih smola se neposredno prije nanošenja miješaju sa drugim vezivom (kao i poliuretani) koje sadrži amino grupe. Nakon prostornog omrežavanja na temperaturi okoline dobiju se vrlo otporni premazi kojima se štite mostovi, rafinerijska postrojenja, brodovi i sl. (Talbert, 2008.).

I pravi polimeri (za razliku od polikondenzata spojeni su C-C vezama) mogu imati funkcionalne skupine poput hidroksilnih, amino i izocijanatnih. U tom slučaju i polimeri pripadaju skupini kemijski promjenljivih veziva. Tipičan je primjer vrlo skupih i vrlo kvalitetnih premaza za automobilske visoke klase, koji se sastoje od hidroksilnih funkcionalnih akrilatnih polimera, a omrežavaju se dodavanjem poliizocijanatnih veziva koje sadrže izocijanatne grupe.

Od sličnih se veziva proizvode i premazi za zrakoplove koji moraju izdržavati ekstremne uvjete.

2.2.1.2. Otapala

Otapala su u sastavu premaza nepoželjna ali nužna.

Ne postoji niti jedna vrsta premaza u kojemu bi zadržavanje otapala u očvrsnutom filmu bilo poželjno. Otapalo mora iz filma ispariti što prije i što potpunije.

Kako je većina sastojaka premaza u izvornom obliku ili čvrsta ili u obliku praha te granula (pigmenti i punila u obliku praha, neka veziva koja se moraju otapati su u obliku granula) ili su u obliku vrlo „žilavih“ (visoko viskoznih) tekućina, kakva je većina veziva, rukovanje ovim sirovinama ne bi bilo moguće bez otapala. Proizvod ne bi bilo moguće niti proizvesti niti aplicirati. Odgovarajuću viskoznost pogodnu za operacije u toku proizvodnje i primjene reguliraju upravo otapala.

Otapala mogu veoma utjecati i na proces očvršćavanja filma. Otapalo se u filmu mora zadržati dovoljno dugo da omogući pokretljivost makromolekula veziva u procesu očvršćavanja, ali ne predugo da bi ugrožavalo svojstva očvrsnulog filma. Mnoge vidljive mane očvrsnulih filmova premaza kao što su „krateri“, slijevanje na vertikalnim površinama, efekt „narančine kore“, često vidljiv na loše obojenim automobilima, uzrokovani su izborom

neodgovarajućih otapala bilo da je u pitanju slaba topljivost veziva ili loše izabrana brzina isparavanja otapala.

Otapala se izabiru prema topljivosti veziva, a zatim prema brzini isparavanja koja se mjeri u odnosu na brzinu isparavanja etera koja se označava sa 1. Moraju se izabrati samo ona otapala u kojima su veziva topljiva te unutar tog izbora otapala kod kojih brzina isparavanja odgovara načinu nanošenja. Na primjer, kod nanošenja prskanjem, biraju se otapala koja brzo isparavaju iz filma, a kod nanošenja kistom ona koja isparavaju sporije, da bi se kistom uopće moglo raditi.

Kao otapala se koriste niskomolekularni organski spojevi niske viskoznosti:

- Određene frakcije benzina iz destilacije nafte. U industriji premaza najčešće je to frakcija od 140 do 200°C, pretežno sastavljena od smjese alifatskih ugljikovodika sa 6 do 9°C atoma te s malim sadržajem aromatskih ugljikovodika, obično do 15%.
- Aromati kao što su toluen (toluol) te smjesa izomera ksilena (orto, meta, para).
- Esteri, najčešće etil acetat, butil i izobutil acetat.
- Ketoni, rijetko aceton zbog prebrzog isparavanja, češće metil etil keton, metil izobutil keton.
- Alkoholi, pri čemu se etanol koristi rjeđe, a viši alkoholi poput propanola, izopropanola, butanola i amilnog alkohola češće.
- Glikol eteri i glikol esteri poput etil glikola i butil glikola (glikol eteri) te etilglikol acetata (glikol ester).

