



TALLINNA TEHNIKAÜLIKOOL
INSENERITEADUSKOND

Elektroenergeetika ja mehhatroonika instituut

OKSÜDATSIOONIREAKTORI JUHTIMISSÜSTEEM

CONTROL SYSTEM FOR OXIDATION REACTOR

BAKALAUREUSETÖÖ

Üliõpilane: Villem Ödner Koern

Üliõpilaskood: 185908 EAAB

Juhendaja: Martin Parker, MSc
doktorant-nooremteadur

Kaasjuhendaja: Jaan Mihkel Uustalu, PhD
peaspetsialist

AUTORIDEKLARATSIOON

Olen koostanud lõputöö iseseisvalt.

Lõputöö alusel ei ole varem kutse- või teaduskraadi või inseneridiplomit taotletud.

Kõik töö koostamisel kasutatud teiste autorite tööd, olulised seisukohad, kirjandusallikatest ja mujalt pärinevad andmed on viidatud.

"13" mai 2024.

Autor:

/ allkiri /

Töö vastab bakalaureusetöö esitatud nõuetele

"....." 2024.

Juhendaja:

/ allkiri /

Kaitsmisele lubatud

"....."..... 2024.

Kaitsmiskomisjoni esimees

/ nimi ja allkiri /

Lihtlitsents lõputöö reprodutseerimiseks ja lõputöö üldsusele kättesaadavaks tegemiseks¹

Mina Villem Ödner Koern

1. Annan Tallinna Tehnikaülikoolile tasuta loa (lihtlitsentsi) enda loodud teose

Oksüdatsioonireaktori juhtsüsteem,

mille juhendaja on Martin Parker,

1.1 reprodutseerimiseks lõputöö säilitamise ja elektroonse avaldamise eesmärgil, sh Tallinna Tehnikaülikooli raamatukogu digikogusse lisamise eesmärgil kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni;

1.2 üldsusele kättesaadavaks tegemiseks Tallinna Tehnikaülikooli veebikeskkonna kaudu, sealhulgas Tallinna Tehnikaülikooli raamatukogu digikogu kaudu kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni.

2. Olen teadlik, et käesoleva lihtlitsentsi punktis 1 nimetatud õigused jäävad alles ka autorile.

3. Kinnitan, et lihtlitsentsi andmisega ei rikuta teiste isikute intellektuaalomandi ega isikuandmete kaitse seadusest ning muudest õigusaktidest tulenevaid õigusi.

13.05.2024 (kuupäev)

¹ Lihtlitsents ei kehti juurdepääsupiirangu kehtivuse ajal vastavalt üliõpilase taotlusele lõputööle juurdepääsupiirangu kehtestamiseks, mis on allkirjastatud teaduskonna dekaani poolt, välja arvatud ülikooli õigus lõputööd reprodutseerida üksnes säilitamise eesmärgil. Kui lõputöö on loonud kaks või enam isikut oma ühise loomingu tegevusega ning lõputöö kaas- või ühisautor(id) ei ole andnud lõputööd kaitsvale üliõpilasele kindlaksmääratud tähtajaks nõusolekut lõputöö reprodutseerimiseks ja avalikustamiseks vastavalt lihtlitsentsi punktidele 1.1. ja 1.2, siis lihtlitsents nimetatud tähtaja jooksul ei kehti.

Elektroenergeetika ja mehhatroonika instituut

LÕPUTÖÖ ÜLESANNE

Üliõpilane: Villem Ödner Koern, 185908 EAAB

Õppekava, peeriala: EAAB16/17 - Elektroenergeetika ja mehhatroonika,
mehhatroonika

Juhendaja: doktorant-nooremteadur Martin Parker

Kaasjuhendaja: peaspetsialist Jaan Mihkel Uustalu

Lõputöö teema:

Oksüdatsioonireaktori juhtimissüsteem

Control system for oxidation reactor.

Lõputöö põhieesmärgid:

1. Kavandada alamsüsteemid rõhu ja temperatuuri mõõtmiseks ja logimiseks vastavalt süsteemi parameetritele.
2. Kavandada süsteem pumpade töö juhtimiseks vastavalt sisenditele ning tagada süsteemi jaoks kriitilistes kohtades jälgimine ja ohutus.
3. Kavandada süsteem rõhu reguleerimiseks.
4. Loon tarkvara operaatorile süsteemi juhtimiseks ja jälgimiseks.

Lõputöö etapid ja ajakava:

| Nr | Ülesande kirjeldus | Tähtaeg |
|----|--|------------|
| 1. | Juhtsüsteemi koostamine | 10.02.2024 |
| 2. | Juhtsüsteemi kirjeldamine ja juhendajale läbilugemiseks saatmine | 15.02.2024 |
| 3. | Töö esimene versioon valmis ja juhendajale läbilugemiseks saatmine | 01.03.2024 |
| 4. | Töö lõplik versioon valmis | 20.04.2024 |

Töö keel: eesti keel **Lõputöö esitamise tähtaeg:** "13" mai 2024a

Üliõpilane: ".....".....20.....a
/allkiri/

Juhendaja: ".....".....20.....a
/allkiri/

Konsultant: ".....".....20.....a
/allkiri/

Programmijuht: ".....".....20.....a
/allkiri/

SISUKORD

| | |
|---|----|
| SISUKORD..... | 5 |
| EESSÕNA | 8 |
| LÜHENDID | 9 |
| SISSEJUHATUS | 10 |
| 1. TEOREETILINE ÜLEVAADE..... | 12 |
| 1.1. Juhitava reaktorisüsteemi kirjeldus | 12 |
| 1.2. Lämmastikhape | 14 |
| 1.3. Vooluandurite tööprintsiibid..... | 14 |
| 1.4. Temperatuuriandurite tööprintsiibid..... | 15 |
| 1.4.1. Plaatina takistustermomeeter | 15 |
| 1.4.2. Termistor | 15 |
| 1.4.3. Termopaar | 16 |
| 1.5. Tasemeandurite tööprintsiibid..... | 16 |
| 1.5.1. Differentiaalarõhu andurid | 16 |
| 1.5.2. Juhtivuslik andur..... | 17 |
| 1.5.3. Mahtvuslik tasemeandur | 17 |
| 1.6. Ventiilide tööprintsiibid | 17 |
| 1.6.1. Voolukoefitsient K_v | 17 |
| 1.6.2. Solenoidventiil | 17 |
| 1.7. Ülerõhu kaitseseadmete tööprintsiibid | 18 |
| 1.7.1. Kaitseklapp | 18 |
| 1.7.2. Murdmembraan | 18 |
| 1.8. Piezoelektriliste rõhuandurite tööprintsiipt | 18 |
| 1.9. Juhtimine ja automatiseerimine | 19 |
| 1.9.1. Personaalarvuti..... | 19 |
| 1.9.2. Programmeeritav loogikakontroller..... | 19 |
| 1.9.3. PID regulaator | 19 |
| 1.9.4. Analoo- ja digitaalsignaali | 20 |

| | |
|---|-----------|
| 1.9.5. Temperatuur | 21 |
| 1.9.6. Pumbad | 21 |
| 1.9.7. Inim-masin liides | 21 |
| 2. KASUTATAVAD METOODIKAD | 22 |
| 2.1. Kirjanduse ülevaade | 22 |
| 2.2. Võrdlusmeetod | 22 |
| 2.3. Riski hindamise meetoodika | 22 |
| 2.4. Keemistemperatuuri-rõhu karakteristik | 23 |
| 2.5. Lazenby meetod tasemeandurite valimiseks | 23 |
| 3. LÄHTEÜLESSANNE | 24 |
| 3.1. Mõõtekeskkonna parameetrid | 24 |
| 3.2. Töö eesmärgid | 25 |
| 3.3. Juhtimise parameetrid | 25 |
| 4. OHUTUSE TAGAMINE | 27 |
| 4.1. Tõmbekapp | 27 |
| 4.2. Ülerõhu vastane kaitse | 28 |
| 4.3. Tühjendusventiilid | 28 |
| 4.4. Tagasilöögi klapp | 29 |
| 5. MÕÕTMISED | 30 |
| 5.1. Temperatuur | 30 |
| 5.2. Rõhk | 31 |
| 5.3. Separaatori taseme mõõtmine | 32 |
| 5.4. Vedeliku vooluhulga mõõtmine | 33 |
| 6. PROTSESSIDE JUHTIMINE | 35 |
| 6.1. Õhuvool | 35 |
| 6.2. Separaator | 35 |
| 6.2.1. Rõhu reguleerimine ja gaasiventili valik | 36 |
| 6.2.2. Separaatori vedeliku väljund ja vedelikuventiili valik | 37 |
| 6.2.3. Pooljuht rele | 38 |
| 7. AUTOMATISEERIMINE | 39 |
| 7.1. Programmeeritav loogika kontrolleri | 39 |

| | |
|---|----|
| 7.2. Riskihindamine | 40 |
| 7.3. Programm..... | 42 |
| 7.3.1. Alamprogrammid | 42 |
| 7.3.2. Anduri- ja juhtsignaali kaotusest tulevate riskide tarkvaraline maandamine | 45 |
| 7.4. Andurite pikaajalise stabiilsuse kontroll..... | 46 |
| 7.5. Inim-masin liides | 46 |
| 7.5.1. Graafikud..... | 47 |
| 7.5.2. Andmete salvestamine..... | 48 |
| 8. TULEMUSED | 49 |
| 8.1. Signaalikaotuse riskihindamine..... | 49 |
| 8.2. Tööst tulenevad ettepanekud reaktorisüsteemi edasiarendamiseks | 51 |
| 8.2.1. Anduri- ja juhtsignaali kaotusest tulevate riskide maandamine | 51 |
| 8.2.2. Alarmid..... | 52 |
| 9. KOKKUVÕTE..... | 53 |
| 10. SUMMARY | 55 |
| 11. KASUTATUD KIRJANDUS | 57 |
| LISAD | 61 |
| Lisa 1 Reaktori sisu jahutamiseks vajaliku vedelikukoguse arvutamine..... | 61 |
| Lisa 2 Vedelikuventiili K_v koefitsiendi arvutamine..... | 62 |
| Lisa 3 Gaasiventili K_v koefitsiendi arvutamine | 63 |
| Lisa 4 Katse temperatuurianduri ja rõhuanduri kontrollimiseks | 64 |
| Lisa 5 PLC valiku tegemisel arvesse võetavate seadmete tabel | 65 |
| Lisa 6 Süsteemi lisandunud gaasi hulga arvutamine..... | 66 |
| Lisa 7 Lazenby koostatud tabel tasemeandurite välistamiseks | 68 |

EESSÕNA

Töö autor töötab Tallinna Tehnikaülikooli Tööstuskeemia laboris (edaspidi TKL), kus „Kerox Processes“ projekti eesmärk on töötada välja meetod põlevkivist dikarboksüülhapete tootmiseks. TKL on labori skaalal läbi viidud katsetes töötanud välja selle tarbeks keemilise protsessi. Selleks, et hinnata selle protsessi teostatavus tööstuslikes mahtudes on vaja välja töötada oksüdatsioonireaktori prototüüp. Seade peaks vastama tehnoloogilise valmiduse tase viiele. Selle töö eesmärk on luua oksüdatsioonireaktori prototüübile juhtimissüsteem, mis võimaldab reaktorit ohutult käitada ning reaktsiooni kulgu valitud parameetrite alusel jälgida. Kuna tegu on uudse protsessiga on algandmed tulnud TKLi senise arendustöö avaldamata tulemustest. Andmed sain peamiselt Jaan Mihkel Uustalu (TKL, peaspetsialist) ja Kristiina Kaldas (TKL, vanemteadur) käest.

Täna Aia Simmi ning oma vanemaid abi ja kannatlikkuse eest. Täna oma juhendajat Martin Parkerit pühendumuse, korrektsuse ja hea huumorisoone eest. Loomulikult täna ka oma kaasjuhendajat Jaan Mihkel Uustalu, professor emeritus Margus Loppi ning professor emeritus Andres Siirdet ja ülejäänud Tööstuskeemia laborit abi eest, aga ennekõike võimaluse eest nii huvitavat probleemi lahendada. Lõpetuseks täna Paap Koemetsa, Päivo Simsoni ning kõiki ülejäänud seltsivendi.

LÜHENDID

CPU – kesktöötlusseade (inglise k *central processing unit*)

FFKM – perfluoroelastomeer ehk Kalrez

HMI – inim-masin liides (inglise k *human machine interface*)

PC – personaalarvuti (inglise k *personal computer*)

PLC – programmeeritav loogikakontroller (inglise k *programmable logic controller*)

PTFE – polütetrafluoroetüleen ehk Teflon

P-V suspensioon – põlevkivi ja vee suspensioon

RPN – riskiprioriteedi number (inglise k *risk priority number*).

STP cm³/min – maht ajaühikus standard rõhu (0,1 MPa) ja temperatuuri (0 °C) korral kuupsentimeetrites minutis

TKL – Tööstuskeemia labor

SISSEJUHATUS

Põlevkivi on Eesti oluline maavara, mida leiab maapõuest 4750,4 miljonit tonni (seisuga 31.12.2013). Eesti riiklik põlevkivi kasutamise arengukava näeb ette üleminekut majanduslikult efektiivsemale ja suuremat lisandväärtust andvale ressursi kasutamisele ning keskkonnamõju vähendamisele. [1] Kliimaministeeriumi poolt 08.05.2024 tutvustatud Kliimakindla majanduse seaduse eelnõu näeb ette, et tulevikus antakse uusi põlevkivi kaevandamise lube ainult põlevkivikeemia või muude toodete tootmise eesmärgil, mis ei ole kasutatavad kütuste ega energiakandjatena [2].

Nendest arengutest kantult tegutseb Tallinna Tehnikaülikooli juures Tööstuskeemia labor projektiga „Kerox Processes“, mille raames töötatakse välja meetod põlevkivist dikarboksüülhapete tootmiseks. TKL on näidanud, et seda on võimalik labori skaalal läbi viia. Hindamaks selle protsessi teostatavust tööstuslikul skaalal luuakse tootmiseseadme prototüüp. Prototüüpseadme edu korral saab seda rakendada, et leida järgmise sammuna projekteeritava pilootseadme sisendparameetrid. Üldistatult peaks arendatav tehnoloogia vastama tehnoloogilise valmiduse tase viiele [3]. Laboriskaalal partiitootmisest üleminekuks pidevale tootmisele on TKL välja töötanud oksüdatsioonireaktori prototüübi.

Selle töö sisuks on projekteerida oksüdatsioonireaktori prototüübile juhtimissüsteem. Juhtsüsteemi projekteerides tuleb silmas pidada reaktori katselist iseloomu, mis tähendab, et algselt sisenditena saadud parameetreid võidakse hiljem katsete tulemusi arvesse võttes muuta. Selle tõttu võiks juhtsüsteem olla võimalikult modulaarne ning väikese vaevaga täiendatav ning muudetav. Oksüdatsioonireaktor on „Kerox Processes“ projekti käigus välja töötatud, selle tõttu pole analoogset süsteemi valmis kujul võimalik hankida, vaid tuleb leida sobilikud seadmed ning luua nendest toimiv süsteem.

See töö koosneb kümnest peatükist. Esimene peatükk annab ülevaate teoreetilistest taustateadmistest. Teine peatükk käsitleb töö koostamiseks kasutatud meetodikat. Kolmas peatükk kirjeldab põhjalikumalt lähteülesannet. See käsitleb endas mõõtekeskkonna parameetreid ja juhtimise parameetreid ning ohutuse osas seatavaid eesmärgi. Neljandas peatükis tuuakse välja ohutuse tagamiseks vajalikud meetmed. Viies peatükk käsitleb juhtimissüsteemi loomiseks vajalikke mõõtmisi ning selleks kasutatud mõõteseadmeid. Süsteemis mõõdetakse temperatuuri, rõhku, reaktorisse pumbatava vedeliku mahtu ning taset gaasiseparaatoris. Kuuendas peatükis

lahendatakse protsesside juhtimine, mis kätkeb endas järgmiste parameetrite reguleerimist: õhuvool reaktoris, pumpade kiirus, temperatuur, rõhk ja vedeliku tase gaasiseparaatoris. Seitsmes peatükk käsitleb eelnevalt kirjeldatud mõõtmiste ja protsesside juhtimise automatiseerimist ja selleks kasutatud programmeeritavat loogikakontrollerit (edaspidi PLC). Lisaks käsitletakse juhtsüsteemist tulenevate riskiallikate maandamist ning andurite kontrolli. Kaheksandas peatükis tehakse ülevaade töö tulemustest

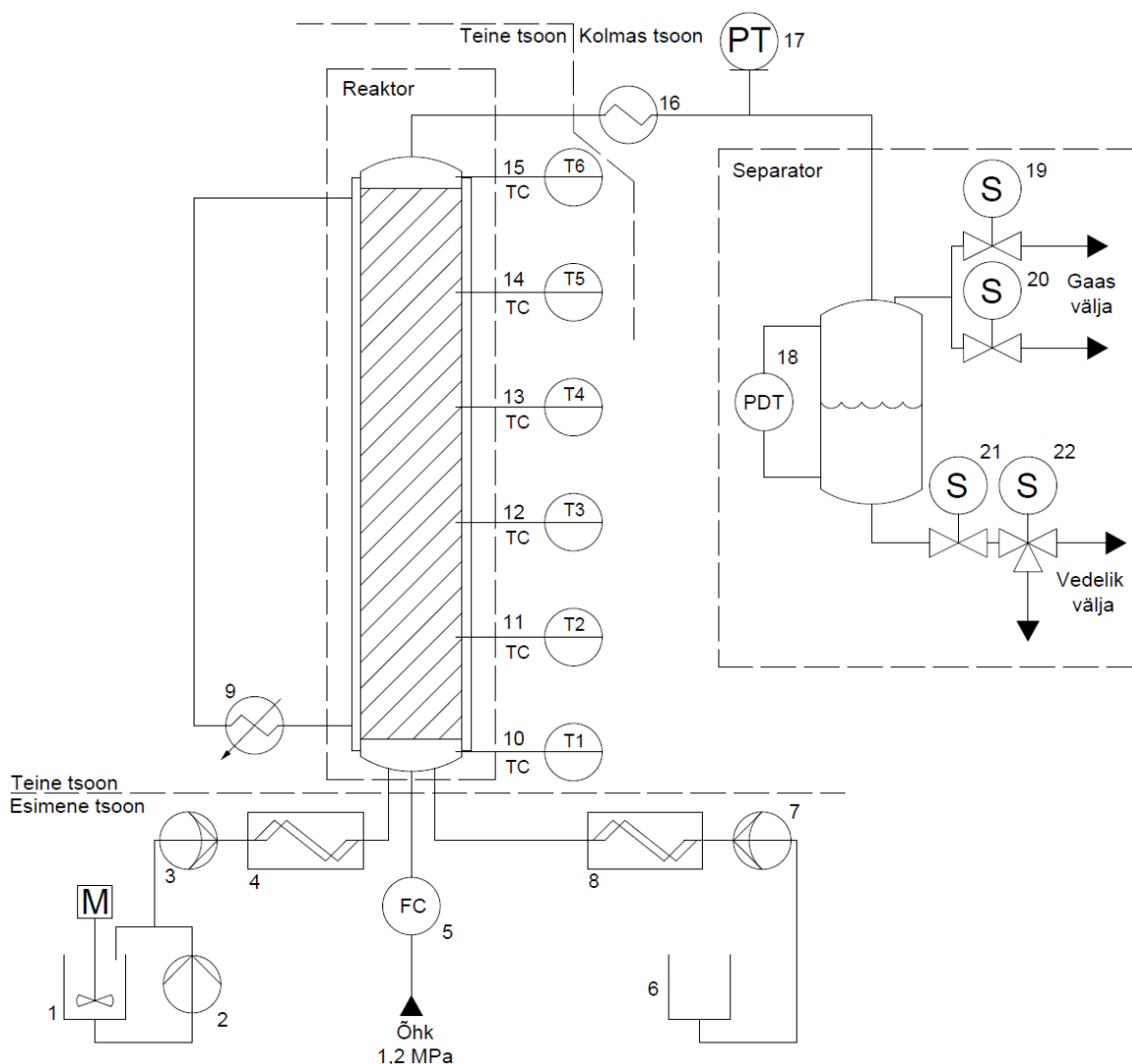
Andmete analüüsiks kasutati töös MS Exceli ja Matlabi. PLC programmeerimiseks kasutatakse UniLogic tarkvara. Joonised on tehtud AutoCadiga.

