ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
Fakulta elektrotechnická
Katedra řídicí techniky
K13135

Diplomová práce
X35DP

Aparatura na výrobu nanočástic železa – řízení a instrumentace

2010 Bc. Marek Drahoňovský

České vysoké učení technické v Praze
Fakulta elektrotechnická

Katedra řídicí techniky

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

Student: **Bc. Marek Drahoňovský**

Studijní program: Elektrotechnika a informatika (magisterský), strukturovaný
Obor: Kybernetika a měření, blok KM1 - Řídicí technika

Název tématu: **Aparatura na výrobu nanočástic železa - návrh řízení a instrumentace.**

Pokyny pro vypracování:

Cílem diplomové práce je navrhnout aparaturu na výrobu nanočástic železa chemickou cestou ve dvou variantách (poloprovozní a produkční), pro obě navrhnout instrumentaci (vhodný PLC a SCADA systém, potřebné senzory a akční členy) a podle možností zadavatele realizovat.

1. Zhodnoťte a aktualizujte výsledky své bakalářské práce.
2. Navrhněte provedení konečné verze aparatury pro poloprovozní a produkční použití.
3. Pro obě verze navrhněte instrumentaci, zvolte vhodný systém PLC a SCADA a potřebné senzory a akční členy, podle možností provozovatele celé fyzicky realizujte.
4. Vytvořte a odlaďte program PLC pro řízení, diagnostiku a dokumentování procesu, pro jeho vizualizaci, realizujte webovské stránky procesu.
5. Vytvořte uživatelskou a servisní dokumentaci.

Seznam odborné literatury:

Dodá vedoucí práce

Vedoucí: Ing. Martin Hlinovský, Ph.D.

Platnost zadání: do konce letního semestru 2010/2011

prof. Ing. Michael Šebek, DrSc.
vedoucí katedry

L.S.

doc. Ing. Boris Šimák, CSc.
děkan

V Praze dne 30. 11. 2009

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
Fakulta elektrotechnická
Katedra řídicí techniky
K13135

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem svou diplomovou práci vypracoval samostatně a použil jsem pouze podklady (literaturu, projekty, SW atd.) uvedené v přiloženém seznamu.

V Praze, dne 3.1.2011 …….

podpis

Anotace

Cílem této diplomové práce je provést všechny kroky nezbytné k realizaci aparatury na výrobu nanočástic železa chemickou cestou a jejího automatického řízení. Na základě tohoto rozboru, bude podle možností provozovatele, provedena realizace navrženého řešení.

Abstract

The goal of this diploma thesis is to make all required steps for implementation a equipment suitable for automatic “nano-iron” particles production by chemical way. On the base of this analysis will be made realization of suggested solution. Range of realization will be limited by choice of investor.

Poděkování

V prvé řadě bych chtěl poděkovat vedoucímu diplomové práce Ing. Martinu Hlinovskému, Ph.D., který nemalým dílem přispěl ke vzniku této diplomové práce.

Dále bych chtěl poděkovat Ing. Luboši Urbanovi z Teco a.s. Kolín za rychlou a věcnou technickou podporu. Dík patří také mým známým, kamarádům a kolegům, s nimiž jsem měl možnost konzultovat různé problémy, na něž jsem narazil během řešení. V neposlední řadě bych chtěl poděkovat celé mojí rodině, která mi při studiu trvale poskytuje zázemí a podporu.

Obsah:

1. ÚVOD 10

1.1. Potenciál nanomateriálů 10

1.2. Cíl diplomové práce 10

2. ÚVOD DO NANOTECHNOLOGIÍ 11

2.1. NANO- * 11

2.1.1. Nanotechnologie 11

2.1.2. Nanočástice 12

2.1.3. Nanotechnologie jako marketingový slogan 12

2.1.4. Výuka nanotechnologií na VŠ v ČR 13

2.2. Aplikace produkovaného „nanoželeza“ 13

2.2.1. Popis a základní principy degradace ClU pomocí nanočástic železa 14

2.2.2. Laboratorní ověření procesu degradace PCE 15

2.2.3. Výsledky laboratorního experimentu 16

3. ZHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE 18

3.1. Odůvodnění provedených změn 18

3.1.1. Velikost reaktoru 18

3.1.2. Ohřev destilované vody 19

3.1.3. Chemicky čisté látky 19

3.1.4. Omezení počtu akčních členů (čerpadel) 19

3.1.5. pH – z pohledu regulace 19

3.1.6. pH – akční členy 20

3.1.7. Modularita výsledného řešení 21

4. VÝROBA NANOŽELEZA CHEMICKOU CESTOU 22

4.1. Úvodní informace o technologii 22

4.2. Borohydridová metoda 22

4.3. Popis chemické reakce 23

4.4. Důležité veličiny ovlivňující optimální průběh a bezpečnost reakce 24

4.4.1. pH 24

4.4.2. Koncentrace použitých roztoků 24

4.5. Fáze chemické reakce 25

4.6. Primární experimenty 25

5. NÁVRH KONEČNÉ VERZE APARATURY 31

6. INSTRUMENTACE 33

6.1. Potřebná konfigurace I/O pro automatizaci 33

6.2. Volba systému PLC 34
6.2.1. Přehled základních požadavků na systém PLC 35
6.2.2. Zvolený systém PLC 35
6.3. Požadavky na chemickou odolnost 39
6.4. Přehled zvolených senzorů 39
6.4.1. Měření pH 39
6.4.2. Kontinuální měření hladiny v reaktoru 41
6.4.3. Úrovňové měření hladin 42
6.4.4. Měření teploty – reaktor 43
6.5. Přehled zvolených akčních členů 44
6.5.1. Dávkovací čerpadla 44
6.5.2. Elektroventily 45
6.5.3. Míchadlo 45
6.5.4. Tlačítko TOTAL STOP 46
6.6. Elektrická instalace 48
6.6.1. Ochrana proti úrazu elektrickým proudem 48
6.6.2. Koncepce rozvaděčů 48
6.6.3. Výsledná realizace rozvaděče „Řízení“ 52
6.6.4. Výsledná realizace rozvaděče“Aparatura“ 55
6.6.5. Zapojení propojovacích konektorů 56

7. VÝSLEDNÁ REALIZACE APARATURY 58

7.1. Parametry reaktoru 60

8. PROGRAM PRO PLC 63

8.1. Přiblížení prostředí MOSAIC 63
8.2. Programování podle normy IEC 61 131-3 65
8.3. Koncepce a organizace programu 67
8.4. Hlavní funkční bloky programu 67
8.4.1. Řízení napouštění 67
8.4.2. Kontrola napouštění 71
8.4.3. Regulace pH 73
8.4.4. Redukce 76
8.4.5. Řízení chodu programu, stavy aparatury 77
8.4.6. Prezentace použití funkčních bloků v programu 81
8.5. Vizualizace procesu - webové stránky 86
8.5.1. Automatické řízení 87
8.5.2. Manuální řízení 89
8.5.3. Celkový přehled 90
8.6. Test programu pro PLC – naladění parametrů regulátoru 90
8.6.1. Popis testovacího provozu 90
8.6.2. Nastavování parametrů regulátoru pH 91

8.6.3. Regulace pH po nastavení parametrů 92
8.6.4. Průběh jednoho testovacího výrobního cyklu 93

10. UŽIVATELSKÁ A SERVISNÍ DOKUMENTACE 94

10.1. Bezpečnostní pokyny pro manipulaci s používanými chemikáliemi 94
10.2. Příprava roztoků pro reakci 95
10.3. Pokyny před uvedením aparatury do provozu 96
10.1. Spuštění automatického běhu aparatury 97
10.2. Pokyny pro údržbu 98

11. SANAČNÍ MOŽNOSTI A VYUŽITÍ „NANOŽELEZA“ FE^0GES 100

11.1. Laboratorní ověření redukčních možností nanoželeza Cr^{6+} 101
11.2. Kinematika migrace nanočástic horninovým prostředím, vývoje oxidačně-redukčních podmínek v prostoru aplikace - stanovení dosahu účinku aplikačních vrtů 104

12. ZÁVĚR 107

13. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY 110

14. PŘÍLOHY 112

14.1. Protokol o laboratorní zkoušce 113
14.2. Kód funkčního bloku - FB_regulace_pH 115
14.3. Kód funkčního bloku - FB_redukce 118
14.4. Kód funkčního bloku - FB_rizeni_vyrobnich_fazi 119
14.5. Obsah přiloženého CD 125

1. Úvod

1.1. Potenciál nanomateriálů

,,Nanotechnologie mohou výrazně zlepšit kvalitu životního prostředí a udržitelný rozvoj, a to prevencí vzniku znečištění, novými technologiemi a účinnějšími metodami sanací.“ (Masciangiolo a Zang, 2003).

Hitem dnešní doby v oblasti sanací in situ je použití bimetalických nanočástic (Pd/Fe, Ni/Fe, Pd/Zn atd). Laboratorní zkoušky provedené na konci 90.let minulého století prokázaly velkou účinnost nanočástic při rozkladu chlorovaných uhlovodíků ve vodném prostředí. (Muftikian a kol.,1995).

Nasazení nanoželeza popřípadě jeho bimetalické obdoby je velice účinná „zbraň“ při odstraňování starých ekologických zátěží z horninového prostředí (zemin a podzemních vod). Jeho aplikace přináší mnoho výhod oproti konvenčním sanačním metodám.

Je tedy jistě na místě otázka jak tyto „nano“ materiály vyrábět a to nejen v laboratorních množstvích, ale v množstvích umožňující příslušné aplikace v oblasti sanací in situ.

1.2. Cíl diplomové práce

Tato diplomová práce navazuje na moji bakalářskou práci (Návrh řízení aparatury pro výrobu nanočástic Fe chemickou cestou, 2008).

Cílem této diplomové práce je provést všechny kroky nezbytné k realizaci aparatury na výrobu nanočástic železa chemickou cestou *(přesně jde o železo s povrchovou implementací niklu, dále jen „nanoželezo“)* a jejího automatického řízení. Na základě tohoto rozboru, bude podle možností provozovatele, provedena realizace navrženého řešení.

Ve stručnosti bude proveden úvod do problematiky nanotechnologií (nanomateriálů), ve kterém budou vyzdvihnuty obecně některé „nové“ charakteristické vlastnosti nanomateriálů. Konkrétně dále ty, které byly motivací pro realizaci této diplomové práce. V krátkosti bude nastíněna možná aplikace produkovaného „nanoželeza“ včetně prezentace laboratorních výsledků podporujících vyřčená tvrzení.

Důležitým bodem je implementace výsledků bakalářské práce. Ty bude samozřejmě nutné aktualizovat, doplnit a přizpůsobit aktuálním možnostem. Na základně těchto výsledků a jejich aktualizace bude proveden návrh konečného uspořádání aparatury. Na navržené uspořádání bude navazovat kompletní instrumentace.

Pro výslednou sestavu bude sepsán program realizující algoritmus řízení a vizualizaci. Na závěr bude uveden stručný manuál pro obsluhu aparatury.

2. Úvod do nanotechnologií

V této kapitole je uveden stručný úvod do problematiky nanotechnologií. Jsou specifikovány základní pojmy z dané problematiky. Na závěr jsou popsány oblasti aplikace produkovaného „nanoželeza“. Konkrétně je jeho potenciál prezentován na degradaci chlorovaných alifatických uhlovodíků. Jsou uvedeny výsledky laboratorního experimentu porovnávající degradaci „nanoželezem“ s konvenčními metodami.

2.1. NANO- *

2.1.1. Nanotechnologie

Jde o metody tvorby nanomateriálů a nanosystémů.

Definice nanotechnologie:

Manipulace s nanočásticemi, jejímž cílem je využití nových vlastností (jevů), které přináší nanočástice.

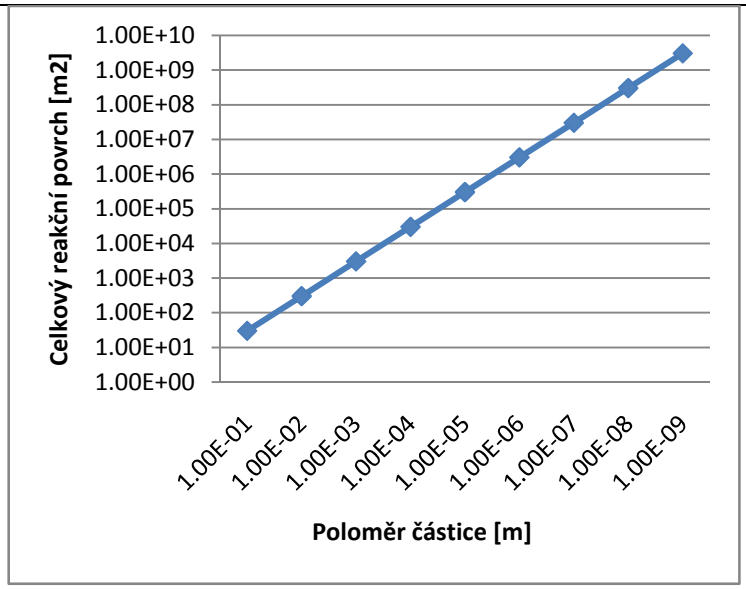
Nové jevy:

- Se snižováním velikosti částic významně roste velikost reakčního povrchu, při uvažovaném stejném množství látky. Tato změna je ilustrována v ***grafu 2.1.*** Částici modelujeme kulovým tělesem, s poloměry od 10cm do 1nm.
- Restrikce pohybů elektronů – kvantové jevy
- Srovnatelná velikost van der Waalsových a elektrostatických sil
- Vysoká hustota vnitřní energie

Hlavní mezníky rozvoje nanotechnologií:

- 1909 Prof. Oswald (koloidní teorie, Nobelova cena 1909)
- 1959 Prof. Feynman (There is Plenty Room at the Bottom)
- 1985 Začátek používání mikroskopů STM, AFM
- 2000 Nanotechnologická iniciativa USA (Clinton), dále Japonsko, EU(6. A 7. Rámcový program), Čína
- 2006 ČR uvádí program „Nanotechnologie pro společnost“

Graf 2.1 Růst reakčního povrchu pro objem látky $1m^3$



2.1.2. Nanočástice

Když hovoříme o nanočástici, máme na mysli částici, jejíž specifický rozměr je v intervalu 1 -100nm. Dále rozlišujeme nanočástice podle dimenze, v níž má nanočástice rozměr v řádu nano. (př. nanovlákno, nanovrstvy - 1 dimenze, průměr/tloušťka v řádu desítek nanometru, ale délka řádově větší.)

2.1.3. Nanotechnologie jako marketingový slogan

V současnosti je předpona nano- ve spojení s technologií, materiálem, částicí, produktem atd. velice oblíbeným termínem, zejména při žádostech o podporu projektů a v marketingové sféře. Musíme tedy striktně rozlišovat, kdy jde o skutečné

nanotechnologie od případů, kdy je pojmu užito k omámení neerudované části společnosti.

Pod pojmem nanotechnologie dále chápeme:

- Manipulaci s nanočásticemi
- Využívání nových jevů jak bylo popsáno v ***podkapitole 2.1.1***

Smysluplné využívání nanotechnologií nutně vede ke konvergenci oborů, například při využívání nově získaných vlastností nanomateriálů v elektronice je nutné, aby řešitel byl erudovaný nejen po stránce elektrotechnické, ale dále také v oblasti chemických technologií a nejlépe i v kvantové fyzice. Tato nutnost širokého „rozhledu“ klade značný nárok na „nanotechnology“.

2.1.4. Výuka nanotechnologií na VŠ v ČR

Jak bylo zmíněno v podkapitole 2.1.3, pro výuku nanotechnologí je zapotřebí široce členěná výuka. To je u nás v současné době velký problém, díky značné fokusaci oborového členění výuky na VŠ. V současné době jsou v ČR studijní obory „Nanotechnologie“ pouze na VŠB Ostrava (2007) a na TUL Liberec (2009). Pro možnost konkurenceschopné působnosti na poli nanotechnologií je nutná orientace v základních vědách, jako je chemie, fyzika, biologie, fyziologie, materiálové vědy, elektronika, informatika atd.

2.2. Aplikace produkovaného „nanoželeza“

Jak bylo v úvodu práce předestřeno, přináší využití nanoželeza a jeho bimetalických variací nové možnosti při sanacích in situ. Životní prostředí v současné době znečišťuje celá řada látek. Jsou to například těžké kovy, dioxiny, polychlorované bifenyly a mnohé další látky. Škála toxických látek znečišťujících životní prostředí je nebezpečně bohatá a stále se rozrůstá o další látky. Převažují v ní jedy a rakovinotvorné látky.

Mezi v přírodě často se vyskytující a pro lidské zdraví značně nebezpečné látky patří chlorované alifatické uhlovodíky (dále jen ClU). V průmyslu jsou dlouhodobě používány jako odmašťovací prostředky a dále jsou často hlavní složkou organických ředidel, používaných v běžně prodávaných barvách. Tyto látky mají v přírodě

značnou stabilitu a mají prokázané karcinogenní (rakovinotvorné) účinky již ve velmi nízkých koncentracích (1).

Pro odstraňování ClU ze zasažených složek životního prostředí (zemin, podzemních vod a půdního vzduchu) je v současné době používána celá řada sanačních technologií. Jejich společným nedostatkem je, že jsou časově náročné, často drahé, anebo se pro odstraňování ClU využívají další chemické látky, které jsou pro přírodu cizí (2).

V roce 2003 se v tisku objevily zprávy o nové nadějné technologii sanace, která může výše uvedené nedostatky odstranit. Tým vědců z americké Lehigh University vedený Čang Wej-sienem se rozhodl využít nanometrové částečky železa při obtížném a finančně nesmírně náročném čištění kontaminovaných půd. (3) Velkou předností této metody je to, že se znečištění likviduje přímo na místě (tedy v podmínkách „in situ“) a není potřeba kontaminovanou zeminu vytěžit a zasažené podzemní vody odčerpávat na vyčištění.

Oproti metodě využívající železné piliny (tato metoda se začala používat cca od poloviny 90-ých let minulého století) vyniká nasazení „nanoželeza“ podstatně větším rozsahem možných použití (částice nanoželeza mohou migrovat horninovým prostředím, což v případě železných pilin nepřipadá v úvahu) a také vyšší účinností. Jak bylo demonstrováno na výsledcích experimentu provedeného v rámci studentské vědecké práce (4). –***viz kapitola 2.2.2*.**

2.2.1. Popis a základní principy degradace ClU pomocí nanočástic železa

Využívá se přirozené schopnosti železa podléhat oxidaci, která při injektáži železa do horninového prostředí, vede ke spotřebě kyslíku a uvolňování valenčních elektronů, které štěpí složitější molekuly organických uhlovodíků (vytěsňování chloru). Takto vzniklé jednodušší molekuly uhlovodíků jsou méně nebezpečné pro životní prostředí.

Zmiňovaný proces degradace ClU lze charakterizovat následujícími reakcemi (2).

$$\mathbf{Fe^{o} \rightarrow Fe^{2+} + 2e^{-}} \qquad \text{Anodická reakce} \qquad (1)$$

$$\mathbf{X\text{-}Cl + 2e^{-} + H^{+} \rightarrow X\text{-}H + Cl^{-}} \qquad \text{Katodická reakce} \qquad (2)$$

$$Fe^{o} + X\text{-}Cl + H^{+} \rightarrow Fe^{2+} + X\text{-}H + Cl^{-} \qquad \text{Čistá reakce} \qquad (3)$$

Nejdůležitějším parametrem pro rychlost degradace kontaminantů je velikost specifického povrchu železných částic aplikovaných do horninového prostředí, přičemž zde existuje přímá závislost mezi oběmi veličinami. Navýšení reakční plochy lze dosáhnout zmenšením velikosti částice. Hlavní výhodou předkládané technologie proto je, že při vlastní aplikaci jsou do horninového prostředí a dalších složek životního prostředí aplikovány částice železa s rozměry $x.10^{-7}$ až $x\ .10^{-12}$ m, které horninovým prostředím dobře prostupují a po podlehnutí korozi se stávají jeho přirozenou složkou (2).

2.2.2. Laboratorní ověření procesu degradace PCE

Pro laboratorní ověření procesu degradace PCE byla zvolena koncentrace 100-120 mg PCE/l. Dávka nanoželeza byla zvolena 3 g/litr destilované vody. „Nanoželezo“ bylo připraveno Borohydridovou metodou, která je detailněji popsána v ***kapitole 4.2***. Pro srovnání účinnosti nanoželeza bylo dále použito práškové železo a železné třísky.

Označení jednotlivých vzorků uvádí ***tabulka 2.1.***

Tab. 2.1 Označení vzorkovnic

Ozn. vzorkovnice	Vzorek
„O“	destilovaná voda + perchlorethylen
„A“	destilovaná voda + perchlorethylen + „nanoželezo“
„B“	destilovaná voda + perchlorethylen + práškové železo
„C“	destilovaná voda + perchlorethylen + železné třísky

Do vzorkovnic, obsahujících stejný roztok destilované vody a PCE, byly přidány stejné navážky železa („nanoželeza“, železných pilin a železných třísek).

Po cca 90-ti hodinách bylo na jednotlivých vzorcích provedeno laboratorní stanovení obsahů jednotlivých chlorovaných uhlovodíků. Laboratorní analytické práce byly

provedeny v laboratořích Vodní zdroje GLS Praha. Certifikát výsledků provedených laboratorních stanovení je obsahem ***přílohy 14.1.*** Laboratorními analytickými pracemi byly sledovány všechny možné produkty rozpadu PCE, tedy včetně vinylchloridu. Ve výsledném certifikátu jsou uvedeny pouze látky, u nichž byla zjištěna koncentrace nad mezí stanovitelnosti. Přesnost (nejistota) stanovení jednotlivých ClU je ± 30 %.

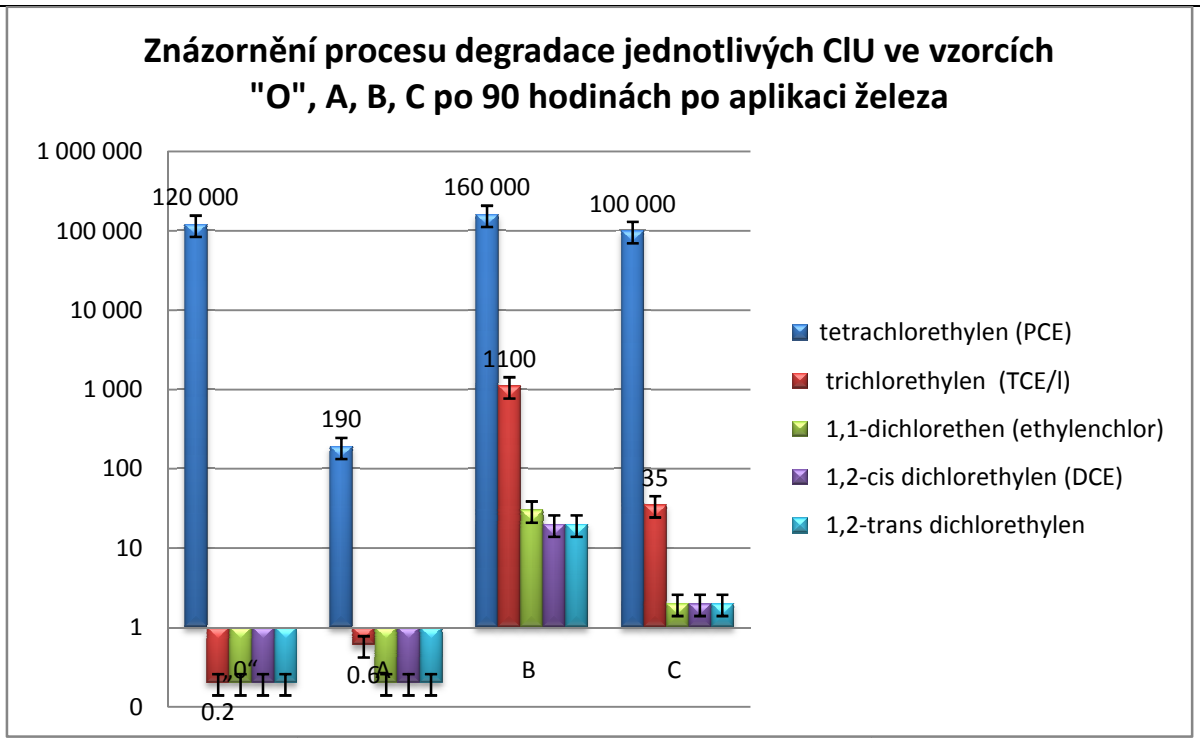
2.2.3. Výsledky laboratorního experimentu

Výsledky degradace PCE jednotlivými typy železa po cca 90-ti hodinách aplikace jsou souhrnně uvedeny a znázorněny v následující ***tabulce 2.2*** a ***grafu 2.2***.

Tab. 2.2 Koncentrace produktů degradace PCE po 90-ti hodinách aplikace železa

Vzorek	Koncentrace ClU v µg/l				
	tetrachlorethylen (PCE)	trichlorethylen (TCE)	1,1-dichlorethen (ethylenchlor)	1,2-cis dichlorethylen (DCE)	1,2-trans dichlorethylen
„0“	120 000	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2
A	190	0,6	<0,2	<0,2	<0,2
B	160 000	1100	30	<20	<20
C	100 000	35	<2	<2	<2

Graf 2.2


Znázornění procesu degradace jednotlivých ClU ve vzorcích "O", A, B, C po 90 hodinách po aplikaci železa
1 000 000
100 000
10 000
1 000
100
10
1
0
120 000
190
160 000
1100
100 000
35
0.2
0.6
B
C
tetrachlorethylen (PCE)
trichlorethylen (TCE/l)
1,1-dichlorethen (ethylenchlor)
1,2-cis dichlorethylen (DCE)
1,2-trans dichlorethylen

3. Zhodnocení výsledků bakalářské práce

Výsledky bakalářské práce bylo nutné aktualizovat. Hlavní změnou je, že v bakalářské práci (*dále jen BP*) byly navrženy dvě uspořádání aparatury. Pro první etapu, pokusný provoz a pro druhou etapu výroba ve větším měřítku. Z důvodů nejen časové, ale především finanční náročnosti byla pro realizaci zvolena aparatura kombinující vlastnosti z obou původně uvažovaných etap.

3.1. Odůvodnění provedených změn

3.1.1. Velikost reaktoru

Pro druhou etapu byl zamýšlen velký reaktor (***obrázek 3.1***) o objemu 1000 litrů. Jeho výhodou by sice bylo, že by umožňoval během jednoho cyklu vyrobit větší množství „nanoželeza“, ale jinak by to přineslo celou řadu komplikací. Díky velkým dopravním zpoždění by bylo jistě obtížnější zajistit dostatečně kvalitní regulaci pH v tak velkém objemu reaktoru, což je pro správný průběh výroby nanoželeza zvolenou reakcí zásadní. Případné zkažení dávky by znamenalo nemalé finanční ztráty v řádu desítek tisíc Kč. Proto byl zvolen menší objem rektoru s tím, že aparatura bude umožňovat více výrobních cyklů na jedno naplnění zásobních nádob.

Obr. 3.1 Reakční nádoba pro druhou fázi (cca 1000l)

3.1.2. Ohřev destilované vody

V BP byla uvažována možnost ohřevu destilované vody pro technologii, aby se snížil obsah kyslíku a tím případná oxidace redukovaného nanoželeza. Od tohoto záměru se upustilo, protože získaný efekt by se nevyrovnal nákladům na spotřebovanou energii a také samovolná oxidace redukovaného nanoželeza díky povrchové implantaci niklu není kritická.