Većina ovih otapala je štetna za zdravlje čovjeka i za okoliš. U EU je upotreba ovih otapala još uvijek dozvoljena ali samo uz mjere zaštite ljudi i okoliša koje su vrlo skupe. Cilj je osim da pare otapala ne ugroze korisnike i da što manje para otapala dospije u atmosferu jer je riječ o stabilnim spojevima koji se sporo ili nikako ne ragrađuju, a mnogi od njih izazivaju efekt staklenika u Zemljinoj atmosferi. Zbog toga se danas kao otapalo nastoji što više koristiti voda.

Mnoga veziva su sintetizirana tako da se otapaju ili barem mogu emulgirati u vodi a da im se pri tome, nakon očvršćavanja u filmu, karakteristike ne mijenjaju u odnosu na veziva otopljena u otapalima. Kako je voda vrlo polarno otapalo sa visokom površinskom

napetošću organske molekule koje su hidrofobne vrlo je teško „preurediti“ u vidu veziva i ta tehnologija kasni barem 20 godina. Tek se zadnjih nekoliko godina u tom području postižu napredci najavljivani još prije više od 30 godina. Danas već postoje i alkidna i epoksidna i poliuretanska veziva na bazi vode.

2.2.1.3. Pigmenti i punila

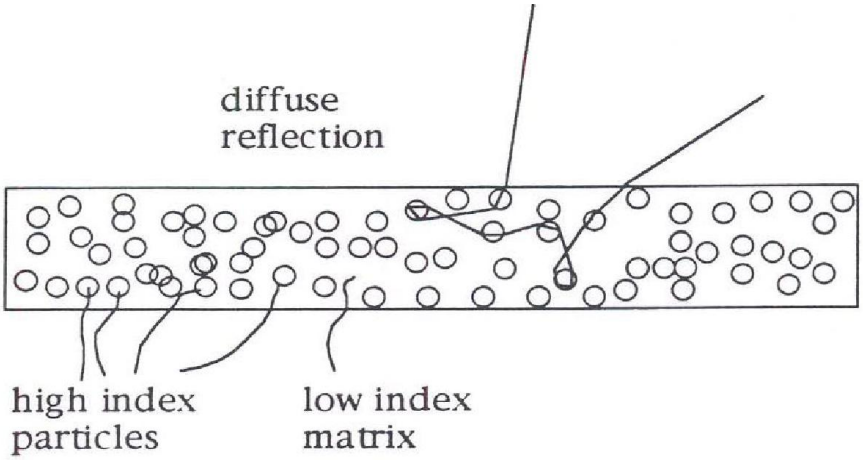
Pigmenti i punila se svrstavaju u istu grupu sirovina za proizvodnju premaza prvenstveno zbog toga što se i jedni i drugi ugrađuju u premaze u obliku fino mljevenih čvrstih čestica koje se u ostalim komponentama premaza ne smiju otapati. Pigmenti i punila u očvrsnutom filmu premaza ostaju fizički i kemijski nepromijenjeni.

Pigmenti premazu daju prvenstveno obojenje i pokrivnost.

Pokrivnosti je sposobnost skrivanja podloge od pogleda promatrača[1]. Svi pigmenti daju premazu neko obojenje uključujući i bijelo ili crno, ali pokrivnost je svojstvo uglavnom anorganskih pigmenata.

Organski pigmenti se ponašaju poput obojenog stakla tj. daju premazu obojenje ali ne pokrivnost stoga se uvijek kombiniraju organski i anorganski pigmenti. Pošto su indeksi loma svjetlosti pigmenata različiti od indeksa loma medija u kojemu se nalaze prilikom upada svjetlosti u film premaza dolazi do „kružnog“ lomljenja zraka svjetlosti koje se difuzno rasipaju te uslijed mnogih lomova u različitim smjerovima ne dopiru do podloge na kojoj se premaz nalazi (**Slika 7.**).

