

Residence time distribtion: Konduktivitetsmålinger på eksperimentell tubulær blandetank reaktor

Knut-Arne Rademacher Munkebye

Industriell kjemi og bioteknologi Innlevert: Juli 2012 Hovedveileder: Heinz A. Preisig, IKP

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet Institutt for kjemisk prosessteknologi

NTNU Norwegian University of Science and Technology

Faculty of Natural Sciences and Technology Department of Chemical Engineering



MASTER THESIS 2012

From a filling a	CALL AND	
Title:	Subject (3-4 words):	
Residence time distribuion:	Residence time distribution, conductivity, model	
Konduktivitetsmålinger på eksperimentell tubulær	identification	
blandetank reaktor		
	,	
Author:	Carried out through:	
Knut-Arne Rademacher Munkebye	January 2012-july 2012	
•		
Advisor: Prof. Heinz A. Preisig	Number of pages	
Co-advisor:		
	Main report: 69	
External advisor:	Appendix: 19	
ABSTRACT	Trepondent 1/	
Goal of work (key words).		
Build a test rig for Desidence time distributions	using conductivity as massured parameter	
Model identification	, using conductivity as measured parameter.	
Model Identification		
Conclusions and recommendations (key words):		
Test rig built, and is working well. Model identi	fied.	
I declare that this is an independent work according to the exam regulations		
of theNorwegian University of Science and Technology		
12 02 2012 Unit la P. h. h. h. h. h.		
Date and signature: A Day 2. LUI d Juni - une culmarter hundling		

1 Sammendrag

Denne oppgaven har gått ut på å bygge en forsøksrigg til bruk på felleslab, ved Institutt for kjemisk prosessteknologi ved NTNU.

Det skulle kjøres forsøk på oppholdstidsdistribusjoner/Residence time distributions. Alt av nødvendig utstyr er anskaffet, og satt sammen. Instrumentene er programmert il å brukes via en PC. Utstyret fungerer som det er ment å fungere, med noen justeringer. Det er gjort enkle lab forsøk, med bruk av metoden.

Innholdsfortegnelse

1 Sammendrag	2
2 innledning	7
2.1 Bakgrunn for oppgaven	7
2.2 Generelt om felleslab	7
3 oppgavebeskrivelse/oppgavedefinisjon:	9
4 Teori	12
4.1 Opholdstids distribusjoner og ikke ideell strømning; RTD	12
4.1.1 Tidligheten av blanding	15
4.1.2 Oppholdstid distribusjonen til en væske ut av en reaktor:	16
4.1.3 Eksperimentelle metoder (ikke kjemiske) for å finne E	
4.1.4 Puls-eksperiment	
4.1.5 Step/skritt eksperiment	22
4.1.6 Forholdet mellom E og F kurver	23
4.1.7 Enkle matematiske begreper	26
4.1.8 Praktisk anvendelse av alders distribusjons informasjon	
4.1.9 Oppskalering av anlegg og ikke ideell strømning	
4.2 konduktivitet	
5 Utstyr	35
5.1 Glass, mekanisk og kolonne	
5.1.1 Geometri	
5.2 pumpe	42
5.2 Sensorer;	43
5.3.1 Sensorer med elektroder/dip in sensorer	43
5.3.1 Toroidalsensorer	44
5.4 Injektor	45
5.5 Forsøksrigg	47
5.6 Styring av instrumenter og målinger	49
6 Kalibrering	53
6.1 Kalibrering av pumpe	53
6.2 Kalibrering av sensorer	55
6.2.1 Kalibrering med 5 µS/cm standard	56
6.2.2 Kalibrering med 1413 μS/cm standardløsning	59
6.2.3 tilpasning og skalering av måledata	67

7 Forsøk	70
8 modellidentifikasjon	72
9 Diskusjon	77
10 konklusjon	78
11 Bilag	81
Bilag 11.1; pumpespesifikasjoner	81
Bilag 11.2; Sensorspesifikasjoner/plantegninger/tilkobling	82
Bilag 11.3; Pumpekalibrering ved pumpens utløp;	85
Bilag 11.4; Pumpekalibrering ved kolonnens utløp;	86
Bilag 11.5; Oppgitte konduktivitets verdier på 5 µS/cm kalibreringsløsning	87
Bilag 11.6; Målte verdier etter kalibrering med 5 µS/cm standard løsning	88
Bilag 11.7; Oppgitte verdier på 1413 MyS/cm kalibreringsløsning	89
Bilag 11.8; Målte verdier etter kalibrering med 1413 µS/cm standard løsning	90
11.9 Matlab script	91
Bilag 11.9.1 Første kalibrering/fit/prediksjon calib01.m	91
Bilag11.9.2:Matlab bilag Ekstraksjon/forbehandling av data (preprosess 04)	92
Bilag 11.9.3 Tilpasning og skalering etter Kohlrausch's lov	93
Bilag 11.9.4 Modelltipasning ved bruk av Kohlrausch's lov	95
11.10 Utførte forsøk	97
Bilag 11.11 Forsøksmanual til bruk på lab	98
12 Litteraturliste/kilder	
13 Acknowledgements	101

2 innledning

2.1 Bakgrunn for oppgaven

Denne oppgaven har gått ut på å sette opp et forsøk på felleslaben ved institutt for kjemisk prosessteknologi ved NTNU, Prinsippet for forsøket er å få en prakisk innsikt i hvordan man ved hjelp av oppholdstiddistribusjoner, residence time distributions på engelsk, kortform RTD, kan identifisere en matematisk modell for forsøket. Dette prinsippet inngår i blant annet i faget TKP 4135 prosess system teknikk/process systems engineering.

Hensikten var å anskaffe og sette opp utstyret, få det til å fungere som ønsket, ved hjelp av programmering og styring av instrumentene. Forsøksriggener er ferdig laget, og fungerer etter hensikten.

2.2 Generelt om felleslab

På institutt for kjemisk prosessteknologi finnes det en egen lab, kalt felleslab. Der er det satt opp forsøk, som studentene i fortrinnsvis 4.årskull ved instituttet, er ment å utføre laboratrorieforsøk, som tar for seg viktige prinsipper ved de enkelte fag som undervises på instituttet. Denne laben er et verktøy til bruk for å gi studenter et praktisk aspekt ved emner og prinsipper det undervises i på instituttet. Det finnes flere forsøksrigger på laben, enn denne som er bygget i løpet av denne masteroppgaven. Det er forsøk fra flere fag som er satt opp på laben. Det kan nevnes følgende; CSTR reaktor (continously stirred tank reactor), destillasjon, krystallisasjon, føner eksperiment og termoelement/temperaturregulering.

3 oppgavebeskrivelse/oppgavedefinisjon:

Konstruere og bygge en testrigg for blande eksperimenter, herunder anskaffe alt nødvendig utstyr, programmere og regulere dette slik at kommende studenter kan gjøre eksperimenter med oppholdstid distribusjon i en rør-reaktor på felleslab ved institutt for kjemisk prosessteknologi ved NTNU. Det vil primært brukes konduktivitetsmålinger, men oppgaven kan også utvides til å gjelde termiske eksperimenter på oppholdstid.

4 Teori

4.1 Opholdstids distribusjoner og ikke ideell strømning; RTD

Oppholdstidsdistribusjoner kommer fra det engelske Residence time distributions, på kortform RTD.

Oppholdstids distribusjonen til en reaktor brukes til å sammenligne reaktorens oppførsel opp mot to *ideelle* reaktormodeller. Den ene modellen kalles Plug flow, eller laminær strømnings reaktor, der det ikke er aksiell blanding langs reaktor, men stoffene i strømmen forlater reaktor i samme orden som de kom inn i den.

Den andre ideelle modellen kalles continuosly stirred tank reactor (CSTR) eller blandetanks reaktor. Denne ideelle modellen baserer seg på antagelsen om at man oppnår fullstendig og øyeblikkelig blanding av stoffer i reaktorens bulkområde. Reaktoren og utløpssammensetningen antas derfor å være identisk og homogen.

I den videre diskusjon av teori, ser man kun på ideelle strømnings former, der det sees helt bort fra reaksjoner mellom stoffer i reaktoren.

Når det diskuteres ideell væskestrømning er det to former for strømning som diskuteres; Laminær strømning (plug flow), og mixed flow. Disse kan imidlertid gi relativt forskjellig oppførsel, basert på størrelsen på reaktor, og distribusjon av produkter. Ideelt sett er disse to strømnings formene relativt enkle å forstå, eller modellere. Derfor søker man å designe reaktorer som tilnærmer seg den ene eller den andre strømningsformen.

Det er to viktige grunner til dette:

-Den en eller den andre måten er optimal, uansett hva som skal designes

-Disse to strømnings formene er enkle å behandle.

Normalt sett følger ikke reelle reaktorer denne idealiteten, men de nærmer seg ofte idealitet, med neglisjerbare feil. I andre tilfeller kan avviket fra den ideelle strømning være ganske signifikant.

Det er tre nærliggende faktorer, som utgjør strømningsformen eller kontaktenformen mellom to væsker eller stoffer i løsning:

- 1.: Oppholdstidsdistribusjonen, eller residence time distribution (RTD)
- 2.: Aggregeringstilstanden til materialene som er i strømmen; tendensen til å klumpe seg sammen, eller for en gruppe molekyler å bevege seg som en klump i strømmen. Graden av sammenhopning

3.: Hvor sent eller tidlig etter innløpet til reaktoren, stoffene blander seg; tidligheten av blanding.

Avvikene fra de to nevnte strømningstypene kan være kanalisering av væske, eller gjennom resirkulering, eller at væskene blir stående i dødsoner, hvor det ikke er bevegelse i væsken. Se figur 4.1 under:



Figur 4.1; Uønskede og ikke ideelle strømningsmønstre som kan forefinnes i prosessutstyr

I alle typer prosessutstyr, som for eksempel i varmevekslere, pakkede kolonner/packed bed coloumns, og andre former for reaktorer, er det ideelle å unngå å ha slike avvik fra ideell strømning, fordi det vil senke effektiviteten til reaktoren.

I utstyret brukt i denne oppgaven får vi en kombinasjon av disse faktorene, grunnet utstyrets geometri. Kolonnen brukt, er et QVF-glassrør pakket med knuste Raschig ringer. Ved målinger ble det brukt en tracer løsning av NaCl. Til den visuelle observasjonen av hvorvidt det oppstod dødsoner, og at væskestrømmen tok snarveier, ble det brukt vanlig blått blekk.

Kjenner man nøyaktig til hva som skjer inne i en reaktor, altså om man har et komplett hastighets distribusjons kart for væsken i reaktoren, skal man i prinsippet kunne forutsi hva som skjer med væsken inne i reaktoren, eller forutsi strømningsforholdene inne i reaktoren.

Denne tilnærmingsmetoden er også i dag, selv med tilgjengelighet på kraftige datamaskiner, ganske upraktisk.

Sees det bort fra den ideelle oppførselen til væsken i en reaktor, hva er det så som trengs av informasjon?

I realiteten er det eneste vi trenger å vite, hvor lenge de individuelle molekylene oppholder seg i reaktoren. Mer spesifikt snakkes det altså om distribusjonen av væskens oppholdstid i reaktoren.

Denne informasjonen kan man relativt enkelt bestemme ved stimulus-respons forsøk.

For å få fatt i denne informasjonen bruker det oppholdstids fordelinger, eller, residence time distributions, RTD på kortform.

For å forenkle teorien vil det kun bli vurdert stabil tilstand på strømning (steady state flow), uten reaksjoner, eller tetthetsforandringer i væsken. I de praktiske forsøkene er det brukt en NaCl (koksalt) løsning i destillert vann. NaCl-løsningen er sporstoffet, eller traceren det måles oppholdstid på.

3.1.2 Graden av sammenhopning i strømningssystemet

Materiale eller stoff I en strømning befinner seg I en eller annen form for aggregering eller sammenhopning. To ekstremtilfeller kalles mikrofluider og makrofluider. Som vist i figur 4.2



Figur 4.2; Eksempler på to ekstremtilfeller av aggregering/sammenhopning av væsker

Èn fase systemer: Disse ligger i området mellom mikro og makrovæsker. I denne oppgaven er det brukt et èn fase system; Salt, fullstendig oppløst i vann.

*Tofasesysteme*r; En strøm med fast stoff i væske vil alltid oppføre seg som en makrovæske, men for en gass som reagerer med en væske, kan begge fasene oppføre seg som en mikrovæske, basert på hvordan fasene er i kontakt med hverandre, men dette vil ikke bli omtalt i denne oppgaven. Figur 4.3 under, viser en totalt motsatt oppførsel; Oppførselen til et to fase system.



Figur 4.3; Eksempler på makro og mikrovæskeoppførsel.

4.1.1 Tidligheten av blanding

Væskelementene i en enkelt strøm, kan blande seg med hverandre på to måter; Enten ved at de blander seg tidlig under gjennomstrømningen av tanken/reaktoren, eller sent, (se fig 4.4under)



Figur 4.4; Eksempler på tidlig og sen blanding i en reaktor.

Normalt sett spiller ikke denne effekten så stor rolle, om det er en enkelt væske det er snakk om inne i reaktoren, men er det to forskjellige reaktandstrømmer som går inn på reaktor, kan dette være en særdeles viktig faktor. Se figur 4.5



Figur 4.5; Sen eller tidlig blanding har effekt på reaktor oppførsel.

På hvilken måte spiller de tre ovenfor nevnte faktorene inn på en reaktors oppførsel?

I noen situasjoner kan disse faktorene ignoreres, men i andre kan det være en alvorlig feilkilde. Ofte avhenger graden av viktighet på reaksjonstiden \bar{t}_{rx} , blandetiden \bar{t}_{mix} og oppholdstiden \bar{t}_{stay} i reaktoren. I noen tilfeller har oppholdstiden (\bar{t}_{stay}) noe av den samme betydning som blandetiden, (\bar{t}_{mix}), men noe bredere.

4.1.2 Oppholdstid distribusjonen til en væske ut av en reaktor:

Det antas rimelig logisk at elementer av væske som strømmer gjennom en reaktor, en tank, eller en annen geometrisk form, vil bruke lengre eller kortere tid gjennom reaktoren, alt etter hvilken vei, eller på hvilken måte de strømmer igjennom. Distribusjonen av disse tidene for væsken som strømmer gjennom tanken, blir kalt utløps alders distribusjon, E, eller oppholdstids distribusjonen (RTD) til væsken. Når det senere refereres til RTD, er det altså oppholdstid distribusjonen det er snakk om. **E** har enheten s⁻¹

Det er enklest å representere RTD på en måte som gjør arealet under kurven lik 1,

$$\int_0^\infty \boldsymbol{E} \, dt = 1 \tag{likning 1}$$

Dette kalles å normal fordele distribusjonen, og figur (4.6) nedenfor viser distribusjonen i normalisert form.



Figur 4.6; Utløpsstrømmens aldersdistribusjonskurve E, for en væske, som strømmer gjennom en reaktor, også kalt RTD, eller oppholdstid distribusjon.

Det må bemerkes at det er en restriksjon på E kurven; At væsken kun går inn i reaktoren en gang, og ut en gang. Dette betyr at det ikke antas være noen strømning eller diffusjon, eller oppstrøms virvler, ved inngangen, eller ved utgangen av reaktoren.. Dette kalles lukket tank grensebetingelsen (closed vessel boundary condition).

Der hvor det strømmer væskeelementer over reaktorgrensene mer enn en gang, kalles dette derfor åpen tank grensebetingelse (open vessel boundary condiotion)

Med denne representasjonen, vil fraksjonen av utløps strømmen med «alder»*, eller mellom t, og t+dt , være;

Fraksjonen yngre enn alder t1 vil være

$$\int_0^{t_1} \boldsymbol{E} \, dt \qquad (likning 3)$$

Mens fraksjonen eldre enn t_1 , vist som det skraverte arealet i figur xx6 under, vil være

$$\int_0^\infty \boldsymbol{E} \, dt = 1 - \int_0^{t_1} \boldsymbol{E} \, dt \qquad (likning \ 4)$$

Denne E-kurven, er distribusjonen som er nødvendig for å ta hensyn til ikke ideell strømning.

*»alderen» til element refererer til tiden elementet har oppholdt seg i tank eller reaktor.