Oksüdatsioonireaktor, PLC, andurid, ohutus, bakalaureusetöö

1. TEOREETILINE ÜLEVAADE

1.1. Juhitava reaktorisüsteemi kirjeldus

Selle töö eesmärk on luua juhtimissüsteem TKLi välja töötatud oksüdatsioonireaktori prototüübile, mis toodab dikarboksüülhappeid. Reaktorit ja seda ümbritsevat süsteemi, mille käitlemise teatud protsesse on vaja automatiseerida, on skemaatiliselt kujutatud joonisel 1.



Joonis 1. Reaktorisüsteemi skeem. 1 P-V suspensiooni mahuti, 2 tsirkulatsioonipump, 3 P-V suspensiooni pump, 4 vooluandur (P-V suspensioon), 5 massivoolukontroller (õhk), 6 lämmastikhappe mahuti, 7 lämmastikhappe pump, 8 vooluandur (lämmastikhape), 9 termostaat, 10-15 temperatuuriandurid, 16 jahuti, 17 rõhuandur, 18 tasemeandur, 19 gaasi proovivõtmissventiil, 20 gaasi ventiil, 21 vedeliku ventiil ja 22 suundventiil

Tinglikult saab süsteemi jaotada kolmeks osaks: reaktorielne tsoon, reaktor ja reaktorijärgne tsoon. Selline jaotus on põhjendatud kaheti. Esiteks on temperatuuri- ja rõhutingimused nendes kolmes tsoonis erinevad. Teiseks on selline jaotus funktsionaalsusest tingitud. Esimeses tsoonis ladustatakse ja valmistatakse reaktsiooni toorainet ette. Teises tsoonis ehk reaktoris toimub reaktsioon. Kolmandas tsoonis eraldatakse reaktsioonivedelik gaasist ning suunatakse produkt edasiseks käitlemiseks kogumisanumasse.

Esimeses tsoonis on toorained toatemperatuuril. Algmaterjal asub kahes mahutis: lämmastikhappe anum (Joonis 1 nr 6) ja suspensiooni anum (Joonis 1 nr 1). Suspensiooni anum on veega segatud jahvatatud põlevkivi. Põlevkivi osakesed suspensioonis on läbimõõduga alla 50 µm. P-V suspensioonis olev põlevkivi settib põhja, mistõttu tuleb selles anumasse tagada hea segamine. P-V suspensiooni segatakse segajaga ja tsirkulatsioonipumbaga (Joonis 1 nr 2). Tsirkulatsioonipump võtab P-V suspensiooni anuma põhjast välja ja pumpab seda uuesti samasse anumasse läbi anuma kaane.

Tooraine suunatakse mahutitest reaktoris lämmastikhappe pumba (joonis 1 nr 7) ja suspensiooni pumbaga (Joonis 1 nr 3). Pumbad tõstavad rõhu maksimaalselt 1,1 MPa-ni. Pärast pumpasid mõõdetakse vedeliku vooluhulka (Joonis 1 nr 4 ja 8). Mõlemad vedelikuvood lähevad edasi reaktoris.

Teises tsoonis siseneb algmaterjal reaktoris. Reaktoris tõuseb temperatuur kütmise ja eksotermilise reaktsiooni tõttu kuni 180 °C-ni. Õlitemostaadiga (Joonis 1 nr 9) reguleeritakse reaktori temperatuuri. Reaktori ülemisest otsast väljub valmisreageerinud vedelik, mis suunatakse temperatuuri alandamiseks ja reaktsiooni peatamiseks jahutisse (Joonis 1 nr 16).

Kolmandas tsoonis liigub reageerinud vedelik läbi jahuti separaatorisse (Joonis 1), kus eraldatakse reaktsioonigaas ja reaktsioonivedelik ehk produkt. Separaatorist väljuvad reaktsioonigaasid läbi gaasiventilide (Joonis 1 nr 19 ja 20) ning vedelik läbi vedelikuventilide (Joonis 1 nr 21 ja 22). Pärast ventiile alaneb rõhk atmosfäärirõhule. Reaktsioonigaasid suunatakse puhastusse ja reaktsioonivedelik kogumisanumasse.

1.2. Lämmastikhape

Ühe toorainena nimetati eelpool lämmastikhapet, keemilise tähisega HNO_3 , mis on värvusetu või kergelt kollakas teravalõhuline vedelik. See on tugev oksüdeerija. Lämmastikhappe võib põhjustada raskeid põletushaavu ja aurud on sisse hingates mürgised. Suure korrosiivsuse tõttu, ei sobi see kasutamiseks kõikide materjalidega (Tabel 1). [4] Lämmastikhappe keemistemperatuur atmosfäärirõhul oleneb kontsentratsioonist, kuid jääb vahemikku (100 - 122) °C (alla 90 % kontsentratsiooni puhul, mis on selle töö raames piisav). [5]

Tabel 1. Lämmastikhappe sobivus metallidega [6] [7]

| | Roostevaba terase sulam 304 | Roostevaba terase sulam 316 | Hastelloy C | Titaan | Hõbe |
|--------------------|-----------------------------|-----------------------------|-------------|-------------|-------------|
| Lämmastikhape 10 % | Suurepärase | Hea | Suurepärase | Suurepärase | Väljastatud |
| Lämmastikhape 35 % | Suurepärase | Rahuldav | Suurepärase | Suurepärase | Väljastatud |

1.3. Vooluandurite tööprintsüübid

Coriolis vooluanduri mõõteprintsüüp põhineb Coriolis jõul, mis esineb roteeruvates ja võnkuvates süsteemides. Coriolis vooluanduris on kindlal sagedusel võnkuv toru. Vedeliku vool torus muudab Coriolis jõu mõjul toru võnkumise karakteristikat, mida mõõdetakse sensoritega. Võnkumise karakteristika muutus võrreldes tühja süsteemiga võimaldab hinnata voolava vedeliku massi ja tihedust. [8]

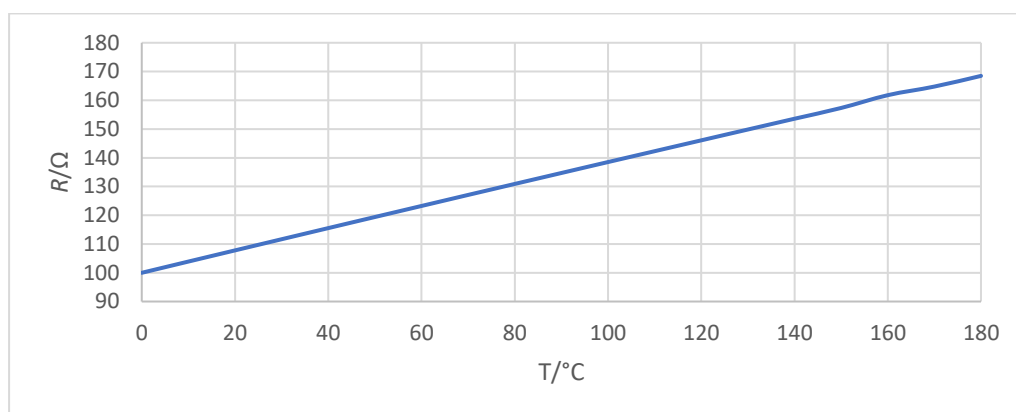
Magnet-induktiivsed voolumõõdjad on erineva konstruktsiooniga, aga nende tööprintsüüp tuleneb Faraday seadusest. Faraday seadus ütleb, et kui voolujuht liigub mingi kiirusega läbi magnetvälja, siis selles indutseeritakse pinge. Magnetiline vooluhulgamõõtja tekitab torus magnetvälja. Vedelikuvoolu torus saab võrrelda lõputu arvu voolujuhtidega, mis liiguvad läbi magnetvälja. Kui magnetväli ja toru läbimõõt on konstantsed, saab sensoritega mõõta vedelikus pinge poolt indutseeritud voolu, mis on lineaarses sõltuvuses voolukiirusega. Magnetilise voolumõõtja piiranguks on, et mõõdetav vedelik peab olema elektrijuht. [8]

Ultraheli vooluandur väljastab ultraheli impulsse. Ühed impulsid vastuvoolu ja teised pärioolu. Mõõdetud impulsside vastuvõtmise viivituse järgi määratakse vooluhulk vedelikus. [8]

1.4. Temperatuuriandurite tööprintsüübid

1.4.1. Plaatina takistustermomeeter

Plaatina takistustermomeeter on temperatuuriandur, mis koosneb ühest või mitmest plaatina takistist, mis on paigutatud kaitsvasse korpusesse, sisemisest elektriskeemist ja välistest terminalidest mõõteseadmete ühendamiseks. Plaatina takisti on plaatina traadist või kilest takisti kindlaks määratud elektriliste omadustega. Plaatina takisti takistus on sõltuvuses temperatuurist (Joonis 2), mistõttu saab takistuse mõõtmisega hinnata ümbritseva keskkonna temperatuuri. [9]



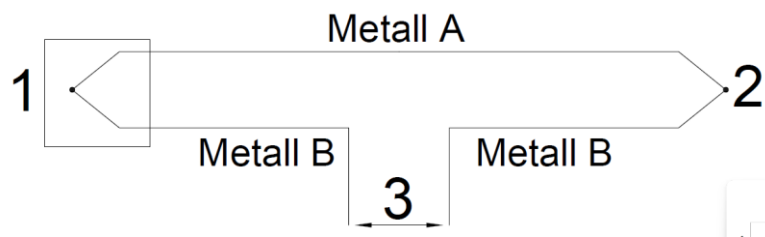
Joonis 2. Plaatina takistustermomeetri PT100 takistuse sõltuvus temperatuurist vahemikus (0 - 180) °C [8]

1.4.2. Termistor

Termistorid on pooljuhtkomponendid, mille takistus sõltub temperatuurist. Termistoride takistus on palju suurem takistustermomeetrite takistusest, mis vähendab ühendusjuhtmete mõju mõõtmise täpsusele. Termistori temperatuuri ja takistuse seos on eksponentsiaalne. [8]

1.4.3. Termopaar

Termopaariga temperatuuri mõõtmine põhineb Seebecki efektil. Kahe erineva metalli eritemperatuuriliste ühenduspunktide vahel tekib madal aga pidev elektromotoorjõud, mida põhjustab metallide elektronkonfiguratsiooni muutus soojusülekanne tulemusena. Mõõdetakse termopaari tööjootekoha ja külmjootekoha (Joonis 3) vahelist pinget, kus külmjootekoha temperatuur on teadaolev referentsväärtus. Mõõdetud pinge on korrelatsioonis temperatuurierinevusega. Termopaari omadused sõltuvad valitud materjalidest. Näiteks J-tüüpi termopaar koosneb rauast ja konstantaanist ja tema soovituslik mõõtevahemik on (0 – 815) °C ja K-tüüpi termopaar koosneb kromelist ja alumelist ning tema soovituslik mõõtevahemik on (-184 – 1260) °C. [8]



Joonis 3. Termopaar. 1 külmjootekoht, 2 tööjootekoht, 3 pinge mõõtmine [8]

1.5. Tasemeandurite tööprintsüübid

1.5.1. Differentiaalrõhu andurid

Differentiaalrõhu andur mõõdab rõhuvahet vedelikufaasi ja gaasifaasi vahel. Rõhk vedelikus sõltub vedelikusamba kõrgusest, vedeliku tihedusest ja raskuskiirendusest. Olukorras, kus vedeliku tihedus ja raskuskiirendus on konstantsed, on vedelikusamba kõrgus ja rõhk lineaarses sõltuvuses (valem 1.1).

$$p = h * \rho * g \quad 1.1$$

kus

p on rõhk
 h on vedelikusammas,
 ρ on tihedus
 g on raskuskiirendus

1.5.2. Juhtivuslik andur

Juhtivuslik andur koosneb kahest (või enamast) vardast, mis on mõõtekeskkonnas. Vardad on ühendatud relee sisendpoolega. Kui vedelikutase ulatab mõlema vardani, siis sulgub elektriahel, mis lülitades relee väljundit tekitab väljundsignaali. Juhtivuslik andur on võimeline tuvastama vedeliku olemasolu kindlates ettemääratud punktides, aga mitte püsivalt mõõtma vedeliku taset.

1.5.3. Mahtuvuslik tasemeandur

Mahtuvuslik tasemeandur toimib kui kondensaator, kus sensori ja metallist anuma sein on kondensaatori elektroodid. Kui sensori ja seina vahel on gaasi asemel vedelik, siis selle dielektriline konstant on suurem. Mahtuvus sõltub elektroodi geomeetriast ja vahemaast nende vahel ning dielektrilisest konstandist ja kuna vedeliku taseme muutudes muutub ainult dielektriline konstant, siis saab mahtuvuse järgi vedeliku taset mõõta. [10]

1.6. Ventiihide tööprintsiihid

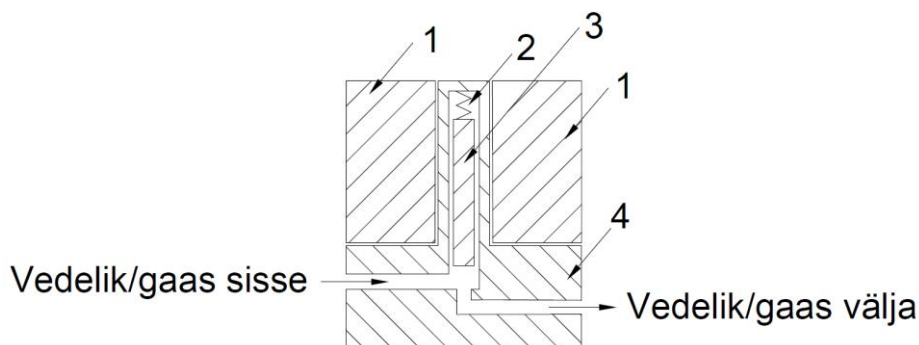
1.6.1. Voolukoefitsient K_v

Voolukoefitsient K_v on voolumaht ühikus m^3/h üle ventiili konkreetsel tingimustel: rõhulang üle ventiili on 0,1 MPa ning voolav vedelik on vesi temperatuurivahemikus (5 - 40) °C. K_v koefitsiendi leidmine on kirjeldatud standardis EVS-EN IEC 60534. [11] K_v koefitsiendi alusel saab hinnata voolu läbi ventiili erinevatel rõhu- ja temperatuuritingimustel. [12]

1.6.2. Solenoidventiil

Solenoidventiil on elektromehaaniline seade, mida kasutatakse vedeliku- või gaasivoolu juhtimiseks. See koosneb liikuvast ferromagneetilisest südamikust (Joonis 4 nr 3), südamikku osaliselt ümbritsevast solenoidist (Joonis 4 nr 1) ja vedrust (Joonis 4 nr 2). Vooluga solenoid toimib elektromagnetina, mis tõmbab ferromagneetilist

südamikku solenoidi tsentri poole (vastupidiselt vedrus mõjuva jõuga, mis tõukab südamikku solenoidi tsentrist eemale). Elektrivoolu puudumisel hoiab vedru klappi suletud asendis ja voolu olemasolul hoiab elektromagnet klappi avatud asendis. [13]



Joonis 4. Lihtsustatud solenoidventiili läbilõige. 1 korpusega solenoid, 2 vedru, 3 südamik, 4 ventiili kere [6]

1.7. Ülerõhu kaitseadmete tööprintsiibid

1.7.1. Kaitseklapp

Kaitseklapp on mehaaniline seade, mis on mõeldud kaitsma süsteeme ülerõhu eest. See on ventiil, mis avaneb automaatselt, kui rõhk ületab eelseatud väärtuse ning püsivad avatuna, kuni rõhk on uuesti alla nimetatud väärtuse. [6]

1.7.2. Murdmembraan

Murdmembraan on ülerõhu vastu kaitsev seade. See koosneb plaadist, mis on liigse rõhu korral ette nähtud purunema, lastes sellega süsteemist liigse rõhu välja. Murdmembraani kasutamisel tuleb silmas pidada, et pärast tema purunemist jääb see avatud asendisse ning see tuleb välja vahetada, mis nõuab aega ja varuosi. [6]

1.8. Piezoelektriliste rõhuandurite tööprintsiiip

Piezoelektriliste rõhuandurite tööprintsiiip põhineb piezoelektrilisel efektil. Sensor on toodetud materjalist, mis rõhust põhjustatud mehaanilisel elastse deformeerumise tulemusel tekitab mõõdetava rõhu suurusest sõltuvas olevas elektripinges tema

kokkusurutavate tahkude vahele. Piezoelektriliste rõhuandurite eelised on kompaktsus, kiire reageerimisaeg ja robustne konstruktsioon. [8]

1.9. Juhtimine ja automatiseerimine

1.9.1. Personaalarvuti

Personaalarvutid (edaspidi PC) on mõeldud mitmekülgseks kasutuseks, ega pole eraldi väljatöötatud tööstusautomaatika seadmeks. PCga on võimalik teostada tööstusautomaatikat, aga siis peab üldotstarbelise operatsioonisüsteemiga paralleelselt töötama reaalaja operatsioonisüsteem, mille eesmärk on täita juhtimisülesandeid eelisjärjekorras, kuna nende täitmine on ajakriitiline. PCd juhivad erinevaid seadmeid üle kommunikatsioonivõrgu ja kasutavad üldjuhul andureid või täiturseadmeid, mis on keerukama ehitusega ja suurema autonoomsusega, võimaldades näiteks enesediagnostikat või -hooldust. [14]

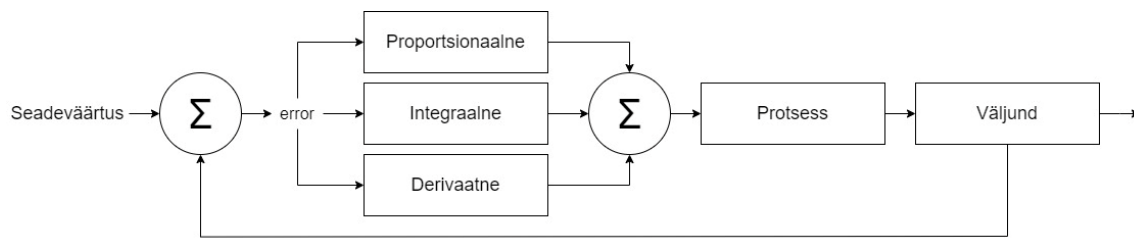
1.9.2. Programmeeritav loogikakontroller

PLC on seade, mis on välja töötatud eriotstarbeliste juhtimisülesannete läbiviimiseks. PLCsid kasutatakse laialdaselt tööstuse automatiseerimiseks. PLC koosneb üldjuhul toiteploki, kesktöötlusseadmest (edaspidi CPU) ja signaalimoodulitest. CPUs käitatakse masina juhtimise programmi. Signaalimoodulid on sisend- ja väljundseadmed binaarsete, digitaal-, ja analoogsignaali saatmiseks ja vastuvõtmiseks. Binaarset väljundsignaali lülitavad transistorid ja releed. Analoogsignaali on kas pinge (näiteks (0 – 10) V või (1 – 5) V) või alalisvoolu signaal (näiteks (4 – 20) mA või (0 – 20) mA). [15]

1.9.3. PID regulaator

Tagasisidestatud juhtsüsteemides on laialdaselt kasutusel PID regulaatorid. PID regulaator võtab tagasisidena juhitava parameetri mõõdetud väärtust ja üritab reguleerida seda ette antud juhtväärtuse suunas (Joonis 5). PID regulaator on nime

saanud kolme muutuja järgi, mida kasutatakse kontrollalgoritis: proportsionaalne, integraalne ja derivatiivne muutuja. [16]

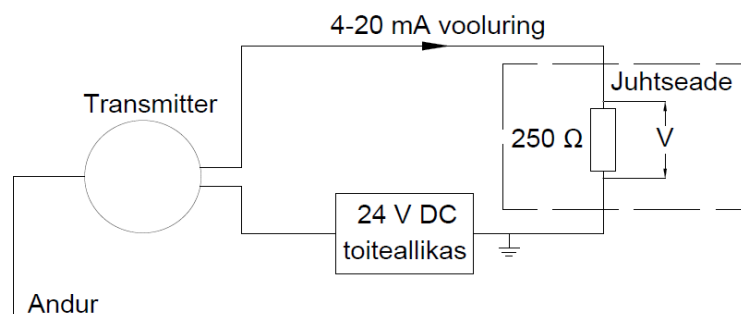


Joonis 5. PID regulaatori plokk skeem [16]

1.9.4. Analoo- ja digitaalsignaali

Süsteemi lihtsuse ning raha kokkuhoiu mõttes on mõistlik seadmete juhtimiseks ja lugemiseks valida üks juhtsignaali standard. Esimene parameeter, mille alusel valik teha, on analoogne või digitaalne andmesidesignaali.