[1] Prema Antonijeviću (1992.) *pokrivna moć* jest sposobnost pigmentiranog premaznog sredstva da smanji kontrast bijele i crne podloge, na koju je nanešeno i osušeno. Izražava se brojem kvadratnih metara površine podloge koju pokrije 1kg (ili 1L) premaznog sredstva, pri čemu se dobiva određen odnos kontrast u usporedbi sa standardom. Određuje se po DIN 53162, ASTM D-344.



Slika 7. Prikaz višestrukog loma svjetlosti u filmu premaza

Punila su anorganski, praškasti, bijeli ili slabo obojeni materijali kristalne ili amorfne strukture. Niskog su indeksa loma svjetlosti pa filmu premaza ne daju pokrivnost niti obojenost. U osnovnim, međuslojnim i završnim premazima koriste se zbog niske cijene, za reguliranje reoloških svojstava premaza i mehaničkih osobina filma. Neke vrste punila koriste se za sprječavanje taloženja pigmenata pri skladištenju premaza. Kemijski su inertni i ne smanjuju otpornost premaza na vanjske utjecaje. U kitovima, osnovnim premazima i masama reguliraju reološke i primjenske osobine, a po masenom udjelu su jedan od glavnih sastojaka (Antonijević, 1992.).

Koriste se prirodna i sintetska fino mljevena i mikronizirana punila: barit (barijev sulfat), talk, kaolin (najčešće u laminarnom obliku zbog specifičnog slaganja u filmu premaza što osigurava bolju otpornost na koroziju), azbest, kalcit (najrasprostranjeniji, najveći potrošači su proizvođači zidnih premaza i umjetnih žbuka u kojima maseni udio u formulaciji može biti do 60%), kreda, grafit, kvarcno brašno (za premaze koji moraju biti posebno otporni na abraziju), blanc-fixe, taložna kreda itd. (Dorr i sur., 1989.).

2.2.1.4. Pomoćna sredstva

Pomoćna sredstva su tvari koje se premazima dodaju u malim količinama, da bi se istakla neka njihova svojstva ili da bi se spriječile nepoželjne pojave.

Pomoćna sredstva su toliko različita po kemijskom sastavu i agregatnom stanju da se dijele prema svojoj funkcionalnosti (Streitberger i Dössel, 2008.).

Sredstva protiv taloženja se dodaju da bi se, u toku dužeg skladištenja, spriječilo stvaranje taloga pigmenata i punila na dnu ambalažne posude. Najčešće su to organski modificirani minerali bentoniti ili montmoriloniti koji nakon miješanja u premaz bubre te povećavaju viskoznost premaza (Dorr i Holzinger, 1989.).

Sredstva za dispergiranje su najčešće organsko-ionske tvari, na pr. tercijarni amini sa liofilnim i liofobnim dijelom molekule (Streitberger i Dössel, 2008.). Liofobnim dijelom se apsorbiraju na površinu pigmenta ili punila dok liofilni dio strši prema organskom okruženju veziva te tako sprječavaju ponovni dodir između pigmentnih čestica koji bi doveo do reaglomerizacije.

Silikativi su organometalne soli Co, Zr, Ca, Mn koje u alkidnim premazima služe kao katalizatori za pospješavanje prijenosa kisika iz zraka u dubinu filma čime se ubrzava oksidativno očvršćivanje (Streitberger i Dössel, 2008.).

U alkidne, oksidativno sušive, premaze se dodaju tvari poput metil etil ketoksima za sprječavanje oksidacije površinskog sloja premaza u ambalaži u kojoj je neposredno ispod poklopca zrak. Ove tvari oksidiraju mnogo brže od samog veziva premaza tako da potroše sav kisik iz ambalaže prije nego što oksidira premaz i stvori „kožu“.

