

SLOVENSKÁ TECHNICKÁ UNIVERZITA V BRATISLAVE

**FAKULTA CHEMICKEJ A POTRAVINÁRSKEJ
TECHNOLÓGIE**

Evidenčné číslo: FCHPT-113709-97449

**Modelovanie laboratórnej
destilačnej kolóny v gPROMS
ModelBuilder**

BAKALÁRSKA PRÁCA

2021

Tímea Mészárosová

SLOVENSKÁ TECHNICKÁ UNIVERZITA V BRATISLAVE

**FAKULTA CHEMICKEJ A POTRAVINÁRSKEJ
TECHNOLÓGIE**

Evidenčné číslo: FCHPT-113709-97449

Modelovanie laboratórnej destilačnej kolóny v gPROMS ModelBuilder

BAKALÁRSKA PRÁCA

Študijný program: Automatizácia, informatizácia a manažment v chémii a potravinárstve
Študijný odbor: Kybernetika, strojárstvo
Školiace pracovisko: Oddelenie informatizácie a riadenia procesov
Vedúci práce: doc. Ing. Radoslav Paulen, PhD.
Konzultant: Ing. Martin Mojto

2021

Tímea Mészárosová



ZADANIE BAKALÁRSKEJ PRÁCE

Študentka: **Tímea Mészárosová**
ID študenta: 97449
Študijný program: automatizácia, informatizácia a manažment v chémii a potravinárstve
Kombinácia študijných odborov: kybernetika, strojárstvo
Vedúci práce: doc. Ing. Radoslav Paulen, PhD.
Konzultant: Ing. Martin Mojto
Miesto vypracovania: Oddelenie informatizácie a riadenia procesov

Názov práce: **Modelovanie laboratórnej destilačnej kolóny v gPROMS ModelBuilder**

Jazyk, v ktorom sa práca vypracuje: slovenský jazyk

Špecifikácia zadania:

Cieľom tejto práce je návrh matematického modelu laboratórnej destilačnej kolóny s následnou implementáciou v programovom prostredí gPROMS ModelBuilder. Softvér gPROMS ModelBuilder je vhodný nástroj na modelovanie, simuláciu a validáciu matematických modelov chemicko-technologických procesov. Zjednodušuje prácu s komplexnými matematickými modelmi a poskytuje transparentné pracovné prostredie pre užívateľa. Bakalárska práca poskytuje študentovi nielen možnosť zoznámenia sa so spomínaným softvérom, ale aj nadobudnutie praktických vedomostí o procese destilácie.

Úlohy:

- Zoznámenie sa s pracovným prostredím gPROMS ModelBuilder
- Nadobudnutie základných znalostí o procese destilácie a destilačných kolónach
- Návrh matematického modelu (materiálové a entalpické bilancie) laboratórnej destilačnej kolóny
- Implementácia matematického modelu v programovom prostredí gPROMS ModelBuilder
- Ladenie modelu podľa prístrojovej dokumentácie laboratórnej destilačnej kolóny

Zoznam odbornej literatúry:

1. Mikleš, J. – Fikar, M. *Process Modelling, Identification, and Control*. Berlin Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg New York, 2007. 480 s. ISBN 978-3-540-71969-4.
2. Process Systems Enterprise Ltd. gPROMS ModelBuilder Documentation, 2017. www.psenderprise.com/modelbuilder.html

Riešenie zadania práce od: 15. 02. 2021

Dátum odovzdania práce: 09. 05. 2021

Tímea Mészárosová
študentka

Ing. Martin Klaučo, PhD.
vedúci pracoviska

prof. Ing. Miroslav Fikar, DrSc.
garant študijného programu

Pod'akovanie

Touto cestou by som chcela vyjadriť svoje poďakovanie školiteľovi mojej bakalárskej práce doc. Ing. Radoslavovi Paulenovi, PhD. za odbornú pomoc, inšpiratívne rady a konštruktívnu kritiku. Pri spolupráci s doc. Paulenom som nadobudla užitočné vedomosti, ktoré sú nevyhnutné nie len na úspešné ukončenie tejto práce, ale budú pre mňa dôležité aj v budúcnosti. Moje poďakovanie patrí aj Ing. Martinovi Mojtovi za aktívny prístup a investovaný čas naším konzultáciám, ktoré boli zamerané na vypracovanie jednotlivých cieľov tohto bakalárskeho projektu.

Abstrakt

Táto práca sa zaoberá modelovaním destilačnej kolóny v prostredí programu gPROMS ModelBuilder. Vytvorený model pozostáva z rovníc materiálových a entalpických bilancií a z rovníc na opis rovnovážnych vzťahov. Požadovaný model je vytvorený z objektov softvérovej dokumentácie Process Model Library (PML). Destilačná kolóna slúži na separáciu kvapalných zmesí na základe rozdielnej (relatívnej) prchavosti jednotlivých zložiek. Separovanou zmesou v danom modeli destilačnej kolóny je binárna zmes metanol-voda, ktorej termodynamické vlastnosti vyplývajú z rovnovážneho non-random two-liquid (NRTL) modelu. Účelom tejto práce je vytvorený matematický model naštudovať podľa parametrov reálnej laboratórnej kolóny. Tieto parametre sú prevzaté z technologického reglementu daného zariadenia alebo z rôznych vedeckých príspevkov, ktoré sa zaoberajú daným zariadením. Naladený model laboratórnej destilačnej kolóny sa následne môže použiť na simuláciu rôznych podmienok a situácií v kolóne, ktoré by sa na reálnom zariadení nedali indikovať. Výstupom tejto práce je aj podrobná dokumentácia jednotlivých postupov pri modelovaní skúmaného procesu a opis výsledkov z vykonaných simulácií. Vzhľadom na dosiahnuté výsledky môžeme tvrdiť, že sa nám podarilo vytvoriť matematický model laboratórnej destilačnej kolóny, ktorý sa svojím správaním približuje k reálnemu procesu.

Kľúčové slová: binárna zmes, destilačná kolóna, matematický model, technická dokumentácia

Abstract

This work is dealing with the modelling of the distillation column in the gPROMS ModelBuilder environment. The created model includes equations of mass and energy balances and equations for the description of vapor-liquid equilibrium relations. The desired model has been created from the objects of the Process Model Library (PML) within the gPROMS ModelBuilder environment. The distillation column separates liquid mixtures based on the different (relative) volatility of the individual components of the mixture. The mixture separated in the mathematical model of the distillation column is a binary mixture of methanol-water. The thermodynamic properties of this mixture result from equilibrium non-random two-liquid (NRTL) model. The purpose of this work is to tune the mathematical model according to the parameters of a real laboratory column. These parameters are listed in the technological documentation of the plant or in various scientific publications dealing with this column. The tuned model of the laboratory distillation column can be subsequently used to simulate various conditions and situations in the column that would not be indicated on a real device. The output of this work is also a detailed documentation of applied procedures for modelling the researched process and a description of the results from particular simulations. Based on the achieved results, we can conclude that the desired mathematical model of the laboratory distillation column was successfully designed and its behaviour is similar to the real process.

Keywords: binary mixture, distillation column, mathematical model, technical documentation

Zoznam symbolov a skratiek

Dolné indexy

C	Označenie pre celkový systém rektifikačnej kolóny
D	Prúd destilátu
g	Para
K1	Prúd prichádzajúci z prvej etáže
K8	Prúd prichádzajúci z ôsmej etáže
K	Prúd vchádzajúci do kondenzátora z kolóny
l	Kvapalina
m	Eubovoľná etáž ochudobňovacej časti kolóny
n	Eubovoľná etáž obohacovacej časti kolóny
R	Prúd refluxného (spätného) toku
S	Prúd suroviny
V	Prúd vchádzajúci do varáka z kolóny
Z	Prúd zvyšku

Fyzikálne veličiny

α	Nenáhodný faktor v NRTL rovnici
\dot{n}	Tok látkového množstva
\dot{Q}	Tok tepla
γ	Aktivitný koeficient
τ	Binárny parameter NRTL rovnice
a	Binárny parameter NRTL rovnice
G	Binárny parameter NRTL rovnice

g	Interakčný parameter v NRTL rovnici
h	Mólová entalpia
R	Univerzálna plynová konštanta
$R_{P,m}$	Modifikovaný refluxný pomer
R_P	Refluxný pomer
T	Termodynamická teplota
x	Mólový zlomok prchavejšej zložky kvapalnej fázy
y	Mólový zlomok prchavejšej zložky parnej fázy

Obsah

Podakovanie	iii
Abstrakt	v
Abstract	vii
1 Úvod	1
2 Teoretická časť	3
2.1 Destilácia	3
2.1.1 Binárna zmes metanol-voda	3
2.1.2 Opis destilácie	4
2.1.3 Etážová rektifikačná kolóna	8
2.2 Modelovanie destilačnej kolóny	9
2.2.1 Materiálové a entalpické bilancie destilačnej kolóny	11
2.2.2 Rovnovážny model NRTL	15
2.2.3 Modelovanie v programe gPROMS ModelBuilder	17
3 Experimentálne výsledky	25
3.1 Praktický prístup pri modelovaní destilačnej kolóny	25
3.1.1 Model varáka	26

3.1.2	Model varáka a kondenzátora	28
3.1.3	Model destilačnej kolóny	31
3.2	Laboratórna destilačná kolóna	36
3.2.1	Technická špecifikácia destilačnej kolóny	36
3.2.2	Ladenie matematického modelu	39
3.2.3	Vyhodnotenie presnosti matematického modelu	41
4	Diskusia	45
5	Záver	47
	Literatúra	49

Zoznam obrázkov

2.1	Schéma rovnovážnej (vľavo) a diferenciálnej (vpravo) destilácie.	6
2.2	Schéma rektifikačnej kolóny so sitovými etážami.	9
2.3	Schéma destilačného zariadenia.	12
2.4	Prostredie programu gPROMS ModelBuilder.	19
2.5	Prostredie programu gPROMS ModelBuilder - grafické rozhranie. . . .	20
2.6	Prostredie programu gPROMS ModelBuilder - rovnicové rozhranie. . .	20
2.7	Simulačné objekty.	22
3.1	Matematický model varáka.	26
3.2	Skoková zmena ohrevu (2000 s) v modeli varáka.	27
3.3	Odozva zloženia kvapalnej fázy (zvyšok) v modeli varáka.	27
3.4	Matematický model varáka a kondenzátora.	29
3.5	Zmena ohrevu (2000 s) a chladenia (6000 s) v modeli varáka a kondenzátora.	30
3.6	Odozva zloženia destilátu v modeli varáka a kondenzátora.	30
3.7	Matematický model destilačnej kolóny.	32

3.8	Prietokový diagram destilačnej kolóny.	34
3.9	Zmena refluxného pomeru $R_{p,m}$ (2000 s) v modeli destilačnej kolóny.	35
3.10	Odozva teploty na 1. etáži kolóny v modeli destilačnej kolóny.	35
3.11	Odozva zloženia destilátu v modeli destilačnej kolóny.	35
3.12	Laboratórna destilačná kolóna Armfield UOP3CC.	37
3.13	Prierez kolóny s etážami a s dôležitými parametrami.	37
3.14	Zmena refluxného pomeru $R_{p,m}$ (2000 s) naladeného modelu.	40
3.15	Odozva zloženia destilátu naladeného modelu.	41
3.16	Porovnanie teplôt pre reflux 25–50 %.	43
3.17	Porovnanie teplôt pre reflux 50–25 %.	43

Zoznam tabuliek

3.1	Technické parametre destilačného zariadenia Armfield UOP3CC. . . .	38
-----	--	----

V súčasnosti je destilácia považovaná za bežný proces, či už v laboratóriách alebo v priemyselných podnikoch. Napriek tomu sa stále jedná o pomerne komplikovaný proces z pohľadu riadenia, simulácie alebo optimalizácie. Nároky na destiláciu sa neustále zvyšujú a tým pádom sa vyžadujú aj spoľahlivejšie a rýchlejšie simulačné nástroje. Pomocou navrhnutých matematických modelov chemicko-technologických procesov vieme znížiť environmentálne záťaž, efektívnejšie využiť dostupné zdroje a optimalizovať náklady. Presný matematický model môže slúžiť na simuláciu podmienok, ktorých identifikácia na fyzickom zariadení je nereálna alebo príliš finančne náročná. Týmto spôsobom môžeme taktiež predísť nebezpečným situáciám a zvýšiť bezpečnosť daného procesu [29].

Hlavným cieľom tejto práce je vytvorenie matematického modelu laboratórnej destilačnej kolóny na separáciu zložiek kvapalnej zmesi. Tento model môžeme následne použiť na analýzu účinnosti a efektívnosti skúmaného procesu. Na vytvorenie matematického modelu využijeme prostredie programu gPROMS ModelBuilder. Matematický model destilačnej kolóny opisuje separáciu binárnej zmesi metanol-voda. Termodynamické vlastnosti skúmanej zmesi vyplývajú z rovnovážneho modelu non-random two-liquid (NRTL). Matematický model destilačnej kolóny je následne ladený podľa parametrov reálnej laboratórnej destilačnej kolóny UOP3CC. Tieto parametre vyplývajú z technickej dokumentácie daného zariadenia [15, 16] alebo z iných vedeckých zdrojov [2, 21].

V teoretickej časti práce sa venujeme procesu destilácie a zoznámame sa s programom gPROMS ModelBuilder. V prvej kapitole priblížime vlastnosti a využitie binárnej zmesi metanol-voda. Následne si definujeme základné pojmy destilácie a opíšeme separáciu jednotlivých zložiek binárnej zmesi pomocou destilácie. Uvedieme rôzne druhy destilácií a taktiež podrobný opis priebehu rektifikácie. Následne sa zameriame na etážovú rektifikačnú kolónu, nakoľko sa snažíme tento typ kolóny namodelovať v tejto práci (kolóna UOP3CC je etážová). V druhej sekcii tejto kapitoly opíšeme jednotlivé prístupy k modelovaniu a uvedieme aj materiálové a entalpické bilancie pre daný systém.

Priblížime aj rovnovážny model NRTL a uvedieme výhody a nevýhody použitia tohto modelu. V neposlednom rade sa v tejto kapitole oboznámime s modelovacím prostredím programu gPROMS ModelBuilder. Opíšeme aj dôležité kroky pri postupe modelovania v tomto modelovacom nástroji a ukážeme si niekoľko objektov, s ktorými môže užívateľ najčastejšie prísť do kontaktu.

V praktickej časti práce opíšeme postup pri modelovaní danej destilačnej kolóny, ako aj samotné ladenie modelu podľa reálneho zariadenia. Takisto uvedieme aj simulácie a dosiahnuté výsledky. V prvej kapitole tejto časti práce sa zameriavame na praktický prístup k modelovaniu destilačnej kolóny a taktiež si prejdeme jednotlivé fázy pri modelovaní destilačnej kolóny. Pri modelovaní využijeme Process Model Library (PML) knižnicu programu gPROMS ModelBuilder, pomocou ktorej vieme zostaviť matematický model destilačnej kolóny. Na základe tejto knižnice si najprv vytvoríme čiastkové modely z ktorých následne poskladáme celkový model destilačnej kolóny. Táto knižnica je založená na jednoduchom princípe „drag and drop“. Pri jednotlivých modeloch uvedieme príklady simulácií a opíšeme získané výsledky. Po implementácii modelu destilačnej kolóny do programového prostredia prejdeme k samotnému ladeniu tohto modelu. Naším východiskovým zariadením je laboratórna destilačná kolóna Armfield UOP3CC. Na ladenie vytvoreného matematického modelu použijeme parametre laboratórnej destilačnej kolóny z prístrojovej dokumentácie. Vyladený matematický model následne porovnáme s výsledkami z danej laboratórnej kolóny z iného vedeckého článku [2]. V závere zhodnotíme efektívnosť modelovacieho prostredia programu gPROMS ModelBuilder. Nakoniec vyhodnotíme dosiahnuté výsledky a presnosť navrhnutého modelu vzhľadom na reálnu destilačnú kolónu.

Teoretická časť

2.1 Destilácia

Destilácia je všeobecne známy separačný proces, ktorý slúži na separáciu zložiek kvapalných zmesí. Vhodným príkladom takejto zmesi je metanol-voda. Táto binárna zmes metanol-voda je považovaná za pomerne jednoduchý príklad kvapalinových zmesí s ideálnymi termodynamickými vlastnosťami. Destilácia je vhodným postupom ako zložky tejto zmesi odseparovať.

2.1.1 Binárna zmes metanol-voda

Metanol aj voda majú jednu -OH funkčnú skupinu, ktorá je pripojená k elektropozitívnemu centru [20]. Metanol má oproti vode menej pevné vodíkové väzby [1]. Z tohto dôvodu je jeho teplota varu nižšia ako teplota varu vody, konkrétne je to $64,7^{\circ}\text{C}$ pri atmosférickom tlaku. Teplota tavenia je $-98,0^{\circ}\text{C}$ a teplota vzplanutia tejto látky je $11,0^{\circ}\text{C}$ [1, 4].

Metanol (metylalkohol) patrí do skupiny alkoholov a štruktúrne je najjednoduchší z primárnych alkoholov. Sumárny vzorec metanolu je CH_3OH (alebo sa často používa aj MeOH) [1]. Alkoholy majú všeobecne široké spektrum využitia a majú veľa užitočných vlastností [20]. Je to číra, bezfarebná a prchavá kvapalina, ktorá pri laboratórnej teplote má mierny alkoholický zápach. Je veľmi dobre miešateľný s vodou a väčšinou organických rozpúšťadiel. Metanol je schopný rozpúšťať aj anorganické soli [1, 5].

Metanol je klasifikovaný ako horľavá kvapalina kategórie 2 [4]. Pre človeka je to toxická látka, ktorá už pri malom množstve konzumácii môže spôsobovať poškodenie zrakového nervu, resp. pri väčšom množstve zapríčiniť metabolickú acidózu, ktorá môže mať smrteľné následky [18, 25]. Rizikové vety a bezpečnostné oznámenia pre túto látku sú nasledovné [4]:

H225	Veľmi horľavá kvapalina a pary.
H301/311/331	Toxický po požití, pri kontakte s pokožkou a pri vdýchnutí.
H370	Spôsobuje poškodenie orgánov.
P210	Uchovávať mimo dosahu tepla/iskier/otvoreného ohňa/horúcich povrchov. Nefajčite.
P260	Nevdychujte prach/dym/plyn/hmlu/pary/aerosóly.
P280	Noste ochranné rukavice/ ochranný odev.
P301 + P310	PO POŽITÍ: okamžite volajte NTIC alebo lekára.
P311	Volajte NTIC alebo lekára.