4.1.3 Eksperimentelle metoder (ikke kjemiske) for å finne E

Den enkleste og mest effektive måten å finne en distribusjonskurve, eller en E-kurve på, er ved å bruke en inert tracer, eller markørstoff. I oppgaven er det som kjent brukt vanlig koksalt, som blir målt ved ledningsevne i løsning. For spesialtilfeller, kan det imidlertid være hensiktsmessig å bruke en reaktiv tracer. Dette vil ikke bli ytterligere diskutert i oppgaven. Det vil derfor kun bli diskutert ikke reaktive tracere i oppgaven. Man kan bruke flere typer eksperimenter, som figur 4.7, under viser.

Puls og step eksperimenter er lettere å tolke, enn periodiske og tilfeldige injeksjonseksperimenter. I oppgaven er det kun brukt puls injeksjoner, men det kan være hensiktsmessig å sammenligne med step eksperimenter også.



Figur 4.7, forskjellige måter å visualisere/studere strømnings mønstre i reaktorer.

Det vil kort bli diskutert metoden for å finne E-kurven, dernest vist hvordan en kan komme frem til reaktorens virkemåte/oppførsel, når E-kurven er kjent.

4.1.4 Puls-eksperiment

Vi finner først E-kurven til en reaktor med volum V m^3 , hvor det går en væskestrøm med v m^3 /s volumhastighet. For å få frem en puls, injiserer det så en tracer løsning med M enheter, (for eksempel i [kg]) på kortest mulig tid inn i væskestrømmen som går inn på reaktor. En må injisere på en måte som vil gi et puls-signal som vist helt til venstre i fig 4.7. Dernest måler en konsentrasjonstiden på tracer som forlater reaktoren. I forsøkene ble dette gjort ved å ha to like sensorer. Den første sensoren målte konduktiviteten i løsningen på innløpet, altså på pulsen. Konduktivitet ble altså et mål på relativ konsentrasjon. Den andre sensoren målte konduktiviteten på utløpet av kolonnen. hvor en målte pulsen før innløp på reaktor, og konsentrasjonstiden(s262 omformuler) ved utløpet. Den målte konduktiviteten til traceren på utløpet vil da være et mål på konsentrasjonen ut av kolonnen, og kalles da C_{puls}. Fra materialbalansen på reaktor finner en da følgende;

A er arealet under C_{puls} kurven, og \bar{t} er gjennomsnittet/middelverdien til C_{puls} kurven:

$$A = \int_{0}^{\infty} C \, dt \cong \sum_{i} C_{i} \Delta t_{i} = \frac{M}{\nu} \left[\frac{kg * s}{m^{3}} \right] \qquad (likning 5)$$

$$\bar{t} = \frac{\int_0^\infty t * C \, dt}{\int_0^\infty C \, dt} \cong \frac{\sum_i t_i * C_i * \Delta t_i}{\sum_i C_i * \Delta t_i} = \frac{V}{v} \quad [s] \qquad (likning 6)$$

$$E = \frac{C_{puls}}{\frac{M}{\nu}}$$
 (likning 7)

Dette er vist i figur xx 8 under:



Figur $\overline{4.8}$; Informasjonen du kan hente ut fra puls tracer eksperimentet.

Hva menes egentlig med gjennomsnittlig oppholdstid til væske i en reaktor?

Vi tar Bare for oss steady state flow, og væsker med konstant tetthet, og vi har:

$$\bar{t} = \frac{V}{v} = holding time$$
 (likning 8)

For å finne E-kurven ut fra C_{puls} kurven forandres konsentrasjons skalaen, slik at arealet under kurven blir lik 1.

Divider helt enkelt konsentrasjonsmålingene på M/v;

$$E = \frac{C_{puls}}{\frac{M}{\nu}}$$
 (likning 9)

som vist i figur 4.9 under:



Figur 4.9; Måten å forandre en C_{puls} kurve, til en E kurve.

Det finnes også en annen RTD funksjon E_{θ} .

Her blir tiden målt ved hjelp av gjennomsnittlig oppholdstid θ (Mean residence time):

$$\theta = \frac{t}{\bar{t}}$$
 (likning 10)

$$E_{\theta} = \bar{t} * E = \frac{V}{v} * \frac{C_{puls}}{\frac{M}{v}} = \frac{V}{M} * C_{puls} \qquad (likning 11)$$

Figur 4.10 viser denne omformingen:



Figur 410; Omgjøring fra E til E_{θ} .

4.1.5 Step/skritt eksperiment

Vi betrakter igjen en væske som strømmer gjennom en tank med volum V, og volumstrøm v m^3 /s. Så bytter vi væskestrøm fra vanlig væske til tracer væske ved med konsentrasjon C_{maks} ved t=0, der

$$C_{maks} = \left[\frac{kg \ eller \ mol}{m^3}\right] \qquad (likning \ 12)$$

og måler utløpskonsentrasjonen C_{step} mot tiden t, som vist i figur xx11 under.



Figur 4.11; Informasjon som leses ut av et step/tracer eksperiment.

En materialbalanse relaterer de forskjellige målte størrelsene til utløps kurven, til et step input og:

$$C_{maks} = \frac{\dot{m}}{\nu} \left[\frac{kg \cdot s}{m^3} \right]$$
 (likning 13)

Det skraverte området i figur xx11 er gitt ved;

$$C_{maks} \cdot \bar{t} = \frac{\dot{m}}{\nu} \left[\frac{kg \cdot s^2}{m^3} \right]$$
 (likning 14)

$$\bar{t} = \frac{\int_0^{C_{maks}} t dC_{step}}{\int_0^{C_{maks}} dC_{step}} = \frac{1}{C_{maks}} \int_0^{C_{maks}} t \, dC_{step} \quad (likning \ 15)$$

Der $\dot{m}\left[\frac{kg}{s}\right]$ er massestrømmen av tracer inn i innløpet/inn i den vanlige væsken.

Den dimensjonsløse formen på C_{step} kurven, kalles en **F** kurve. Den blir funnet ved å øke tracer konsentrasjonen fra 0 til 1 (unity) som vist i figur xx 12 under:



Figur 4.12; Måten å forandre en eksperimentell C_{maks} kurve til en F kurve (step responskurve)

4.1.6 Forholdet mellom E og F kurver

Når F og E skal relateres, forestiller man seg en stabil strømning av ren væske. Ved t=0 øker man så konsentrasjonen av tracer, og måler konsentrasjonen av tracer i utløps strømmen, dvs F kurven. Konduktiviteten er i denne oppgaven et relativt mål på konsentrasjonen av salt, eller tracer konsentrasjon. Ved enhver t>0, vil tracer konsentrasjonen, og bare den, være «yngre» enn t. Derfor har man at;

Fraksjon av tracer i utløps strøm = del av utløps strøm yngre enn «alderen» t.

På venstre side av likhetstegnet er det helt enkelt F-verdien vi har, mens på høyre side er gitt av likning 3. Så vi har ved tiden t;

$$\boldsymbol{F} = \int_0^t \boldsymbol{E} \cdot dt \qquad (likning 16)$$

Differensierer vi likning 16 får vi;

$$\frac{dF}{dt} = E \qquad (likning 17)$$

Grafisk, kan dette sees i figur 4.13 under;



Figur 4.13; Forholdet mellom E og F kurver

Disse sammenhengene viser hvordan stimulus-respons eksperimenter, enten ved å bruke puls eller step inputs, kan gi oppholdstids distribusjonen (RTD) og gjennomsnittlig strømningshastighet i reaktoren. Det er viktig å merke seg at forholdet mellom C_{puls} og E kurvene bare er eksakt, når det er lukkede reaktorer som undersøkes, det vil si at lukket tank grensebetingelsen gjelder. Hvis denne betingelsen ikke er gjeldene, vil C_{puls} og E kurvene være forskjellig.



Figur 4.14, viser hvordan kurvene ser ut for forskjellige reaktortyper:

Figur 4.14 Egenskapene til E og F kurver for forskjellige strømningsformer eller reaktortyper. Kurvene er basert på ordinære og dimensjonsløse tidsenheter. Forholdene mellom kurvene er gitt ved likningene 16 og 17.

Ved ethvert tidspunkt t, er disse kurvene relatert som følger:

$$\boldsymbol{E} = \frac{\boldsymbol{v}}{\dot{\boldsymbol{m}}} \cdot C_{puls}, \qquad \boldsymbol{F} = \frac{\boldsymbol{v}}{\dot{\boldsymbol{m}}} \cdot C_{step}, \quad \boldsymbol{E} = \frac{d\boldsymbol{F}}{dt}$$

der

$$\bar{t} = \frac{V}{v}, \quad \theta = \frac{t}{\bar{t}}, \qquad \bar{\theta}_E = 1, \ E_{\theta} = \bar{t} \cdot E$$

 θ , E_{θ} og F, er dimesnsjonsløse og $\mathbf{E} = [tid^{-1}]$

4.1.7 Enkle matematiske begreper

4.1.7.1-Mean and variance/middelverdi og varians

For å karakterisere en fordelingsdistribusjon, som en oppholdstids distribusjon, kan det være greit å bruke et par numeriske verdier. Det viktigste måltallet er lokasjonen til distribusjonen. Denne kalles gjennomsnittsverdi, eller sentroiden til kurven. Lager vi en konsentrasjon mot tid kurve, der C er konsentrasjonen, er gjennomsnittsverdien på oppholdstiden gitt ved:

$$\bar{t} = \frac{\int_0^\infty t \cdot Cdt}{\int_0^\infty Cdt} \qquad (likning 18)$$

Hvis distribusjonskurven bare er kjent for et par diskrete tidspunkt t_i, får vi;

$$\bar{t} \cong \frac{\sum t_i C_i \Delta t_i}{\sum C_i \Delta t_i}$$
 (likning 19)

Den neste viktige beskrivende faktor ved distribusjonskurven, er spredningen. Denne er vanligvis målt ved variansen σ^2 , som er definert som følger:

$$\sigma^2 = \frac{\int_0^\infty (t-\bar{t})^2 C dt}{\int_0^\infty C dt} = \frac{\int_0^\infty t^2 C dt}{\int_0^\infty C dt} - \bar{t}^2 \qquad (likning 20)$$

På diskret form;

$$\sigma^{2} \cong \frac{\sum (t_{i} - \bar{t})^{2} C_{i} \Delta t_{i}}{\sum C_{i} \Delta t_{i}} = \frac{\sum t_{i}^{2} C_{i} \Delta t_{i}}{\sum C_{i} \Delta t_{i}} - \bar{t}^{2} \qquad (likning 20)$$

Variansen representerer kvadratet av spredningen til distribusjonen, og har enheten [tid]².Den er særlig nyttig når eksperimentelle data skal sammenlignes med grupper av teoretiske kurver. Når variansen brukes på normalfordelinger for lukkede reaktorer, blir uttrykkene noe enklere. Så for kontinuerlige kurver eller diskrete målinger over like tidsintervall blir den gjennomsnittlige oppholdstiden;

$$\bar{t} = \int_0^\infty tEdt \cong \frac{\sum t_i E_i}{\sum E_i} = \sum t_i E_i \Delta t \qquad (likning 21)$$

Variansen blir:

$$\sigma^{2} = \int_{0}^{\infty} (t - \bar{t})^{2} E dt = \int_{0}^{\infty} t^{2} E dt - \bar{t}^{2} = \frac{\sum t_{i}^{2} E_{i}}{\sum E_{i}} - \bar{t}^{2} = \sum t_{i}^{2} E_{i} \Delta t - \bar{t}^{2} \qquad (likning 22)$$

Figur xx15 under illustrerer dette:



Figur 4.15 Gjennomsnitt og varianser på distribusjoner, samt Dirac δ funksjonen

4.1.7.2-Dirac delta funksjonen :

Vanlig matematisk analyse tar ikke for seg diskontinuerlige funksjoner, så en spesiell funksjon, kalt Dirac's delta funksjon δ , må defineres for å kunne behandle en diskontinuerlig puls. Den defineres som følger; Anta at $\delta(t-t_0)$ er en distribusjonskurve som er 0 overalt, unntatt der t-t₀ = 0, hvor den er uendelig. Arealet under kurven er 1, og bredden på pulsen er 0. Da får man med symboler;

$$\delta(t - t_0) = \infty$$
 ved $t = t_0$ og
 $\delta(t - t_0) = 0$ alle andre steder

Slik at

$$\int_{0}^{\infty} \delta(t - t_0) dt = 1 \qquad (likning 23)$$

Figur 4.15 over illustrerer dette.

Det eneste nyttige med denne noe merkelige funksjonen, er at ved integrasjon med en hvilken som helst annen funksjon f(t), vil man få:

$$\int_{a}^{b} \delta(t-t_0)f(t) = f(t_0) \quad hvis \ a < t_0 < b \quad (likning \ 24)$$

Og,

$$\int_{a}^{b} \delta(t - t_{0}) f(t) = 0 \quad hvis \ intervallet \ ab \ ikke \ inneholder \ t_{0}(likning \ 25)$$

En integrasjon av denne funksjonen er altså veldig enkelt; Beregn f(t) ved pulsens lokasjon, for eksempel:

$$\int_{2}^{4} \delta(t-3)t^{2}dt = t^{t}|_{3} = 9 \qquad (linking 26)$$

Og

$$\int_{0}^{2} \delta(t-3)t^{2}dt = t^{t}|_{3} = 0 \qquad (likning 27)$$

4.1.7.3 Konvolusjonsintegralet:

Forsøkene som skulle gjøres i oppgaven er ikke ulikt eksempelet under;

Anta at det injiseres en puls, inn i væskestrømmen før reaktoren med konsentrasjon C_{in}. Her ble det brukt en sprøyte, med tracerløsning/saltløsning i oppgaven. Det ble injisert så fort det lot seg gjøre, for nettop å få en puls. Mål så konsentrasjonen før innløp, og etter utløp. Dette ble gjort via konduktivitetsmåling før, og etter kolonne. Dernest plottes dette mot tid, både i innløpet til reaktoren, og utløpet, som vist i figur 4.16 under;



Fig 4.16, hvordan konvolusjonsintegralet kommer frem

Ved at puls-signalet av traceren går gjennom reaktoren, vil det endre seg til et utløpssignal C_{ut} mot t. Siden strømningen med sin særegne opholdstids distribusjon (RTD), er grunnen til forandringen i inngangs signal til utgangssignal, er det hensiktsmessig å relatere C_{inn} , E, og C_{ut} .

Ser vi nå på de to små merkede rektanglene på figur xx16, og legger merke til tracer som forlater reaktor ved tiden t, rektangel B, kan vi sette følgende;

$$\binom{Tracer \ som \ for later}{rektangel \ B} = \binom{All \ tracer \ som \ kommer \ inn \ t' \ sekunder \ tidligere \ enn \ t,}{og \ som \ blir \ i \ tanken, i \ t' \ tidsenheter}$$

Man kan se, at traceren som kommer t' sekunder tidligere enn t, er den lille rektangelen A. Ser en på dette rektangelet kan likningen over skrives som følgende likning:

$$(tracer som forlater rektangel B) = \sum \begin{pmatrix} tracer i \\ rektangel A \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} del \ av \ tracer \ i \ A \ som \ blir \\ i \ tank \ i \ t' \ sek under \end{pmatrix}$$

Summasjonstegnet betyr her, at en tar summen av alle A, som går inn i reaktor før tiden t.

Setter vi likningen opp med symboler og går mot grensene (gjør rektanglene mindre), får vi det ønskede forholdet, som kalles konvolusjonsintegralet;

$$C_{ut}(t) = \int_{0}^{t} C_{inn}(t-t')\boldsymbol{E}(t')dt' \qquad (likning 28)$$

Som kan skrives om til

$$C_{ut}(t) = \int_0^t C_{inn}(t') \boldsymbol{E}(t-t') dt' \qquad (likning 29)$$

Man sier at C_{ut} er konvolusjonen til E, med C_{in} og det skrives konsist at:

$$C_{ut} = \mathbf{E} * C_{inn}$$
 eller $C_{ut} = C_{inn} * \mathbf{E}$

For å illustrere bruken av dette matematiske verktøyet se nytt skript videre fra side 271 application of these tools(konvolusjonen)

4.1.8 Praktisk anvendelse av alders distribusjons informasjon

Tracer informasjon blir ofte brukt direkte eller i kombinasjon med strømningsmodeller for å få en indikasjon på hvordan oppførselen til reelle strømningsreaktorer er. Metodene som brukes, er i stor grad avhengig av om reaktoren kan ansees å være et lineært system, eller et ikke lineært system [1].

