

SLOVENSKÁ TECHNICKÁ UNIVERZITA V BRATISLAVE

Fakulta chemickej a potravinárskej technológie

Evidenčné číslo: FCHPT-123283-76937

Návrh pokročilého riadenia pre laboratórny chemický reaktor

Bakalárska práca

SLOVENSKÁ TECHNICKÁ UNIVERZITA V BRATISLAVE

Fakulta chemickej a potravinárskej technológie

Evidenčné číslo: FCHPT-123283-76937

Návrh pokročilého riadenia pre laboratórny chemický reaktor

Bakalárska práca

Študijný program: automatizácia, informatizácia a manažment v chémii a potravinárstve

Študijný odbor: 5.2.14. automatizácia, 5.2.52. priemyselné inžinierstvo

Školiace pracovisko: Ústav informatizácie, automatizácie a matematiky

Vedúci záverečnej práce: Ing. Juraj Oravec, PhD.

Bratislava 2017

Michaela Horváthová



ZADANIE BAKALÁRSKEJ PRÁCE

Študentka: **Michaela Horváthová**
ID študenta: 76937
Študijný program: automatizácia, informatizácia a manažment v chémii a potravinárstve
Kombinácia študijných odborov: 5.2.14. automatizácia, 5.2.52. priemyselné inžinierstvo
Vedúci práce: Ing. Juraj Oravec, PhD.
Miesto vypracovania: Oddelenie informatizácie a riadenia procesov (ÚIAM FCHPT)

Názov práce: **Návrh pokročilého riadenia pre laboratórny chemický reaktor**

Jazyk, v ktorom sa práca vypracuje: slovenský jazyk

Špecifikácia zadania:

Cieľom bakalárskej práce je identifikovať matematický model laboratórneho chemického reaktora ARMFIELD PCT43, v ktorom prebieha chemická reakcia silnej zásady a slabej kyseliny. Identifikovaný model by mal popisovať správanie sa systému s ohľadom na meniaci sa prietok reagujúcej zložky. Ďalším cieľom práce je na základe získaného matematického modelu navrhnúť riadenie tohto procesu. Vyhovujúci riadiaci algoritmus sa navrhne s ohľadom na celkovú kvalitu regulácie.

Rozsah práce: 40

Zoznam odbornej literatúry:

1. Mikleš, J. – Fikar, M. *Process Modelling, Identification, and Control*. Berlin Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg New York, 2007. 480 s. ISBN 978-3-540-71969-4.
2. Bakošová, M. – Fikar, M. *Riadenie procesov*. 2008. 1 s. ISBN 978-80-227-2841-6.
3. Extracts from instruction manual PCT40, Armfield, 2005.

Riešenie zadania práce od: 07. 03. 2017

Dátum odovzdania práce: 14. 05. 2017

Michaela Horváthová
študentka

prof. Ing. Miroslav Fikar, DrSc.
vedúci pracoviska

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

Ďakujem vedúcemu mojej práce Ing. Jurajovi Oravcovi, PhD. za jeho nesmiernu ochotu, trpezlivosť, pripomienky a inšpirácie, vďaka ktorým sa pre mňa táto bakalárska práca stala viac než len nevyhnutnosťou. Veľké poďakovanie patrí aj mojej rodine a priateľom, ktorí boli celý čas mojou oporou.

Michaela Horváthová

Bratislava, 2017

Abstrakt

Táto bakalárska práca sa zaoberá návrhom pokročilého riadenia laboratórneho chemického reaktora. Riadeným procesom je reakcia neutralizácie, kde riadenou veličinou je hodnota pH na výstupe z reaktora a riadiacou veličinou je napätie na čerpadle, ktoré riadi vstupný prietok kyseliny. Najskôr bolo potrebné získať matematický model reaktora na základe experimentálne nameraných údajov. Keďže sa jedná o nelineárny a nesymetrický reálny proces, identifikácia vstupno-výstupného modelu bola založená na niekoľkých prechodových charakteristikách. Následne bolo navrhnuté robustné prediktívne riadenie, ktoré bolo úspešne implementované na riadenie procesu neutralizácie.

Kľúčové slová:

Chemický reaktor, neutralizácia, identifikácia, robustné riadenie, prediktívne riadenie.

Abstract

The aim of this bachelor thesis is to design an advanced control of a laboratory chemical reactor. The controlled system is a neutralization process, where the controlled variable is pH-value, and the control input is the voltage of the pump that feeds the reactor with the acid solution. First, a mathematical model of a chemical reactor was computed. As the neutralization has non-linear and asymmetric behavior, the identification was based on the set of measured step responses. Next, the robust model predictive control was successfully implemented to control the neutralization.

Keywords:

Chemical reactor, neutralization, identification, robust control, model predictive control.

Obsah

Zoznam symbolov	1
Zoznam skratiek	3
Zoznam obrázkov	6
Zoznam tabuliek	7
Úvod	9
1 Teoretická časť	11
1.1 Kyselina citrónová	11
1.1.1 Vlastnosti kyseliny citrónovej	12
1.1.2 Biologická výroba kyseliny citrónovej	12
1.1.3 Bezpečnosť práce s kyselinou citrónovou	13
1.2 Hydroxid sodný	14
1.2.1 Vlastnosti hydroxidu sodného	14
1.2.2 Príprava hydroxidu sodného	15
1.2.3 Bezpečnosť práce s hydroxidom sodným	16
1.3 Pribeh a vlastnosti reakcií kyselín so zásadami	16
1.3.1 Neutralizácia	16
1.3.2 Titračná krivka	17

1.3.3	Titračná krivka titrácie kyseliny citrónovej hydroxidom sodným	20
1.4	Identifikácia dynamického systému metódou podľa Strejca	21
1.5	Aproximácia nameraných údajov	25
1.5.1	Aproximácia nameraných údajov pomocou polynómu	25
1.5.2	Aproximácia nameraných údajov pomocou kvadratického optimalizačného problému	26
1.6	Robustné prediktívne riadenie	27
1.6.1	Formulácia optimalizačného problému	29
2	Experimentálna časť	31
2.1	Chemický reaktor	31
2.2	Príprava roztokov	32
2.3	Kalibrácia pH senzora	33
2.4	Kalibrácia čerpadiel	35
2.5	Statická charakteristika procesu	37
2.6	Identifikácia procesu chemického reaktora	40
2.7	Návrh pokročilého riadenia pre chemický reaktor	44
	Záver	51
	Literatúra	53

Zoznam symbolov

A		matica stavov
B		matica vstupov
c	mol l^{-1}	koncentrácia
C		matica výstupov
D		dopravné oneskorenie systému
e		regulačná odchýlka
$G_s(s)$		prenos procesu
$G_r(s)$		prenos regulátora
k		smernica priamky
m	kg	hmotnosť
n		rád systému
N		počet krokov predikčného horizontu
pH		záporný dekadický logaritmus aktivity vodíkových katiónov
pK		záporný dekadický logaritmus disociačnej konštanty
pT		titračný exponent

q		úsek priamky
Q		váhová matica
R		váhová matica
s		Laplaceov operátor
t	s	čas
t_u	s	čas prietahu
t_n	s	čas nábehu
T		časová konštanta systému
T	%	stupeň titrácie
$u(t)$		vstupná veličina v časovej oblasti
$u(0)$		počiatočná hodnota vstupnej veličiny
$u(\infty)$		konečná hodnota vstupnej veličiny
$U(s)$		vstupná veličina v Laplaceovej oblasti
U	V	napätie
V	m ³	objem
$\dot{V}$	m ³ s ⁻¹	objemový prietok
w		žiadaná hodnota výstupnej veličiny
$y(t)$		výstupná veličina v časovej oblasti
$y(0)$		počiatočná hodnota výstupu
$y(\infty)$		ustálená hodnota výstupu
Z		zosilnenie systému

Zoznam skratiek

B	zásada
CSTR	prietokový chemický reaktor
HA	kyselina
LQ	lineárne–kvadratické optimálne riadenie
MPC	prediktívne riadenie založené na modeli
PCH	prechodová charakteristika
PID	proporcionálno-integračno-derivačný
S	soľ

Zoznam obrázkov

1.1	Kyselina citrónová	12
1.2	Štruktúrny vzorec kyseliny citrónovej.	13
1.3	Hydroxid sodný.	15
1.4	Všeobecná titračná krivka.	18
1.5	Deprotonizácia.	21
1.6	Titračná krivka.	22
1.7	Skoková zmena vstupnej veličiny.	23
1.8	Odozva systému na skokovú zmenu.	24
2.1	Laboratórny chemický reaktor.	32
2.2	Schéma pH senzora.	34
2.3	Kalibračná krivka pH senzora.	35
2.4	Kalibračná krivka čerpadiel.	36
2.5	Statická charakteristika.	39
2.6	Validácia identifikácie pre $G_{s,3}$	43
2.7	Validácia identifikácie pre $G_{s,8}$	44
2.8	Validácia identifikácie pre $G_{s,1} - G_{s,8}$	45
2.9	Priebeh riadenia pH 9→8.	47
2.10	Priebeh riadenia pH 8→7.	47
2.11	Priebeh riadenia pH 7→6.	48
2.12	Priebeh riadenia pH 6→7.	48

2.13	Priebeh riadenia pH 7→8.	49
2.14	Priebeh riadenia pH 8→9.	49

Zoznam tabuliek

1.1	Fyzikálne vlastnosti kyseliny citrónovej.	13
1.2	Fyzikálne vlastnosti hydroxidu sodného.	15
1.3	Parametre pre Strejcovu metódu indetifikácie.	25
2.1	Namerané údaje pre kalibráciu pH senzora.	35
2.2	Namerané údaje pre kalibráciu čerpadiel.	37
2.3	Meranie statickej charakteristiky.	38
2.4	Identifikované parametre neurčitého systému.	41
2.5	Hranice intervalových neurčitostí.	41
2.6	Nastavenie robustného MPC.	46

Úvod

Chemické reaktory a reakcie prebiehajúce v nich sú neodmysliteľnou súčasťou nielen chemického, ale takmer každého priemyselného odvetvia. Motiváciou pre skúmanie a spoznávanie chemických reaktorov a reakcií prebiehajúcich v nich je dosiahnutie optimálneho riadenia chemického reaktora. Optimálnym riadením chemických reaktorov vieme predísť havarijným stavom a zabezpečiť bezpečnosť ich prevádzky. Môžeme tiež minimalizovať náklady na výrobu a tým zvýšiť celkový zisk, samozrejme s ohľadom na požadovanú kvalitu a efektivitu výroby. V neposlednom rade môžeme negatívne minimalizovať dopady na životné prostredie a spotrebu energií.

Cieľom mojej bakalárskej práce je návrh pokročilého riadenia pre laboratórny chemický reaktor, v ktorom prebieha proces neutralizácie. Reaktantami sú roztoky kyseliny citrónovej a hydroxidu sodného. Čiastkovými cieľmi práce je identifikácia vstupno-výstupného modelu s intervalovými neurčitostami na základe experimentálne nameraných údajov. Následne je mojím cieľom návrh, ladenie a implementácia robustného prediktívneho riadenia laboratórneho chemického reaktora.