Metanol je jedna z najpoužívanejších chemických surovín v chemickom a potravinárskom priemysle. V minulosti sa táto látka vyrábala zohrievaním dreva v prítomnosti vzduchu. Z toho dôvodu sa často používali na metanol aj názov „drevený alkohol“ [18, 32]. V súčasnosti sa metanol vyrába rôzne. Najčastejšie zo zemného plynu, katalytickou redukciou oxidu uhoľnatého alebo použitím katalyzátorov na báze medi a zinku (ako napríklad CuO alebo ZnO). Metanol je cenná surovina, ktorá poskytuje zdroj pre výrobu rôznych chemikálií, ako sú: formaldehyd, metyltercbutyléter, kyselina octová, metylmetakrylát, dimetyléter a olefiny (etylén a propylén) [3, 14]. Najväčšou výhodou tejto látky je, že sa dá použiť priamo ako palivo, ktoré je zároveň veľmi šetrné k životnému prostrediu. Okrem toho, že sa metanol používa ako palivo a prísada do paliva, táto látka má aj ďalšie využitie. Metanol je dobré rozpúšťadlo a preto nachádza uplatnenie aj pri čistení odpadových vôd. Známe je použitie tejto látky pri výrobe elektrickej energie a v posledných rokoch sa metanol považuje aj za vhodný nosič chemickej energie [3, 14, 32].

2.1.2 Opis destilácie

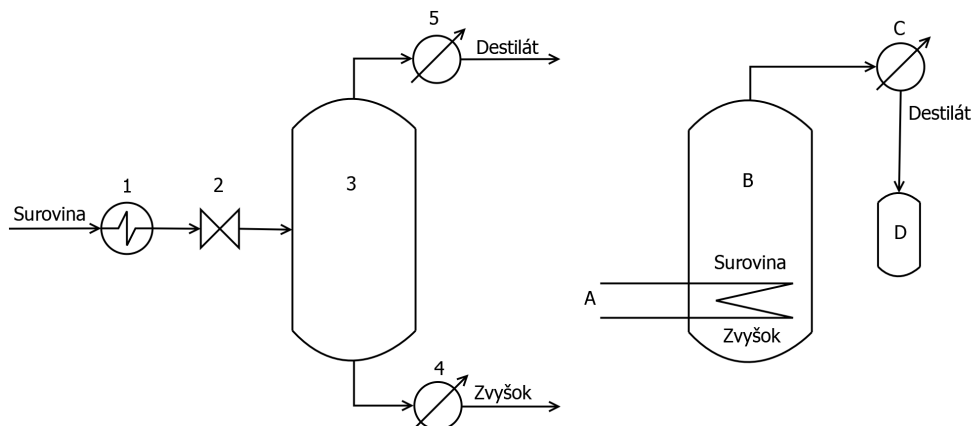
Pri výrobe vysoko čistých produktov je destilácia jednou z prioritných možností, ktorá poskytuje zároveň aj vysokoakostné výrobky. Jedná sa o difúzny proces, ktorý sa používa v širokej oblasti priemyselných odvetví, akými sú napríklad farmaceutický priemysel, ropný priemysel alebo čistenie odpadových vôd. Tento proces je považovaný zároveň aj za najstarší separačný proces, keďže prvé zmienky sa datujú už na prvé storočie pred našim letopočtom [7]. Účelom destilácie je oddeliť zložky kvapalných zmesí na základe rozdielnej (relatívnej) prchavosti. Hnacou silou tohto procesu sú rozdielne chemické potenciály medzi zložkami parnej a kvapalnej fázy. Začiatok destilácie je daný prvým kontaktom kvapalnej a parnej fázy v destilačnom zariadení. Po časovom odstupe vyparovania kvapaliny sú pary bohatšie o zložku, ktorá má nižšiu teplotu varu. Pary odchádzajúce z hlavy destilačnej kolóny sa v kondenzátore menia na kvapalinu,

ktorá sa v refluxnom ventile delí na spätný tok do kolóny a destilát. Destilát je jeden z produktov destilačnej kolóny, ktorý je obohatený o prchavejšie zložky zmesi. Druhým produktom tohto procesu je zvyšok, ktorý je obohatený o menej prchavejšie zložky zmesi. Destiláciu môžeme rozdeliť podľa postupu na dve základné skupiny: jednoduchá destilácia a viacstupňová destilácia (rektifikácia). Na rozdiel od viacstupňovej destilácie, sa pri jednoduchej destilácii skondenzované pary nevracajú späť do destilačnej kolóny. Obe tieto destilačné postupy môžu prebiehať pretržito (diskontinuálne) aj nepretržito (kontinuálne) [12].

Pre jednoduchú destiláciu platí, že má nízku separačnú účinnosť. Z toho dôvodu sa využíva pomerne málo oproti viacstupňovej destilácii. Pri jednoduchej destilácii privedieme kvapalnú zmes (roztok) do destilačného zariadenia, ktorú začneme ohrievať. Získané pary následne vstupujú do chladiča (kondenzátora), kde dochádza ku kondenzácii pár. K procesu vyparovania a kondenzácii dochádza len raz. Skondenzovaný produkt je obohatený o prchavejšiu zložku a tento produkt sa nazýva destilát. Ďalším produktom tohto procesu je zvyšok, ktorý zostane v destilačnom zariadení. Tento typ destilačného procesu sa môže uskutočniť ako rovnovážna alebo ako diferenciálna destilácia. Pre rovnovážnu platí, že sa dosahuje rovnováha medzi kvapalnou a parnou fázou, pričom tieto fázy majú aj rovnakú teplotu a tlak. Do zariadenia privádzame nepretržito surovinu a v tomto prípade je zloženie destilátu konštantné. Pre jednoduchú diferenciálnu destiláciu platí, že zastúpenie prchavejšej zložky vo vytvorených parách destilátu sa neustále znižuje a vo zvyškovej kvapaline rastie zastúpenie menej prchavejšej zložky. Z tohto dôvodu sa zvyšuje teplota v systéme a zloženie kvapaliny a pár sa mení [12].

Na Obrázku 2.1 vidíme napravo schému rovnovážnej destilácie, kde (1) je výmenník tepla a (2) expanzný ventil cez ktoré privedieme surovinu do odlučovača fáz (3). Cez chladič (4) a kondenzátor (5) vystupujú produkty separácie. Naľavo je schéma diferenciálnej destilácie. Ohrevná špirála (A) sa využíva na ohrievanie kotla (B), ktorý sa naplní surovinou iba raz. Skondenzovaný destilát z kondenzátora (C) sa zachytáva v nádobe (D). Po skončení separácie ostane v kotle zvyšok [12].

Rektifikácia je typ destilácie, ktorá prebieha nepretržito so spätným tokom. Tento typ destilácie efektívne rozdeľuje jednotlivé zložky zmesi a dosahuje vysokú separačnú účinnosť. Pri rektifikácii sa surovina privádza na nástrekovú etáž. Často je predhriata, poprípade sa zohreje pomocou výmenníka tepla. Nástreková etáž delí kolónu na dve časti. Nad nástrekovou etážou je obohacovacia časť destilačnej kolóny a pod nástrekovou etážou je ochudobňovacia časť destilačnej kolóny. V obohacovacej časti kolóny sú pary obohatené o prchavejšiu zložku, zatiaľ čo v ochudobňovacej časti kolóny je koncentrácia tejto zložky nižšia. Kvapalná zmes tečie smerom nadol, cez jednotlivé etáže do spodnej



Obr. 2.1: Schéma rovnovážnej (vľavo) a diferenciálnej (vpravo) destilácie.

časti destilačnej kolóny. Následne sa táto kvapalná zmes dostáva do varáka. Časť zmesi sa vo varáku vyparí a privedie sa naspäť na poslednú etáž destilačnej kolóny, kým druhá časť kvapalnej zmesi odchádza z kolóny ako zvyškový produkt. Vystupujúce pary z varáka prechádzajú cez jednotlivé etáže až na hlavu destilačnej kolóny. Odtiaľ sa presunú do kondenzátora, kde sa pri totálnej kondenzácii všetka para premení na kvapalinu. Následne sa pomocou refluxného pomeru určí aké množstvo kvapaliny odchádza z kolóny ako destilát (hlavový produkt). Ostatná časť kvapaliny sa privedie naspäť do kolóny ako vonkajší spätný tok a tým dochádza k opakovanému kontaktu kvapalnej a parnej fázy. Pri styku kvapaliny, ktorú privedieme ako spätný tok z kondenzátora, a pár, ktoré sú vygenerované varákom, sa obohacujú pary o prchavejšiu zložku [12, 8].

Rozoznávame rôzne typy destilácie: rovnovážna, diferenciálna, azeotropická, extrakčná rektifikácia a rektifikácia s vodnou parou [12]. Rovnovážna rektifikácia je charakteristická tým, že má aj ochudobňovaciu aj obohacovaciu časť kolóny. Rovnako ako pri jednoduchej rovnovážnej destilácii aj pri rovnovážnej rektifikácii sa vytvorí rovnováha medzi kvapalnou a parnou fázou. Proces prebieha pri rovnakom tlaku a teplote a zloženie oboch produktov je konštantné [12]. Pri diferenciálnej destilácii sa jednorázovo privedie surovina a nepretržite sa zahrieva v destilačnom kotli. Pri tomto druhu destilácie platí, že nemá ochudobňovaciu časť a refluxný pomer má oproti nepretržitej rektifikácii väčšie hodnoty. Diferenciálna destilácia môže prebiehať dvoma spôsobmi. Prvý spôsob je daný konštantnou hodnotou refluxného pomeru a tým pádom nastane kontinuálny pokles koncentrácie viac prchavej zložky v destiláte. Pri druhom spôsobe sa operuje s konštantným zložením destilátu. Toto je zabezpečené tým, že sa zvyšuje

hodnota refluxného pomeru [12]. Látky, ktoré nemožno oddeliť klasickým rektifikačným spôsobom, sa separujú metódami, pri ktorých sa používajú pomocné látky. Sem patria azeotropická, extrakčná rektifikácia a rektifikácia s vodnou parou. Prvé dve sa používajú pri azeotropických zmesiach. Zvyčajne sa používa pomocná látka, ktorá zvyšuje prchavosť jednej zo zložiek zmesi. Rozdiel je v tom, že kým pri azeotropickej rektifikácii sa používa pomocná látka s nižšou teplotou varu a vytvára sa azeotrop, pri extrakčnej rektifikácii sa používa pomocná látka s vyššou teplotou varu a nevytvára sa azeotrop so žiadnou zložkou. Pri rektifikácii s vodnou parou prechádza oddelená látka z kvapalnej suroviny do vodnej pary, vďaka čomu sa zníži tlak látky ktorú destilujeme a vyparuje sa pri nižšej teplote. Používa sa v prípadoch keď menej prchavou zložkou je voda [12].

Poznáme aj ďalšie destilačné techniky, ktoré sú charakteristické tým, že používajú pomocné látky, kombinujú reakciu a separáciu alebo pracujú pri mimoriadnych podmienkach. Medzi tieto destilačné techniky patrí [24]:

- vákuová destilácia,
- kryogénna destilácia,
- reaktívna destilácia,
- destilácia pri výkyve tlaku.

Počas vákuovej destilácii sa tlak udržiava na vákuu, čím sa dosiahne odparovanie menšieho množstva kvapaliny. Je to vhodné pre kvapaliny s nízkou viskozitou alebo pre kvapaliny s tendenciou peniť. Nevýhodou je, že vákuové pumpy sú nákladné a takýto proces si vyžaduje veľké kolóny [24].

V prípade kryogénnej destilácie sú plyny kryogénne schladené a pracuje sa pri teplotách nižších ako $-150,0\text{ }^{\circ}\text{C}$. Takouto metódou sa dá skutočne účinne vyrobiť veľké množstvo čistého kyslíka. Nevýhodou takéhoto druhu destilácie je, že treba použiť špeciálne prístroje a všeobecne táto metóda môže byť na energie veľmi nákladná [24].

Pri reaktívnej destilácii ide o kombináciu separácie a reakcie v jednej destilačnej kolóne, ktorá vlastne nahrádza reaktor. Používajú sa pritom katalyzátory. Reaktívna destilácia je charakteristická vysokou produktivitou a prebieha pri vysokých teplotách, ktoré sú zvyčajne ešte vyššie ako teplota potrebná na separáciu zložiek zmesi [24].

Destilácia pri výkyve tlaku je špecifická tým, že ovplyvňuje zloženie azeotropov pomocou tlaku. Využívajú sa pri tomto procese destilačné zariadenia s viacerými kolónami. Tento

proces sa používa aj na separáciu azeotropických zmesí, čo si však vyžaduje väčšie rozmery kolóny a spotrebu energie. [24].

2.1.3 Etážová rektifikačná kolóna

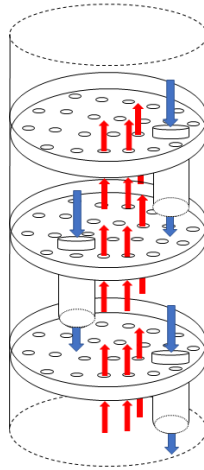
Pre rektifikáciu sú charakteristické dva druhy destilačných kolón. Prvý druh predstavuje zariadenia, pri ktorých dochádza k súvislému, neprerušovanému kontaktu kvapalnej a parnej fázy. Druhý druh etážových destilačných kolón je charakteristický prerušovaným, stupňovitým kontaktom uvedených fáz [12].

V rektifikačnej kolóne môže nastať prúdenie kvapaliny a pary dvojako. Pri krížovom prúdení kvapalina tečie horizontálne, smerom k prepadovej rúre. Následne cez túto rúru odteká z etáže. Para cez jednotlivé etáže prechádza cez otvory v doske. Následne sa jednotlivé fázy postupne dispergujú. Takýmito etážami sú klobúčikové, ventilové a sitové. Pri protiprúdovom prúdení dochádza ku kontaktu parnej a kvapalnej fázy bez prepadových rúr. Cez otvory na doske prechádza kvapalná aj parná fáza. Sem patria etáže ako Dualflow, Turbogrid alebo Ripple [12].

Na Obrázku 2.2 je uvedená charakteristická etážová rektifikačná kolóna s krížovým prúdením fáz, ktorá sa používa v priemysle. Najčastejšie sú tieto kolóny stĺpcové, vertikálne nadstavené a medzi jednotlivými etážami je rovnaká vzdialenosť. Tieto etáže, ako môžeme vidieť na schéme, sú vodorovne uložené a majú malé otvory. Skondenzovaná kvapalina z kondenzátora prichádza zhora a je znázornená modrými šípkami na schéme. Pary generované varákom prichádzajú zospodu a sú demonštrované červenými šípkami. Platí, že v parách je väčší výťažok prchavejšej zložky a v kvapaline väčší výťažok menej prchavejšej zložky. Na týchto etážach sa zadrží kvapalina a tým sa dosiahne prúdenie pár cez túto vrstvu. Ich úlohou je teda aby došlo k väčšiemu kontaktu medzi kvapalnou a parnou fázou. Tým zvýšia účinnosť separácie tak, že narastie koncentrácia prchavejšej zložky v destiláte [19].

Takýto typ kolóny dokáže efektívne separovať aj veľké množstvo surovín a je vhodné ho použiť napríklad aj na minerálne oleje alebo na čistenie rozpúšťadiel od nebezpečných látok [24]. Pri výbere rektifikačnej kolóny treba zvážiť možné riziko zaplavenia danej kolóny. Každá kolóna je schopná spracovať len také množstvo kvapaliny, na ktoré bola navrhnutá. V prípade potreby medzistupňového chladenia alebo kúrenia je menej nákladná inštalácia prírodného potrubia. Ďalej etážová rektifikácia je vhodná aj v prípade, keď môže dôjsť k veľkým teplotným zmenám. V konečnom dôsledku kolóny takéhoto typu sú ľahšie dostupné, udržateľné a spoľahlivejšie [10].

Počet etáží všeobecne ovplyvňuje kvalitu produktov. Platí, že čím väčší počet etáží,



Obr. 2.2: Schéma rektifikačnej kolóny so sitovými etážami.

tým čistejšie produkty. Počet etáží má dopad aj na náročnosť separácie jednotlivých zložiek. Treba si však dávať pozor na vhodný výber počtu etáží v kolóne, keďže tento faktor značne ovplyvňuje náklady na destilačné zariadenie a taktiež rýchlosť prúdenia jednotlivých fáz. Ďalej je dôležitá aj izolácia kolóny, ktorá má dopad nie len na tepelné straty, ale aj na náklady [12].

2.2 Modelovanie destilačnej kolóny

Prvoradou požiadavkou v priemysle je bezpečnosť [23]. Z tohto hľadiska je logickou voľbou využiť simulačné systémy, vďaka ktorým môžeme voľnejšie experimentovať na modeli a včas zistiť prípadné poruchy, resp. obmedzenia na vybranom systéme. Ďalej tieto systémy umožňujú aj návrh systému, resp. návrh riadenia systému. V neposlednom rade simulačné systémy pomôžu aj pri optimalizácii výroby.

Klasifikácia chemického priemyslu je možná na základe rôznych aspektov, avšak najbežnejšie sa hovorí o procesnom priemysle. Toto odvetvie spracováva veľké množstvo vstupných surovín a výsledkom sú veľkotonážne produkty [13]. Destilácia tvorí neoddeliteľnú súčasť procesného priemyslu, pričom patrí medzi najčastejšie využívané procesy.