Analoo signaalide puhul on valida referentspinge ja -voolu vahel. Pinge signaali on kergem mõõta, aga signaal võib pikema edastusmaa puhul muutuda pingelangude tõttu juhtmetes, elektriliste häiringute või temperatuurikõikumiste tõttu. Seetõttu tuleks eelistada alalisvoolusignaali.



Joonis 6. (4 – 20) mA analoo signaali ahel [6]

Alalisvoolusignaali saab lihtsustatud mõõtmise eesmärgil takistiga muundada pingeks. (Joonis 6) Analoo signaal on pidev ning signaali töötlev seade saab seda pidevalt mõõta. (4 – 20) mA alalisvoolusignaali miinimumpunktiks on 4 mA voolutugevusega signaal. See võimaldab tuvastada ühenduse katkemist mõõteseadmega, kuna 0 mA signaali ei kasutata signaali edastamiseks, vaid esineb ainult tõrke korral. [6] [8]

Digitaalse signaali peamine eelis on, et info liigub kahes suunas. See tähendab, et distantisilt saab mõõteseadmeid ka seadistada. Mõned näited digitaalsetest

andmevahetus standarditest on Modbus, Foundation Fieldbus ja Profibus. Digitaalse juhtsignaaliga seadmed on tihti suurema autonoomsusega, töötlevad juba enne signaali edastust mõõteväärtust, seda näiteks siludes või keskmistades. Digitaalse kommunikatsiooniga seadmed on üldiselt kallimad, kui analoogsignaali seadmed. [6] [8]

HART protokoll on hübriid digitaal- ja analoogsignaalist. Moodustatakse analoogsest ja digitaalsest signaalist liitsignaali, nii et mõlemad saab samaaegselt edastada ühte juhtme paari kasutades. [6] [8]

1.9.5. Temperatuur

Reaktori temperatuuri reguleerib termostaat Huber CC 508. Termostaadi küttevõimsus on 3 kW ja jahutusvõimsus on 1,5 kW (juhul kui temperatuur on suurem kui 0°C). Termostaadi temperatuurivahemik on (-55 – 200) °C. Temperatuurikandeagent on silikoonõli. [17]

Termostaadile tuleb ette anda seadeväärtus ja hetketemperatuur. Neid saab termostaadile edastada (4 – 20) mA analoogsignaali, kasutades Huberi Com.G@te nimelist lisamoodulit. Edasine reguleerimine toimub termostaadi enda regulatsioonisüsteemiga. [17]

1.9.6. Pumbad

Pumpadega pumbatakse lämmastikhapet ja P-V suspensiooni. Pumbad on LEWA toodang mudel LEB1. Pumpa tootlikus on kuni 7,54 l/h ja suudab rõhku tõsta kuni 1,5 MPa. Pumba ajam on asünkroonmootor võimsusega 0,18 kW. Mootori kiirust juhitakse sagedusmuunduriga Danfoss FC301. Sagedusmuunduri saab seadeväärtust ette anda analoogsignaali (4 – 20) mA. [18]

1.9.7. Inim-masin liides

Inim-masin liides (inglise keelne *human machine interface*, edaspidi HMI) võimaldab operaatoril juhtida tööstus- ja protsessikontrolliseadmeid kasutades selleks graafilist kasutajaliides. [19]

2. KASUTATAVAD METOODIKAD

2.1. Kirjanduse ülevaade

Selle töö koostamisel kasutati asjakohaseid teadusartikleid ja erialakirjandust. Lisaks koguti infot uuritavate seadmete andmelehtedest ja kasutusjuhenditest.

2.2. Võrdlusmeetod

Võrdlusmeetodit kasutatakse otsuse tegemiseks. Selleks võrreldakse eelnevalt valitud asjakohaste kriteeriumite alusel erinevaid vaatluse all olevaid objekte. Otstarbekas on seda teha tabeli kujul, mis kõrvutab ülevaatlikult nimetatud kriteeriumeid.

2.3. Riski hindamise meetodika

Riski hindamiseks võeti aluseks rikke režiimide ja efektide analüüsis (inglise k *failure mode and effects analysis*) kasutusel olevat riskiprioriteedi numbri meetodit (inglise k *risk priority number, edaspidi RPN*). RPN väljendub arvulise väärtusena, mis leitakse kolme parameetrit arvesse võtva valemi alusel (valem 2.1).

$$RPN = S \cdot O \cdot D \quad 2.1$$

S – raskusaste (inglise k severity)

O – esinemine (inglise k occurrence)

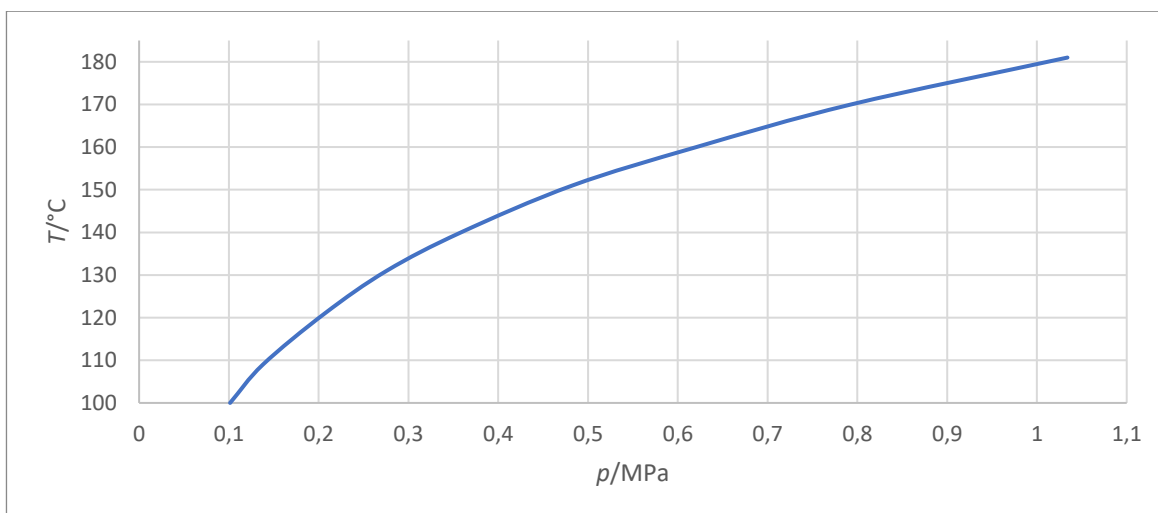
D – tuvastamine (inglise k detection)

Kordajad väljendatavad mõju arvulise väärtusena ühest kuni kümneni, kus üks on väikseim mõju ja kümme on suurim. Raskusaste arvestab rikke mõju protsessile või süsteemile. Kordaja esinemine võtab arvesse rikke esinemise tõenäosust. Prototüüpreaktor ei tööta pidevalt, vaid sellel viiakse läbi lühemaid katseid. Esinemise kordaja iseloomustab peamiselt võimet pikaajaliselt töötada ilma tõrgeteta ning pole selle töö raames oluline. Kordaja tuvastamine võtab arvesse võimet viga tuvastada enne, kui see avaldab protsessile või süsteemile negatiivset mõju. Pärast RPN arvu leidmist, siis

leitakse arvu suuruse prioriteetsuse järjekorras võimalikele riketele riski vähendavad meetmed. [20]

2.4. Keemistemperatuuri-rõhu karakteristik

Vee keemistemperatuur sõltub rõhust (Joonis 7). Rõhu tõustes tõuseb ka vee keemistemperatuur. [21] Seda saab ära kasutada reaktori temperatuuriandurite ja rõhuandurite korrasoleku kontrollimiseks. Keeva vee temperatuuri ja rõhu samaaegselt mõõdetud tulemusi teoreetiliste väärtustega võrreldes saab järeldada, kas andurite väärtused on korrektsed.



Joonis 7. Vee keemistemperatuuri sõltuvus rõhust [21]

2.5. Lazenby meetod tasemeandurite valimiseks

Taseme mõõtmiseks on väga palju alternatiive. Valiku kitsendamiseks pakub Lazenby välja üldistatud kontrollküsimused. Küsimustele antavatele „jah“ ja „ei“ vastustele on vastavusse pandud järeldused, mis aitavad välistada sobimatuid seadmeid. [22]

3. LÄHTEÜLESSANNE

Selle töö eesmärk on luua oksüdatsioonireaktori prototüübile juhtimissüsteem, mis võimaldab reaktorit ohutult käitada ning reaktsiooni kulgu valitud parameetrite alusel jälgida.

3.1. Mõõtekeskkonna parameetrid

Mõõtekeskkonna parameetrid määravad, milliseid piiranguid tuleb arvesse võtta andurite valikul. Piiranguid võivad seada temperatuur, rõhk, happeline keskkond ning P-V suspensioonis olev hõljum.

Kõik töös välja toodud rõhu väärtused on absoluutrõhud ehk rõhk täieliku vaakumi suhtes.

Reaktor on mõeldud töötama rõhul kuni 1,1 MPa, aga reaktor on tootja poolt testitud pidamaks vastu kuni 1,5 MPa. Reaktsiooni ajal võib esineda planeerimata rõhukõikumisi, mille tõttu tuleks kõrgem rõhu väärtus võtta mõõtmise minimaalseks ülempiiriks.

Enne reaktorit on kõik süsteemi osad toatemperatuuril. Reaktoris viib eksotermiline reaktsiooni ja kütmine temperatuuri maksimaalselt kuni 180 °C. Pärast reaktorit on jahuti, mis viib reaktsioonivedeliku ja gaasid alla 40 °C.

Keskkond on tugevalt happeline (lämmastikhape) ja korrosiivne. Laboratoorsel skaalal katsete käigus on tuvastatud, et reaktori kuumas tsoonis peab kasutama reaktsiooniseguga kokkupuutuvate komponentide materjalina titaani. Teised testitud materjalid näiteks roostevaba teras (AISI 304 ja 316) ega Hastelloy ei pea keskkonnale vastu.

3.2. Töö eesmärgid

Prototüüpreaktori juhtimis süsteemi loomiseks on vaja seada selged eesmärgid (Tabel 2), mis vajavad töö käigus lahendamist. Tuleb reguleerida erinevaid parameetreid, teha reaktsiooni protsess jälgitavaks, tuvastada ning maandada juhtsüsteemist tulenevad riskid. Reaktori käitamine peab olema ohutu.

Tabel 2. Töö eesmärgid

| |
|--|
| Happe voolu reguleerimine |
| P-V suspensiooni voolu reguleerimine |
| Temperatuuri reguleerimine |
| Separaaatori taseme reguleerimine |
| Rõhu reguleerimine |
| Gaasiproovi võtmise võimalus |
| Õhuvoolu reguleerimine |
| Reaktsiooni protsessi jälgitavus |
| Riskide tuvastamine |
| Riskide maandamismeetmete väljatoomine |

3.3. Juhtimise parameetrid

Selleks, et reaktsiooni tingimused reaktoris oleksid õiged, tuleb erinevaid parameetreid juhtida (Tabel 3).

Tabel 3. Juhtimis parameetrite ülevaade

| Reaktsiooni parameeter | Juhitav parameeter | Reguleerimisviis | Vahemik | Ühik |
|---|----------------------------|------------------------------------|----------|--------------------------|
| Reaktori temperatuur | Mantli temperatuur | Termostaadi seadeväärtus | 0 - 180 | °C |
| Rõhk reaktoris | Vool läbi gaasiventili | Ventiili lahtiolekuaeg | 0 - 1,5 | MPa |
| Separaaatori tase | Vool läbi vedelikuventili | Ventiili lahtiolekuaeg | 0 - 400 | mm |
| Viibimisaeg ning happe ja P-V suspensiooni suhe | P-V suspensiooni vooluhulk | Pumba kiirus | 0 - 10 | kg/h |
| | Happe vooluhulk | Pumba kiirus | 0 - 10 | kg/h |
| Segamise intensiivsus | Õhuvool | Massivoolukontrolleri seadeväärtus | 0 - 3000 | STP cm ³ /min |

Reaktsiooni kulgu mõjutavad parameetrid on temperatuur, rõhk, viibimisaeg reaktoris ja happe ning P-V suspensiooni suhe. Reaktsiooni parameetrid ei vasta üks-ühele juhtimis parameetritele. Neid ei saa otseselt juhtida, vaid tuleb mõjutada muutes teisi parameetreid. Reaktsiooniparameetritele lisanduvad veel reaktsiooni välised seadme toimimiseks vajalikud parameetrid, antud juhul separaatori vedelikutase.

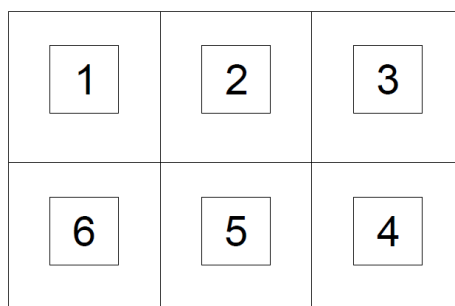
4. OHUTUSE TAGAMINE

Ohutuste tagamiseks tuleb reaktoriga töötades kasutada korrektseid töövõtteid. Reaktsioon toimub kõrgetel temperatuuridel ja atmosfäärist kõrgema rõhu all ning reaktori sisu on söövitav. Ühtlasi on süsteem kompleksne ja operaatori tähelepanematusel võib tekkida soovimatuid olukordi. Seetõttu tuleb ohtude maandamiseks võtta kasutusele lisameetmed.

4.1. Tõmbekapp

Prototüüpseade peab olema paigutatud tõmbekappi, et tagada tööohutus. Tõmbekapp peab vastama kriteeriumitele, mis on seatud standardis EVS-EN 14175.

Tõmbekapi põhja paigutati kuus 100 liitrist lekkevanni. Iga lekkevanni maht on suurem kui ühe prototüüpreaktori katse kogumaht. Katsete käigus on vedeliku kogumaht kuni 60 liitrit. Lekkevannid jaotavad tõmbekapi tinglikult kuueks, seda puhastamise hõlbustamiseks ja ohutuse tagamiseks (Joonis 8). Iga protsessi osa on eraldi lekkevanni kohal, et mitme samaaegse lekke korral lekkinud vedelikud teineteisest eraldada. Vajadusel tuleks tõmbekappi paigutada andurid, et jälgida lekkevannide täitumist ja ventilatsiooni töötamist.



Joonis 8. Seadmete üldpaigutus tõmbekapis lekkevannide suhtes pealtvaates. 1 P-V suspensiooni mahuti, 2 happe ja P-V suspensiooni pumbad, 3 happe anum, 4 reaktor, 5 separaator, 6 lõpp produkti kogumisanum

4.2. Ülerõhu vastane kaitse

Veaolukorral võib tekkida vajadus lasta reaktorist välja liigne rõhk. Rõhk, mis ületab 1,5 MPa võib tekitada ohtliku olukorra näiteks vigastades seadmeid, tekitades ohtlikke lekkeid või äärmuslikes olukordades plahvatust, siis peab liigsele rõhule reageeriv süsteem olema töökindel.

Liigne rõhk süsteemis võib tekkida väljundventiilide ummistumisest või automaatika tõrkest (muuhulgas voolukatkestuse korral), aga ka kui reaktsioon muutub autokatalüütiliseks. Sellistel puhkudel saab loota ainult mehaanilisele lahendusele, sest pole otstarbekas elektrikatkestuse tarbeks luua varugeneraatoreid ega akupankasid.

Ülerõhu vastaseid seadmeid tuleks paigaldada kaks. Üks, mis asub gaasifaasis, ja teine, mis asub vedelikufaasis. Gaasifaasi tuleks paigaldada kaitseklapp ning vedelikufaasi murdmembraan. Gaasifaasi kaitseklapp tuleks seadistada natuke madalamale rõhule, kui vedeliku faasis olev murdmembraan. Nii avaneb väiksema rõhukõikumise puhul gaasifaasi kaitseklapp esimesena. Ühtlasi on gaasi ohutum süsteemist välja lasta, kui vedeliku. Kaitseklappi ja murdmembraani kombineeritakse, sest kui kaitseklapp laseb süsteemist välja liigse rõhu ning sulgub siis uuesti, siis murdmembraan laseb kogu vedeliku süsteemist välja ja lõpetab sellega ohtlikult kulgeva reaktsiooni. Tuleb arvestada, et kui murdmembraan avaneb, ei saa seda uuesti sulgeda ning protsess seiskub, kuni membraan on vahetatud. Vedelikufaasis asuva murdmembraani avanemisel tuleb reaktorist välja kuni 180-kraadine happeline vedelik, mis rõhu langedes hakkab keema. Ohtlike aurude vältimiseks, tuleb reaktsioonivedelik koheselt jahutada alla 100 °C. Selleks suunatakse reaktsioonivedelik veega täidetud kogumisanumasse. Temperatuuri alandamiseks piisab 4,6 kg veest (Lisa 1), aga väljuva vedeliku kiiruse tõttu on soovitatav mitmekordne kogus, et tagada reaktsioonivedeliku ja vee parem segunemine.