Kapitola 1

Teoretická časť

Teoretická časť mojej bakalárskej práce sa zaoberá vlastnosťami, výskytom, využitím, prípravou a výrobou látok použitých v rámci študovaného procesu neutralizácie, a to kyseliny citrónovej a hydroxidu sodného. Ďalej vysvetľujem vlastnosti a základné princípy prebiehajúcej reakcie neutralizácie. V teoretickej časti sa tiež zaoberám identifikáciou matematického modelu pomocou experimentálne nameraných prechodových charakteristík a aproximáciou nameraných údajov. V poslednej kapitole teoretickej časti sa venujem základným princípom návrhu robustného prediktívneho riadenia.

1.1 Kyselina citrónová

Kyselina citrónová ($\text{C}_3\text{H}_5\text{O}(\text{COOH})_3$) je slabá organická kyselina, prítomná v rôznych druhoch ovocia, napríklad v citrónoch. Taktiež je dôležitým medziproduktom v *citrátovom cykle*. Vďaka svojej schopnosti regulovať kyslosť a zásaditosť a schopnosti zabráňovať rastu baktérii sa používa ako konzervačná látka v potravinárskom a kozmetickom priemysle. V tukoch a olejoch zabráňuje žltnutiu a nežiaducej zmene farby. Je prítomná v rôznych nealkoholických nápojoch, vo víne, v tukoch,

v marmeláde, v mrazených mliečnych výrobkoch, v majonéze a mnohých ďalších potravinách. Kyselina citrónová sa využíva aj v rámci farmaceutického priemyslu a v chemickej výrobe [1].



Obr. 1.1: Kyselina citrónová [2].

1.1.1 Vlastnosti kyseliny citrónovej

Kyselina citrónová je pri laboratórnej teplote biela kryštalická látka (Obr. 1.1). Vyskytuje sa buď ako bezvodá alebo ako monohydrát. Bezvodá kyselina citrónová kryštalizuje z horúcej vody, zatiaľ čo jej monohydrát kryštalizuje za studena. Monohydrát môže byť prevedený na bezvodú kyselinu pri 74 °C. Je dobre rozpustná v etanole a pri zahriatí nad 175 °C sa ako mnohé ďalšie karboxylové kyseliny dekarboxyluje [1]. Základné fyzikálne vlastnosti kyseliny citrónovej sú sumarizované v Tab. 1.1.

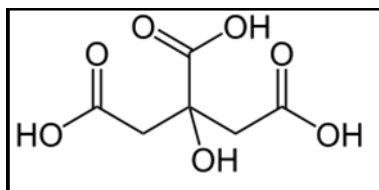
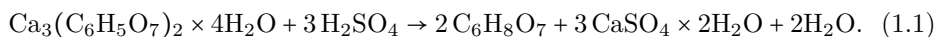
1.1.2 Biologická výroba kyseliny citrónovej

V dnešnej dobe prevažuje priemyselná výroba kyseliny citrónovej, ktorá je založená na poznatku, že plesne rodu *Aspergillus Niger*, *Penicillium* a *Mucor* sú schopné

Tabuľka 1.1: Fyzikálne vlastnosti kyseliny citrónovej [1].

Vlastnosť	Hodnota	Jednotka
Molárna hmotnosť	192,13	g/mol
Teplota topenia	153	°C
Teplota rozkladu	175	°C
Hustota (20 °C)	1,665	g/cm ⁻³
Rozpustnosť vo vode (20 °C)	1330	g/L

syntetizovať kyselinu citrónovú [1]. (Obr. 1.2). Pri tejto výrobe je kultúra kŕmená sacharózou, potom sa kultúra odfiltruje a kyselina je z výsledného roztoku vy-zrážaná pomocou hydroxidu vápenatého. Zo vzniknutého citrátu vápenatého sa samotná kyselina získa pomocou kyseliny sírovej [1]. Táto reakcia prebieha podľa rovnice [4]:



Obr. 1.2: Štruktúrny vzorec kyseliny citrónovej [3].

1.1.3 Bezpečnosť práce s kyselinou citrónovou

Bezpečnosť práce s kyselinou citrónovou upravujú nasledujúce R a S vety [1]:

R-vety:

- R34: Spôsobuje poleptanie.

- R36: Dráždi oči.
- R37: Dráždi dýchacie orgány.
- R38: Dráždi pokožku.
- R41: Riziko vážneho poškodenia očí.

S-vety:

- S24/25: Zabráňte styku s pokožkou.
- S26: Pri zasiahnutí očí okamžite dôkladne vypláchnite vodou a vyhľadajte lekársku pomoc.
- S36/37/39: Noste vhodný ochranný odev, ochranné rukavice a ochranné okuliare alebo ochranný štít
- S45: V prípade nehody, alebo ak sa necítite dobre, okamžite vyhľadajte lekársku pomoc.

1.2 Hydroxid sodný

Hydroxid sodný (NaOH) je silná anorganická zásada. Jeho triviálne názvy sú: *lúh sodný*, *kaustická soľ*

1.2.1 Vlastnosti hydroxidu sodného

Hydroxid sodný je za normálnych podmienok tuhá biela látka, leptajúca pokožku (Obr. 1.3). Je silne hygroskopický a vo vodnom roztoku sa správa ako silná zásada. Pohlcuje oxid uhličitý zo vzduchu, čím vzniká uhličitán sodný, preto sa musí uchovávať v uzavretých nádobách. Hydroxid sodný je priemyselne veľmi často využívaný. Používa sa v chemickom priemysle, hlavne ako zásada pri výrobe celulózy a papiera, textilu, mydiel a detergentov, ale aj pri spracovaní pitnej vody [6]. Základné fyzikálne vlastnosti hydroxidu sodného sú sumarizované v Tab. 1.2.



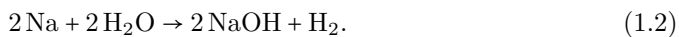
Obr. 1.3: Hydroxid sodný [5].

Tabuľka 1.2: Fyzikálne vlastnosti hydroxidu sodného [6].

Vlastnosť	Hodnota	Jednotka
Molárna hmotnosť	39,997	g/mol
Teplota topenia	323	°C
Teplota varu	1390	°C
Hustota	2,13	g/cm ⁻³
Rozpustnosť vo vode (20 °C)	1090	g/L

1.2.2 Príprava hydroxidu sodného

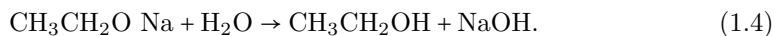
Hydroxid sodný vzniká reakciou tuhého kovového sodíka s vodou [6]:



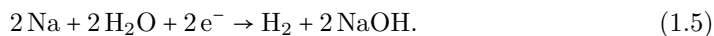
Hydroxid sodný vznikne aj po rozpustení oxidu sodného vo vode [6]:



Hydroxid sodný sa v roztoku uvoľňuje zo solí veľmi slabých kyselín, napríklad pri hydrolyze alkoholátov sodných. Napríklad pri hydrolyze etanolátu sodného [6]:



NaOH vzniká taktiež v okolí katódy pri elektrolyze vodných roztokov sodných solí, napríklad chloridu sodného [6]:



1.2.3 Bezpečnosť práce s hydroxidom sodným

Bezpečnosť práce s hydroxidom sodným upravujú nasledujúce R a S vety [6]:

R-vety:

- R10: Horľavá.
- R35: Spôsobuje ťažké poleptanie.

S-vety:

- S1/2: Uchovávať uzamknuté a mimo dosahu detí.
- S26 : Pri zasiahnutí očí okamžite dôkladne vypláchnite vodou a vyhľadajte lekársku pomoc.
- S37/39: Noste vhodné rukavice a ochranné okuliare alebo ochranný štít.
- S45: v prípade nehody, alebo ak sa necítite dobre, okamžite vyhľadajte lekársku pomoc.

1.3 Priebeh a vlastnosti reakcií kyselín so zásadami

1.3.1 Neutralizácia

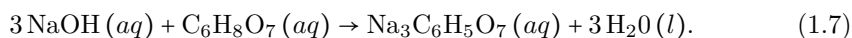
Ak v chemickom reaktore prebieha reakcia, ktorej reaktantami sú kyselina a zásada, bude sa jednať o neutralizáciu. Od toho, aké množstvo kyseliny a zásady

bude v reaktore, závisí aj hodnota pH. Hodnota pH je definovaná ako záporný dekadický logaritmus aktivity vodíkových katiónov, teda [7]:

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+]. \quad (1.6)$$

Hodnota pH na výstupe z reaktora bude závisieť od toho, aký vzájomný pomer prietokov reaktantov nastavíme pomocou čerpadiel.

V rámci mojej bakalárskej práce som uvažovala, že v reaktore reagovali vodné roztoky kyseliny citrónovej a hydroxidu sodného podľa nasledujúcej reakcie [8]:



1.3.2 Titračná krivka

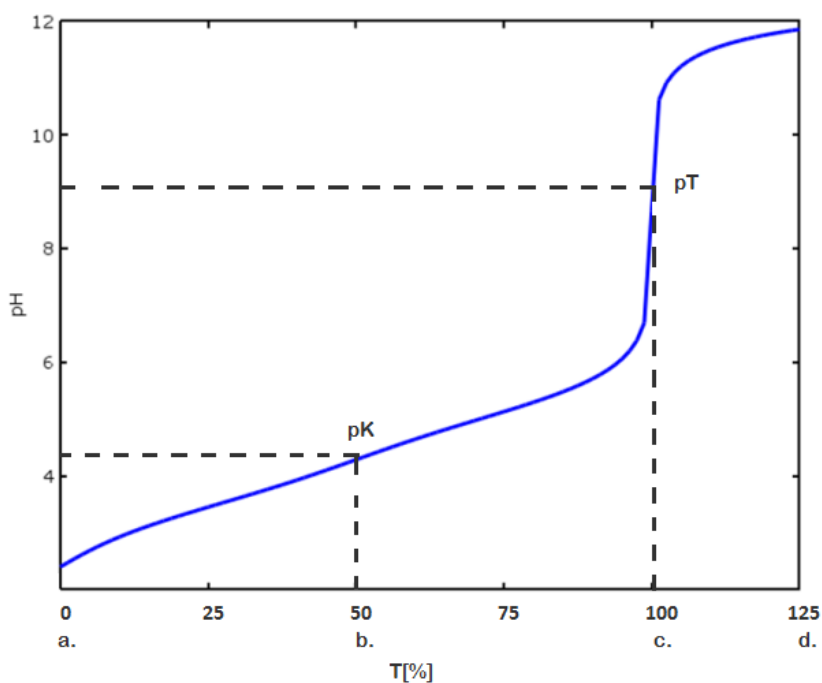
Titračná krivka vyjadruje závislosť pH titrovaného roztoku od objemu pridávaného titrantu alebo od stupňa titrácie. Podľa relatívnej sily kyseliny alebo zásady rozlišujeme 5 typov titrácií, a to [7]:

1. Titrácia silnej kyseliny silnou zásadou.
2. Titrácia silnej zásady silnou kyselinou.
3. Titrácia slabšej kyseliny silnou zásadou.
4. Titrácia slabšej zásady silnou kyselinou.
5. Titrácia viacsýtnych kyselín.

Každý typ má charakteristický tvar titračnej krivky. V rámci mojej práce som sa zaoberala titráciou slabšej kyseliny silnou zásadou, ktorej tvar je znázornený na Obr. 2.5.