Mnoga veziva su sklona stvaranju pjene, što osobito vrijedi za premaze na bazi vode (Streitberger i Dössel, 2008.). Da se ne bi stvorila pjena koja se neće spontano razgraditi na površini premaza nakon nanošenja nego će nakon očvršćavanja ostaviti ružne i štetne „zamrznute“ mjehuriće u premaz se dodaju tvari koje dvostruko djeluju: smanjuju površinsku napetost, a pjenu koja se ipak stvori uništavaju fizičkim mikroskopskim „šiljcima“ koji se lako apsorbiraju na stjenku mjehurića.

Vodeni premazi se moraju zaštititi odgovarajućim biocidima od stvaranja plijesni tijekom skladištenja.

Postoji još dugačak niz pomoćnih sredstava kao što su sredstva za hidrofobiranje površine premaza, sredstva za maskiranje mirisa, sredstva za matiranje, sredstva koja sprječavaju razdvajanje pigmenata različitih gustoća i veličina čestica (sredstva protiv isplivavanja) itd.

2.3. OPTIMIRANJE PROCESA SUŠENJA METODOM ODZIVNIH POVRŠINA

Na svaki tehnološki proces istovremeno utječu brojni procesni parametri. Analizom učinaka ulaznih parametara na izlazne varijable procesa moguće je dobiti njihovu međusobnu ovisnost opisanu matematičkim izrazom odnosno modelom. Ključnim parametrima procesa sušenja, koji utječu na svojstva drva, smatraju se brzina protoka, temperatura i vlažnost zraka kojim se drvo suši te vrsta, sadržaj vode i dimenzije piljenica.

Mjerenje i analiza pojava u nekom procesu može se odvijati nekontrolirano, te kontrolirano izradom plana pokusa (Montgomery, 2009.). Planiranje pokusa olakšano je uporabom različitih programskih paketa koji sadrže tehnike planiranja i optimiranja bazirane na metodologiji odzivnih površina. Metoda odzivnih površina (engl. *Response surface methodology*, RSM) primjenjuje se za razvoj, poboljšanje i optimiranje različitih tehnoloških procesa (Lenth, 2009.), pa tako i u području procesa sušenja.

Primjenom metoda planiranja pokusa moguće je na brz, kontroliran i razumljiv način naći optimalno rješenja problema (Montgomery i Runger, 2003.), te ostvariti potpun uvid u proces, a dobivene rezultate jednostavno interpretirati. U ovom radu se za potrebe planiranja sušenja i analizu pokusa te za analizu rezultata primjenjivao programski paket *Stat-Ease Design Expert V 7.0.0.*

2.3.1. Metoda odzivnih površina

Ova metoda predstavlja skup empirijskih i statističkih tehnika kojima se modeliraju i analiziraju utjecaji nezavisnih varijabli (faktori, procesni parametri) na promatrani odziv regresijskom analizom s ciljem poboljšanja, razvoja i optimiranja procesa.

Metodu odzivnih površina prvi su uveli Box i Wilson sredinom 20. stoljeća, a kasnijoj popularizaciji ove tehnike pridonio je Montgomery (Bezerra i sur., 2008.). Osnovna ideja metode je dobiti odnos utjecajnih faktora (nezavisnih varijabli) na zavisnu varijablu (odziv) preko odzivne funkcije, te prepoznati na koji način članovi modela (ulazni parametri) utječu na promatrani odziv.

Jedan od učinkovitih načina skraćivanja vremena i povećanja vrijednosti eksperimenta je planiranje pokusa (engl. *Design of Experiments*, DOE). Izrada plana pokusa kojim se definiraju eksperimenti koji će se provesti vrši se prije primjene same metode odzivnih površina.