Všeobecne proces môže byť dej, ktorý sa vykonáva v nejakom objekte. Ak ten objekt reálne existuje, ide o reálny proces. Pokiaľ prebieha v nejakom objekte, ktorý fyzicky neexistuje ide o abstraktný proces, ktorého základom môže byť aj matematický model. Keď daný proces prebieha v zariadení, ktorý sa využíva v konkrétnej technológii, tak ten daný proces môžeme považovať za technologický proces. A v neposlednom rade, ak dej prebieha v zariadení, ktoré sa využíva v chemickej technológii, resp. potravinárskej technológii, tak hovoríme, že je to chemicko-technologický dej. Spomínaná destilácia patrí medzi chemicko-technologické procesy [13].

Ak na konkrétny objekt cieľavedome pôsobíme, aby sme dosiahli žiadané správanie objektu, hovoríme o riadení. Avšak keď ide o komplexný proces, kde nie len navrhujeme riadiace systémy a regulátory ale taktiež ich implementujeme, je to riadenie integrované [13].

Riadený proces je možné spoznať či už vďaka experimentom na reálnom procese alebo pomocou simulácie na modeli riadeného procesu. Zadanie sa rieši práve tou druhou cestou. I keď reálny proces existuje, navrhne sa model na ktorom je možné časom skúmať statické a dynamické vlastnosti uvažovaného procesu. Základom toho je odvodenie fyzikálno-chemických zákonov pre daný proces a vytvorenie matematického modelu. Operátor spozná dynamiku daného procesu a taktiež získa teoreticko-matematický model. Následne vďaka tomu je možné vykonať experimenty pomocou počítača a spracovať dáta [13, 23]. Prístupy k modelovaniu môžu byť [13]:

- deterministický,
- experimentálno-štatistický,
- kombinovaný.

Pri deterministickom, často označovanom aj anglickým pojmom „first-principles modeling“, vychádzame z fyzikálno-chemických zákonov, ktoré platia pre daný proces. Prvým krokom je odvodenie materiálových a entalpických bilancií. Z týchto bilancií vyplýva matematický model daného procesu. Takýmto spôsobom získavame stavový model, kde sa nenachádzajú len vstupné a výstupné veličiny, ale taktiež stavové veličiny [13, 23].

Pri experimentálno-štatistickom prístupe je dôležité mať k dispozícii buď reálny objekt alebo matematický model, na ktorom môžeme robiť experimenty, resp. simulačné experimenty. Základom je zmena vstupných veličín, vďaka čomu dosiahneme zmenu výstupných veličín a dostávame matematický vzťah na opis závislosti medzi týmito veličinami [13].

Kombinovaný prístup sa najčastejšie používa pre zložité procesy. Takýto prístup by sa uplatnil aj pri destilačných kolónach s komplexnými termodynamickými vlastnosťami. Základom tohto prístupu sú práve predošlé dve metódy. Tým pádom sa matematické modely delia podľa prístupov k modelovaniu na teoretické, empirické a teoreticko-empirické [23].

2.2.1 Materiálové a entalpické bilancie destilačnej kolóny

V kapitole 2.1.2 sme podrobne opísali jednotlivé časti destilačného zariadenia a procesu destilácie. Na Obrázku 2.3 vidíme znázornenú prúdovú schému rektifikačnej kolóny, ktorú použijeme na opis jej jednotlivých častí prostredníctvom bilančných rovníc. Základom týchto rovníc je zákon zachovania hmotnosti. Systém môžeme opísať v ustálenom stave pomocou algebrických rovníc alebo v dynamickom stave pomocou diferenciálnych rovníc. Kým v ustálenom stave sa jednotlivé veličiny nemenia, v prípade dynamického stavu rovnice opisujú správanie systému, keď sa veličiny menia v čase [21]. V kapitole uvádzame aj entalpické bilancie, ktoré vyplývajú zo zákona zachovania energie. Vzhľadom na to, že našim cieľom je dynamická simulácia modelovaného procesu, použijeme diferenciálne rovnice.

Varák

Vyjadrenie materiálovej bilancie rektifikačnej kolóny pre časť varáka je nasledovné

$$\frac{dn_V}{dt} = \dot{n}_{K8,1} - \dot{n}_{V,g} + \dot{n}_{Z,1} \quad (2.1)$$

kde člen dn_V/dt vyjadruje akumuláciu látkového množstva vo varáku, $\dot{n}_{K8,1}$ je tok kvapalnej fázy prichádzajúca z ôsmej etáže do varáka a $\dot{n}_{V,g}$, $\dot{n}_{Z,1}$ sú toky odchádzajúce z varáka. Látkové množstvo $\dot{n}_{V,g}$ opisuje tok parnej fázy, ktorý odchádza z varáka naspäť do kolóny a $\dot{n}_{Z,1}$ je tok kvapalnej fázy, ktorý odchádza z varáka následne ako zvyšok.

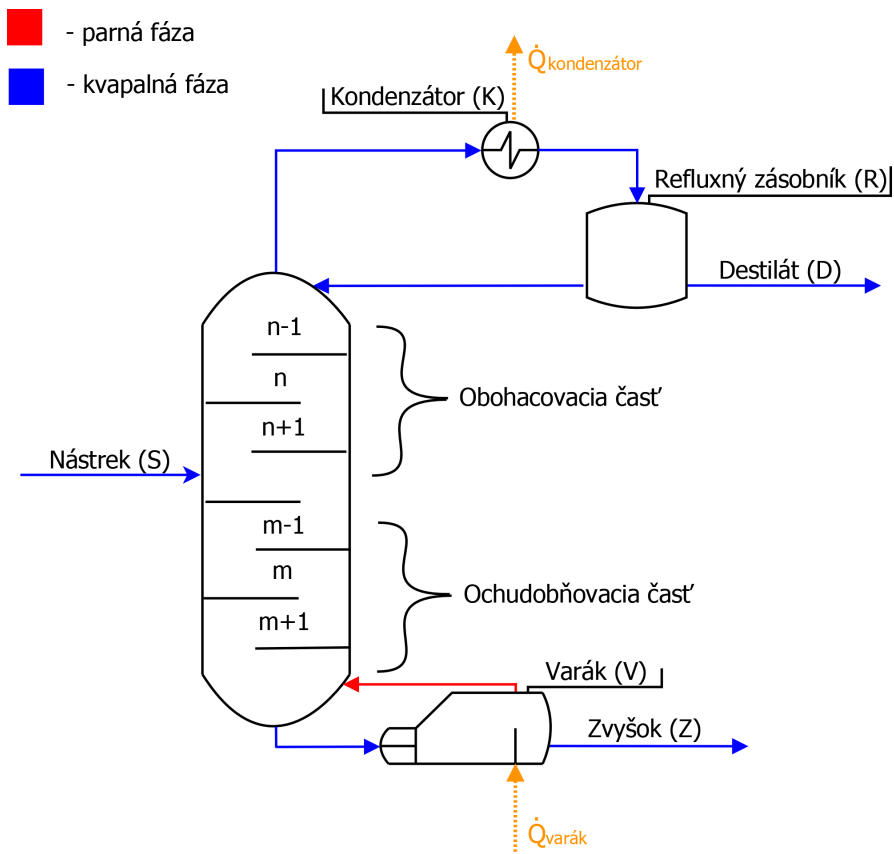
Materiálová bilancia pre prchavejšiu zložku vyzerá nasledovne

$$\frac{d(n_V x_V)}{dt} = \dot{n}_{K8,1} x_{K8} - \dot{n}_{V,g} y_V + \dot{n}_{Z,1} x_Z \quad (2.2)$$

kde x_i je zloženie pre kvapalnú fázu a y_i je zloženie pre parnú fázu.

Entalpická bilancia pre varák rektifikačnej kolóny je daná nasledujúcim vzťahom

$$\frac{d(n_V h_V)}{dt} = \dot{n}_{K8,1} h_{K8,1} + \dot{Q}_V - \dot{n}_{V,g} h_{V,g} - \dot{n}_{Z,1} h_{Z,1} \quad (2.3)$$



Obr. 2.3: Schéma destilačného zariadenia.

kde $h_{i,l}$, $h_{i,g}$ sú mólové entalpie pre kvapalnú a parnú časť varáka a \dot{Q}_V označuje tepelný tok dodaný do varáka.

Kondenzátor

Refluxný pomer má označenie R_P pričom ho môžeme opísať rovnicou

$$R_P = \frac{\dot{n}_{R,1}}{\dot{n}_{D,1}} \quad (2.4)$$

teda ako pomer látkového množstva spätného toku a destilátu.

Materiálovú bilanciu kondenzátora opisuje rovnica

$$\begin{aligned}\frac{d(n_K)}{dt} &= \dot{n}_{K1,g} - \dot{n}_{K,l} = \dot{n}_{K1,g} - \dot{n}_{R,l} - \dot{n}_{D,l} \\ &= \dot{n}_{K1,g} - R_P \dot{n}_{D,l} - \dot{n}_{D,l} = \dot{n}_{K1,g} - (R_P + 1) \dot{n}_{D,l}\end{aligned}\quad (2.5)$$

kde $\dot{n}_{K1,g}$ je tok parnej fázy vstupujúceho prúdu do kondenzátora, prichádzajúceho z prvej etáže kolóny. Látkové množstvo $\dot{n}_{K,l}$ označuje vystupujúci prúd z kondenzátora. Tento tok, ako sme už opísali v časti 2.1.3, sa následne delí na spätný tok, príslušné látkové množstvo označené ako $\dot{n}_{R,l}$, a destilát, látkové množstvo označené ako $\dot{n}_{D,l}$, pričom tieto toky sú v kvapalnej fáze.

Materiálová bilancia pre prchavejšiu zložku je opísaná ako

$$\begin{aligned}\frac{d(n_K x_K)}{dt} &= \dot{n}_{K1,g} y_{K1} - \dot{n}_{K,l} x_K \\ &= \dot{n}_{K1,g} y_{K1} - \dot{n}_{R,l} x_R - \dot{n}_{D,l} x_D \\ &= \dot{n}_{K1,g} y_{K1} - R_P \dot{n}_{D,l} x_D - \dot{n}_{D,l} x_D \\ &= \dot{n}_{K1,g} y_{K1} - (R_P + 1) \dot{n}_{D,l} x_D\end{aligned}\quad (2.6)$$

Entalpickú bilanciu pre kondenzátor vyjadrujú nasledovné rovnice

$$\begin{aligned}\frac{d(n_K h_K)}{dt} &= \dot{n}_{K1,g} h_{K1,g} - \dot{n}_{K,l} h_{K,l} - \dot{Q}_K \\ &= \dot{n}_{K1,g} h_{K1,g} - \dot{n}_{R,l} h_{R,l} - \dot{n}_{D,l} h_{D,l} - \dot{Q}_K \\ &= \dot{n}_{K1,g} h_{K1,g} - R_P \dot{n}_{D,l} h_{D,l} + \dot{n}_{D,l} h_{D,l} - \dot{Q}_K \\ &= \dot{n}_{K1,g} h_{K1,g} - (R_P + 1) \dot{n}_{D,l} h_{D,l} - \dot{Q}_K\end{aligned}\quad (2.7)$$

Tepelný tok označujeme ako \dot{Q}_K a charakterizuje odvádzané teplo z kondenzátora.

Nástreková etáž

Materiálová bilancia pre nástrekovú etáž je nasledovná

$$\frac{d(n_S)}{dt} = \dot{n}_S + \dot{n}_{S+1,g} + \dot{n}_{S-1,l} - \dot{n}_{S,g} - \dot{n}_{S,l}\quad (2.8)$$

kde S je nástreková etáž, S+1 a S-1 sú označenia pre vyššiu resp. nižšiu etáž.

Materiálová bilancia prchavejšej zložky je vyjadrená ako

$$\frac{d(n_S x_S)}{dt} = \dot{n}_S x_S + \dot{n}_{S+1,g} y_{S+1} + \dot{n}_{S-1,l} x_{S-1} - \dot{n}_{S,g} y_S - \dot{n}_{S,l} x_S\quad (2.9)$$

Entalpická bilancia

$$\frac{d(n_S h_S)}{dt} = \dot{n}_S h_S + \dot{n}_{S+1,g} h_{S+1,g} + \dot{n}_{S-1,l} h_{S-1,l} - \dot{n}_{S,g} h_{S,g} - \dot{n}_{S,l} h_{S,l} \quad (2.10)$$

Etáž v obohacovacej časti

Materiálová bilancia pre ľubovoľnú etáž v obohacovacej časti je vyjadrená rovnicou

$$\frac{d(n_N)}{dt} = \dot{n}_{n+1,g} - \dot{n}_{n-1,l} - \dot{n}_{D,l} \quad (2.11)$$

kde N je označenie časti kolóny, kde sa nachádza obohacovacia časť.

Materiálová bilancia prchavejšej zložky na tejto etáži

$$\frac{d(n_N x_N)}{dt} = \dot{n}_{n+1,g} y_{n+1} - \dot{n}_{n-1,l} x_{n-1} - \dot{n}_{D,l} x_D \quad (2.12)$$

Entalpická bilancia je odvodená ako

$$\frac{d(n_N h_N)}{dt} = \dot{n}_{n+1,g} h_{n+1,g} - \dot{n}_{n-1,l} h_{n-1,l} - \dot{n}_{D,l} h_{D,l} \quad (2.13)$$

Etáž v ochudobňovacej časti

Materiálová bilancia pre ľubovoľnú etáž v ochudobňovacej časti destilačnej kolóny je vyjadrená rovnicou

$$\frac{d(n_M)}{dt} = \dot{n}_{m-1,l} - \dot{n}_{m+1,g} - \dot{n}_{Z,l} \quad (2.14)$$

kde M je označenie časti kolóny kde sa nachádza ochudobňovacia časť, $\dot{n}_{Z,l}$ je tok látkového množstva prúdu smerujúci ako zvyšok.

Pre prchavejšiu zložku platí rovnica

$$\frac{d(n_M x_M)}{dt} = \dot{n}_{m-1,l} x_{m-1} - \dot{n}_{m+1,g} y_{m+1} - \dot{n}_{Z,l} x_Z \quad (2.15)$$

Entalpická bilancia

$$\frac{d(n_M h_M)}{dt} = \dot{n}_{m-1,l} h_{m-1,l} - \dot{n}_{m+1,g} h_{m+1,g} - \dot{n}_{Z,l} h_{Z,l} \quad (2.16)$$

Celkový systém

Pre celkový systém rektifikačnej kolóny vyjadreného v dynamickom stave platí nasledujúca materiálová bilancia

$$\frac{d(n_C)}{dt} = \dot{n}_S - \dot{n}_{D,1} - \dot{n}_{Z,1} \quad (2.17)$$

kde C je označenie pre celkový systém.

Materiálovú bilanciu pre prchavejšiu zložku môžeme vyjadriť rovnicou

$$\frac{d(n_C x_C)}{dt} = \dot{n}_S x_S - \dot{n}_{D,1} x_D - \dot{n}_{Z,1} x_Z \quad (2.18)$$

Entalpická bilancia pre celkový systém rektifikácie je nasledovná

$$\frac{d(n_C h_C)}{dt} = \dot{n}_S h_S + \dot{Q}_V - \dot{n}_{D,1} h_{D,1} - \dot{n}_{Z,1} h_{Z,1} - \dot{Q}_K - \dot{Q}_D - \dot{Q}_Z \quad (2.19)$$

V tejto rovnici je \dot{Q}_V tok tepla privedeného do varáka a \dot{Q}_K , \dot{Q}_D , \dot{Q}_Z sú toky tepla odobraté z kondenzátora, z destilátu a zo zvyšku.

2.2.2 Rovnovážny model NRTL

V separačných procesoch sú dôležité termodynamické vlastnosti, ktoré majú vplyv nie len na fázovú rovnováhu, ale takisto na energetické požiadavky alebo veľkosť zariadenia [31]. Pri navrhovaní a optimalizácii chemických procesov sa kladie veľký dôraz na výpočty fázových rovnováh. Informácie o rovnováhe jednotlivých fáz majú vplyv na navrhovanie a riadenie procesov. Z toho dôvodu boli navrhnuté rôzne modely a prístupy na odhadnutie aktivitných koeficientov γ_i a predikciu rovnovážnych stavov pre rôzne zmesi. Medzi takto použité korelačné modely patrí aj model NRTL (non-random two-liquid) [22]. Tento prediktívny model sa používa pri neideálnych termodynamických podmienkach viaczložkových sústav. Pri používaní tohto modelu sú potrebné tri parametre, ktoré sú získané prostredníctvom nelineárnej regresie z experimentálnych údajov [30]. Dva parametre sa používajú na vyjadrenie interakcie (a_{ij} a a_{ji}) a jeden z parameterov ako nenáhodný faktor (α_{ij}) [9].

Rovnica bola vyvinutá dvojicou Renon a Prausnitz [31] a v prípade n -zložkovej zmesi na výpočet aktivitných koeficientov zložiek kvapalných zmesí sa používa nasledujúci tvar [26]:

$$\ln \gamma_i = \frac{\sum_{j=1}^n \tau_{ji} G_{ji} x_j}{\sum_{k=1}^n G_{ki} x_k} + \sum_{j=i}^n \left[\frac{G_{ij} x_j}{\sum_{k=1}^n G_{kj} x_k} \left(\tau_{ij} - \frac{\sum_{k=1}^n \tau_{kj} G_{kj} x_k}{\sum_{k=1}^n G_{kj} x_k} \right) \right] \quad (2.20)$$

V prípade dvojjložkovej zmesi môžeme odvodiť pre jednotlivé zložky nasledujúce rovnice [31]

$$\ln \gamma_i = x_j^2 \left[\tau_{ji} \left(\frac{G_{ji}}{x_i + x_j G_{ji}} \right)^2 + \frac{G_{ij} \tau_{ij}}{(x_j + x_i G_{ij})^2} \right] \quad (2.21)$$

$$\ln \gamma_j = x_i^2 \left[\tau_{ij} \left(\frac{G_{ij}}{x_j + x_i G_{ij}} \right)^2 + \frac{G_{ji} \tau_{ji}}{(x_i + x_j G_{ji})^2} \right] \quad (2.22)$$

Členy G_{ij} , G_{ji} sa počítajú ako

$$G_{ij} = e^{-\alpha \tau_{ij}} \quad (2.23)$$

$$G_{ji} = e^{-\alpha \tau_{ji}} \quad (2.24)$$

pričom platí, že

$$G_{ii} = G_{jj} = 1 \quad (2.25)$$

Parametre τ_{ij} , τ_{ji} sú vyjadrené ako

$$\tau_{ij} = \frac{g_{ij} - g_{jj}}{RT} = \frac{a_{ij}}{RT} \quad (2.26)$$

$$\tau_{ji} = \frac{g_{ji} - g_{ii}}{RT} = \frac{a_{ij}}{RT} \quad (2.27)$$

pričom platí, že

$$\tau_{ii} = \tau_{jj} = \quad (2.28)$$

Energia interakcie medzi molekulami zložiek i a j je vyjadrená ako $g_{ij} - g_{jj}$ a medzi molekulami zložiek j a i ako $g_{ji} - g_{ii}$. Ďalej x_i , x_j sú mólové zlomky zložiek v zmesi, R je univerzálna plynová konštanta a T je termodynamická teplota zmesi.