4.3. Tühjendusventiilid

Reaktori tühjendamiseks ja hooldamiseks on tarvis tühjendusventiile. Peale reaktori hooldusfunktsiooni võimaldavad need ka ohtlikult kulgevat reaktsiooni manuaalselt katkestada, tühjendades läbi nende reaktori. Operaatori ohutuse tõttu peavad nad

olema avatavad tõmbekapist väljaspool. Ventili avamisel tuleb reaktorist välja kuni 180 kraadine happeline vedelik, mis rõhu langedes hakkab kohe keema. See tuleb lahendada nagu kirjeldatud peatükis 4.2.

4.4. Tagasilöögi klapp

Tagasilöögiklapp on ventiil, mis laseb vedelikul või gaasil liikuda ainult ühes suunas. [6] Tagasilöögiklapp tuleks paigutada süsteemi sisendtorustikule nendes kohtades, kus on oht, et mingi seadme tõrke puhul võib reaktsioonivedelik süsteemist väljuda.

5. MÕÕTMISED

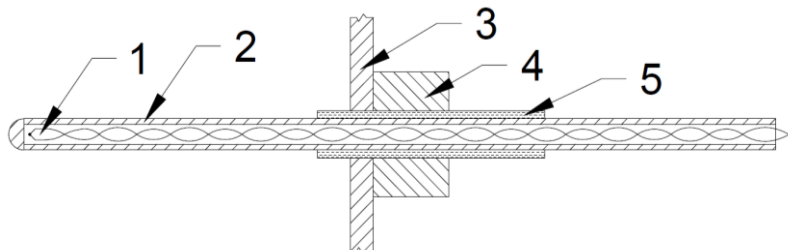
Mõõtmisi on vaja läbi viia kahel eesmärgil. Esiteks on vaja mõõtmisi läbi viia tagasisidestatud juhtimise võimaldamiseks. Teiseks, et jälgida reaktsiooni selle uurimise eesmärgil. Mõõtmisi (Tabel 4) tuleb läbi viia pidevalt reaktori töötamise ajal.

Tabel 4. Mõõdetavate parameetrite ülevaade

| Parameeter | Vahemik | Ühik |
|--------------------------------------|---------|------|
| Reaktori temperatuur (kuues punktis) | 0 - 180 | °C |
| Rõhk | 0 - 1,6 | MPa |
| Separatori vedelikutase | 0 - 400 | mm |
| Vedeliku vool (mõlema pumba järel) | 0 - 10 | kg/h |

5.1. Temperatuur

Temperatuuri mõõdetakse reaktori sees kuues punktis reaktori keskteljel. Temperatuuriandurid peavad olema võimalikult väikesed, et mitte takistada reaktsioonisegu segamist reaktori sees. Temperatuurivahemik on (0 – 180) °C.



Joonis 9. Temperatuurianduri pesa. 1 termopaar, 2 titaantoru, 3 reaktori sein, 4 kinnitus, 5 PTFEst isolatsioon

Keskkonna agressiivsuse tõttu, ei ole võimalik anduri otsene kokkupuude reaktsioonivedelikuga. Selle tõttu paigaldati andur pesasse. Pesa on otsast kinni keevitatud titaantoru siseläbimõõduga 2,5 mm (Joonis 9) Temperatuurianduri valiku tegemiseks koostati võrdlev tabel (Tabel 5). Valituks osutus termopaar odavama hinna ja väiksemate mõõtmete tõttu, mis lihtsustab paigaldust.

Esiolgu prooviti paigutada temperatuuriandur 6 mm välisläbimõõdu ja 1 mm seinapaksusega titaantorusse, aga soojusülekanne reaktori küttemantlist oli liiga suur ning see hakkas mõjutama mõõtetulemust. Soojusülekanne mõju temperatuuri mõõtmisele tuvastati peatükis 2.4 kirjeldatud meetodiga. Temperatuuriandurid

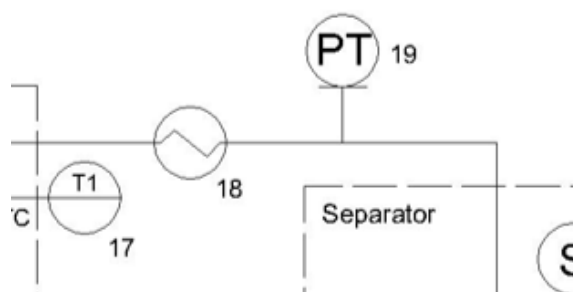
näitasid keemistemperatuurist kõrgemaid väärtusi ning olid sõltuvuses küttemantli temperatuurist. Seetõttu vahetati 6 mm välisläbimõõduga titaantorru 4 mm välisläbimõõdu ja 0,75 mm seinapaksusega titaantorru vastu, millele pandi läbiviigu kohale PTFEst isolatsioon (Joonis 9). Uues taskus saab anduri läbimõõt olla maksimaalselt 2,5 mm. Isoleeritud taskuga korrati vee keemispunkti mõõtmist ning temperatuuriandurite väärtus näitas nüüd keemistemperatuuri ega sõltunud küttemantli temperatuurist.

Tabel 5. Temperatuuriandurite võrdlus [8]

| | Platina takistustermomeeter | Termistor | J-tüüpi termopaar |
|---------------------|-----------------------------|--------------------|--------------------|
| Temperatuurivahemik | (-240 – 649) °C | (50 – 150) °C | (0 – 815) °C |
| Mõõtmed | Keskmiselt suurem | Keskmiselt väiksem | Keskmiselt väiksem |
| Hind | Keskmine | Keskmiselt kallim | Keskmiselt odavam |
| Täpsus | ±0,36 °C | ±0,036 °C | ±2,7 °C |

5.2. Rõhk

Süsteemi rõhku mõõdetakse süsteemi kõrgeimast punktist (Joonis 10), kus on gaasiline keskkond. Gaasiline keskkond vähendab andurit ühendava torustiku ummistumise ohtu. Maksimaalne rõhk süsteemis ei tohi ohutuse tõttu ületada 1,5 MPa, järelkult on see sobilik rõhu mõõtmevahemiku minimaalseks ülempiiriks. Alampiiriks on 0,1 MPa. Juhtsüsteemi loomise seisukohast võib seade mõõta nii suhtelist, kui absoluutset rõhku. Mõõtekeskkonna korrosiivsuse ja kõrgete temperatuuride tõttu, tuleb rõhku mõõta pärast jahutit.



Joonis 10. Rõhuanduri paigutus. Väljavõte joonisest 1

Rõhuanduri valimise algkriteerumid on mõõtevahemik (0 - 1,6) MPa ja väljund analoogsignaali (4 - 20) mA (analoogsignaali valik põhjendatud peatükis 7).

Kõik kolm kaalutud rõhuanduri alternatiivi (Tabel 6) sobivad kasutuseks antud protsessis. Hastelloy C on lämmastikhappele vastupidavam, kui roostevaba sulam 316. Seetõttu kasutatakse protsessis Aplisens PCE-28 rõhuandurit. [6]

Tabel 6. Rõhuanduri valimise kriteeriumid [23] [24] [25]

| Tootja | Aplisens | Labom | Wika |
|--------------------------|----------------------|-----------------------|------------------------|
| Mudel | PCE-28 | CB60 | IS-3 |
| Täpsus | 0,2% mõõtevahemikust | 0,2 % mõõtevahemikust | 0,25% mõõtevahemikust |
| Pikaajaline stabiilsus | ±0,1% aastas | Pole teada | ±0,2% aastas |
| Temperatuurivahemik | (-40 – 130) °C | (10 – 80) °C | (-40 – 200) °C |
| Märguvate osade materjal | Hastelloy C | Roostevaba sulam 316L | Roostevaba sulam 316Ti |

5.3. Separatori taseme mõõtmine

Peatükis 3.4 kirjeldatud Lazenby koostatud kontrollküsimumuste alusel välistati mitmed tasememõõtjad (Lisa 7). Järele jäänud tööprintsipidest võeti vaatluse alla kolm alternatiivi: differentiaalarõhuandur, mahtvuslik andur ja juhtivuslik andur. (Tabel 7). Igast tüübist vaadeldi ühte konkreetset mudelit.

Tasemeanduri valimise algkriteeriumid on mõõtevahemik (0 - 400) mm ja väljund analoogsignaali (4 - 20) mA (analoogsignaali valik põhjendatud peatükis 7).

Tabel 7. Eri printsipi alusel töötavate rõhuandurite võrdlustabel [10] [26] [27]

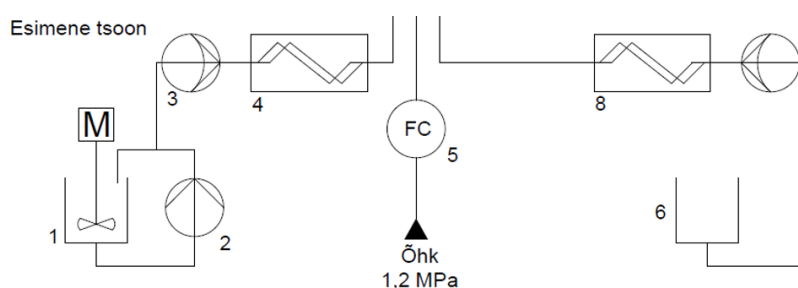
| Tööprintsip | Differentiaalarõhuandur | Mahtvuslik andur | Juhtivuslik andur |
|-----------------|-------------------------|-----------------------|----------------------------|
| Mudel | Pre-28.SMAR PD | Vegacal 63 | Profimess KS-03 |
| Märguv materjal | Hastelloy C | PTFE | PTFE |
| Taseme mõõtmine | Pidev skaala ulatuses | Pidev skaala ulatuses | Maksimum ja miinimum punkt |
| Väljundsignaal | (4 - 20) mA | (4 - 20) mA | Sisse-välja lülitus |

Valiku tegemisel eelistati pideva tasememõõtmisega andureid. Pideva tasememõõtmise korral saab ühtlustada vedeliku väljavoolu süsteemist, mis võimaldab täpsemini mõõta produkti hulka ajaühikus. Esimesena valiti protsessis kasutamiseks mahtvusliku andurit Vegacal 63. Mahtvuslikku andurit eelistati differentiaalarõhuandurile, sest viimase ühendamiseks süsteemiga oli vaja paigaldada torude süsteem, milles kahtlustati ummistumise ohtu. Valik osutus valeks, kuna

protsessivedelik kleepus anduri külge ning andur näitas pidevalt maksimaalselt saavutatud vedeliku taset. Seetõttu võeti kasutusele differentsiaalrõhuandur. Käitamise tulemusena selgus, et torustik ei ummistunud.

5.4. Vedeliku vooluhulga mõõtmine

Süsteemi siseneb kaks vedeliku voogu (Joonis 11): lämmastikhappe ja P-V suspensioon. Suspensioon on väikeste tahkete põlevkivi osakestega (suurus väiksem kui 50 µm läbimõõdus) vesi. Sisenevad vooluhulgad määravad viibimisaja reaktoris ehk reaktsiooni toimumise aja ning P-V suspensiooni ja lämmastikhappe suhte.



Joonis 11. Sisenevad vedelikuvood. Väljavõte joonisest 1

Katsetati pumbatava mahu juhtimist eelnevalt kalibreeritud pumbakõvera järgi. Reaktsioonist väljunud reaktsioonivedeliku mõõtmiste tulemusena järeldus, et reaktsiooni siseneva vedeliku kogus oli ebaühtlane. Pumbatava P-V suspensiooni osakesed tekitavad rõhu vastu pumbates pumba pea tagasilöögiklappides nii suurt ebatäpsust, et on vaja vedeliku hulka pärast pumba mõõta. Kuigi happepumba juhtimine eelnevalt kalibreeritud pumbakõvera järgi oleks võimalik, otsustati suurema täpsuse huvides siiski mõlemast pumbast väljuva vedeliku voogu mõõta.

Tabel 8. Eri vooluandurite vooluhulgad [8]

| Vooluanduri tüüp | Coriolis | Magnet-induktiivne | Ultraheli |
|-----------------------------------|------------------|-----------------------|--------------------|
| Vooluhulkade vahemikud andmelehel | (0 – 28000) kg/h | (0,04 – 378000) l/min | (0,3 – 15) m/s |
| Vooluhulkade vahemik | (0 – 28000) kg/h | (3,8 – 36288000) kg/h | (0,22 – 10,9) kg/h |
| Minimaalne mass/tunnis | 0 | ~3,8 kg/h | 0,22 kg/h |

Paljud vooluandurid jäid valikust kõrvale, kuna nendega ei saa mõõta suspensioone, näiteks vooluhulga keerisandur, düüsi- ja turbiinvooluandurid. [8] Minimaalsest

vooluhulgast tulenevast piirangu (Tabel 8) tõttu jäi valik Coriolis või ultraheli vooluandurite vahele. Ükski tarnija ei suutnud pakkuda reaktori konstruktsioonile vajaliku 6 mm läbimõõduga sisendtorule ultraheli vooluandurit, nii et valituks osutus Coriolis vooluandur.

6. PROTSESSIDE JUHTIMINE

6.1. Õhuvool

Õhuvoolul on kaks eesmärki. Esiteks segab gaasivool reaktori sees olevat vedelikku. Teiseks on õhus sisalduv hapnik vajalik reaktsiooni toimimiseks. Sisendina on antud vajalikuks õhuvooluks kuni 3000 STP cm³/min rõhul 1,1 MPa.

Õhuvoolu sisenevale liinile õhuvoolu regulaatori ja reaktori vahele paigaldati tagasilöögiklapp (peatükk 4.4). See kaitseb regulaatorit ja operaatorit olukorras, kus toiteõhu surve peaks langema madalamale, kui on reaktori rõhk.

Õhuvoolu juhtimiseks tuleb mõõta õhuvoolu ning selle mõõtmise põhjal õhuvoolu reguleerida (Tabel 9). Lihtsuse mõttes on valiti integreeritud seade massivoolukontroller, mis nii mõõdab kui ka reguleerib.

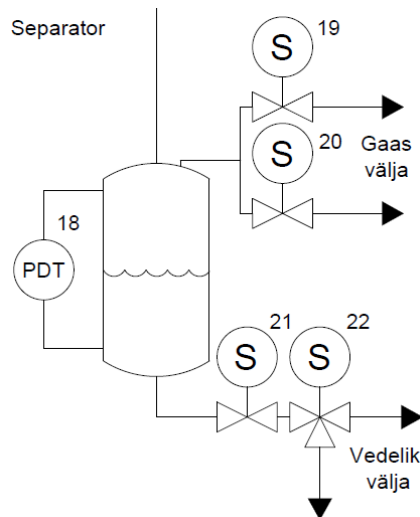
Tabel 9. Massivoolu kontrollerite võrdlustabel [28] [29] [30]

| Tootja | Sierra instruments | Bronkhorst | Brooks insturment |
|---------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|
| Mudel | SmartTrack 100 | FLEXI-FLOW Compact S500 | Quantim QMC |
| Reguleerimisvahemik | (0 – 5000) STP cm ³ /min | (0 – 5000) STP cm ³ /min | (0 – 2955) STP cm ³ /min |
| Maksimaalne rõhk | 3,4 MPa | 1,6 MPa | 3,4 MPa |
| Hind | Keskmiselt odavam | Keskmine | Keskmiselt kallim |

Kõik kolm vooluandurit sobivad, hinna järgi valiti Sierra insturments SmartTrack 100.

6.2. Separaator

Süsteemist peavad reaktsioonivedelik ja -gaas väljuma eraldiseisvalt. Need eraldatakse separaatoris (Joonis 12), mis asub rõhu all oleva süsteemi lõpus. Reaktsioonisegu siseneb separaatorisse läbi kaane. Separaatoris hoitakse operaatori poolt määratud vedeliku taset. Vedelikust eraldunud gaas lastakse separaatorist välja läbi kaanes oleva ventiili ja vedelik lastakse välja läbi põhjas asuva ventiili.



Joonis 12. Separaatore skeem. Väljavõtte joonisest 1

6.2.1. Rõhu reguleerimine ja gaasiventili valik

Kogu süsteemi rõhku reguleeritakse liigse gaasi väljutamisega separaatorist. Stabiilse rõhu saavutamiseks peab tavatalitluse juures separaatorist väljuma (1000 - 20000) STP cm³/min gaasi. Protsessi stabiilsuse jaoks oleks pidev gaasivool kõige parem. Seda saaks lahendada proportsionaalventiiliga. Turult ei leitud küllalt madala vooluhulgale mõeldud proportsionaalventiili. Perioodiliselt lahti olev ventiil peab avanema ja sulguma kiiresti, et võimaldada täpset voolujuhtimist ka madalate voolude korral. Selle tõttu valiti solenoidventiili. Ventiiliksi on normaalselt suletud 2/2 otsejuhtimisega solenoidventiil.

Tabel 10. Gaasiventili valiku solenoidventiilide võrdlustabel [31] [32] [33]

| Tootja | Bürkert | ASCO | ASCO |
|--------------------------|----------------------|---------------------------|---------------------------|
| Mudel | 0331 | L172 | 262 |
| Avamisaeg (ms) | 20 | 10 | 25 |
| Sulgemisaeg (ms) | 20 | 10 | 25 |
| Märguvate osade materjal | Roostevaba teras 316 | Roostevaba teras AISI 316 | Roostevaba teras AISI 304 |
| | FFKM | Vask | PTFE |
| | - | - | Hõbe |
| Hind | Keskmiselt kallim | Keskmiselt odavam | Keskmiselt odavam |
| K_v koefitsient | 0,08 | 0,05 | 0,05 |

Süsteemi rõhu reguleerimise võimaldamiseks peab ventiilist läbi laskma maksimaalselt 20000 STP cm³/min gaasi. Sellisel juhul peab ventiili K_v koefitsient (peatükk 1.6.1) olema vähemalt 0,0083. Ventiili maksimaalseks K_v koefitsiendi väärtuse leidmiseks valiti läbilaske võime, kus ventiil on lahti 1% ajast ja ventiili läbib 1000 cm³/min STP, mis iseloomustab hästi madalaimat vajalikku gaasivoolu reaktoris. Minimaalseks K_v koefitsiendiks saadi 0,15. Arvutused on välja toodud Lisas 3.

Juhtimise aspektist sobiks kõik kolm võrdlustabelis (Tabel 10) välja toodud ventiili, aga märguvate materjalide parema keemilise sobilikkuse tõttu reaktsioonigaasidega valiti ventiili Bürkert 0331.

Gaasiproovi võtmiseks peab olema võimalus. Reaktorist tulevat gaasi on vajalik analüüsida, kuna sellest saab teha järeldusi reaktsiooni toimimise kohta. Gaasivoolu *in-line* analüsaatorite hind on liiga suur. Seetõttu tuleb gaasiproovi võtta perioodiliselt. Gaas kogutakse kotti, mis viiakse analüüsi tegemiseks mujale. Selleks on gaasi väljundisse pandud lisa solenoidventiil. Juhtpaneelilt saab rõhuregulatsiooni ümber lülitada põhiventiliilt proovivõtmisventiilile. (Joonis 12 nr 19) Gaasikotid ei kannata ülerõhku, see tõttu peab juhtpaneeli lülitus olema kiire päästmisega, et koti täitumisel saaks koheselt tagasi lülitada põhiventilli režiimile.