3.1.3. Chemicky čisté látky

Dále bylo rozhodnuto, že používané výchozí látky budou chemicky čisté. Důvodem byla skutečnost, že průmyslové chemikálie, zejména síran železnatý, obsahuje příměs některých těžkých kovů (např. Hg a Cr), jejichž koncentrace by bylo nutné ve výsledném produktu sledovat a limitovat. V případě aplikace z něho získaného nanoželeza by mohl nastat problém ze strany dozorující státní hygienické služby, která použití chemických látek do horninového prostředí a vod podzemních schvaluje. Použití chemicky čistých látek tento problém eliminuje, i když za cenu zvýšení nákupní ceny výchozích surovin a výsledné ceny nanoželeza. Přítomnost znečišťujících potenciálně nebezpečných látek by však nasazení nanoželeza mohla zcela zdiskreditovat.

3.1.4. Omezení počtu akčních členů (čerpadel)

Pro omezení počtu čerpadel, zejména přečerpávacích, se definitivní uspořádání přiklonilo k návrhu z BP pro první etapu. Tedy využít vertikální členění aparatury, aby bylo možné přepouštět roztoky gravitačně jen pomocí elektroventilů. Dávkovací čerpadla samozřejmě vypustit nelze.

3.1.5. pH – z pohledu regulace

pH (*potential of hydrogen*), nebo též vodíkový exponent je záporně vzatý dekadický logaritmus aktivity oxoniových kationtů (H_3O^+). Vyjadřuje, zda roztok reaguje kysele nebo naopak alkalicky (zásaditě). Jde o **logaritmickou stupnici** s rozsahem hodnot od 0 (silné kyseliny) až 14 (silné zásady). Destilovaná voda má pH 7, toto pH je bráno jako neutrální. Hodnota pH konkrétního roztoku je teplotně závislá. Např. destilovaná voda má při pokojové teplotě 21 až 23℃ pH 7, ale při 100℃ má pH 6.

Ve vodném roztoku je vždy kromě molekul H_2O také určité množství oxoniových kationtů H_3O^+ a hydroxylových aniontů OH^-. Součin obou koncentrací těchto iontů je ve vodných roztocích vždy konstantní (iontový součin vody) a nabývá hodnoty 10^{-14}. V destilované vodě je iontová koncentrace obou typů iontů stejná, tedy 10^{-7}. Po záporném dekadickém zlogaritmování dostaneme výše uvedené pH 7.
Kyselost vzniká přebytkem oxoniových kationtů H_3O^+. Například zvýšením jejich koncentrace na stonásobek oproti neutrálnímu stavu, tedy 10^{-5} odpovídá pH 5. Analogicky je tedy alkalický charakter roztoku dán přebytkem hydroxylových iontu.

Pro regulaci je hlavně důležité, že jde o **logaritmickou stupnici**. Pokud by během výrobního cyklu docházelo k velkým změnám pH (změny o stupeň a více), nebylo by možné pro regulaci použít prostou regulační smyčku s charakterem proporcionální regulace. Pokud k těmto změnám bude docházet, ať už při prvotní regulaci pH roztoku výchozí směsi „surovin“ nebo v průběhu redukce, bude nutné vztáhnout velikost proporcionální složky k velikosti rozdílu. V podstatě to můžeme chápat jako linearizaci ve více pracovních bodech, v jejichž okolí bude velikost proporcionální složky regulátoru konstantní.
Mimo jiné z tohoto důvodu bylo upuštěno od akčního členu pro regulaci navrhovaného v BP. Změna je komentována v následující subkapitole.

3.1.6. pH – akční členy

V BP bylo zamýšleno regulovat pH pomocí dávkovacího čerpadla AQUA HC 100 pH. To je kombinací dávkovacího čerpadla a proporcionálního regulátoru pH s převodníkem pH. Bohužel nepodporuje řízení z nadřazeného řídicího systému s výjimkou blokování chodu. Z tohoto důvodu jsem rozhodl, že se k dávkování hydroxidu sodného pro regulaci použije stejné dávkovací čerpadlo jako pro dávkování borhydridu sodného (AQUA HC 301, technické parametry jsou specifikovány v ***kapitole 6.5***). Neobsahuje pH regulaci, ale podporuje řízení z nadřízeného systému. Regulační algoritmus převezme řídicí systém doplněný o pH převodník. Bude tedy, pokud to charakter procesu bude vyžadovat, měnit parametry regulátoru.

Regulační algoritmus převezme řídicí systém doplněný o pH převodník. Bude tedy, pokud to charakter procesu bude vyžadovat, měnit parametry regulátoru.

3.1.7. Modularita výsledného řešení

I přes sloučení první a druhé etapy, bude návrh celkového řešení automatizace výrobního procesu volen s ohledem na případ potřeby rozšíření na větší výrobní celek. Cílem tedy je vytvoření do jisté míry modulárního systému, aby tak jak to bude možné, podporoval případ nasazení na větší výrobní celek. Například ve smyslu koncepce druhé etapy popsané v BP. I prvky instrumentace budou voleny s uvážením stejného hlediska, které více minimalizuje realizační náklady a více vyhovuje současným proměnným potřebám firmy, u níž se počítá s využitím.

4. Výroba nanoželeza chemickou cestou

V této kapitole je proveden popis technologie výroby „nanoželeza“ borohydridovou metodou. Jsou uvedeny sledované parametry reakce a jejich vliv na reakci. Dále jsou prezentovány experimenty provedené za účelem bližší identifikace reakce.

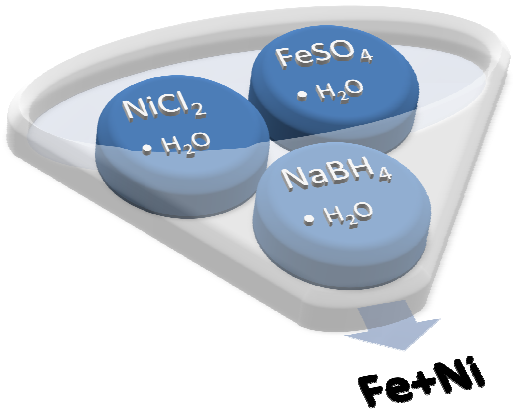
4.1. Úvodní informace o technologii

Zvolená metoda výroby nanoželeza je založena na redukci nula-mocného železa z roztoku, ve kterém je přítomno ve formě Fe^{2+} nebo Fe^{3+}. Redukcí se získává nulamocné železo Fe^{0}. Existují metody umožňující produkci nanočástic železa s menší střední velikostí nežli jsou dosahovány při chemické metodě, např. laserová evaporace. Tyto metody jsou ale řádově investičně náročnější. Velikost vzniklých částic je ovlivněna především přirozenou snahou nanočástic tvořit aglomeráty.
Aglomeraci ovlivňuje mnoho faktorů, jejichž vliv je obtížně determinovatelný. Předchozími experimenty, realizovanými v rámci bakalářské práce, bylo prokazatelně ověřeno, že reaktivita je i přes to velice dobrá a dosahuje řádově lepších výsledků oproti analogickým konvenčním sanačním metodám. (*Drahoňovský, 2004*).

Podstatnou výhodou zvoleného způsobu výroby nanoželeza oproti jiným využívaným metodám výroby nanočástic je menší náročnost na technologické vybavení a tedy i řádově nižší investice do jinak drahého technického vybavení (laser atd.). V neposlední řadě je výhodou i operativní možnost přípravy nanočástic dle reálných potřeb sanační či jiné firmy, které s časem ztrácejí účinnost.

4.2. Borohydridová metoda

Pro vlastní výrobu byla zvolena borohydridová metoda. Jako zdroj Fe^{2+} byl zvolen síran železnatý, jinak známý jako zelená skalice. Redukčním činidlem je borohydrid sodný (tetrahydroboritan sodný). Produktem rekce jsou nanočástice Fe^{0} s povrchovou implementací Ni. Ten je do reakce dodán z chloridu nikelnatého.



Tab. 4.1 Výchozí látky

Název	Sumární vzorec	CAS číslo	Rozpustnost ve vodě při 20C° [g/l]
Síran železnatý (heptahydrát)	$FeSO_4 \cdot 7H_2O$	7720-78-7	250-260
Borohydrid sodný	$NaBH_4$	16940-66-2	550
Chlorid nikelnatý (pentahydrát)	$NiCl_2 \cdot 5H_2O$	7791-20-0	553
Hydroxid sodný	$NaOH$	1310-73-2	1090

4.3. Popis chemické reakce

Provádí se redukce Fe^{2+} iontů borohydridem sodným podle reakce (jedna z možných cest):

$$2Fe^{2+} + 4BH_4^- + 12H_2O = Fe^0 + 4B(OH)_3 + 14H_2$$

Povrchová implementace niklu probíhá podle jednoduché oxidačně redukční reakce:

$$Ni^{2+} + Fe^{0} \rightarrow Ni^{0} + Fe^{2+}$$

U železa vyrobeného touto metodou byl laserovou difrakcí změřen medián ~ 2.5 μm (*Nováková a kol,2008*.)

4.4. Důležité veličiny ovlivňující optimální průběh a bezpečnost reakce

4.4.1. pH

Pro správný průběh reakce je důležitá hodnota pH, kterou je nutné udržet zpětnovazební regulací v rozmezí 6.2-7. Vzhledem ke kyselému charakteru reakce bude akčním zásahem regulace pH přidání roztoku $NaOH$. Kritický je hlavně pokles pH, protože v kyselém prostředí dochází k rozkladu $NaBH_4$, při kterém se uvolňuje toxický plyn.

4.4.2. Koncentrace použitých roztoků

Koncentrace použitých roztoků má vliv hned na několik aspektů výrobního procesu. Jak bude uvedeno dále, koncentrace roztoků ovlivňuje nejen nastavení pracovních objemů používaných při reakci, ale také má vliv například na kvalitu regulace a bezpečnost reakce. Jedná se často o protichůdné požadavky a proto bude nutno volit jistý kompromis.

4.4.2.1. Koncentrace roztoku $FeSO_4 \cdot 7H_2O + NiCl_2 \cdot 5H_2O$

je daná, je hluboko pod hranicí nasyceného roztoku. To je hlavně kvůli dobrému průběhu redukce (míšení roztoků), dále toto rozředění zajistí, že nebude docházet ke krystalizaci látek při samovolném odpařování vody nebo změnách teplot (snížení teploty při skladování připravených roztoků).

4.4.2.2. Koncentrace roztoku $NaOH$

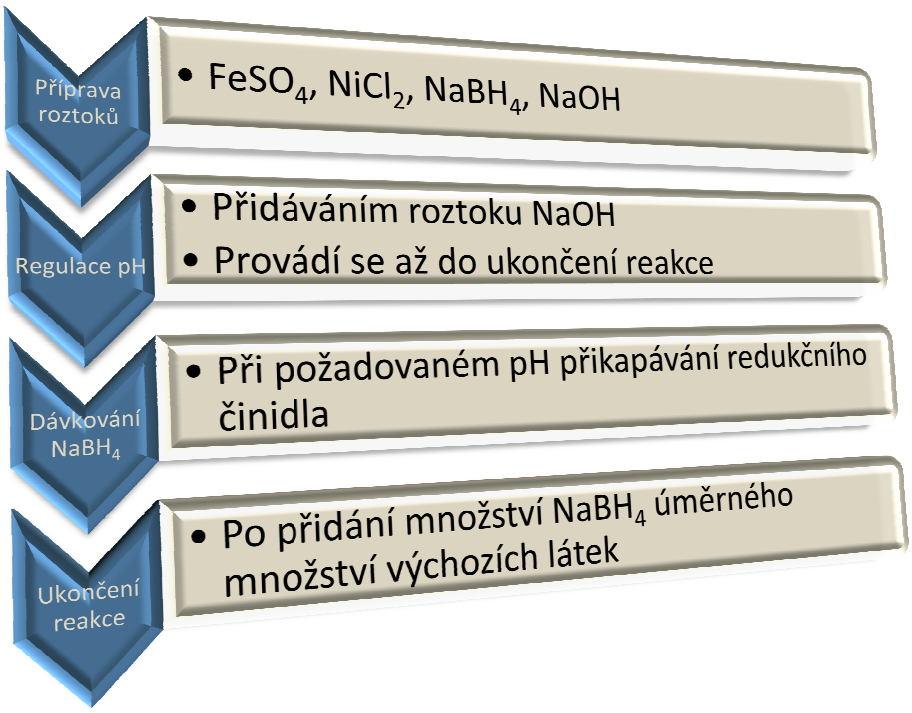
Jak bylo výše popsáno, bude roztok použit pro regulaci pH. Protože k jeho aplikaci budou použita, jako v jiných obdobných technologiích, dávkovací membránová

čerpadla, která neumožňují plynulou regulaci výkonu, je nutné obezřetně volit koncentraci použitého roztoku. Roztok s vysokou koncentrací (tedy silně zásaditý) by při aplikaci „skokově“ zvyšoval pH a s největší pravděpodobností by docházelo k velkým regulačním překmitům.

Naopak roztok s nízkou koncentrací by byl pro regulaci vhodný, ale na druhé straně jsme omezováni menším objemem reakční nádoby. Musíme volit takovou koncentraci, která bude vhodná jednak pro regulaci a zároveň zajistí, že spotřebované množství bude objemově únosné.

Spotřeba roztoku je empiricky obtížně odhadnutelná, proto byl proveden pokus (série pokusů), který sloužil k odhadu spotřeby. Neméně je důležité změřit počáteční pH směsi $FeSO_4 \cdot 7H_2O + NiCl_2 \cdot 5H_2O$.

4.5. Fáze chemické reakce



4.6. Primární experimenty

Na začátku návrhu algoritmu řízení výrobního cyklu bylo nutné provést „ruční výrobu“ nanoželeza. Cílem tohoto experimentu bylo získat představu o parametrech rekce.

Použité přístroje a laboratorní vybavení:

- Laboratorní váhy NAGEMA owalabor 34004
- Laboratorní míchadlo s ohřevem L.P.P. MM2A
- Převodník pH s automatickou teplotní kompenzací (specifikace ***kapitola 6***)
- Kombinovaná sonda pH a teploty (specifikace ***kapitola 6***)
- Laboratorní byrety
- Kádinky (150ml,400ml)
- Odměrné válce (50ml, 500ml)

Sledované parametry:

- Počáteční pH výchozího roztoku látek $FeSO_4 \cdot 7H_2O + NiCl_2 \cdot 5H_2O$
- Vliv přidávání redukčního činidla na pH roztoku
- Odhad spotřeby $NaOH$
- „Bouřlivost reakce“ (zpěnění, prudké zahřívání adt..)
- Změna teploty roztoku
- Hmotnost vyrobeného nanoželeza

Získané parametry slouží k rozhodnutí o:

- Vhodné koncentraci roztoku $NaOH$ (příliš koncentrovaný roztok by způsoboval skokové změny pH, příliš slabý roztok by snížil maximální pracovní objem výchozího roztoku)
- Vhodné koncentraci roztoku $NaBH_4$ (příliš koncentrovaný roztok by vedl k bouřlivé reakci)
- Stanovení teoreticky maximálního pracovního objemu výchozího roztoku, aby zbylý objem reaktoru s rezervou stačil pro přidané roztoky $NaOH$ a $NaBH_4$
- Výnosnosti reakce

V ***tabulce 4.2*** jsou uvedeny rozpustnosti látek, na jejichž základě byly vypočteny minimální objemy destilovaná vody pro rozpuštění. Použity byly minimálně 5 krát větší objemy, nežli pro nasycený roztok.

Tab. 4.2 Roztoky připravené pro „ruční výrobu“	
Látka	Hmotnostní procento w / objem
$NaOH$	9%
$NaBH_4$	11%
$FeSO_4 \cdot 7H_2O + NiCl_2 \cdot 5H_2O$	100ml

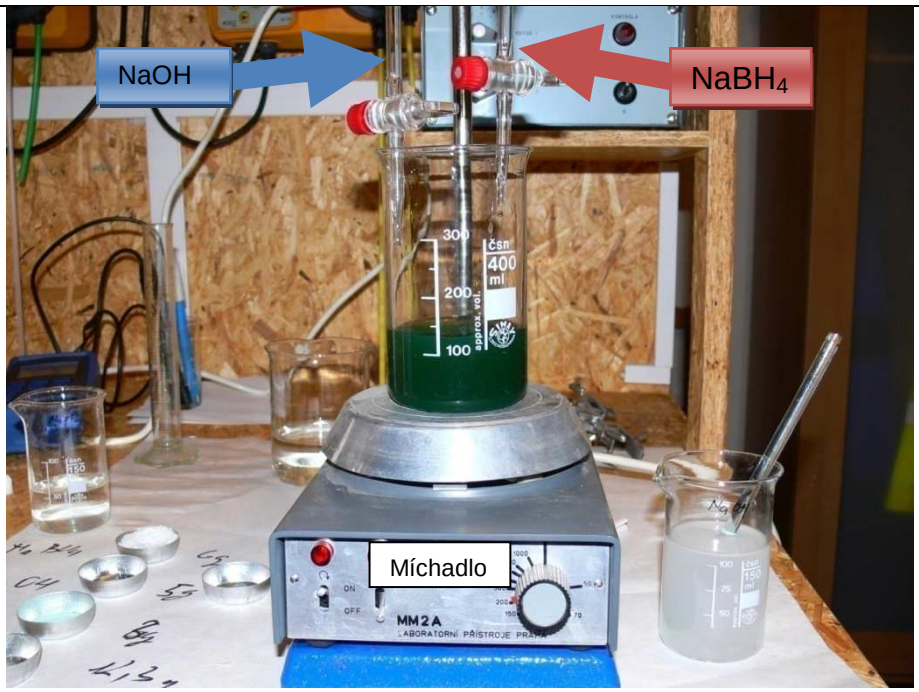
Hmotnostní procento w látky x získáme dosazením do vzorce:

$$w_x = \frac{hmotnost\ látky\ x}{hmotnost\ látky\ x + hmotnost\ rozpouštědla}$$

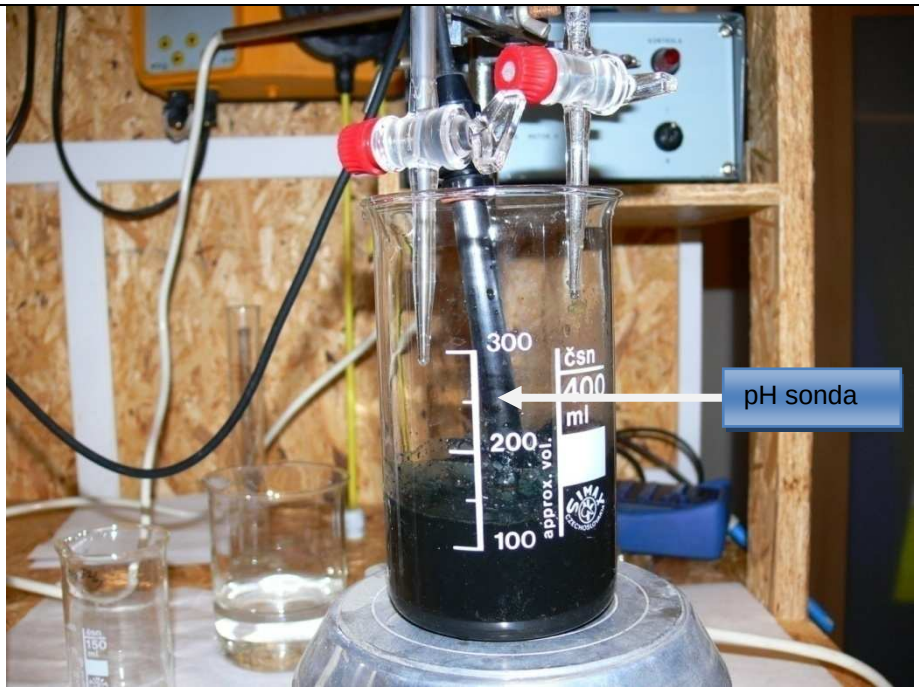
Na ***obrázku 4.1*** je sestavená aparatura pro na začátku experimentu. V kádince je již přítomen roztok směsi $FeSO_4\ a\ NiCl_2$. Jeho charakteristické zelené zabarvení přechází v průběhu reakce do černé, s tím jak postupuje redukce (ilustrováno na ***obrázku 4.2***). K dávkování roztoků $NaOH\ a\ NaBH_4$ jsou použity dvě byrety. Míchání a ohřev pro odpaření po ukončení reakce zajišťuje laboratorní míchadlo (nastaveny nízké otáčky cca 150ot/min). Teplota a pH roztoku jsou měřeny kombinovanou sondou připojenou do převodníku s automatickou teplotní kalibrací, jehož výstup je již připojen na analogový vstup PLC (teplota sledována na převodníku pH).

Průběh pH je zobrazen na **grafu 4.1,** z kterého je parné, že výchozí roztok má kyselý charakter, který je prvně nutné korigovat, nežli začneme přidávat redukční činidlo. Bohužel vlivem lidského faktoru a přílišné koncentrace roztoku $NaOH$ došlo k znatelnému překmitu. Po přidání redukčního činidla došlo ke snížení pH a po zbytek rekce se mi ho dařilo držet regulací mezi 6.6 až 7. Na ***obrázku 4.3*** je roztok „nanoželeza“ po ukončení reakce.

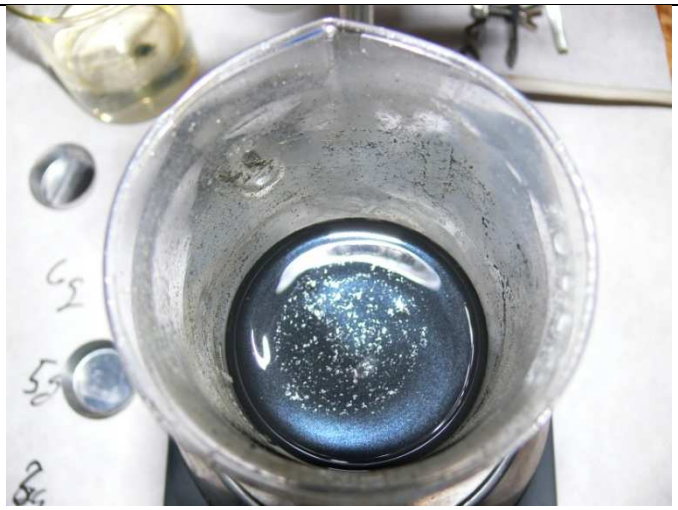
Obr. 4.1 Sestavená aparatura pro „ruční výrobu“ začátek reakce



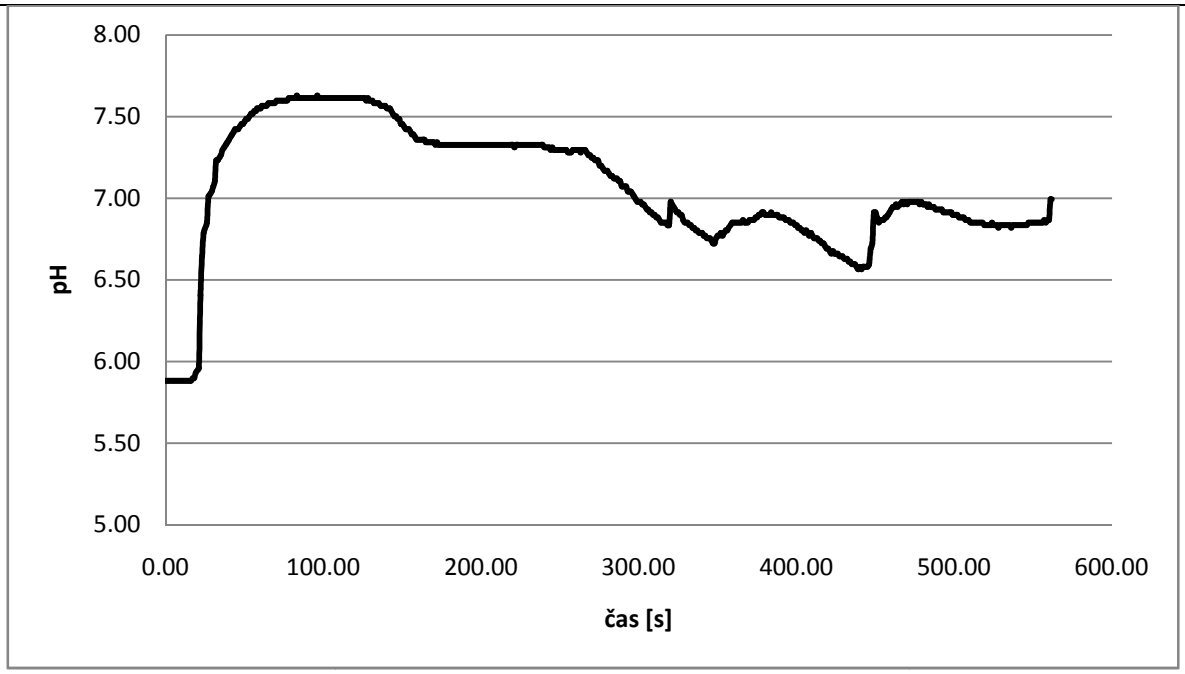
Obr. 4.2 Sestavená aparatura pro „ruční výrobu“ redukce nanoželeza



Obr. 4.3 Roztok vyrobeného „nanoželeza“



Graf 4.1 Průběh pH „ruční výroba“



Tab. 4.3 Parametry získané experimentem	
Parametr	Hodnota / Charakter / Vliv
Počáteční pH	5,9
Vliv přidávání redukčního činidla	Pozvolný pokles pH
Spotřeba $NaOH$	<21ml
Bouřlivost reakce	Při přidávání docházelo k pěnění

Změna teploty roztoku	Počáteční 17℃ Konečná 41℃ (exotermická reakce)
Hmotnost vyrobeného nanoželeza	cca 2,5g

Zhodnocení:

Reakce byla bouřlivá, bude tedy rozumné pro automatizovanou výrobu použít nižší koncentraci roztoku $NaBH_4$. I koncentraci roztoku $NaOH$ snížíme, abychom předešli výrazným překmitům, daným charakterem dávkovacího čerpadla (neměnný objem dávky).

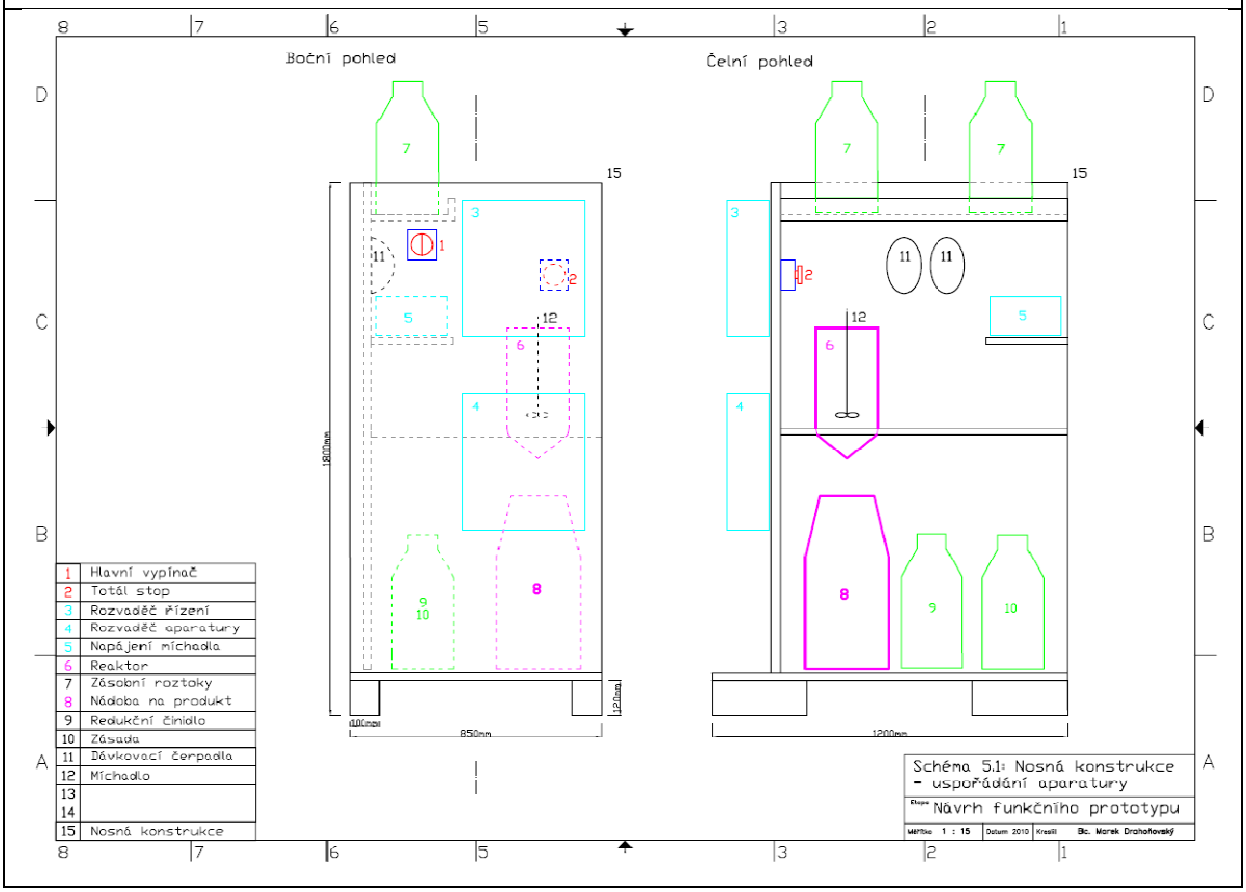
5. Návrh konečné verze aparatury

Návrh vychází z koncepce popsaná v kapitole 3. Hlavní požadavky kladené na výslednou realizaci jsou.