Ako pozitívum rovnice 2.20 môžeme považovať, že sa dá použiť pre čiastočne nemiešateľné systémy [26]. V priemysle sa často používa na simuláciu a analýzu systémov na báze biopalív [30]. Medzi negatíva patrí silná korelácia v modeli medzi jednotlivými parametrami, ktoré opisujú interakcie medzi zložkami zmesi [26]. Ďalej je veľmi dôležité aby boli dostupné experimentálne údaje. V opačnom prípade by bolo časovo náročné a zároveň nákladné nájsť vhodné parametre modelu. Ďalšie obmedzenia môžu byť, že neposkytuje parametre nazvyš, ktoré by opisali binárny systém [26]. Ako príklad môžeme uviesť, že neberie do úvahy vzájomný vplyv funkčných skupín alebo neposkytuje parameter na charakteristiku kyslosti, zásaditosti [22]. V minulosti boli vykonané rôzne revízie daného modelu, hlavne za cieľom zníženia korelácie. Tieto modely však neboli

dostatočne jednoduché alebo boli jednoducho neúspešné [26]. V tejto práci používame klasický model NRTL. Vlastnosti modelu a separovanej zmesi sme zašpecifikovali pomocou programu Multiflash [6]. Balík patrí pod gPROMS ModelBuilder a je vhodný na navrhovanie modelov pre rôzne kombinácie kvapalnej, plynnej a tuhej fázy.

2.2.3 Modelovanie v programe gPROMS ModelBuilder

Pri modelovaní a simulácii systémov je prvým a najdôležitejším krokom výber programu, v ktorom sa užívateľ rozhodne pracovať. Je to kľúčová voľba, od ktorej sa bude odvíjať postup riešenia daného problému. Program musí spĺňať požiadavky programátora a v neposlednom rade sa musí vysporiadať s požiadavkami na daný model.

Po nadobudnutí nevyhnutných poznatkov o fyzikálnej stránke procesu je našou úlohou odvodiť a implementovať matematický model daného procesu do simulačného prostredia zvoleného programu. Využitie simulácie vo vhodnom softvéri je naozaj rôznorodé. Našlo svoje uplatnenie nie len v oblasti vedy, techniky ale napríklad aj v ekonomike alebo filmovom priemysle. Najväčšie výhody simulačných metód sú jednoznačne cena a rýchlosť. Takisto ale netreba zabudnúť ani na bezpečnosť a komplikovanosť systémov. Niektoré experimenty je často možné vykonať len na modeloch a nie na reálnych objektoch.

Pri modelovaní chemicko-technologických procesov, máme na výber rôzne programy, ktoré by spĺňali nami zadané kritéria. Medzi najbežnejšie používanými programami je určite aj Matlab, ktorý sa špecializuje nie len na matematické výpočty a optimalizáciu, ale vďaka rozšírenej platforme Simulink aj simuluje dynamické procesy. I keď tento program by bol dostatočný na riešenie nami vybraného problému, my sme sa rozhodli pre program, ktorý patrí medzi popredné programy na svete, avšak na Slovenku nie je až tak známy.

gPROMS, čiže general PROcess Modelling System, ako už samotný názov prezrádza, je systém na modelovanie všeobecných procesov. Program poskytuje prostredie na vytváranie, validáciu, optimalizáciu modelu ustáleného stavu a dynamického modelu. gPROMS je produktom spoločnosti PSE (Process System Enterprise Ltd., London, UK), ktorá sa prednedávnom spojila s firmou Siemens, avšak je na trhu už od roku 1997. Samotný program sa využíva v rôznych priemyselných odvetviach s hlavným zameraním na chemickú a petrochemickú výrobu ale rovnako je užitočný pre spoločnosti, ktoré vyrábajú potraviny, spotrebný tovar, palivové články a batérie. Svoje využitie našiel ale aj pri spracovaní a kontrolovaní odpadových vôd. Môžeme teda konštatovať, že aplikácia toho programu je možná na rôzne oblasti [27, 28].

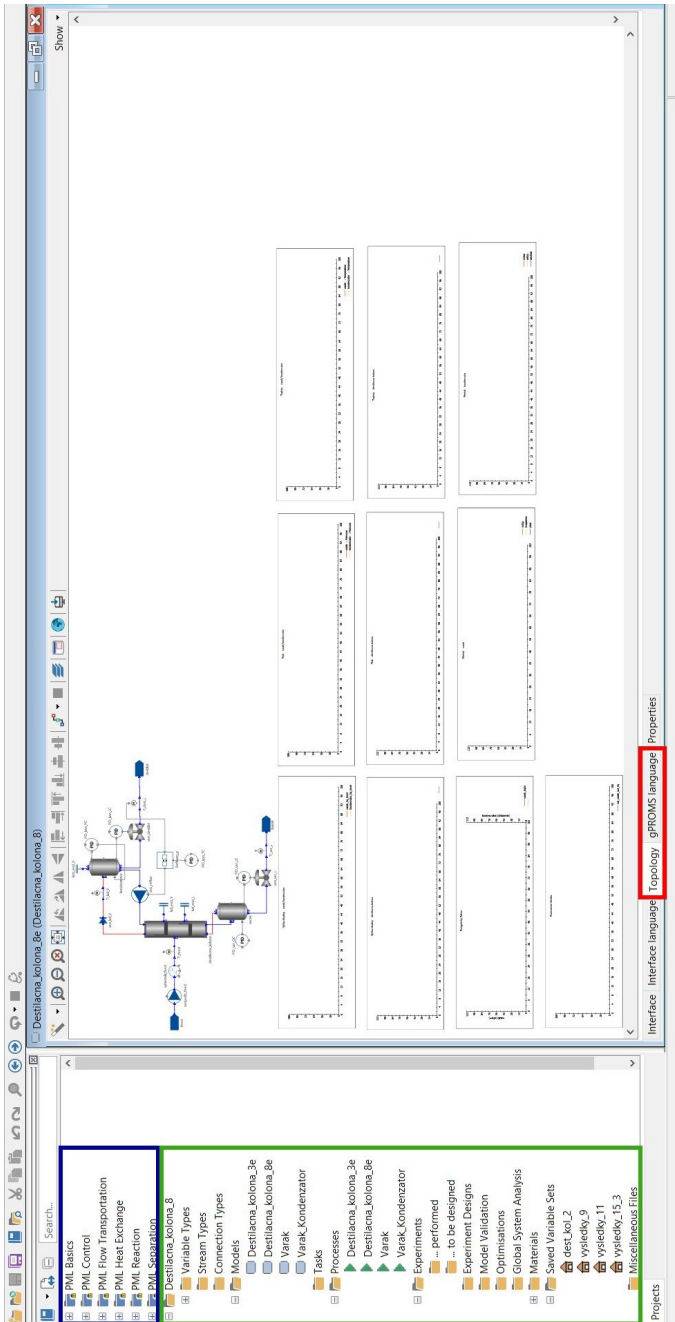
Program poskytuje užívateľovi platformu, kde je schopný jednoducho vytvoriť či už jednotlivé jednotky ale taktiež celé prostredie pre podnikové procesy, bez obmedzenia na úroveň zložitosti. Pomocou simulácii môžeme dosiahnuť výsledky, ktoré budú dostatočne presne predikovať jednotlivé situácie a tým pádom zabezpečiť účinnejšie riadenie daného reálneho systému.

Tvorcovia programu sa opierajú o štyri základné piliere, a tými sú:

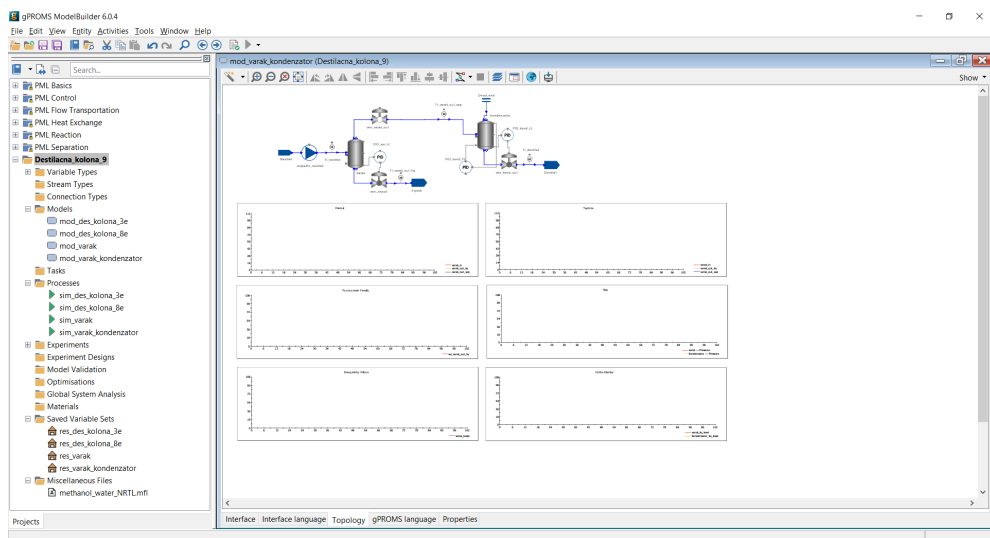
1. vytvárať,
2. overovať,
3. vykonávať,
4. nasadzovať.

Pri navrhovaní procesu sa môžeme vybrať dvomi cestami a to pomocou numerických výpočtov, alebo jednoduchého „drag and drop“ systému, kde z predpripravených objektov vytvoríme náš model. Pokračujeme validáciou modelu, vďaka ktorému vieme prispôbiť náš model k reálnemu objektu, napríklad pomocou experimentálnych údajov. Následne vykonáme optimalizáciu, kde minimalizujeme náklady a maximalizujeme funkčnosť modelu vzhľadom na reálny systém a v neposlednom rade zisk. V poslednom kroku nastáva samotná implementácia návrhov do prevádzky ako súčasť celkového systému [27, 28].

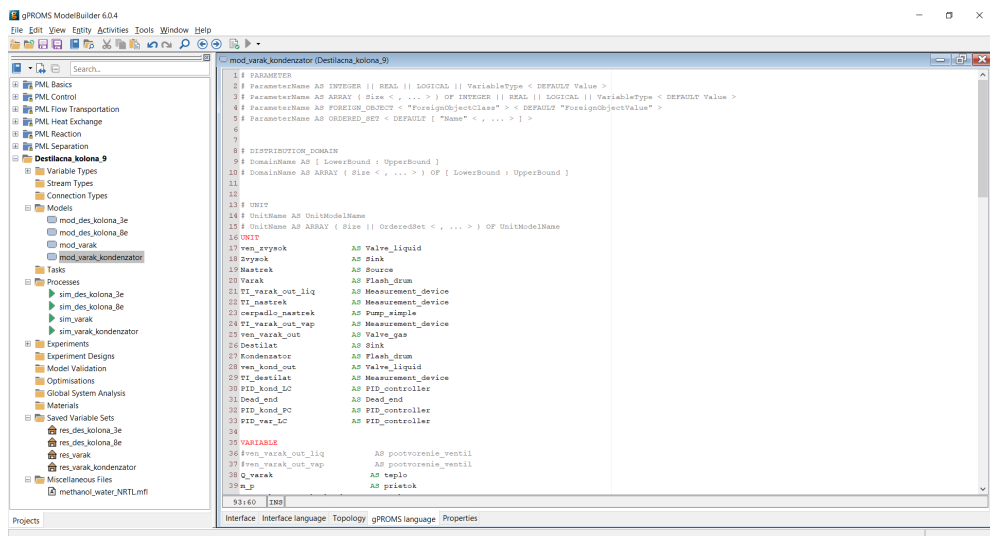
Na užívateľa, ktorý vstúpi do prostredia gPROMS ModelBuilder, po prvé zapôsobí systematicky rozdelená, transparentná a užívateľsky priateľská platforma. Základom všetkého sú knižničné riadiace schopnosti. Práve to môže byť jedným z hlavných dôvodov, prečo si vybrať práve toto programové prostredie. Knižnice umožňujú programátorovi ľahké ovládanie modelov a simulácii v celom programovom prostredí. Softvér poskytuje aj rozšírené platformy a funkcie, prostredníctvom ktorých máte rôzne benefity. Napríklad v pracovnom prostredí gRMS máme možnosť spracovať výsledky, ale práve takým rozšírením je aj spomínaná paleta objektov, takzvaná PML knižnica. Pri procese budovania modelu si môžeme jednoducho vybrať objekty z palety a jednoduchým spájaním si vytvoriť prietokovú schému, ktorá bude predstavovať model poskladaný z jednotlivých objektov. Tieto objekty sú rozdelené do ďalších skupín na základe ich funkcie, ako napríklad riadenie, separácia, výmena tepla atď. Ich úlohou je predovšetkým popis fyzikálneho a chemického správania modelu. Taktiež sa môžeme aj inšpirovať pri navrhovaní modelu z predpripravených matematických modelov rôznych procesov. Program prináša mnoho výhod, medzi ktoré patrí aj výber spôsobu modelovania daného procesu.



Obr. 2.4: Prostredie programu gPROMS ModelBuilder.



Obr. 2.5: Prostredie programu gPROMS ModelBuilder - grafické rozhranie.



Obr. 2.6: Prostredie programu gPROMS ModelBuilder - rovnicové rozhranie.

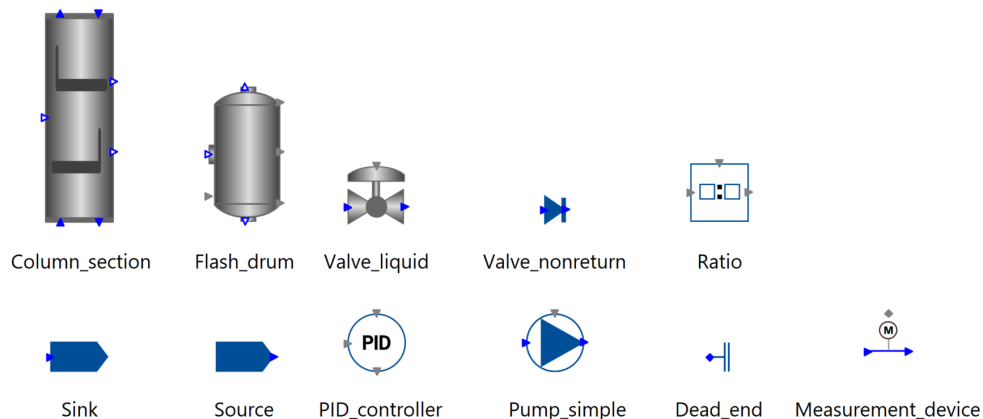
Výhodou je možná kombinácia či už vlastných alebo vzorových modelov, hoc aj z vopred pripravených. Taktiež je možné odkazovať sa na veličiny v iných súboroch čo zabezpečuje prepojenie medzi jednotlivými úlohami. Jedinou podmienkou je, aby dané projekty boli naraz aktívne. Pri programovaní pomáhajú aj klávesové skratky. Ďalším pozitívom je aj fakt, že v rovnakom prostredí môžeme pracovať s ustálenými aj s dynamickými modelmi, pričom si treba iba zvoliť mód v ktorom chceme pracovať, resp. mód v ktorom uvažujeme daný objekt. V tom istom prostredí figurujú aj rôzne možnosti fyzických vlastností vďaka ktorým sa ľahko orientuje. Používateľ gPROMS-u má jednoduchý prístup aj k jednotkám či prúdom. Ďalšou výhodou je, že sa dá odhadnúť viac parametrov z viacerých rovnovážnych a dynamických simulácií, čiže pri každom modeli je zabezpečený pokročilý odhad parametrov. Medzi pozitíva patrí aj globálna citlivostná analýza alebo skutočnosť, že gPROMS simuluje viacfázové systémy pre všetky fyzikálne vlastnosti [27, 28].

Základom práce v programe gPROMS je projektový strom, kde následne nájdeme všetky materiály, modely, simulácie, výsledky a tak ďalej. Pre lepšie znázornenie si toto rozdelenie môžeme všimnúť aj na Obrázku 2.4. Priechinky sú rozdelené do troch skupín na základe ich farieb:

- Modrá: knižničné objekty
- Žltá: projekty
- Zelená: prípady

V červenom ráme je znázornená možnosť výberu karty v ktorej sa rozhodneme pracovať, v zelenom ráme je projektový strom a v modrom ráme je zobrazená knižnica dostupných objektov z chemicko-technologickej praxe, PML.

Nástroj na modelovanie procesov pozostáva z dvoch hlavných častí, a tým sú grafické rozhranie a rovnicové rozhranie. Tieto karty sú znázornené na Obrázkoch 2.5 a 2.6. V časti grafické rozhranie máme možnosť graficky zostaviť vývojový diagram, pričom v rovnicovom rozhraní môžeme doplniť jednotlivé rovnice, vlastnosti a poprípade ich aj meniť. Existuje minimum informácií, ktoré je potrebné zdefinovať. V tomto prípade pracujeme hlavne s tromi sadami údajov. Jedným z nich sú parametre, ktorých hodnota sa v čase nemení. Tieto hodnoty systém už nepočíta, len s nimi pracuje a sú vopred zdefinované. Ďalej si užívateľ môže zašpecifikovať časovo premenlivé objekty v sekcii premenné. Tieto veličiny sa menia v čase a tým pádom sa môžu meniť každou simuláciou. Rovnice sú treťou sadou a sú deklarované a potrebné k modelom veľmi často. Jednotlivé rovnice zahŕňajú parametre a premenné, pomocou ktorých sa opíše



Obr. 2.7: Simulačné objekty.

system. Keď sa užívateľ rozhodne pre model z čisto numerických výpočtov, bez použitia PML knižnice, bude pracovať len v programovacom jazyku [7].