6.2.2. Separaatori vedeliku väljund ja vedelikuventiili valik

Separaatori taseme hoidmiseks tuleb süsteemist välja lasta vähemalt 31 l/h vedelikku. Väärtuse määrab pumpade maksimaalne tootlikus. Sellisel juhul peab

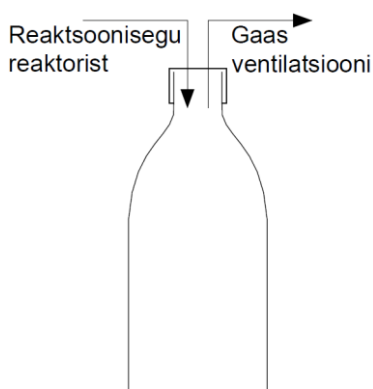
Tabel 11. Vedelikuventiili valiku solenoidventiilide võrdlustabel [31] [32] [33]

| Tootja | Bürkert | ASCO | ASCO |
|--------------------------|----------------------|---------------------------|---------------------------|
| Mudel | 0331 | L172 | 262 |
| Avamisaeg (ms) | 20 | 10 | 25 |
| Sulgemisaeg (ms) | 20 | 10 | 25 |
| Märguvate osade materjal | Roostevaba teras 316 | Roostevaba teras AISI 316 | Roostevaba teras AISI 304 |
| | FFKM | Vask | PTFE |
| | - | - | Hõbe |
| Hind | Keskmiselt kallim | Keskmiselt odavam | Keskmiselt odavam |
| K_v koefitsient | 0,08 | 0,05 | 0,05 |

ventiili K_v koefitsient (peatükk 1.6.1) olema vähemalt 0,013. Ventili maksimaalseks K_v koefitsiendi väärtuseks valiti läbilaske võime, kus ventiili läbib 1% separaatori kogumahust minutis juhul, kui ventiil on lahti 1% ajast. See on sobilik iseloomustamiseks minimaalset vajalikku vedelikuvoolu läbi ventiili. Sellest tuleneb maksimaalne lubatud K_v koefitsient 0,48. Arvutused on välja toodud Lisas 2. Ventiliiks on normaalselt suletud 2/2 otsejuhtimisega solenoidventiil.

Juhtimise aspektist sobiks kõik kolm võrdlustabelis (Tabel 11) välja toodud ventiili, aga märguvate materjalide parema keemilise sobilikkuse tõttu reaktsioonivedelikuga valiti ventiili Bürkert 0331.

Vedeliku proovi võtmiseks on paigaldatud vedelikuventiili järgi suundventiil (Joonis 12 nr 22), mis juhib süsteemist väljuvat vedelikku proovivõtmise ajal eraldi anumasse. Ventiliiks on 3/2 otsejuhtimisega solenoidventiil. Anum on suletud 0,5 liitrine proovivõtupudel (Joonis 13), kuhu juhitakse reaktsioonivedelik läbi korgi. Pudel on gaaside välja juhtimiseks ühendatud ventilatsiooniga. Kuna Bürkert 0331 tootesarjas oli olemas ka 3/2 ventiil, siis valiti vedeliku väljundventiiliga samasse sarja kuuluv ventiil, kuna see vähendab vajalike varuosade arvu.



Joonis 13. Vedeliku proovipudel

6.2.3. Pooljuht relee

Solenoidventiilide lülitamiseks valiti pooljuht relee, kuna mehaanilise relee maksimaalsete lülituste arv on palju madalam, kui pooljuhtreleel. Näiteks Unitronics Unistream USC-B10-TR22 relee maksimaalne lülituskordade arv on 100000. Juhul, kui lülitada sellega solenoidventiili kord sekundis, teeb see relee elueaks 28 tundi. [34]

7. AUTOMATISEERIMINE

Protsessi automatiseerimiseks valiti PLC (peatükk 1.9.2). PLC on tööstuslahenduste automatiseerimisel laialdaselt kasutusel ning selleks spetsiaalselt välja töötatud. See võimaldab protsessi juhtida ning modulaarse ülesehituse tõttu ka paindlikult ja kiirelt süsteemi vajadusel täiustada. Alternatiivina kaaluti PC (peatükk 1.9.1) kasutust süsteemi juhtimiseks, aga see eeldab kõrgema keerukusega ja sellest tulenevalt kallimaid täiturseadmeid ja andureid. Ühtlasi on tarkvaraline seadistus komplitseeritum.

Sisend ja väljundsignaali standardiks valiti (4 - 20) mA analoogsignaali (peatükk 1.9.4). See on paljudel juhtudel odavam kui digitaalsed alternatiivid. Ühtlasi võimaldab see signaali katkemist kergesti tuvastada, kuna siis langeb signaal alla 4 mA.

7.1. Programmeeritav loogika kontrollid

Prototüüpreaktori katseline olemus seab PLC valiku üheks põhikriteeriumiks modulaarsuse. Prototüüpreaktori katselise olemuse tõttu võib eksploatatsiooni käigus ilmuda vajadus süsteemi ümbertegemiseks. Seetõttu peab ka juhtsüsteem olema paindlik ja täiendatav.

| | Sisendi/väljundi tüüp | Hulk (tk) |
|----------------|----------------------------|-----------|
| Väljundsignaal | Pooljuht rele väljund | 2 |
| | Relee väljund | 1 |
| | (4 - 20) mA väljundsignaal | 4 |
| Sisendsignaali | (4 - 20) mA sisendsignaali | 5 |
| | Termopaar | 6 |
| | Binaarne sisendsignaali | 1 |

Tabel 12. Vajalike sisendite/väljundite koondtabel

PLC valikul on vaja teada, mis seadmeid on vaja sellega juhtimise ja mõõtmise eesmärgil ühendada ning sellest tulenevalt, mis väljundeid ja sisendeid nad vajavad. Otsuse tegemiseks koostati kõikide seadmete põhjal tabel (Lisa 5), mille põhjal koostati sisendite ja väljundite koondtabel (Tabel 12).

Tuvastatud eelduste ning hinna alusel võeti vaatluse alla kolm eri tootja turul saadaolevad PLCd (Tabel 13).

Tabel 13. PLC-de võrdlustabel [35] [36] [37]

| | | | |
|------------|------------------------|---------|-------|
| Tootja | Unitronics | Siemens | ABB |
| Mudel | Unistream USC-B10-TR22 | LOGO! 8 | AC500 |
| Modulaarne | Jah | Jah | Jah |

| | | | |
|--|-------------------|--|-------------------|
| Sisendi/väljundi tüüp | Sobilik moodul | | |
| Pooljuht rele väljund | URD-0004SN | 6ED1055-1CB00-0BA2* | CD522* |
| Rele väljund | Integreeritud | Integreeritud | DX522 |
| (4 - 20) mA väljundsignaal | UIA-0006 | LOGO! AM2 AQ, 2AQ, (0 - 10) V, (0/4 - 20) mA | AC522 |
| (4 - 20) mA sisendsignaal | UIA-0800N | LOGO! AM2 Exp. mod., 12/24 V, 2AI | AC522 |
| Termopaar | UIS-08TC | Puudub | AI531 |
| Binaarne sisendsignaal | Integreeritud | Integreeritud | DX522 |
| Hind | Keskmiselt odavam | Keskmiselt odavam | Keskmiselt kallim |
| * Binaarne väljund tuleb kombineerida pooljuht releega | | | |

Termopaar sisendiga mooduli puuduse tõttu välistati Siemens LOGO! 8. Järelejäänutest valiti Unitronics Unistream USC-B10-TR22 soodsama hinna tõttu.

7.2. Riskihindamine

Mingitel juhtudel võib esineda signaali katkemist andurite või seadmete ja PLC vahel. Olenevalt signaalist, mis katkeb, võib see tuua kaasa erinevaid riske (Tabel 14), mida hinnati RPN riskihindamise meetodiga (peatükk 2.3). Igale riskiallikale pandi vastavusse sobilik maandamismeede (peatükk 8.2). 50st kõrgema RPN koefitsiendiga riskiallikate maandamismeetmete süsteemi sisseviimine on selle töö raames lahendatud.

Tabel 14. RPN riskihindamine: anduri- ja juhtsignaali kaotus

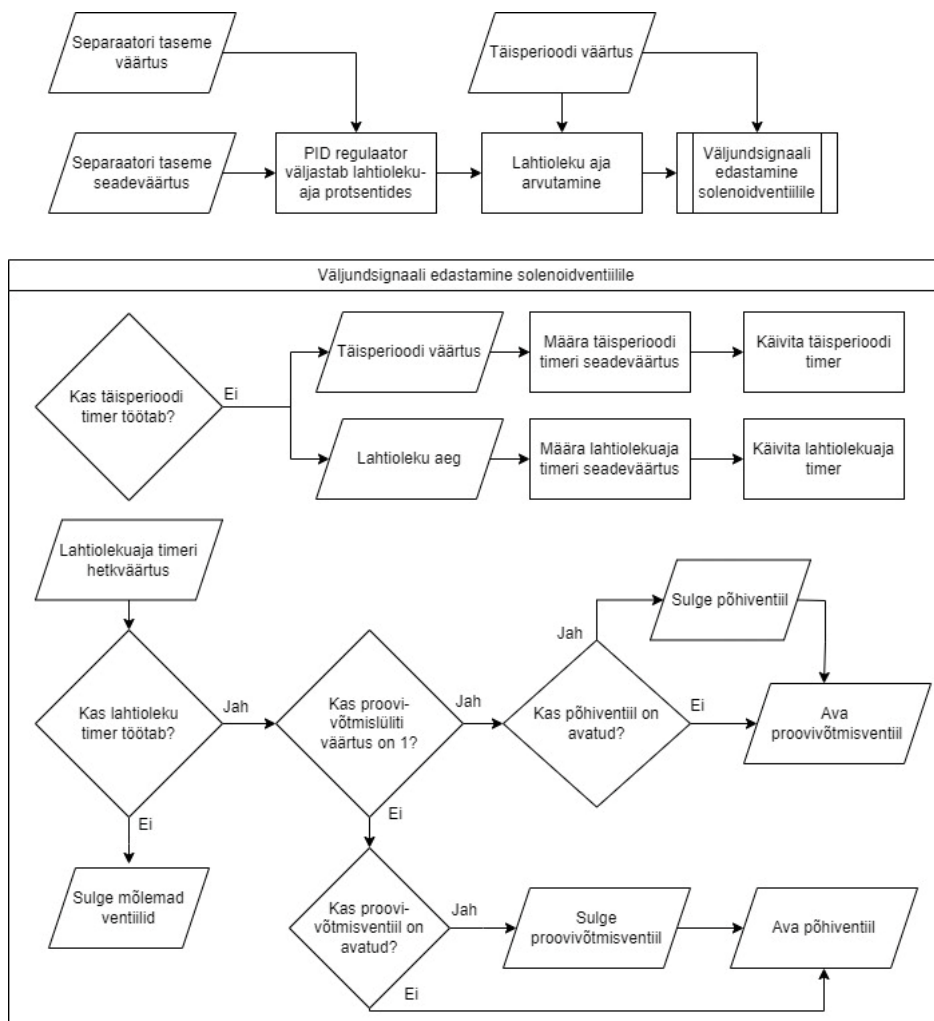
| | Signaal | Signaali katkemise tulemus | Võimalikud tagajärjed | S - raskusaste | Tuvastamisviis | D - tuvastamine | RPN |
|-------------|---|--|--|-------------------|---|--------------------|-----|
| Andur | Rõhuandur | Gaasi väljundventiil lõpetab tegevuse | Rõhutõus süsteemis üle lubatud piiri | 10 | (4 – 20) mA signaali mõõdetud väärtus alla 4 mA | 9 | 90 |
| | Differentsiaalrõhu andur ehk tasemeandur | Separatori vedeliku väljutamise ventiil lõpetab tegevuse | Separatuur täitub ja vedelik väljub gaasialdusventiili kaudu | 8 | Visuaalne: Reaktsioonisegu absorberis. | 6 | 48 |
| | Temperatuuriandur (tagasiside) | Termostaadile edastatakse liiga madal temperatuur | Ohtlik olukord. Reaktorit köetakse liiga kuumaks. | 10 | Mõõdetud temperatuuri väärtused liiga erinevad | 10 | 100 |
| | Temperatuuri andur (reaktsiooni uurimiseks) | Andmete kogumine jääb poolikuks | Katse andmete kvaliteet kannatab | 1 | Mõõdetud temperatuuri väärtused liiga erinevad | 8 | 8 |
| | Vooluandur (P-V suspensioon või hape) | Pump hakkab täis võimsusel tööle | Ohtlik olukord. Liigselt reaktsioonisegu. | 10 | (4 – 20) mA signaali mõõdetud väärtus alla 4 mA | 8 | 80 |
| Juhtsignaal | Pumpade sagedusmuundurid | Pump peatub | Ühte toorainet ei pumbata enam reaktorisse | 3 | (4 – 20) mA signaali mõõdetud väärtus alla 4 mA | 8 | 24 |
| | Õhu massivoolukontroller | Õhuvoolu peatub | Peatub segamine reaktoris, võivad tekkida ohtlikud kummkohad | 9 | (4 – 20) mA signaali mõõdetud väärtus alla 4 mA | 9 | 81 |
| | Gaasivoolu ventiil | Gaasiregulatsioon peatub | Liigne rõhk reaktoris | 10 | Mõõdetud rõhk üle piirväärtuse | 10 | 100 |
| | Vedeliku ventiil | Separatori vedeliku taseme regulatsioon peatub | Separatuur täitub ja vedelik väljub gaasialdusventiili kaudu | 8 | Visuaalne: Reaktsioonisegu absorberis. | 6 | 48 |

7.3. Programm

Süsteemi juhtimiseks koostati PLC käitamise jaoks programm. Programm koosneb alamprogrammidest, mis viivad täide vajalike protsesse.

7.3.1. Alamprogrammid

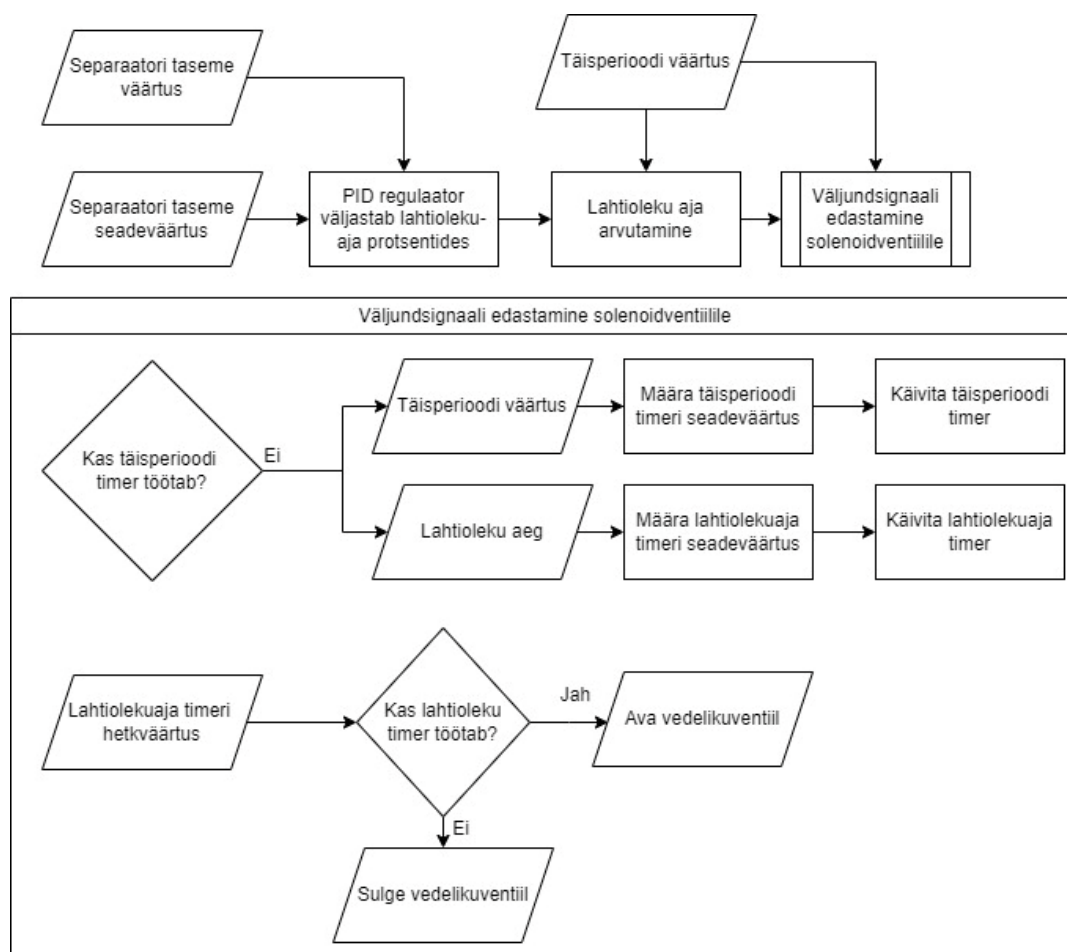
Rõhku juhitakse gaasiventili lahtioleku aja järgi (Joonis 14). Ventili juhitakse PLC PID regulaatori abil, mille sisenditeks on seadeväärtus ja rõhu väärtus ning väljundväärtuseks on protsent täisperioodist. Lahtiolekuaja juhtimiseks määratakse operaatori poolt täisperiood vahemikus (0,5 – 4) sekundit (vaikeväärtusega 2 sekundit). Ventili lahtiolekuaja määrab PID regulaatori väljundväärtusest saadud protsent täisperioodist. Rõhjuhtimist saab lülitada põhiventili ja proovivõtmissventiili



Joonis 14. PLC programmi osa plokk skeem: rõhu reguleerimine

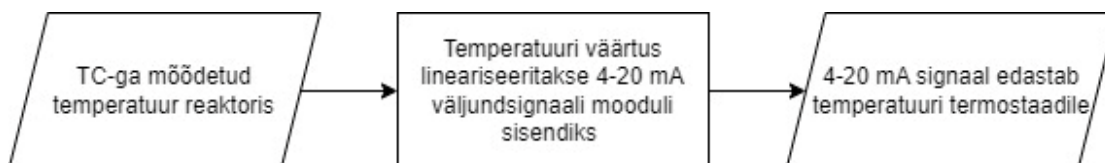
vahel. PLC binaarsesse sisendisse ühendatud lüliti, mille all hoidmisel lülitub rõhu reguleerimine põhiventililt üle proovivõtmissventiilile.

Vedelikutaset juhitakse vedelikuventiili lahtioleku aja järgi (Joonis 15). Ventili juhitakse PLC PID regulaatori abil, mille sisendiks on separaatori vedeliku taseme väärtus ja väljundväärtuseks on protsent. Lahtiolekuaja juhtimiseks määratakse operaatori poolt täisperiood vahemikus (0,5 – 4) sekundit (vaikeväärtusega 2 sekundit). Ventili lahtiolekuajega määrab PID regulaatori väljundväärtusest saadud protsent täisperioodist.