- „Přijatelné“ náklady na realizaci (max. 200 tisíc Kč)
- Více výrobních cyklů na jedno naplnění zásobních nádrží
- Plně automatický provoz s výjimkou přípravy roztoků potřebných pro reakci
- Celkové rozměry aparatury umožňující snadný transport v rámci areálu zadavatele (limitem byl průchod hotové aparatury dveřním rámem)
- Lehká konstrukce pro snadný převoz a manipulaci paletovým vozíkem
- Vzdálená správa po interní síti a možnost videomonitorigu

Konstrukce aparatury byla navržena s ohledem na možnost využití vertikálního členění pro přepouštění roztoků. Rozměry konstrukce nosného rámu aparatury byly voleny tak, aby prošla standardními dveřmi (max. jmenovité rozměry*:* výška 1 800 mm, šířka 850 mm). Výkres konstrukce s hlavními rozměry je uveden níže na ***schéma 5.1****.* Pro manipulaci s ní bude užito paletového vozíku s nosností do 2t. Spodek konstrukce byl uzpůsoben pro nasouvání „lyžin“ (podobně jako u europalet). Jako materiál pro konstrukci byly zvoleny OSB desky, které jsou cenově dostupné, snadno zpracovatelné a mají dostatečnou pevnost a tuhost.

Schéma 5.1 Návrh nosné konstrukce – uspořádání aparatury



Modularita byla uvažována do jisté míry i při návrhu nosné konstrukce a organizace jednotlivých prvků. Zejména jde o rozvaděče. Logická část (PLC s napájením, jištěním a vyvedenými I/O) bude umístěna do samostatného rozvaděče, což umožní případně snadnou demontáž a instalaci na jinou (rozšířenou) aparaturu.

V následujících kapitolách je proveden rozbor požadavků na jednotlivé prvky instrumentace, na jejichž základě je posléze provedena volba vhodného konkrétního prvku. Instrumentace byla řešena s ohledem na případnou expanzi aparatury. Základní filozofií bylo organizovat hlavní prvky instrumentace do modulů, umožňujících snadnou „přenositelnost“ a rozšiřitelnost pro případ pozdější realizace rozšířené aparatury.

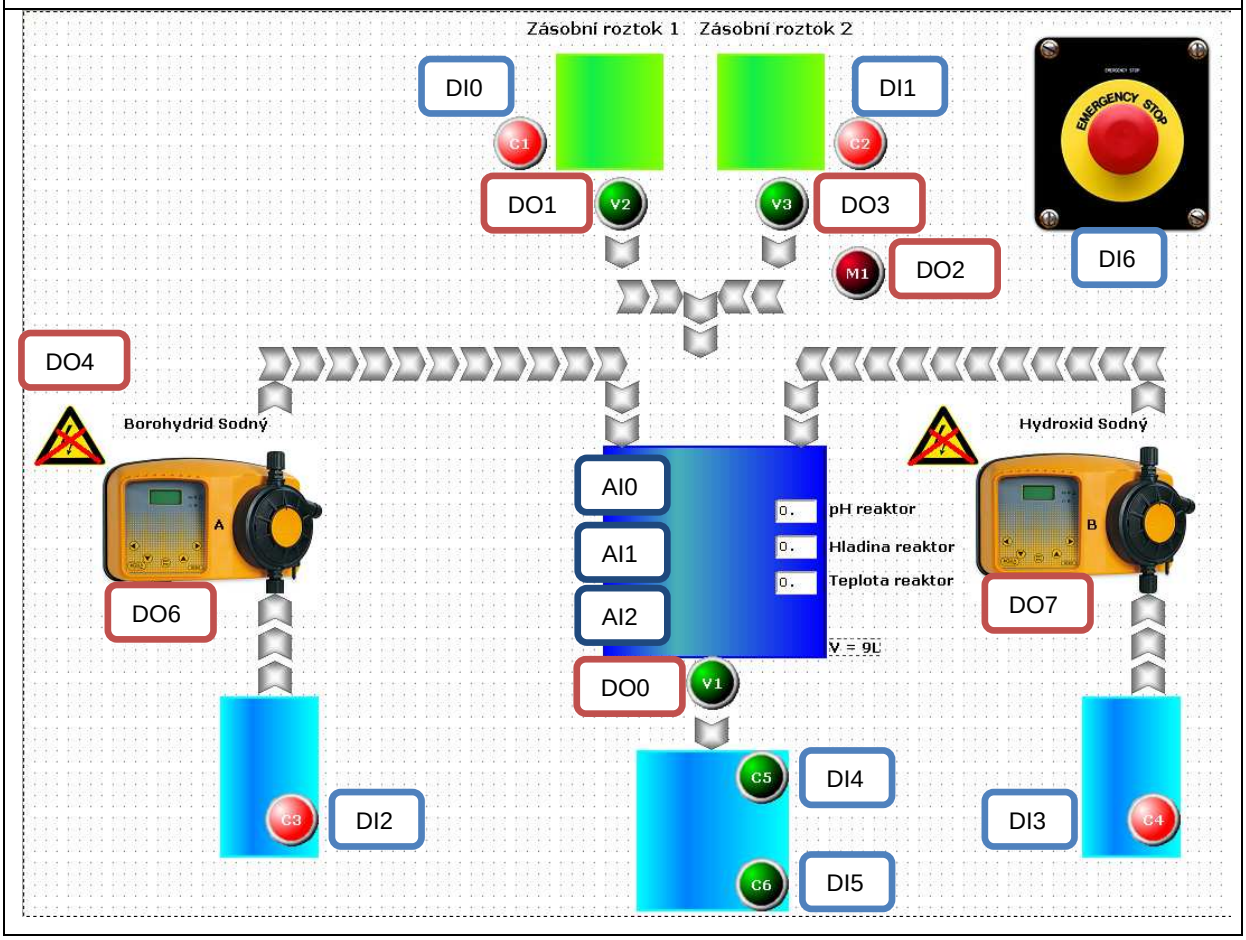
6. Instrumentace

V této kapitole je provedena volba systému PLC, potřebných senzorů a akčních členů. Jsou popsány požadavky na jednotlivé prvky instrumentace, na jejichž základě je provedena volba konkrétního prvku.

6.1. Potřebná konfigurace I/O pro automatizaci

V této kapitole jsou uvedeny počty a typ I/O potřebných pro automatizaci navržené aparatury. Na schématu na ***obrázku 6.1*** je principielně zobrazena aparatura se schematicky označenými čidly a akčními členy, k nimž jsou přiděleny jednotlivé I/O. V ***tabulce 6.1*** je uvedena interpretace jednotlivých I/O.

Obr. 6.1 Principielní schéma aparatury s uvedenými I/O



Tab. 6.1 Potřebná konfigurace I/O	
Binární vstupy	
DI0	Minimální hladina barel _ zásobní roztok 1
DI1	Minimální hladina barel _ zásobní roztok 2
DI2	Minimální hladina barel _ zásobní roztok borohydrid sodný
DI3	Minimální hladina barel _ zásobní roztok hydroxid sodný
DI4	Maximální hladina barel _ produkt
DI5	Spodní hladina barel _ produkt
DI6	HW tlačítko TOTAL STOP
Binární výstupy	
DO0	Ventil reaktor
DO1	Ventil barel 1
DO2	Napájení míchadlo
DO3	Ventil barel 2
DO4	Napájení čerpadla
DO5	1F Relé - nevyužito
DO6	Ovládání dávkovacího čerpadla A
DO7	Ovládání dávkovacího čerpadla B
Analogové vstupy	
AI0	pH reaktor
AI1	Hladina reaktor
AI2	Teplota reaktor

6.2. Volba systému PLC

Cílem bylo vytvořit sestavu funkčně plně pokrývající požadavky pro automatizaci aparatury pro poloprovozní fázi. Mimo to bylo nutné počítat s možným rozšířením systému. Výběr byl tedy logicky omezen pouze na modulární systémy. Vzhledem k počtu potřebných I/O byl výběr prováděn z množiny systémů PLC pro aplikace malého až středního rozsahu.

6.2.1. Přehled základních požadavků na systém PLC

- Modulární systém
- Programovatelné a připojitelné i přes běžná rozhraní (ne pouze PROFIBUS atd., aby nebylo nutné kupovat specielní karty k programování z PC)
- Podpora pro vizualizaci
- Rozšiřitelná paměť pro vizualizaci a případnou archivaci provozních dat
- Podpora pro vzdálenou správu
- Cenová dostupnost HW
- Cenová dostupnost programovacího prostředí (ideálně freeware)

6.2.2. Zvolený systém PLC

Na základě výše uvedených limitujících požadavků jsem zvolil systém FOXTROT od firmy TECO. V cenově zajímavé hladině splnil všechny výše uvedené požadavky. Předběžná cenová kalkulace byla provedena již v bakalářské práci.

Programování systémů z produkce firmy TECO se provádí v prostředí MOSAIC.

Nejedná se sice standardně o freeware, ale při použití maximálně tří modulů je možné využít volně distribuované verze. Modulem se rozumí i standardně osazené komunikační periferie jako sériová linka a CIB s výjimkou komunikace po Ethernetu, ten je užit i pro programování PLC. Ve výsledné sestavě je použita pouze komunikace po Ethernetu a celkově tři moduly. Základní modul obsahuje analogové vstupy pouze 0-10V, raději bych použil proudovou smyčku 4 – 20mA (snadná detekce odpojení senzoru), ale to by si vyžádalo použití rozšiřujícího modulu IT – 1601 (8AI/2AO) a výsledná sestava by obsahovala čtyři moduly, a bylo by nutné zakoupit licenci MOSAIC, což by o cca 10000 Kč navýšilo cenu. Proto byla zvolena sestava základního modulu s CPU a dva rozšiřující, jak je uvedeno v ***tabulce 6.2*****.** Sestava se tedy vešla do limitů umožňujících použití freeware verze prostředí MOSAIC. Analogové senzory bude tedy nutné volit s napěťovým výstupem.

Tab. 6.2 Zvolená sestava PLC	
Prvek	Popis
CP - 1004	Základní modul s CPU

IB - 1301	Rozšiřující modul digitálních vstupů
OS - 1401	Rozšiřující modul digitálních výstupů
DR - 60 - 24	Napájecí zdroj 24VDC

Bližší specifikace komponentů sestavy

Základní modul CP – 1004 modulárního PLC Tecomat Foxtrot

Tab. 6.3 Parametry a provozní podmínky	
Napájecí napětí	24V DC bez galvanického oddělení vnitřních obvodů
Stupeň krytí	IP20
Diagnostika	Optická signalizace I/O
Analogové vstupy	4 x (0-10V) variantně místo druhé čtveřice binárních vstupů, rozlišení 10bit
Analogové výstupy	Bez analogových výstupů
Binární vstupy	8, 24V DC, 5ms, variantně místo první čtveřice binárních vstupů rychlý čítač, inkrementální snímání polohy (20kHz), přerušovací vstupy
Binární výstupy	6, relé 230V AC/DC, 3A, ošetření induktivní zátěže vnější (RC-člen, varistor, dioda)
Systémové parametry	
Obvody reálného času	ano
Paměť programu a tabulek	64 +64kB
Zálohovací paměť programu EEPROM	ano
Přídavná paměť - externí	MMC Flash (až 1GB)
Délka cyklu/1k log. instrukcí	0,4ms
OPC server	ano
Web server	ano

Komunikační rozhraní	
Ethernet	10/100Mb, RJ-45
CH1	RS485 / RS232
CH2	RS485 / 232/422 (dále možno rozšířit o moduly CAN,M –Bus, Profibus DP slave, LON a další)
TCL2	Připojení až 10 periferních modulů Foxtrot, až 10 modulů CIB Master
CIB	CIB Master, připojení až 32 jednotek elektroinstalačního materiálu

Obr. 6.2 Základní modul CPU a napájecí zdroj

Periferní modul binárních vstupů IB – 1301

Tab. 6.4 Parametry a provozní podmínky	
Napájecí napětí	24V DC bez galvanického oddělení vnitřních obvodů
Připojení	Šroubové pevné svorky, max 2,5mm^2
Stupeň krytí	IP20
Diagnostika	Optická signalizace I/O
Binární vstupy	12, 24V DC, 5ms, variantně místo první čtveřice binárních vstupů rychlý čítač, inkrementální snímání polohy (20kHz), přerušovací vstupy
Komunikační rozhraní	**TCL2,** nastavení adresy se provádí kruhovým voličem (šipka na **obrázku 6.3**)

Obr. 6.3 Modul rozšiřujících vstupů IB – 1301

Periferní modul binárních výstupů OS - 1401

Tab. 6.5 Parametry a provozní podmínky

Napájecí napětí	24V DC
Připojení	Šroubové pevné svorky, max 2,5mm^2
Stupeň krytí	IP20
Diagnostika	Optická signalizace I/O
Binární výstupy	12, tranzistorové, 24V DC / 0,5A -1A, Galvanické oddělení
Ošetření induktivní zátěže	Vnější (RC-člen, varistor, dioda)
Komunikační rozhraní	**TCL2,** nastavení adresy se provádí kruhovým voličem (šipka na **obrázku 6.4**)

Obr. 6.4 Modul rozšiřujících výstupů OS - 1401

Tab. 6.6 Výsledná bilance I/O zvolené sestavy		
	Požadovaný počet	K dispozici
Binární vstupy	7	16x
Binární výstupy	8	18x
Analogové vstupy	3	4x (0-10V)

Z ***tabulky 6.6*** je patrné, že rezerva v případě DI a DO je dostatečná a umožnila by i případné rozšíření systému.

6.3. Požadavky na chemickou odolnost

U prvků, které mají přijít do přímého kontaktu s chemikáliemi, je třeba při výběru uvažovat i patřičnou chemickou odolnost. Nejedná se jen o samotné senzory a akční členy, ale také o použitá těsnění a propojovací prvky.

Potenciálně nejagresivnější z použitých chemikálií je NaOH. Ve vysokých koncentracích je schopen narušovat i plastové materiály, ale vzhledem k tomu, že bude používán roztok s relativně nízkou koncentrací, je riziko minimální.

Ale i přes tento fakt budou vybírány prvky instrumentace z produktů pro chemické aplikace, to zajistí vyšší spolehlivost systému.

6.4. Přehled zvolených senzorů

6.4.1. Měření pH

Pro měření pH byl zvolen převodník pH **GPHU 014 MP** s elektrodou **GE 117** (***obrázek 6.5***).

Hlavními kritérii při výběru byla možnost přímé montáže převodníku na aparaturu bez nutnosti dodatečného krytí (tedy vyšší stupeň krytí IP), dále pak dvoubodová kalibrace a automatická tepelná kompenzace. V neposlední řadě také přijatelné pořizovací náklady. Jak je uvedeno níže, vybraný převodník všechny tyto parametry splňuje.

Vybrané parametry – převodník **GPHU 014 MP**:

- Výstup 0 – 10V
- Automatická teplotní kompenzace
- Galvanicky oddělený vstup
- 2- bodová kalibrace
- Měřící rozsah 0.00 – 14.00pH
- Třída krytí IP65, s výjimkou připojovací zásuvky elektrody a teplotního snímače
- Cena pod 10 000 Kč

pH elektroda byla volena s ohledem na možnost vyšších teplot měřeného média. Dále pro zajištění automatické teplotní kompenzace se jako nejvhodnější jevila kombinovaná elektroda, tedy pH elektroda s integrovaným snímačem PT1000. Pro možnost instalace elektrody do místa s vyšším tlakem bylo zvoleno tlakové provedení elektrody.

Vybrané parametry – elektroda **GE 117**.:

- Měřící rozsah 0 – 14pH
- Provozní teplota 0 – 80℃
- Integrovaný snímač PT1000
- Tlaková 6 bar

Obr. 6.5 Převodník pH GPHU 014 MP a elektroda GE117

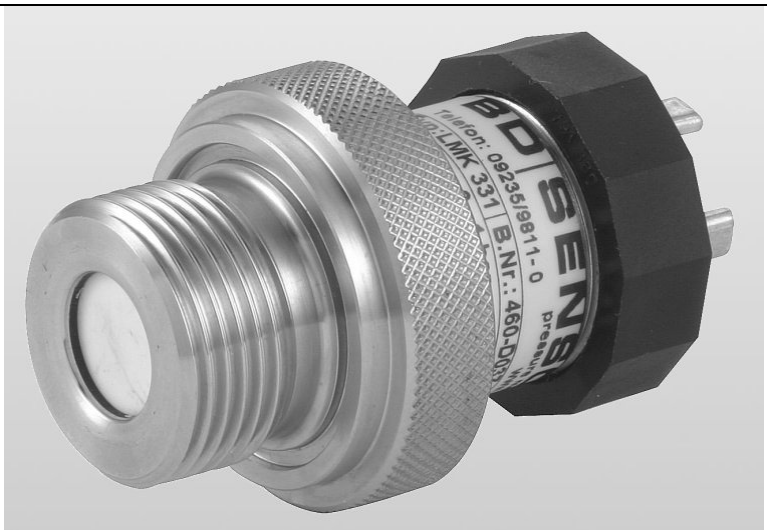
6.4.2. Kontinuální měření hladiny v reaktoru

Cílem bylo najít provedení senzoru pro kontinuální měření hladiny, který by umožnil měření hladiny bez přímého kontaktu s kapalinou v reaktoru. Důvodem je vyloučení negativního vlivu chemikálií na tělo senzoru a zamezení ulpívání „nanočástic“. Byla zvolena vestavná tlaková sonda LMK 331 od firmy BD Sensors (***obrázek 6.6***), která umožnila montáž, při níž jsou splněny výše uvedené požadavky. Výsledná montáž je na ***obrázku 6.7****.*

Vybrané parametry **LMK 331**:

- Výstup 0 – 10V
- Měřící rozsah 0.00 – 0,06bar (max 60cm vodního sloupce)
- Třída krytí IP65
- Cena pod 8 000 Kč
- Materiál membrány – nerez
- Těsnění VITON

Obr. 6.6 Tlakový senzor



Pomocí armatur („Téčko“, nipl, koleno) bylo docíleno, že membrána senzoru je oddělena od reakční kapaliny vzduchovým sloupcem. Nehrozí tedy zanášení měřící membrány (otvoru před membránou).

Obr. 6.7 Tlakový senzor po instalaci do reaktoru

6.4.3. Úrovňové měření hladin

Kontinuální snímání hladin v zásobních barelech by bylo finančně náročné a pro navrženou aparaturu není potřeba. Odběr z těchto barelů bude znám a na jeho základě bude možné stav hladiny odhadnout. V barelech bude použito pouze hladinových spínačů, které budou detekovat limitní stavy. Vzhledem k tomu, že budou v přímém kontaktu s roztokem chemikálií bylo nutné vybírat odolná provedení pro chemické aplikace. Zvolen byl typ LVN-60 (omegaeng), jde o plovákový spínač s krytím NEMA-6 pro chemické aplikace. Umožňuje snadnou změnu z NO na NC. NC provedení bude použito jako hladinový spínač („rozpínač“) pro zamezení přetečení. To zajistí vyšší spolehlivost, protože případné přerušení vodiče detekujeme jako hrozící přetečení.

Vybrané parametry **LVN-60**:

- Provozní teplota -40 – 82℃
- Maximální tlak 100psi (7bar)
- Spínání až 50VA

Obr. 6.8 Plovákový hladinový spínač

6.4.4. Měření teploty – reaktor

Měření teploty v reaktoru má pouze informativní charakter, na základě strmosti růstu teploty bude možné usuzovat o intenzitě probíhající redukce.

Pro měření teploty bude použit příložný snímač SENSIT NS740.

Vybrané parametry:

- Výstup 0-10V
- Teplotní rozsah 0 – 100℃
- Stupeň krytí IP 65

Obr. 6.9 Senzor teploty po instalaci na reaktor

6.5. Přehled zvolených akčních členů

6.5.1. Dávkovací čerpadla

Použita budou dávkovací čerpadla AQUA HC301, která byla již v majetku firmy. Umožňují několik režimů vzdáleného řízení, použito bude ovládání pomocí impulsního logického signálu s proměnnou frekvencí. K dispozici jsou dvě čerpadla s rozdílným výkonem.

Dávkovací čerpadlo (DČ) v technologii označované jako A má výkon 10 l/hod při 120 pulzech. To bude dávkovat roztok redukčního činidla. Roztoku hydroxidu bude dávkovat DČ B, protože má poloviční výkon.

Vybrané parametry:

- Napájecí napětí 230V
- Krytí IP 65

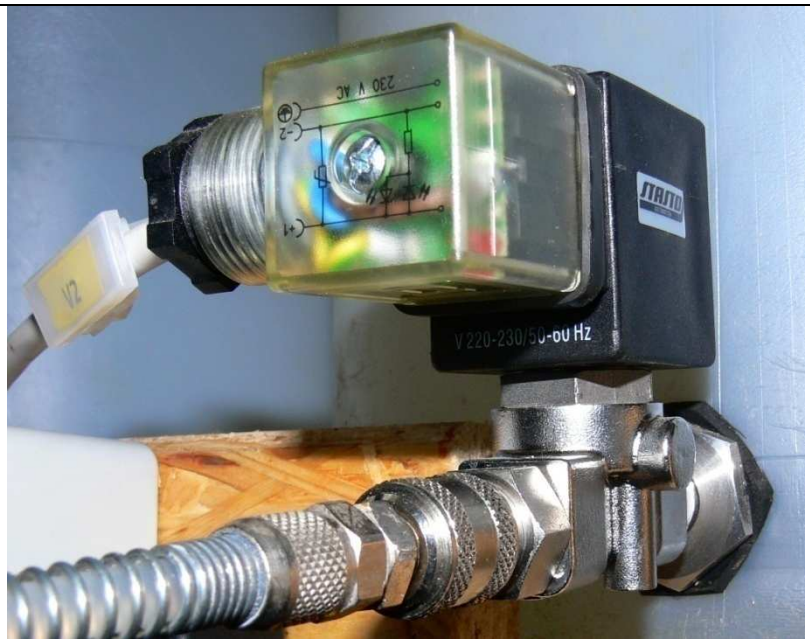
Obr. 6.10 Dávkovací čerpadlo AQUA HC301

6.5.2. Elektroventily

Použita budou dvě provedení elektroventilů, a to nerezové pro napouštění reaktoru (výchozí roztoky pH 5,9) a standardní pro vypouštění reaktoru. Jde o přímo řízené elektroventily, nepřímo řízené jsou díky minimálním tlakům v systému nepoužitelné. Aby byl chod ventilů viditelný i při sledování aparatury kamerou, byly zvoleny patice obsahující diodu indikující chod. Oba typy elektroventilů jsou v provedení NC. Tedy bez napětí zavřený.

- Napájecí napětí 230V

Obr. 6.11 Elektroventil STASTO



6.5.3. Míchadlo

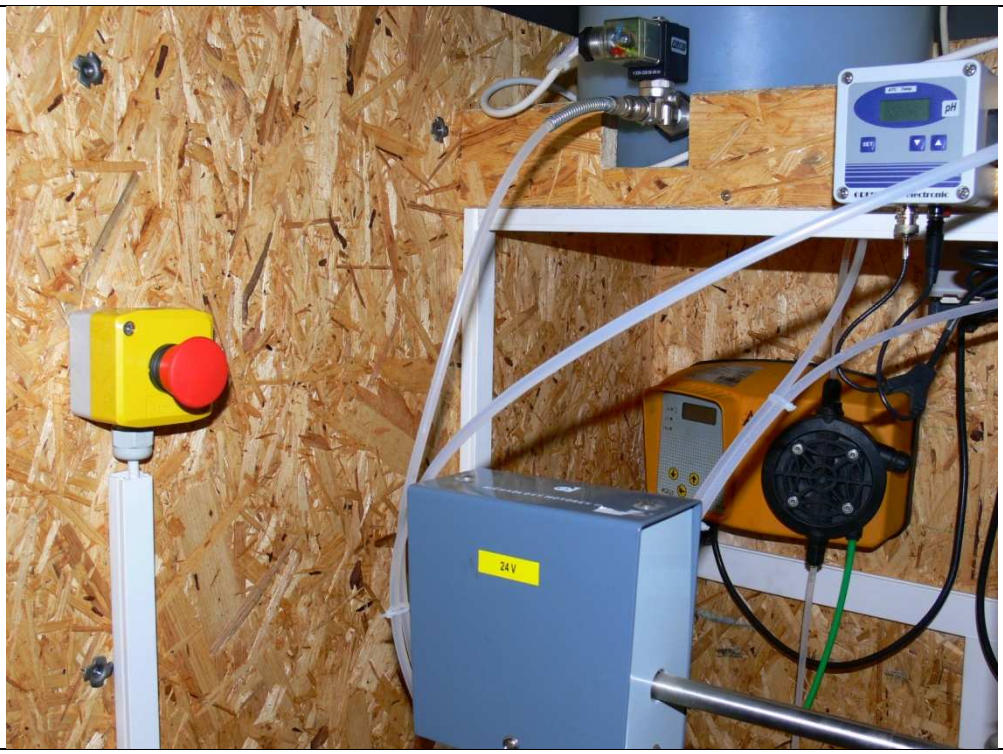
K zajištění promíchávání roztoku v reaktoru bude použito laboratorní míchadlo s možností nastavení vhodných otáček.

Obr. 6.12 Napájecí zdroj laboratorního míchadla a motor

6.5.4. Tlačítko TOTAL STOP

Slouží obsluze k odstavení technologie. Musí být instalováno na viditelném a dobře přístupném místě. Jeho provedení musí zajistit, že jeho porucha bude detekovatelná. Jde tedy o impulzní tlačítko v provedení NC. Umístění tlačítka bylo navrženo již v ***kapitole 5.*** Na ***obrázku 6.13*** je tlačítko po instalaci na nosnou konstrukci aparatury.

Obr. 6.13 Instalované tlačítko TOTAL STOP



6.6. Elektrická instalace

6.6.1. Ochrana proti úrazu elektrickým proudem

Analýza rizik: Napětí používaná k napájení některých prvků instrumentace jsou vyšší nežli bezpečná. Dále dochází k manipulaci s vodnými roztoky, které by v případě úniku mohly způsobit zkrat a průsak proudu. Musíme tedy zajistit patřičnou ochranu proti případnému úrazu elektrickým proudem a škodách na majetku.

Navržená opatření:

Ochrana proti úrazu elektrickým proudem a zkratu bude zajištěna pomocí jističů a proudového chrániče.