4.1.8.1 Lineære og ulineære prosesser

En prosess ansees å være lineær, om enhver forandring i størrelse på stimulasjon av reaktoren, resulterer i en tilsvarende proporsjonal forandring på størrelsen til responsen.

$$\frac{\Delta(respons)}{\Delta(stimulasjon)} = \frac{d(respons)}{d(stimulasjon)} = k_1 = konstant \ (likning \ 30)$$

Eller ved å integrere;

$$(repons) = k_1(stimulasjon) + k_2$$
 (likning 31)

Prosesser som ikke tilfredsstiller betingelsene i likning 31 og 32, ansees ikke å være lineære. Lineære prosesser innehar den følgendeattraktive egenskapen; Hvis et antall uavhengige lineære prosesser skjer samtidig i et system, vil også den totale prosessen også være lineær. I tillegg, kan totaleffekten av de individuelle lineære prosessene, som skjer samtidig i et system, bli analysert ved å se på hver enkelt prosess separat. Denne egenskapen hos lineære prosesser kan ikke overføres til ikke lineære prosesser. Av den grunn må ulineære systemer analyseres som totalsituasjon. Total oppførselen kan altså ikke finnes ved kunnskap om hver av de enkelte prosessenes bidrag. På grunn av denne egenskapen hos lineære systemer, er de

enkle å analysere. For de ulineære prosessene blir prøblemløsningen mer vanskelig, og er spesifikke for hvert enkelt tilfelle.

4.1.8.2 Lineære systemer uten strømningsmodell.

Hvis traceren ikke blir påvirket på noen måte, som for eksempel ved adsorpsjon på vegg i reaktor, eller ved reaksjon, men bare flyter gjennom reaktor eller kolonnen, er et stimulasjons/respons eksperiment ved steady stasjonærtilstand lineært med hensyn på konsentrasjonen. Sagt på en annen måte; Dobles konsentrasjonen ved stimulasjon, vil vi også doble konsentrasjonen på responsen.

Tar en hensyn til de additive egenskapene til en lineær prosess, skal det nå være tilstrekkelig å bruke informasjon til et stimulasjons/respons forsøk, for å redegjøre for oppførselen til en ikke ideell strømningsenhet, som reaktor, så lenge reaksjonshastigheten også er lineær i konsentrasjon. Dette inkluderer første ordens reaksjoner av alle typer; Irreversible, reversible, seriereaksjoner, parallelle og i kombinasjoner av disse.

Med dette i bakhånd kan man nå si:

(tracer information)	/ kinetiske data 🚿	
$\begin{pmatrix} tracer th formas fon \\ for enheten \end{pmatrix} +$	for alle typer	$ ightarrow \left(\begin{array}{c} oppf \ensuremath{\textit{oppf}} \ensuremath{\textit{set til}} \\ enhet \ensuremath{\textit{som reaktor}} \end{array} ight)$

4.1.8.3 Ikke lineære systemer med strømningsmodell:

Hvis ikke reaksjonen i tanken eller kolonnen er av første orden, kan man ikke bruke oppholdstids distribusjonen direkte, når man skal finne konverteringsfaktoren. For å illustrere dette kan en bruke de de to modellene av en strømningsreaktor som vist i figur 4.17 under;



Figur 4.17; Begge modellene gir identisk tracer respons, og oppfører seg derfor likt for en første ordens reaksjon. De opfører seg imidlertid forskjellig for reaksjoner der reaksjonsratene er ulineære i konsentrasjon.

De har lik identiske tracer responskurver, og man kan ikke se forskjell på dem, ved tracer eksperimenter. For reaksjoner med reaksjons rater som er lineære i konsentrasjon, er det imidlertid ikke nødvendig å vite det nøyaktige strømningsmønsteret, da begge modellene a og b, gir identiske konverteringsfaktorer. På den annen side, siden konverteringsfaktoren vil være forskjellig for de to systemene, om reaksjonene ikke er lineære, så må man kjenne strømningsmønsteret før man kan gjøre antagelser eller forutsigelser om reaktor ytelse.

I mangel på punktvis informasjon i reaktor eller system, beregner man med forsøk, hva som antas å være en fornuftig modell for strømningen i reaktoren. Dernest beregner man konverteringsfaktoren. Naturligvis vil nærheten av den beregnede konverteringen mot aktuell konvertering, avhenge av hvor godt modellen speiler de faktiske forhold.

4.1.8.4 Lineære systemer med strømningsmodell

I tillegg til å predikere konverteringsfaktorer i ikke lineære reaksjons systemer, så blir strømningsmodeller ofte brukt til å forutsi konvertering i lineære systemer. Den tilsynelatende greie måten blir brukt fordiparameterne i disse modellene ofte korrelerer med variablene til systemet, så som Reynolds tall, Schmidt nummeret for å nevne noen. Slike korrelasjoner kan man så bruke til å få indikasjoner på konverteringsfaktorer uten å ty til eksperimenter. Slik er tilfellet ved fylte kolonner og tubulære reaktorer, som kolonnen brukt i denne oppgaven.

4.1.9 Oppskalering av anlegg og ikke ideell strømning

Utfordringene med ikke ideell strømning er nært knyttet til oppskalering. Spørsmålet om en skal gå opp fra et lab-anlegg til et pilotanlegg ligger ofte i om en har kontroll på alle variablene i prosessen. Ofte er en av de ukontrollerbare faktorene i oppskalering graden av ikke ideell strømning i prosessen. Ofte er den ukontrollerbare faktoren i oppskalering , knyttet til størrelsen på ikke-idealiteten til strømning [1]. Denne faktoren er ofte veldig forskjellig fra store og små enheter. Å ignorere denne faktoren kan derfor medføre store feil under design av utstyr.

4.2 konduktivitet

Ifølge Ohms lov, vil motstanden R i et stykke materiale, f.eks en metallstav være den elektriske potensialfoskjellen V, dividert med den elektriske strømmen I:

$$R = \frac{V}{I}$$
 (likning 31)

Den resiproke verdien av R, kalles elektrisk konduktans G, og har enhet Siemens; S

Den elektriske konduktansen til et materiale med lengde l, og tversnitt A, er proporsjonal med A, og omvendt proporsjonal med l;

$$G = K * \frac{A}{l}$$
 (likning 32)

Elektrisk konduktivitet er ikke en god kvantiutet å sammenlikne konduktiviteten i en løsning, da løsninger med samme oppløst stoff, kan ha forskjellige konsentrasjoner. Kohlrausch innførte konseptet ekvivalent konduktivitet, eller molar konduktivitet formulert på en annen måte.

Definisjonen på konduktivitet [5], eller ledningsevne om man vil, er som følger;

$$\Lambda = \frac{K}{c}$$
 (likning 33)

K= Elektrisk konduktivitet

C= Konsentrasjon

Man kan tenke seg dette som følger; En ser for seg en celle med to parallelle plater, en enhets avstand fra hverandre, med platenes areal slik at en elektrolytisk løsning på en mol får plass, se figur 4.18 under.



Figur 4.18; Molar konduktivitet $\Lambda = k/c$, 2; Volum 1 mol/c, 3; enhetsavstand, 4; enhetskube, 5; enhetsareal.

Den molare konduktiviteten Λ er konduktansen mellom platene.

Den molare konduktiviteten til en elektrolytt i løsning er derfor definert som konduktiviteten av en elektrolytt i løsning dividert med den molare konsentrasjonen;

$$\Lambda_m = \frac{K}{c} \qquad (likning 34)$$

For en løsning med NaCl, som er en sterk elektrolytt når saltet er i løsning, vil den følge Debye - Huckel - Onsager likningen [6] for sterke elektrolytter;

$$\Lambda_m = \Lambda_m^0 - K\sqrt{c} \qquad (likning 35)$$

Der

 $\Lambda^0_{\mbox{\ m}}$ er den molare konduktiviteten ved uendelig fortynning , eller begrensende konduktivitet .

K er Kohlrausch koeffisienten, som er avhengig av det spesifikke stoffet i løsningen, denne likningen kalles ofte Kohlrausch's lov.

Denne likningen gjelder for sterke elektrolytter, som NaCl brukt i denne oppgaven. For svake elektrolytter gjelder en litt annen likning, som ikke blir omtalt i oppgaven.
5 Utstyr

Da utstyret skulle velges ut til oppgaven, ble det tatt utgangspunkt i hva, som var tilgjengelig av rør og fittings på instituttet. Det ble tidlig bestemt at man skulle bruke standard QVF glass. Dette glasset brukes også i andre lab oppsett på instituttet. Rørene kommer i flere dimensjoner, koblingene er standard, og det var nok å ta av. Den minste dimensjonen ble valg, og den har en indre rørdiameter på 1/2", eller 12,7 mm.

Et annet aspekt ved valg av dette glasset er at det senere i høst skal settes opp enda et eksperiment, der reaktoren, eller røret om man vil, har en innerdiameter på 12 mm. Skal disse eksperimentene sammenlignes bør også dimensjonene være omtrent like, eller noenlunde i samme dimensjonsområde.

Ved valg av utstyr er det lagt vekt på flere ting. Som nevnt i teoridelen, er det viktig å unngå virvler, dødsoner, og snarveier . Poenget er å få væskestrømmen så laminær som mulig.

Ved valg av pumpe, ble det tatt utgangspunkt i en moderat strømning, da det er labskala utstyret skal brukes i. Dette er nærmere beskrevet under pumpedelen.

Ved valg av sensorer var to ting essensielle, geometri, og tilpasning til dimensjonen på glass utstyr, og herav muligheten til å velge sensorens måle område. Flere grunner blir nevnt under sensordelen.

5.1 Glass, mekanisk og kolonne

Som nevnt over ble glassrørene valgt da de var lette å få tak i, og de fleste deler og fittings var allerede på plass. Resten av utstyret ble derfor valgt ut i fra geometri og dimensjon på glassrørene.

Dimensjonen på 12,7 mm er en standard størrelse, men er ikke så utbredt i industrien generelt, men mest brukt innen farmasi og næringsmiddelindustri.

Det ble tatt utgangspunkt i et glassrør som skulle være ca en meter langt. To rør på 500 mm ble satt sammen med en kobling som vist på bildet (1) under.

Det er laget egne pakninger til koblingene, noe som medførte at det også måtte bestilles lengre bolter. Kolonnen skulle fylles med kolonnepakking for å få en god blanding/miksing. Meningen var å sammenligne hvordan to væsker blander seg i kolonnen både med og uten pakking, og med forskjellige typer pakking.



Bilde 5.1; kobling av 2 stk 500 mm Qvf rør

Det ble brukt glasskuler på 5 mm, Rashig-ringer, og knuste Rashig ringer. Rashig ringer har relativt lik geometri, noe også glasskulene har. Imidlertid kom det frem ved lave strømningshastigheter, at strømningen gjennom kolonnen medførte både snarveier og kanalisering, særlig ved lav volumstrøm. Alle forsøk i denne oppgaven er kjørt med knuste Rashig ringer, for om mulig å få en bedre blanding, og ikke nødvendigvis ha uniformt pakkemateriale. Det er til senere bruk kjøpt inn blande elementer som blir omtalt senere.

5.1.1 Geometri

Da kolonnetype var valgt, måtte det finnes en måte å koble til sensorene på kolonnen, en før, og en etter kolonnen. Flere sensorer som i utgangspunktet kunne brukes ble undersøkt, og det ble hentet inn tilbud, noe som omtales under sensor delen. Det ble bestemt at en skulle bruke t-bends i QVF-glass, og finne en sensor med geometri som passet glasset. Å finne sensorer som passet med glasset var ingen enkel oppgave, og det ble til slutt et kompromiss. Glasset måtte modifiseres etter geometrien til sensorene, for på den måten å unngå dødsoner, snarveier og hvirvler. For å undersøke geometrien, det vil si hvordan strømningen gjennom t-bend, rundt sensorer og gjennom kolonne gikk, ble det brukt injeksjoner med blekk, og Metylenblå. Blekket ble for transparent, og ble ikke brukt senere.

Sensorvalget som omtales lenger ned i kapitlet avgjorde da tilkoblingsgeometrien på t-bendet. Bildet (bilde 2) under viser øverst et standard t-bend (1 på bildet), det midterste er bendet tilpasset blandekolonnen fra Fluitec (2 på bildet), det nederste er t-bendet som hittil er blitt brukt. (3 på bildet).



Bilde 5.2; Geometri på de forskjellige t-bends.

Som nevnt var det ønskelig å unngå hvirvler, snarveier og dødsoner, som kunne forstyrre strømningen, og forhindre tracer løsningen i å gå gjennom sensoren. Røret har en innerdiameter på 12,7 mm, sensoren er på 12 mm, og derfor gikk noe av væsken rundt på utsiden av sensoren istedenfor gjennom målespalten på sensoren. Figur u8 viser problemsoner som ble funnet ved å koble på et-t-bend hvor kun tilkoblingene til innløp og sensor var modifisert:



Figur 5.1: Problemsoner for strømning gjennom t-bend.

Forklaring til figur;

I innløpet (11) oppsto det hvirvler som følge av at skrue nippelen i innløpet har en innerdiameter på 6 mm. Det ble brukt standard 1/8" nippel med NPT gjenger. Grunnen til dette er at valgte pumpe har 6 mm indre diameter både på innløp, og utløp på pumpehodet. Derfor går en fra liten til større diameter på rør, og hvirvler oppstår. Noe av løsningen gikk på utsiden av sensoren (12), og medfører feilaktige måleresultater. Det oppsto også dødsoner (13) der skruekoblingen(2) fester sensor mot glass. I tillegg vil man få uønskede hvirvler der væskestrømmen forandrer retning, altså i sone 14. I sone 15 får man en hvirvel som følge av at væskestrømmen forandrer retning med 90⁰. Denne hvirvelen oppstår rett etter selve retningsforandringen. 10 er selve sensoren. Problemene med hvirvler i sone 14 og 15, lar seg vanskelig avhjelpe, da en har en retningsforandring på væskestrømmen på 90⁰, men hvirvlene blir mindre ved lavere volumstrøm.

For å løse om mulig å løse disse problemene ble t-bendene modifisert kraftig. Fra før av var de koniske endene som er standard på qvf-glasset byttet ut med standard skruekoblinger m gummipakning. Dette måtte kun gjøres i innløpet og på sensorsiden av t-bendet.

Det ble laget en innsnevring på sensorsiden, slik at dødsonen der skulle bli mindre. Dette kan sees på bilde 2, og på figur u2 under. Dette var imidlertid kun del løsningen på dødsonen (13 på figur u1). Dødsonen ble imidlertid betraktelig mindre med denne innsnevringen.

For å unngå strømning rundt sensor (12 fig u1) og dødsonene 11 og 12 på figur u1, ble løsningen å lage innlegg mellom sensor og glass

Det var litt enklere å tilpasse plast, enn glass, men det krevde allikevel mye arbeid, og nøyaktighet fra finmekanikerverkstedet. Tegninger ble laget etter mål, og delene produsert.

For å unngå dødsonen på innløpet (11 figur u1), ble det laget et innlegg i plast som fylte hele t-bendet. Deretter ble det boret et 6 mm hull, fra skruenippel på skrå ned mot undersiden av sensoren, slik at den eneste veien væskestrømmen kunne gå, var mot målespalten på sensorens underside, og en unngikk samtidig overgang fra liten til stor rørdiameter, før innløpsmåling. Se figur U3 under



Figur 5.2; Selve innlegget (3) er fyller hele t-bendet, sensoren går inn i innlegget,

Med dette innlegget slapp en altså hvirvler og dødsoner i innløpet. Men strømmen gikk allikevel rundt sensoren, ergo måtte det lages enda et innlegg (4 på figurene u2 og u3). Dette innlegget dekket resten av sensoren helt bort mot innsnevringen av t-bendet, på sensorsiden. Det ble kuttet en liten slisse på over og undersiden av det andre innlegget, for på den måten å tvinge all væske gjennom sensoren, og å unngå hvirvler og dødsoner.