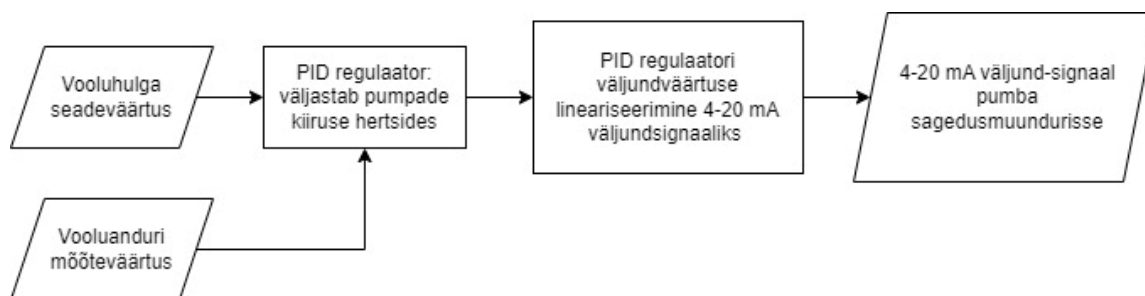
Joonis 15. PLC programmi osa plokkskeem: separaatori vedelikutaseme reguleerimine

Temperatuuri edastamiseke termostaadile mõõdab PLC temperatuuri termopaariga ning edastab selle (4 – 20) mA signaalina termostaadile (Joonis 16).



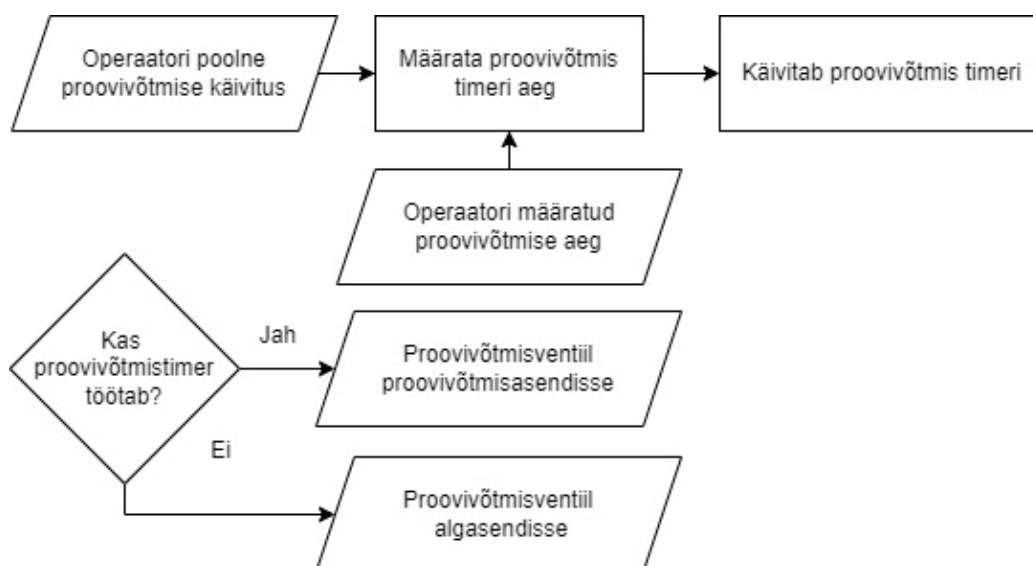
Joonis 16. PLC programmi osa plokkskeem: Temperatuuri edastamine termostaadile

Pumbad on tagasisidestatult juhitud (Joonis 17). Neid reguleeritakse PID regulaatoriga. PID regulaatori sisendväärtusteks on sihtväärtus ja vooluhulk, mida mõõdetakse pumbast väljuvast vedelikuvoost. Väljundväärtuseks on pumba kiirus hertsides.



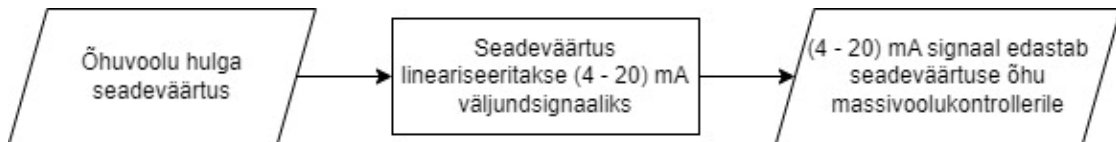
Joonis 17. PLC programmi osa plokkskeem: pumpade tagasisidestatult juhtimine

Vedeliku proovi võtmiseks lisati süsteemi suundventiil (joonis 1 nr 22). Suundventiili juhtimiseks lisati alamprogramm (Joonis 18), mille väljundsignaal muudab ventiili voolusuunda vastavalt ettemääratud seadeväärtusega taimerit töötavaks. Operaator määrab eelnevalt HMI-s proovivõtmise aja, mis saab taimerit seadeväärtuseks, ning käivitab proovivõtmise. Kui proovivõtmisaeg saab läbi, taastab ventiil esialgse voolusuuna.



Joonis 18. PLC programmi osa plokkskeem: Vedeliku proovivõtmine

Õhuvoolu juhitakse massivoolukontrolleriga. Massivoolukontrolleri seadeväärtuse määrab operaator HMI-ga. PLC edastab seadeväärtuse (4 - 20) mA signaalina massivoolukontrollerile.

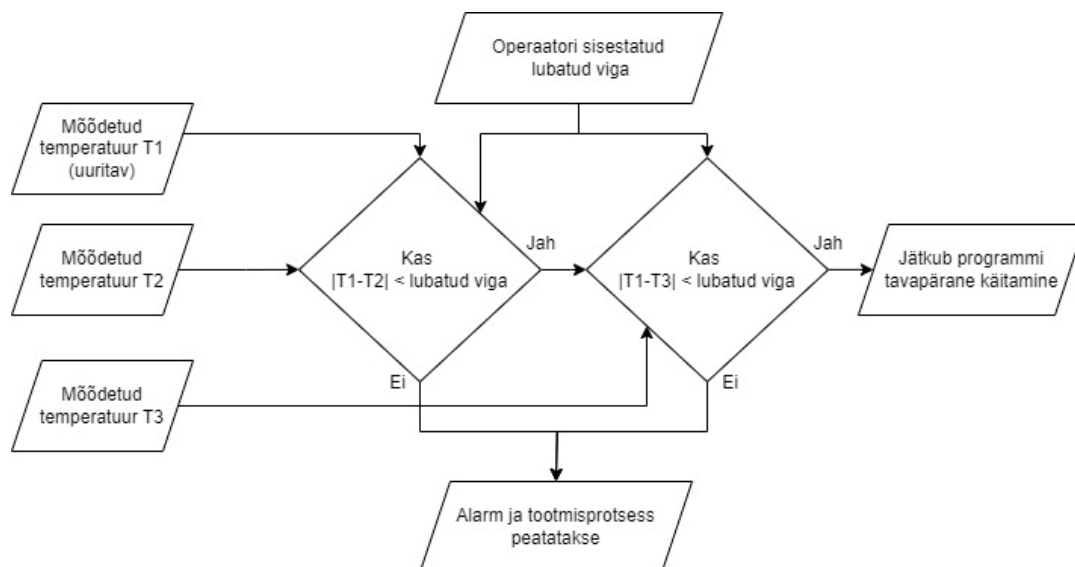


Joonis 19. PLC programmi osa plokkskeem: Õhuvoolu seadeväärtuse edastamine massivoolukontrollerile

7.3.2. Anduri- ja juhtsignaali kaotusest tulevate riskide tarkvaraline maandamine

Riski hindamise tulemusena (peatükk 7.2) leiti kolm anduri- ja juhtsignaali kaotusest tulenevat riski, mida tuleb tarkvaraliselt maandada. Nendeks on: temperatuuriandur, mille alusel toimub reaktsiooni temperatuuri tagasisidestatud juhtimine, õhu massivoolukontrolleri vool ning pumpade järgsed vooluandurid.

Temperatuurianduri signaali katkemist saab järelda, kui teiste temperatuuriandurite mõõdetud väärtus erineb liigselt uuritava temperatuurianduri mõõdetud väärtusest. Selleks koostati programmi osa (Joonis 20), mis võrdleb

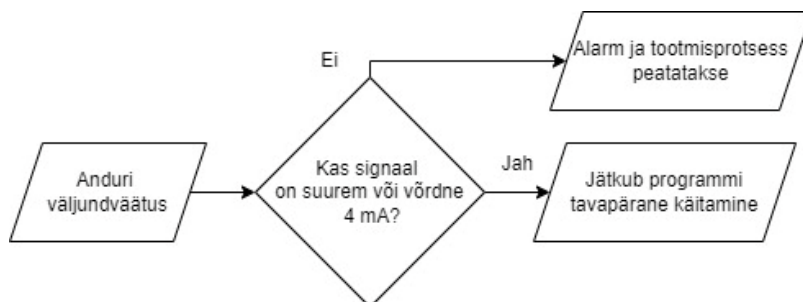


Joonis 20. PLC programmi osa plokkskeem: Temperatuurianduri signaali katkemise kontroll

uuritavat anduri väärtust kahe erineva temperatuurianduri väärtusega. Lubatava vea sisestab operaator. Juhul kui viga on suurem lubatust, juhitakse alarmiga operaatori tähelepanu olukorrale ning peatatakse tootmisprotsess: pumbad seistatakse ja termostaat hakkab reaktorit jahutama.

Õhu massivoolukontrolleri ja vooluandurite signaali katkemist saab tuvastada, kui sisendsignaali PLCsse on alla 4 mA. Programmi lisati anduri väljundväärtust kontrolliv kood (Joonis 21). Kui väärtus on alla 4 mA, siis juhitakse alarmiga

operaatori tähelepanu olukorrale ning peatatakse tootmisprotsess: pumbad seisatatakse ja termostaat hakkab reaktorit jahutama.



Joonis 21. PLC programmi osa plokk skeem: (4 – 20) mA signaali katkemise kontroll

7.4. Andurite pikaajalise stabiilsuse kontroll

Protüpreaktor pole mõeldud pidevaks töötamiseks. Selle tõttu pole vaja süsteemi sisse viia võimalust reaktsiooni toimumise ajal andurite triivi kontrollimiseks. Kontrolli peab olema võimalik läbi viia andureid reaktori küljest eemaldamata.

Temperatuuri ja rõhuandurite samaaegset kontrolli saab läbi viia mõõtes vee keemistemperatuuri reaktoris erinevatel rõhkudel (peatükk 2.4). Selle töö raames viidi läbi rõhuanduri ja ühe temperatuurianduri kontroll ja saadi rahuldav tulemus (Lisa 4).

Vedeliku vooluandurite kontrollimiseks tuleb ühtlase vooluhulgaga vett läbi pumbata. Kasutades vedeliku proovivõtmiss funktsiooni (peatükk 6.2.2), saab kindla aja jooksul võtta proovi, mida kaaludes saab teada vooluhulka ajaühikus.

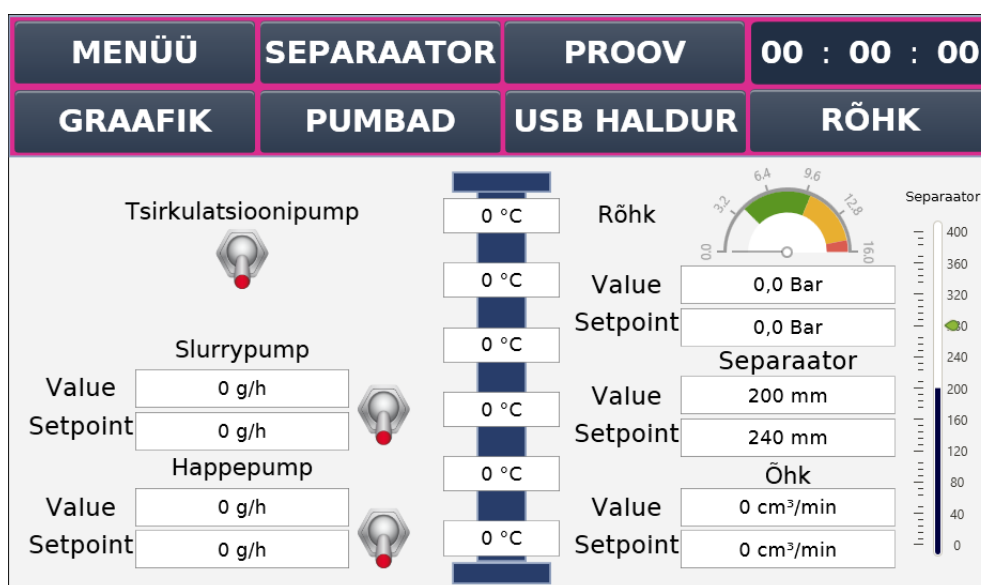
Õhu massivoolukontrolleri voolu hulka saab kontrollida, kuna reaktorisüsteemi ruumala on teada. Kinnisesse ja tühja reaktorisüsteemi lastakse kindla kiirusega õhku sisse, siis saab süsteemis oleva rõhu tõusu järgi hinnata lisandunud gaasi hulka. Kui mõõtmise teha mõõdetud aja jooksul, saab arvutada gaasi voolu hulka läbi massivoolukontrolleri (Lisa 6).

7.5. Inim-masin liides

Unistream PLCdel on integreeritud virtuaalne HMI, mis tähendab, et peale programmi käitab PLC seade ka HMI kasutajarakendust [36]. PLCga saab ühenduda üle kohaliku

võrgu või interneti kasutades *Virtual Network Computing* (VNC) protokoll. VNC protokoll võimaldab juhtida ning kuvada VNC serverit (antud juhul PLC) VNC kliendi seadmes (antud juhul operaatori seade). [38]

Virtuaalse HMI kuvamiseks ja PLC juhtimiseks paigaldati reaktori juurde puuetundliku ekraaniga HMI Weintek MT8102iE, millel on VNC funktsionaalsus. Töö käigus disainiti virtuaalse HMI tarbeks graafiline kasutajaliides, mis võimaldab protsessi jälgida ja juhtida. Näiteks kuvatakse HMI põhiekraanil (Joonis 22) mõõdetud temperatuure, süsteemi suhtelist rõhku (ühikutes bar, 1 bar = 0,1 MPa), separaator taset, õhuvoolu ja pumbatava happe ja PV suspensiooni (inglise k *slurry*) vooluhulka.

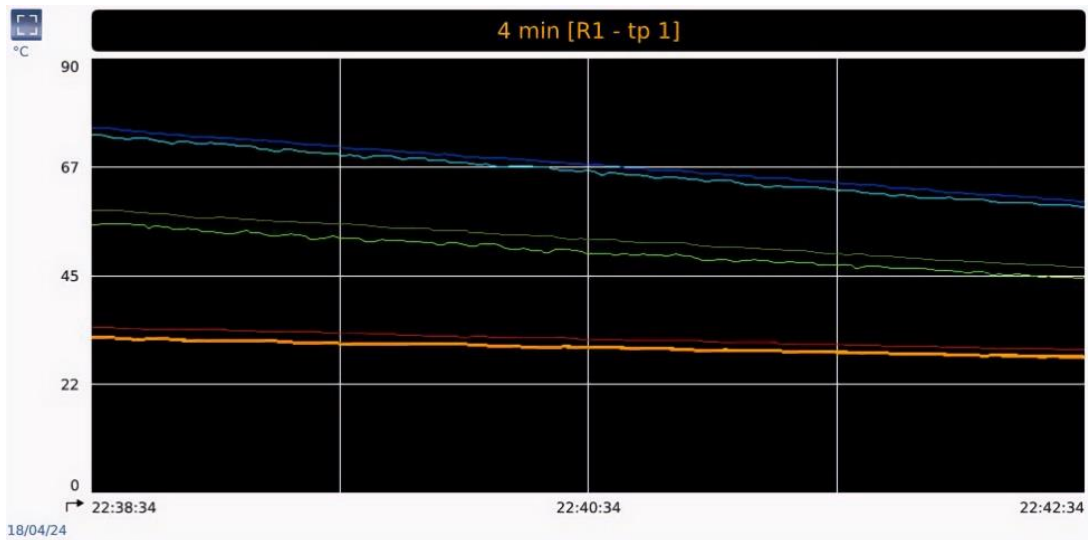


Joonis 22. Kuvatõmmis HMI põhiekraanist

Pumpasid saab sisse ja välja lülitada ning saab sisestada rõhu, separaatori taseme, õhuvoolu ning pumpade sihtväärtust. Ekraanil kuvatakse ka kellaeg ning on nupud teistele ekraanidele liikumiseks.

7.5.1. Graafikud

Unitronicsi virtuaalne HMI võimaldab kuvada reaalaajalisi protsesse kirjeldavaid graafikuid (Joonis 23). Graafik tehti seadistatavaks, et seal saaks kuvada kõiki mõõdetavaid väärtusi vastavalt vajadusele. See võimaldab jälgida muutust protsessis ja vajadusel aitab tegeleda veaotsinguga.



Joonis 23. HMI kuvatud graafiku näidis. Igat värvi joonele vastab ühe temperatuurianduri mõõdetud temperatuur

7.5.2. Andmete salvestamine

PLC logib kõik mõõteandmed kord sekundis ning väljastab need CSV ehk komaeraldusega väärtuste failina (inglise keelne *comma separated value file*). Logifaile on võimalik PLCst USB-pesa kaudu mälupulgale laadida.

8. TULEMUSED

Töö tulemusena koostati toimiv juhtimissüsteem. Oksüdatsioonireaktoris saab edukalt läbi viia vajalike katseid ning katses esinevaid parameetreid logida. Tuvastati reaktori süsteemi rõhust ja temperatuurist tulenevaid juhtimissüsteemi veaolukorra riske, mida tuleb süsteemselt maandada. Töö planeerimisel seatud eesmärgid on edukalt täidetud (Tabel 15).

Tabel 15. Eesmärkide täitmise kokkuvõte

| Töö eesmärgid | Kas teostatud? | Kokkuvõte |
|--|----------------|---|
| Happe voolu reguleerimine | Jah | Happe voolu on võimalik mõõta ja pumpa juhitakse tagasisidestatult. |
| P-V suspensiooni voolu reguleerimine | Jah | P-V suspensiooni voolu on võimalik mõõta ja pumpa juhitakse tagasisidestatult. |
| Temperatuuri reguleerimine | Jah | Temperatuuri on võimalik mõõta ning selle mõõtmise põhjal on võimalik temperatuuri reaktoris reguleerida. |
| Separaatori taseme reguleerimine | Jah | Vedeliku taset separaatoris on võimalik mõõta ning selle põhjal on võimalik vedeliku taset reguleerida. |
| Rõhu reguleerimine | Jah | Rõhku süsteemis on võimalik mõõta ning selle põhjal on võimalik süsteemi rõhku reguleerida. |
| Gaasiproovi võtmise võimalus | Jah | Gaasiproovi on võimalik võtta operaatorile ohutul viisil. |
| Õhuvoolu reguleerimine | Jah | Õhuvoolu on võimalik tagasisidestatult juhtida. |
| Reaktsiooni protsessi jälgitavus | Jah | Lähteülesandes seatud vajalikud parameetrid on jälgitavad ning väärtused hilisemaks taasesitamiseks säilitatud logis. |
| Riskide tuvastamine | Jah | Juhtsüsteemi rikest tulenevaid riske on tuvastatud. |
| Riskide maandamismeetmete väljatoomine | Jah | Tuvastatud riskidele on seatud vastavusse maandamismeetmed |

8.1. Signaalikaotuse riskihindamine

Andurite ja juhtseadmete signaalikaotusest tulenevate ohtude hindamiseks viidi läbi riskianalüüs (peatükk 7.2). Riskianalüüsi tulemusena saadi RPN koefitsient, mille alusel saab hinnata, milliste riskide maandamine on kõrgema prioriteediga. Kõigile riskiallikatele pandi vastavusse maandamismeetmed (Tabel 16). 50st kõrgema RPN koefitsiendiga riskiallikate maandamismeetmed on selle töö raames süsteemi sisse viidud. Enamus riskiallikaid maandatakse tarkvaralise kontrolliga (peatükk 7.3.2). Riskiallikad, mis võivad põhjustada süsteemis rõhu tõusmist üle lubatud piiri on .