Parametry jističů jsou voleny podle jmenovitých proudů jištěných elektrických přístrojů a zařízení.

Proudový chránič odpojí chráněný elektrický obvod v případě, že část protékajícího proudu uniká mimo obvod (poškození izolace, dotyk člověka).

Omezení pro výběr prvků:

Prvky montované přímo na konstrukci aparatury musí být v provedení F, tedy schválené pro přímou montáž na dřevo. Toto omezení se týká rozvaděčů, hlavního vypínače a zásuvek.

6.6.2. Koncepce rozvaděčů

Jak bylo uvedeno v předchozích kapitolách, je instrumentace a realizace funkčních celků systému řešena s ohledem na modularitu. Toto hledisko bylo uvažováno i při volbě a následné instalaci elektrických přístrojů. Proto jsou elektrické přístroje rozděleny do dvou skupin a ty instalovány do samostatných rozvaděčů. V dalším textu značených jako rozvaděč „Řízení“ a „Aparatura“.

Rozvaděč „Řízení“

První je rozvaděč „Řízení“, do něhož bude instalována sestava PLC s pomocnými elektrickými přístroji. Výsledkem tedy bude modul, obsahující vše potřebné pro napojení na specifikované rozhraní aparatury.

Jištění elektrických přístrojů v rozvaděči a ochranu napájecí sítě proti přetížení zajistí skupina jističů, dimenzovaných podle jmenovitých proudů jištěných el. přístrojů a zařízení. Napájení PLC z příslušného zdroje bude dále jištěno předepsanými pojistkami. Je běžnou praxí do rozvaděče umístit montážní zásuvku, proto i zde nebude chybět.

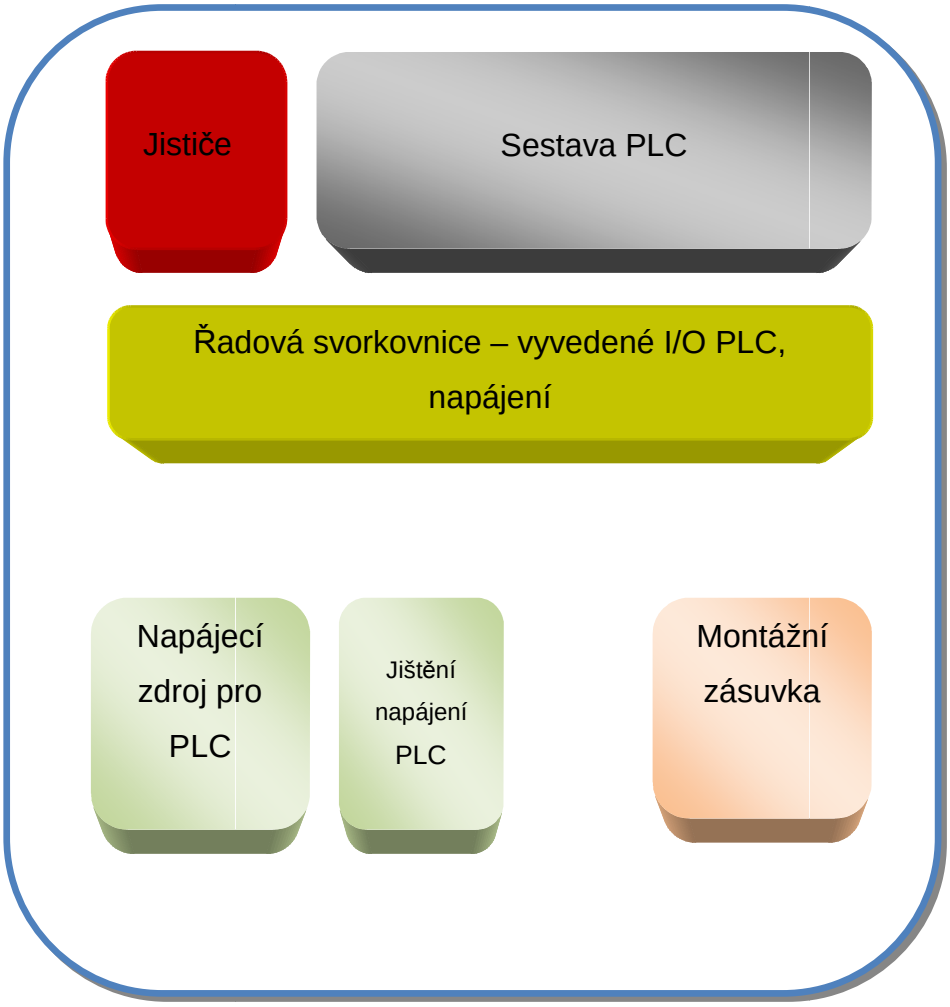
Aby se předešlo mechanickému poškození svorek PLC jsou kontakty I/O přivedeny na řadovou svorkovnici RSA 4. Řadová svorkovnice vyniká větší mechanickou odolností nežli svorky na modulech PLC, výsledné zapojení je i přehlednější a umožňuje snadnější kontrolu zapojení. Potřebné kontakty jsou z rozvaděče vyvedeny pomocí vhodných konektorů. Na ***obrázku 6.14*** je blokově zobrazena koncepce rozvaděče „Řízení“.

Rozvaděč „Aparatura“

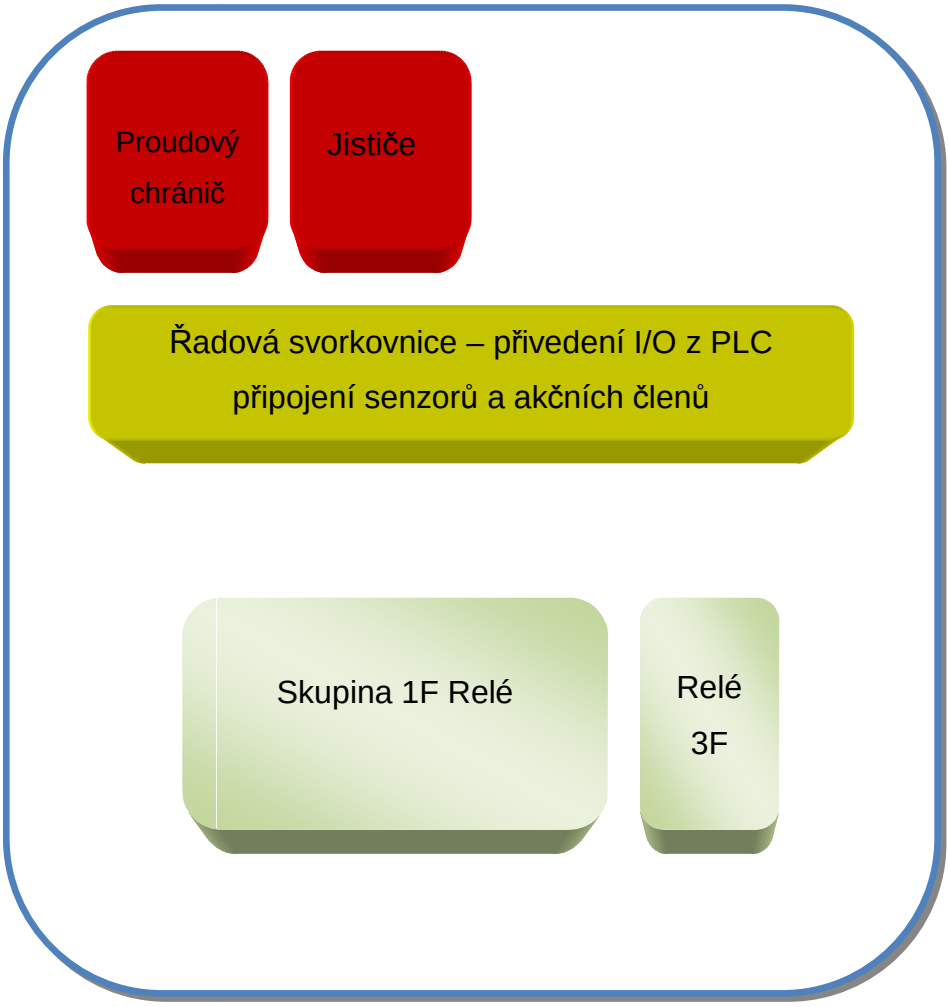
Do tohoto rozvaděče budou instalovány elektrické přístroje zajišťující jištění, spínání, a spojení, potřebné pro chod aparatury.

Primární ochranu proti ohrožení zdraví osob a škod na majetku bude zajišťovat proudový chránič. Za něj budou vřazeny adekvátně dimenzované jističe. Propojování vodičů pro analogové a digitální signály bude opět realizováno na řadové svorkovnici RSA 4. Základní modul PLC sice obsahuje šest releových výstupů (230V AC/DC,3A), ale z důvodů induktivního charakteru zátěže (cívky ovládající elektroventily) budou „výkonové“ akční členy ovládány přes kontaktní relé. Všechny doposud uvažované akční prvky jsou jednofázové, ale je počítáno i s možnou potřebou 3F sítě, k čemuž bude rozvaděč náležitě přizpůsoben (proudový chránič, motorový spouštěč, 3F relé atd.). Na ***obrázku 6.15*** je blokově zobrazena koncepce rozvaděče „Aparatura“.

Obr. 6.14 Koncepce rozvaděče „Řízení“

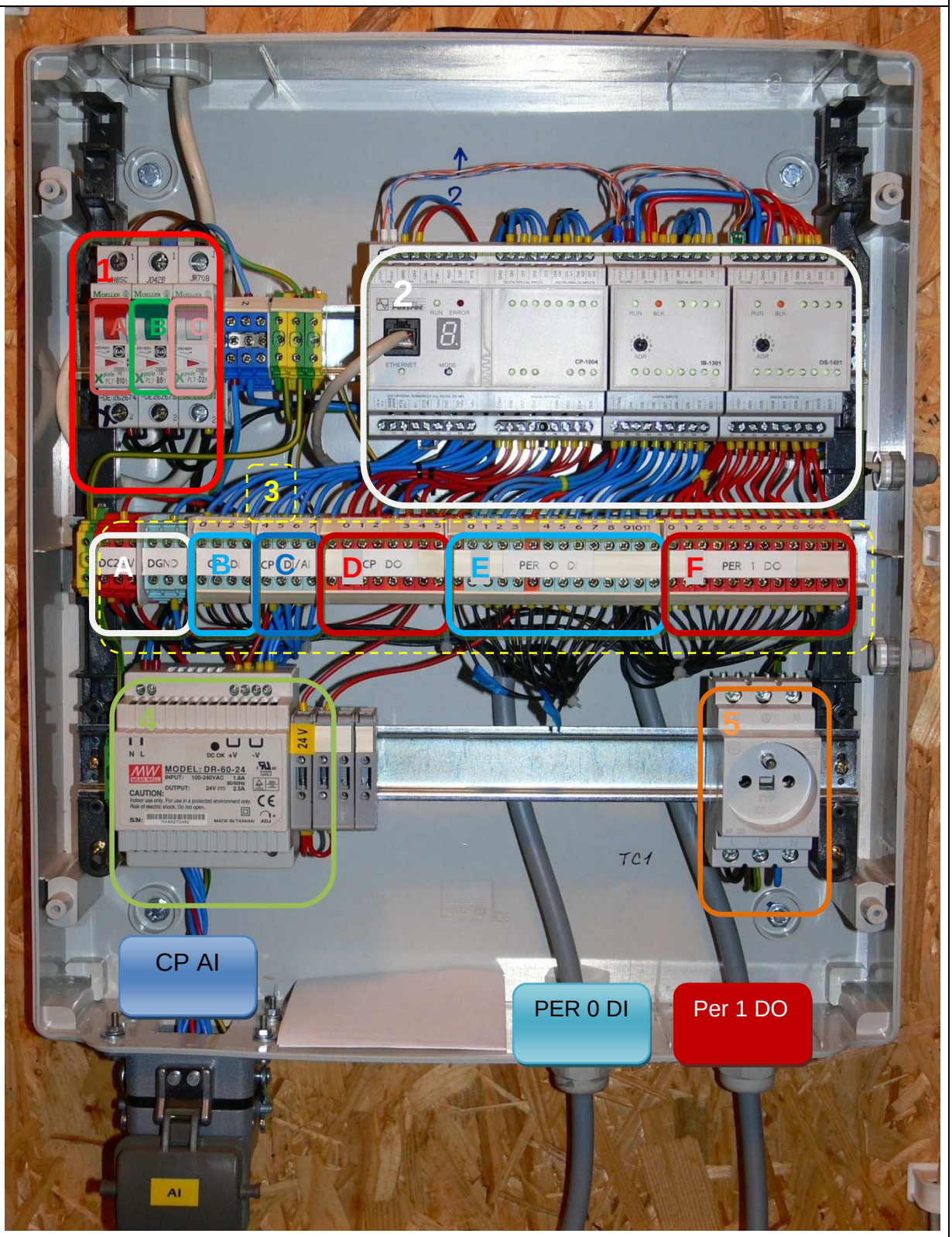


Obr. 6.15 Koncepce rozvaděče „Aparatura“



6.6.3. Výsledná realizace rozvaděče „Řízení“

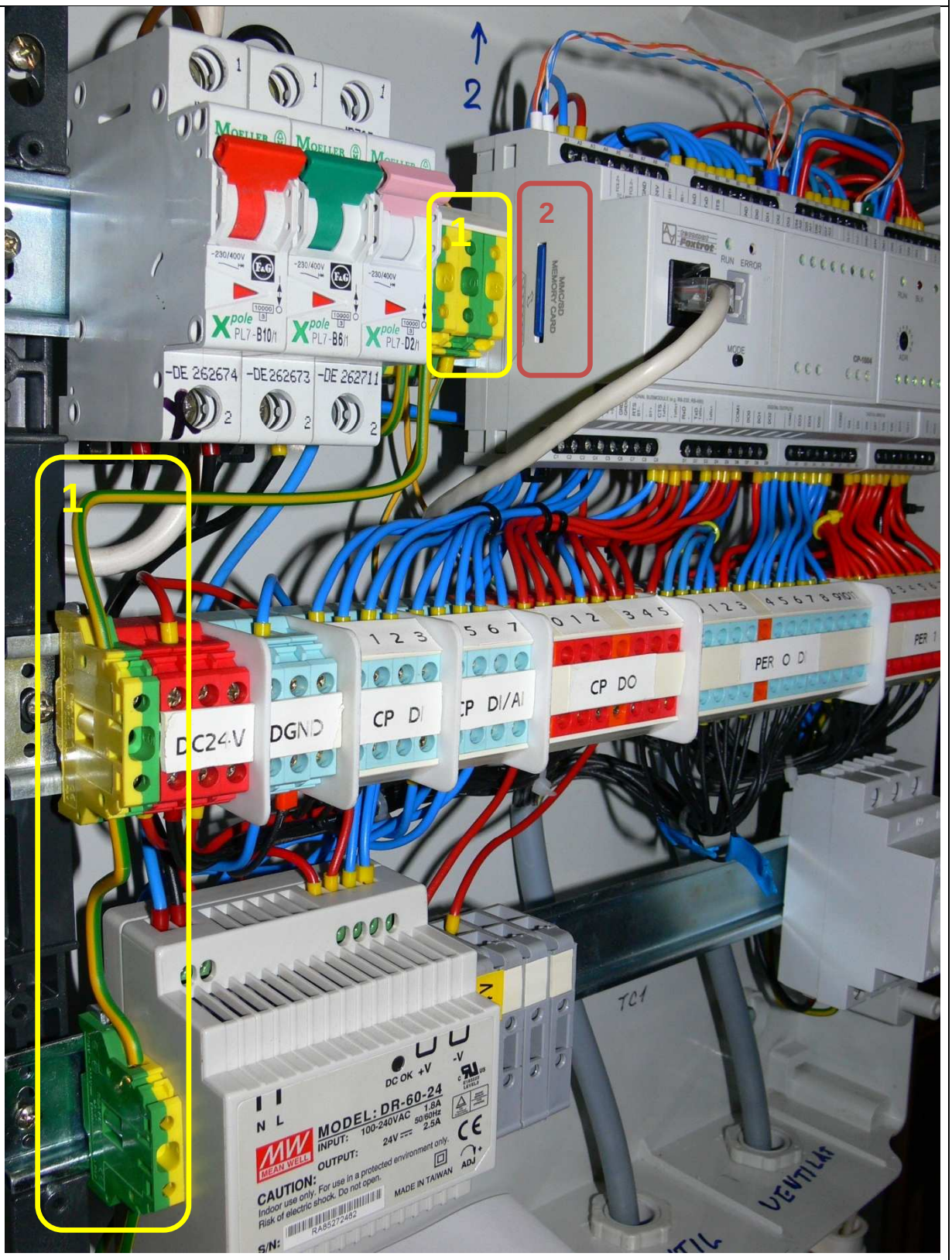
Obr. 6.16 Výsledná realizace rozvaděče “Řízení“



Tab. 6.7 Popis prvků v rozvaděči „Řízení“	
1) Jističe	A_Hlavní jistič 10A charakteristika B
	B_Jistič montážní zásuvka 6A charakteristika B
	C_Jistič napájecí zdroj PLC 2A charakteristika D
2)	Sestava PLC
3) Řadová svorkovnice	A_24VDC
	B_vyvedené DI ze základního modulu PLC
	C_vyvedené AI ze základního modulu PLC
	D_vyvedené DO ze základního modulu PLC
	E_vyvedené DI z periferního modulu 0
	F_vyvedené DO z periferního modulu 1
4)	Napájecí zdroj pro PLC s přidruženými pojistkami
5)	Montážní zásuvka
CP AI	Konektor pro připojení analogových vstupů
PER 0 DI	Vyvedené DI z rozvaděče
RER 1 DO	Vyvedené DO z rozvaděče

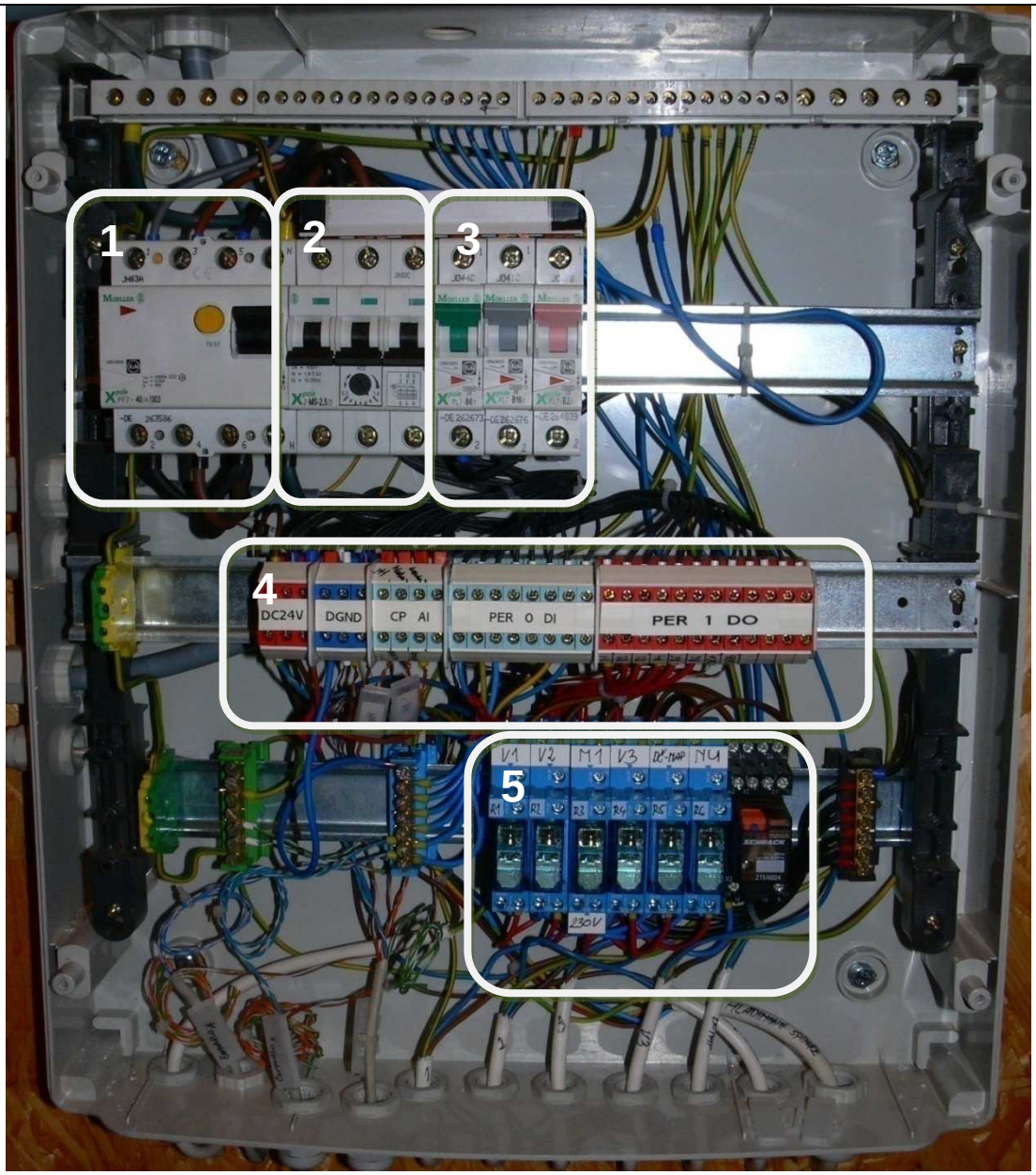
Na ***obrázku 6.17*** je zobrazen detail, z něhož je dobře patrné provedení propojení všech kovových částí rozvaděče, na kterých by se v případě poruchy mohlo vyskytnout nebezpečné dotykové napětí, na nulový potenciál (**1)**. Dále je vidět slot pro paměťovou kartu na základním modulu (**2**), který vhodným rozmístěním prvků zůstal přístupný.

Obr. 6.17 Výsledná realizace rozvaděče “Řízení“- detail zemnění



6.6.4. Výsledná realizace rozvaděče“Aparatura“

Obr. 6.18 Výsledná realizace rozvaděče “Aparatura“



Tab. 6.8 Popis prvků v rozvaděči „Aparatura“

1)Proudový chránič	4)Řadová svorkovnice, napojení na čidla, senzory a akční členy instalované na aparatuře
2)Motorový spouštěč	5)Skupina relé pro ovládání akčních členů
3)Jističe	

6.6.5. Zapojení propojovacích konektorů

K propojení rozvaděčů jsou použity průmyslové konektory Harting HAN 16ti a 6ti pinové, jejich zapojení je uvedeno níže v ***tabulce 6.9.***

Tab. 6.9 Zapojení propojovacích konektorů

Propojovací kabel: PER1_DO
Konektor: 16+GND

Číslo vodiče / barva	Vyvedeno na pin	PLC pin
1	1	DO0
2	2	DO1
3	3	DO2
4	4	DO3
5	5	DO4
6	6	DO5
7	7	DO6
8	8	DO7
9	9	DO8
10	10	DO9
11	11	DO10
12	12	DO11
13	13	PLCDI0
14	14	PLCDI1
15	15	PLCDI2
16	16	DGND
17	16	DGND
žlutozelená	GND	GND

Propojovací kabel: PER1_DO
Konektor: 16+GND

Číslo vodiče / barva	Vyvedeno na pin	PLC pin
1	1	DI0
2	2	DI1
3	3	DI2
4	4	DI3
5	5	DI4
6	6	DI5
7	7	DI6
8	8	DI7
9	9	DI8
10	10	DI9
11	11	DI10
12	12	DI11
13	13	COM1
14	14	COM2
15	15	+24V
16	16	+24V
17	16	+24V
žlutozelená	GND	GND

Propojovací kabel: PLC_AI
Konektor 6+GND

Barva vodiče	Vyvedeno na pin	PLC pin
modrá	1	AI0
modrá	2	AI1
modrá	3	AI2
modrá	4	AI3
červená	5	+24V
modrá	6	DGND
žlutozelená	GND	GND

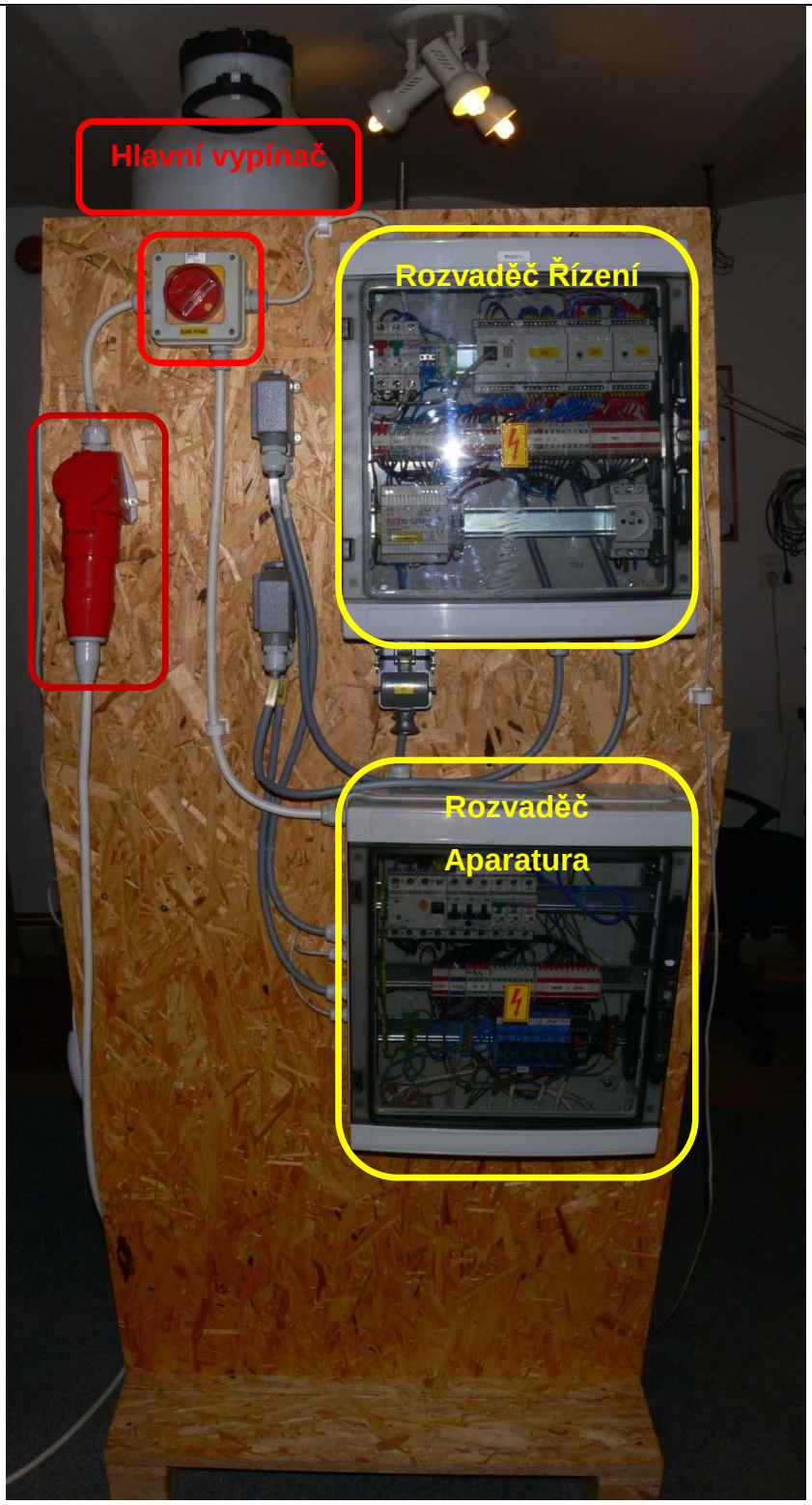
Specifikace použitých konektorů

Jde o robustní konektory s krytím IP 65. Jak ilustruje následující obrázek, použité zapojení zamezuje prohození propojovacích kabelů.