Pri výpočte titračnej krivky sa vyčleňujú štyri základné úseky (Obr. 2.5), a to [7]:

- a. Začiatok titrácie.
- b. Pred bodom ekvivalencie.
- c. V bode ekvivalencie - titračný exponent pT.
- d. Za bodom ekvivalencie.



Obr. 1.4: Titračná krivka titrácie slabej kyseliny silnou zásadou [9].

Na začiatku titrácie v oblasti (Obr. 2.5, a.) je v roztoku prítomná iba slabá kyselina, ktorej pH sa vypočíta podľa vzťahu [7]:

$$\text{pH} = \frac{1}{2}(\text{pK}_{HA} - \log(c_{HA})), \quad (1.8)$$

kde pK_{HA} je záporný dekadický logaritmus disociačnej konštanty slabej kyseliny a c_{HA} je koncentrácia kyseliny.

V oblasti (Obr. 2.5, b.), teda pred bodom ekvivalencie, sa v titrovanom roztoku nachádza nezreagovaná kyselina a soľ, ktorá vznikla reakciou kyseliny s prídanou zásadou. Takýto roztok sa nazýva *tlmivý roztok* alebo *pufor*. Tlmivé roztoky sú zaujímavé svojou vlastnosťou udržať konštantné pH, ktoré sa vypočíta podľa vzťahu [7]:

$$\text{pH} = pK_{HA} - \log \left(\frac{c_{HA}}{c_S} \right). \quad (1.9)$$

kde c_{HA} je koncentrácia nezreagovanej kyseliny a c_S je koncentrácia vzniknutej soli. Keď sa pri titrácii dosiahne bod so stupňom titrácie 50 % celý zlomok v rovnici (1.9) bude rovný jednej. Keďže platí nasledujúca rovnosť,

$$\log(1) = 0$$

v spomínanom bode bude platiť [7]:

$$\text{pH} = pK_{HA}.$$

Bod, v ktorom titrácia prebehla na 100 % sa nazýva *bod ekvivalencie* (Obr. 2.5, c.). Je to bod, v ktorom platí, že pridané látkové množstvo skúmadla (*titrantu*) je práve ekvivalentné látkovému množstvu stanovovanej látky (*titrandu*). Z matematického hľadiska je to inflexný bod danej titračnej krivky. V tomto bode je prítomná konjugovaná zásada slabej kyseliny a zásaditú reakciu vytvára jej hydrolyza. Hodnota pH v bode ekvivalencie je preto väčšia než 7 a presne sa určí podľa vzťahu [7]:

$$\text{pH} = \frac{1}{2}(pK_v + pK_{HA} + \log(c_S)). \quad (1.10)$$

kde pK_v vyjadruje záporný dekadický logaritmus disociačnej konštanty vody, ktorý má vždy hodnotu 14.

Poslednou časťou titračnej krivky je oblasť za bodom titrácie (Obr. 2.5, d.). V tejto oblasti hodnotu pH určuje prebytok titrantu (silnej zásady) podľa rovnice [7]:

$$\text{pOH} = \frac{1}{2}(\text{p}K_B - \log(c_B)). \quad (1.11)$$

kde $\text{p}K_B$ vyjadruje dekadický logaritmus disociačnej konštanty zásady a c_B je koncentrácia zásady. Zároveň platí, že hodnota pOH je záporný dekadický logaritmus aktivity hydroxidových aniónov [7]:

$$\text{pOH} = -\log[\text{OH}^-]. \quad (1.12)$$

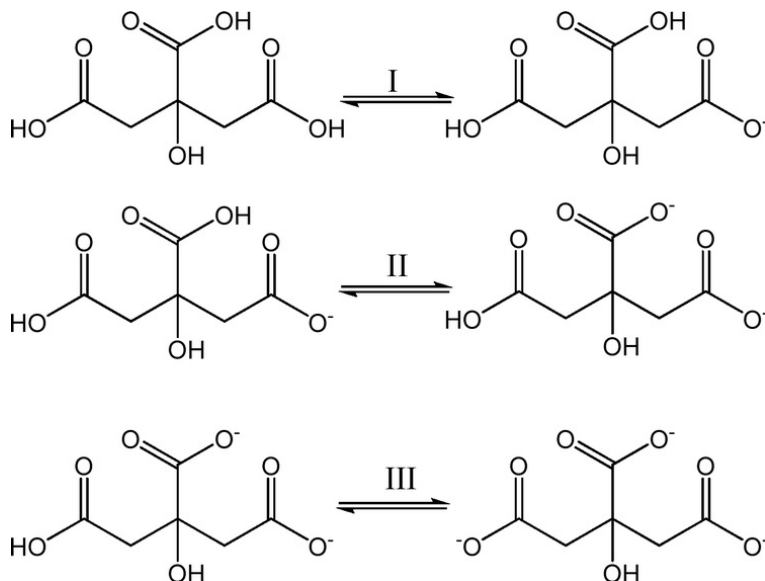
pH sa potom vypočíta ako rozdiel dekadického logaritmu disociačnej konštanty vody a pOH [7].

$$\text{pH} = 14 - \text{pOH}. \quad (1.13)$$

1.3.3 Titračná krivka titrácie kyseliny citrónovej hydroxidom sodným

Kyselina citrónová vykazuje pri titrácii silnou zásadou (NaOH) zaujímavé správanie. Napriek tomu, že má až osem vodíkov (Obr. 1.2) v skutočnosti sú k dispozícii na odštiepenie len tri. Je to z toho dôvodu, že štyri z nich sú naviazané priamo na uhlíkové atómy a teda sa nemôžu zúčastniť na uvažovanej chemickej reakcii. Vodík z hydroxylovej skupiny priamo naviazanej na prostrednom uhlíku tiež nebude kyslý. Toto je spôsobené záporným indukčným efektom v molekule. Z toho istého dôvodu sa bude vodík z karboxylovej skupiny naviazaný na tom istom prostrednom uhlíku zúčastňovať na reakcii ako prvý (Obr. 1.5) [3].

Z obrázka 1.5 je zrejmé, že kyselina citrónová je trojsýtnou kyselinou. Titračná krivka takýchto kyselín by mala mať až tri body ekvivalencie vzhľadom na postupné odtrhnutie jednotlivých vodíkov. Avšak všetky tri vodíky sú si podobné,

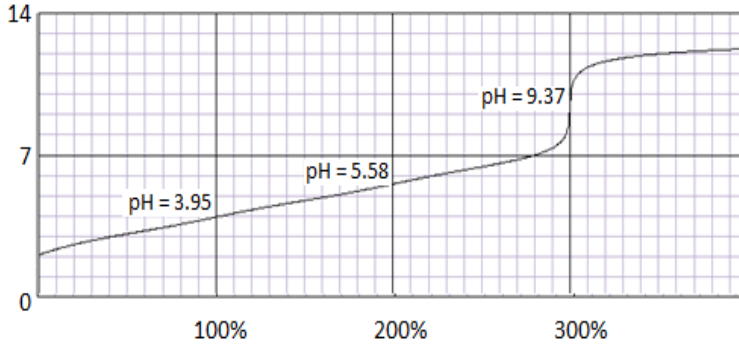


Obr. 1.5: Postupná deprotonizácia kyseliny citrónovej [10].

čo sa týka väzieb okolo nich, a teda majú aj relatívne podobné disociačné konštanty. Jednotlivé body ekvivalencie ktoré, nemajú rozdiel pH aspoň 4 sa na tvare titračnej krivky neprejavia [7]. Toto má za následok tvar titračnej krivky kyseliny citrónovej hydroxidom sodným (Obr. 1.6). Kyselina citrónová teda aj napriek tomu, že je to viacsýtna kyselina, pri titrácii vykazuje správanie ako jednosýtna kyselina [3].

1.4 Identifikácia dynamického systému metódou podľa Strejca

Aby bolo možné pre komplexný proces neutralizácie navrhnuť pokročilé riadenie, je potrebné získať kvalitný matematický model. Model dynamického systému sa získa na základe experimentálnych údajov nameraných priamo na laboratórnom



Obr. 1.6: Titračná krivka titrácie kyseliny citrónovej hydroxidom sodným [3].

proces.

V rámci tejto práce sa identifikáciou uvažovaného dynamického systému určil vstupno-výstupný model v tvare prenosovej funkcie.

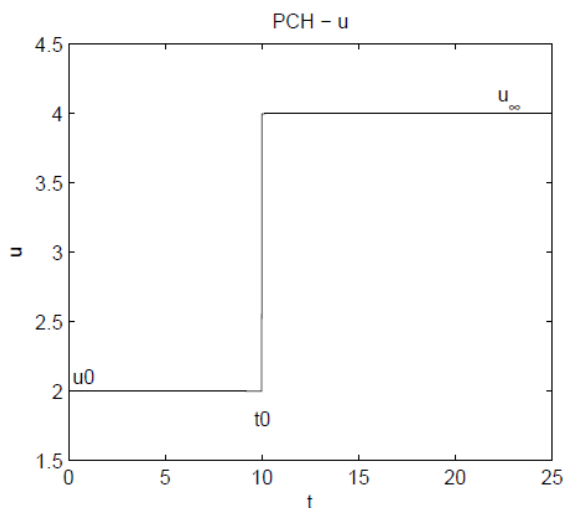
Prenosová funkcia je pomer Laplaceovho obrazu výstupnej a vstupnej veličiny pri nulových začiatkových podmienkach [11].

Model systému je identifikovaný pomocou metódy identifikácie podľa *Strejca*. Strejcova metóda je založená na vyhodnotení odmeranej odozvy systému na skokovú zmenu jednej zo vstupných veličín pri zachovaní ostatných vstupných veličín konštantných (Obr. 1.7). Pred uskutočnením skokovej zmeny je nutné, aby bol systém v ustálenom stave. Časový priebeh takejto odozvy potom nazývame reálnou prechodovou funkciou (Obr. 1.8). Grafické zobrazenie prechodovej funkcie nazývame *prechodovou charakteristikou* [11].

Dynamický model identifikovaného systému je možné zapísať pomocou prenosu v tvare [13]:

$$G_s(s) = \frac{Z}{(Ts + 1)^n} e^{-Ds}, \quad (1.14)$$

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



Obr. 1.7: Skoková zmena vstupnej veličiny [12].

Zosilnenie Z je hodnota, na ktorej sa systém ustáli pri jednotkovej skokovej zmene vstupnej veličiny pri nulových počiatočných podmienkach [14].

Časová konštanta T určuje rýchlosť, s akou sa systému ušľahuje. Pre systém prvého rádu ($n = 1$), predstavuje časová konštanta čas, ktorý je potrebný na to, aby výstup nadobudol 63 % z hodnoty zosilnenia Z [14].

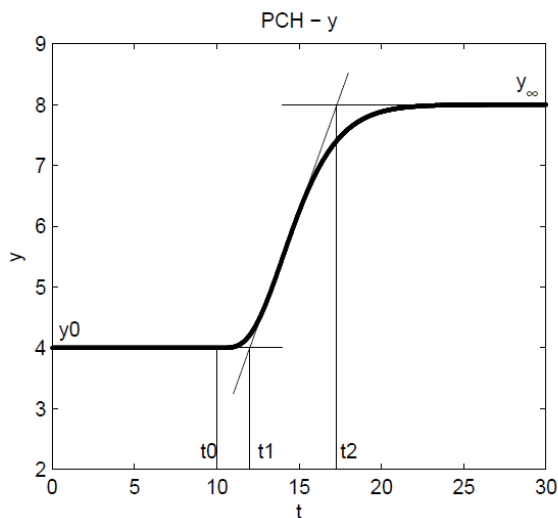
Dopravné oneskorenie D predstavuje čas, za ktorý sa zmena na vstupe prejaví zmenou na výstupe [14].