Tabel 16. RPN riskihindamine: anduri- ja juhtsignaali kaotus koos maandamismeetmetega

| | Signaal | Signaali katkemise tulemus | Võimalikud tagajärjed | raskusaste S - | Tuvastamisviis | tuvastamine D - | RPN | Maandamismeede |
|-------------|---|--|--|-------------------|---|--------------------|-----|---|
| Andur | Rõhuandur | Gaasi väljundventiil lõpetab tegevuse | Rõhutõus süsteemis üle lubatud piiri | 10 | (4 - 20) mA signaali mõõdetud väärtus alla 4 mA | 9 | 90 | Kaitseklapp ja murdmembraan |
| | Differentsiaalrõhu andur ehk tasemeandur | Separatori vedeliku väljutamise ventiil lõpetab tegevuse | Separatuur täitub ja vedelik väljub gaasieraldusventiili kaudu | 8 | Visuaalne: Reaktsioonisegu absorberis. | 6 | 48 | Ülevooluanum enne absorberit, kus tuvastatakse vedelik |
| | Temperatuuriandur (tagasiside) | Termostaadile edastatakse liiga madal temperatuur | Ohtlik olukord. Reaktorit köetakse liiga kuumaks. | 10 | Mõõdetud temperatuuri väärtused liiga erinevad | 10 | 100 | Tarkvaraline kontroll ja protsessi automaatne katkestus |
| | Temperatuuri andur (reaktsiooni uurimiseks) | Andmete kogumine jääb poolikuks | Kogutavate katseandmete kvaliteet kannatab | 1 | Mõõdetud temperatuuri väärtused liiga erinevad | 8 | 8 | Tarkvaraline kontroll ja alarm |
| | Vooluandur (P-V suspensioon või hape) | Pump hakkab täis võimsusel tööle | Ohtlik olukord. Liigselt reaktsioonisegu. | 10 | (4 - 20) mA signaali mõõdetud väärtus alla 4 mA | 8 | 80 | Tarkvaraline kontroll ja protsessi automaatne katkestus |
| Juhtsignaal | Pumpade sagedusmuundurid | Pump peatub | Ühte toorainet ei pumbata enam reaktorisse | 3 | (4 - 20) mA signaali mõõdetud väärtus alla 4 mA | 8 | 24 | Tarkvaraline kontroll ja protsessi automaatne katkestus |
| | Õhu massivoolu-kontroller | Õhuvoolu peatub | Peatub segamine reaktoris, võivad tekkida ohtlikud kummkohad | 9 | (4 - 20) mA signaali mõõdetud väärtus alla 4 mA | 9 | 81 | Tarkvaraline kontroll ja protsessi automaatne katkestus |
| | Gaasivoolu ventiil | Gaasiregulatsioon peatub | Rõhutõus süsteemis üle lubatud piiri | 10 | Mõõdetud rõhk üle piirväärtuse | 10 | 100 | Kaitseklapp ja murdmembraan |
| | Vedeliku ventiil | Separatori vedeliku- taseme regulatsioon peatub | Separatuur täitub ja vedelik väljub gaasieraldusventiili kaudu | 8 | Visuaalne: Reaktsioonisegu absorberis. | 6 | 48 | Ülevooluanum enne absorberit, kus tuvastatakse vedelik |

maandatud mehaaniliste lahendustega: kaitseklapp (peatükk 1.7.1) ja murdmembraan (peatükk 1.7.2).

8.2. Tööst tulenevad ettepanekud reaktorisüsteemi edasiarendamiseks

Reaktori juhtsüsteemi koostamise käigus leiti mitmeid võimalusi süsteemi edasiseks arendamiseks. Neid soovitusi käsitletakse siin peatükis.

8.2.1. Anduri- ja juhtsignaali kaotusest tulevate riskide maandamine

Riskihindamise tulemusena tuvastati (peatükk 7.2) signaalikaotusest tulenevad riskiallikad, mille lahendamise prioriteetsust hinnati RPN koefitsiendiga. Selle töö raames maandati riskiallikad, mille RPN koefitsient oli väiksem kui 50. Edaspidi tuleks maandada ka madalama prioriteetsusega riskiallikad.

Differentisaalrõhu-anduri ja separaatori vedeliku ventiili signaalide katkemine põhjustavad mõlemad separaatori täitumist vedelikuga. Selle tulemusena väljub reaktsiooni vedelik ja gaas mõlemad läbi gaasiventiili ning reaktsioonivedelik kontamineerib absorberi. Paigutades gaasiventiili ja absorbeeri vahele ülevooluanum, on selles võimalik tuvastada vedeliku sattumist väljuva gaasi voosse.

Pumba juhtsignaali katkemisel lõpetab pump töö. Selle tulemusena peatub ühe tooraine pumpamine reaktoris, reaktsiooniparameetrid lähevad paigast ära ning pikema katkestuse puhul reaktsioon lõppeb ära ühe tooraine puuduse tõttu. See ei valmista otsest ohtu operaatorile või seadmetele, aga toob kaasa ajalise ja fiskaalse kaotuse. Riski maandamiseks tuleb lisada alarm, mis juhib operaatori tähelepanu erinevusele pumpamise sihtväärtuse ja mõõdetud väärtuse vahel.

Temperatuurianduri signaali katkemine, mille järgi ei juhita termostaati vaid uuritakse reaktsiooni, pole süsteemi toimimise koha pealt kriitiline ega ohtlik probleem. Selle tulemusena kannatavad reaktsiooni kohta kogutud andmete kvaliteet. Seda saaks tuvastada tarkvaraliselt, võrreldes eri temperatuuriandurite väärtusi

sarnaselt peatükis 7.3.2 kirjeldatule ning selle alusel juhtida operaatori tähelepanu alarmiga.

Andurite kontrolli tuleb viia läbi regulaarselt, et veenduda nende korrektse toimimises ning tulemusi dokumenteerida. Kontrolli läbiviimist kirjeldatakse peatükis 7.4.

8.2.2. Alarmid

Vältimaks operaatori tähelepanematuses tekkinud komplikatsioone, tuleks süsteemi lisada mõned alarmid.

Tooraine anumatesse võib paigaldada tasemeandurid, mis hoiatavad madala taseme eest. P-V suspensiooni ja lämmastikhapet hoitakse enne reaktorisse pumpamist anumates. Kui üks nendest anumatest saab tühjaks, siis ei jõua reaktorisse enam vajalikku toorainet ning reaktsioon lõppeb ära.

Rõhu tõus üle lubatud piiri viitab ohtlikule veale ja operaatori tähelepanu tuleb viivitamatul sellele juhtida. Kiire tegutsemine operaatori poolt vea likvideerimisel võib võimaldada protsessi katkematu jätkamist, mis on oluline, kuna katkestamine on aja ja ressursimahukas.

Temperatuuri tõus üle lubatud piiri viitab ohtlikule veale ja operaatori tähelepanu tuleb viivitamatul sellele juhtida. Kiire tegutsemine operaatori poolt vea likvideerimisel võib võimaldada protsessi katkematu jätkamist, mis on oluline, kuna katkestamine on aja ja ressursimahukas.

Tõmbekappi (peatükk 4.1) tuleks paigutada andurid, et jälgida lekkevannide täitumist ning ventilatsiooni töötamist. Vedelik lekkevannides viitab lekkele süsteemis, mida tuleks esimesel võimalusel tuvastada ning parandada. Puudulik ventilatsioon võib olla operaatori tervisele ohtlik.

9. KOKKUVÕTE

Tallinna Tehnikaülikooli Tööstuskeemia labori projekti „Kerox processes” raames töötatakse välja protsessi põlevkivi muundamiseks dikarboksüülhapeteks. Selleks on laboritasemel katseliselt tõestatud keemiline protsess. Näitamaks, et seda protsessi on võimalik läbi viia tööstuslikul skaalal ehitatakse oksüdatsioonireaktori prototüüp, mis vastab tehnoloogilise valmiduse tase viiele. Selle töö eesmärk oli luua prototüüpreaktorile juhtimissüsteem. Juhtimissüsteem peab teatud protsessesse automatiseerides lihtsustama operaatori tööd, aitama maandada riske, mis kaasnevad protsessiga ning logima katsete käigus erinevaid parameetreid.

Keemilise protsessi tooraineteks on lämmastikhape ja põlevkivi-vee suspensioon. Keemiline protsess toimub reaktoris rõhul kuni 1,1 MPa ning temperatuuril kuni 180°C. Reaktsioonivedelik on happeline ning korrosiivne. Lämmastikhape ja põlevkivi vee suspensioon pumbatakse eraldiseisvalt reaktorisse, kus nad segunevad. Reaktsioon on eksotermiline. Reaktsiooni temperatuuri reguleeritakse termostaadiga. Reaktsioonisegu reaktoris segatakse õhuvooluga. Pärast reaktorist väljumist jahutatakse reaktsioonivedelik ja -gaasid maha ning eraldatakse teineteisest separaatoris. Süsteemi kõrgeimas punktis mõõdetakse rõhku. Separaatorist väljuvad gaasid ja reaktsioonivedelik eraldi: gaasid puhastatakse absorberis ja suunatakse ventilatsiooni ning reaktsioonivedelik kogutakse järeltöötluks mahutisse.

Süsteemi juhtimiseks ja jälgimiseks on vaja pidevalt läbi viia mõõtmisi. Mõõtma peab temperatuuri reaktoris (kuues erinevas punktis), rõhku, separaatori vedelikutaset ning pumpadest väljuvat vedeliku voolu. Temperatuuri mõõdetakse termopaaridega, mis asuvad pesades reaktori sees. Rõhku mõõdetakse piezoelektrilise rõhuanduriga. Separaatori vedelikutaset mõõdetakse differentsiaalrõhuanduriga. Pumpadest väljuva vedeliku voolu mõõdetakse Coriolis vooluanduritega.

Mõõdetud temperatuur edastatakse sisendiks termostaadile reaktsioonitemperatuuri reguleerimiseks. Mõõdetud rõhu väärtuse alusel juhitakse väljundventiile, mis reguleerivad süsteemi rõhku. Gaasi väljundventiilid on solenoidventiilid, mille lahtioleku aega reguleeritakse PID regulaatoriga. PID regulaatori väljundväärtuseks on protsent operaatori poolt ette antud täisperioodist, mille alusel arvutatakse väljundventiilide lahtioleku aeg. Separaatori vedelikutaset juhitakse sarnaselt rõhule, aga sisendväärtuseks PID regulaatorile on separaatoris mõõdetud vedelikutase. Ka vedeliku väljundventiilid on solenoidventiilid. Pumpadest väljunud vedeliku voolu alusel toimub läbi PID regulaatori pumpade tagasisidestatud juhtimine.

Vajalike mõõtmise ja juhtimise automatiseerimiseks kasutatakse PLCd. PLC valimiseks kaardistati vajalike sisend- ja väljundsignaalide vajadus. PLC rakendamiseks protsessi jälgimiseks ja juhtimiseks koostati programm. Protsessi sisendite ja väljundite jälgimiseks operaatori poolt ühendati PLC inim-masin liidese ehk HMIga. Töös on välja toodud, kuidas kontrollida rõhu, voolu- ja temperatuuriandurite ning massivoolukontrolleri näitude korrektsust.

Ohutuse tagamiseks lisati süsteemile kaitseklapp ja murdmembraan ning alarmid operaatori tähelepanu juhtimiseks ohuolukordadele. Nendeks saavad olla näiteks rõhu või temperatuuri tõus üle lubatud piiri. Teostati ka juhtsignaalide katkemise riskihindamine, mis tõi selgelt välja prioriteetsemad riskid, millega tegeleda. Riskidele pandi vastavusse ka maandamismeetmed. Kõigi riskiallikate, mille RPN arv ületas 50, maandamismeetmed on selle töö käigus sisse viidud.

Töö käigus selgunud süsteemi edasiarenduse ettepanekuid käsitletakse eraldi peatükina (peatükk 8.2).

Juhtimissüsteemi loomist võib lugeda edukaks, kuna süsteem töötab ning oksüdatsioonireaktori prototüübis saab läbi viia vajalike katseid. Ohutuse tagamine peab olema pidev protsess ning süsteemi riskihindamist peaks läbi viima regulaarse ajavahega, arvesse võttes käitlemisest saadud kogemus ning protseduurilisi muudatusi. Eraldi tuleks riskihindamist teostada, kui protsessis viiakse sisse muudatusi.

Reaktorile on loodud töökindel ja funktsionaalne juhtimissüsteem.

10. SUMMARY

Within the framework of the project "Kerox processes" at Tallinn University of Technology's Industrial Chemistry Laboratory, a process is being developed to convert oil shale into dicarboxylic acids. This is a chemical process experimentally proven at the laboratory level. To demonstrate that this process can be carried out on an industrial scale, a prototype oxidation reactor is constructed, which meets technology readiness level five. The aim of this work was to create a control system for the prototype reactor. The control system must automate certain processes to simplify the operator's work, help mitigate risks associated with the process, and log various parameters during experiments.

The raw materials for the chemical process are nitric acid and oil shale-water suspension. The chemical process takes place in the reactor under pressure up to 1.1 MPa and at temperatures up to 180°C. The reaction liquid is acidic and corrosive. Nitric acid and oil shale water suspension are pumped separately into the reactor, where they mix. The reaction is exothermic. The reaction temperature is controlled by a thermostat. The reaction mixture in the reactor is stirred with an airflow. After exiting the reactor, the reaction liquid and gases are cooled down and separated from each other in a separator. Pressure is measured at the highest point of the system. Gases and reaction liquid exit the separator separately: gases are purified in an absorber and directed to ventilation, while the reaction liquid is collected for further processing.

Continuous measurements are necessary for system control and monitoring. Temperatures in the reactor (at six different points), pressure, separator liquid level, and the flow of liquid exiting the pumps need to be measured. Temperatures are measured with thermocouples located in pockets inside the reactor. Pressure is measured with a piezoelectric pressure sensor. The separator liquid level is measured with a differential pressure sensor. The flow of liquid exiting the pumps is measured with Coriolis flow sensors.

The measured temperature is input to the thermostat for regulating the reaction temperature. Based on the measured pressure value, output valves are controlled to regulate the system's pressure. Gas output valves are solenoid valves, and their opening time is regulated by a PID controller. The output value of the PID controller is a percentage of the full period predetermined by the operator, based on which the opening time of the output valves is calculated. The separator liquid level is controlled

similarly to pressure, but the input value for the PID controller is the measured liquid level in the separator. Liquid output valves are also solenoid valves. Pump feedback control is performed by the PID controller based on the flow of liquid exiting the pumps.

A PLC is used for the necessary measurement and control automation. The need for input and output signals was mapped out for selecting a PLC. A program was developed for implementing the PLC for process monitoring and control. For monitoring process inputs and outputs by the operator, the PLC was connected to a human-machine interface or HMI. The work outlines how to verify the accuracy of readings from pressure, flow, and temperature sensors, as well as mass flow controllers.

Safety features such as a safety valve and rupture membrane were added to the system, along with alarms to alert the operator to hazardous situations. These could include pressure or temperature rising above allowed limits. A risk assessment of signal interruptions was also conducted, clearly highlighting the most critical risks to address. Mitigation measures were aligned with all risk sources with an RPN number exceeding 50, and these measures have been implemented during this work.

Proposals for further development of the system are discussed in a separate chapter (Chapter 8.2).

The creation of the control system can be considered successful, as the system operates and allows necessary experiments to be conducted in the oxidation reactor prototype. Ensuring safety must be an ongoing process, and system risk assessment should be conducted at regular intervals, taking into account experience from handling and procedural changes. A separate risk assessment should be conducted whenever changes are introduced to the process.

A reliable and functional control system has been created for the reactor.

11. KASUTATUD KIRJANDUS

- [1] Keskkonnaministeerium, „Põlevkivi kasutamise riiklik arengukava 2016-2030,“ 2015.
- [2] Kliimaministeerium, „Kliimaseadsuse kokkuvõte,“ [Võrgumaterjal]. Available: https://kliimaministeerium.ee/sites/default/files/documents/2024-05/Kliimaseaduse%20kokkuv%C3%B5te_viimane_0.docx. [Kasutatud 11 05 2024].
- [3] G. A. Buchner, K. J. Stepputat, A. W. Zimmermann ja R. Schomäcker, „Specifying technology readiness levels for the chemical Industry,“ *Industrial & Engineering Chemistry Research*, kd. 58, nr 17, pp. 6957-6969, 2019.
- [4] National Center for Biotechnology Information, „PubChem Compound Summary for CID 944, Nitric Acid,“ [Võrgumaterjal]. Available: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Nitric-Acid>. [Kasutatud 21 04 2024].
- [5] H. J. M. Creighton ja J. H. Githens, „On the boiling-point of aqueous solutions of nitric acid at different pressures. Part I,“ *Journal of the Franklin Institute*, kd. 179, nr 2, pp. 161-169, 1915.
- [6] F. X. McConville, *The Pilot Plant Real Book*, 2nd edition, Worchester: FXM Engineering and design, 2007.
- [7] R. Sinnott ja G. Towler, *Chemical Engineering Design*, 5th Edition, Oxford: Butterworth-Heinemann, 2009.
- [8] B. G. Lipták ja e. i. cheif, *Intrument engineers' handbook. Fourth edition: Process Measurement and Analysis,*, Boca Raton: CRC Press, 2003.
- [9] Eesti Standardimis- ja Akrediteerimiskeskus, *Industrial platinum resistance thermometers and platinum temperature sensors, EVS-EN IEC 60751:2022*, 2022.
- [10] Vega Grieshaber KG, „VEGACAL 63 Operating instructions,“ Vega Grieshaber KG, Schiltach, 2023.
- [11] E. S.-. j. Akrediteerimiskeskus, *Industrial-process control valves - Part 1: Control valve terminology and general considerations, EVS-EN IEC 60534-1:2023*, 2023.
- [12] Christian Bürkert GmbH & Co. KG, „Flow factor,“ Christian Bürkert GmbH & Co. KG, [Võrgumaterjal]. Available: <https://www.burkert.com/en/service->

- support/knowledge-center/glossary/fluid-calculator. [Kasutatud 5 5 2024].
- [13] S. V. Angadi ja R. L. Jackson,, „A critical review on the solenoid valve reliability, performance and remaining useful life including its industrial applications,” *Engineering Failure Analysis*, kd. 136, 2022.
- [14] S. Vitturi, „PC-based automation systems: an example of application for the real-time control of blowing machines,” *Computer Standards & Interfaces*, kd. 26, nr 2, pp. 145-155, 2004.
- [15] M. Müür, E. Pettai ja U. Lepiksoo, *Application of PLC in Industrial Automation*, Tallinn: Tallinna Tehnikaülikooli kirjastus, 2011.
- [16] F. Lamb, *Industrial automation hands on*, New York: McGraw-Hill education, 2013.
- [17] Peter Huber Kältemaschinenbau SE, „Huber CC 508,” [Võrgumaterjal]. Available: https://www.huber-online.com/daisy_website_files/datenblaetter/en/2045.0002.01.PDF. [Kasutatud 11 04 2024].
- [18] LEWA GmbH, *Betriebshandbuch - Order no 691769 item no 10*, Ainueksemplaar, asub TKL laboris U4B-107.
- [19] P. Zhang, *Industrial Control Technology*, William Andrew Publishing, 2008.
- [20] N. Xiao, H.-Z. Huang, Y. Li, L. He ja T. Jin, „Multiple failure modes analysis and weighted risk priority number evaluation in FMEA,” *Engineering Failure Analysis*, kd. 18, nr 4, pp. 1162-1170, 2011.
- [21] S.-E. Mörstedt, *Data och Diagram - Värmetekniska tabeller i SI*, Stockholm: Läromedelsförlagen, 1972.
- [22] B. E. Noltingk, *Instrumentation reference book*, Oxford: Butterworth-Henmann, 1996.
- [23] LABOM Mess- und Regeltechnik GmbH, „Pressure transmitter COMPACT for general application, Type Series CB60 . ./CE61 . .,” Hude, Saksamaa.
- [24] WIKA Alexander Wiegand SE & Co. KG, „Pressure transmitter Intrinsic safety Ex ia Model IS-3, WIKA data sheet PE 81.58,” Klingenberg, Saksamaa, 2024.
- [25] Applisens S.A, „PRESSURE TRANSMITTER PCE-28,” Warszawa, 2024.
- [26] Profimess GMBH, „Füllstand (rev. 2021/07),” *Conductive Level Monitoring*, 2023.
- [27] Applisens S.A., „Applisens smart differential pressure transmitter PRE-28.SMART,” [Võrgumaterjal]. Available: <https://aplisens.com/pdf/produkty/PR-28Smart.pdf>. [Kasutatud 13 05 2024].
- [28] Brooks instrument, „Data sheet - Quantim QMC Series,” 2024. [Võrgumaterjal].