Na Obrázku 2.7 môžeme vidieť niektoré objekty, ktoré obsahuje knižnica PML a zároveň sme ich použili aj pri navrhovaní modelu laboratórnej destilačnej kolóny. V nasledujúcej časti ich stručne charakterizujeme.

„Column Section“ je modelom samotnej destilačnej kolóny. Môže mať ľubovoľný počet etáží a predpokladá sa, že na každej sa dosiahne paro-kvapalná rovnováha [7].

„Flash Drum“ je zariadenie na separáciu kvapálnej a parnej fázy. Predpokladá sa, že dané fázy sú v zariadení v rovnováhe. Objekt sme použili ako kondenzátor a taktiež ako varák v našom modeli [7].

„Valve“ a „Nonreturn Valve“ sú vhodné na simuláciu prietoku látok, pričom v druhom prípade nenastane spätný tok látky do daného zásobníka. Pri klasickom ventile to väčšinou zabezpečíme tlakovým spádom, poprípade regulátorom, ktorý riadi pootvorenie ventilu podľa žiadanej veličiny [7].

„Ratio“ sa používa na ovládanie prietoku. V našom prípade konkrétne tento objekt používame na realizáciu refluxného toku destilátu do kolóny pri danom refluxnom pomere [7].

„Source Material“ je zdroj materiálu a zároveň východiskovým bodom systému. V

našom systéme bude tento objekt použitý ako vstup nástreku do systému [7].

„Sink“ je koncovým bodom v modeli. Práve v tomto objekte končia prúdy a dostávame produkty, v našom prípade destilát a zvyšok. Vo väčšine prípadoch treba zabezpečiť tlakový spád do tohto objektu, aby sme jednoznačne dosiahli, že daná látka nezačne pritekať naspäť do systému, poprípade toto zabezpečiť čerpadlom alebo ventilom [7].

„Pump“ je simulačný objekt, ktorý popisuje správanie čerpadla. Vstupnou veličinou je hmotnostný prietok a v pokročilých možnostiach aj vstupný a výstupný tlak [7].

„Controller“ je objekt na simuláciu PID regulátora, vďaka čomu vieme sledovať dopady proporčiónálnej, integračnej a derivačnej zložky na systémové prvky. Môžeme si vybrať cez aký typ regulátora chceme riadiť dané veličiny, avšak objekt potrebuje pár vstupných informácií medzi ktoré patrí aj zosilnenie, minimálne a maximálne hodnoty vstupu, výstupu a žiadanej veličiny. V našom prípade sme použili PI regulátory, ktorými sme riadili rôzne veličiny [7].

„Measurement device“ sa používa na meranie veličín, o ktorých chceme mať viac informácií v danom prúde, väčšinou pri doprave látok z jedného objektu do druhého. Meranými veličinami môžu byť: hmotnostný prietok, objemový prietok, teplota, tlak, entalpia, hustota alebo podiel parnej fázy [7].

„Dead End“ slúži ako uzáver prúdu alebo výstupu z objektu [7, 21].

Experimentálne výsledky

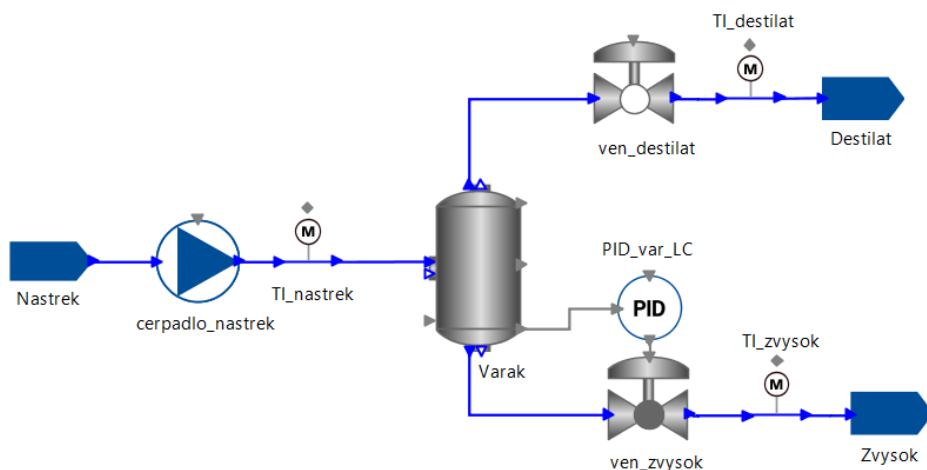
Pri experimentálnej časti práce najskôr si postupne zostavíme celkový model z čiastkových modelov. Následne vytvorený model destilačnej kolóny naladíme podľa dokumentácie reálnej destilačnej kolóny, aby model zodpovedal reálnemu zariadeniu. Funkčnosť vytvoreného modelu v programovom prostredí gPROMS ModelBuilder dokážeme porovnaním dosiahnutých výsledkov a experimentálnych dát.

3.1 Praktický prístup pri modelovaní destilačnej kolóny

Komplexné procesy si vyžadujú postupné vytváranie matematického modelu z jednoduchších modelov. Stabilné správanie týchto jednoduchších modelov následne podporí stabilitu celkového modelu. V kapitole 2.1.2 sme uviedli, že destilačné zariadenie sa skladá z viacerých objektov. Najst vhodné počiatkové podmienky na dosiahnutie ustáleného stavu pre takýto komplikovaný systém je pomerne náročné. Z tohto dôvodu sme sa rozhodli, že modelovanie destilačnej kolóny rozdelíme na nasledujúce jednoduchšie modely:

- model varáka,
- model varáka a kondenzátora,
- model destilačnej kolóny.

Postup pri modelovaní jednotlivých čiastkových matematických modelov a následné spájanie výsledného modelu je opísané v nasledujúcich sekciách.

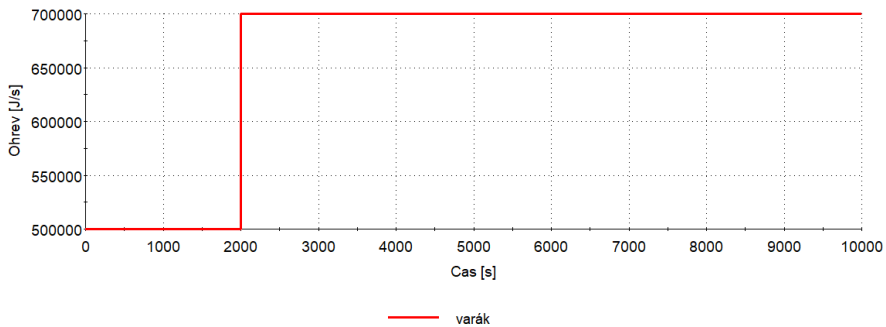


Obr. 3.1: Matematický model varáka.

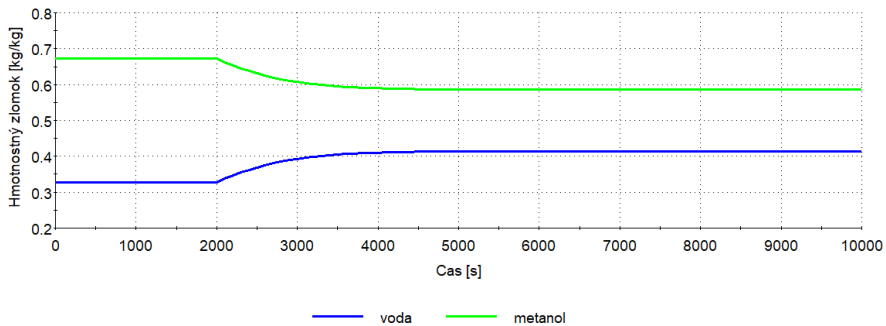
3.1.1 Model varáka

Prvým krokom k navrhnutiu modelu destilačnej kolóny bolo modelovanie varáka. Rozhodli sme sa pre tento model z dôvodu, že pri zoznamovaní sa s programovým prostredím gPROMS ModelBuilder sme používali jednoduchý zásobník kvapaliny. Tento predošlý model sme teda použili ako základ na modelovanie varáka. Ďalšou vhodnou voľbou by mohol byť aj kondenzátor, keďže základné objekty sú pomerne podobné. Rozdiel je však v tom, že kým pri varáku do zariadenia vstupuje kvapalný prúd a vystupuje jeden parný a jeden kvapalný, pri kondenzátore vstupuje parný prúd a vychádzajúci prúd je kvapalný. Priame vygenerovanie parného prúdu však nie je úplne jednoduché. Lahšie sa pracuje s kvapalným prúdom. Rozhodli sme sa pre varák, ktorý neuvažuje vyparovanie kvapaliny. Treba dodať, že modelovanie etážovej časti kolóny je tiež jednou z možností ako začať s modelovaním destilačného zariadenia. Tu nastanú problémy, že sú potrebné aj ďalšie objekty, aby celý proces fungoval. Nakoniec vznikne problém, že ustáliť takýto systém je náročné.

Predtým ako sme začali so samotným modelovaním, bolo našou prvou úlohou vytvorenie materiálu, ktorý budeme uvažovať v procese. Spravili sme to pomocou platformy Multiflash, kde sme si zadefinovali zložky zmesi a uvažovaný rovnovážny model, v našom prípade NRTL. Následne v programe gPROMS ModelBuilder sme našli potrebné a vhodné objekty z PML knižnice. Ako vidíme na Obrázku 3.1 kvapalnú zmes dodávame do systému pomocou čerpadla. Táto zmes sa následne delí na kvapalný a parný prúd. K dispozícii máme aj jeden PI regulátor. Uvažujeme regulátor s proporcionálnou a



Obr. 3.2: Skoková zmena ohrevu (2000 s) v modeli varáka.



Obr. 3.3: Odozva zloženia kvapalnej fázy (zvyšok) v modeli varáka.

integrálnou zložkou a s hodnotou zosilnenia 35. Tento regulátor splnil naše požiadavky, pracoval rýchlo, ale nie príliš agresívne a tak aj pri ďalších modeloch sme používali práve takýto typ regulátora. Zmenili sme len vstupné a výstupné intervaly, resp. žiadanú hodnotu pre jednotlivé regulačné slučky. Pootvorením ventilu riadime výšku hladiny kvapaliny vo varáku. Množstvo generovanej pary je priamo nastavené dodávaním tepla v objekte varáka.

Varák destilačnej kolóny funguje na princípe odparovania časti vstupujúcej kvapaliny a ďalšia časť kvapaliny sa z daného zariadenia odvádza pomocou čerpadla, resp. ventilu. Správanie modelu varáka musí teda odpovedať týmto kritériám. Našou úlohou bolo nájsť vhodné začiatočné podmienky a ustáliť systém, aby sme následne mohli vykonať zmeny na modeli. Význam týchto zmien je potvrdiť správnosť fungovania tohto modelu. Najprv sme uvažovali model varáka bez ohrevu, kde našou prvoradou

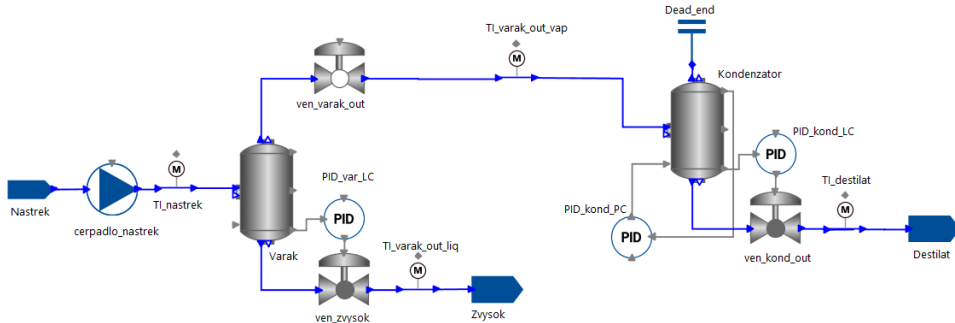
úlohou je nájsť ustálený stav. Po dosiahnutí ustáleného stavu v danom modeli sme si uložili výsledky. Tieto uložené výsledky obsahujú hodnoty všetkých premenných v dosiahnutom ustálenom stave. Následne sme túto množinu uložených výsledkov použili ako počiatočný stav systému pri ďalších vykonaných simuláciách. V ďalšom kroku sme už uvažovali ohrev v modeli varáku. Postupným pridávaním tepla sme snažili nájsť ustálený stav aj pre túto modifikáciu matematického modelu varáka.

Najväčšie problémy nám spôsobila konvergencia matematického modelu, či už s ohrevom alebo bez ohrevu. Po spustení simulácie nastali numerické problémy a následne sa simulácia modelu zastavila. Problémy so simuláciou tohto modelu boli časté a bez akýchkoľvek výsledkov. Toto nám skomplikovalo dosiahnutie požadovaného ustáleného stavu v danom modeli. Tieto komplikácie boli spôsobené prevažne fyzikálne nerealizovateľnými počiatočnými podmienkami pre danú simuláciu modelu. Napríklad sme nevedeli odhadnúť správne množstvo potrebného tepla na to, aby sa odparilo dostatočné množstvo kvapaliny z varáka na dosiahnutie požadovaného ustáleného stavu. V prípade, že sme nastavili ohrev na príliš veľkú hodnotu, výška hladiny vo varáku klesla na nulu z dôvodu nadmerného množstva odparenej kvapaliny. Následne sa nám simulácia prerušila. V prípade, že sme do systému nedodali dostatočné množstvo tepla, nevytvorilo sa nám dostatočné množstvo parnej fázy a došlo k zaplaveniu varáka (prerušenie simulácie). Tieto chyby sme odstránili nájdením vhodných parametrov (prietok nástreku, pootvorenie ventilov, množstvo privedeného tepla) modelu. Po dosiahnutí ustáleného stavu a po následnom uložení týchto výsledkov sme mohli analyzovať vplyv premenných a lepšie spoznať náš systém.

Výsledky zo simulácie z modelu vidíme na Obrázku 3.2 a 3.3. Ako môžeme vidieť na Obr. 3.2 v čase 2000 s sme zväčšili prívod tepla do varáka. Konkrétne z hodnoty 5×10^5 W sme zvýšili na 7×10^5 W. Obrázok 3.3 nám ukazuje dopad zmeny tejto veličiny. Skokovou zmenou ohrevu došlo k zmene zloženia v kvapalnom produkte (zvyšok). Kým koncentrácia prchavejšej zložky (metanolu) klesla, koncentrácia menej prchavej zložky (vody) narástla. Konkrétne to spôsobilo zmenu hmotnostného zlomku metanolu z hodnoty 0.672 kg/kg na 0.585 kg/kg, a tak počas tohto intervalu prešlo viac prchavejšej zložky do parnej fázy. Po určitom čase sa systém opäť ustálil. Správanie daného modelu teda považujeme za správne, nakoľko zvýšenie ohrevu (pozri Obrázok 3.2) spôsobilo pokles koncentrácie prchavejšej zložky vo varáku (pozri Obrázok 3.3, zelená trajektória).

3.1.2 Model varáka a kondenzátora

Po navrhnutí varáka s ohrevom (pozri Sekciu 3.1.1), sme k výstupnému parnému prúdu pripojili model kondenzátora. Ide o podobný model ako v prípade varáka, ale prietok

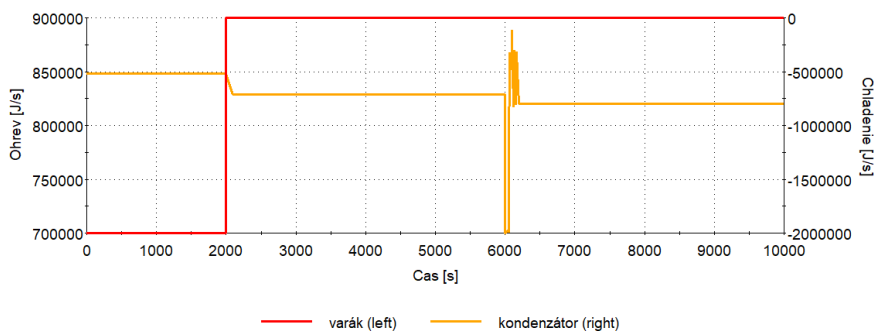


Obr. 3.4: Matematický model varáka a kondenzátora.

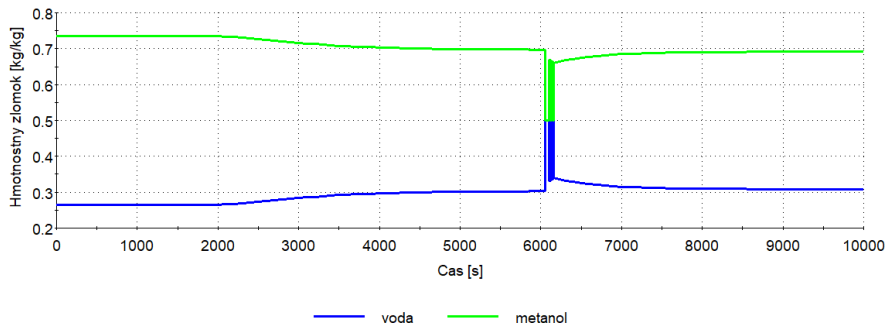
tepla nadobúda záporné hodnoty. Rovnako ako v predchádzajúcom prípade, musíme najskôr model dostať do ustáleného stavu a následne overiť funkčnosť modelu. Tým, že sme vo varáku už dosiahli ustálený stav, môžeme v tejto časti modelu použiť získané počítačové hodnoty parametrov a zamerať sa na správne nastavenie kondenzátora. Do kondenzátora vstupuje parný prúd, ktorý je generovaný varákom a v kondenzátore dochádza k skvapalneniu daného prúdu. Preto v kondenzátore budeme nastavovať chladenie (odoberanie tepla).