Figur 5.3; Forklaring; 1.: 1/8" skruenippel, 2.: skruekoblinger med gummipakning, 3.: innlegg, 4 og 6.: innlegg med spalte for sensoråpning, 5.: standard konisk kopling/flens på qvf-bendet, 7.: Innsnevring på sensorsiden av t-bend.10.: Sensor

På figur u 4, er det vist er det modifiserte t-bendet vist fra oversiden.



Figur 5.4.: 3.: Innlegg på innløpssiden, 4.: Innlegg på sensorsiden, 8.: målespalte på sensor. Legg merke til at innlegget går helt inn mot spalten slik at ikke væske skal gå rundt, men gjennom sensor, 9.: åpningen opp i t-bend, der kolonnen er festet, 10.: sensor.

Disse to innleggene omsluttet nå hele sensoren, bortsett fra målespalten på sensoren, og det skulle i prinsippet nå ikke gå væske rundt sensor, men kun gjennom. Dette ble selvsagt prøvd med tracer/fargeløsning. Det viste seg at det fremdeles var litt, men veldig lite, strømning mellom innlegg og glassveggene i t-bendet. Glasset i t-bendene er modifisert, og kan være skjørt, selv om det ble avspent i ovn, et døgn før montering. At glasset var skjørt og kanskje ikke ok avspent, ble det dessverre gjort en erfaringe med. Glasset kunne ikke innsnevres mer, og innleggene kunne ikke lages større i diameter. Det var ikke mye mellomrom mellom glass og innlegg. For å optimalisere enda mer, og å unngå «lekkasje» mellom glass og innlegg, ble løsningen å smøre inn alle plastikkdeler med silikonfett, før de ble montert inn i t-bend, sammen med sensor. Til slutt var andelen av strømning rundt sensor neglisjerbar.

Prosessen med å modifisere glass, og å lage innleggene, har tatt en del tid, og er gjort på glassblåserverkstedet, og på finmekanikkverkstedet.

Det er prøvd ut flere typer modifikasjoner av glass og innlegg med dertil hørende måltegninger, og utprøving av de produserte delene. Det har vært en kontinuerlig prosess, hvor hensikten hele tiden har vært å optimalisere geometrien på utstyret, med den hensikt å unngå problemer som dødsoner, kanalisering og snarveier. Bilde av modifisert sensoroppsett på innløpet er vist under.



Bilde 5.3; Sensoroppsett på innløps siden

I tillegg til nevnte egenproduserte kolonne, er det bestilt to 500 mm lange miksere fra Fluitec med mikseelementer inne i. Med disse elementene får en god miksing aksialt *og* radielt. Se bildene under;



Bilde u4; Mikseelementer fra Fluitec [9]



Bilde 4.5; Mikseelementer fra Fluitec, som er kjøpt inn.

Mikseelementene på bilde u.4 er ikke prøvd ut, men tas i brukt når utstyret skal brukes i laboratorieøvinger på felleslaben. Koblingene er tilpasset flensene på QVF-glasset som er brukt, samtidig som diameteren på QVF glasset, på flensene er tilpasset diameteren på fluitec rørene som er på 12 mm. Som nevnt over har QVF glasset en innerdiameter på 12,7 mm, og ikke 12 mm. Modifiserte bend kan sees på bilde u.2 i midten.

5.2 pumpe

Ved valg av pumpe ble det tatt utgangspunkt i at den først og fremst skulle være puls fri. Det er puls eksperimenter som er gjort, ergo måtte en unngå forstyrrende pulsing fra pumpen. Derfor ble stempel-, og slangepumper raskt forkastet. Det ble valgt en tannhjulspumpe, som er pulsfri.

Da forsøksriggenriggen er ganske liten, og med relativt liten diameter på rørene, ble det bestemt at pumpen burde kunne levere en væskestrøm på ca 300 ml/min, og at volumstrømmen kunne justeres helt ned mot 0.

Fra tidligere erfaringer på instituttet er pumpene fra Ismatec pålitelige og pulsfrie. Derfor var dette det eneste alternativet som ble vurdert. Det ble kjøpt inn en Reglo-Z, analog pumpe med mulighet for å koble styring opp mot PC, via en AD/DA omformer. Den kan også styres manuelt via innstilling på motoren.

Pumpehodet ble valgt etter ønsket volumstrøm, og mediumet som pumpen skal brukes til å pumpe, samt temperaturen på mediumet som skal pumpes. Som nevnt skal det settes opp to eksperimenter for oppholdstids distribusjoner, og i det andre eksperimentet kommer væsketemperaturen opp i om lag 100 °C. Dette grunnet at denne reaktoren skal brukes som varmeveksler også. Dette ble da også tatt i betraktning når det ble valgt pumpehode. Motor og pumpehode er ferdig montert ved levering, og det eneste som måtte gjøres for å bruke pumpen, var å lage en digital/analog interface, og et styringsprogram med brukergrensesnitt, så den kunne styres fra PC. Det ble kjørt flere kalibreringer av pumpen, for å se hva slags verdier som fremkom på væskestrøm ved forskjellige turtall.

Det var også viktig å få kartlagt hva slags volumstrømmer pumpen gir både med forskjellige kolonner, og forskjellige pakningsmateriale i kolonnen. Det er kun kjørt pumpekalibrering på glasskolonnen foreløpig.

Spesifikasjonene til motor og pumpe finnes i bilag 11.1

5.3 Sensorer;

Det finnes selvsagt flere typer konduktivitets sensorer med ulik geometri å få tak i. I denne oppgaven ble det fokusert mest på å ha en jevnest mulig (laminær) væskestrøm i systemet, for å kunne foreta nøyaktige målinger av oppholdstids distribusjonen.

Det ble vurdert to typer sensoroppsett;

- Dip in sensorer, som settes loddrett inn og ned i en væskestrøm.
- Toroidalsensorer, hvor sensorhuset plasseres rundt væskestrømmen det skal måles på, og dermed ikke påvirker væskestrømmen overhodet.

Det ble, etter hvert som det viste seg vanskelig å finne egnede sensorer i de to ovenfor nevnte kategoriene. Det har tatt veldig lang tid å finne de riktige sensorene. Det ble også en stund vurdert å lage to egne sensorer. Det ville da ha vært av to elektrode typen, ved hjelp av en strømkilde og et voltmeter, samt to metallstykker til hver sensor. Til slutt ble det tatt et valg, og ble det bestilt og kjøpt inn to sensorer.

5.3.1 Sensorer med elektroder/dip in sensorer

Denne typen sensorer kommer enten med to eller fire elektroder. De med to elektroder er de enkleste, de med 4 elektroder, reduserer elektrode tilsmussing, og polarisasjonsfeil. Polarisasjonsfeil betyr at mediet det måles i reagerer med sensor overflaten. 2 elektrode sensorene er enten bygget inn i glass, eller grafitt og epoxy. På den måten unngår en både polarisering og tilsmussing av sensoroverflate. De er de mest robuste, og kan brukes i et veldig bredt spekter av kjemiske løsninger, og er også den typen som ble anskaffet til denne oppgaven.



Figur 5.5; Dip in sensor [8]

5.3.1 Toroidalsensorer

En annen type konduktivitetssensorer, er de ikke invasive, eller toroidale sensorene. Her bruker man et magnetfelt til å måle konduktivitet med. En sende spole genererer et alternerende magnetisk felt, som induserer en strøm i væsken. Ionene i løsningen muliggjør en elektrisk strøm, som øker med økende ionekonsentrasjon i væsken. Ionekonsentrasjonen er proporsjonal med konduktiviteten. Den elektriske strømmen i væsken genererer et alternerende magnetfelt i mottaker spolen. Den induserte strømmen i mottaker sløyfen blir målt, og bestemmer dermed konduktiviteten i løsningen. Med denne typen sensorer slipper en polarisering, og tilsmussing av elektrodene. De trenger man ikke stikke ned i en væskestrøm, men kan lages slik at de kobles inn i strømmen som en del av et rør, som vist på bilde u.6. Sende og mottakersløyfene går da rundt røret som vist på bildet under:



Bilde 5.6; Elektrodeløs konduktivitetssensor, som kobles inn i væskestrøm [7]

Det ble kjøpt inn to stk sensorer fra Honeywell, med transmittere, for å koble til PC. De er av typen med to elektroder. Spesifikasjonene til sensorene og transmitterne, er lagt ved som bilag 11.2, bilde av innkjøpt sensor, er vist under.



Bilde 5.7 Innkjøpt sensor med skruekobling for t-bend.

5.4 Injektor

For å få injisert tracer væske/saltløsning inn i hoved væskestrømmen ble det laget en egen injektorport, ikke ulik slike en bruker på gasskromatografer. Igjen var hensikten å unngå dødsoner inne i røret. Det ble derfor tatt utgangspunkt u et rør med 12,7mm innerdiameter som ble gjenget på innsiden (1/8" NPT), slik at det igjen kunne brukes standard 1/8" overganger inn og ut fra injektor.

Se figur u Xxxx under:



Figur 5.6; 1; Sprøyte, 2; septum av gummi, 3; messinglokk skrudd fast over septum, 4; loddesøm, 5; standard rør, gjenget på innsiden med 1/8" gjenger

På røret ble det loddet på et messingstykke, som ble modifisert som vist på figuren. Det ble boret konisk inn mot enden av stykket, og deretter et lite hull, hvor injeksjon med sprøyte foretas. Dermed ble det unngått dødsoner i og ved injektorporten. Hadde det blitt brukt et vanlig rørstykke med skruelokk, og septum, hadde man fått dødsoner opp i røret, samt hvirvler, se fig u6 under;



Fig 5.7; Samme som figur 4.6, men skraveringen viser her eventuelle dødsoner ved bruk av bare rørstykke som injektor, samt skruelokk og septum.

Et bilde av injektorporten er vist under;

Bilde 5.8; Injektorport. Væskestrøm kommer inn fra venstre gjennom slangen. Injektoren er montert med en støtte, da den er forbundet med kun slanger på begge sider. På den måten unngår en lekkasjer. I tillegg er det enjklere å injisere med sprøyte om injektoren er festet godt, og en unngår å stikke seg på sprøyten.

5.5 Forsøksrigg

Det er meningen at dette eksperimentet skal gjøres på laben. Utstyret må selvsagt stå stabilt, være samlet og å tåle bruk av flere forskjellige personer. I tillegg skal muligheten være tilstede for å flytte eksperimentet ut av lab, og inn i en forelesningssal, som med de fleste eksperimentene på felleslaben. Det er derfor ønskelig å kunne transportere utstyret samlet, montert, og komplett på en tralle. Av den grunn er alt utstyret montert i en rigg av aluminiumsprofiler. Det er også laget et stålkar, som riggen står oppe i oppe i, for å unngå søl. Det er i tillegg montert ganske så rigid. Både selve sløyfen bestående av fødetank, silikonslanger, pumpe sensorer, adamsmoduler, 24V adapter, glassrør, bend, og avfallstank og, kan løftes direkte over på en tralle, og flyttes umiddelbart. Stålkaret setter en under riggen, oppe på trallen. Så lenge det er et strømuttak, og plass til en PC, gjerne laptop, kan man i prinsippet kjøre dette eksperimentet hvor som helst.

Bilde 5.10; Bilde av riggen

Som en ser av bilde u7, er riggen rimelig kompakt. Det eneste bildet ikke viser er avfallstanken, som er tenkt satt under riggen på en tralle. På laben går utløpsvannet rett i

vasken, da det kun er saltvann, og eventuelt litt Metylenblått. Med farge kan en bruke riggen til demonstrasjoner, så en ser hvordan tracer løsningen blander seg med vannet. Samtidig ser en både puls og respons på PC skjermen. Mediene som skal brukes, destillert vann, saltvann og Metylenblått, er helt harmløse, og tanken bak det er først og fremst sikkerhet på laben. Litt søl vil det kanskje alltids bli, men da er det desto viktigere at de brukte stoffene ikke er farlige for brukeren. Derfor er disse stoffene valgt. Ikke koster det mye å lage en saltvannsløsning heller.

Riggen er bygd opp rundt pumpe og nedre sensor. Fra pumpe og inn på sensor er det viktig å unngå luftbobler, og derav følgende hvirvler inn på sensordel. Det er derfor forsøkt å lage en så rett som mulig rør/gummislange fra pumpe, via injektordel, og inn i sensor. Røret stiger svakt fra pumpe og inn på sensor, for at eventuelle luftbobler som måtte oppstå, skal komme gjennom sensordel, og opp gjennom kolonnen og ut. En kjører da systemet på litt lavt pumpepådrag før en begynner eksperimenter, for å få ut all luft. Det er som det fremgår av bildet lufting før pumpen også. Da pumpen er veldig nøyaktig, vil luftbobler dra nøyaktigheten ned, i tillegg til å skape problemer nedstrøms.

Til fødetank, er det brukt en helt enkel, kommersielt tilgjengelig 25 L plastkanne. Den er snudd opp ned, og i påfyllingsåpningen er det i korken montert et en rørstuss, som munner ut i en nippel med samme diameter som de brukte gummislangene. Da pumpen ikke tåler partikler ble det bestemt å montere et filter mellom tank og pumpe. Væske filter var det ikke mulig å oppdrive på instituttet, til vårt bruk, så det ble kjøpt inn et helt normalt bensinfilter fra Biltema. Dette fungerer utmerket. Koblinger mellom slanger består av skruenipler som var å få tak i på verkstedet. Det ble hele tide tilstrebet å bruke 1/8" nipler med NPT gjenger, da pumpen ble levert med slike ansatsnipler. Til utluftningskoblingen er det brukt et enkelt plastbend med riller, for å holde slangene på plass. Slangene som er brukt er standard 12 mm slange, med innerdiameter på 8 mm. Det er ikke helt den samme diameteren som hverken innløp/utløp på pumpen, eller overgangsnipler brukt inn/ut på injektor og sensordel, men en så liten diameterforskjell antas å ikke ha for stor innvirkning på væskestrømmen i systemet. Som kjent er kolonnens og t-bendenes diameter på 12,7 mm, men bendene er modifisert, og i kolonnen skal selve blandingen foregå. Ser en grovt på kalibreringen er forskjellen i volumstrøm ca 10 %, om en måler volumstrøm for pumpen henholdsvis med og uten kolonne koblet inn. Litt mottrykk på grunn av løftehøyde er det altså. Da traceren er en løsning av koksalt, og hoved væskestrømmen er destillert vann, kan utløpet fra kolonnen gå rett i avløpet, eller det kan monteres en enkel purgetank, om riggen skal brukes andre steder enn på laben. som nevnt over.

Riggens ramme er av 30 mm aluminiumsprofiler med dertil hørende fester. Pumpen er skrudd fast i i en plate, som igjen er skrudd fast i rammen. Til fødetanken er det laget et rammeverk, som også kolonnen er festet i. Transmitterne (de gule på bilde u7) er festet i fødetankens ramme, noe også signalomformerne/adamsmodulene og spenningskilden er. Over spenningsomformeren, og Adamsmodulene er det satt opp en plexiglass skjerm, for å forhindre væskesprut på de strømførende elementene av utstyret. Det kan bli litt søl under

fylling av fødetanken, som fylles ovenfra, og det er hverken ønskelig å skape farlige situasjoner for bruker, eller å kortslutte utstyret.

Pumpen krever 220V, og er ikke koblet til spenningsomformeren. Hele riggen står som nevnt oppe i et stålkar, for ikke å søle væske utover ved eventuelle uhell, eller lekkasjer.

Adamsmodulene er koblet til PC via USB, mer om det under SOFTWARE).

Prinsippskisse av riggen er vist under:

Figur 5.8; Skisse av forsøksrigg; 1; fødetank, 2; filter, P; pumpe, 3; injektor S_1 ; sensor 1, 4 kolonne/mikser, S_2 ; sensor 2, 5; avfallstank eller avløp, alt etter om riggen står på benk, eller tralle. Kolonnens høyde er 1 m, som også er pumpens løftehøyde 8static head), om en ser helt bort fra friksjon i slanger og rør.