Rád dynamického systému n určuje rád polynómu v menovateli prenosovej funkcie [14].

Postup pri identifikácii jednotlivých parametrov prenosovej funkcie (1.14) je nasledovný:

1. Zosilnenie Z určíme z nameranej prechodovej charakteristiky podľa vzťahu [13]:

$$Z = \frac{\Delta y}{\Delta u} = \frac{y_{\infty} - y_0}{u_{\infty} - u_0}, \quad (1.15)$$



Obr. 1.8: Odozva systému na skokovú zmenu s dotyčnicou priloženou v inflexnom bode [12].

kde y_∞ je ustálená hodnota výstupu po skokovej zmene, y_0 je hodnota výstupu v čase skokovej zmeny, teda pre $t = 0$, u_0 , u_∞ sú hodnoty vstupu pred skokovou zmenou a po skokovej zmene.

2. Z nameranej prechodovej charakteristiky ďalej určíme časové údaje, teda čas prietahu t_u a čas nábehu t_n , ktoré sú podľa obrázka 1.8 definované nasledovne [13]:

$$t_u = t_0 - t_1, \quad (1.16)$$

$$t_n = t_2 - t_1, \quad (1.17)$$

kde časy t_0 , t_1 , t_2 , získame priložením dotyčnice v inflexnom bode prechodovej charakteristiky. Dotyčnicu určíme ako priamku minimálneho sklonu, ktorá ešte nepretína prechodovú charakteristiku v troch bodoch.

3. Z časových údajov učíme parameter f_s v tvare [13]:

$$f_s = \frac{t_u}{t_n}. \quad (1.18)$$

Parameter f_s porovnávame s hodnotami $f(n)$ v Tab. 1.3, pričom k danej hodnote parametra f_s prislúcha najbližšia menšia hodnota $f(n)$, teda platí, že $f(n) \leq f_s$. Na základe hodnoty parametra $f(n)$ sa určí rád dynamického systému n a hodnota parametra $g(n)$ [13].

4. Časovú konštantu systému T vypočítame pomocou vzťahu [13]:

$$T = t_n \cdot g(n). \quad (1.19)$$

5. Dopravné oneskorenie systému D získame zo vzťahu [13]:

$$D = (f_s - f(n)) t_n. \quad (1.20)$$

Tabuľka 1.3: Parametre pre Strejcovu metódu identifikácie [11].

n	1	2	3	4	5	6
$f(n) = t_u/t_n$	0,000	0,104	0,218	0,319	0,410	0,493
$g(n) = T/t_n$	1,000	0,368	0,271	0,224	0,195	0,161

1.5 Aproximácia nameraných údajov

1.5.1 Aproximácia nameraných údajov pomocou polynómu

Pri aproximácii nameraných dát polynómom sa snažíme minimalizovať sumu štvorcov odchýliek aproximujúceho polynómu od nameraných bodov. Účelová funkcia a ohraničenia tohto optimalizačného problému majú tvar [15]:

$$\min_a \sum_{i=1}^N (\hat{y}_i - y_i)^2, \quad (1.21)$$

$$\text{pre : } \hat{y}_i = a_0 + a_1 x_i + a_2 x_i^2 + \dots + a_N x_i^N, \quad (1.22)$$

kde y_i sú namerané hodnoty, x_i sú príslušné súradnice nezávislej premennej, $\hat{y}_i$ sú funkčné hodnoty aproximačného polynómu v bodoch x_i , a_i sú koeficienty polynómu a N je počet nameraných údajov.

Tento optimalizačný problém s ohraničeniami v tvare rovnosti sa dá transformovať do maticového tvaru a stáva sa z neho optimalizačný problém bez ohraňení v tvare [15]:

$$\min_x (Ma - y)^\top (Ma - y). \quad (1.23)$$

Matica M má rozmery $m \times n$, pričom m je počet aproximovaných bodov a n je počet optimalizovaných premenných. Obsahuje bázické funkcie premenných x_i , ktoré násobia daný koeficient a_i . Platí, že fit ľubovoľnou kombináciou bázických premenných je jednoduchý optimalizačný problém.

Vektor y má m prvkov a obsahuje hodnoty $\hat{y}_i$. Vektor koeficientov a má n prvkov a obsahuje všetky optimalizované premenné a_i .

1.5.2 Aproximácia nameraných údajov pomocou kvadratického optimalizačného problému

Problém kvadratického programovania minimalizuje kvadratickú účelovú funkciu s lineárnymi ohraňeniami v tvare nerovností a rovností. Základná formulácia kvadratického optimalizačného problému je v tvare [16]:

$$\min_x \frac{1}{2} x^\top P x + q^\top x + r, \quad (1.24)$$

$$\text{pre : } A x \leq b, \quad (1.25)$$

$$A_e x = b_e, \quad (1.26)$$

$$x_{\text{lb}} \leq x \leq x_{\text{ub}}. \quad (1.27)$$

Pre n optimalizovaných premenných x_i má štvorcová matica P musí byť štvorcová rozmery $n \times n$. Zároveň musí byť matica P kladne semidefinitná. Vektor q

má n prvkov a r je skalár. Matice A , A_e sú definované ako matica pravých strán ohraničení v tvare nerovností a rovností. Vektory b , b_e potom predstavujú vektory ľavých strán ohraničení v tvare nerovností a rovností. Vektory x_{lb} , x_{ub} predstavujú hornú a dolnú hranicu, v ktorej sa môže optimálne riešenie nachádzať. Takýto optimalizačný problém je možné riešiť napríklad v programovom prostredí MATLAB pomocou programu *quadprog*. Ako vstup si vyžaduje kvadratický problém v nasledujúcom tvare [16]:

$$[\mathbf{xopt}, \mathbf{Jopt}, \mathbf{status}] = \text{quadprog}(\mathbf{P}, \mathbf{q}, \mathbf{A}, \mathbf{b}, \mathbf{Ae}, \mathbf{be}, \mathbf{lb}, \mathbf{ub})$$

kde výstupné argumenty sú:

xopt : optimálne riešenie

Jopt : hodnota účelovej funkcie v optime

status : stav riešenia

Po transformácii aproximácie dát polynómom na kvadratický optimalizačný problém dostaneme optimalizované premenné x , P , q , a r v tvare [15]:

$$x = a, \quad (1.28)$$

$$P = 2M^T M, \quad (1.29)$$

$$q = -2M^T y, \quad (1.30)$$

$$r = y^T y. \quad (1.31)$$

1.6 Robustné prediktívne riadenie

Prediktívne riadenie založené na modeli je pokročilou metódou riadenia založenou na optimalizácii akčných zásahov pomocou predikcií budúceho správania sa riadeného systému. Tento prístup sa skrátene označuje ako MPC z angl. *Model Predictive Control* [17].

Tak ako iné metódy riadenia aj MPC zabezpečuje úlohu sledovania a úlohu regulácie avšak na rozdiel od bežných prístupov k riadeniu (PID regulátory alebo

LQ optimálne riadenie), sa pri výpočte optimálneho akčného zásahu pomocou MPC zohľadňujú aj obmedzenia. S obmedzeniami na akčné členy alebo výstupy sa pri riadení reálnych systémov často stretávame. Táto schopnosť teda predstavuje významnú výhodu oproti iným metódam riadenia. Hlavnou výhodou MPC prístupu je riešenie optimalizačného problému v každom zvolenom časovom úseku, čo vedie k minimalizácii negatívneho vplyvu porúch modelovania, angl. *Process-Model Mismatch*. Ak sú odchýlky medzi riadeným procesom a jeho modelom nezanedbateľne výrazné, je potrebné uvažovať vplyv neurčitostí modelu. Vtedy sa implementuje rozšírená forma MPC, tzv. *robustné MPC* a pri jeho návrhu sa využíva neurčitý model systému [18]. Robustné MPC implementované v uzavretom regulačnom obvode má nasledujúce vlastnosti [19]:

- riadenie v diskretnom čase,
- riešenie optimalizačného problému v každom zvolenom časovom úseku – na predikčnom horizonte,
- realizuje sa len prvý akčný zásah určený optimalizáciou – minimalizuje odchýlky riadeného procesu a jeho modelu,
- riadenie mnohorozmerných systémov – predstavuje výhodu oproti PID regulátorom,
- schopnosť vysporiadať sa s ohraničeniami na riadené a riadiace veličiny – predstavuje výhodu oproti LQ optimálnemu riadeniu,
- kompenzácia vplyvov porúch – výhoda oproti nerobustným prístupom k riadeniu.

Implementácia robustného MPC má za následok optimalizáciu ekonomických aspektov priemyselnej výroby, akými sú minimalizácia spotreby vstupných surovín, maximalizácia kvality produktov, minimalizácia negatívnych dopadov na životné prostredie, a pod. [19].

1.6.1 Formulácia optimalizačného problému

Pri návrhu MPC sa využíva optimalizačný problém, ktorý sa skladá z účelovej funkcie a ohraňčení v tvare rovnosti a nerovnosti. Optimalizačný problém, ktorý sa pri návrhu MPC rieši má často nasledovný tvar [17]:

$$\min \sum_{k=0}^{N-1} (x_k^\top Q x_k + u_k^\top R u_k), \quad (1.32)$$

$$\text{s.t.} : x_{k+1} = A x_k + B u_k, \quad (1.33)$$

$$y_k = C x_k, \quad (1.34)$$

$$u_{\min} \leq u_k \leq u_{\max}, \quad \forall k \geq 0, \quad (1.35)$$

$$y_{\min} \leq y_k \leq y_{\max}, \quad \forall k \geq 0, \quad (1.36)$$

kde N je počet krokov predikčného horizontu, x je vektor stavov systému, nech n je počet stavov systému, potom platí: $x \in \mathbb{R}^n$. u je vektor vstupov systému, nech m je počet vstupov systému, potom platí: $u \in \mathbb{R}^m$, y je vektor výstupov systému, nech r je počet výstupov systému, potom platí: $y \in \mathbb{R}^r$. A je matica stavov, pričom jej rozmery sú $n \times n$. B je matica vstupov, pričom jej rozmery sú $n \times m$. C je matica výstupov a jej rozmery sú $r \times n$. Z pohľadu optimalizácie je teda základným predpokladom dobre nastaveného MPC regulátora vhodný výber váhových matic tak ako dobrý model systému. Vektory $u_{\min}$, $u_{\max}$ a $y_{\min}$, $y_{\max}$ predstavujú obmedzenia na akčné zásahy a výstupy systému. Tie sú dané technickými parametrami systému a konkrétnymi požiadavkami na riadenie. Matica Q predstavuje váhovú maticu penalizujúcu kvadratickú odchýlku stavov systému, zatiaľ čo matica R penalizuje akčné zásahy. Z ekonomického pohľadu možno vnímať maticu R ako nastavenie ceny použitia jednotlivých akčných zásahov na riadenie. Váhová matica R teda rozhodne o tom, ako veľmi je pre nás dôležité minimalizovať použitie akčných zásahov na riadenie. Zároveň nám matica R určí, ktorý z akčných zásahov je vhodné použiť, aby sme systém optimálne riadili a v konečnom dôsledku minimalizovali

náklady [17–19].