Na Obrázku 3.4 máme znázornený model varáka a kondenzátora. Jeden z výstupných prúdov varáka predstavuje parný fáz, ktorá vstupuje do kondenzátora. V kondenzátore dochádza k totálnej kondenzácii a z kondenzátora vystupuje jeden prúd v kvapalnom skupenstve. Druhý výstup z kondenzátora sme uzavreli, s objektom "Dead end", aby sme tento výstup nemuseli uvažovať pri materiálových a entalpických bilanciách. Stále platí, že pri vstupe do systému máme čerpadlo, ktoré určuje množstvo kvapaliny (nástreku), ktoré je privedené do objektu varáka. V tomto prípade však máme v systéme už tri regulačné slučky. Pri kondenzátore máme jeden PI regulátor na riadenie výšky hladiny v danom objekte pomocou pootvorenia ventilu. Ďalšia regulačná slučka slúži na regulovanie tlaku v kondenzátore na základe množstva odvodeného tepla z kondenzátora. So zvýšením množstva odvodeného tepla sa zníži tlak v kondenzátore. Tretia regulačná slučka slúži na riadenie výšky hladiny v kondenzátore. Takto zostavený model má správanie blízke k správaniu sa celkového modelu destilačnej kolóny.

Pri tomto modeli nám najväčšie komplikácie spôsobilo generovanie malého množstva parnej fázy, čo zapríčinilo nízku výšku hladiny kvapaliny v kondenzátore. Následne došlo k prerušeniu simulácie. Ďalšie problémy vyplývali z nízkej hodnoty prietoku nástreku do varáka, čo zvyčajne viedlo k vyprázdneniu varáka a k prerušeniu simulácie. Problémy nám spôsobilo aj hľadanie správnej počítačovej hodnoty tlaku v kondenzátore, ktorý



Obr. 3.5: Zmena ohrevu (2000 s) a chladenia (6000 s) v modeli varáka a kondenzátora.



Obr. 3.6: Odozva zloženia destilátu v modeli varáka a kondenzátora.

má veľký vplyv v danom modeli (kvalita produktov, množstvo odvodeného tepla, atď.). Tieto problémy sme riešili postupne a našou snahou bolo zvyšovať dĺžku simulácie až kým sme nedosiahli požadovaný ustálený stav v danom modeli. Tento ustálený stav vyplýva z postupného ustalovania jednotlivých objektov tohto modelu. V prípade regulačných slučiek bolo dôležité, aby boli všetky objekty v regulačnej slučke naraz v ustálenom stave. V jednotlivých simuláciách sme pozorovali, že inicializácia PI regulátora v ustálenom stave zvyčajne spôsobila numerické problémy v simulácii, ak riadený objekt týmto PI regulátorom nebol inicializovaný v odpovedajúcom ustálenom stave. Jednotlivé objekty v regulačnej slučke sú navzájom prepojené a z toho dôvodu sa navzájom ovplyvňujú, preto rôzne počiatkové podmienky v týchto objektoch môžu spôsobovať nestabilitu simulácie.

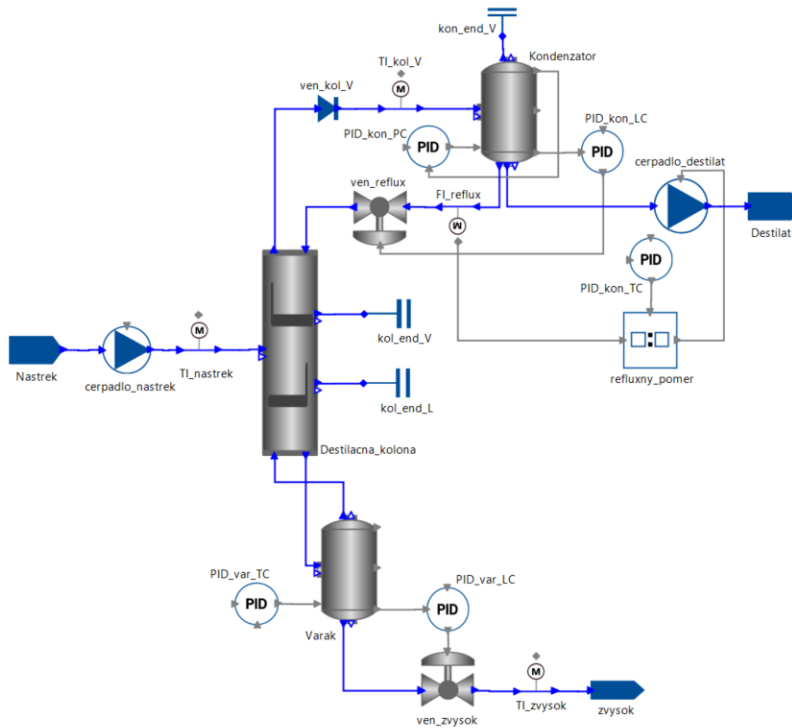
Výsledky zo simulácie tohto modelu vidíme na Obrázku 3.5 a 3.6. Obrázok 3.5 znázor-

ňuje zmenu ohrevu vo varáku a chladenia v kondenzátore. Na ľavej osi vidíme, že v čase 2000 s došlo k zmene privedeného množstva tepla. Z hodnoty 7×10^5 W sa zvýšilo na 9×10^5 W. Na pravej osi je znázornené chladenie v kondenzátore. Zmena vykonaná vo varáku v čase 2000 s mal dopad aj na množstvo odvedeného tepla z kondenzátora. V kondenzátore sa chladenie zmenilo z hodnoty -5.15×10^5 W na -7.14×10^5 W. Bolo to spôsobené tým, že pri dodaní väčšieho množstva tepla do varáka sa zväčšil prietok pár prichádzajúci do kondenzátora. Toto vyvolalo nárast tlaku v kondenzátore, na čo PI regulátor zareagoval tak, že zväčšil prietok odvádzaného tepla z kondenzátora. Na spomínanom obrázku je znázornená aj vykonaná zmena v kondenzátore v čase 6000 s. Zväčšilo sa chladenie z hodnoty -7.14×10^5 W na hodnotu -8.00×10^5 W. Vyvolali sme to tým, že v tom čase sme znížili žiadanú hodnotu tlaku v kondenzátore pomocou PI regulátora z hodnoty 2×10^5 Pa na 9.5×10^4 Pa. Na Obrázku 3.6 vidíme, že v obidve vykonané zmeny spôsobili pokles koncentrácie prchavejšej zložky (metanolu) v destiláte. Pri zmene ohrevu vo varáku hmotnostný zlomok metanolu klesol z 0.734 kg/kg na hodnotu 0.697 kg/kg. Tento pokles je spôsobený tým, že vo varáku generujeme väčšie množstvo pár, čo následne vyvoláva zvýšenie tlaku v kondenzátore. Tým pádom sa zvyšuje obsah vody privedenej v parách z varáka a zároveň sa zvyšuje aj chladenie v kondenzátore (PI regulátor). Zmena chladenia v kondenzátore spôsobila pokles koncentrácie prchavejšej zložky z hodnoty 0.697 kg/kg na hodnotu 0.692 kg/kg. Ako je uvedené vyššie, zvýšenie chladenia spôsobuje pokles tlaku v kondenzátore. Pokles tlaku znižuje bod varu zmesi a to vedie k zvýšeniu obsahu menej prchavejšej zložky v destiláte. Na spomínanom obrázku vidíme, že kým pri zmene ohrevu vo varáku koncentrácia klesla lineárne, v prípade zmeny chladenia nastalo kmitanie. Správanie tohto modelu spĺňa naše predpoklady o danom procese a preto môžeme tvrdiť, že daný model je správny.

3.1.3 Model destilačnej kolóny

Naším prvoradým cieľom je získať model destilačnej kolóny, ktorý sa správa podľa našich teoretických vedomostí o danom procese. Najskôr musíme daný model dostať do ustáleného stavu. V tomto ustálenom stave si uložíme hodnoty jednotlivých veličín, ktoré potom inicializujeme ako počiatočný stav pre ďalšie simulácie. Následne budeme môcť vykonať zmeny veličín v danom modeli a podľa reakcie modelu na zmenu týchto veličín, budeme vyhodnocovať funkčnosť daného modelu.

Aby došlo k dostatočne veľkému kontaktu medzi parnou a kvapalnou fázou, potrebujeme dostatočne veľkú kolónu a počet etáží. Preto k predošlému modelu (varák a kondenzátor) pripojíme model etážovej destilačnej kolóny. Tým, že tieto objekty sú už nastavené a vychádzajú z určitých počiatočných podmienok, stačí doladiť pridaný



Obr. 3.7: Matematický model destilačnej kolóny.

model destilačnej kolóny. Pri vytváraní tohto modelu sme mierne upravili nastavenie varáka a kondenzátora, pre ktoré sme už predtým našli vhodné podmienky pre stabilnú prevádzku. Reálna destilačná kolóna má 8 etáží, ale na začiatku sme uvažovali v kolóne len 3 etáže, aby sme znížili zložitosť tohto modelu. Po nájdení ustáleného stavu pre tento model, nám nerobilo ťažkosti rozšíriť daný model o ďalších 5 etáží (celkový počet etáží je 8). Tu treba dodať, že alternatívne riešenie pri modelovaní mohol byť aj postup, kde začíname s varákom, následne pridáme destilačnú kolónu a nakoniec kondenzátor.

Obrázok 3.7 nám ukazuje model destilačnej kolóny. Zmena nastala oproti predošlým prípadom (pozri Obrázky 3.1 a 3.4) v tom, že čerpadlo privádza nástrek priamo do kolóny a nie do varáka. Zo spodnej časti kolóny vychádza kvapalný prúd, ktorý vstupuje do varáka. Generované pary vo varáku sa vracajú späť do destilačnej kolóny, kým vystupujúci kvapalný prúd z varáka skončí ako zvyšok, jeden z produktov rektifikácie. Pary prechádzajú celou kolónou, kde sa obohacujú o prchavejšiu zložku a následne cez hlavu kolóny vystupujú z objektu. Ďalej tento parný prúd vstupuje do kondenzátora,

kde dochádza k totálnej kondenzácii a na základe refluxného pomeru sa časť kvapaliny vracia do kolóny a časť tohto množstva sa odvedie ako produkt etážovej rektifikácie, čiže skončí ako destilát.

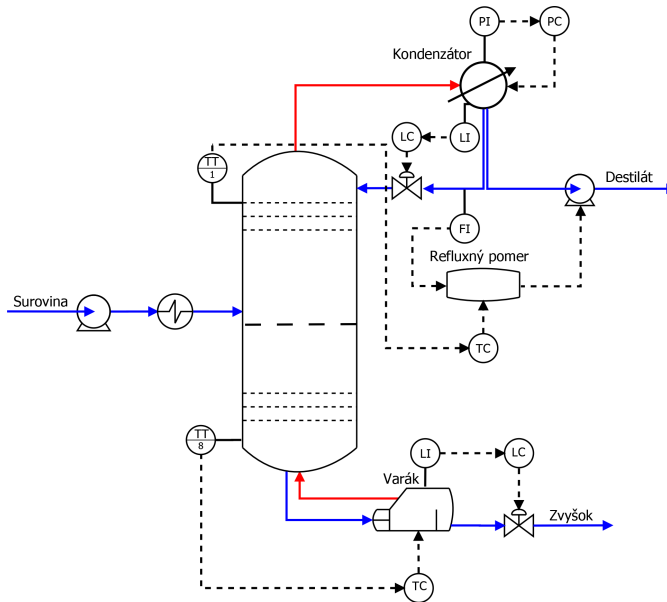
Na pravej strane kolóny môžeme vidieť bočné výstupy. Slúžia na výstup medziproduktov destilácie. Z dôvodu, že počas separácie binárnej zmesi metanol-voda neuvažujeme medziprodukty, tieto výstupy sme uzavreli pomocou objektu „Dead end“. Novým objektom v modeli je aj objekt pre refluxný pomer. Je pripojený na oba vystupujúce kvapalné prúdy z kondenzátora. Do objektu vstupuje informácia z prietokového indikátora, ktorý je pripojený na prúd spätného toku. Na základe toho určuje tento blok množstvo pretečenej kvapaliny cez čerpadlo tým, že nastavuje hodnotu prietoku destilátu.

Napriek tomu, že v kolóne máme na každej etáži rôzne teploty a tlaky, nerobilo nám väčšie komplikácie nájsť adekvátne podmienky pre model, ktorý uvažuje nulový prietok destilátu. Toto je pravdepodobne spôsobené tým, že sme využili model varáka a kondenzátora v ustálenom stave (pozri Sekciu 3.1.2), čím sme zvýšili stabilitu celkového modelu. Problém nastal pri implementácii refluxného pomeru do matematického modelu. Museli sme nájsť spôsob ako zdefinovať žiadaný pomer medzi spätným tokom a destilátom. Efektívne sme využili špeciálny objekt z PML knižnice, tzv. „Ratio“. Na vstupe do tohto modelu je signál z prietokového indikátora spätného toku, ktorý je následne násobený požadovanou hodnotou refluxného pomeru. Výsledný násobok vyjadruje prietok destilátu, preto v našom modeli budeme používať modifikovanú formu refluxného pomeru $R_{p,m}$, vzhľadom na Rovnicu (2.4):

$$R_{p,m} = \frac{1}{R_P} = \frac{\dot{n}_{D,1}}{\dot{n}_{R,1}}, \quad (3.1)$$

Vypočítaná hodnota destilátu z refluxného pomeru sa nastaví prostredníctvom prídavného čerpadla na destilátovom potrubí. Ďalšie problémy spôsobil veľký počet regulátorov v systéme. Z tohto dôvodu sme pôvodných šesť regulačných slučiek zredukovali na päť. Vylúčili sme jeden regulátor, ktorý sa nachádzal pred kolónou a bol spojený s výmenníkom tepla. Riadil výmenník tepla na základe signálu z indikátora teploty, ktorý sa nachádzal za výmenníkom tepla. Potrebnú teplotu nástreku nastavujeme priamo v objekte zdroji materiálu (pozri Obrázok 3.7, Nástrek). Tým pádom sme mohli prestať uvažovať výmenník tepla pred destilačnou kolónou a zjednodušiť štruktúru výsledného modelu.

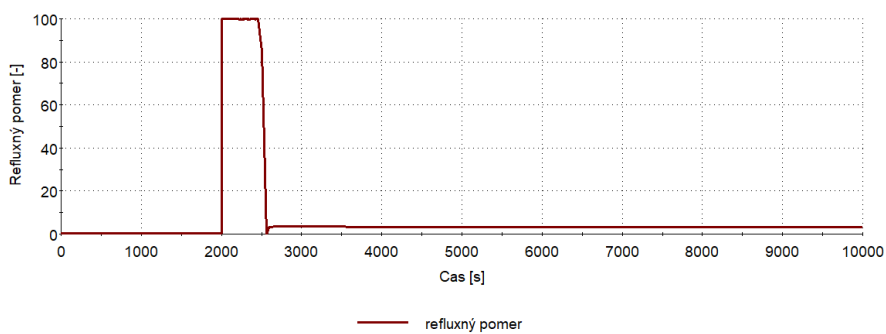
V modeli destilačnej kolóny sa nachádza päť regulačných slučiek. Pre lepšie vysvetlenie zapojenia týchto regulátorov jednotlivé slučky sú znázornené na Obrázku 3.8. Modrou farbou sú znázornené prúdy kvapalnej fázy a červenou farbou prúdy parnej fázy. Čo



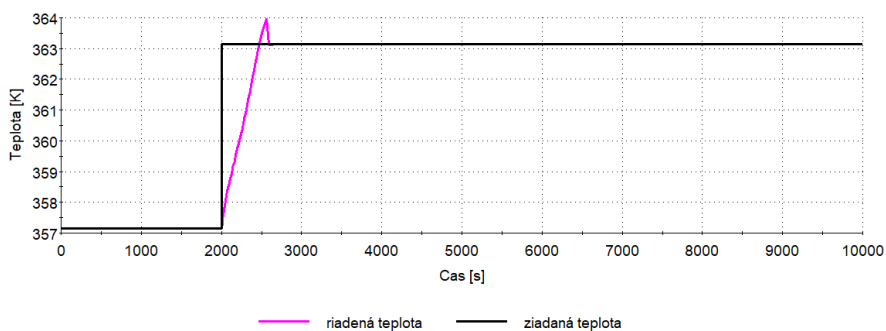
Obr. 3.8: Prietokový diagram destilačnej kolóny.

sa týka regulátora na riadenie výšky hladiny kvapaliny vo varáku a regulátora na riadenie chladenia v kondenzátore, nič sa nezmenilo oproti predošlej verzii modelu (pozri Sekcia 3.1.2). Riadenie výšky hladiny kvapaliny v kondenzátore stále využíva ako riadiacu premennú pootvorenie ventilu. Zmena však nastala pri umiestnení ventilu. Kým v predošlom modeli bol ventil umiestnený smerom k destilátu, teraz sa ventil nachádza pri prúde spätného toku. Ohrev vo varáku sa riadi pomocou teploty na 8. etáži. Pridali sme na túto etáž teplotný indikátor, ktorý na základe zmeny teploty na tejto etáži, zmení prívod tepla do varáka. Poslednou regulačnou slučkou je PI regulátor pre refluxný pomer. Tento regulátor dostáva informácie z 1. etáže destilačnej kolóny. Na základe zodpovedajúcej teploty, regulátor vyhodnotí odchýlku a riadi refluxný pomer. Používame teploty z vyššie uvedených etáží z toho dôvodu, že sú najbližšie k destilátu a zvyšku. V realite by však bolo potrebné skúmať teplotný profil kolóny, pomocou čoho by sme mohli efektívnejšie vyhodnotiť optimálnu polohu týchto teplotných indikátorov v kolóne. Ďalším argumentom pre použitie indikátorov priamo z destilačnej kolóny bol fakt, že aj priemyselné regulátory sú často naviazané na teplotné indikátory z rôznych etáží destilačnej kolóny.