5.6 Styring av instrumenter og målinger

For å drifte forsøksriggen som vist på figur 4.8, ble det brukt en pumpe og to sensorer. Pumpen kan styres manuelt, men en del av oppgaven var å sette opp forsøket slik at alt kunne styres via en PC. Selve signalene går via modbus protokoll. Som strømforsyning ble det brukt en 24V spenningsomformer.

Sensorenheten, eller transmitterne til sensorene, skal ha en spenning på mellom 16-42V likestrøm (DC), fra strømforsyningsenheten. Sensoren måler konduktiviteten, signalet går til transmitter, som modulerer signalet om til en 4-20 mA strøm. ADAMs modulene (transducerne) skal ha en signalspenning på mellom 0 og 10 V. Dette er standard for ADAMs modulene. Fra sensorleverandøren var det oppgitt hva en kunne gjøre før å få riktig signalspenning, alt etter hva slags signaler sluttbruker skulle ha. I vårt tilfelle, hvor signalene skulle være mellom 0 og 10 V, ble det anbefalt å bygge inn en belastningsmotstand/load

resistance på om lag 500 Ω . Deretter kunne man på transmitteren justere min/maks utgangssignal mer nøyaktig.

Det skulle måles signaler inn på PC via signalomformer på mellom 0 og 10 V. Tar en utgangspunkt i et strømsignal fra transmitter på 4-20 mA, må en bygge inn en motstand mellom transmitter og signalomformer på ca 500 Ω . Det var til rådighet 470 Ω motstander.

Bruker en Ohm's lov (likning 35 og 36) under, kan en regne ut hva minimums og maksimumssignalet fra sensor/transmitter blir

$$I = \frac{U}{R}$$
 (likning 35)
$$U = I * R$$
 (likning 36)

For 4-20 mA strøm med en 470 Ω motstand får vi følgende min/maks verdi fra transmitter:

$$V_{min} = 4mA * 470\Omega = 1.88 V$$
$$V_{max} = 20mA * 470\Omega = 9.4 V$$

Verdiene ble kontrollert med et voltmeter på inngangen til ADAMs modulene, og utgangssignalet fra transmitter ble justert så langt ned mot 0 som mulig for minimums signalet, og så høyt opp mot 10 som mulig for maksimums signalet. Innstillingene ble så lagret. For pumpen kunne signaltypen på 0-10 V, stilles inn via en dip-switch på pumpen. Pumpen trengte ikke ekstern kraftforsyning, og kunne kobles rett til støpsel i veggen.

Pumpe, sensorer/transmittere, og PC ble koblet sammen som vist på figurene under;

Figur 5.9; Koblingsskjema/signalskjema for forsøksriggen

Det er laget et brukergrensesnitt på PC, hvor en kan starte og stoppe målingene fra sensorene, samt starte, stoppe og regulere turtallet til pumpen.

6 Kalibrering

6.1 Kalibrering av pumpe

Pumpen kan styres både manuelt, via telleverk innstilling på pumpen, eller ved innstilling av turtall fra PC-brukergrensesnittet.

Det ble først tatt en kalibrering, eller test av pumpen, uten kolonne, og herav uten mottrykk. Dette for å se om pumpen gir de spesifiserte strømningsverdiene, gitt montert motor og pumpehode, og for å se om det var noen forskjell på manuell styring, og styring via brukergrensesnitt på PC. Turtallsinnstillingen via PC, ga en noe høyere strømning, enn ved den manuelle styringen av pumpen. En kunne også høre forskjell på pumpens turtall, om en stilte inn samme pådragsverdi manuelt, og via brukergrensesnitt. Der må antagelig signalene fra PC til pumpe modifiseres litt, da å styre pumpen via PC, kobler ut den manuelle styringen, og muligens også motorvernet til pumpen. Det ble derfor bestemt at pumpen kun skal styres via brukergrensesnittet på PC, og ikke manuelt. Som en ser av figurene k1 og k2, flater volumstrømmen ut, ved pådrag over 70%. Derfor er det ikke hensiktsmessig å bruke pådragsverdier over 70%

Den andre kalibreringen ble gjort for hovedsakelig å finne aktuell strømningsvolum ved gitt turtall fra PC brukergrensesnittet, samt å se forskjellen i volumstrøm med og uten montert kolonne.

Forskjellen var på ca 10% om en ser på maksimal strømningsverdi på figurene 6.1 og 6.2. Dette tillegges selvsagt mottrykk i den fylte kolonnen, da topphøyden på denne ligger om lag 1 m over pumpens utløp. Dette kan en se på figur u8.

En kan logisk nok slutte av det ovenfor nevnte, at det er forskjell i mottrykk, alt etter om det er montert en kolonne etter pumpen eller ikke, samt at forskjellige kolonner, og forskjellig kolonnepakking vil gi forskjellig volumstrøm, gitt likt pådrag på pumpen. Derfor må pumpen kalibreres for hver kolonne, og for hver kolonnepakking. Dette må gjøres i forkant av forsøk, der det er byttet kolonne.

Kalibreringene ble gjennomført ved at pumpens pådrag ble stilt inn via PC, og en tiden og målt volum ble notert. Det ble kjørt identiske målinger, i det at det ved testing og kalibrering med og uten kolonne, alltid ble startet med utløps slanger som var helt tomme. Med utløps slange menes her gummislangen fra pumpen, når det ble kjørt uten kolonne, og i kalibrering med kolonne, at utløps slangen fra kolonne ned i vask, var helt tom, men kolonnen fylt før måling ble startet.

Dette fordi utløpsslangen på kolonnen er relativt lang, og det kan medføre feil, om den ikke er helt tom når målingen starter. Er den delvis fylt, vil målte volumstrøm selvsagt bli for høy.

Volumstrømmen Q, som pumpen leverer fremkommer ved:

$$Q = \frac{\Delta V}{\Delta t} = \frac{\text{målt volum}}{\text{målt tid}} \left[\frac{ml}{min}\right]$$
(likning 36)

Figur 6.1; Pumpens kalibreringskurve, uten kolonne montert.

Figur 6.2; Pumpens kalibreringskurve med kolonne montert. Verdier er målt på kolonnens utløp.

Tabeller over målte verdier finnes i bilagene 11.3 og 11.4

Som kan sees av figurene over, vil pumpen gi en noe mindre volumstrøm, når den pumper væske gjennom kolonnen, enn når det kun måles på pumpeutløp.

6.2 Kalibrering av sensorer

De innkjøpte sensorene har et måle område fra 0-2000 µS/cm.

Det ble foretatt to kalibreringer. En med lav konduktivitet på kalibreringsløsningen, og en med konduktivitet i det midlere til øvre sjiktet av måle området. Den første løsningen hadde en konduktivitet på 5 μ S/cm, alt etter temperatur. Dette fremgår av tabell k.1 under.

Den andre kalibreringsløsningen hadde en konduktivitet på 1413 μ S/cm, også temperaturavhengig.

Som en vil kunne se av innsamlede data og plottede figurer, var det ikke helt enkelt å få kalibrert sensorene. Den første kalibreringen viste at selv om sensorene ble kalibrert i det nedre området av måle området, viste de økende avvikende verdier høyere opp i måle området. Sensorene skal i prinsippet være identiske fra fabrikk. Leverandør ble tilsendt målte kalibreringsdata, og foreslo å bruke en kalibreringsløsning med høyere konduktivitetsverdi enn den første. Ny løsning ble innkjøpt, og ny kalibrering foretatt.

For å se hvordan sensorene reagerte etter kalibrering, ble det tilsatt små menger overmettet NaCl løsning. Det ble målt hele veien gjennom måle området til sensorene viste overload. Altså at konduktivitetsverdien var over 2000 μ S/cm. På målingene på brukergrensesnittet kan dette oppdages ved at toppene på kurvene blir helt horisontale. Transmitter displayet viser samtidig «High»

Sensorene har automatisk temperaturkorreksjon, da konduktivitet er temperaturavhengig. Dette ble derfor ikke justert manuelt.

6.2.1 Kalibrering med 5 µS/cm standard Temperatur målt I standardløsning 23.7 ^oC

Temperatur luft; 22.7 ⁰C.

Sensorverdier før kalibrering

 $S_1 = 5.42 \ \mu S/cm$

 $S_2 = 4.86 \ \mu S/cm$

På kalibreringsløsningens flaske, er det oppgitt temperatur avhengige konduktivitets verdier. Verdiene finnes i bilag 11.5. Verdiene er visualisert i figuren under.

Figur 6.3.; kurve for konduktivitet mot temperatur for kalibreringsløsning på 5 μ S/cm

Figur 6.3 tilsier at ved 23.7 $^{\circ}$ C skal konduktiviteten være 4.7 μ S/cm.

Fra leverandør av sensorene skal følgende brukes ved sensorkalibrering;

Justering av cellefaktor:

$$Cellefaktor = \frac{reell \ konduktivitets verdi \ v \ gitt \ temperatur}{avlest \ konduktivitets verdi \ ved \ gitt \ temperatur} \qquad (likning \ 37)$$

De avleste verdiene på sensorenes transmitter ga oss følgende for sensor 1 (s_1) og sensor 2 $(\ensuremath{S_2})$

$$S1 = \frac{4.7\mu S/cm}{5.42\mu S/cm} = 0.8671587$$
$$S2 = \frac{4.7\mu S/cm}{4.86\mu S/cm} = 0.9670782$$

Disse verdiene ble så angitt som cellefaktorer I transmitterne:

 $S_1 = 0.867$ $S_2 = 0.967$

Når måle verdiene så ble lest av viste den første sensoren 4,64 μ S/cm, og sensor 2 viste 4.67 μ S/cm.Begge sensorene ble deretter justert på transmitter til å vise 4,7 μ S/cm, deretter ble sensorsettingene lagret. Alt i henhold til produsentens kalibreringsprosedyre.

Hva gjelder avviket på henholdsvis 0.06, og 0,03 i forhold til standardløsningen, kan det sies å være akseptabelt med tanke på at en befinner seg i mikro Siemens området. Dette gir oss følgende avvik i forhold til maksimal måleverdi som er 2000 μ S/cm :

$$\frac{0.06 \ \mu S/cm}{2000 \ \mu S/cm} * 100\% = 0.003\%$$

På den første sensoren og 0.0015 % på den andre. Dette da selvsagt før kalibrering.

Målte verdier etter kalibrering, finnes i bilag 11.6.

Figur 6.4; Ledningsevne mot mengde tilsatt NaCl løsning, etter kalibrering med 5 μ S/cm standardløsning. To verdier falt ut under målingen, som en kan se av kurven ved ca 2.3 ml tilsatt NaCl løsning.Måledataene finnes i bilag 11.6

Som en ser av figur 6.4, blir avviket i konduktivitet større og større jo høyere opp i måle området en beveger seg.

Det ble forsøkt med en enkel kurvetilpasning i Matlab, for å finne feil. Måledataene ble korrigert, i det siste måling er utelatt i forhold til måledataene. Dette er gjort, da de to siste verdiene gir overload, eller måle verdi 2000. Kun den siste verdien er utelatt. Følgende kurver kommer frem:

Figur 6.5; målte verdier etter kalibrering.

Figur 6.6; Skalerte og normerte måledata.

Som en ser av kurve 6.6 over, får man en god kurvetilpasning. Det er brukt Polyfit funksjonen i Matlab, som gir koeffisientene etter en minste kvadraters metode. Disse koeffisientene settes så inn i polyval funksjonen i Matlab som gir oss Y (her konduktiviteten) som prediksjon av x (tilsatt mengde NaCl løsning). Dernest blir dataene skalert på basis av

minimums og maksimumsverdier fra prediksjonen. For Matlabb script, henvises det til bilag De skalerte verdiene er de i figur 6.6. Figur 6.7 under, viser feilen mellom de skalerte dataene for prediksjon til de to sensorene.

Figur 6.7; Feilestimat mellom predikerte sensorverdier

Som en ser av figur 6.7 over er feilen i området $2,5*10^{-3}$, altså 0.25 %. Om den siste måleverdien hadde blitt tatt med, ville feilen økt til 0.5 %.

6.2.2 Kalibrering med 1413 µS/cm standardløsning

Som nevnt over, anbefalte sensor leverandøren, å kalibrere sensorene med en kalibrerings løsning med høyere konduktivitet, etter å ha sett på kurvene. Det ble sagt at dette ville løse problemet med de relativt store avvikene, som de ukorrigerte måledataene fremviste(se figurene 6.4 og 6.5) Ny kalibrerings løsning ble kjøpt inn. Ny kalibrering ble utført.

Temperatur målt I standard løsning 21.5 °C

Temperatur luft; 22.0 °C.

Målte sensorverdier før kalibrering;

S1=1217 µS/cm

 $S2 = 1345 \ \mu S/cm$

På kalibreringsløsningens flaske er det oppgitt temperatur avhengige konduktivitetsverdier. Verdiene finnes i bilag 13.xxx.

Verdiene i bilag 11.7, ble lagt inn I Excel, og det ble beregnet en lineær tilpasningskurve i Excel. Dette ble gjort for å finne den korrekte konduktiviteten i standardløsningen ved målt temperatur i standardløsningen.

Figur 6.8; Standardens konduktivitet som funksjon av temperatur

Beregnet konduktivitet etter lineær tilpasning (likningen i figur 6.8)

Konduktivitet = 26,262 * (T) + 762,67

Der T er temperaturen i [⁰C]. Ved målt temperatur, som er 21,5 ⁰C, får man følgende konduktivitet:

Konduktivitet = 26.262 * 21,5 + 762,67 = 1327,303

Brukes samme beregningsmåte som ovenfor, får vi følgende cellefaktorer til sensorene;

Celle faktor=<u>reell konduktivitetsverdi v gitt temperatur</u> avlest konduktivitetsverdi ved gitt temperatur

Cellefaktor
$$S_1 = \frac{1327,303 \mu S/cm}{1217/cm} = 1.09063$$

$$Cellefaktor S_2 = \frac{1327.303 \mu S/cm}{1345 \mu S/cm} = 0.9868424$$

Cellefaktorene som ble lagret i transmitterne ble derfor;

 $S_1 = 1,091$

 $S_2 = 0.987$

Avleste verdier på sensorenes transmitter ble da 1327 på begge. Noe som skulle være korrekt.

Med denne standardløsningen, var det derfor ikke nødvendig å korrigere verdiene avlest på transmitterne, slik det var nødvendig på den første kalibreringen.

Igjen ble sensorkalibreringen testet, som over ved at sensorene ble satt i et beger med destillert vann, og små mengder konsentrert saltløsning tilsatt, til konduktiviteten var så høy, at den kom utenfor måle området. Måleverdiene finnes i bilag 11.8. Det er de verdiene som ble skrevet opp under målingen. Selve måledataene, er en fil med om lag 16000 måleverdier, og er av logiske årsaker derfor utelatt.

De målte verdiene på sensorene ble igjen plottet mot tilsatt mengde konsentrert/overmettet NaCl løsning. Ifølge produsent skulle denne kalibreringen gjøre at begge sensorene skulle vise de samme målte verdiene, da kalibreringen skulle være bedre med en standardløsning i midtre eller øvre del av sensorenes måle område. Følgende kurver kom frem:

Figur 6.9; Ledningsevne mot mengde tilsatt NaCl løsning.

Kommentar

Som en ser av figur 6.4 over måler sensorene heller ikke etter kalibrering med den anbefalte løsningen like verdier, når konduktiviteten øker..

Da leveringstiden på sensorene var 6 uker, og de i tillegg var to uker forsinket, slik at nye ikke kunne skaffes før innlevering av denne oppgaven, ble det forsøkt med en regresjon av måledataene. Det var ikke tid til å vente på nye sensorer, og kalibreringsdataene fra figur 6.4 er brukt videre på følgende måter;

På PC logges dataene kontinuerlig. Det er brukt de loggede dataene, som er litt mer omfattende enn de som ble noterte for hånd, under kalibreringen (bilag 11.8). Med de små mengdene som ble tilsatt av konsentrert saltløsning under kalibreringen, var det imidlertid vanskelig å lese av hvor konduktiviteten økte, altså med hvilke skritt. Kalibreringen ble foretatt på en slik måte at turtallet på pumpen (uten at den var slått på) ble økt med en enhet før hver tilsats av NaCl i begerglasset sensorene var nedsenket i. Når de målte konduktivitetsverdiene var stabile, ble turtallet på pumpen satt til 0. På den måten var det ved hjelp av et lite matlab program/script mulig (bilag 11.9.2)å identifisere, eller ekstrahere data fra de enkelte trinnene i kalibreringen.