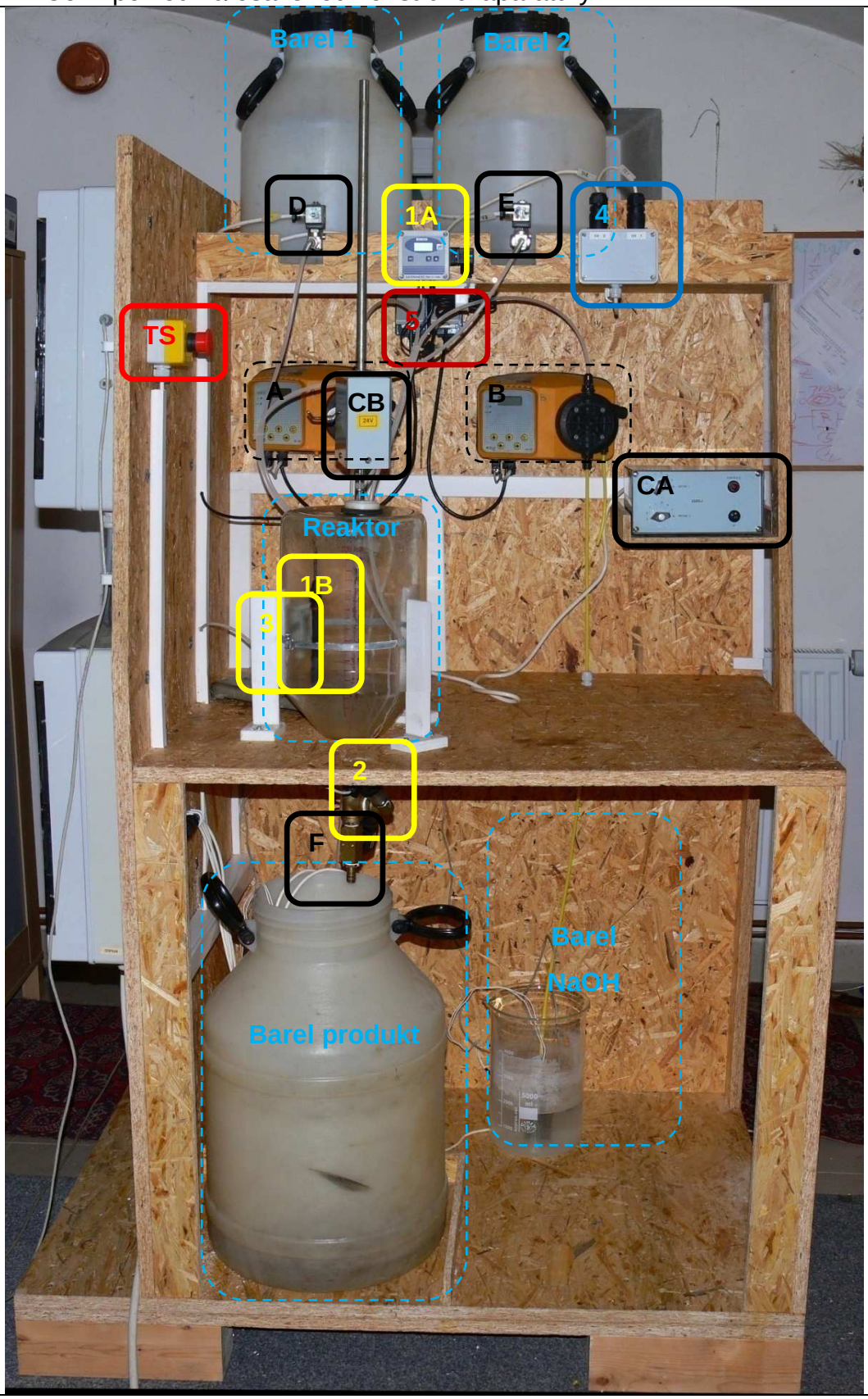
Obr. 6.19 Konektory pro propojení rozvaděčů

7. Výsledná realizace aparatury

Obr. 7.1 Boční pohled na osazenou konstrukci aparatury



Obr. 7.2 Čelní pohled na osazenou konstrukci aparatury



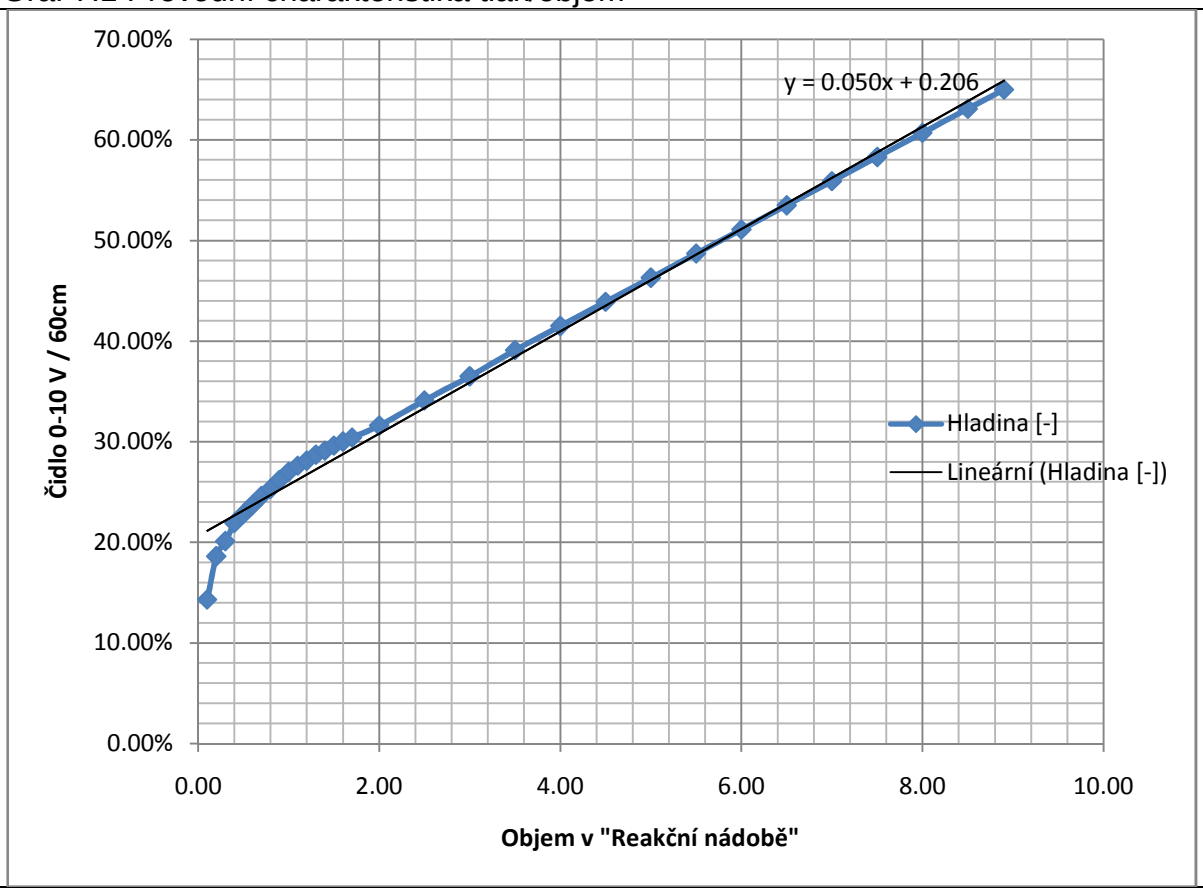
Tab. 7.1 Popis prvků instrumentace – Čelní pohled	
Akční členy	*Popis*
A	Dávkovací čerpadlo A, dávkování roztoku $NaBH_4$
B	Dávkovací čerpadlo B, dávkování roztoku NaOH
CA	Napájecí zdroj laboratorního míchadla
CB	Motor laboratorního míchadla
D	Elektroventil V2
E	Elektroventil V3
F	Elektorventil V1
Senzory	
1A	Převodník pH s automatickou teplotní kompenzací
1B	Kombinovaná sonda pH a teploty
2	Tlakový senzor (hladina reaktor)
3	Senzor teploty
4	Připojení hladinových spínačů (Č1 a Č2)
TS	Tlačítko TOTAL STOP
Barely	
Barel 1	Plastová nádoba o objemu 15L
Barel 2	Plastová nádoba o objemu 15L
Barel NaOH	Plastová nádoba o objemu 15L
Barel $NaBH_4$	Plastová nádoba o objemu 50L
Reaktor	Skleněná nádoba s konickým dnem o objemu 9L
Pozn. Nádoby pro NaOH a $NaBH_4$ nejsou na fotografii, protože fotografie je z doby testování regulace.	

7.1. Parametry reaktoru

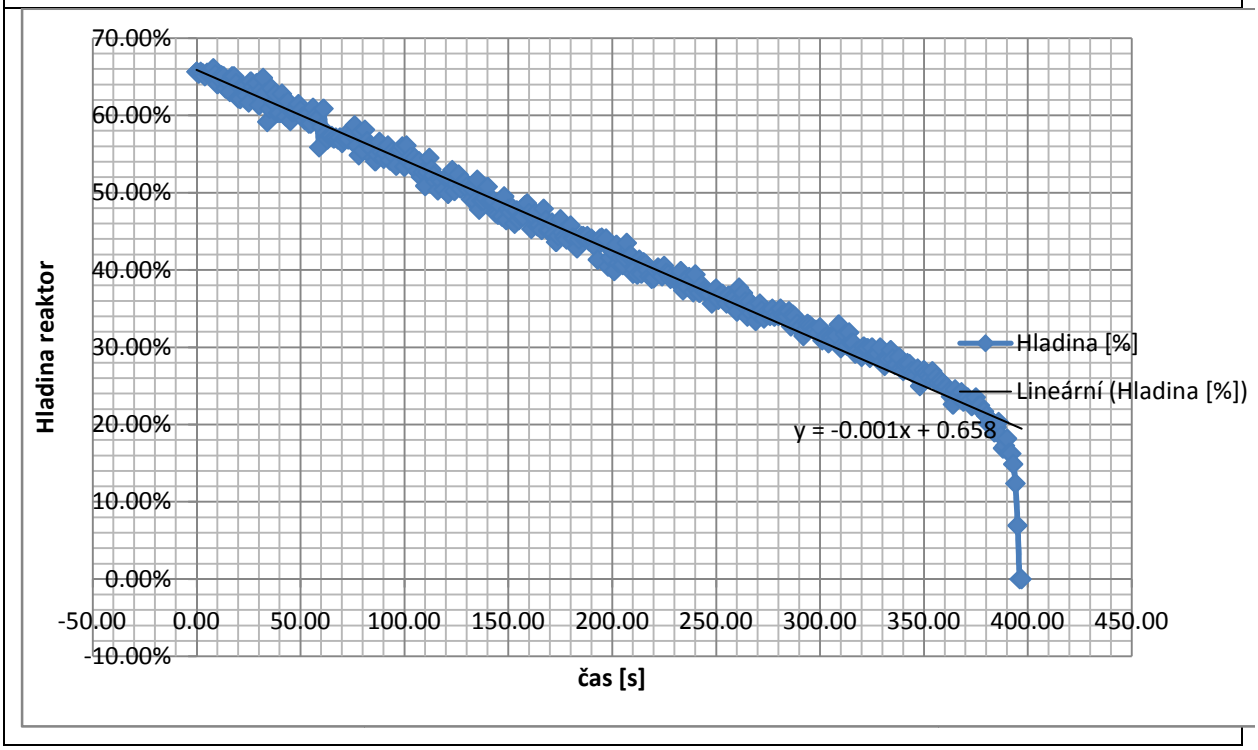
Pro potřeby řízení bylo nutné provést základní identifikaci parametrů regulátoru. Zejména se jedná o převodní charakteristiku mezi údajem z tlakového senzoru a objemem kapaliny v reaktoru. Na ***obrázku 7.3*** je detail reaktoru se zobrazenou orientační stupnicí. Na ***grafu 7.1*** je uvedena převodní charakteristika tlak/objem včetně parametrů linearizované závislosti. Na ***grafu 7.2*** je zobrazen průběh vypouštění reaktoru. Ten byl proveden, aby bylo možné nastavit parametry detekce poruchy vypouštění.

Obr. 7.3 Detailní pohled na reaktor

Graf 7.1 Převodní charakteristika tlak/objem



Graf 7.2 Průběh vypouštění rektoru



8. Program pro PLC

8.1. Přiblížení prostředí MOSAIC

Jde o integrované vývojové prostředí, které umožňuje vytvářet aplikační programy jak pro PLC TECOMAT, tak pro regulátory TECOREG. Prostředí umožňuje programování v jazyce instrukcí (mnemokód), systémy s 32 bitovými procesory (TECOMAT TC650 a TC700) lze programovat také v jazycích podle **IEC EN 61131-3** (IL, ST, LD, FBD). Součástí prostředí MOSAIC je i řada nástrojů usnadňujících vývoj a ladění aplikací. Konkrétněji se zmíním o těch, které byly využity při řešení DP.

Používané nástroje:

- **Simulátor PLC**

  Tento nástroj programátor ocení hlavně v případě, kdy není k dispozici HW sestava, pro kterou píše program. Je vhodný pro testování funkčnosti napsaného programu a jeho odladění. Tento proces výrazně zrychlí nasazování řídicího systému na danou technologii.

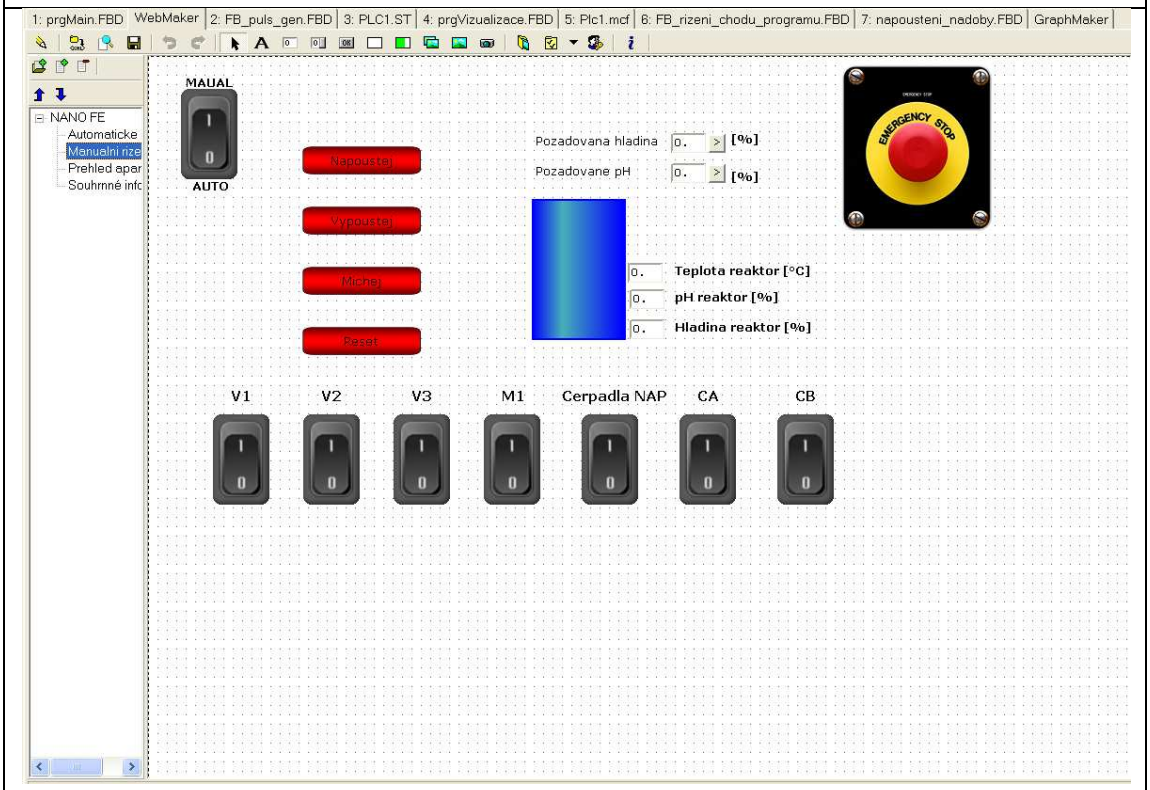
- **WebMaker**

  Nástroj WebMaker umožňuje rychlé vytvoření vizualizace řízené technologie prostřednictvím webových stránek pro systémy Tecomat s implementovaným webovým serverem, což je náš případ. U systému bez webserveru lze tohoto nástroje využít pro vizualizaci v prostředí MOSAIC. Do vizualizace je možné vkládat základní prvky, jako dvoustavové obrázky, pole pro zadávání hodnot proměnných, sloupce, jejichž rozměr je ovládaný proměnou („progress bar“), statické obrázky ba dokonce obraz z IP kamery.
  Okno aplikace s rozpracovanou vizualizací je uvedeno na ***obrázku 8.1***

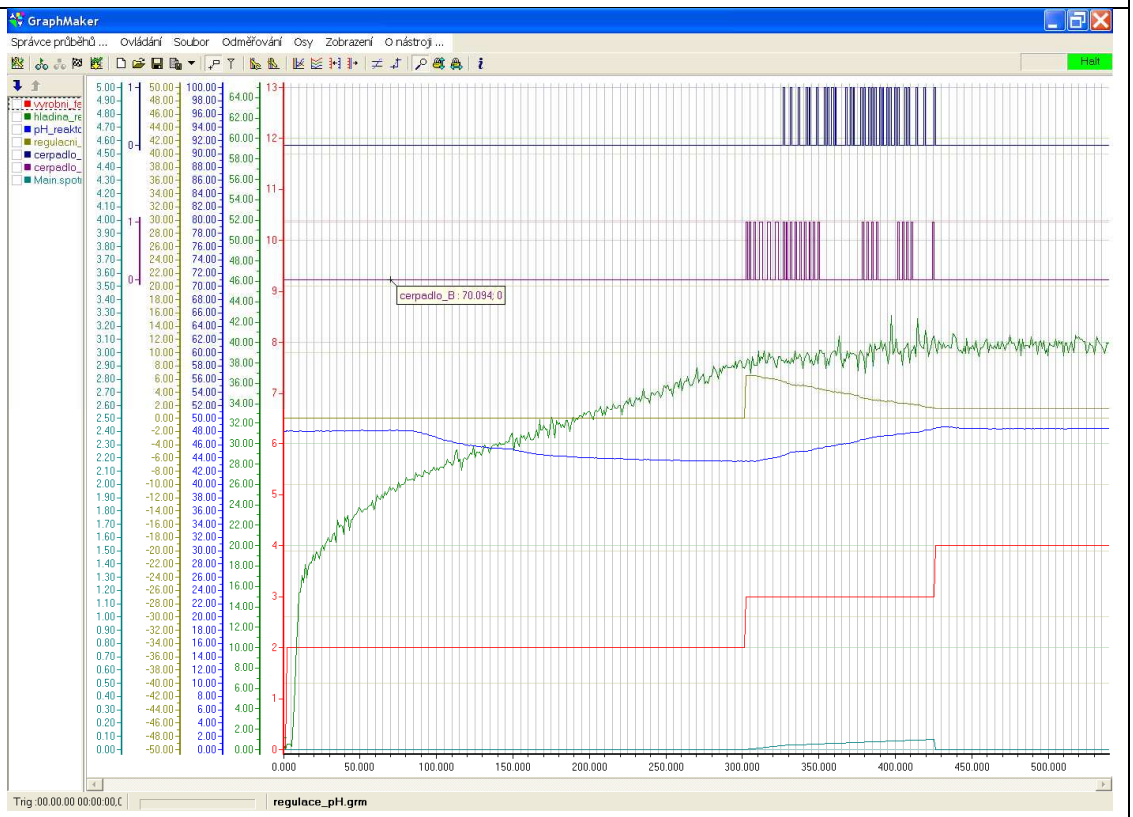
- **GraphMaker**

Nástroj umožňuje zobrazení průběhů vybraných proměnných offline i v reálném čase. Najednou je možné sledovat až 16 proměnných (funkce digitálního osciloskopu). Perioda vzorkování je nastavitelná, nejkratší perioda je dána periodou komunikace. Dále je k dispozici logický analyzátor. Získané průběhy lze snadno exportovat a dále zpracovávat. Okno aplikace s průběhem proměnných při testování regulace pH je uvedeno na ***obrázku 8.2***

Obr. 8.1 Okno nástroje WebMaker



Obr. 8.2 Okno nástroje GraphMaker



8.2. Programování podle normy IEC 61 131-3

Program pro PLC je psán podle normy IEC 61 131-3. Ta definuje programovací jazyky, standardizované pro průmyslovou automatizaci.

V principu má dvě základní části:

- Společné prvky
- Programovací jazyky

Ve společných prvcích jsou specifikovány typy dat, proměnné, konfigurace zdroje a úlohy a programové organizační jednotky (POU ***P**rogram **O**rganization **U**nit*).

Norma definuje dva základní typy programovacích jazyků a to textové a grafické jazyky.

Textové jazyky:

IL - **(*I**nstruction **L**ist*)** jazyk seznamu instrukcí

ST - **(*S**tructured **T**ext*)** jazyk strukturovaného textu

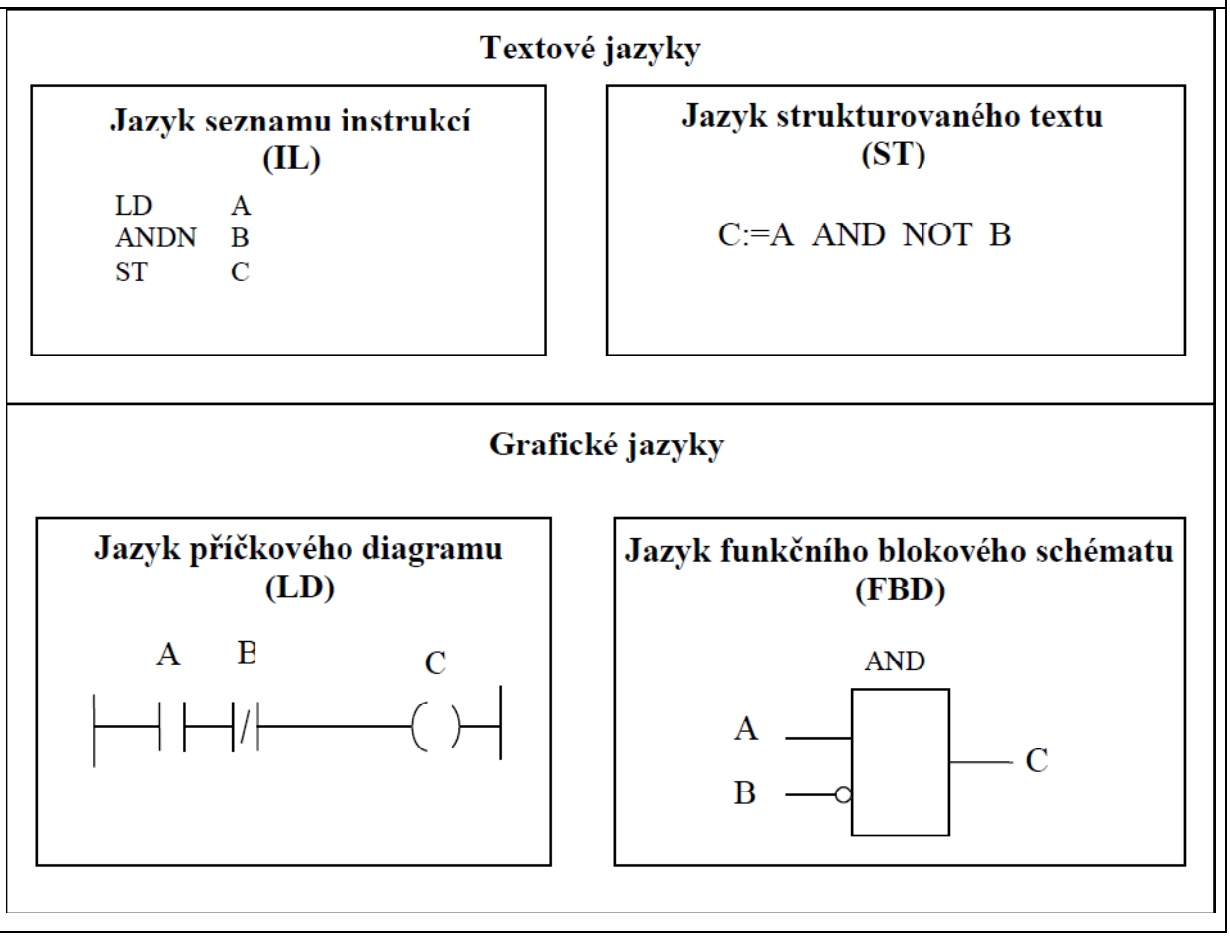
Grafické jazyky:

LD – (***L**adder **D**iagram*) jazyk žebříčkového diagramu (jazyk kontaktních schémat)

FBD - (***F**unction **B**lock **D**iagram*) jazyk funkčního blokového schématu

Pro ilustraci jednotlivých jazyků definovaných normou je na ***obrázku 8.3*** uvedena reprezentace funkce logického součinu proměnné A a negace proměnné B, výsledek je uložen do proměnné C.

Obr. 8.3 Reprezentace funkce C = A AND NOT B v různých jazycích



Program pro PLC bude psán hlavně v jazyku ***FBD*** a dále pak ***ST***. ***FBD*** jazyk funkčního blokového schéma je velmi blízký procesnímu průmyslu, vyjadřuje chování funkcí, funkčních bloků a programů jako soubor vzájemně provázaných grafických bloků. Je to v podstatě určitý systém prvků, které zpracovávají signály. Lze tedy na něj nahlížet jako na elektrický obvodový diagram. Jeho výhodou je tedy dobrá

„čitelnost“. Za podmínky znalosti funkce jednotlivých funkčních bloků je i pro přímo nezasvěcenou osobu možné získat představu o „průchodu“ signálů a jejich zpracování v ***POU***.

ST jazyk strukturovaného textu je velmi výkonný vyšší programovací jazyk, který vychází ze známých jazyků Pascal, C adt. Obsahuje všechny moderní prvky programovacího jazyka, včetně větvení (IF – THEN – ELSE a CASE OF) a iterační smyčky (FOR, WHILE, REPEAT). Takovéto konstrukce zpravidla není možné tvořit v jazyce ***FBD***. ***ST*** je vhodný pro definování komplexních funkčních bloků, které pak mohou být použity v jakémkoli jiném programovacím jazyku.
Pochopitelně program napsaný v jazyce ***ST*** již není tak „snadno čitelný“ jako v případě ***FBD***, k jeho pochopení je nutné znát význam základních syntaxí používaných ve výše uvedených „klasických“ programovacích jazycích.

8.3. Koncepce a organizace programu

Program je psán postupem **Botton-up** (odspodu-nahoru). Filozofií tohoto postupu je tvorba jednotlivých uživatelských ***POU***, funkční bloky (FB ***F****unction* ***B****lock)* a programy, které částečně řeší řízení dané aplikace. Tento postup je výhodný, protože umožňuje průběžné testování a ladění programu. Snadněji se odhalují chyby nežli v případě rozsáhlého kompaktního kódu. Takto vytvořené ***POU*** jsou v dalších nadřazených ***POU*** spojovány a rozšiřovány, čímž je nakonec sestaven program řešící celkový algoritmus řízení.