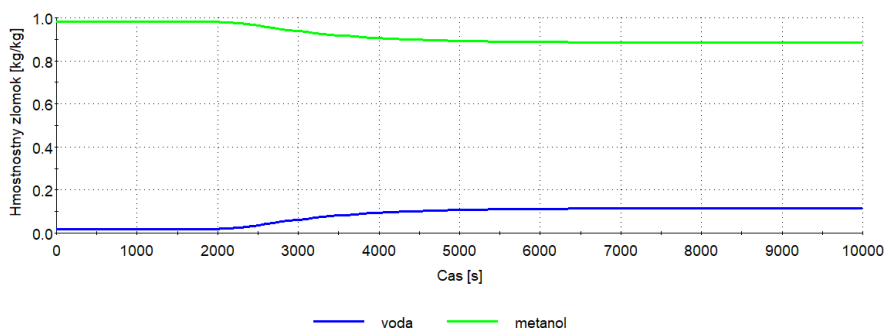
Na Obrázkoch 3.9, 3.10 a 3.11 vidíme získané výsledky zo simulácie matematického modelu destilačnej kolóny. V prípade tohto modelu sme zmenili refluxný pomer, aby sme



Obr. 3.9: Zmena refluxného pomeru $R_{p,m}$ (2000 s) v modeli destilačnej kolóny.



Obr. 3.10: Odozva teploty na 1. etáži kolóny v modeli destilačnej kolóny.



Obr. 3.11: Odozva zloženia destilátu v modeli destilačnej kolóny.

docielili zmenu zloženia v destiláte. Obrázok 3.10 znázorňuje zmenu riadenej veličiny v čase 2000 s. Zmenili sme teplotu na 1. etáži destilačnej kolóny z hodnoty 357.15 K na 363.15 K. Táto zmena v spomínanom čase bola spôsobená zmenou refluxného pomeru z hodnoty 0.498 na 3.105. Zmena riadiacej veličiny je znázornená na Obrázku 3.9. Na Obrázku 3.11 vidíme, že došlo k poklesu koncentrácie metanolu v destiláte. Zastúpenie tejto prchavejšej zložky sa zmenilo z hodnoty 0.981 kg/kg na 0.884 kg/kg, čiže kleslo o 0.097. Nárast teploty na 1. etáži je vyvolaný tým, že sme zvýšili prietok destilátu, čo má za následok zvýšenie koncentrácie menej prchavej zložky na hlave kolóny (vyššia teplota). Tým pádom klesá aj čistota destilátu. Táto reakcia modelu destilačnej kolóny na zmenu daných veličín dokazuje, že model sa správa podľa fyzikálnej reality a funguje správne. Na týchto obrázkoch si môžeme všimnúť, že kým na Obrázku 3.9 došlo k pomerne veľkej zmene refluxného pomeru (dosahoval aj hodnotu 100), tieto výkyvy na Obrázku 3.11 nevidieť a došlo relatívne rýchlo k ustáleniu hmotnostných zlomkov jednotlivých zložiek tohto prúdu na novej hodnote. Výkyv refluxného pomeru je spôsobený tým, že vplyv refluxného pomeru na teplotu z 1. etáže je malý. Na dosiahnutie žiadanej hodnoty teploty na 1. etáži, musí refluxný pomer vykonať pomerne veľkú zmenu, ako môžeme vidieť na Obrázku 3.10.

3.2 Laboratórna destilačná kolóna

Po navrhnutí modelu destilačného zariadenia je našou snahou naladiť model podľa reálnej kolóny. Prvým krokom je implementácia konkrétnych parametrov a vlastností reálnej kolóny do nášho modelu. Následne našou úlohou je naladiť nami vytvorený model podľa reálneho zariadenia a vyhodnotiť výsledky z vykonaných simulácií. Vzhľadom na to, že sme nemohli vykonať merania na reálnej kolóne, budeme čerpať zo zdrojov [21, 2], ktorých autori na laboratórnej destilačnej kolóne už merania vykonali.

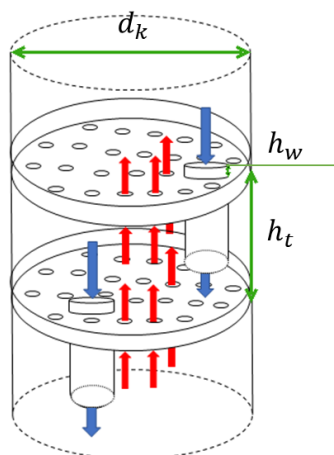
3.2.1 Technická špecifikácia destilačnej kolóny

Laboratórna destilačná kolóna Armfield UOP3CC zabezpečuje kontinuálnu destiláciu binárnej zmesi metanol-voda. Skladá sa z dvoch hlavných častí, ktoré sú vzájomne prepojené. Prvú časť tvorí samotné destilačné zariadenie a druhú konzola na ovládanie daného zariadenia. Spomínanú kolónu [17] vidíme na obrázku 3.12.

Kolóna pozostáva z dvoch sklenených častí, pričom v oboch častiach sú umiestnené 4-4 sitové etáže [11]. Spomínané dve časti sú umiestnené nad sebou, vertikálne. Destilačná kolóna má jednu špeciálnu etáž a tou je 5. etáž zhora, na ktorú privádzame nástrek. Nástrek sa privádza do kolóny pomocou čerpadla. Kolóna je navrhnutá pre



Obr. 3.12: Laboratórna destilačná kolóna Armfield UOP3CC.



Obr. 3.13: Prierez kolóny s etážami a s dôležitými parametrami.

Tabuľka 3.1: Technické parametre destilačného zariadenia Armfield UOP3CC.

Čerpadlo	Rýchlosť dávkovania	50–200 ml/min
Varák	Objem	21 l
	Výška	0.1265 m
	Ohrev	1000–2500 W
Destilačná kolóna	Počet etáží	8 ks
	Počet špeciálnych etáží	1 ks
	Umiestnenie nástrekovej etáže	5. etáž
	Priemer	0.0500 m
	Vzdialenosť medzi etážami	0.1111 m
	Výška vyčnievajúceho okraju prepadovej rúry	0.0030 m

rýchlosť dávkovania zmesi v intervale 50–200 ml/min. Predohrev nástreku zabezpečuje výmenník tepla s výkonom do 2 kW. Na etážach v kolóne sú umiestnené menšie otvory na prúdenie pary, respektíve jedna väčšia prepádová rúra na prúdenie kvapaliny. Výška vyčnievajúceho okraju prepadovej rúry h_w je 0.003 m. Parná a kvapalná fáza prúdi v kolóne protiprúdovo. Priemer etáží d_k je 0.05 m, pričom jednotlivé etáže sú umiestnené od seba h_t približne 0.1111 m. Na každej etáži sa nachádza senzor na meranie teploty. Výhodou sú aj ďalšie teplotné indikátory umiestnené na vhodných miestach v destilačnom zariadení. Na sledovanie poklesu tlaku v kolóne je k hornej a dolnej časti kolóny pripojený diferenciálny U-manometre. Táto etážami tvorená sklenená kolóna spolu s kondenzátorom vytvára 2m vysoký stĺpec. Daný stĺpec je izolovaný, aby sa zabránilo tepelným stratám. Po kondenzácii pár, ktorá nastane pomocou chladiacej špirály v ktorej prúdi chladiaca voda, sa kvapalina rozdelí pomocou refluxného ventilu. Ide o trojcestný solenoid, ktorý na základe požadovanej hodnoty refluxného pomeru určí množstvo kvapaliny privedeného naspäť do destilačnej kolóny a odvedeného množstva ako destilát. Spätný tok sa následne dostane cez jednotlivé etáže do varáka, pričom nastane kontakt medzi parnou a kvapalnou fázou. Nádoba slúžiaca ako varák má výšku 0.1265 m, objem 21 l a je vybavená ohrevným telesom na zabezpečenie ohrevu do 2,5 kW, pričom ideálne rozmedzie na ohrev je v intervale 1–2,5 kW [2, 8, 15, 16, 21, 33].

Na Obrázku 3.13 sú znázornené jednotlivé rozmery, kde priemer kolóny je označený na obrázku ako d_k . Pre etáže sú špecifickými rozmermi výška vyčnievajúceho okraju prepadovej rúry, označené ako h_w a vzdialenosť medzi etážami, označené ako h_t .

V jednotlivých objektoch matematického modelu sa nachádzajú vstupné údaje, ktoré môžeme naladiť na základe rozmerov a vlastností reálnej kolóny. Vzhľadom na to, že nie všetky vyššie uvedené informácie sú potrebné do modelu, použité údaje sú zhrnuté

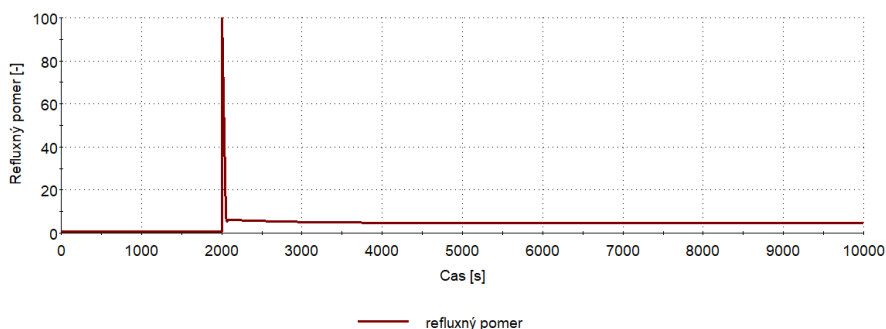
v Tabuľke 3.1.

Výhodou tohto zariadenia je vákuový systém, ktorý dokáže pracovať aj pri zníženom tlaku až do hodnoty 200 mbar. Ďalej umožňuje nastavenie refluxného pomeru v rozmedzí 0 – 100%. Pre túto destilačnú kolónu je špecifické aj to, že umožňuje používanie horľavých rozpúšťadiel, akými sú napríklad acetón, benzén alebo p-xylén. Výhodou je aj fakt, že po celej kolóne sú k dispozícii rôzne miesta na odber vzoriek, napríklad na následnú analýzu zloženia.

3.2.2 Ladenie matematického modelu

Aby sme mohli zhodnotiť funkčnosť modelu, potrebujeme navrhnutý model naladiť podľa reálneho zaradenia. Kolóna, fungujúca na Ústave informatizácie, automatizácie a matematiky, je prednastavená pre binárnu zmes metanol-voda. Z toho dôvodu, ešte na začiatku návrhu modelu, sme sa rozhodli pre rovnakú zmes. Pri vstupe sme uvažovali ekvimolárnu zmes metanol-voda (1:1). Podľa technickej dokumentácie je kolóna UOP3CC 8 etážová, pričom má iba jednu špeciálnu, nástrekovú, etáž a tou je piata etáž zhora. Druhý krok k ladeniu modelu destilačnej kolóny sme teda dosiahli tiež ešte pri navrhovaní samotného modelu. Tieto etáže sme následne rozšírili až na výsledný počet etáží, čiže na 8, pričom sme určili aj nástrekovú etáž na piatej pozícii. Postupovali sme po krokoch, každou simuláciou sme pridávali etáž navyše, pričom zakaždým sme museli ukladať aj výsledky. Tým sme zabezpečili, že sme nemali príliš veľký skok medzi vykonanými modifikáciami modelu. Týmto sme znížili pravdepodobnosť výskytu numerických problémov a simulácia zvyčajne prebehla bez komplikácií. Ukladané výsledky sme privolali pri ďalšej simulácii, čím sme inicializovali simuláciu na základe dosiahnutých výsledkov. Pri zmene počtu etáží v kolóne sme si museli dávať pozor aj na pozíciu nástrekovej etáže. Problémy nastali, keď sme nástrekovú etáž umiestnili príliš nízko, resp. príliš vysoko ku hlave alebo spodku destilačnej kolóny. Preto ideálne sme vždy určili nástrekovú etáž približne v strede kolóny.

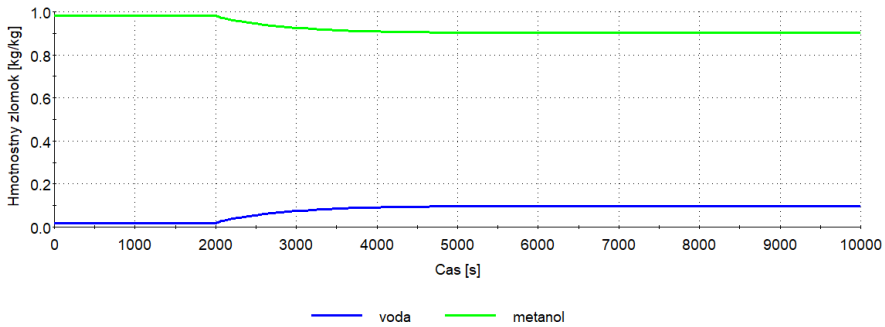
Najväčší problém nastal pri stanovovaní množstva kvapaliny, privedeného cez čerpadlo do kolóny za čas. Pri navrhovaní modelu sme uvažovali niekoľkonásobne väčšie množstvo privedenej kvapaliny, čo si následne vyžiadalo aj niekoľkonásobne väčšie rozmery varáka a kondenzátora. Potrebné množstvo odvedeného a privedeného tepla do týchto zariadení bolo určené na základe vstupujúceho množstva kvapaliny do systému. Z toho dôvodu sme museli celý navrhnutý systém zmenšiť a prispôbiť predpísaným a odporúčaným hodnotám. Keby sme sa rozhodli iba pre zmenenie veľkosti varáka a kondenzátora, pravdepodobne by došlo k zaplaveniu daných objektov. Ako sme už načrtli, bolo potrebné zmeniť množstvo nástreku a tým úmerne zmeniť aj rozmery jednotlivých objektov v danom modeli. Ako pri samotnom navrhovaní, aj pri ladení sme museli



Obr. 3.14: Zmena refluxného pomeru $R_{p,m}$ (2000 s) naladeného modelu.

postupovať malými krokmi, bez vykonávania väčších zmien. Výsledky zo simulácií, ktoré sme považovali za správne, sme uložili a následne použili ako počiatočné podmienky pre ďalšiu simuláciu. Z vykonaných simulácií sme pozorovali nadmernú citlivosť modelu na príliš veľký počet zmien v jednej simulácii a preto sme postupovali opatrne. Naším cieľom teda bolo znížiť množstvo privedenej kvapaliny na základe intervalu rýchlosti čerpania z dokumentácie destilačnej kolóny. Rozhodli sme sa pre strednú hodnotu intervalu, aby nenastali komplikácie pri zmene veličín naladeného modelu. Začali sme teda so znížením množstva kvapaliny a zároveň sme znižovali aj ohrev vo varáku a chladenie v kondenzátore. Prekážku dosiahnutia ustáleného stavu v danom modeli predstavovali hlavne regulátory. V simulačnom programe gPROMS ModelBuilder sú vstupné a výstupné veličiny v regulátore ohraničené v danom intervale. Museli sme teda dávať pozor na to, aby sa veličiny regulátora neocitli na hraniciach tohto intervalu. Následne sme implementovali aj ďalšie zadané parametre do modelu, ako objem varáka a kondenzátora, ale takisto bolo potrebné v každom objekte si zdefinovať aj ich priemer. Pre kolónu sme zdefinovali ešte vzdialenosť medzi etážami a výšku vyčnievajúceho okraja prepadovej rúry. Model bol natoľko flexibilný, že tieto zmeny už zvládol bez väčších komplikácií. Našou poslednou úlohou bolo nájsť ustálený stav pre model a vykonať určité zmeny veličín na kontrolu platnosti modelu.

Na Obrázku 3.14 vidíme zmenu refluxného pomeru v modeli. Z hodnoty 0.583 sa systém ustálil na novej hodnote 4.641. K tejto zmene došlo tým, že sme zmenili žiadanú veličinu v regulátore TC pri kondenzátore z hodnoty 357 K na 362 K (+5 K.). Očakávame teda, že klesne výťažok prchavejšej zložky v destiláte. Na Obrázku 3.15 vidíme, zmenu zloženia v destiláte. Zmena refluxného pomeru spôsobila, že v destiláte klesol hmotnostný zlomok metanolu, čiže prchavejšej zložky, z hodnoty 0.983 kg/kg na 0.902 kg/kg. Je to spôsobené tým, že do objektu reprezentujúci refluxný pomer vstupuje



Obr. 3.15: Odozva zloženia destilátu naladeného modelu.

hodnota z merača prietoku, ktorá nachádza pri prúde spätného toku. Objekt refluxného pomeru na základe nastavenej hodnoty refluxného pomeru vyhodnotí informáciu a pošle vypočítanú hodnotu prietoku do čerpadla, ktorá sa nachádza pri prúde destilátu. Môžeme teda skonštatovať, že model funguje správne a predpokladáme, že je aj správne naladený.

3.2.3 Vyhodnotenie presnosti matematického modelu

Presnosť navrhnutého modelu určíme porovnaním experimentálnych dát a výsledkov dosiahnutých zo simulácií. Na porovnanie použijeme externý zdroj, kde autorka experimentálne identifikovala matematický model rektifikačnej kolóny pre delenie zmesi metanol-voda. Proces sa identifikoval pomocou Strejcovej metódy, pri ktorej sa použije prenos v tvare:

$$G_s(s) = \frac{Z}{(Ts + 1)^n} e^{-Ds} \quad (3.2)$$

kde Z je zosilnenie systému, T je časová konštanta systému, n je rád systému a D je dopravné oneskorenie systému [13].

V práci sa použila ako riadená veličina teplota na hlave kolóny a zloženie metanolu v destiláte, riadiacou veličinou je zmena refluxného pomeru.

Rovnicu refluxného pomeru sme uviedli v kapitole (2.4) ako pomer množstva kvapaliny privedeného naspäť do kolóny ku množstvu kvapaliny odvedeného ako destilát. Autorka pre identifikáciu systému použila sériu prechodových charakteristík. Boli to zmeny

refluxného pomeru z hodnoty 0–25%, ďalej 25–50%, 50–75% a 75–100%, pričom skokové zmeny sa vykonali aj nadol [2]. Teda v prípade, že sa uvažuje v systéme spätný tok s hodnotou 20%, znamená to, že sa privádza do kolóny naspäť 20% z celkového množstva skondenzovanej kvapaliny. Podrobnejšie o tejto problematike sa môžeme dočítať v [2].