Selve loggingen av pumpen, er vist i figur 6.5 under;

Figur 6.10; Logging av pumpe.

Det var i tillegg to målingsskritt som ikke ble gjort med riktig pådrag på pumpen, (rundt t= 5000 på figur k.5)og det medførte ujevn kurve . Scriptet ble modifisert til å plukke ut de riktige skrittene/steps, og deretter plotte, de relevante verdiene. Matlabscriptet finnes som bilag 11.9.2, preprocess 04)Måledataene så da ut som på figur 6.6 under.

Figur 6.11; Måling av konduktivitet mot tilsatt mengde NaCl, etter kalibrering med 1413 μ S/cm standard.

De ekstraherte dataene lagres så i en ny tekstfil DCxx. Dise dataene hentes inn i Matlabscriptet calibration_03.m/bilag 11.9.3), som ble brukt til regresjon av dataene. Det henvises til skalering og tilpasning av data for forklaring på hvordan de følgende figurer er fremkomme;

Figur 6.12; Transmitterverdier mot konsentrasjon.

Figur 6.13; molar konduktivitet u=y/c mot kvadratroten av konsentrasjonen

Brukes nå polyfit funksjonen i matlab for å finne en lineær relasjon mellom den molare konduktiviteten og kvadratroten av konsentrasjonen, og deretter bruker polyvalfunksjonen for å finne nye, eller predikerte verdier, får en følgende figur;

Figur 6.14; Tilpassede og predikerte sensorverdier.

De nye predikerte verdiene blir deretter skalert/korrigert med minimums og maksimumsverdier fra prediksjonen, etter minste kvadraters metode (se kapitel 6.2.3.2 under);

Figur 6.15; Skalerte og korrigerte sensorverdier.

Til sist blir de korrigerte/skalerte sensorverdiene normert og rekonstruert.;

Figur 6.16 Normerte og rekonstruerte måle verdier etter kalibrering, mot normert molar konduktivitet.

En annen metode som er forsøkt brukt på kalibreringen er en mer direkte metode, og også her brukes Kohlrausch' lov. Se kap 6.2.3.1, og matlab bilag11.9.4/calibration_04 m.

Figur 6.17; Rekonstruerte måledata av relativ molar konduktivitet mot kvadratrot av normert konsentrasjon

6.2.3 tilpasning og skalering av måledata

6.2.3.1 Skalering og kalibrering etter Kohlrausch's lov

En tar utgangspunkt i likning 35 (Kohlrausch's lov) og innfører følgende notasjoner;

$$\Lambda_m = \Lambda_m^0 - K\sqrt{c} \qquad (likning 35)$$

Eller;

$$y_s = y_s^0 - K_s * \sqrt{c} \qquad (likning 38)$$

Denne likningen er den samme som likning 35 (Kohlrausch's lov)

Der;

 Λ_m = molar konduktivitet (heretter u)

 Λ_m^0 = molar konduktivitet ved uendelig fortynning

K= Kohlrausch koeffisienten som er spesifikk for hvert enkelt stoff i løsning

c= (konsentrasjon)/sammensetning

og innfører en følgende notasjoner :

y= konduktivitet

u= molar konduktivitet

w= måleverdi logget i PC

x=relativ konsentrasjon

Deretter defineres følgende;

$$u = \frac{y}{c}$$
 (likning 39)

 $x = a_x * c$

(likning 40)*

$$w = a_w * y + b_w \qquad (likning 41)$$
$$(w - b_w)$$

$$y = \frac{(w - b_w)}{a_w}$$
 (likning 42)

*Offset=0

Vi er ute etter et utrykk for den målte verdien, altså wuttrykt ved relativ konsentrasjon x. Tar en utgangspunkt i likning 35 og 39-42, kan en finne et utrykk for wuttrykt i x;

$$\frac{y}{c} = \frac{y}{x} * a_x = \frac{w - b_w}{x} * \frac{a_x}{a_w} \to \text{ settes inn i likning 35}$$

$$\frac{w - w_b}{x} = \frac{a_w}{a_x} * u^0 - \frac{a_w}{a_x} * K * \sqrt{\frac{x}{a_x}} \to$$

$$w = b_w + \frac{a_w}{a_x} * u^0 * x - \frac{a_w}{a_x} * \frac{K}{\sqrt{a_x}} * x * \sqrt{x} \qquad \rightarrow$$

$$w = b_w + \alpha * x + \beta * x^{\frac{3}{2}} \qquad (likning 43)$$

6.2.3.2 Normering og skalering av måledata etter minste kvadraters metode

Når måledataene er tilpasset/fitted, og nye predikert (polyval), er det hensiktsmessig å skalere dem med minimal og maksimumsverdier fra prediksjonen;

Der;

 y_s ; minste måleverdi

 $\overline{y_s}$; maksimal målte verdi

 \overline{c} ; øvre konsentrasjon

<u>c;</u> minimaverdi konsentrasjon

Minimalverdi fra sensor ; $\underline{y_s} = y_s^0 - K_s * \sqrt{\overline{c}}$ Maksimalverdi fra sensor; $\overline{y_s} = y_s^0 - K_s * \sqrt{\underline{c}} = y_s^0 - K_s * \sqrt{\overline{0}} = y_s^0$

Innfører så z, og uttrykker denne ved y;

$$z = \frac{y - y}{\overline{y} - y} \qquad (likning 44)$$
$$y = z * (\overline{y} - \underline{y}) + \underline{y} = z * (y^0 - y^0 + K * \sqrt{\overline{c}}) + y^0 - K * \sqrt{\overline{c}}$$
$$y = (z - 1) * K * \sqrt{\overline{c}} + y^0$$

Innsetting fra likning 38 gir oss videre;

 $\frac{c}{\overline{c}}$

$$y = y$$

$$y^{0} - K * \sqrt{c} = (z - 1) * K * \sqrt{c} + y^{0}$$

$$\sqrt{c} = (1 - z) * \sqrt{c}$$

$$\frac{\sqrt{c}}{\sqrt{c}} = (1 - z)$$

$$\frac{c}{\overline{c}} = (1 - z)^{2} = \left(1 - \frac{y_{s} - y_{s}}{\overline{y_{s}} - \overline{y_{s}}}\right)^{2}$$

$$= \left(\frac{\overline{y_{s}} - y_{s}}{\overline{y_{s}} - \overline{y_{s}}}\right) \qquad (likning 45)$$

Når verdiene er tilpasset, nye predikert, og de er skalerte, kan en rekonstruere målingene, som på figuren.

7 Forsøk

Det er kjørt 14 forsøk, for å teste ut forsøksriggen. (bilag 11.10 gir enoversikt). Måledata ble lagret som tekstfiler, og de ble ganske store. Derfor er de ikke lagt ved i oppgaven. Måledata er kun behandlet i PC, og det er brukt Matlab til å plotte ut kurvene fra måledataene.

Det ble lagt vekt på at så vel impulsen, eller pulsen om man vil, så vel som responsen skulle se jevn og fin ut. I tillegg ble det forsøt unngått å få overload på sensorene. Det var litt problemer med mottrykk i kolonnen. Dette hadde siun grunn i at en del av pakkingen flyttet seg oppover i kolonnen. Mellom de to kolonnestykkene på hver 500 mm, var det montert et finmasket stålgitter, eller en rist, i tillegg til litt glassull, for å holde kolonnepakkingen på plass under montering. Dette løsnet, og tettet delvis kolonnen. Følgene ble at sensor 2 viste overload. Grunnen er at væskestrømmen ble holdt så lenge tilbake i kolonnen at all tracerløsning samlet seg, og ble mer konsentrert enn pulsen. Når denne tilstopningen løsnet, kom en konsentrert løsning inn på sensor 2. At en løsning blir mer konsentrert etter fortynning eller blanding med et annet medium, skal ikke være fysisk mulig. Feilen ble som man forstår funnet. En annen feilindikasjon var at den første sensoren begynte å bli presset ut av t-bendet den var montert i. Pumpen leverte som man kan forstå nok trykk.

Grunnet tidsnød var dette et problem som måtte løses uten å pakke om kolonnen. Løsningen ble å senke volumstrømmen gitt av pumpen, og å eksperimentere seg frem til en akseptabel væskestrøm. Samtidig ble volumet av injisert tracerløsning justert slik at en både fikke en høy og smal nok puls inn på systemet, og en responskurve, som var lavere enn pulskurven. Det ble produsert et par fine kurver, og en av kjøringene er valgt ut:

Det ble tilsatt 0,16 ml tracerløsning, og pumpeturtallet var satt til 20%.

Dette ga følgende puls/responskurve;

Figur 8.1; impuls, og pulsrespons fra forsøket.
Læringsmålet med forsøksriggen som er bygd, er modellidentifikasjon. Hva slags modell vil montert kolonne gi? Det er altså snakk om modellidentifikasjon. Det finnes et verktøy i Matlab, som gjør dette automatisk.

8 modellidentifikasjon

Hensikten med forsøksriggen er å bestemme hva slags type prosessmodell den representerer.

Teorien for modellidentifikasjon er omfattende, og vil på grunn av tidsnød, ikke bli tatt opp her.

Det er valgt ut et forsøk av de som ble kjørt, og foretatt en modellidentifikasjon i Matlab.

Det er begrenset tilgang på ident-funksjonen i Matlab på NTNU, og grunnet lang tid på å få satt sammen forsøksrigg, og bestemme riktig utstyr, ble denne identifikasjonen foretatt aller siste dag før avslutning av oppgaven.

Målet med denne identifikasjonen er å finne en transferfunksjon mellom inngangssignal og utgangssignal, basert på målte data. Fra figur 8 forsøk, ser en impulsen, og responsen.

Ident-funksjonen identifiserer altså transferfunksjonen mellom inngangssignal (puls) og utgangssignal (pulsrespons)

På figuren nedenfor ser en eksperimentelle data (normert og rekonstruert), samt kurven identfunksjonen i Matlab har beregnet ut fra puls og responsdata;





Figur 8.1; Ekperimentell responskurve, og rekonstruert responskurve generert av identfunksjonen i Matlab.

På samme måte kan identfunksjonen i Matlab, baser t på måledata, regenerere impulssignalet, om den har identifisert riktig modell/transferfunksjon, og bruker en fourieranalyse på dataene til sensor 2, altså utgangssignalet.



Figur 9.2; En ser at dødtiden er på 32 sekunder gjennom kolonnen.

Identifikasjons beregningene i Matlab, ga altså en første ordens modell med dødtid.

Gain verdien er på K=0.79

Tidskonstanten $\tau = 6,3$

Dødtiden til prosessen t_d = 32

Under blir det kort forklart hva de forskjellige begrepene betyr;

En første ordens prosess er et system, der utgangssignalet y(t) blir modellert av en første ordens differensiallikning. I Laplace området, blir første ordens transferfunksjoner beskrevet av likning xx under

$$G_p(s) = \frac{K_p}{\tau_p s + 1} \qquad (likning 46)$$

En invers Laplace transformasjon, til en step respons gir følgende funksjon i tidsdomenet;

$$y(t) = K_p M\left(1 - e^{\frac{-t}{x}}\right) \qquad (likning 47)$$

Der K, er prosess gain,

 τ er tidskonstanten til prosessen

X(s): inputverdien

Y(s): respons uttrykket

M er step størrelsen

Dødtid kan forklares ved at en ikke får noen respons, eller måling umiddelbart etter at en har forstyrret et system for eksempel ved en impuls. For lang dødtid kan resultere i problemer med systemresponsen. Dødtiden er skjematisk vist i figur 9.1 under;



Figur 9.1; Skjematisk bilde av dødtid for en prosess.

Dødtid kan være forårsaket av lang transporttid på målt medium i en prosess, som i vårt system, avstanden i tid mellom sensor 1 og 2. Det kan også være forårsaket av sensortreghet. Med det menes at det tar lang tid før en sensor kan registrere en måling, eksempelvis om en temperatursensor er isolert.

Transferfunksjonen for dødtid er gitt ved;

$$G_p(s) = e^{\theta_p s} \qquad (likning 48)$$

En første ordens modell med dødtid kan brukes til å approksimere modeller av høyere orden. Disse første ordens modellene med dødtid, er ofte bedre til å approksimere industrielle prosesser enn andre dynamiske modeller.

Første ordens modeller med dødtid, er en kombinasjon av første ordens modeller (likning x1) og dødtid (likning x.3;)

$$G_p(s) = \frac{K_p e^{\theta_p s}}{\tau_p s + 1}$$
 (likning 49)

Der

$$\tau_p = \frac{\frac{t_2}{3} - \frac{t_1}{3}}{0.7}$$

Og

$$\theta_p = t_{\frac{1}{3}} - 0.4\tau_p$$

Når en ser på første ordens respons til et step forandring, er det de tre variabler en ser på; Dødtid θ_p (t_d i vår analyse), prosess gain K_p (K i vår analyse), og tidskonstanten τ_p , (t_1 i vår analyse)

Prosess gain definers som frorandring I prosessoutput divivert med størrelsen på set punkt forandringen. Nå e rdet ikke en setpunktforandring vi broker I eksperimentet men en puls. Prosessens tidskonstant τ_p beskriver hvor lang tid systemet bruker for å nå en stabiltilstand.

9 Diskusjon

Ser en på oppgaven under ett, har den vært todelt.

Hovedhensikten har vært å lage en forsøksrigg, til bruk på felleslab ved institutt for kjemisk prosessteknologi ved NTNU. Forsøksriggen skal gi studentene en forsøksmetode til å finne en modell for reaktor, eller kolonne som er i bruk. Det dreier seg altså om modellidentifikasjon. Modellidentifikasjone er et nyttig redskap for prosessingeniører, til å kartlegge prosesser i bruk, samt å modellere nye.

Metoden som er ment å bruke til dette er oppholdstidsdidtribusjoner, på engelsk kalt Residence time distributions. (RTD)

En av hovedhensiktene med oppgaven er at det ut ifra målte data på en prosess, utgangs signalet y skal kunne identifiseres en prosessmodell. Altså ut i fra målte data på prosess, å kunne rekonstruere inngangssignalet (u).

Det har tatt lang tid å velge ut egnede sensorer for konduktivitet, og når de endelig ble bestilt, var det 6 ukers ventetid for å få dem. Da de ankom viste det seg at de ikke var identiske, d.v.s målte like verdier i samme løsning. Kalibreringen, eller forsøk på kalibrering tok derfor lang tid.

Mye av glassutstyret rundt sensorene kunne ikke lages før sensorene var på plass. Det ble gått ut i fra tegninger, mål og spesifikasjoner fra leverandør, og grovutkastene til endelig utstyr ble fabrikert. Da sensorene var på plass, måtte det omfattende justeringer til.

Av de ovenfor nevnte grunner kunne kalibrering først begynne veldig sent ut i oppgaven. Dette ga selvsagt konsekvenser for når forsøk og identifikasjon av modell kunne påbegynnes.

Det har vært fokusert veldig mye på den praktiske delen av oppgaven, og identifikasjonsdelen, har nok lidd en del under dette. Modellen til brukte kolonne ble imidlertid identifisert, noe en kan si seg fornøyd med. Hovedfokuset har vært å få forsøksriggen opp å gå, slik at den kan tas i bruk i høstsemesteret 2012.

Forsøksriggen fungerer som den skal, dog skal sies, at en del kalibrering gjenstår, spesielt ved bytte av kolonne. Forsøksriggen kan flyttes over på en tralle, da den er utformet på en måte som gjør at en kan ta med en avfallstank, i tillegg til fødetanken som er montert. Alt som trengs er et strømuttak, der en foretar demonstrasjonen. Dette var også en av hensiktene med oppgaven. De fleste av forsøkene på felleslab, er av en slik konstruksjon, at de lett kan flyttes.

Det ble etter kalibrering kjørt 27 pulseksperimenter, og et ble plukket ut, ut ifra hvordan kurvene så ut. Alle relevante data på forsøkene, samt kommentarer på forsøkene, finnes i bilag 11.10.