Pri robustnom riadení, nás pri získavaní modelu takéhoto systému zaujíma hlavne jeho hraničné správanie. Preto môže byť systém popísaný nie jedným nominálnym, ale množinou vstupno-výstupných modelov. Pri návrhu robustného MPC, je tak nutné brať do úvahy celú množinu hraničných modelov. To sa prejaví zvýšeným počtom ohraničení a vyššou výpočtovou náročnosťou riešeného optimalizačného problému [18].

Pre návrh robustného MPC riadenia je kľúčová vhodná formulácia účelovej funkcie, teda vhodné nastavenie váhových matíc, tak ako vhodná formulácia ohraničení, čo znamená mať správne identifikovaný neurčitý model systému.

Kapitola 2

Experimentálna časť

Experimentálna časť mojej bakalárskej práce sa zaoberá laboratórnym chemickým reaktorom, v ktorom prebieha proces neutralizácie. Identifikovala som vstupno-výstupný model laboratórneho chemického reaktora v tvare prenosovej funkcie s intervalovými neurčitostami na základe nameraných údajov. Pomocou získaného neurčitého modelu a nameranej statickej charakteristiky som navrhla a implementovala robustné prediktívne riadenie pH reakčnej zmesi na požadovanú hodnotu.

2.1 Chemický reaktor

Proces neutralizácie prebieha v laboratórnom chemickom reaktore *Armfield PCT40* (Obr. 2.1). Tento proces predstavuje prietokový chemický reaktor s miešaním reakčnej zmesi (angl.: *Continuous Stirred-Tank Reactor, CSTR*). Laboratórny proces sa skladá z nasledujúcich častí: nosná konzola, veľká procesná nádoba, malá procesná nádoba s odporovým topením a tepelným výmenníkom, solenoidové ventily, peristaltické čerpadlá, reaktor s tepelným výmenníkom a s miešadlom [20].



Obr. 2.1: Laboratórny chemický reaktor Armfield PCT40.

2.2 Príprava roztokov

Pri meraní prechodových charakteristík do reaktora vstupoval vodný roztok kyseliny a zásady s koncentráciou $c = 0,01 \text{ mol/L}$. Roztoky som vždy pripravovala do zásobníkov s objemom 80 L. Pri výpočte hmotnosti čistých látok potrebnej na dosiahnutie požadovanej koncentrácie roztokov, som vychádzala z nasledujúcich vzťahov:

$$c_A = \frac{n_A}{V_A}, \quad (2.1)$$

$$M_A = \frac{n_A}{m_A}, \quad (2.2)$$

kde c_A je koncentrácia danej látky, n_A je jej látkové množstvo, V_A je objem roztoku a M_A je látkové množstvo danej látky. Výpočet hmotnosti kyseliny citrónovej:

$$m_A = c_A V_A M_A = 0,01 \times 80 \times 210,14 = 168,112 \text{ g}. \quad (2.3)$$

Výpočet hmotnosti hydroxidu sodného:

$$m_B = c_B V_B M_B = 0,01 \times 80 \times 39,997 = 31,998 \text{ g}. \quad (2.4)$$

2.3 Kalibrácia pH senzora

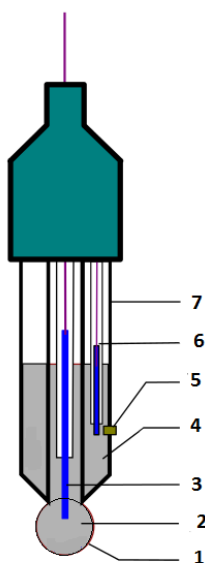
Pri meraniach pH som používala takzvaný kombinovaný pH senzor značky *GHM*. Kombinovaný pH senzor spája referenčnú a indikačnú elektródu do jednej elektródy. Schéma takejto elektródy je na Obr. 2.2, kde jednotlivé časti pH senzora sú [21]:

1. sklenená membrána vyrobená zo špeciálneho skla,
2. vnútorný elektrolyt (kyslý trojmolárny roztok KCL),
3. indikačná elektróda,
4. vonkajší elektrolyt (kyslý trojmolárny roztok KCL),
5. styčný bod so študovaným roztokom,
6. referenčná elektróda,
7. telo elektródy vyrobené z nevodivého skla.

Pri meraní aktuálnej hodnoty pH v chemickom reaktore sa pH senzor stáva *meracím členom*. To znamená, že meria hodnotu pH na výstupe z chemického reaktora počas procesu neutralizácie. Aby sa zabezpečila požadovaná presnosť merania, pH senzor som kalibrovala pravidelne.

Kalibrácia predstavuje určenie odchýlky údajov indikovaného meracím prístrojom od konvenčne pravej hodnoty meranej veličiny, na základe meraní niekoľkých referenčných látok so známou hodnotou meranej veličiny. Z týchto údajov sa následne zostrojí kalibračná krivka. V mojom prípade som ako referenčné látky používala roztoky s hodnotami pH 4,01, 7,01 a 10,01, teda kyslý, neutrálny a zásaditý roztoky.

pH senzor nemeria hodnotu pH priamo. Meranou veličinou je napätie U ktoré, spôsobuje prítomnosť častíc s elektrickým nábojom, teda aniónov a katiónov v roztoku. Merací člen pracuje v rozsahu 0 až 5 V. Kalibračnou krivkou pH



Obr. 2.2: Schéma pH senzora [21].

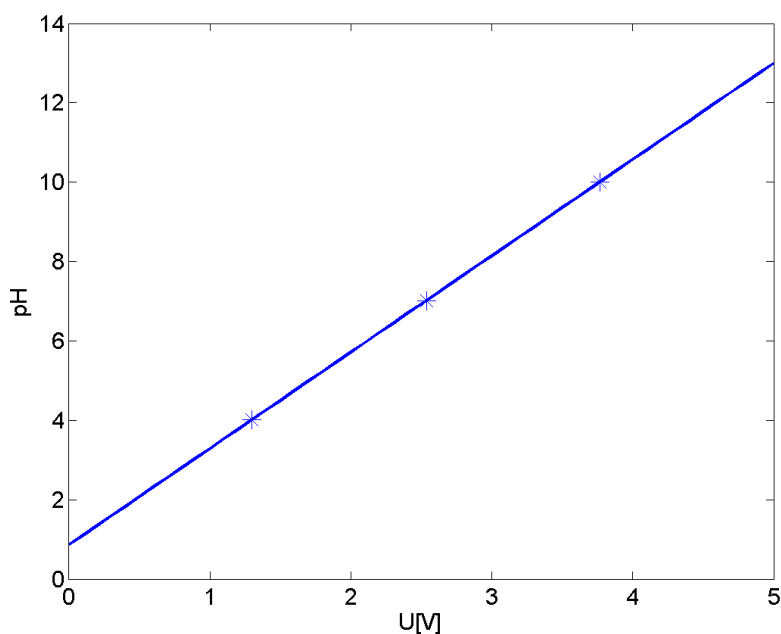
senzora je závislosť hodnôt pH referenčných roztokov od napätia U kalibračných roztokov nameraného pH senzorom. Namerané údaje sú spracované v tabuľke 2.1. Kalibračnú krivku (Obr. 2.3) som vyhodnotila metódou najmenších štvorcov a získala som rovnicu

$$pH = k U + q = 2,4272 U + 0,8596, \quad (2.5)$$

kde k je smernica kalibračnej priamky, U je nameraná hodnota napätia a q je úsek kalibračnej priamky. Pomocou rovnice priamky kalibračnej krivky (2.5) som prepočítavala napätie merané senzorom na príslušnú hodnotu pH.

Tabuľka 2.1: Namerané údaje pre kalibráciu pH senzora.

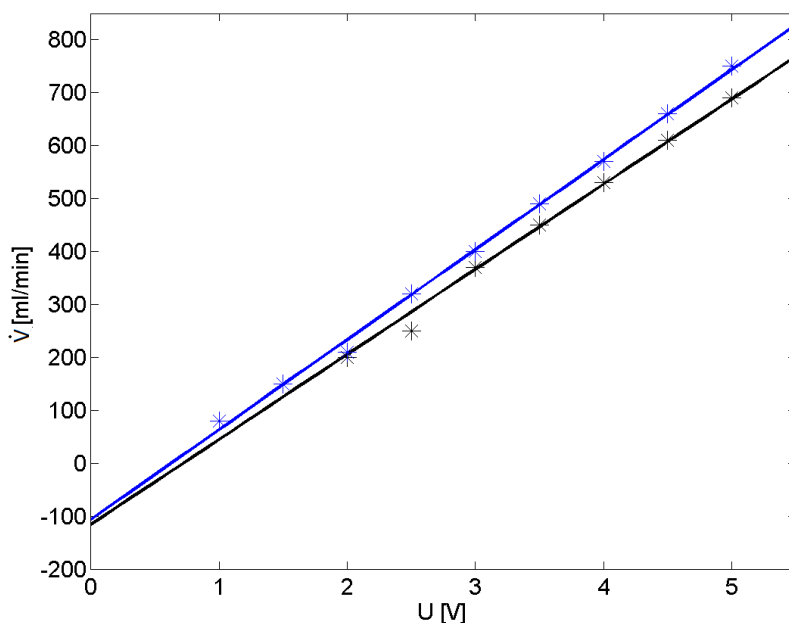
pH	U [V]
4,01	1,296
7,01	2,538
10,01	3,768



Obr. 2.3: Kalibračná krivka pH senzora.

2.4 Kalibrácia čerpadiel

Ďalšou dôležitou súčasťou riadenia procesu neutralizácie v chemickom reaktore sú čerpadlá, ktoré do reaktora čerpajú kyselinu a zásadu. Čerpadlá vystupujú v procese riadenia ako *akčné členy*. Kyselinu do reaktora čerpá čerpadlo A a zásadu



Obr. 2.4: Kalibračná krivka čerpadiel.

čerpadlo B, pričom obidve čerpadlá pracujú v rozsahu napätí 0 až 5 V.

Kalibrácia čerpadiel je v tomto prípade nutná, pretože obidve čerpadlá sa po čase vplyvom viacerých faktorov odlišne opotrebovali. To znamená, že pri rovnakom vstupnom napätí prečerpajú rozdielny objemový prietok. Kalibrovať je nutné obidve čerpadlá aj napriek tomu, že som pri meraní prechodových charakteristík menila len prietok čerpadla A.

Kalibráciu som vykonávala nasledovne: najskôr som z odmerného valca pomocou čerpadla A, potom pomocou čerpadla B, odčerpávala kvapalinu a merala som objem, ktorý prečerpajú za 30 sekúnd pri rôznych hodnotách napätia. Výsledky merania su spracované v tabuľke 2.2. Následne som zostrojila kalibračnú krivku (Obr. 2.4). Namerané údaje som aproximovala metódou najmenších štvor-

cov a určila som smernicu a posun priamok kalibračných kriviek

$$U_A = k_A \dot{V}_A + q_A = 160,7143 \dot{V}_A - 116,0714, \quad (2.6)$$

$$U_B = k_B \dot{V}_B + q_B = 170,0000 \dot{V}_B - 106,6667, \quad (2.7)$$

kde k_A a k_B sú smernice kalibračných kriviek čerpadiel A a B, q_A a q_B sú úseky kalibračných kriviek.