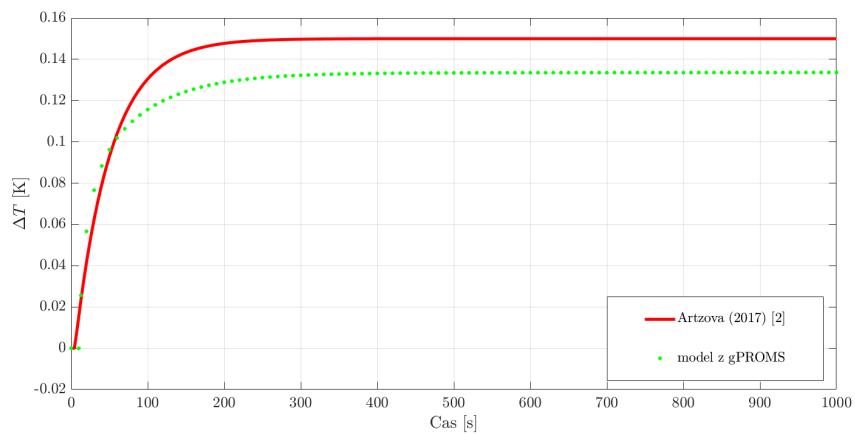
Pre porovnanie dosiahnutých výsledkov skokové zmeny sme vykonali aj v našom modeli destilačnej kolóny. Zmeny refluxného pomeru boli reprezentované rovnicou (3.1), teda jednotlivými skokmi modifikovaného refluxného pomeru. Jednotlivé zmeny v nami navrhnutom modeli zodpovedali nasledujúcim skokovým zmenám: 3–1 (25–50%), 1–1/3 (50–75%) a 1/3–0 (75–100%). Zmena 0–25% nemohla byť v našom modeli vykonaná, nakoľko by sme dostali matematicky nerealizovateľnú hodnotu. Pri zmene hodnoty refluxného pomeru z hodnoty 25%–50% očakáva sa teda výrazné zlepšenie čistoty destilátu. V prípade zmeny refluxného pomeru z 50%–25% by mal nastať opačný trend.

Uskutočnili sme rôzne simulácie na naladenom modeli, vďaka ktorým sme sa chceli priblížiť k experimentálnym dátam. Zmena výšky hladiny vo varáku a kondenzátore nemala väčší vplyv na výsledky a tým pádom nebolo potrebné ďalšie doladenie tejto veličiny. Práve naopak, zmenou množstva kvapaliny privedeného do systému sa prechodová charakteristika výrazne zmenila, avšak k horšiemu. Pre čerpadlo sme nastavili hraničné hodnoty rýchlosti dávkovania a ani v jednom prípade sme nedosiahli zlepšenie. Usúdili sme teda, že najlepšie nastavenie je práve stredná hodnota tohto intervalu. Jasné zlepšenie prechodovej charakteristiky sme nadobudli aj zmenením ohrevu vo varáku. Aj v tomto prípade platí, že aplikovaním rôznych hodnôt v objekte sme dospeli k výslednému množstvu ohrevu, ktoré je ideálne pre aktuálne nastavenie modelu. K ďalším zmenám sme sa dopracovali aj zmenou tlaku v kondenzátore, pričom sme skúšali zredukovať aj počet regulátor. Tieto redukčné zmeny nemali výraznejší dopad na prechodovú charakteristiku, z tohto dôvodu sme zmenu tlaku v kondenzátore vykonali prostredníctvom regulátora. Po nastavení podmienok, ktoré sa ukázali byť optimálne pre nami navrhnutý model laboratórnej destilačnej kolóny, výsledky z PML modelu sme porovnali s dátami z externého zdroja. Zo šiestich prechodových charakteristík, dve vidíme na Obrázku 3.16 a 3.17.

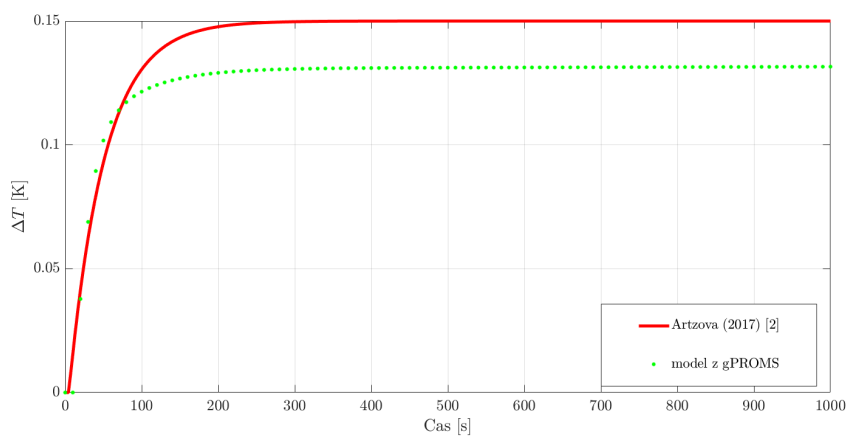
Na Obrázku 3.16 vidíme namerané, resp. odsimulované údaje teploty pre zmenu modifikovaného refluxného pomeru z hodnoty 3–1. V prípade experimentálnych dát ide o zmenu 25%–50%. Prenos pre túto vykonanú zmenu je opísaný v tvare:

$$G_{25-50} = \frac{0.35}{280.04s + 1} e^{-26.88s} \quad (3.3)$$

Na Obrázku 3.17 vidíme údaje teploty pre zmenu modifikovaného refluxného pomeru



Obr. 3.16: Porovnanie teplôt pre reflux 25–50 %.



Obr. 3.17: Porovnanie teplôt pre reflux 50–25 %.

z hodnoty 1–3 (50%–25%). Prenos v tomto prípade vyzerá nasledovne:

$$G_{50-25} = \frac{0.22}{96.96s + 1} e^{-0.96s} \quad (3.4)$$

Na obidvoch grafoch môžeme vidieť, že pri porovnaní znamienok zosilnenia Z pre údaje z PML modelu a pre prechodové charakteristiky platí, že sú rovnaké. Napriek tomu, že hodnoty zosilnení nie sú totožné, priebehy funkcií sú veľmi podobné v obidvoch prípadoch. Kým pri zmene refluxného pomeru z hodnoty 25%–50% je rozdiel teplôt menej než 0.017 K, v prípade vykonanej zmeny z hodnoty 50% na 25% je táto hodnota okolo 0.018 K. Táto odchýlka porovnávaných modelov je prijateľná vzhľadom na zložitosť tohto separačného procesu. Ďalej z obrázkov vyplýva, že rozdiel medzi časovými konštantami T je zanedbateľný a dopravné oneskorenia D sú takmer nulové. Z tohto porovnania vyplýva, že vytvorený matematický model verne opisuje správanie sa reálneho zariadenia.

Implementácia matematického modelu destilačnej kolóny do modelovacieho systému môže byť veľmi užitočná pri práci na reálnej laboratórnej kolóne. Pri tomto zadaní však bolo výzvou potvrdiť správnosť naladenia modelu na základe výsledkov zo simulácie porovnania s experimentálnymi údajmi dostupnými v literatúre.

Kvôli pandemickej situácii sme museli použiť externé literárne zdroje na overenie presnosti nášho modelu, nakoľko sme nemohli robiť experimenty v laboratóriu na reálnej kolóne. Vychádzali sme teda z článku, kde sme nemali dostupné reálne dáta, ale mali sme dostupné prechodové charakteristiky. Na základe porovnania znamienka a hodnoty zosilnenie systému a časovej konštanty sme vyhodnotili presnosť navrhnutého modelu. Môžeme tvrdiť, že náš matematický model, odvodený v programe gPROMS Model-Builder, je naladený správne. Matematický model sa správa podľa reálnej destilačnej kolóny v laboratóriu.

V našom matematickom modeli uvažujeme NRTL model, avšak mohlo by byť zaujímavé implementovať aj iné modely do programu, ako napríklad model podľa Wilsona, UNIQUAC alebo UNIFAC. Zistili by sme vplyv ďalších typov modelov na výsledky a či by zvýšili presnosť matematického modelu.

Pri ladení matematického modelu sme dostávali aj výsledky kde zosilnenie, resp. dopravné oneskorenie sa líšili výraznejšie, ba dokonca v niektorých prípadoch priebeh výsledkov z PML modelu bol kmitavý a teda priebehy sa nepodobali. To nám dáva príležitosť na ďalšie skúmanie a vylepšenie modelu, aby sme dosiahli väčšiu podobnosť vzhľadom na reálnu destilačnú kolónu a aby bol model ešte presnejší.

V použitom článku [2] je uvedená identifikácia prenosovej funkcie medzi refluxným pomerom a zložením destilátu. V tomto prípade dosiahnuté výsledky sa približovali menej k údajom z externého zdroja. Jednotlivé konštanty prechodovej funkcie sa líšili viac ako pri simuláciách, kde riadenou veličinou bola teplota na hlave kolóny. Teda v

tomto prípade dochádzalo k nízkej zhode medzi publikovanými dátami a výsledkami z nášho matematického modelu, i keď znamienko zosilnenia sa zhoduje v porovnávaných modeloch. Na riešenie týchto problémov by sme mohli použiť napríklad iný model namiesto použitého modelu NRTL alebo nájsť vhodnú kombináciu veličín, ktorých ďalšie ladenie by ovplyvňovali práve tieto faktory. Ďalej je možné, že by bolo vylepšením modelu aj zostavenie modelu destilačnej kolóny v programe gPROMS ModelBuilder pomocou čisto matematických rovníc, bez použitia PML knižnice.

Hlavným cieľom tejto bakalárskej práce bolo zostavenie matematického modelu laboratórnej destilačnej kolóny na separáciu binárnej zmesi metanol-voda a následná implementácia tohto modelu do programového prostredia gPROMS ModelBuilder, kde sme uvažovali rovnovážny model NRTL. Ďalšou úlohou bolo naladenie vytvoreného modelu podľa prístrojovej dokumentácie laboratórnej destilačnej kolóny UOP3CC. V prvej časti práce sme sa venovali vysvetleniu základných pojmov destilácie a charakterizácii prostredia použitého programu. Zaoberali sme sa aj vlastnosťami binárnej zmesi metanol-voda, či opisom rovnovážneho modelu NRTL. Následne sme sa venovali zostaveniu matematického modelu destilačnej kolóny a uviedli sme aj potrebné kroky na implementáciu modelu do gPROMS ModelBuilder. V ďalšej fáze sme postúpili k ladeniu modelu, kde sme najprv do modelu implementovali dané parametre reálnej destilačnej kolóny a následne podľa externého zdroja sme nami vytvorený model naladili. Pri tomto postupe sme priebežne opisovali simulačné výsledky, ktoré charakterizovali náš systém. Zo zistených výsledkov, t.j. simulácií, môžeme skonštatovať, že sme úspešne zvládli vytvorenie matematického modelu laboratórnej destilačnej kolóny v programe gPROMS ModelBuilder a model bol pomerne presne naladený. Zostavený matematický model môže poslúžiť na indikáciu chýb a predikciu nebezpečných situácií vyplývajúcich z reálnej destilačnej kolóny.

Literatúra

- [1] F. Devínsky a kolektív. *Organická chémia*, chapter 5, pages 348–353. Osveta, Bratislava, 2. edition, 2013. ISBN 978-80-8063-388-2.
- [2] Petra Artzová. Identifikácia laboratórnej rektifikačnej kolóny armfield uop3cc, 2017. Semestrálny projekt, Slovenská technická univerzita v Bratislave.
- [3] Prapatsorn Borisut and Aroonsri Nuchitprasittichai. Process configuration studies of methanol production via carbon dioxide hydrogenation: Process simulation-based optimization using artificial neural networks. *Energies*, 13(24), 10. 2020. ISSN 1996-1073.
- [4] Central Chem. Karta bezpečnostných údajov - metanol, 2017. [online]. Dostupné na: <https://www.centralchem.sk/import/data/kbu/metanol.pdf>.
- [5] Wu-Hsun Cheng and Harold H. Kung. *Methanol production and use*, chapter 1, 2, pages 1–53. M. Dekker, New York, 1994. ISBN 0-8247-9223-8.
- [6] KBC Yokogawa Electric Corporation. Multiflash | the cape-open laboratories network. [online]. [cit. 05.04.2021]. Dostupné na: <https://www.colan.org/process-modeling-component/multiflash/>.
- [7] Frederico da Conceição do Carmo Montes. Simulation and optimisation of batch distillation operations. Master's thesis, Instituto Superior Técnico Lisboa, Lisboa, Portugalsko, 12. 2015.
- [8] Ján Drgoňa, Martin Klaučo, Filip Janeček, and Michal Kvasnica. Optimal control of a laboratory binary distillation column via regionless explicit mpc. *Computers and Chemical Engineering*, 96:139–148, 1. 2017. ISSN 0098-1354.
- [9] Solomon Gebreyohannes, Brian J. Neely, and Khaled A.M. Gasem. One-parameter modified nonrandom two-liquid (nrtl) activity coefficient model. *Fluid Phase Equilibria*, 379:196–205, 10. 2014. ISSN 0378-3812.

- [10] H.L. Hoffman, D.E. Lupfer, L.A. Kane, B.A. Jensen, and B.G. Lipták. *Process Control, Instrument Engineers' Handbook*, chapter 8.12 - Distillation: Basic Controls, pages 1169–1198. Butterworth-Heinemann, 3. edition, 1995. ISBN 978-0-7506-2255-4.
- [11] Homework Market Chemistry homework help. Continuous distillation column - uop3cc. [online]. [cit. 15.04.2021]. Dostupné na: <https://www.homeworkmarket.com/content/continuous-distillation-column-uop3cc>.
- [12] J. Longauer J. Dojčanský. *Chemické inžinierstvo II*, pages 149–214. Malé Centrum, Bratislava, 1. edition, 2000. ISBN 80-967064-8-9.
- [13] M. Fikar J. Mikleš. *Process Modelling, Identification, and Control*. Berlin Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, New York, 2007. ISBN 978-3-540-71969-4.
- [14] Grazia Leonzio. Methanol synthesis: Optimal solution for a better efficiency of the process. *Processes*, 6(3), 2. 2018. ISSN 2227-9717.
- [15] Armfield Limited. Uop3 distillation columns documentation. [online]. Dostupné na: <https://armfield.co.uk/product/uop3-distillation-columns/>.
- [16] Armfield Limited. *Continuous Distillation Column UOP3CC, Instruction Manual*. England, 9. 2007.
- [17] Armfield Ltd. Uop3 - distillation columns. [online]. [cit. 12.04.2021]. Dostupné na: <https://armfield.co.uk/product/uop3-distillation-columns/>.
- [18] John McMurry. *Organická chemie*, chapter 17, pages 587–588. Vysoké učení technické v Brně, nakladatelství VUTUM, Brno, 2007. ISBN 978-80-214-3291-8.
- [19] Vu Trieu Minh and Ahmad Majdi Abdul Rani. Modeling and control of distillation column in a petroleum process. *Mathematical Problems in Engineering*, 2009, 6. 2009. ISSN 404702.
- [20] Jan Mohammad Mir and Firdoos Ahmad Itoo. Experimental-dft interface of hydrogen bonding description of 1:10 methanol-water solution. *Journal of Molecular Liquids*, 247:1–5, 12. 2017. ISSN 0167-7322.
- [21] Martin Mojto. Laboratórna destilačná kolóna, 2018. Semestrálny projekt, Slovenská technická univerzita v Bratislave.
- [22] Hadi Mokarizadeh, Sareh Moayedfard, and Mehrdad Mozaffarian. Comparison of mosced (nrtl) model results with regular correlative and predictive models based on vapor-liquid equilibrium calculations for azeotropic systems. *Fluid Phase Equilibria*, 516:112592, 7. 2020. ISSN 0378-3812.

- [23] A. Mészáros, J. Danko, J. Mikleš, and M. Bakošová. *Základy automatizácie*. STU v Bratislave vo Vydavateľstve STU, Bratislava, 1997. ISBN 80-227-0940-9.
- [24] University of Michigan. Visual encyclopedia of chemical engineering - distillation column. [online]. Michigan [cit. 09.04.2021]. Dostupné na: <https://encyclopedia.che.engin.umich.edu/Pages/SeparationsChemical/DistillationColumns/DistillationColumns.html>.
- [25] I. Ondrejkošová, M. Izakovič, A. Mašlejová, B. Papánková, and M. Tatarko. *Praktikum z anorganickej chémie*, chapter 7, page 124. Slovenská chemická knižnica FChPT STU v Bratislave, Bratislava, 1. edition, 2017. ISBN 978-80-89597-69-7.
- [26] Robert H. Perry and Don W. Green. *Perry's chemical engineers' handbook*, chapter 4, pages 22–30. McGraw-Hill, New York, 8. edition, 2008. ISBN 0-07-159313-6.
- [27] A Siemens Business Process Systems Enterprise Limited. gproms modelbuilder. [online]. Dostupné na: <https://www.psenterprise.com/products/gproms/modelbuilder>.
- [28] gPROMS Process Systems Enterprise Ltd. gproms modelbuilder documentation, 1997-2021. [online]. Dostupné na: www.psenterprise.com/products/gproms.
- [29] Mohammad Hossein Ramezani and Nasser Sadati. Hierarchical optimal control of a binary distillation column. *Optimal Control Applications and Methods*, 40(1):172–185, 2019.
- [30] H.E. Reynel-Ávila, A. Bonilla-Petriciolet, and J.C. Tapia-Picazo. An artificial neural network-based nrtl model for simulating liquid-liquid equilibria of systems present in biofuels production. *Fluid Phase Equilibria*, 483:153–164, 3. 2019. ISSN 0378-3812.
- [31] J. D. Seader, Ernest J. Henley, and D. Keith Roper. *Separation process principles: Chemical and Biochemical Operations*. John Wiley and Sons, Inc., Hoboken, NJ, 3. edition, 2011. ISBN 978-0-470-48183-7.
- [32] Daniel Sheldon. *Methanol Production – A Technical History, Johnson Matthey technology review*, volume 61, pages 172–182. Johnson Matthey Plc., New York, 2017. ISSN 2056-5135.
- [33] Jishuai Wang, Gang Rong, Haijie Gu, Qiang Wang, and Yiping Feng. A process control platform for education in the virtual factory laboratory system. *IFAC Proceedings Volumes*, 41(2):9773–9778, 2008. ISSN 1474-6670.