8.4. Hlavní funkční bloky programu

8.4.1. Řízení napouštění

Popis funkce FB napouštění nádoby

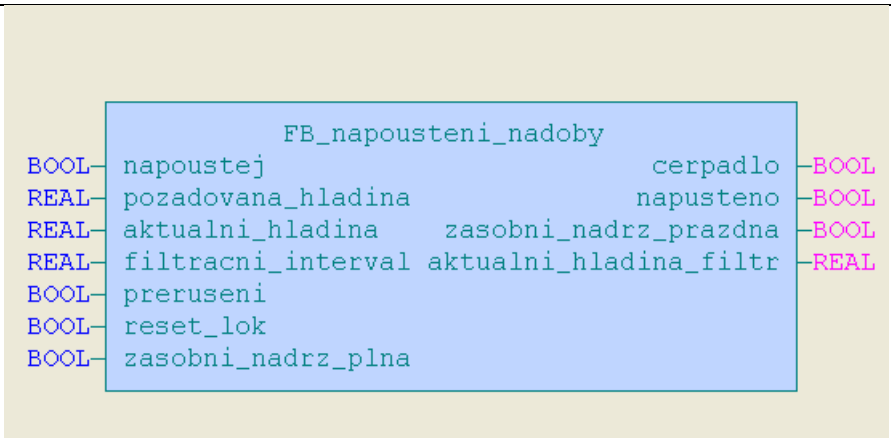
FB zajišťuje napouštění nádoby na požadovanou výšku sloupce kapaliny (objem). Výška vodního sloupce je reprezentována proměnou aktuální hladina, jde o údaj z tlakového senzoru. Tento signál je přiveden na vstup filtru, jehož úkolem je potlačit šum. Šum je zajisté tvořen několika složkami, na jedné straně šum samotného

senzoru (vnitřní obvody zpracovávající měronosný signál, např.: A/D a D/A převodník) na straně druhé u analogové karty PLC, daný šumem A/D převodníku. Majoritně také hrozí pronikání síťové frekvence (použit twistovaný kabel) Použit je filtr z knihovny SignalAdapt_V10 popsaný jako filtr 1. řádu pro analogové měření. Parametr filtru „filtrační interval“ byl experimentálně nastaven na hodnotu 1000 (odpovídá 1s). Filtr v podstatě provádí průměrování měronosného signálu v intervalu 1s. Potlačuje tedy rychlé změny měronosného signálu. Toto potlačení by mohlo způsobit problém, pokud by se reálná snímaná veličina měnila s vysokou frekvencí, to ale v našem případě nehrozí. Změna výšky hladiny, tedy snímaného tlaku, je pomalá.

Použít by se dal také mediánový filtr, který vezme z definovaného intervalu medián. Mediánový filtr je vhodný pro odstranění náhodného šumu. Jeho výpočet ale přirozeně zavede jisté zpoždění (setřídění hodnot v intervalu podle velikosti a výběr mediánu). V našem případě by se ale díky pomalým změnám sledované veličiny dal také použít.

Na ***obrázku 8.4*** je zobrazeno rozhraní ***FB*** včetně typu proměnných. Proměnné jsou blíže specifikovány v ***tabulce 8.1***. Je uveden přípustný rozsah a popis specifikující význam jednotlivých proměnných.

Obr. 8.4 FB napouštění nádoby – rozhraní FB

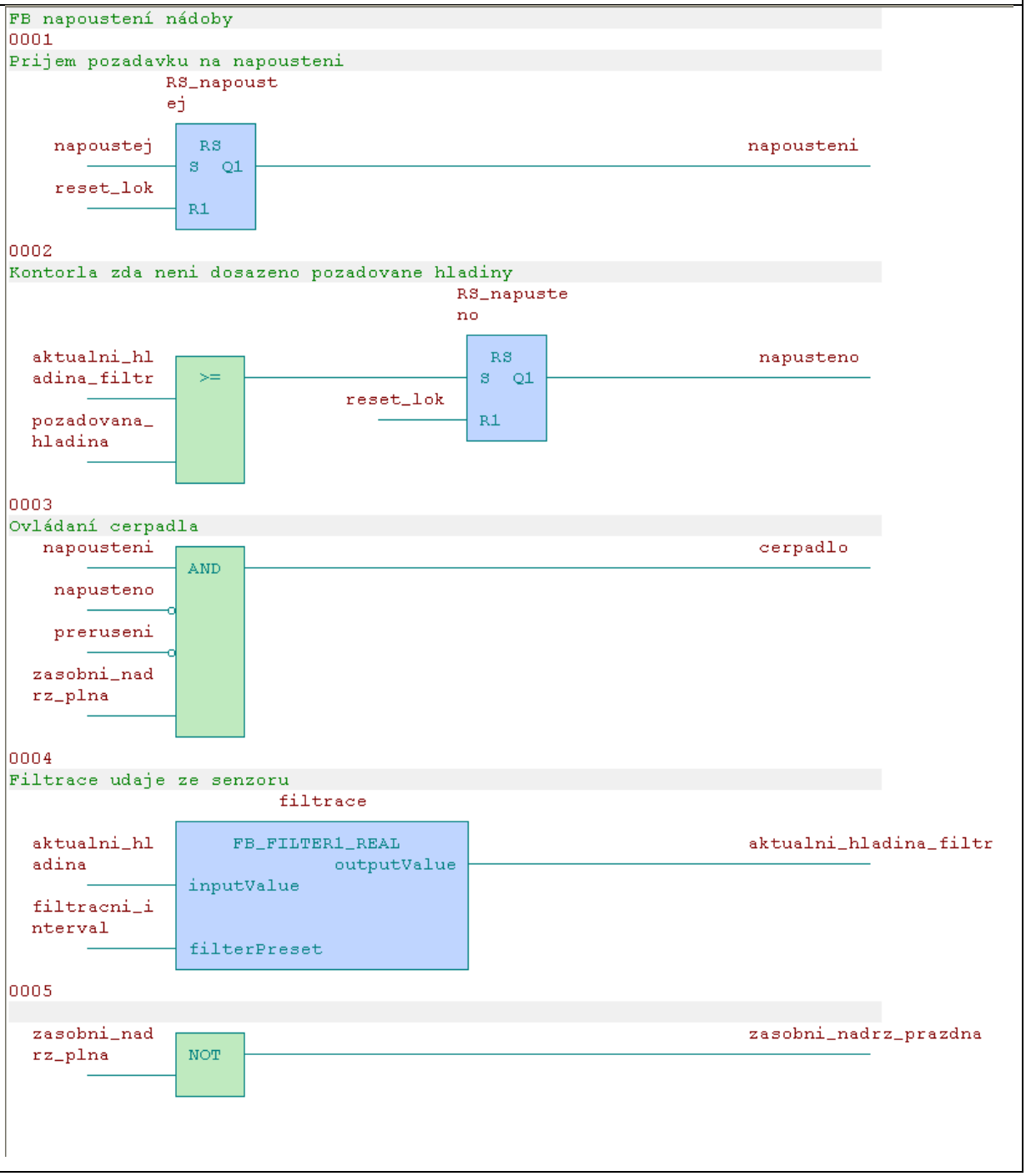


Tab. 8.1 FB řízení napouštění - přehled I/O proměnných	
Vstupní proměnné	
Proměnná	*Popis*
Napouštěj	Příkaz pro spuštění napouštění (detekce hrany)
Požadovaná hladina	Hladina, na kterou se má nádoba napustit
Aktuální hladina	Údaj z hladinového senzoru
Filtrační interval	Filtrační interval pro nastavení filtru filtrujícího údaj z hladinového senzoru
Přerušení	Umožňuje přerušení napouštění a jeho opětovné spuštění, pokud nebylo dosaženo požadované hladiny
Reset lok	Na náběžnou hranu se provede reset vnitřních proměnných FB
Zásobní nádrž plná	Vstup pro proměnnou deklarující, že v zásobních nádržích je přítomen dostatek roztoku

Výstupní proměnné	
Čerpadlo	Proměnná ovládající akční člen (čerpadlo/ventil)
Napuštěno	Nádrž je napuštěna na požadovanou hladinu
Zásobní nádrž prázdná	Je nutné naplnit zásobní nádrže

Program v jazyce ***FBD*** na ***obrázku 8.5*** zajišťuje požadovanou funkčnost ***FB*** napouštění nádoby. Jazyk ***FBD*** byl zvolen, protože se obejdeme bez větvení a iteračních smyček. Funkci jednotlivých obvodů (netů) objasňují komentáře.

Obr. 8.5 FB napouštění nádoby – program FBD



Na ***grafu 8.1*** je zobrazen průběh proměnných při testování ***FB*** napouštění nádoby, požadavkem je napustit reaktor na 40% (4l).

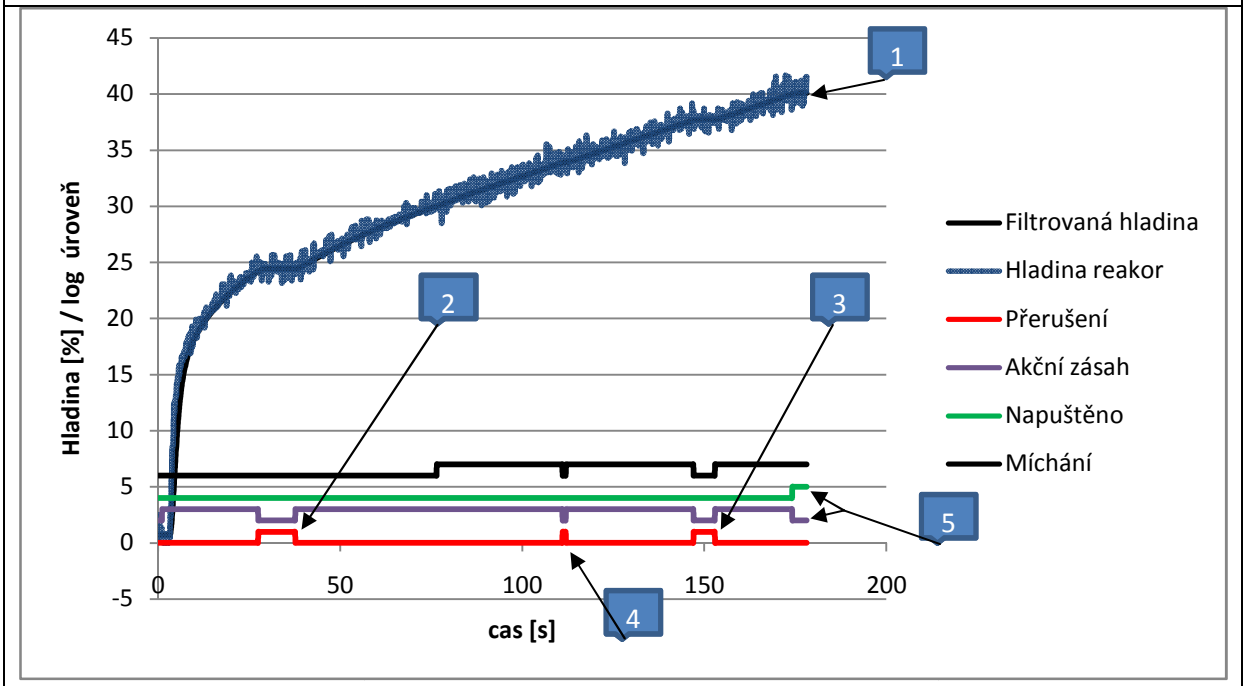
Rozbor grafu:

Výstup ze senzoru hladiny je zatížen výrazným šumem (patrně dáno velkou citlivostí a malým rozsahem senzoru) proto bylo na místě použít filtraci. Na grafu je pro

porovnání znázorněn jak původní signál ze senzoru (Hladina reaktor), tak i filtrovaný signál (Filtrovaná hladina). Použit byl filtr 1. řádu pro analogové měření (tedy charakter dolní propusti). Filtrace umožnila přesné dosažení požadované hladiny (šipka 1).

Dále bylo testováno chování bloku na signál přerušení. Ten je způsoben např. stiskem HW tlačítka **TOTAL STOP** (šipka 2 a 3) nebo zastavením z vizualizace (šipka 4). Při příjmu přerušení dojde k odstavení všech akčních členů (Akční zásah) a FB „čeká“ na spádovou hranu na přerušení. Po ní pokračuje napouštění nádoby až do dosažení požadované hladiny. Dokončení napouštění indikuje proměnná **napusteno** (šipka 5).

Graf 8.1 FB napouštění nádoby – testování funkce FB



8.4.2. Kontrola napouštění

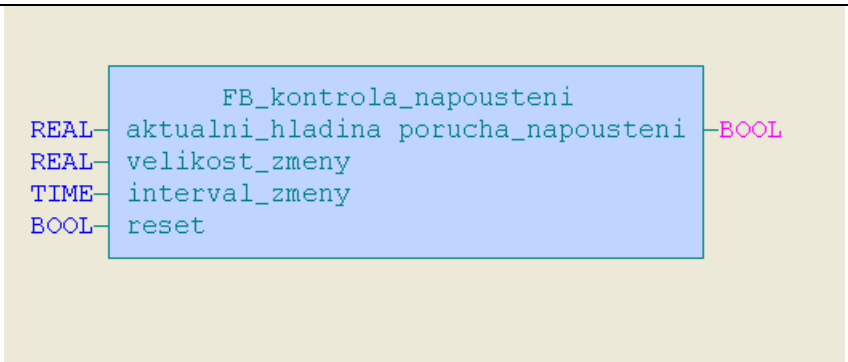
<u>Popis funkce FB kontrola napouštění</u>

FB slouží ke kontrole průběhu napouštění, má odhalit případné poruchy napouštění, jako je nefunkčnost akčního členu (čerpadla / ventilu), zanesení potrubí, poruchu tlakového senzoru atd. Detekce této poruchy je řešena tak, že se cyklicky kontroluje, zda po uplynutí časového intervalu, definovaného v proměnné ***interval_zmeny***,

dojde k zvýšení hodnoty proměnné ***aktualni_hladina*** minimálně o hodnotu definovanou v proměnné ***velikost_zmeny*** oproti stavu na začátku kontrolního intervalu**.** Rozhraní ***FB*** s typem proměnných je uvedeno na ***obrázku 8.6*** , specifikace proměnných pak dále v ***tabulce 8.2***

Výsledná implementace kódu řešícího tuto funkčnost je patrná z ***obrázku 8.7***.

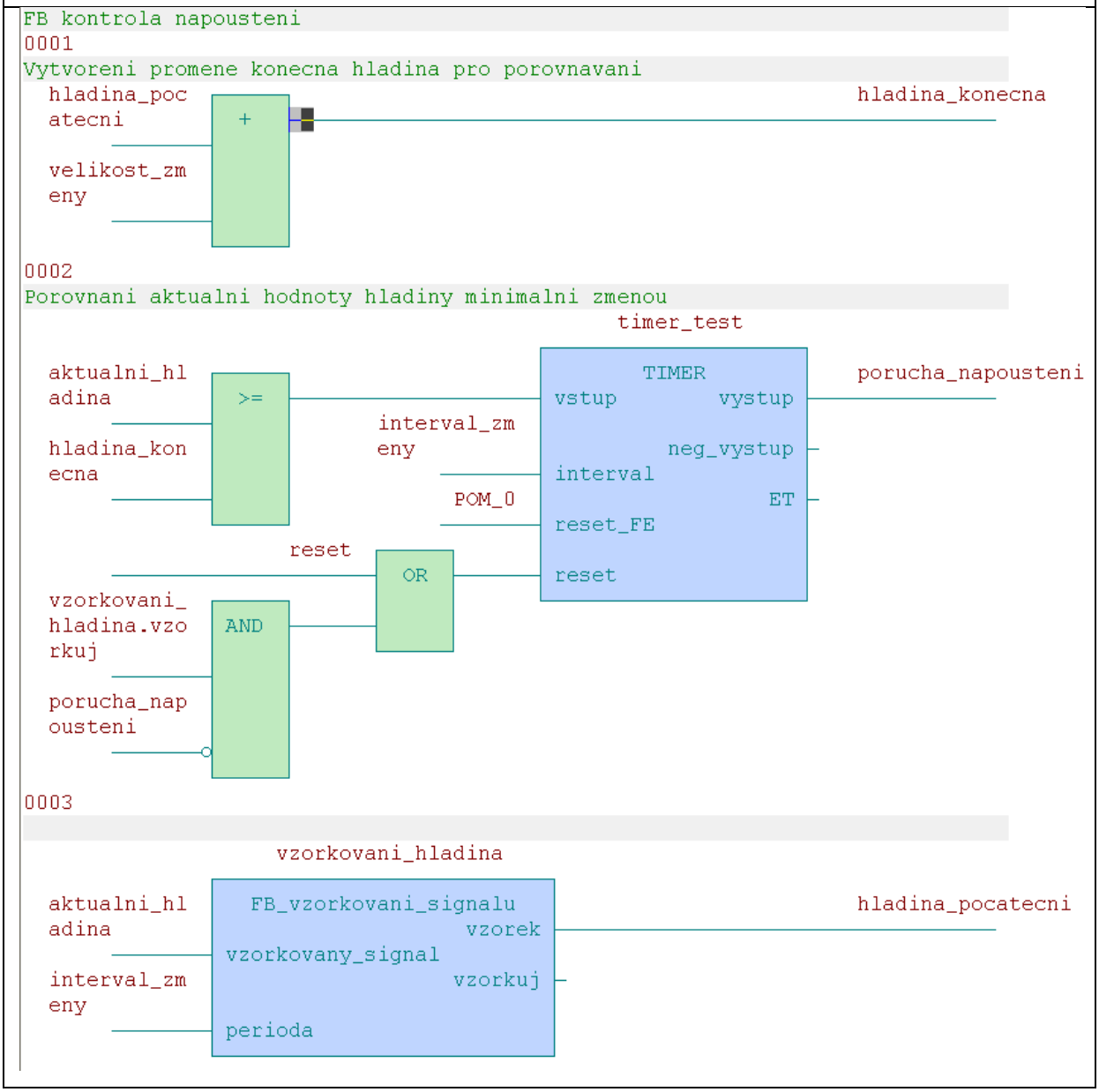
Obr. 8.6 FB kontrola napouštění – rozhraní FB



Tab. 8.2 FB kontrola napouštění - přehled I/O proměnných

Vstupní proměnné	
Proměnná	*Popis*
aktualni_hladina	Údaj z hladinového senzoru
velikost_zmeny	Velikost změny hladiny, ke které musí dojít během nastaveného intervalu, jinak je indikována porucha
interval_zmeny	Časový interval, během něhož musí dojít k nastavené minimální změně sledované hladiny
reset	Reset vnitřních proměnných FB
Výstupní proměnné	
porucha_napousteni	Indikuje poruchový stav napouštění, který může být způsoben více příčinami, jako nefunkčnost akčního členu (čerpadlo, el. ventil), ucpání potrubí, porucha hladinového snímače.

Obr. 8.7 FB kontrola napouštění – program FBD



8.4.3. Regulace pH

Popis algoritmu regulace pH

Vytvořený regulátor má proporcionální charakter. Vzhledem k dříve popsanému exponenciálnímu charakteru pH, bylo nutné vytvořit regulátor, u kterého je možné měnit velikost proporcionální složky v závislosti na velikosti regulační odchylky. Primárním experimentem bylo zjištěno, že počáteční hodnota pH výchozí směsi je cca 5.9, optimální hodnota pH je 7. Regulace byla rozdělena do dvou fází, první fáze

(velký rozdíl od optimální hodnoty) pH z intervalu $(x, 6.2\rangle$ 6.2, druhá fáze (doregulování) pH mezi $(6.2, 7\rangle$. Výsledné chování regulátoru je dáno dvojicí parametrů a to :

- P_slozka_A(B) - ovlivňuje „razanci“ s jakou regulátor reaguje na odchylku
- posun_min_prodlevy_A(B) - ovlivňuje maximální možnou frekvenci výstupního pulzního signálu ovládajícího dávkovací čerpadlo B (akční zásah).

Popis funkce FB regulace pH

Úkolem ***FB*** je regulace pH v reaktoru, dále je mu podřízen ***FB*** redukce, který se stará o dávkování redukčního činidla. FB_regulace_pH generuje obdélníkový signál s proměnou frekvencí (proměnná **akcni_zasah**), kterým je řízen chod dávkovacího čerpadla. Pokud je pH vyšší, nebo rovno 6.2 je aktivován podřízený FB redukce, k tomu slouží výstupní proměnná **povoleni_davkovani_NaBH4**. Význam dalších proměnných je popsán níže v ***tabulce 8.3.*** *Výkonný kód funkčního bloku* je napsán v jazyce ***ST***, vzhledem k rozsahu je uveden až v ***příloze 14.2***.

Obr. 8.8 FB regulace pH – rozhraní FB

Tab. 8.3 FB řízení napouštění - přehled I/O proměnných

Vstupní proměnné	
Proměnná	*Popis*
pH_reaktor	Hodnota pH v reaktoru
beh_regulace	Spuštění regulace

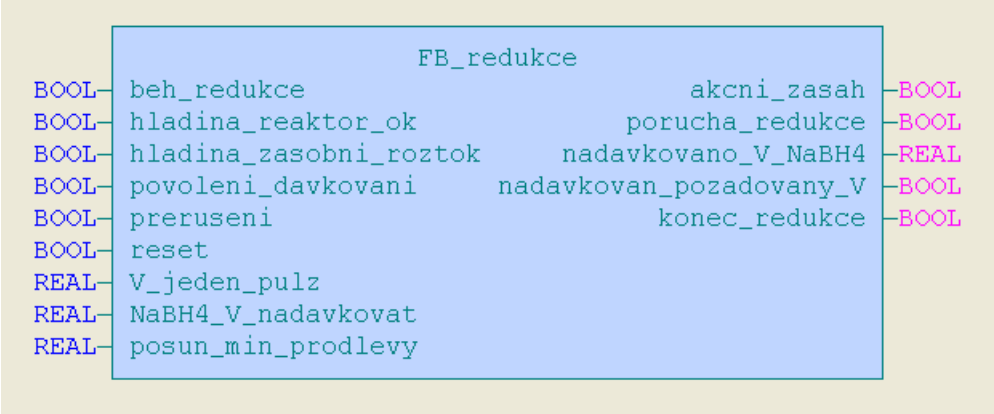
hladina_reaktor_ok	Zda nehrozí přetečení reaktoru
hladina_zasobni_roztok	Dostatek roztoku NaOH
preruseni	Přerušení činnosti FB
reset	Reset proměnných FB
pH_min	Hodnota pH, od které se povoluje redukce
pH_prah	Prahová hodnota pH pro změnu parametrů regulátoru
pH_opt	Optimální hodnota pH pro reakci
minimalni_sirka_pulzu	Parametr pulzního výstupu
minimalni_prodeleva_mezi_pulzy	Parametr pulzního výstupu
V_jedn_pulz	Objem jedné dávky DČ
NaOH_V_max	S jakou rezervou v reaktoru je počítáno pro roztok NaOH [L]
P_slozka_A	Zesílení v první fázi regulace
P_slozka_B	Zesílení v druhé fázi regulace
posun_min_prodlevy_A	Parametr pulzního výstupu
posun_min_prodlevy_B	Parametr pulzního výstupu
Výstupní proměnné	
Proměnná	*Popis*
povoleni_davkovani_NaBH4	Povolovací povel pro spouštění redukce
akcni_zasah	Proměnná ovládající dávkovací čerpadlo
porucha_regulace	Během regulace byl detekován poruchový stav
faze_regulace	V jaké fázi regulace pH se nacházíme
regulacni_odchylka	pH_reaktor - pH_opt
min_pH_behem_regulace	Změřená nejnižší hodnota pH
max_pH_behem_regulace	Změřená nejvyšší hodnota pH
nadavkovano_NaOH	Celková spotřeba roztoku
prekroceni_teor_V_NaOH	Překročení předpokládaného objemu, potřebného pro regulaci pH

8.4.4. Redukce

Popis funkce FB redukce

Funkční blok řídí dávkování redukčního činidla, je přímo podřízen ***FB*_regulace_pH,** ten v případě, že pH je v přípustném intervalu, povolí dávkování redukčního činidla. Nadávkování objemu redukčního činidla daného parametrem **NaBH4_nadavkovat** indikuje FB proměnou **nadavkovan_pozadovany_V,** po uplynutí 20 minut (na dokončení redukce) od dokončení dávkování naběhne proměnná **konec_redukce.** Poté je možný přechod do fáze vypouštění reaktoru. Význam zbylých proměnných objasňuje ***tabulka 8.X***. *Funkční blok* je napsán opět v jazyce ***ST*,**kód je obsahem ***přílohy 14.3*.**

Obr. 8.9 FB redukce – rozhraní FB



Tab. 8.4 FB redukce - přehled I/O proměnných

Vstupní proměnné	
Proměnná	*Popis*
beh_redukce	Spouštění FB
hladina_reaktor_ok	Nehrozí přetečení reaktoru
hladina_zasobni_roztok	Spodní hladina v barelu s roztokem $NaBH_4$
povoleni_davkovani	pH je přípustné, možné dávkovat $NaBH_4$
preruseni	Přerušení FB
reset	Reset proměnných FB
V_jeden_pulz	Objem jednoho pulzu DČ

NaBH4_V_nadavkovat	Kolik se má celkově nadávkovat
posun_min_prodlevy	Parametr ovlivňující frekvenci pulzního výstupu
Výstupní proměnné	
akcni_zasah	Proměnná ovládající dávkovací čerpadlo
porucha_redukce	Během redukce byl detekován poruchový stav
nadavkovano_V_NaBH4	Kolik už bylo nadávkováno redukčního činidla
nadavkovan_pozadovany_V	Konec dávkování redukčního činidla
konec_redukce	Dokončení redukce po nadávkování stanoveného objemu a uplynutí stanovené doby

8.4.5. Řízení chodu programu, stavy aparatury

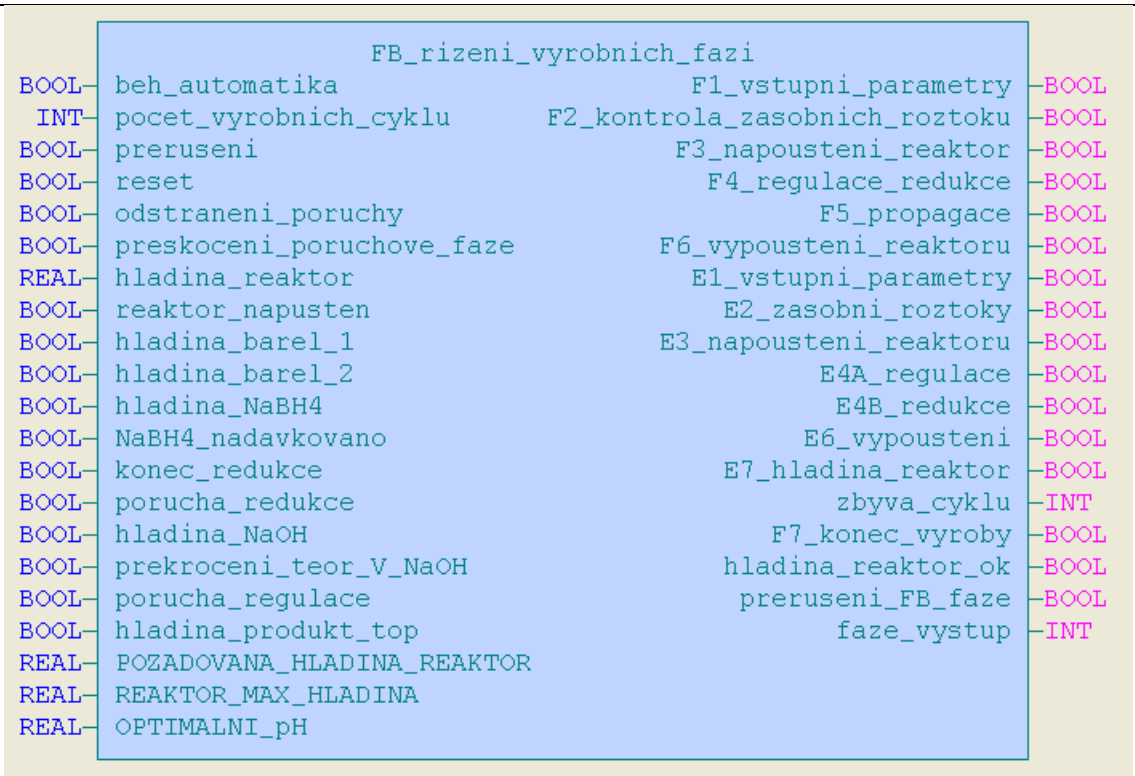
Popis funkce FB řízení výrobních fází

Tento *funkční blok* řídí chod programu, kontroluje podmínky pro přechod mezi výrobními fázemi a na základě aktuální situace spouští nebo pozastavuje činnost podřízených funkčních bloků. Tomuto FB jsou přímo podřízeny ***FB***:

- FB_napousteni_nadoby
- FB_regulace_pH
- FB_redukce

Vazba je obousměrná, také zpracovává stavové informace z podřízených ***FB***. Zajišťuje také detekci poruchových stavů. Význam jednotlivých fází, poruch a propojujících proměnných je zřejmý z **tabulky 8.5**. *Funkční blok* je napsán opět v jazyce ***ST*****,** kód je obsahem ***přílohy 14.4*****.**

Obr. 8.10 FB řízení výrobních fází – rozhraní FB



Tab. 8.5 FB řízení napouštění - přehled I/O proměnných	
Vstupní proměnné	
Proměnná	*Popis*
beh_automatika	Spuštění automatického chodu aparatury
pocet_vyrobnich_cyklu	Požadovaný počet výrobních cyklů
preruseni	Přerušení činnosti FB
reset	Povel k resetování proměnných FB
odstraneni_poruchy	Operátor potvrzuje, že detekovaná porucha byla odstraněna. FB provede znovu kontrolu podmínek příslušné fáze. Pokud jsou splněny, program pokračuje dál, v opačném případě opět návrat do poruchového stavu.
preskoceni_poruchove_faze	Operátor dá povel k přeskočení poruchové

	fáze. Dojde k přechodu k následující fázi.
hladina_reaktor	Signál z analogového senzoru hladiny v reaktoru (používán již filtrovaný signál)
reaktor_napusten	Informace o dokončení napouštění reaktoru, z FB_napousteni_nadoby
hladina_barel_1	Údaj z hladinového čidla v barelu 1
hladina_barel_2	Údaj z hladinového čidla v barelu 2
hladina_NaBH4	Údaj z hladinového čidla v barelu s roztokem redukčního činidla
NaBH4_nadavkovano	Informace o tom, že byl nadávkován stanovený objem NaBH4 (generuje FB_redukce)
konec_redukce	Informace o dokončení redukce (generuje FB_redukce)
porucha_redukce	Porucha při redukci (generuje FB_redukce)
hladina_NaOH	Údaj z hladinového čidla v barelu s roztokem pro regulaci pH
prekroceni_teor_V_NaOH	Informace o tom, že spotřeba roztoku na regulaci překročila předpoklad
porucha_regulace	Porucha při regulaci (generuje FB_regulace_pH)
hladina_produkt_top	Čidlo horní hladiny v barelu na produkt
POZADOVANA_HLADINA_REAKTOR	(**Primární parametr technologie**) Kolik výchozího roztoku se má do reaktoru napustit na začátku technologie
REAKTOR_MAX_HLADINA	(**Primární parametr technologie**) Maximální přípustná hladina v reaktoru, která se nesmí překročit
OPTIMALNI_pH	(**Primární parametr technologie**) Požadovaná hodnota pH pro optimální průběh reakce

Výstupní proměnné	
Proměnná	*Popis*
F1_vstupni_parametry	Fáze kontroly přípustnosti primárních parametrů, a požadovaného počtu výrobních cyklů
F2_kontrola_zasobnich_roztoku	Kontroluje se, zda je aparatura připravena k spuštění výroby
F3_napousteni_reaktor	V této fázi je spuštěno napouštění reaktoru na hladinu danou primárním parametrem POZADOVANA_HLADINA_REAKTOR (FB_napousteni_nadoby)
F4_regulace_redukce	Po napuštění reaktoru spuštění funkčních bloků FB_regulace_pH a FB_redukce
F5_propagace	Dokončeno dávkování redukčního činidla, čeká se na konec redukce
F6_vypousteni_reaktoru	Povel k vypuštění reaktoru
F7_konec_vyroby	Indikuje úspěšné dokončení požadovaného počtu výrobních cyklů
E1_vstupni_parametry	Zadána nepřípustná hodnota některého ze vstupních parametrů
E2_zasobni_roztoky	Nedostatek některého ze zásobních roztoků, nebo reaktor není prázdný
E3_napousteni_reaktoru	Při napouštění reaktoru došlo k poruše (zanesený ventil, ucpaná hadička /porušená)
E4A_regulace	Detekována chyba při regulaci (došel roztok NaOH)
E4B_redukce	Detekována chyba při redukci (nedostatek roztoku $NaBH_4$)
E6_vypousteni	Dekována porucha při vypouštění (zanesený elektroventil)
E7_hladina_reaktor	Vysoká hladina v reaktoru, hrozící přetečení
zbyva_cyklu	Zbývající počet výrobních cyklů

hladina_reaktor_ok	Hladina v reaktoru je přípustná, blokovací proměnná pro povolení dávkování
preruseni_FB_faze	Příkaz k přerušení činnosti podřízených FB v případě, že byl detekován některý z výše popsaných poruchových stavů
faze_vystup	Identifikace fáze pro účely zobrazení v nástroji GraphMaker

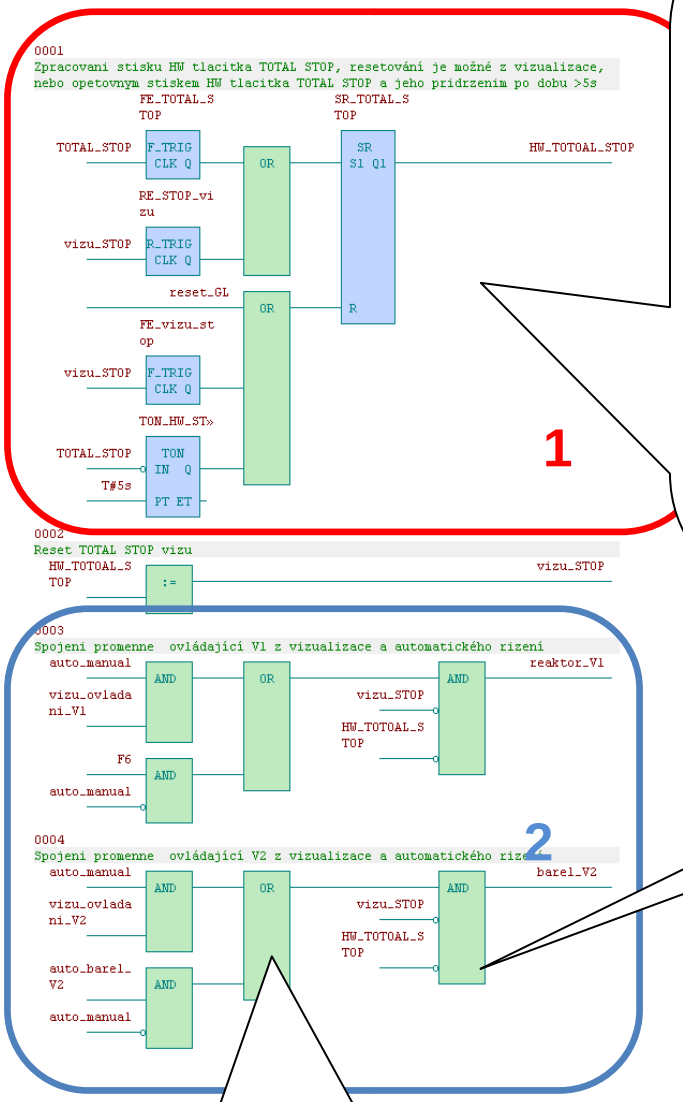
8.4.6. Prezentace použití funkčních bloků v programu

Zde je pro ilustraci uvedeno použití výše popsaných ***FB* v programu prgMain.** Kód v programu **prgMain** celkově řeší řízení aparatury, pouze proměnné pro vizualizaci jsou zpracovány odděleně v programu **prgVizualizace**.

V kódu jsou vyznačeny významné úseky a u těch, které nebyly specifikovány dříve, je popsána jejich funkce.

Úseky programu:

1. Zpracování příkazu TOTAL STOP
2. Zpracování automatického řízení akčních členů a jejich řízení z vizualizace v manuálním režimu. Provedení blokování v případě detekce TOTAL STOP
3. Příjem změn primárních parametrů zadaných z vizualizace
4. Použití funkčního bloku FB_rizeni_vyrobnich_fazi
5. Použití funkčního bloku FB_regulace_pH
6. Použití funkčního bloku FB_redukce



Zpracování příkazu TOTAL STOP

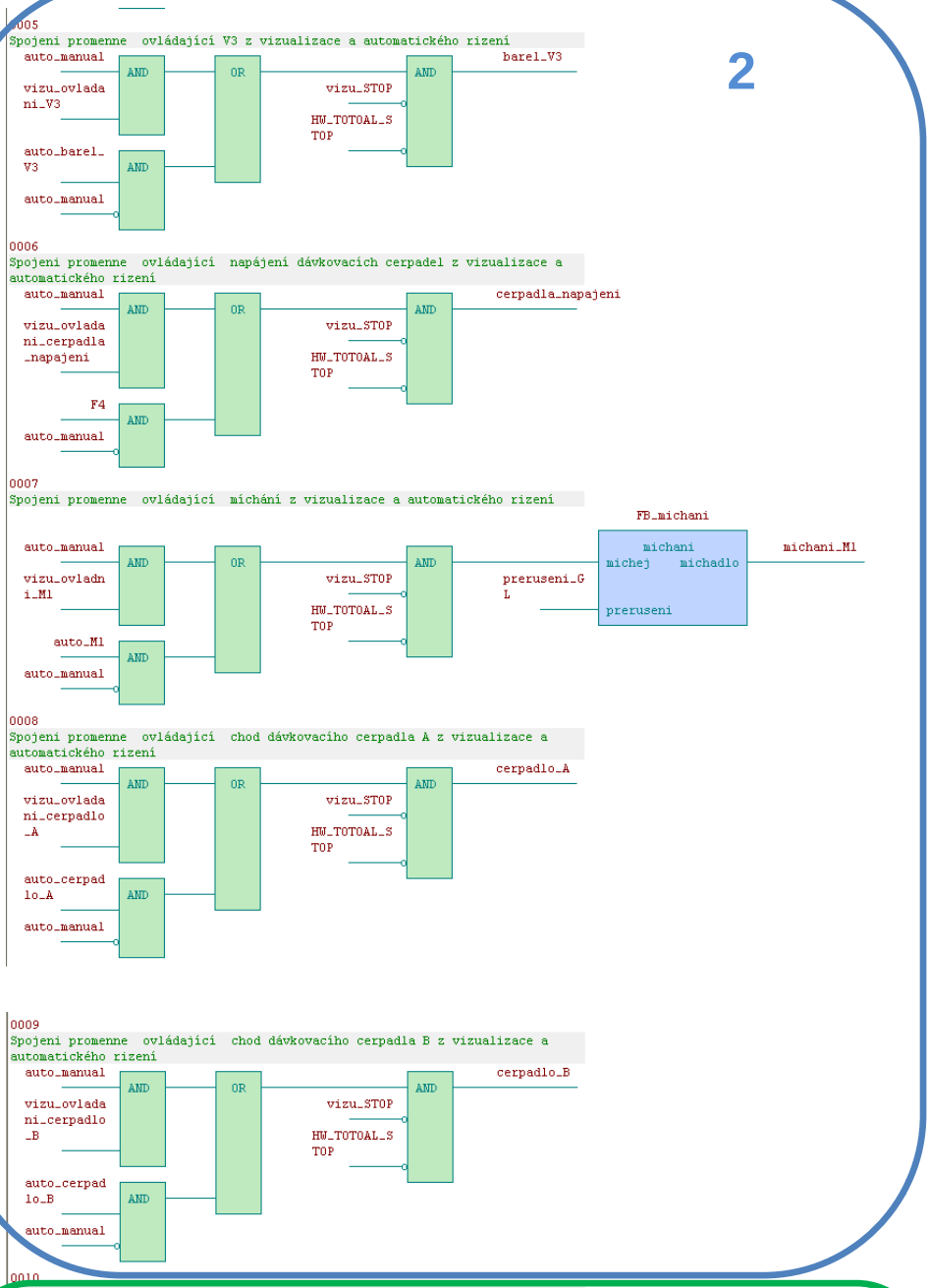
Zde se zpracovává příkaz k zastavení z vizualizace a daný stiskem HW tlačítka na konstrukci aparatury. Při detekci příkazu uvede program aparaturu do bezpečného stavu. Všechny akční členy a jejich napájení je vypnuté.

Automatické řízení aparatury po odstavení je možné opětovně spustit přidržením HW tlačítka T.S. po dobu 5s, nebo z vizualizace

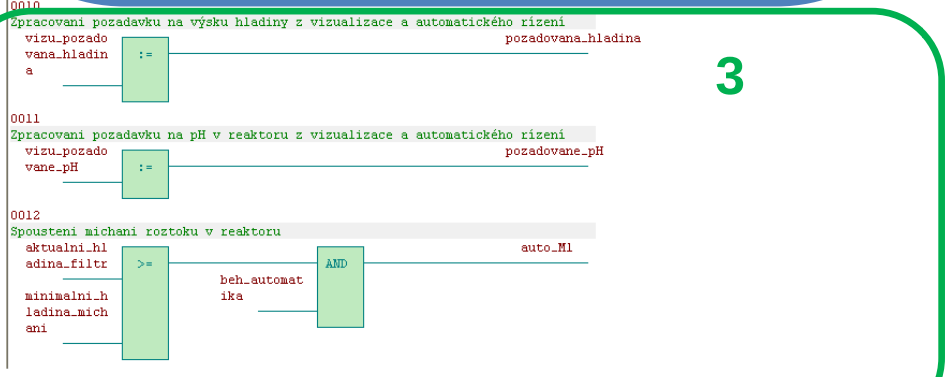
Blokování akčního členu v případě odstavení

Propojení automatického a manuálního řízení akčních členů.

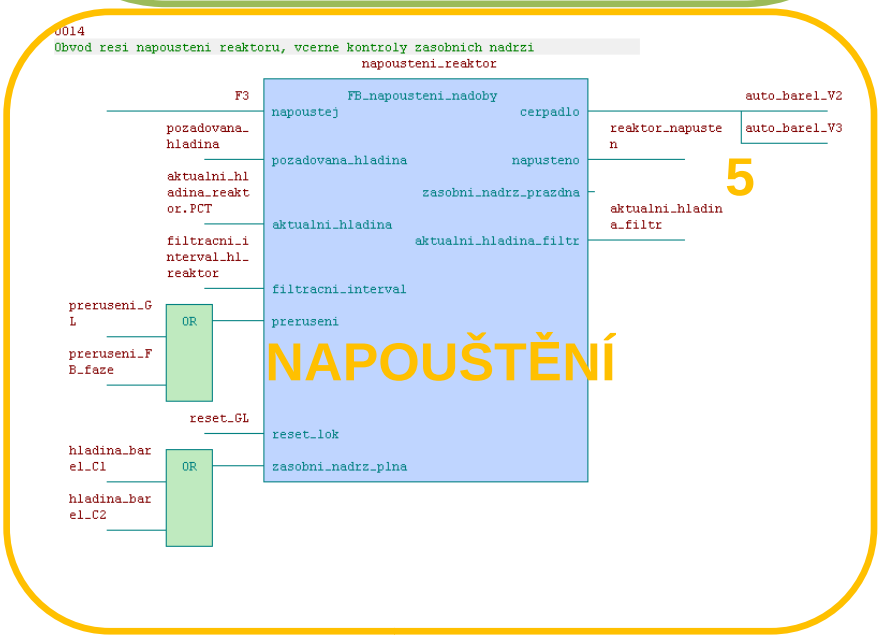
2

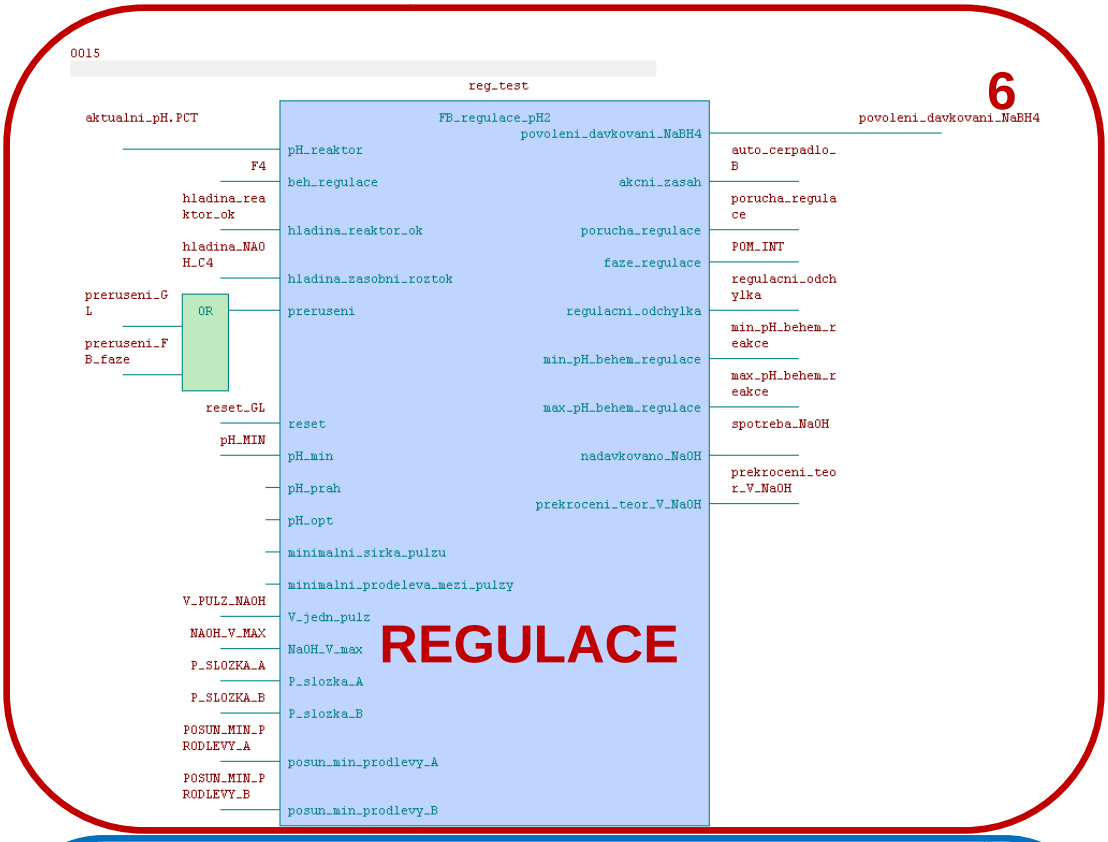

0005
Spojeni promenne ovládající V3 z vizualizace a automatického rizení
auto_manual
vizu_ovladani_V3
auto_barel_V3
auto_manual
AND
AND
OR
vizu_STOP
HW_TOTOAL_STOP
AND
barel_V3
0006
Spojeni promenne ovládající napájení dávkovacích cerpadel z vizualizace a automatického rizení
auto_manual
vizu_ovladani_cerpadla_napajeni
F4
auto_manual
AND
AND
OR
vizu_STOP
HW_TOTOAL_STOP
AND
cerpadla_napajeni
0007
Spojeni promenne ovládající míchání z vizualizace a automatického rizení
auto_manual
vizu_ovladani_M1
auto_M1
auto_manual
AND
AND
OR
vizu_STOP
HW_TOTOAL_STOP
AND
preruseni_GL
FB_michani
michani
michej
michadlo
preruseni
michani_M1
0008
Spojeni promenne ovládající chod dávkovacího cerpadla A z vizualizace a automatického rizení
auto_manual
vizu_ovladani_cerpadlo_A
auto_cerpadlo_A
auto_manual
AND
AND
OR
vizu_STOP
HW_TOTOAL_STOP
AND
cerpadlo_A
0009
Spojeni promenne ovládající chod dávkovacího cerpadla B z vizualizace a automatického rizení
auto_manual
vizu_ovladani_cerpadlo_B
auto_cerpadlo_B
auto_manual
AND
AND
OR
vizu_STOP
HW_TOTOAL_STOP
AND
cerpadlo_B

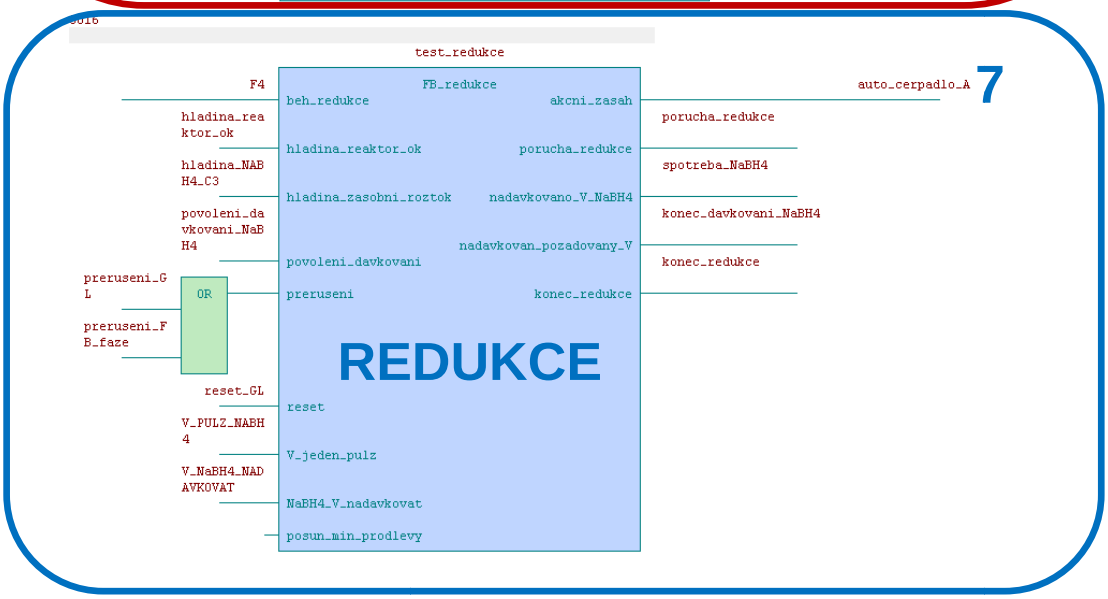
3


0010
Zpracovani pozadavku na výsku hladiny z vizualizace a automatického rizení
vizu_pozadovana_hladina
:=
pozadovana_hladina
0011
Zpracovani pozadavku na pH v reaktoru z vizualizace a automatického rizení
vizu_pozadovane_pH
:=
pozadovane_pH
0012
Spousteni michani roztoku v reaktoru
aktualni_hladina_filtr
minimalni_hladina_michani
>=
beh_automatika
AND
auto_M1

FB_rizeni_vyrobnich_fazi
beh_automatika
vizu_pocet_cyklu
preruseni_GL
reset_GL
vizu_porucha_odsranena
vizu_preskocit_poruchu
aktualni_hladina_filtr
reaktor_napusten
hladina_barel_C1
hladina_barel_C2
hladina_NABH4_C3
konec_davkovani_NaBH4
konec_redukce
porucha_redukce
hladina_NAOH_C4
prekroceni_teor_V_NaOH
porucha_regulace
hladina_produkt_C5
beh_automatika
pocet_vyrobnich_cyklu
preruseni
reset
odstraneni_poruchy
preskoceni_poruchove_faze
hladina_reaktor
reaktor_napusten
hladina_barel_1
hladina_barel_2
hladina_NaBH4
NaBH4_nadavkovano
konec_redukce
porucha_redukce
hladina_NaOH
prekroceni_teor_V_NaOH
porucha_regulace
hladina_produkt_top
POZADOVANA_HLADINA_REAKTOR
REAKTOR_MAX_HLADINA
OPTIMALNI_pH
F1_vstupni_parametry
F2_kontrola_zasobnich_roztoku
F3_napousteni_reaktor
F4_regulace_redukce
F5_propagace
F6_vypousteni_reaktoru
E1_vstupni_parametry
E2_zasobni_roztoky
E3_napousteni_reaktoru
E4A_regulace
E4B_redukce
E6_vypousteni
E7_hladina_reaktor
zbyva_cyklu
F7_konec_vyroby
hladina_reaktor_ok
preruseni_FB_faze
faze_vystup
F1
F2
F3
F4
F5
F6
porucha_E1
porucha_E2
porucha_E3
porucha_E4A
porucha_E4B
porucha_E6
porucha_E7
vizu_zbyva_cyklu
F7
hladina_reaktor_ok
preruseni_FB_faze
vyrobni_faze
4
ŘIZENI VÝROBNÍCH
FÁZI


0014
Obvod resi napousteni reaktoru, vcerne kontroly zasobnich nadrzi
napousteni_reaktor
FB_napousteni_nadoby
F3
napoustej
pozadovana_hladina
pozadovana_hladina
aktualni_hladina_reaktor.PCT
aktualni_hladina
filtracni_interval_hl_reaktor
filtracni_interval
preruseni_GL
preruseni_FB_faze
OR
preruseni
reset_GL
reset_lok
hladina_barel_C1
hladina_barel_C2
OR
zasobni_nadrz_plna
cerpadlo
napusteno
zasobni_nadrz_prazdna
aktualni_hladina_filtr
auto_barel_V2
auto_barel_V3
reaktor_napusten
aktualni_hladina_filtr
5
NAPOUŠTĚNÍ


0015
reg_test
6
FB_regulace_pH2
aktualni_pH.PCT
pH_reaktor
F4
beh_regulace
hladina_reaktor_ok
hladina_reaktor_ok
hladina_NAOH_C4
hladina_zasobni_roztok
preruseni_GL
preruseni_FB_faze
OR
preruseni
reset_GL
reset
pH_MIN
pH_min
pH_prah
pH_opt
minimalni_sirka_pulzu
minimalni_prodeleva_mezi_pulzy
V_PULZ_NAOH
V_jedn_pulz
NAOH_V_MAX
NaOH_V_max
P_SLOZKA_A
P_slozka_A
P_SLOZKA_B
P_slozka_B
POSUN_MIN_PRODLEVY_A
posun_min_prodlevy_A
POSUN_MIN_PRODLEVY_B
posun_min_prodlevy_B
povoleni_davkovani_NaBH4
akcni_zasah
porucha_regulace
faze_regulace
regulacni_odchylka
min_pH_behem_regulace
max_pH_behem_regulace
nadavkovano_NaOH
prekroceni_teor_V_NaOH
REGULACE
povoleni_davkovani_NaBH4
auto_cerpadlo_B
porucha_regulace
POM_INT
regulacni_odchylka
min_pH_behem_reakce
max_pH_behem_reakce
spotreba_NaOH
prekroceni_teor_V_NaOH


test_redukce
7
FB_redukce
F4
beh_redukce
hladina_reaktor_ok
hladina_reaktor_ok
hladina_NABH4_C3
hladina_zasobni_roztok
povoleni_davkovani_NaBH4
povoleni_davkovani
preruseni_GL
preruseni_FB_faze
OR
preruseni
reset_GL
reset
V_PULZ_NABH4
V_jeden_pulz
V_NaBH4_NADAVKOVAT
NaBH4_V_nadavkovat
posun_min_prodlevy
akcni_zasah
porucha_redukce
nadavkovano_V_NaBH4
nadavkovan_pozadovany_V
konec_redukce
REDUKCE
auto_cerpadlo_A
porucha_redukce
spotreba_NaBH4
konec_davkovani_NaBH4
konec_redukce

8.5. Vizualizace procesu - webové stránky

Vizualizace byla vytvořena v prostředí WebMaker. Systém je nastaven, aby rozlišoval tři základní typy uživatele, s různými úrovněmi oprávnění:

1. **Návštěvník**

   Nejnižší stupeň oprávnění, nemá umožněno zasahovat do chodu systému, s výjimkou odstavení stiskem TOTAL STOP. Tomuto typu uživatele je po přihlášení zobrazena stránka s přehledem aparatury.