Tabuľka 2.2: Namerané údaje pre kalibráciu čerpadiel.

U [V]	$\dot{V}_A$ [mL/30 s]	$\dot{V}_B$ [mL/30 s]
0,5	0	0
1,0	0	40
1,5	75	75
2,0	100	105
2,5	125	160
3,0	185	200
3,5	225	245
4,0	265	285
4,5	305	330
5,0	345	375

2.5 Statická charakteristika procesu

V rámci experimentálnej časti mojej práce som namerala statickú charakteristiku procesu neutralizácie.

Statická charakteristika je závislosť ustálených hodnôt výstupnej veličiny od ustálených hodnôt vstupnej veličiny. V mojom prípade sa jednalo o závislosť pH od objemu kyseliny pri konštantnom objeme bázy. Takáto závislosť sa v analytickej

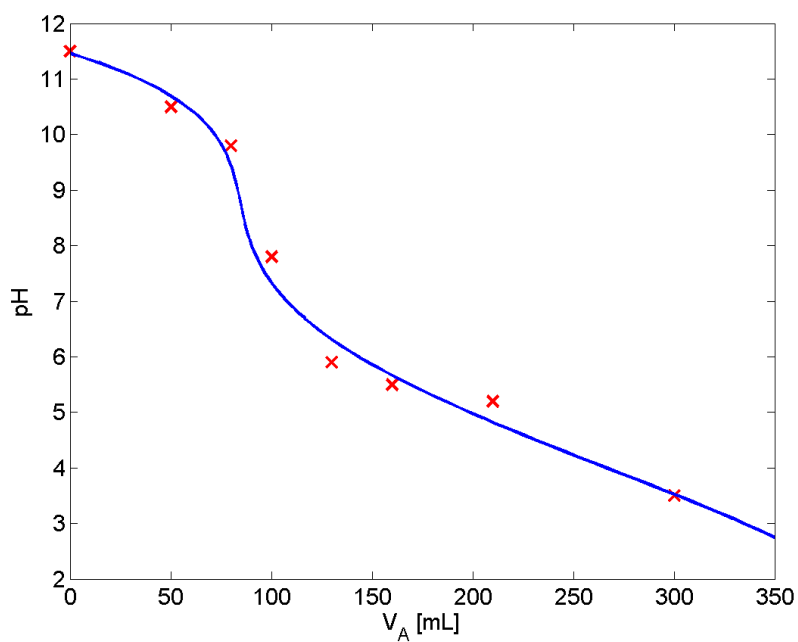
chémii nazýva titračnou krivkou. Táto problematika je podrobnejšie spracovaná v kapitole 1.3.2 tejto práce.

Statická charakteristika bola kľúčová pri poznaní správania sa procesu neutralizácie a pri predikcií vývoja pH. Statickú charakteristiku som merala postupným pridávaním rôzneho objemu kyseliny do konštantného objemu zásady. Pričom som merala hodnotu pH po ustálení vzniknutého roztoku. Výsledky tohto experimentu sú zapísané v tabuľke 2.3.

Tabuľka 2.3: Meranie statickej charakteristiky pre $V_B = 300$ mL.

V_A [mL]	pH [–]
0	11,5
50	10,5
80	9,8
100	7,8
130	5,9
160	5,5
210	5,2
300	3,5

Aproximáciu nameraných dát som naformulovala ako kvadratický optimalizačný problém podľa (1.21)–(1.22), táto formulácia je bližšie popísaná v kapitole 1.5.1 tejto práce. Optimalizačný problém som riešila v prostredí MATLAB pomocou funkcie *quadprog*. Postupným volením rôznych stupňov aproximačných polynómov som stanovila najvhodnejší stupeň polynómu, a to polynóm 4. rádu (Obr. 2.5). Kvalitu aproximácie som verifikovala pomocou funkcie *polyfit*. Správnosť experimentálne stanovenej statickej charakteristiky na Obr. 2.5 potvrdzuje aj to, že vykazuje analogické správanie, ako titračná krivka na Obr. 1.6.



Obr. 2.5: Statická charakteristika: namerané dáta (červená), aproximácia pomocou funkcie *quadreg*, (modrá), aproximácia pomocou funkcie *polyfit* (červená).

2.6 Identifikácia procesu chemického reaktora

Identifikácia reálneho procesu je nevyhnutnou súčasťou pri návrhu pokročilého riadenia založeného na modeli. Uvažovaný proces neutralizácie má nelineárne a nesympetrické správanie. To znamená, že prechodová charakteristika skokovej zmeny smerom nahor a smerom nadol nemá rovnaký priebeh. Z toho dôvodu som pre účely identifikácie vykonala viacero prechodových charakteristík.

Meranie prechodových charakteristík prebiehalo tak, že som postupne vykonala osem skokových zmien napätia na čerpadle, ktoré zabezpečuje prítok roztoku kyseliny citrónovej. Napätie druhého čerpadla, ktoré zabezpečuje prítok zásaditého roztoku hydroxidu sodného bolo konštantné. Napätie najprv stúpalo: $1,0 \rightarrow 1,5 \rightarrow 2,0 \rightarrow 2,5 \rightarrow 3,0$ V a potom postupne klesalo: $3,0 \rightarrow 2,5 \rightarrow 2,0 \rightarrow 1,5 \rightarrow 1,0$ V. Vykonávala som teda skokové zmeny s veľkosťou 0,5 V. Namerané údaje som normalizovala, pretože prechodová funkcia je definovaná ako odozva systému na jednotkovú skokovú zmenu pri nulových začiatkových podmienkach. Grafy normovaných prechodových charakteristík sú zobrazené na Obr. 2.8. Z týchto grafov je tiež zrejmé, že namerané hodnoty pH boli ovplyvnené šumom merania. Po normovaní signálu som pomocou Strejcovej metódy identifikácie, opísanej v sekcii 1.4, určila zosilnenie Z , časovú konštantu T a dopravné oneskorenie systému D prenosu systému. Dopravné oneskorenie D malo v porovnaní s časovou hodnotou T zanedbateľne malú hodnotu. Identifikované parametre prenosov systémov $G_{s,1} - G_{s,8}$ sú sumarizované v Tab. 2.4.

Pri riadení reálneho systému sa vždy stretávame s určitou mierou neurčitosti, teda so stavom s nedostatkom informovanosti. Základnými dôvodmi existencie neurčitostí sú zjednodušujúce predpoklady pri modelovaní systému, vplyv poruchy, šumy merania v procesoch, ako aj ďalšie neurčitosti modelov. V prípade riadenia chemického reaktora som uvažovala vplyv intervalových neurčitostí. To znamená, že jednotlivé parametre procesu sú známe iba v určitých intervaloch.

Tabuľka 2.4: Identifikované parametre neurčitého systému.

prenos	skoková zmena	Z [s/mL]	T [s]
$G_{s,1}$	$1,0 \rightarrow 1,5$	-8, 9	300, 9
$G_{s,2}$	$1,5 \rightarrow 2,0$	-2, 5	51, 0
$G_{s,3}$	$2,0 \rightarrow 2,5$	-1, 8	109, 3
$G_{s,4}$	$2,5 \rightarrow 3,0$	-0, 8	86, 2
$G_{s,5}$	$3,0 \rightarrow 2,5$	-0, 9	105, 0
$G_{s,6}$	$2,5 \rightarrow 2,0$	-1, 6	112, 9
$G_{s,7}$	$2,0 \rightarrow 1,5$	-7, 3	277, 9
$G_{s,8}$	$1,5 \rightarrow 1,0$	-4, 5	86, 9

Práve tieto intervaly sú základom pre implementáciu uvažovaného robustného riadenia, teda riadenia systémov s neurčitostami [22]. Z toho dôvodu som v mojej bakalárskej práci identifikovala až osem rôznych prechodových charakteristík. Minimálne a maximálne hodnoty nájdených zosilnení Z a časových konštánt T určujú hranice intervalovej neurčitosti daného systému (Tab. 2.5).

Tabuľka 2.5: Hranice intervalových neurčitostí.

Parameter	Minimum	Maximum
Z	-8,857	-0,840
T	50,952	300,914

Prenos prvého rádu, ktorého zosilnenie a časová konštanta sa pohybujú v daných intervaloch tvoria *rodinu neurčitého systému*. Rodina systémov je teda definovaná ako všetky systémy, ktoré vzniknú pre všetky uvažované hodnoty neurčitého parametra. Graficky sa tieto rodiny neurčitých systémov dajú interpretovať ako rôzne geometrické útvary, pričom prenosi vytvorené pomocou hraníc neurčitých parametrov tvoria vrcholy takéhoto útvaru [22]. V mojom prípade existujú dva

neurčité parametre, čiže môžeme vytvoriť štyri rôzne prenosy, teda štyri vrcholové systémy:

$$G_{\min,\min}(s) = \frac{-8,9}{(51,0s+1)}, \quad (2.8)$$

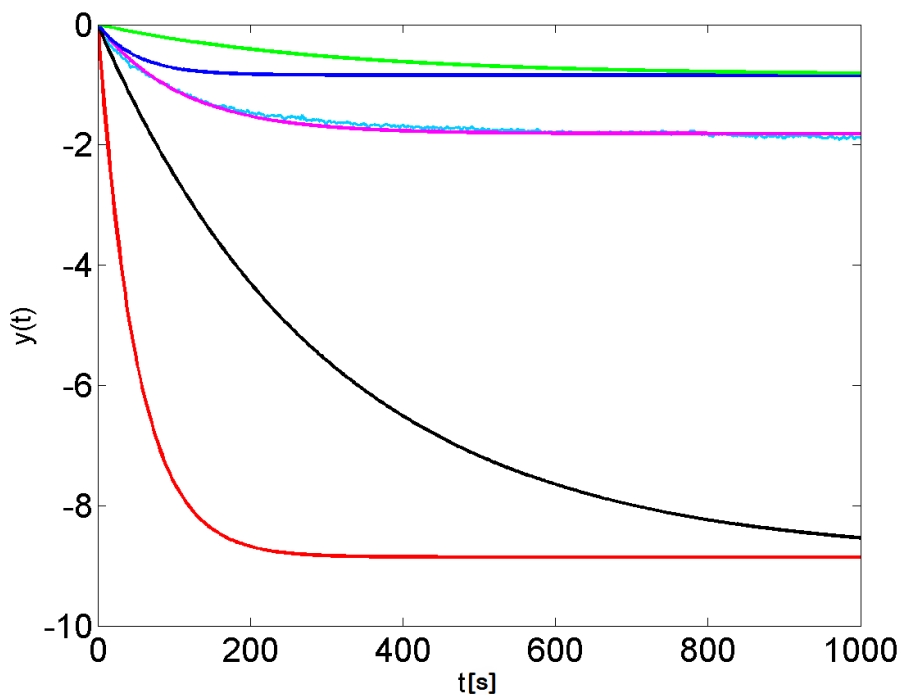
$$G_{\min,\max}(s) = \frac{-8,9}{(300,9s+1)}, \quad (2.9)$$

$$G_{\max,\min}(s) = \frac{-0,8}{(51,0s+1)}, \quad (2.10)$$

$$G_{\max,\max}(s) = \frac{-0,8}{(300,9s+1)}. \quad (2.11)$$

Príklady správania sa reaktora v hraničných bodoch identifikovaných intervaloch zosilnenia Z a časovej konštanty T , namerané a identifikované prechodové charakteristiky dvoch vybraných skokových zmien sú zobrazené na Obr. 2.6, 2.7.