10 konklusjon

Denne oppgaven har hatt som hensikt å bygge en forsøksrigg til bruk i modell identifikasjon av enkle prosesser. Det er brukt et enkelt blandeeksperiment som metode. Forsøksriggen er ment å brukes av studenter i 4. klasse på institutt for kjemisk prosessteknologi.

Instrumentene på forsøksriggen, herunder, sensorer og pumpe, er koblet opp mot en PC, slik at studentene kan benytte et brukergrensesnitt på PC, til å kontrollere og utføre eksperimenter. Det er utviklet programvare til målingene, og til regulering av pumpen.

Målingene er foretatt med hjelp av konduktivitetsmålere.

Termiske forsøk, er ikke blitt utført, da utstyret pr. dags dato ikke er på plass. Dette ble også relativt raskt tatt ut av oppgaven, når omfanget av oppgaven ble mer spesifisert; Det var rett og slett nok å få i gang forsøksriggen som er blitt laget.

Det er blitt brukt en enkel rør reaktor med knuste Raschig ringer som pakkemateriale. Muligheten for å bytte pakkemateriale, og kolonne er til stede. Forberedelser til å ta i bruk andre kolonner er foretatt, i det det er bygd tilkoblinger til bruk på riggen, som er tilpasset en annen kolonne. Den andre kolonnen er også på plass, men er ikke blitt tatt i bruk enda. En mulig videreføring av oppgaven, er å sette opp et parallellt forsøk, med den andre kolonnen. Å duplisere forsøksriggen med denne hensikten, er å anse som relativt gret, da det nå forefinnes kunnskap om hva man trenger av utstyr, og hvordan det skal settes sammen.

Alt nødvendig utstyr har enten blitt skaffet til veie eksternt, eller blitt laget ved NTNU.

Det er blitt identifisert en modell for kolonnen, dog har identifikasjonsdelen lidd under tilstrebelsene med å få forsøksriggen opp å gå.

Forsøksriggen er oppe og går, og fungerer som den skal, med noen justeringer. Dette var også hensikten med denne masteroppgaven.

11 Bilag

Bilag 11.1; pumpespesifikasjoner

Alle data hentet fra [3]

Motor:

Specifications REGLO-Z/ZS Analog Motor type DC motor Speed 50 – 5000 rpm Speed setting 1–99%, resolution 1% 2-digit potentiometer Power consumption 50 W Mains connection 230VAC/50Hz,115VAC/60Hz adjustable Protection rating IP 30 Depth/Width/Height Drive REGLO-Z 178 x100 x 143 mm Drive REGLO-ZS 175 x 65 x 80 mm External control unit 178 x 100 x 143 mm Weight Drive REGLO-Z 2.1 kg (without pumphead) Drive REGLO-ZS 0.7 kg (without pumphead) External control unit 1.7 kg

Suction Shoe	Pump-head No.	Order No.	Flow rate min.	e (ml/min) max.	Differential pressure max. bar	Gear material	Seals	Stainless steel housing	System pressure, max. (bar)	Temperature range °C	Internal Bypass
W	GA-X21.CFS.B	MI0006	0.85	85	1.4	Graphite	PTFE	SS316	21	-46 - +177	-
	GA-X21.JFS.B	MI0312	0.85	85	2.3	PEEK™	PTFE	SS316	21	-46 - +177	-
	GA-V21.CFS.B	MI0007	2.1	210	2.8	Graphite	PTFE	SS316	21	-46 - +177	-
	GA-V23.CFS.B	MI0008	4.2	420	2.8	Graphite	PTFE	SS316	21	-46 - +177	-
	GA-V23.PFS.B	MI0131	4.6	460	5.2	PPS	PTFE	SS316	22	-46 - +177	-
	GA-V23.JFS.B	MI0280	4.6	460	5.2	PEEK	PTFE	SS316	22	-46 - +177	-
For corrective media	GA-X21.CFC.B	MI0309	0.85	85	1.4	Graphite	PTFE	Hastelloy®-C276	21	-46 - +177	-
For corrosive media	GA-V23.CFC.B	MI0310	4.2	420	2.8	Graphite	PTFE	Hastelloy-C276	21	-46 - +177	-

Pumpehode (GA-V23.JFS.B);

Ports (internal thread) ½ "-27NPT
 Flow rates without differential pressure

Operating temperature: with other seals up to 99°C possible

Bilag 11.2; Sensorspesifikasjoner/plantegninger/tilkobling

Spesifikasjonene er hentet fra produsentens egen side [4]

Spe	ecifi	cati	ons
-----	-------	------	-----

Display Ranges	Conductivity: 0 to 2000 μS/cm, 0 to 20.00 mS/cm, 0 to 1000 mS/cm
	Resistivity: 0 to 20 00 MO-cm
	Total Dissolved Solids (TDS): 0 to 2000 ppm
	0 to 2000 ppb, 0 to 200ppt
	% Concentration: 0 to 20.00%
Displayed Temperature Range	–10 °C to +140 °C (14 °F to 284 °F)
Display Accuracy	Conductivity/Resistivity: Greater of +/- 2 counts or +/- 0.5% of reading
	Concentration: +/- 0.5% of reading
	Temperature: +/- 0.1°C from –10 to 99.9°C, +/- 1°C from 100 to 140 °C
Display Resolution	4 digits, floating decimal point
Process Temperature	–10 °C to +140 °C (14 °F to 284 °F)
Electronics Module Ambient Temperature	–20 °C to +85 °C (–4 °F to +185 °F)
Output Type	4-20 mA (2-wire loop powered)
Output Calibration	4-20 mA
Cell Constant and Cell Calibration Factor Input	Automatic from EEPROM in Conductivity Cell
Output (Loop) Cable Connection	М12 Туре
Output (Loop) User Termination	Tinned leads on cord set or customer supplied cable
Cable Lengths Remote Sensor: Output:	20 feet (cable integral to conductivity cell) 20 feet or 50 feet
Power	16-42 Vdc, 23mA max Maximum load resistance: 250 ohms at 16 Vdc 600 ohms at 24 Vdc 1400 ohms at 42 Vdc
Local Display and Buttons	LCD 4-digit, 7-segment
Engineering Units (Labels)	μ S/cm, mS/cm, M Ω -cm, ppm TDS, ppb TDS, ppt TDS, %
Engineering Units (Labels) Calibration Options	μ S/cm, mS/cm, M Ω -cm, ppm TDS, ppb TDS, ppt TDS, % Cal Trim Factor, 1 Point Cal Solution
Engineering Units (Labels) Calibration Options Solution Temperature Compensation	μ S/cm, mS/cm, M Ω -cm, ppm TDS, ppb TDS, ppt TDS, % Cal Trim Factor, 1 Point Cal Solution Acid (Cation/Ammonia), Salt (Neutral Salts), NaCI, HCI, NaOH, H ₂ SO ₄ , and None (for USP24 Conformance)
Engineering Units (Labels) Calibration Options Solution Temperature Compensation Diagnostics	$\label{eq:response} \begin{array}{c} \mu S/cm, mS/cm, M\Omega-cm, ppm TDS, ppb TDS, ppt TDS, \%\\ \mbox{Cal Trim Factor, 1 Point Cal Solution}\\ \mbox{Acid (Cation/Ammonia), Salt (Neutral Salts), NaCI, HCI, NaOH, H_2SO_4, and None (for USP24 Conformance)}\\ \mbox{Sensor and electronics}\\ \end{array}$
Engineering Units (Labels) Calibration Options Solution Temperature Compensation Diagnostics Case	μ S/cm, mS/cm, MΩ-cm, ppm TDS, ppb TDS, ppt TDS, % Cal Trim Factor, 1 Point Cal Solution Acid (Cation/Ammonia), Salt (Neutral Salts), NaCI, HCI, NaOH, H ₂ SO ₄ , and None (for USP24 Conformance) Sensor and electronics Weatherproof, corrosion-resistant plastic housing
Engineering Units (Labels) Calibration Options Solution Temperature Compensation Diagnostics Case Approvals	$\label{eq:response} \begin{array}{l} \mu S/cm, mS/cm, M\Omega-cm, ppm TDS, ppb TDS, ppt TDS, %\\ \hline Cal Trim Factor, 1 Point Cal Solution\\ Acid (Cation/Ammonia), Salt (Neutral Salts), NaCI, HCI, NaOH, H_2SO_4, and None (for USP24 Conformance)\\ \hline Sensor and electronics\\ \hline Weatherproof, corrosion-resistant plastic housing\\ \hline CE Mark for Industrial Applications\\ UL – General Purpose for Process Control\\ CSA General Purpose for Process Control\\ CSA General Purpose for Process Control\\ FM Intrinsically Safe, Class I, Div. 1, Groups A, B, C, D\\ and Class I, Zone 0, AEx ia IIC\\ FM Class I, Div. 2, Groups A, B, C, D and Class I, Zone 2, Groups IIC\\ Enclosure: Type 4x, IP66\\ \hline \end{array}$
Engineering Units (Labels) Calibration Options Solution Temperature Compensation Diagnostics Case Approvals Remote Mounting	μS/cm, mS/cm, MΩ-cm, ppm TDS, ppb TDS, ppt TDS, % Cal Trim Factor, 1 Point Cal Solution Acid (Cation/Ammonia), Salt (Neutral Salts), NaCl, HCl, NaOH, H₂SO₄, and None (for USP24 Conformance) Sensor and electronics Weatherproof, corrosion-resistant plastic housing CE Mark for Industrial Applications UL – General Purpose for Process Control CSA General Purpose for Process Control FM Intrinsically Safe, Class I, Div. 1, Groups A, B, C, D and Class I, Zone 0, AEx ia IIC FM Class I, Div. 2, Groups A, B, C, D and Class I, Zone 2, Groups IIC Enclosure: Type 4x, IP66 Pipe, Wall, or DIN Rail
Engineering Units (Labels) Calibration Options Solution Temperature Compensation Diagnostics Case Approvals Remote Mounting Dimensions	$\begin{array}{c} \mu S/cm, mS/cm, M\Omega-cm, ppm TDS, ppb TDS, ppt TDS, %\\ \hline Cal Trim Factor, 1 Point Cal Solution\\ \hline Acid (Cation/Ammonia), Salt (Neutral Salts), NaCI, HCI, NaOH, H_2SO_4, and None (for USP24 Conformance)\\ \hline Sensor and electronics\\ \hline Weatherproof, corrosion-resistant plastic housing\\ \hline CE Mark for Industrial Applications\\ UL - General Purpose for Process Control\\ CSA General Purpose for Process Control\\ FM Intrinsically Safe, Class I, Div. 1, Groups A, B, C, D and Class I, Zone 0, AEx ia IIC\\ FM Class I, Div. 2, Groups A, B, C, D and Class I, Zone 2, Groups IIC\\ Enclosure: Type 4x, IP66\\ \hline Pipe, Wall, or DIN Rail\\ H 123 mm (4.84") x W 48 mm (1.89") x D 46 mm (1.81")\\ \hline \end{array}$

Dimensjoner;



Tilkobling av transmitter og sensor



%	Tid	Målt	Volumstrøm	%	Tid	Målt	Volumstrøm
pådrag	[sek]	volum	[ml/min]	pådrag	[sek]	volum	[ml/min]
På		[ml]		På		[ml]	
pumpe				pumpe			
3	70.25	44	37.58	55	96.5	865	537.82
5	249	292.5	70.48	55	66.75	619	556.40
5	87.25	76	(52.26)	57	62	599	579.68
10	133.5	218	97.98	60	87.5	861	590.4
10	122.5	198	96.97	60	67.8	683	604.42
13	64.9	141	130.35	61	63	648	617.14
15	107.75	260	144.77	65	85.5	909	637.89
15	91	220	145.05	65	64.8	720	666.67
17	63.5	175	165.35	68	63	718	683.81
20	74.75	239	191.84	70	72.75	846	697.73
20	76.5	243.5	190.98	70	64.1	760	711.39
23	55.5	216	233.51	72	65.25	790	726.43
25	74.5	318	256.11	73	80.5	958	714.04
25	55.75	228	245.38	75	242.4	2998	742.08
28	62.6	300	287.54	79	61.5	798	778.54
30	81	410	303.70	79	65.25	846	777.93
30	47.25	230	292.06	81	78.5	993	(758.98)
32	65	359	331.38	85	84.4	1068.5	759.59
35	75.5	449	356.82	85	83.5	1064	764.55
35	71.5	429	360	87	82.75	1054	(764.23)
38	64	420	393.75	90	60.4	785	779.80
40	72.75	490	404.12	90	69.1	893	775.40
40	86.75	580	401.15	92	82.7	1054	(764.69)
41	65.7	460	420.09	95	61.5	790	770.73
43	62.7	460	440.19	95	63.75	828	779.29
45	97	718	444.12	97	80.75	1030	765.33
45	99.5	737	444.42	100	65.5	850	778.63
48	63.5	517	488.50	8	67.1	91	81.37
50	86	713	497.44	37	62.5	398	382.08
50	72.5	607	502.34	100	82.8	1058	766.67
52	63.1	555	527.73	96	81.25	1040	768

Bilag 11.3; Pumpekalibrering ved pumpens utløp;

%	Målt	Tid [sek]	Volumst	%	Målt	Tid [sek]	Volumst
pådrag	volum		røm	pådrag	volum		røm
På	[ml]		[ml/min]	På	[ml]		[ml/min]
pumpe				pumpe			
2	36	152	14.21	77	770	63.75	724.71
5	104	146.25	42.67	77	888	73.75	722.44
7	84	81.9	61.54	80	1449	120.1	723.90
10	110	73.5	89.79	83	819	68	722.64
12	116	63	110.48	85	769	63.3	728.91
15	168	72.7	138.65	90	750	61.65	729.93
15	142.5	61.6	138.79	92	762	62,75	728.61
17	165	63.25	156.52	95	797	65.7	727.85
20	204	66.25	184.75	97	738	60.8	728.29
23	224	62	216.77	98	849	70.5	722.55
25	244	63	232.38	100	1169	97.9	716.44
28	245	55.3	265.82	53*	240	27.7	519.86
30	243	51	285.88	57*	550	59.4	555.56
32	409	77.5	316.65	60*	668	67.7	592.02
35	559	98.6	340.16	63*	618	59.65	621.63
37	469	76.8	366.41	65*	639	59.5	644.37
40	471	70.9	398.59	68*	654	59.25	662.28
41	456	67.25	406.84	70*	705	61.25	690.61
45	529	72.1	440.22	72*	710	60.65	702.39
47	529	68.4	464.04	75*	820	68.7	716.16
50	510	61.5	497.56	76*	710	58.5	728.21
52	545	63.5	514.96	78*	728	60.3	724.37
55	542	60	542	80*	738	60.95	726.50
59	599	62.25	577.35	82*	737	61	724.91
60	610	62.25	587.95	84*	718	59.25	727.09
63	637	62	616.45	86*	800	66.75	719.10
65	655	61.6	637.99	88*	709	58.5	727.18
67	705	64.8	652,78	90*	738	61.25	722.94
70	697	61.5	680	92*	733	60.5	726.94
72	735	63.1	698.89	94*	747	61.8	725.24
72	845	73.7	687.92	96*	770	63.8	724.14
75	842	70.5	716.60	98*	738	61.25	722.938
76	755	63	719.05	100*	760	62.9	724.96

Bilag 11.4; Pumpekalibrering ved kolonnens utløp;

Bilag 11.5;

Oppgitte konduktivitets verdier på 5µS/cm kalibreringsløsning

Temperatur [⁰ C]	Konduktivitet [µS/cm]
5	1.5
10	2.1
15	2.9
18	3.4
20	3.8
22	4.3
25	5.0
30	6.4
35	8.0
40	10.0
45	12.1
50	14.7

 Tabell k.2; Standardløsningens konduktivitetsverdier ved gitte temperaturer

Bilag 11.6;

Målte verdier etter kalibrering med 5 µS/cm standard løsning

Filnavn	Tilsatt	Totalt	Sensor 1	Sensor 2
(suffix;	mengde	tilsatt	Display	Display verdi
11juni.txt	konsentrert	mengde	verdi	
	NaCl	konsentrert		
	løsning	NaCl		
	[ml]	løsning		
		[ml]		
Run1	0.0	0.0	2.32	2.08
Run2	0.05	0.05	29.47	33.01
Run3	0.1	0.15	85.94	98.00
Run4	0.15	0.3	170	195.4
Run5	0.2	0.5	273.7	316.3
Run6	0.3	0.8	423.3	492.2
Run7	0.4	1.2	615.3	719.3
Run8	0.5	1.7	854.6	1005
Run8	0.55	2.25	1105	1307
Run10	0.05	2.3	1131	1380
Run11	0.05	2.35		
Run12	0.1	2.45	1204	1426
Run13	0.1	2.55	1249	1482
Run14	0.1	2.65	1290	1532
Run15	0.2	2.85	1376	1637
Run16	0.2	3.05	1464	1743
Run17	0.3	3.35	1591	1900
Run18	0.1	3.45	1637	1956
Run19	0.1	3.55	1679	Overload/2000
Run20	0.1	3.65	1716	Overload/2000*

Overload betyr at konduktiviteten til løsningen lå over sensorens øvre måleområde. * Den siste målingen er ikke tatt med i kalibreringen.