Kao rezultat aproksimacije eksperimentalnih podataka dobiva se odzivna funkcija ili odziv a prikazuje utjecaj ispitivanih nezavisnih varijabli i njihovih interakcija na zavisne varijable promatranog procesa. Funkciji je moguće pridružiti odgovarajući polinom i izračunati koeficijente jednadžbe, a aproksimacija eksperimentalnih podataka može se poboljšati povećanjem stupnja polinoma. Stoga se ploha koja spaja visine izmjerenih vrijednosti praćenih odziva naziva odzivna ploha (površina) (Montgomery i Runger, 2003.). Prvi korak u RSM metodi je aproksimacija eksperimentalnih podataka odgovarajućim modelom. Ako je odziv moguće dobro modelirati linearnom funkcijom, tada je dobivena aproksimacijska funkcija model prvog reda:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 \cdot x_1 + \beta_2 \cdot x_2 + \ldots \beta_i \cdot x_i + \varepsilon \tag{1}$$

Međutim, najčešće se upotrebljava model odziva drugog reda:

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^{I} \beta_i \cdot x_i + \sum_{i=1}^{I} \beta_{ii} \cdot x_i^2 + \sum_{i<j} \sum_{i=2} \beta_{ij} \cdot x_i \cdot x_j + \varepsilon \tag{2}$$

Koeficijenti odzivne funkcije (modela) određuju se metodom najmanjih kvadrata. Nakon određivanja koeficijenata odzivne funkcije radi se analiza i test adekvatnosti odzivne funkcije primjenom analize varijance (ANOVA) čime se ističu oni faktori ili njihove interakcije koji značajno utječu na promatrani proces.

2.3.2. Plan pokusa

Pri odabiru plana pokusa nastoji se dobro opisati promatrani proces te da utrošak resursa bude minimalan. Stoga je odabir modela planova pokusa osnovni problem eksperimentiranja.

Nekoliko najčešćih oblika plana pokusa:

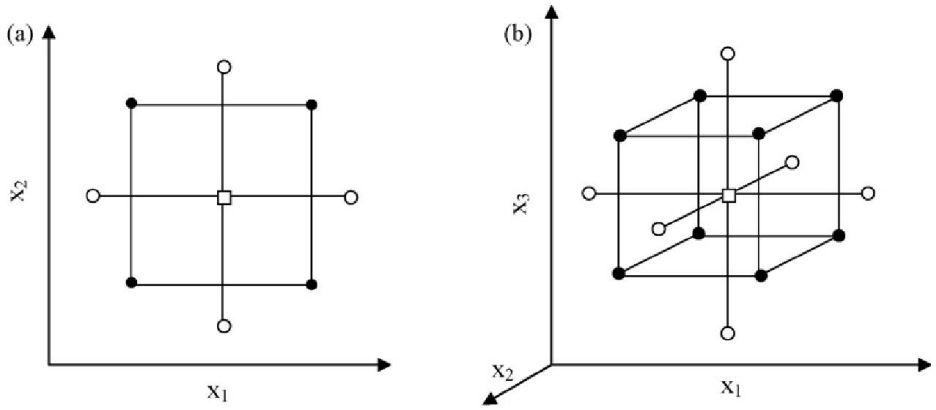
- Centralno kompozitni plan pokusa (engl. *Central composite design*, CCD)
- Plošno centrirani kompozitni plan (engl. *Face centred composite design*, CCF)
- Box-Behnken plan pokusa (engl. *Box-Behnken design*, BBD)
- Faktorijalni plan pokusa (engl. *Full factorial design*, FFD)

Odabir plana pokusa ovisi o očekivanoj odzivnoj funkciji. Za aproksimaciju nelinearnih eksperimentalnih podatka koristi se plan pokusa za modele drugog reda (kvadratni polinom) kao što su: trofaktorijalni plan pokusa na tri razine, Box-Behnken-ov plan pokusa, centralno kompozitni plan pokusa. Takvi modeli daju funkcionalnu zavisnost mjerene varijable o ispitivanim nezavisnim varijablama te njihovoj interakciji, kao i informaciju o maksimumu ili minimumu funkcije (kvadratni član polinoma) (Bezerra i sur., 2008.).