Tieto systémy vieme ďalej využívať na to, aby sme získali limitné správanie sa systému, ktoré je kľúčové z pohľadu návrhu robustného riadenia. Z grafických priebehov na Obr. 2.8 je zrejmé, že každý z identifikovaných prenosov má priebeh v oblasti vymedzenej dvoma limitnými prenosmi.

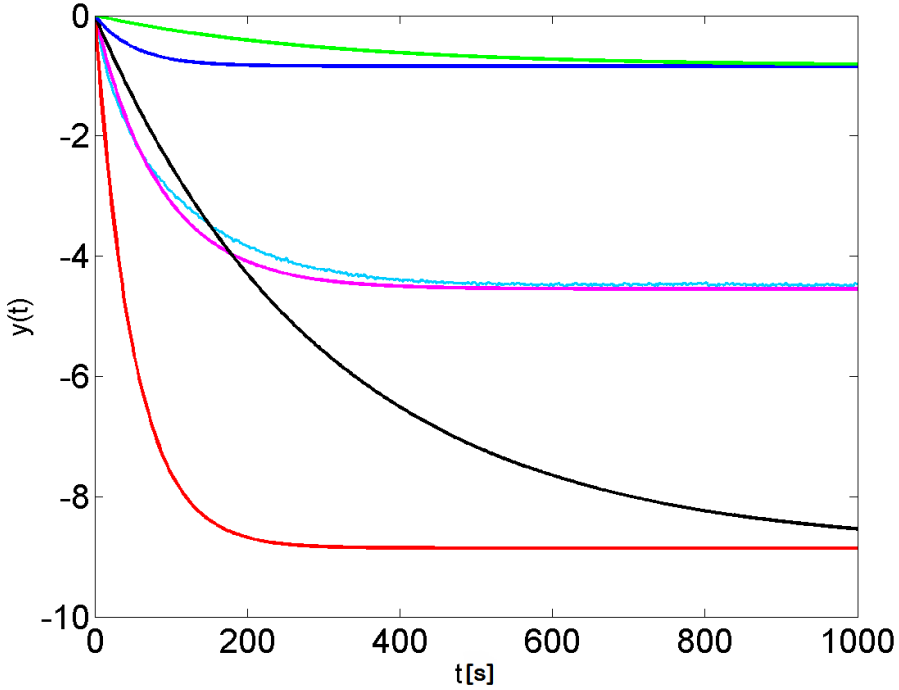


Obr. 2.6: Validácia identifikácie pre $G_{s,3}$: nameraná (belasá), identifikovaná (fialová), $G_{\min,\min}$ (červená), $G_{\min,\max}$ (čierna), $G_{\max,\min}$ (modrá) a $G_{\max,\max}$ (zelená).

Robustné prediktívne riadenie budeme môcť implementovať na neurčitý systém ktorého zosilnenie a časovú konštantu som určila ako intervaly:

$$T \in \langle 51, 0, 300, 9 \rangle$$

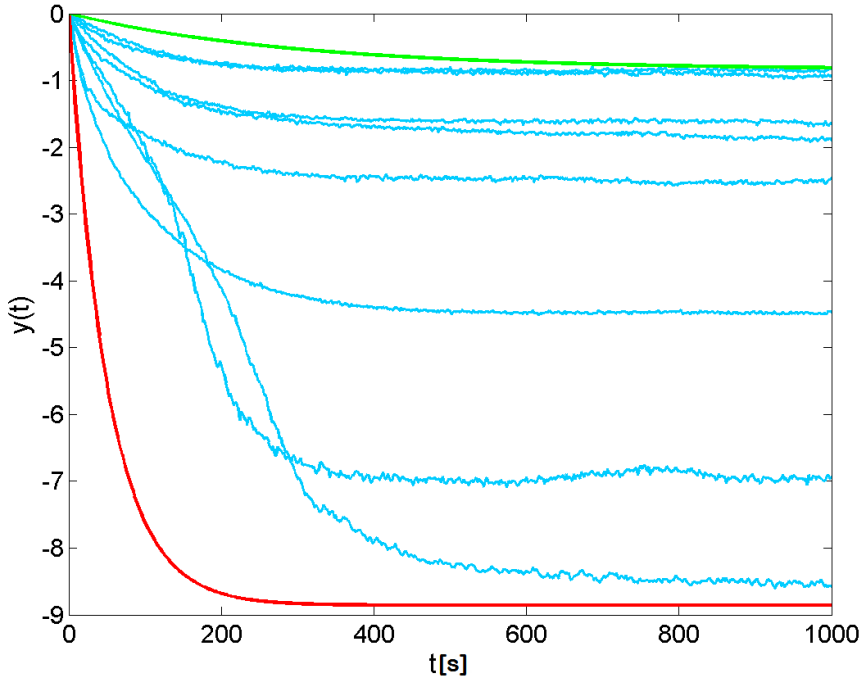
$$Z \in \langle -8, 9, -0, 8 \rangle$$



Obr. 2.7: Validácia identifikácie pre $G_{s,8}$: nameraná (belasá), identifikovaná (fialová), $G_{\min,\min}$ (červená), $G_{\min,\max}$ (čierna), $G_{\max,\min}$ (modrá) a $G_{\max,\max}$ (zelená).

2.7 Návrh pokročilého riadenia pre chemický reaktor

Pre proces neutralizácie prebiehajúci v prietokovom reaktore s miešaním reakčnej zmesi som navrhla robustné prediktívne riadenie. Túto metódu som zvolila pretože proces má nelineárne a nesymetrické správanie sa a navyše čerpadlá, ktoré sprostredkujú akčný zásah môžu zabezpečiť len obmedzený prietok reaktantov do reaktora. Práve metóda robustného MPC, ktorá je bližšie opísaná v sekcii [1.6](#)



Obr. 2.8: Validácia identifikácie pre $G_{s,1} - G_{s,8}$, namerané (belasá), $G_{\min,\min}$ (červená), $G_{\max,\max}$ (zelená).

tejto práce dokáže riadenie neurčitého systému s obmedzeniami zabezpečiť.

Pomocou identifikácie procesu som dospela k dvom hraničným prenosom, ktoré popisujú systém a zároveň predstavujú ohraničenie pre optimalizačný problém. Vstupno-výstupné modely v tvare prenosových funkcií (2.8), (2.11) som transformovala na stavový opis v diskkrétnej časovej oblasti, keďže formulácia vybraného prístupu návrhu robustného MPC regulátora si vyžaduje práve tento tvar. Períodu vzorkovania diskrétného systému som zvolila na $t_s = 2$ s. Robustné MPC tak bude pri počítaní akčného zásahu rešpektovať správanie sa systému. Ďalšie ohraničenie predstavuje pracovný rozsah napätia čerpadiel (0 – 5 V).

Tabuľka 2.6: Nastavenie robustného MPC.

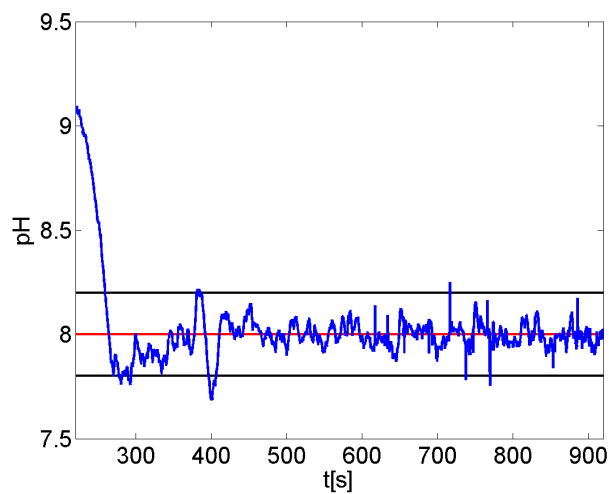
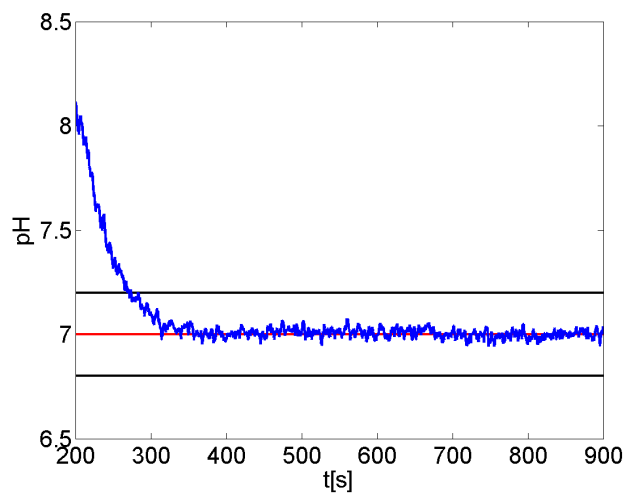
Parameter	Hodnota	Jednotka
Q_p	0,01	–
Q_i	0,20	–
R	200,00	V^{-1}

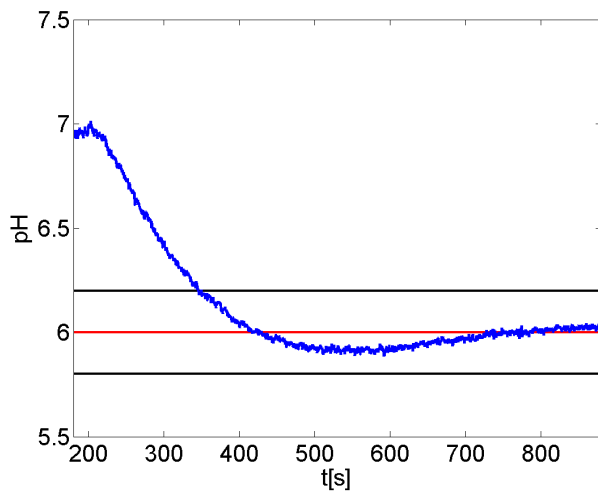
Robustný MPC regulátor som potom experimentálne ladila. Systematicky som nastavovala rôzne kombinácie váhových matíc Q , R , až kým som nedospela k regulátoru, ktorý dostatočne kvalitne a rýchlo odstránil trvalú regulačnú odchýlku. Výsledné hodnoty jednotlivých parametrov robustného MPC sú sumarizované v Tab. 2.6, kde Q_p predstavuje penalizáciu proporcionálnej zložky regulátora a Q_i je penalizácia integračnej zložky regulátora.

Kvalitu riadenia som vyhodnocovala pomocou ukazovateľov ako maximálne preregulovanie a čas regulácie, pričom za δ -okolie žiadanej veličiny w bola zvolená hodnota 0,2 pH. Hodnoty ukazovateľov kvality ani priebehy nedostatočne kvalitného riadenia som však v práci z dôvodu obmedzeného rozsahu neuvádzala.