- Available: <https://cdn.brooksinstrument.com/-/media/brooks/documentation/products/mass-flow-controllers/coriolis/quantim/data-sheet-quantim-qmc.pdf>. [Kasutatud 05 05 2024].
- [29] Bronkhorst High-Tech B.V., „FLEXI-FLOW Compact brochure,” [Võrgumaterjal]. Available: <https://www.bronkhorst.com/getmedia/cb8e0865-8d54-4b6e-941f-c5964644af69/FLEXI-FLOW-Compact.pdf>. [Kasutatud 05 05 2024].
- [30] Sierra instruments, „Smart track 100 datasheet,” 08 17 2023. [Võrgumaterjal]. Available: <https://www.sierrainstruments.com/userfiles/file/datasheets/technical/100-datasheet.pdf>. [Kasutatud 05 05 2024].
- [31] Christian Bürkert GmbH & Co. KG, „Data Sheet Type 0331,” [Võrgumaterjal]. Available: <https://www.burkert.com/en/Media/plm/DTS/DS/ds0331-standard-us-en.pdf?id=DTS000000000000001000598016EN->. [Kasutatud 13 05 2024].
- [32] ASCO, „ASCO™ SOLENOID VALVE, 2/2 NORMALLY CLOSED – DIRECT ACTING - G 1/8 SERIES L172,” [Võrgumaterjal]. Available: <https://www.emerson.com/documents/automation/datasheet-solenoid-valve-series-l172-asco-en-5370312.pdf>. [Kasutatud 13 05 2024].
- [33] Asco, „SOLENOID VALVES Direct operated for high pressure fluid Series 262 (V223-6),” 2012.
- [34] Unitronics, „UniStream® PLC Technical Specifications: USC-B5-B1, USC-B10-B1, USC-B5-TR22, USC-B10-TR22, USC-B5-T24, USC-B10-T24,” [Võrgumaterjal]. Available: https://www.unitronicsplc.com/wp-content/uploads/2019/05/SPEC_USC-Bx-B1_TR22_T24_03_19.pdf. [Kasutatud 28 04 2024].
- [35] Siemens AG, „Product overview for LOGO! 8,” [Võrgumaterjal]. Available: <https://mall.industry.siemens.com/tst/Api/Catalog/ExportInformation?catalogItemId=LOGO8&lang=en>. [Kasutatud 2024 04 26].
- [36] Unitronics , „UniStream® PLC- Robust PLC Controller with Virtual HMI,” [Võrgumaterjal]. Available: <https://www.unitronicsplc.com/unistream-series-plc/>. [Kasutatud 13 04 2024].
- [37] ABB Asea Brown Boveri Ltd, „Programmable Logic Controllers PLCs,” 2024. [Võrgumaterjal]. Available: <https://new.abb.com/plc/programmable-logic-controllers-plcs>. [Kasutatud 26 04 2024].
- [38] T. Richardson, Q. Stafford-Fraser, K. R. Wood ja A. Hopper, „Virtual network computing,” *IEEE Internet Computing*, kd. 2, nr 1, pp. 33-38, 1998.

- [39] R. C. Weaste, Handbook of Chemistry and Physics 52nd edition, Cleveland: The Chemical Rubber Co, 1971.
- [40] A. Ots, Termodünaamika, Tallinn: Kirjastus "Valgus", 1972.

LISAD

Lisa 1 Reaktori sisu jahutamiseks vajaliku vedelikukoguse arvutamine

Arvutatakse reaktori sisu jahutamiseks vajaliku vedelikukogus. Eesmärgiks on leida vee kogus, mis peab olema reaktori kaitseklappide ja tühjendusventiilide järel olevas kogumis anumal. (Peatükk 4.2) Reaktsioonivedeliku segu varieerub ja selle tõttu on selle erisoojuse määramine keeruline. Reaktsioonivedeliku komponentidest on kõrgeim erisoojus veel ning selle tõttu saab teha lihtsustuse ning kasutada reaktsioonivedeliku erisoojuseks vee oma. [39]

Temperatuuri leidmiseks tuleb koostada reaktori ja jahutusvedeliku soojushulkadest temperatuuribilanss(valem L1.1).

$$Q_{\text{reaktor}} + Q_{\text{jahutus}} = Q_{\text{siht}} \quad \text{L1.1}$$

Soojushulga valem (valem L1.2) on:

$$Q = c \cdot M \cdot T \quad \text{L1.2}$$

Kus

c – erisoojus,

M – mass,

T – temperatuur. [40]

Asendades võrrandisse

$$c_{\text{vesi}} \cdot M_{\text{reaktor}} \cdot T_{\text{reaktor}} + c_{\text{vesi}} \cdot M_{\text{jahutus}} \cdot T_{\text{jahutus}} = c_{\text{vesi}} \cdot M_{\text{siht}} \cdot T_{\text{siht}}$$

$$M_{\text{siht}} = M_{\text{reaktor}} + M_{\text{jahutus}}$$

ja lihtsustades saab

$$M_{\text{jahutus}} = \frac{T_{\text{reaktor}} \cdot M_{\text{reaktor}} - T_{\text{siht}} \cdot M_{\text{reaktor}}}{T_{\text{jahutus}} - T_{\text{siht}}}$$

Reaktsioonivedeliku mass

$$M_{\text{reaktor}} = 4.8 \text{ kg}$$

Reaktsioonivedeliku temperatuur

$$T_{\text{reaktor}} = 180^{\circ}\text{C}$$

Jahutava vee temperatuur

$$T_{\text{jahutus}} = 20^{\circ}\text{C}$$

Soovitav maksimaalne temperatuur kogumisanumas

$$T_{\text{siht}} = 100^{\circ}\text{C}$$

Jahutamiseks vajaliku vee mass

$$M_{\text{jahutus}} = \frac{180 \cdot 4,8 - 100 \cdot 4,8}{100 - 20}$$

$$M_{\text{jahutus}} = 4,6 \text{ kg}$$

Lisa 2 Vedelikuventiili K_v koefitsiendi arvutamine

Vedelikuventiili valikutingimuse määramiseks tuleb leida maksimaalne ja minimaalne sobilik K_v koefitsient. Vedeliku K_v koefitsiendi ja vedeliku vooluhulga seost kirjeldav valem (valem L2.1) on

$$K_v = \frac{Q}{\sqrt{\frac{DP}{RD}}} \quad \text{L2.1}$$

kus Q on vedeliku vooluhulk ühikus m^3/h ,
 Δp on rõhulang ühikus bar,
 ρ on tihedus ühikus kg/m^3 . [12]

Minimaalse K_v koefitsiendi määrab maksimaalne vooluhulk, mis peab ventiili täieliku lahtioleku puhul ventiili läbima.

$$Q = 31 \text{ dm}^3/\text{h} = 0,031 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$\rho = 1,6 \text{ kg}/\text{m}^3$$

$$RD = 1,6$$

$$\Delta p = 1,1 \text{ MPa} = 10 \text{ bar}$$

$$K_v = \frac{0,031}{\sqrt{\frac{10}{1,6}}} = 0,0124$$

Maksimaalse K_v koefitsiendi määrab 1% separaatori mahust minutis juhul, kui ventiil on avatud 1% ajast. 1% separaatorist minutis on $0,2 \text{ dm}^3/\text{min} = 0,012 \text{ m}^3/\text{h}$. Kui sama vool peab läbima ventiili 1% lahtioleku aja jooksul teeb see voolumahuks $1,2 \text{ m}^3/\text{h}$.

$$Q = 1,2 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$K_v = \frac{1,2}{\sqrt{\frac{10}{1,6}}} = 0,48$$

Lisa 3 Gaasiventili K_v koefitsiendi arvutamine

Vedelikuventiili valikutingimuse määramiseks tuleb leida maksimaalne ja minimaalne sobilik K_v koefitsient. Gaasi K_v koefitsiendi ja gaasi vooluhulka kirjeldav valem (valem L3.1) on

$$K_v = \frac{Qn}{257 \cdot p_1} \cdot \sqrt{\rho_n \cdot T} \quad \text{L3.1}$$

kus

Qn on gaasi vooluhulk ühikus m^3/h STP,

p_1 on rõhk enne ventiili ühikus bar,

ρ_n on tihedus kg/m^3 STP,

T on temperatuur enne ventiili ühikus K. [12]

Minimaalse K_v koefitsiendi määrab maksimaalne vajalik gaasivool maksimaalse rõhu puhul ventiili pideva lahtioleku korral.

$$Qn = 20000 \text{ cm}^3/\text{min STP} = 1,2 \text{ m}^3/\text{h STP}$$

$$p_1 = 1,1 \text{ MPa} = 11 \text{ bar}$$

$$\rho_n = 1,225 \text{ kg}/\text{m}^3$$

$$T = 40^\circ\text{C} = 313,15^\circ\text{K}$$

$$K_v = \frac{1,2}{257 \cdot 11} \cdot \sqrt{1,225 \cdot 313,15} = 0,0083$$

Maksimaalse K_v koefitsiendi määrab minimaalne vajalik õhuvool protsessi madala rõhu ja 1%-lise lahtiolekuaja korral.

$$Qn = 1000 \text{ cm}^3/\text{min STP} = 6 \text{ m}^3/\text{h STP}$$

$$p_1 = 0,3 \text{ MPa} = 3 \text{ bar}$$

$$\rho_n = 1,225 \text{ kg}/\text{m}^3$$

$$T = 40^\circ\text{C} = 313,15^\circ\text{K}$$

$$K_v = \frac{6}{257 \cdot 3} \cdot \sqrt{1,225 \cdot 313,15} = 0,1524$$

Lisa 4 Katse temperatuurianduri ja rõhuanduri kontrollimiseks

Reaktori ühe temperatuurianduri ja rõhuanduri kontrollimiseks viidi läbi katse vastavalt meetodikale, mida kirjeldatakse peatükis 2.4.

Katse kirjeldus:

Viidi läbi kolm katset. Eri rõhkudel soojendati reaktoris olevat vett, kuni see läks keema. Pärast keema minekut mõõdeti rõhku ja temperatuuri kord sekundis kahe minuti jooksul. Iga katse jooksul mõõdeti kokku 120 andmepunkti. Töödeldud katsetulemused on välja toodud tabelis 17.

Katseseadmed: Katse viidi läbi TTÜ Tööstuskeemia labori prototüüpreaktoril. Temperatuuri mõõdeti temperatuurianduriga nr 4 (Joonis 1 nr 13). Rõhku mõõdeti rõhuanduriga (Joonis 1 nr 17).

Tabel 17. Töödeldud katsetulemused [21]

| Parameeter | Mõõdetud keskmine rõhk | Mõõdetud keskmine temperatuur | Eeldatav rõhk kirjanduse alusel | Eeldatav temperatuur kirjanduse alusel | Mõõdetud temperatuuri ja kirjandusest leitud temperatuuri erinevus |
|------------|------------------------|-------------------------------|---------------------------------|--|--|
| Ühik | MPa | °C | MPa | °C | °C |
| Katse 1 | 0,10 | 100,2 | 0,10 | 100 | 0,2 |
| Katse 2 | 0,21 | 121,4 | 0,21 | 121,7 | -0,3 |
| Katse 3 | 0,30 | 134,0 | 0,30 | 133,54 | 0,46 |

Järeldus: Mõõdetud ja kirjandusest leitud temperatuur erinevad vähem kui 0,5 °C. Sellest võib järeldada, et kontrollitud andurid on töökorras.

Lisa 5 PLC valiku tegemisel arvesse võetavate seadmete tabel

Tabel 18. PLCga mõõdetavad või juhitavad seadmed

| Juhitavad või mõõdetavad seadmed | Sisendi/väljundi tüüp | Hulk (tk) |
|---|----------------------------|-----------|
| Tsirkulatsioonipumba käivitamine | Relee väljund | 1 |
| P-V suspensiooni pumba sagedusmuunduri juhtimine | (4 – 20) väljundsignaal | 1 |
| Coriolis vooluandur P-V suspensiooni voolu mõõtmiseks | (4 – 20) mA sisendsignaal | 1 |
| Õhu massivoolu kontrolleri juhtimine | (4 – 20) mA väljundsignaal | 1 |
| Õhumassivoolu kontrolleri lugemine | (4 – 20) mA sisendsignaal | 1 |
| Happepumba sagedusmuunduri juhtimine | (4 – 20) mA väljundsignaal | 1 |
| Coriolis vooluandur happe voolu mõõtmiseks | (4 – 20) mA sisendsignaal | 1 |
| Termostaadi juhtimine | (4 – 20) mA väljundsignaal | 1 |
| Termopaar | Termopaar sisendsignaal | 6 |
| Rõhuandur | (4 – 20) mA sisendsignaal | 1 |
| Gaasiventil | Pooljuhtreele väljund | 1 |
| Vedelikuventil | Pooljuhtreele väljund | 1 |
| Differentsiaalrõhuandur | (4 – 20) mA sisendsignaal | 1 |
| Ümberlülitus gaasi proovivõtmis režiimile | Binaarne sisend | 1 |

Lisa 6 Süsteemi lisandunud gaasi hulga arvutamine

See arvutus kehtib, kui temperatuur jääb muutumatuks. Kui temperatuur reaktoris muutub, siis tuleb ka temperatuuri muutu arvestada või oodata temperatuuri ühtlustumist enne rõhu mõõtmist.

Süsteemi lisandunud gaasi hulka saab hinnata ideaalse gaasi olekuvõrrandi järgi:

$$p \cdot V = n \cdot R \cdot T \quad \text{L6.1}$$

kus

p – on rõhk ühikus Pa

V – ruumala m^3

n – gaasi hulk ühikus mool

R – universaalne gaasikonstant

T – temperatuur ühikus $^{\circ}\text{K}$ [40]

Sellest järeldub, et

$$\Delta n = \frac{\Delta p \cdot V_{\text{reaktor}}}{R \cdot T_{\text{reaktor}}} \quad \text{L6.2}$$

kus Δn on gaasi hulga muut ühikus mool

Δp – on rohu muut reaktoris ühikus Pa.

V_{reaktor} on reaktori ruumala ühikus m^3

T_{reaktor} on temperatuur reaktoris ühikus $^{\circ}\text{K}$

Saadud gaasi hulga moolides järgi saab ideaalse gaasi olekuvõrrandi järgi saab ka välja arvutada lisandunud gaasi ruumala standard rõhu (0,1 MPa) ja temperatuuri (0 $^{\circ}\text{C}$) korral

$$V_{\text{STP}} = \frac{\Delta n \cdot R \cdot T_{\text{STP}}}{p_{\text{STP}}} \quad \text{L6.3}$$

kus V_{STP} on gaasi ruumala standard rõhu ja temperatuuri korral ühikus m^3

T_{STP} on standard temperatuur 273,15 $^{\circ}\text{K}$

p_{STP} -on standard rõhk 101325 Pa

Seega

$$V_{\text{STP}} = \frac{\Delta p \cdot V_{\text{reaktor}}}{R \cdot T_{\text{reaktor}}} \cdot \frac{\Delta n \cdot R \cdot T_{\text{STP}}}{p_{\text{STP}}} = \frac{\Delta p \cdot V_{\text{reaktor}} \cdot \Delta n \cdot T_{\text{STP}}}{p_{\text{STP}} \cdot T_{\text{reaktor}}} \quad \text{L6.4}$$

Vooluhulga leiab:

$$Q = \frac{V_{STP}}{t} \cdot 10^{-6}$$

L6.5

kus

Q on vooluhulk ühikus STP cm^3/min

t on mõõdetud aeg ühikus min

Lisa 7 Lazenby koostatud tabel tasemeandurite välistamiseks

Tabel 19. Lazenby koostatud tabel tasemeandurite välistamiseks [22]

| Kontrollküsimus | Vastus | Järeldus |
|--|--------|---|
| Kas distantsjuhtimine või jälgimine on vajalik? | Jah | Välistab: mehaanilised ujukid, vaatlusklaas, mõõtepulgad ja teisi kohaliku kasutusega seadmed |
| Kas taseme mõõtmise ajaline kestvus on oluline? | Jah | Välistab: mehaanilised ujukid, vaatlusklaas, mõõtepulgad ja tasakaalusüsteemid |
| Kas sensor võib meediumiga kokku puutuda? | Jah | Vastus ei piira valikut |
| Kas on mass on olulisem kui taseme kõrgus? | Ei | Vastus ei piira valikut |
| Kas liikuvad mehaanilised osad on probleemsed? | Ei | Vastus ei piira valikut |
| Kas mõõtmine toimub vedelikus? | Jah | Välistab teatud lülituslabaga ja vibrotasemeandurid |
| Kas mõõdetakse pulbreid või graanuleid? | Ei | Vastus ei piira valikut |
| Kas mõõtmine peab olema täpsem kui 2% tegelikust väärtusest? | Ei | Vastus ei piira valikut |