2.3.3. Centralno kompozitni plan pokusa

Centralno kompozitni plan pokusa (**Slika 8.**) odabran je iz više razloga:

- proširen je dodatnim točkama pokusa u centru i aksijalnim točkama (u odnosu na dvofaktorski plan pokusa) radi procjene parametara drugog reda;
- ispitivanje utjecaja više varijabli na pet razina uz smanjen broj izvođenja pokusa (u odnosu na trofaktorijalni plan pokusa) uz mogućnost efikasne procjene koeficijenta matematičkih modela prvog i drugog reda.



Slika 8. Centralno kompozitni pokus za optimiranje: (a) dvije varijable (α = 1,41) i (b) tri varijable (α = 1,68). (●) stanja u vrhovima, (○) stanja na osima i (□) stanje u središtu gdje α predstavlja udaljenost između aksijalnih točaka (Bezerra i sur., 2008.)

Tablica 1. Eksperimentalna matrica CCD za a) dvije varijable, b) tri varijable

a			**b**			
	x_1	x_2		x_1	x_2	x_3
Faktorske točke	–1	–1	*Faktorske točke*	–1	–1	–1
	1	–1		1	–1	–1
	–1	1		–1	1	–1
	1	1		1	1	–1
Aksijalne točke	α	0		–1	–1	1
	– α	0		1	–1	1
	0	– α		–1	1	1
	0	α		1	1	1
Centralna točka	0	0	*Aksijalne točke*	– α	0	0
				α	0	0
				0	– α	0
				0	α	0
				0	0	– α
				0	0	α
			Centralna točka	0	0	0

Osnovne karakteristike ovoga plana pokusa su da:

a) sadrži slijedeće točke pokusa (**Tablica1.**):

- Centralne točke (n_c – broj ponavljanja u centralnoj točki) daje informaciju o nelinearnosti u odzivu te njihov broj u planu pokusa bitno utječe na distribuciju procijenjene varijance u eksperimentalnom području.
- Aksijalne točke (osne točke) (n_a) daju mogućnost efikasne procjene parametara drugog reda. Točke pokusa koje su jednako udaljene od centralne točke.
- Faktorske točke (n_f) točke pokusa kojima se određuje okretljivost plana pokusa.

b) zahtjeva broj pokusa prema sljedećoj jednadžbi:

$$N = 2 \cdot z \cdot \left(z - 1 \right) + n_c \tag{3}$$

c) svaki od faktora promatra se na pet razina ($-\alpha$, – 1, 0, + 1, + α) s jednakim intervalom između razina

d) α vrijednost ovisi o broju varijabli i može se izračunati prema slijedećoj jednadžbi:

$$\alpha = \left(2^z \right)^{1/4} \tag{4}$$

Prema jednadžbi (4) vrijednost α kod promatranja dvije varijable je α = 1,41; tri varijable α = 1,68, četiri varijable α = 2.

e) Obzirom na odabrane vrijednosti α te broj centralnih točaka u planu pokusa definiraju se svojstva plana poput ortogonalnosti i okretljivosti. CCD je ortogonalan ukoliko je udaljenost aksijalnih točaka od centralne točke definirana jednadžbom:

$$\alpha = \left\{ \left[\left(n_f + n_a + n_c \right)^{1/2} - n_f^{1/2} \right]^2 \cdot \frac{n_f}{4} \right\}^{1/4} \tag{5}$$

f) Okretljivost plana omogućuje dobivanje maksimalne nepristrane informacije, pri čemu varijanca odziva u bilo kojoj točki ovisi samo o udaljenosti te točke od centralne točke. Okretljivost se postiže ukoliko je vrijednost α definirana jednadžbom:

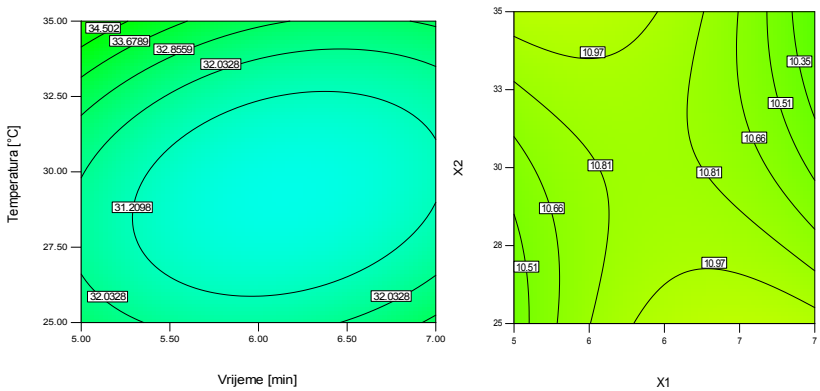
$$\alpha = \left(n_f \right)^{1/4} \tag{6}$$

Ortogonalan i okretljiv plan pokusa se postiže i određivanjem broja centralnih točaka u pokusu jednadžbom:

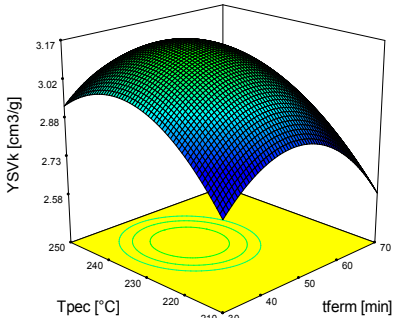
$$n_c = 4 \cdot n_f^{1/2} + 4 - 2 \cdot z \tag{7}$$

2.3.4. Grafički prikaz odzivne površine

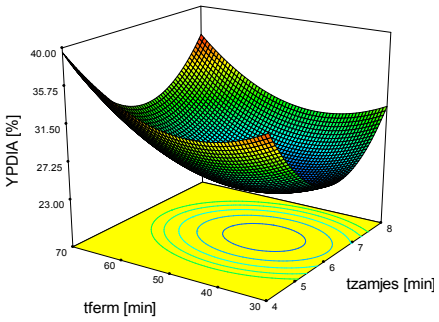
Rezultat promatranog procesa (odziv), moguće je opisati i grafički, odzivnom površinom. Odzivne površine prikazuju se u cijelom eksperimentalnom području s dvije ili tri dimenzije. Grafički prikaz odzivne površine u dvije dimenzije, kao konturne površine prikazan je na **Slici 9**, a mogući prikaz u tri dimenzije, 3D dijagramom prikazuje **Slika 10.** (Montgomery i Runger, 2003.).



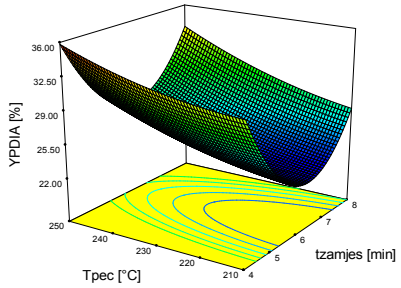
Slika 9. Primjer odzivne površine prikazane konturnim dijagramom (s dvije varijable)

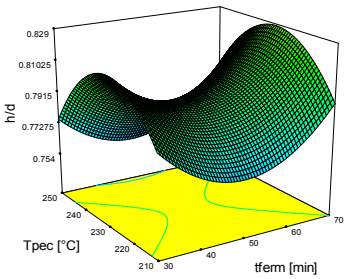

YSVk [cm3/g]
3.17
3.02
2.88
2.73
2.58
Tpec [°C]
250
240
230
220
tferm [min]
70
60
50
40

a


YPDIA [%]
40.00
35.75
31.50
27.25
23.00
tferm [min]
70
60
50
40
30
tzamjes [min]
4
5
6
7
8

b


YPDIA [%]
36.00
32.50
29.00
25.50
22.00
Tpec [°C]
250
240
230
220
210
tzamjes [min]
4
5
6
7
8


h/d
0.829
0.81025
0.7915
0.77275
0.754
Tpec [°C]
250
240
230
220
210
tferm [min]
30
40
50
60
70