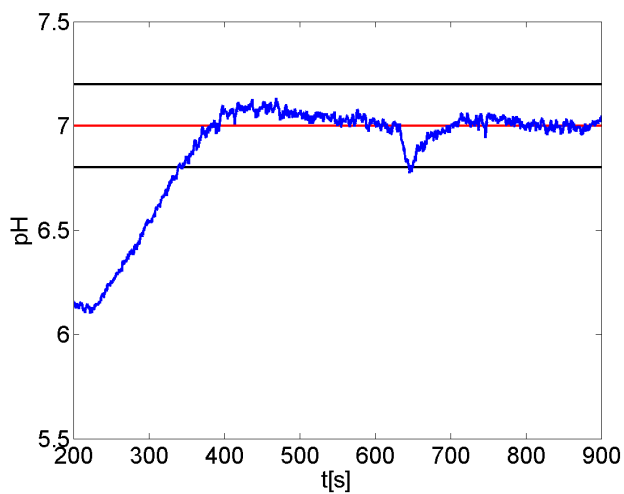
Pri riadení som taktiež musela prihliadať na kmitavosť procesu, ktorú sa ani pri najlepšom nastavení nepodarilo úplne eliminovať. Toto kmitanie malo veľmi malú amplitúdu a bolo spôsobené šumom merania a ďalšími vedľajšími faktormi. Hodnota výstupu v ustálenom stave sa teda pohybovala v intervale: $y(t) \in \langle w - 0.2, w + 0.2 \rangle$. Kmitanie výstupu s malou amplitúdou v tomto rozsahu som teda považovala za ustálený stav.

Kvôli nesymetrickému a nelineárnemu správaniu sa systému som kvalitu riadenia overovala pre niekoľko skokových zmien žiadanej hodnoty w . Bolo potrebné nájsť dostatočne kvalitný robustný MPC regulátor, ktorý zabezpečí požadovanú kvalitu riadenia v uvažovanom rozsahu pH a pre riadenie smerom nahor aj nadol. Priebehy regulácie najlepším robustným MPC regulátorom sú na zobrazené na Obr. 2.9 – 2.14.

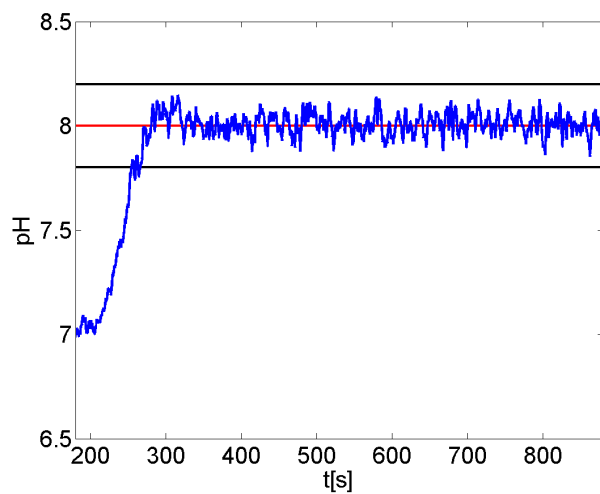
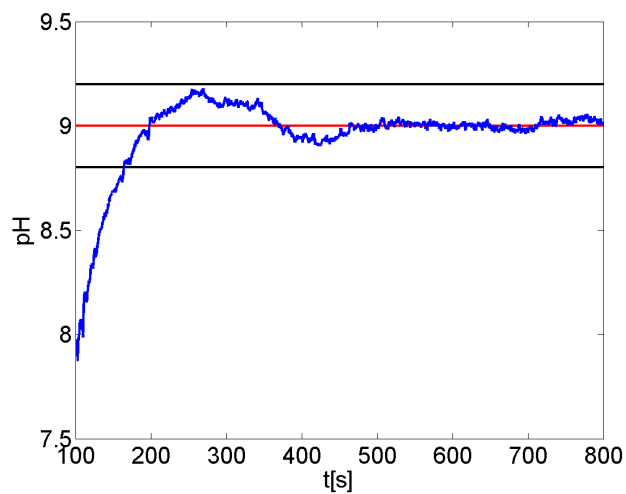
Obr. 2.9: Priebeh riadenia pH 9→8: pH (modrá), w (červená) a δ -okolie (čierna).Obr. 2.10: Priebeh riadenia pH 8→7: pH (modrá), w (červená) a δ -okolie (čierna).



Obr. 2.11: Priebeh riadenia pH $7 \rightarrow 6$: pH (modrá), w (červená) a δ -okolie (čierna).



Obr. 2.12: Priebeh riadenia pH $6 \rightarrow 7$: pH (modrá), w (červená) a δ -okolie (čierna).

Obr. 2.13: Priebeh riadenia pH 7→8: pH (modrá), w (červená) a δ -okolie (čierna).Obr. 2.14: Priebeh riadenia pH 8→9: pH (modrá), w (červená) a δ -okolie (čierna).

Hlavným cieľom pri ladení robustného MPC bolo plnenie úlohy sledovania žiadanej veličiny. Avšak pri riadení pH z hodnoty 6 na hodnotu pH 7 (Obr. 2.12) zapôsobila v čase približne 650 s na riadenú veličinu porucha, kedy jedno z čerpadiel niekoľko sekúnd nečerpalo vstupný roztok, ale len vzduch. Tento priebeh riadenia teda demonštruje schopnosť robustného MPC úspešne plniť aj úlohu regulácie a eliminovať vplyv porúch.

Ako možno vidieť z grafických priebehov riadenia pH (Obr. 2.9 – 2.14), implementované robustné MPC dosiahlo pri všetkých skokových zmenách žiadanej veličiny požadovanú kvalitu riadenia.

Záver

Hlavným cieľom mojej bakalárskej práce bolo navrhnúť pokročilé riadenie pre laboratórny chemický reaktor. Najskôr som sa podrobne oboznámila s laboratórnym procesom ARMFIELD PCT43 a s procesom neutralizácie, ktorý v reaktore prebiehal. Kalibrovala som merací člen – pH sondu, ako aj akčné členy – čerpadlá zabezpečujúce prítok roztokov kyseliny citrónovej a hydroxidu sodného. Experimentálne som zostrojila statickú charakteristiku systému, ktorá predstavuje titračnú krivku uvažovaného procesu neutralizácie.

Následne som identifikovala vstupno-výstupný model chemického reaktora s ohľadom na meniaci sa prítok reagujúcej zložky – kyseliny citrónovej. Prítok zásaditého roztoku hydroxidu sodného bol konštantný. Nakoľko má proces neutralizácie nelineárne a nesymetrické správanie, identifikáciu som vykonala na základe ôsmich prechodových charakteristík nameraných pre skokové zmeny vstupu smerom nahor aj nadol. Výsledný model je v tvare prenosovej funkcie prvého rádu s intervalovými neurčitostami.

Identifikovaný model som použila pri návrhu robustného prediktívneho riadenia. Navrhla som robustné prediktívne riadenie s integračnou zložkou tak, aby sa zabezpečilo odstránenie trvalej regulačnej odchýlky. Následne som robustné prediktívne riadenie ladila tak, aby bola zabezpečená dostatočná kvalita pri úlohe sledovania žiadanej veličiny v uvažovanom rozsahu hodnôt pH 6 až 9. V tomto rozsahu som graficky vyhodnotila kvalitu regulácie.

V rámci svojej bakalárskej práce som v prostredí MATLAB/Simulink vytvorila viacero užitočných pomocných súborov, ktoré sú dostupné v e-learningovom systéme Moodle v kurze *Laboratórium procesov*.

Literatúra

- [1] Kyselina citrónová. on-line [cit. 2017.05.13]: https://sk.wikipedia.org/wiki/Kyselina_citr%C3%B3nov%C3%A1.
- [2] Citric acid. on-line [cit. 2017.05.13]: <https://www.brambleberry.com/citric-acid-p3753.aspx>.
- [3] Citric acid in popular drinks – titration. on-line [cit. 2017.05.13]: <http://cheo.pbworks.com/w/page/87428851/CitricAcidinPopularDrinks-TitrationNANSLOLabActivity>.
- [4] TARIQ, N. – STEFANI, L. – BUTCHER A. Citric acid production. on-line: [http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1016/0307-4412\(95\)00039-6/pdf](http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1016/0307-4412(95)00039-6/pdf).
- [5] Sodium hydroxide. on-line [cit. 2017.05.13]: <https://www.britannica.com/science/sodium-hydroxide>.
- [6] Hydroxid sodný. on-line [cit. 2017.05.13]: https://sk.wikipedia.org/wiki/Hydroxid_sodn%C3%BD.
- [7] GARAJ, J. – BUSITN, D. – HLADKÝ, Z. *Analytická chémia*. Alfa vydavateľstvo technickej a ekonomickej literatúry, 1987.
- [8] Balanced equations. on-line [cit. 2017.05.13]: <http://www.webqc.org/balance.php?reaction=C6H8O7%2BNaOH%3DC6H5O7Na3%2BH2O>.

- [9] GARCÍA-ÁLVAREZ-COQUE, M. – BAEZA-BAEZA, J. – PÉREZ-PLA, F. Teaching chemical equilibria using open source software octave. on-line [cit. 2017.05.13]: <http://pubs.sciepub.com/wjce/3/6/1/figure/3>.
- [10] CHOI, S. – GLEASON, R. – JEWETT, K. Titration of citric acid. on-line [cit. 2017.05.13]: <http://sites.middlebury.edu/chem103lab/2016/09/04/doin-acid/>.
- [11] MIKLEŠ, J. – FIKAR, M. *Process Modelling, Identification, and Control*. Springer, 2007.
- [12] BAKOŠOVÁ, M. Strejcova metóda identifikácie prenosovej funkcie a experimentálne metódy návrhu regulátora. on-line [cit. 2017.05.13]: <http://www.kirp.chtf.stuba.sk/moodle/course/view.php?id=214>.
- [13] BAKOŠOVÁ, M. – FIKAR, M. – ČIRKA, E. *Základy automatizácie*. STU v Bratislave, 2003.
- [14] BAKOŠOVÁ, M. – FIKAR, M. *Riadenie procesov*. STU v Bratislave, 2008.
- [15] KVASNICA, M. Minimalizácia funkcie s ohraničeniami v tvare rovnosti (eliminčná metóda). on-line [cit. 2017.05.13]: http://www.kirp.chtf.stuba.sk/moodle/pluginfile.php/58325/mod_resource/content/1/opt_03.pdf.
- [16] KVASNICA, M. Kvadratické programovanie a jeho aplikácie. on-line [cit. 2017.05.13]: http://www.kirp.chtf.stuba.sk/moodle/pluginfile.php/58325/mod_resource/content/1/opt_03.pdf.
- [17] MACIEJOWSKI, J. *Predictive Control with Constraints*. Prentice Hall, London, 2000.
- [18] BEMPORAD, M. – MORARI, M. Robust Model Predictive Control: A Survey. In *Robustness in Identification and Control*, pages 207–226. Springer London, 1999.

- [19] KVASNICA, M. Introduction to model predictive control. on-line [cit. 2017.05.13]: http://kirp.chof.stuba.sk/~kvasnica/mpc/01_mpc_introduction.pdf.
- [20] *Extracts from instruction manual PCT40*. Armfield, 2005.
- [21] Glass electrode. on-line [cit. 2017.05.13]: https://en.wikipedia.org/wiki/Glass_electrode.
- [22] BAKOŠOVÁ, M. Úvod do robustného riadenia. on-line [cit. 2017.05.13]: http://www.kirp.chof.stuba.sk/moodle/pluginfile.php/23815/mod_resource/content/4/predn1%201h.pdf.