Bilag 11.7;

Oppgitte verdier på 1413 MyS/cm kalibreringsløsning

Temperatur [⁰ C]	Konduktivitet [µS/cm]
5	1.5
10	2.1
15	2.9
18	3.4
20	3.8
22	4.3
25	5.0
30	6.4
35	8.0
40	10.0
45	12.1
50	14.7

 Tabell k.3; Standardløsningens konduktivitetsverdier ved gitte temperaturer

Bilag 11.8;

Målte verdier etter kalibrering med 1413 µS/cm standard løsning

Tilsatt	Totalmengde	Sensor 1	Sensor 2
mengde	NaCl løsning	[µS/cm]	[µS/cm]
NaCl løsning	tilsatt [ml]	-	-
[ml]			
0	0	2,77	2,12
0,05	0,05	41,42	38,6
0,1	0,15	104,3	99,49
0,1	0,25	171,1	165,5
0,1	0,35	232	226,4
0,1	0,45	297,6	293
0,15	0,6	386,4	384,2
0,15	0,75	474,3	476,4
0,20	0,95	584,4	592,7
0,20	1,15	694,2	709,7
0,20	1,35	798,2	822
0,20	1,55	901,5	934,2
0,25	1,8	1028	1072
0,25	2,05	1151	1207
0,20	2,25	1249	1315
0,20	2,45	1344	1420
0,3	2,75	1485	1577
0,25	3	1600	1704
0,25	3,25	1713	1830
0,15	3,4	1779	1902
0,15	3,55	1848	1979
0,15	3,7	1914	overload
0,1	3,8	1954	overload
0,1	3,9	1999	overload

Overload betyr at konduktiviteten til løsningen lå over sensorens øvre måle område

11.9 Matlab script

Bilag 11.9.1 Første kalibrering/fit/prediksjon calib01.m

% a possible fitting and scaling procedure % % ------

,0

% import data D01 = importdata('DCX.txt',',');

% re-assign data to	
c = D01(:,1);	% concentration
y1 = D01(:,2);	% sensor 1
$y^2 = D01(:,3);$	% sensor 2
p1= polyfit(c,y1,2);	% fit sensor 1
p2 = polyfit(c,y2,2);	% fit sensor 2

x = 0:0.1:4% generate concye1 = polyval(p1,x);% predict sensor 1ye2 = polyval(p2,x);% predict sensor 2

figure(1); % data plot(x,ye1, x, ye2);

% scale data with min and max from prediction ze1 = (ye1-min(ye1))/max(ye1); ze2 = (ye2 - min(ye2))/max(ye2);

figure(2); % plot scaled data
plot(x, ze1, x, ze2);

figure(3);% plot errorplot(x, (ze1-ze2));% diff predict 1-2

Bilag11.9.2:Matlab bilag Ekstraksjon/forbehandling av data (preprosess 04)

```
% extract data 04
% load data
clear all
D = load( 'caliubrationwednesday27june.txt');
t = D(:,1);
pump = D(:,2);
w1 = D(:,3);
w^2 = D(:,4);
er = D(:,5);
plot(t, pump)
figure(1); plot(t,[w1,w2])
map1 = pump>0;
n = length(t);
s1 = 0;
s2 = 0;
steps = 0;
counter = 0;
we1 = [];
we2 = [];
for i = 1:n
  if pump(i) > 0
   s1 = s1 + w1(i);
    s2 = s2 + w2(i);
   counter=counter+1;
  else
     if s1 \sim = 0
       steps = steps+1;
       we1(steps) = s1/counter;
       we2(steps) = s2/counter;
       s1 = 0;
       s2 = 0;
       counter = 0;
     end
  end
end
n = length(we1);
                  % there was one unrecorded step at 75 \rightarrow 76
c = 1:n;
c(76:n) = c(76:n)+1;
plot(c, we1,'x');hold on
plot(c, we2,'o');hold off
DATA = [c', we1', we2'];
save('DC0xx.txt','DATA','-ascii')
```

Bilag 11.9.3 Tilpasning og skalering etter Kohlrausch's lov

Calibration_03.m % a possible fitting and scaling procedure % % use Kohlrausch's law % % ----clear all % import data DATA = importdata('DC0xx.txt',','); % re-assign data to a1 = 20;b1 = 18;y1 = (DATA(:,2)-DATA(1,2))/a1+b1;% sensor 1 $y_2 = (DATA(:,3)-DATA(1,3))/a_1+b_1;$ % sensor 2 c = 1:length(y1);%c'= 1:length(y2); %ekstra c = c';figure(1); plot(c,y1,c,y2); title('sensors') xlabel('conc') ylabel('conductivity') $d = c.^{0.5};$ % sqrt of concentration my1 = y1./c;% molar conductivity s1 my2 = y2./c;% molar conductivity s2 figure(2); plot(d,my1,d,my2); title('sensors') xlabel('sqrt(conc)') ylabel('molar conductivity') % fit linear relation my vs d p1= polyfit(d,my1,1); % fit sensor 1 p2 = polyfit(d,my2,1); % fit sensor 2 x = sqrt(c(end))*[0:0.1:1];% generate sqrt(conc) ye1 = polyval(p1,x);% predict sensor 1 ye2 = polyval(p2,x);% predict sensor 2 figure(3); % data plot(x, ye1, x, ye2, d, my1,'--x', d, my2,'--o'); title('fitted sensors') xlabel('sqrt(conc)') ylabel('molar conductivity')

% scale data with min and max from prediction ze1 = (ye1-min(ye1))/(max(ye1)-min(ye1)); ze2 = (ye2 - min(ye2))/(max(ye2)-min(ye2));

figure(4); % plot scaled data plot(x, ze1, x, ze2); % sqrt(conc) title('corrected sensors') xlabel('sqrt(conc)') ylabel('normed molar conductivity')

y = (1-ze1).^2; figure(5); % plot reconstructed data plot(ze1,y) title('normed reconstructed concentration') xlabel('normed molar conductivity') ylabel('normed concentration')

Bilag 11.9.4 Modelltipasning ved bruk av Kohlrausch's lov (calib_04.m)

% Calibration relative concentration -> numbers in the PC
% load data
% x :: relative concentration
% w1 :: PC readings sensor 1
% w2 :: PC readings sensor 2

clear all

DATA = load('DC0xx.txt');

n = length(DATA(:,1));

% split data into sections MAP{1} = 1:n; % % MAP{1} = 1:10; % MAP{1} = 10:19; % a = 1:10; % b = 19:n; % MAP{2} = [a,b];

figure(2)
%% identify each sections separately
for i = 1:length(MAP)
map = MAP{i};
x = DATA(map,1);
w1 = DATA(map,2);
w2 = DATA(map,3);

```
X = [ones(size(x)), x, x.^(3/2)];
p1(:,i) = regress(w1,X);
p2(:,i) = regress(w2,X);
```

% predicted meas w1pred = X*p1(:,i); w2pred = X*p2(:,i);

% rel molar conductivity m1 = (w1-p1(1,i))./x; m2 = (w2-p2(1,i))./x;

% predicted rel molar conductivity m1pred = (w1pred-p1(1,i))./x; m2pred = (w2pred-p2(1,i))./x;

% plot molar conductivity vs sqrt(normed conc) plot(sqrt(x), m1,'ro', sqrt(x), m2, 'xb') hold on plot(sqrt(x), m1pred,':r', sqrt(x), m2pred, ':b')
end

title('Model fitting using Kohlrauschs law') xlabel('sqrt(normed concentration)') ylabel('rel molar conductivity') hold off

11.10 Utførte forsøk

Kjøring	Tilsatt mengde overmettet NaCl løsning [ml]	Pumpepådrag [%]	Kommentar	
1	0,20	20	Helt grei	
2	0,15	20	nydelig	
3	0,17	20	OL S1	
4	0,16	20	nydelig	
5	0,15	30	OL S1	
6	0,12	30	nydelig	
7	0,13	30	OL S1	
8	0,12	30	nydelig	
9	0,12	30	nydelig	
10	0,11	30	Helt OK	Litt lav; 58000
11	0,2	40	Litt høy S2	Kan brukes
12	0,24	40	OL S1	
13	0,22	40	S1>S2 litt OL	Kan brukes
			på begge	
14	0,23	40	OL S1, OL S2	
15	0,32	50	OL S1, OL S2,	
			\$1<\$2	
16	0,30	50	,OL S2, S1 <s2< td=""><td></td></s2<>	
17	0,31	50	OL S1, OL S2,	
			\$1<\$2	
18	0,40	60	OL S1, OL S2,	
			S1 <s2< td=""><td></td></s2<>	
19	0,35	60	OL S1, OL S2	
20	0,30	60	OL S1, OL S2	
21	0,25	60	S1 <s2< td=""><td></td></s2<>	
22	0,27	60	S1 <s2< td=""><td></td></s2<>	
23	0,28	60	S1 <s2< td=""><td></td></s2<>	
24	0,29	60	S1 <s2< td=""><td></td></s2<>	
25	0,35	70	S1 <s2, ol="" s2<="" td=""><td></td></s2,>	
26	0,3	55	S1 <s2< td=""><td></td></s2<>	
27	0,25	55	S1 <s2< td=""><td></td></s2<>	

Tabell 11.10; OL, betyr overload av sensor, $S_1 < S_2$ betyr at sensor 2 ga større utslag enn sensor 1. Dette antagelig grunnet for høy volumhastighet, og opphopning i kolonnen. Det var en «plugg» i kolonnen, som til tider medførte overtrykk etter sensor 1. Pluggen var en bit med glassfiberull, som ble brukt til å forhindre kolonnepakking i å renne ut ved montasje/demontasje. Det var kun ved et par tilfeller at denne pluggen tettet kolonnen. Disse forsøkene kan selvsagt ikke brukes til beregninger

Bilag 11.11 Forsøksmanual til bruk på lab

Manual RTD eksperiment

-Fyll fødetank, før du kobler på strømmen til pumpen og kraftforsyningen!

Dette for å unngå vannsøl på strømførende utstyr, som kan medføre støt for deg, og ødelagt utstyr, som koster mye penger.

1.: Før du begynner;

- Kontrollèr at utløpsslangen enten går ned i vasken, eller i avfallstank under benken.
- -Koble deretter til pumpen, og strømforsyning, og PC.
- -Hvis det ikke finnes saltløsning tilgjengelig, lag deg en overmettet løsning.
- Mangler du injeksjons sprøyter fåes de i kjelleren hos Arne Fossum.

2.: Oppstart;

- -Logg deg på PC, og trykk på «RTD-experiment»
- -Forviss deg om at ventilen fra fødetank er åpen $f \phi r$ du starter pumpen.
- Pumpen skal IKKE kjøres uten vann!
- Fyll kolonnen med vann ved hjelp av pumpen, og gjør dette med turtall under 10%
- Fylles kolonnen med for høyt turtall får du mye luftbobler i systemet.

Da får du feil resultater, og må kanskje begynne på nytt....

- Når kolonnen er fylt, se om det er lekkasjer i noen av koblingene.

4.: Forsøk;

- Alt etter hva slags kolonne/kolonnepakking som er montert, bør du kalibrere pumpen.

- Øvingsassistenten forklarer deg hvordan den kalibreres, hvis det ikke er gjort.
- Start pumpen, det anbefales turtall under 50%, for å få gode resultater.*
- Start måling, for å se sensor utslagene.
- Injisèr saltvann i injektoren, og gjør dette fort. Det er en puls du skal lage...

- Injiserer du for mye, vil du få overbelastning/overload på sensoren (flat topp på kurven)

- Dette kan du også se ved at displayet på transmitterne viser «HIGH».

- Prøv deg frem med injeksjoner, til begge sensorene ikke gir flat topp.

- Du trenger neppe mer enn 0,3-0,5 ml saltløsning, om den er mettet.

- Stopp måling, før du går videre, hvis ikke blir det vanskelig å sortere måledata etterpå.

- Start måling, og injisèr en mengde saltvann med sprøyten.

- Du får først en «smal» topp på sensor 1, og etterpå en litt bredere, og lavere topp

på sensor 2.

- Stopp måling, og pumpen via skjermmenyen.

- Målingene lagres automatisk, og hentes ut via data mappen på hovedmenyen.

Du bør gi måledatafilen din navn med en gang, så du finner den igjen!

5.: Avslutning;

- Ta med deg de lagrede dataene dine via minnepinne, eller send dem til deg selv via mail.

- Ikke glem dataene, da de lagrede filene har rimelig like navn. Sørg for å få DINE målinger.

- Steng ventilen under fødetank, og rydd opp etter deg.

- Øvingsassistenten har ansvaret for at kolonnen tømmes, og strømforsyning/pumpe slås av.

*Kjører du pumpen med for høyt turtall kan du risikere;

- At sensoren før kolonnen presses ut av vanntrykket, om førsøket kjøres med kompakt kolonne pakking...

. Å få undertrykk på innsugssiden av pumpen. Da drar du luft inn i pumpen via lufteslangen, noe pumpen ikke har godt av, samt at dine resultater blir feil...

Lykke til 🕲

12 Litteraturliste/kilder

- Levenspiel, Octave ; «Chemical reaction engineering» 3rd edition, department of chemical engineering Oregon state university, John Wiley & sons, 1999, ISBN: 0-471-25424-x
- [2] Gray, James R. (2004). "Conductivity Analyzers and Their Application". In Down,
 R.D; Lehr, J.H.. Environmental Instrumentation and Analysis Handbook. Wiley. pp. 491–510. ISBN 978-0-471-46354-2. Retrieved 2009-05-10.
- [3] Ismatec laboratory pumps, catalog 2009
- [4] <u>https://www.honeywellprocess.com/en-</u> <u>US/explore/products/instrumentation/analytical-instruments-and-</u> <u>sensors/default/Pages/DirectLine-DL423-Contacting-Conductivity-Transmitter.aspx</u>
- [5] Laidler Keith.J/Meiser John H.; "Physical chemistry", the Benjamin/Cummings Publishing company, Inc, Menlo Park California 1982
- [6] Atkins, P. W. (2001). "The Elements of Physical Chemistry". Oxford University Press. ISBN 0-19-879290-5.12 bilag
- [7] <u>https://www.honeywellprocess.com/library/marketing/tech-specs/DL4000_Manual.pdf</u>
- [8] <u>http://scilog.com/products/sensors/scicon-single-use-disposable-conductivity-sensors</u>
- [9] <u>https://www.fluitec.ch</u>
- [10] Seeborg/Edgar/Mellichamp; Process dynamics and control, 2nd edition, John Wiley &sons Inc. USA, 2004

13 Acknowledgements

Vil gjerne rette en meget stor takk til oppgavens veileder Prof. Heinz A. Preisig for veldig god støtte gjennom oppgaven og veldig stor hjelp med programmeringen. Sender også en takk til medstudent Sebastioan Roll for hjelp med oppsett av Adamsmoduler og brukergrensesnitt på PC.

En stor takk går også til de på glssblåserverkstedet ved Astrid Salvesen og sebastian Bete for stor tålmodighet ved mas, og eksepsjonelt utført arbeid.

Den samme takken går til Harald Snekvik, og Terje Rø på finmekanikkverkstedet, for meget godt og nøyaktig utført arbeid