2. **Operátor**

   Uživateli s tímto stupněm oprávnění jsou přístupné téměř všechny ovládací a nastavovací prvky. Může spustit jak automatický běh aparatury, tak i v případě potřeby ovládat aparaturu manuálně. Není mu umožněno měnit pouze primární parametry, kterými jsou:

   - Požadovaná hladina
   - Optimální pH

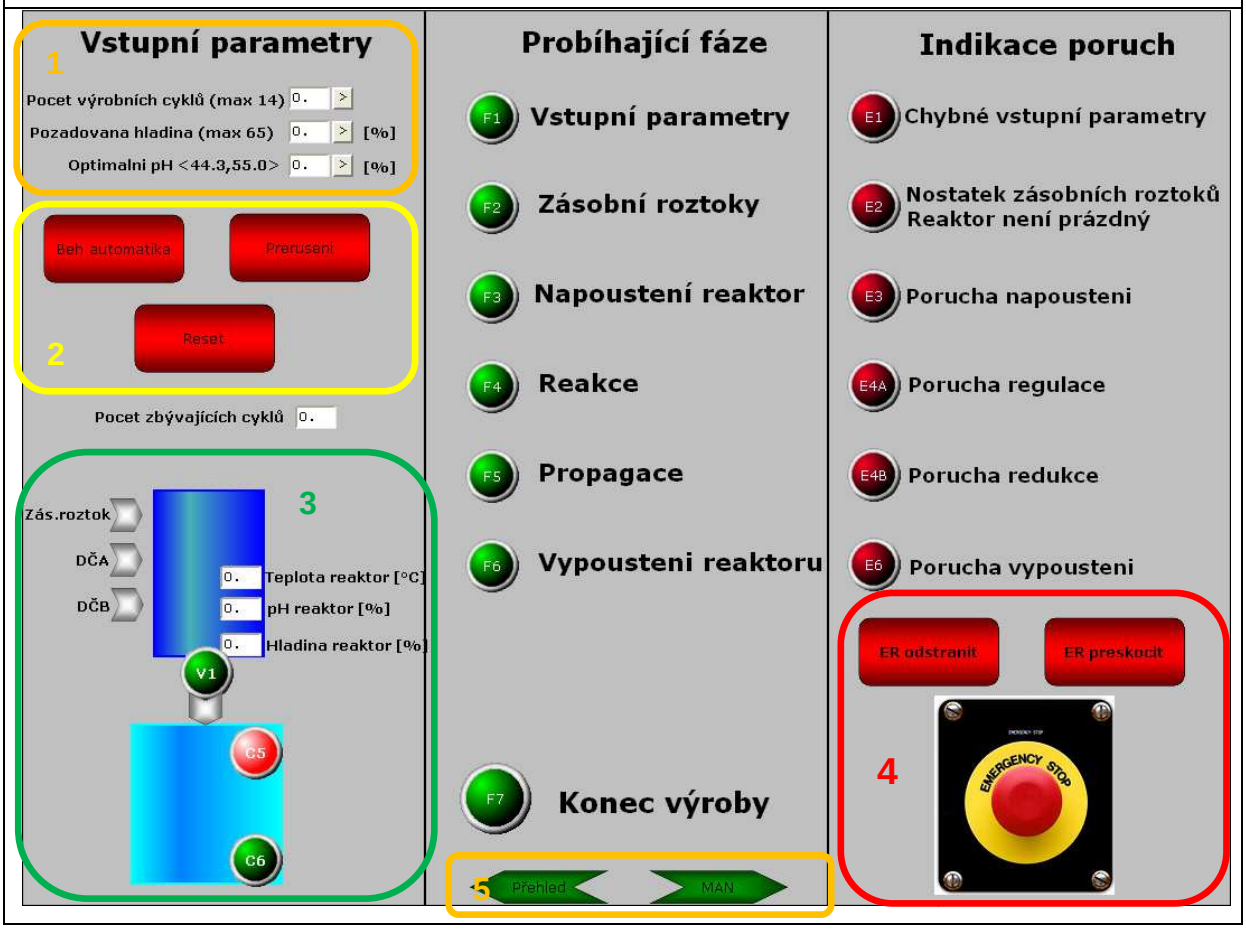
   Dále nemá možnost měnit stav senzorů. Tomuto typu uživatele je po přihlášení zobrazena stránka pro automatické řízení.

3. **Technik**

   Uživateli s tímto stupněm oprávnění jsou přístupné všechny ovládací a nastavovací prvky. Tomuto typu uživatele je po přihlášení zobrazena stránka pro manuální řízení.

8.5.1. Automatické řízení

Obr. 8.11 Vizualizace – Automatické řízení



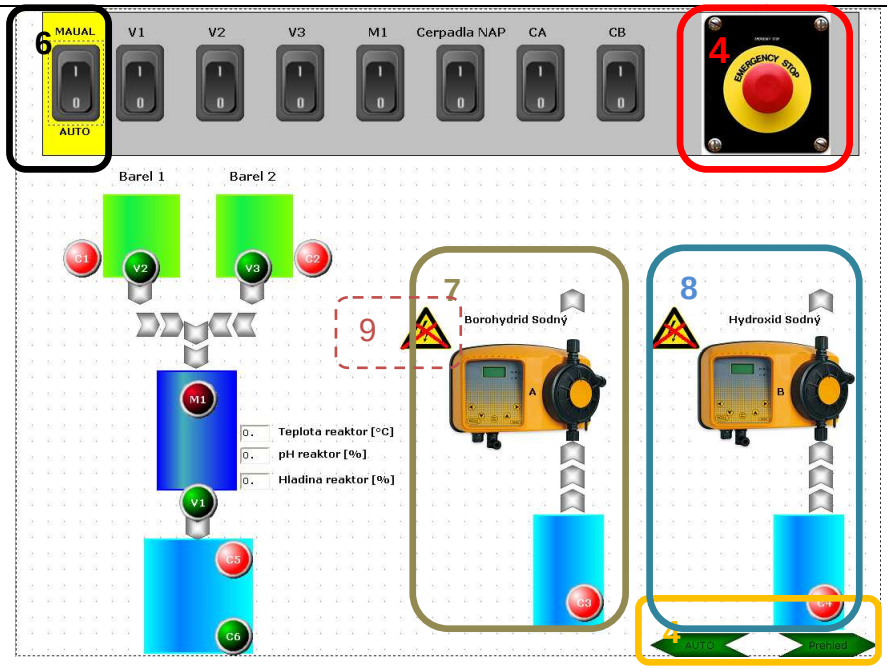
Tab. 8.6 Popis vizualizace – Automatické řízení

Výrobní fáze	
F1	Kontroluje se přípustnost vstupních parametrů (pH, hladina reaktor, počet výrobních cyklů)
F2	Kontrola zásobních roztoků
F3	Probíhá napouštění reaktoru
F4	Probíhá reakce (regulace pH a dávkování redukčního činidla)
F5	Bylo nadávkováno stanovené množství redukčního činidla, roztok se nechává 20 minut odstát
F6	Probíhá vypouštění reaktoru
F7	Byl dokončen požadovaný počet výrobních cyklů

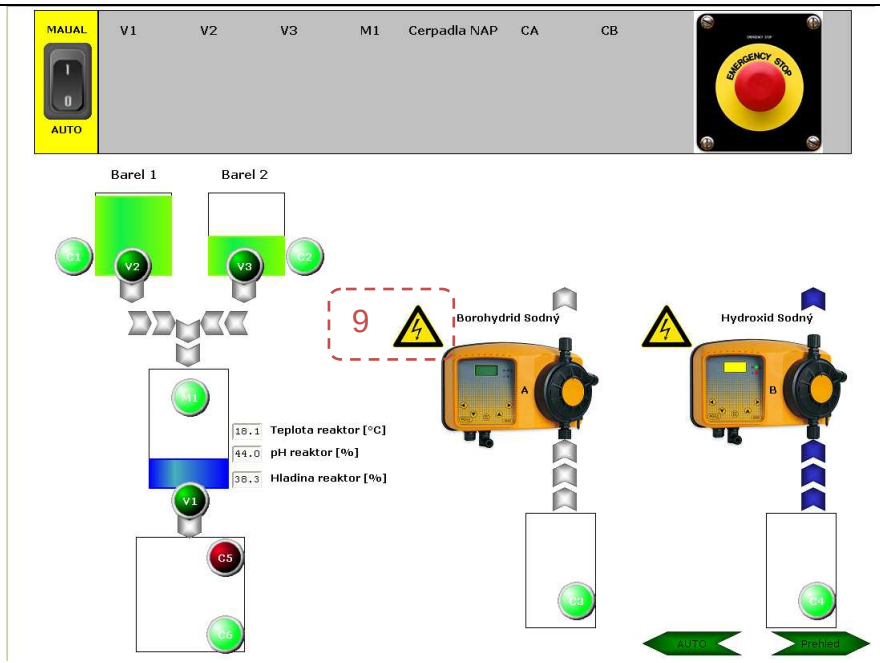
Poruchy	
E1	Nepřípustné vstupní parametry
E2	Nádoba s některým ze zásobních roztoků je prázdná, nebo reaktor nebyl minule úplně vypuštěn
E3	Při napouštění byla detekována chyba (FB_kontrola_napousteni indikuje poruchu, nebo byl spotřebován zásobní roztok)
E4A	FB_regulace_pH indikuje poruchový stav (nedostatek roztoku NaOH, hrozí přetečení reaktoru)
E4B	FB_redukce indikuje poruchový stav (nedostatek roztoku NaBH4, hrozí přetečení reaktoru)
E6	Porucha při vypouštění (zanesený ventil)
Prvky vizualizace (platné pro uvedené stránky)	
1	Zadávací pole pro zadání primárních parametrů reakce a počtu cyklů (Automatické řízení)
2	Spouštění automatického běhu, přerušení běhu a reset do výchozích hodnot (Automatické řízení)
3	Informace o stavu v reaktoru, vizualizace napouštění a chodu DČ A a B, vizualizace barelu pro jímání produktu (všechny)
4	Řešení poruchových stavů (Automatické řízení), TOTAL STOP (všechny)
5	Přepínání mezi stránkami vizualizace
6	Přepínač automatické/manuální řízení (Manuální řízení)
7	Vizualizace dávkování NaBH4 (Manuální řízení a Přehled aparatury)
8	Vizualizace dávkování NaOH (Manuální řízení a Přehled aparatury)
9	Indikuje, zda mají dávkovací čerpadla zapnuté napájení (Manuální řízení a Přehled aparatury)

8.5.2. Manuální řízení

Obr. 8.12 Vizualizace – Manuální řízení (zapnuté)

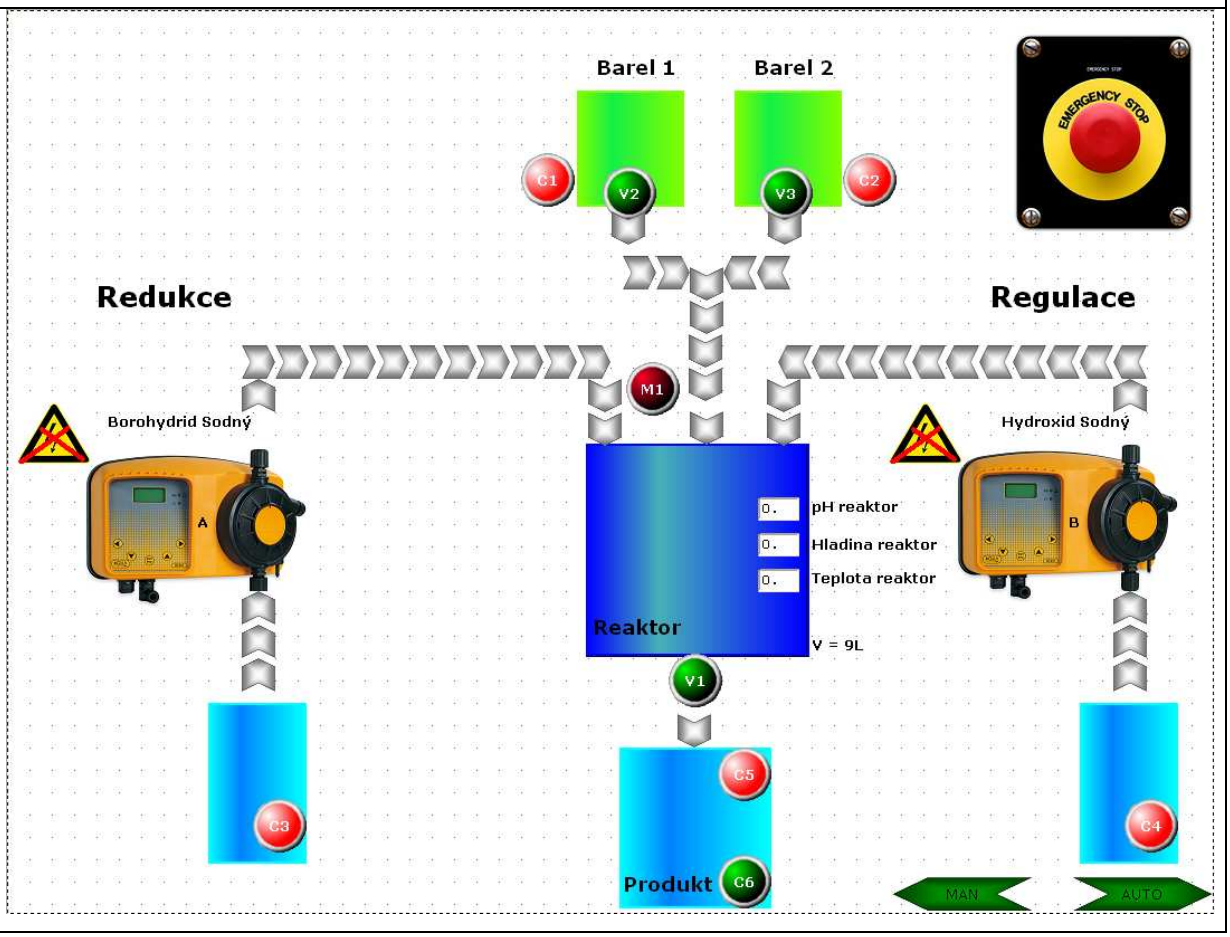


Vizualizace – Manuální řízení (vypnuté)



8.5.3. Celkový přehled

Obr. 8.13 Vizualizace – Přehled aparatury



8.6. Test programu pro PLC – naladění parametrů regulátoru

Cílem testovacího provozu bylo zejména naladění parametrů regulátoru pH a otestovaní dosažené kvality regulace. Ostatní ***FB*** byly totiž testovány průběžně s užitím simulátoru.

8.6.1. Popis testovacího provozu

Pro testovací provoz byly užity náhradní roztoky, zejména v případě roztoku $NaBH_4$ by jeho použití bylo ekonomicky nehospodárné.

Primárním experimentem bylo zjištěno, že počáteční pH výchozího roztoku směsi $FeSO_4$ a $ClNi_2$ je cca 5,9. Byl tedy namíchán roztok destilované vody a kyseliny

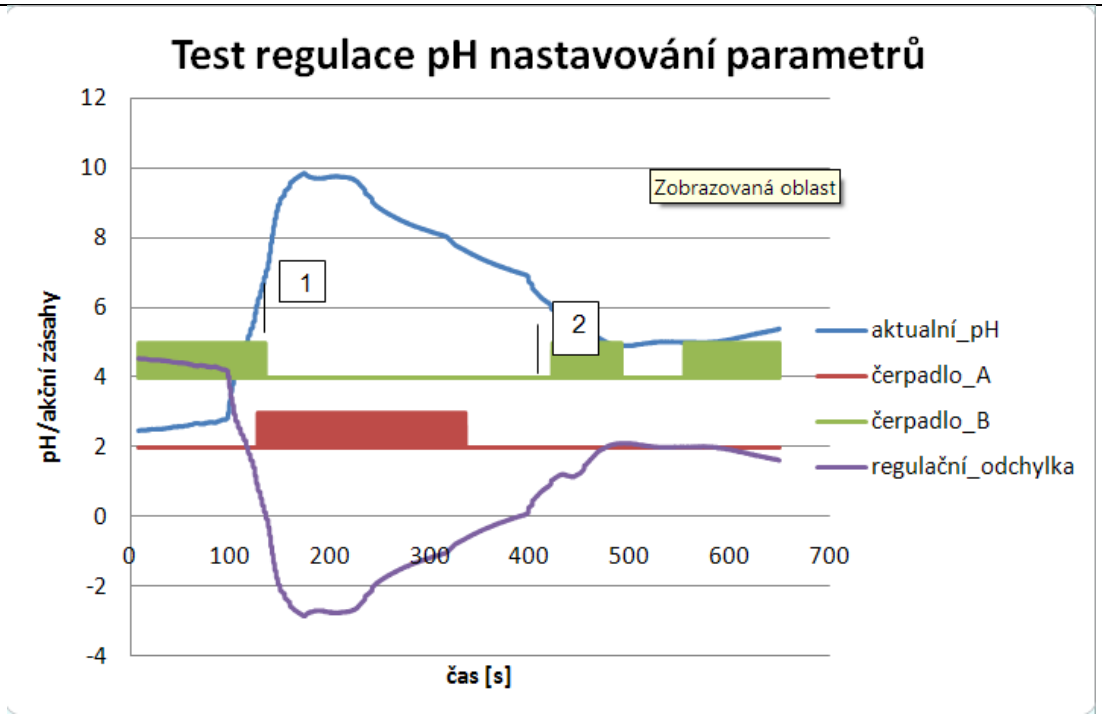
dusičné se stejným pH. Dále primární experiment ukázal, že během redukce nanoželeza dochází k poklesu pH. Proto jako náhrada za roztok $NaBH_4$ byl použit opět slabý roztok kyseliny dusičné. K regulaci pH byl použit roztok NaOH, který bude používán i při skutečném provozu.

Abychom zkrátili dobu trvání jednoho výrobního cyklu, byla snížena hodnota globální konstanty V_NaBH4_NADAVKOVAT, která určuje, kolik se má nadávkovat roztoku redukčního činidla (v případě testovacího provozu jde o slabý roztok kyseliny). A také byla snížena doba propagace.

8.6.2. Nastavování parametrů regulátoru pH

Na následujícím grafu je vidět veliký překmit pH. Jde o záznam z prvního spuštění regulátoru. Tento překmit byl dán jednak nevhodným nastavením parametru určujícího maximální frekvenci pulzního signálu ovládajícího dávkovací čerpadlo a dále také silnou koncentrací roztoku NaOH. Jinak řečeno akční zásah byl příliš velký a „rychlý“ vzhledem ke zpoždění danému tím, nežli se nadávkovaný roztok rozptýlí v reaktoru. I pH sonda reaguje se zpožděním. Proto byla maximální frekvence omezena a také byla snížena koncentrace roztoku hydroxidu sodného.

Graf 8.14 Průběhy regulace pH při testovacích provozech



Význam popisek v grafu:

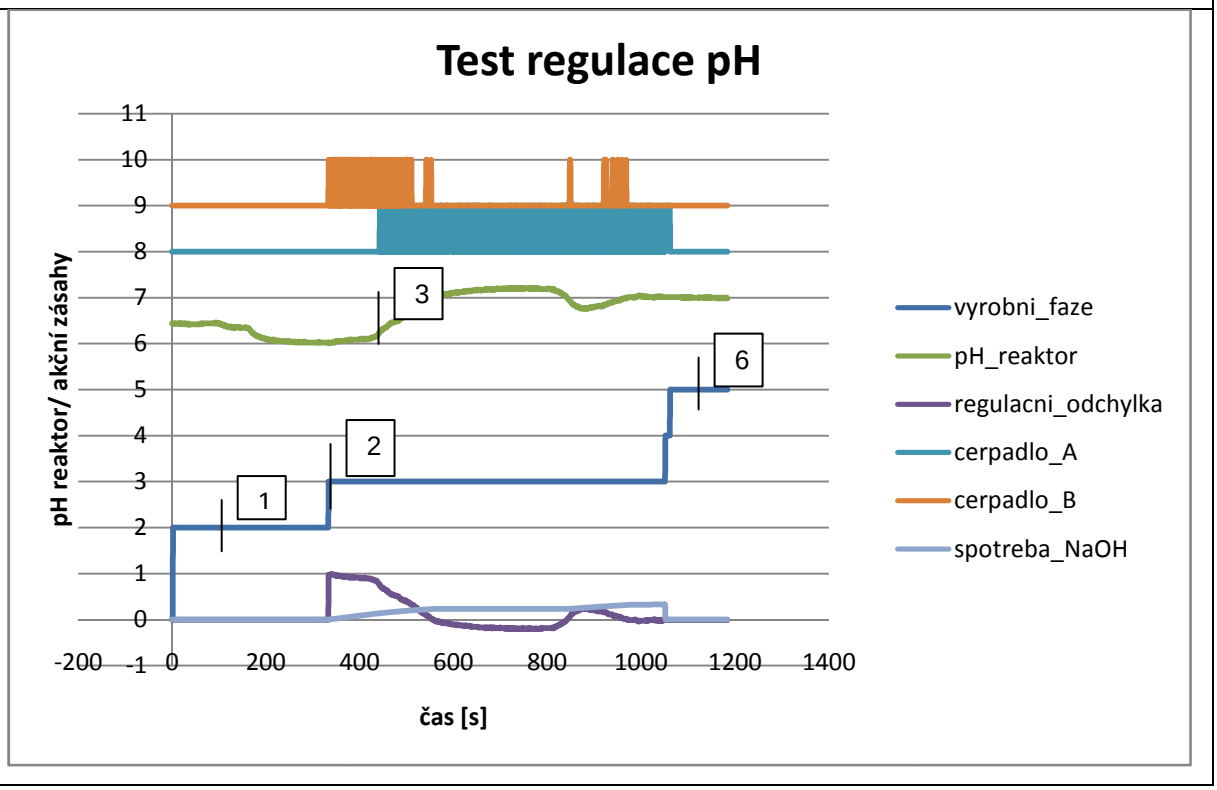
V bodě **1** regulátor ukončil dávkování hydroxidu, protože pH přesáhlo hodnotu 7. Po chvíli jsem přerušil chod ***FB***. pH v reaktoru jsem snížil přidáním koncentrované kyseliny, poté v bodě **2** jsem opět na chvíli spustil ***FB*** s drobnou změnou parametrů. Ale nastavení bylo stále nevhodné, proto jsem testovací reakci ukončil a provedl výše popsané změny.

8.6.3. Regulace pH po nastavení parametrů

Po nastavení parametrů regulátoru a změně koncentrace roztoků byl docílen průběh reakce uvedený na **grafu *8.15***.

Překmit pH byl značně snížen, maximální hodnota pH během reakce byla 7,2 tedy překmit o **3%**. Během regulace byla uměle vnesena porucha, realizována přikápnutím koncentrované kyseliny. Regulátor vliv poruchy odstranil.

Graf 8.15 Průběh regulace pH po nastavení parametrů při testovacím provozu



Význam popisek v grafu:

1 Napouštění reaktoru

2 Běh reakce, je spuštěna regulace pH a čeká se na dosažení vhodného pH pro povolení dávkování redukčního činidla

3 Regulací dosaženo pH 6,2, je tedy zahájeno dávkování „redukčního činidla“.

4 Uměle zavedená porucha

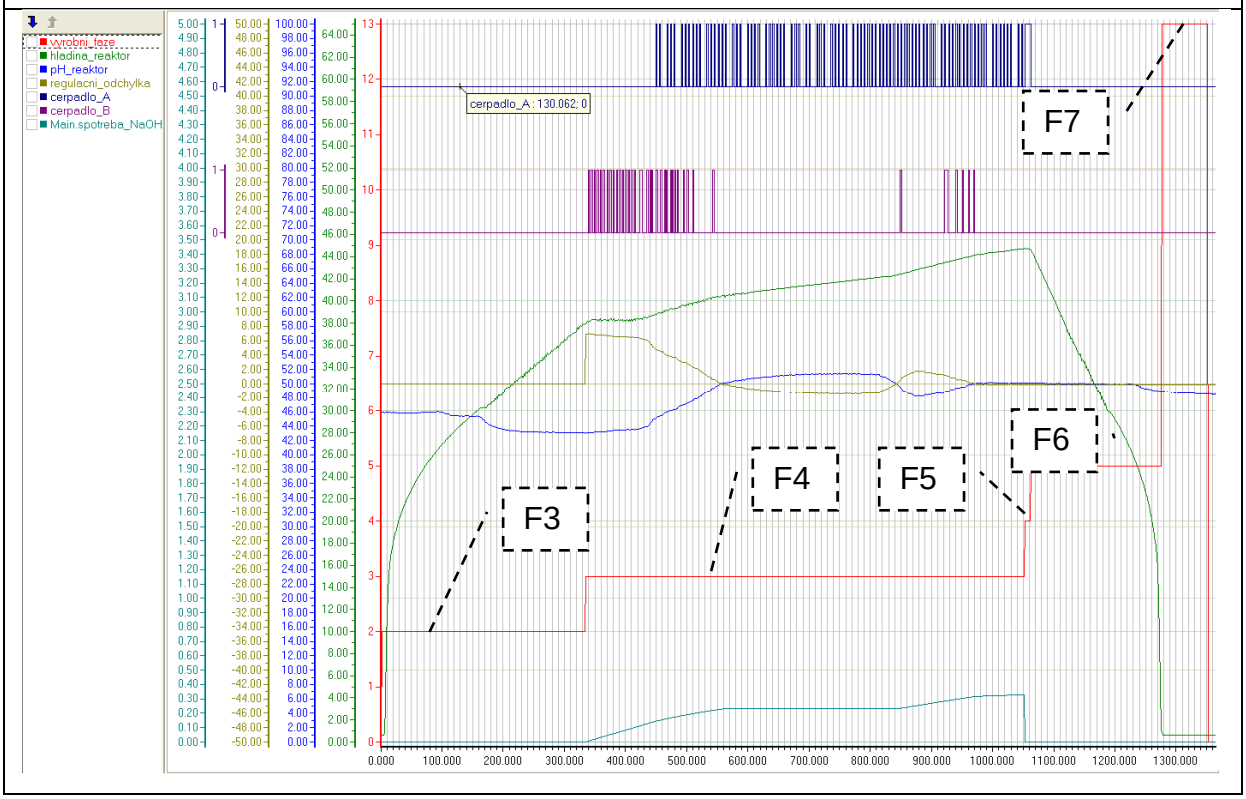
5 Nadávkován stanovený objem „redukčního činidla“, následuje fáze propagace (velice krátká)

6 Zahájení vypouštění reaktoru

8.6.4. Průběh jednoho testovacího výrobního cyklu

Na následujícím ***obrázku 8.16*** je záznam celého jednoho výrobního cyklu. Popisky rozlišují jednotlivé fáze. Označení korespondují se značením Fází popsaným u vizualizace.

Obr. 8.16 Zaznamenaný průběh celého výrobního cyklu nástrojem GraphMaker



10. Uživatelská a servisní dokumentace

V této kapitole je uveden soupis zákazů a nařízení pro obsluhu aparatury. Dále je popsán pracovní postup přípravy roztoků. Nakonec jsou uvedeny potřebné kroky před uvedením aparatury do provozu.

10.1. Bezpečnostní pokyny pro manipulaci s používanými chemikáliemi

Při nakládání s chemikáliemi a v jejich blízkosti je přísně zakázáno manipulovat s otevřeným ohněm!!!

Přísný zákaz jídla a pití při manipulaci s chemikáliemi!!!

Při práci s chemikáliemi je nařízeno užití vyobrazených ochranných pomůcek!

- Pracovní oděv s dlouhým rukávem

- Respirátor
- Ochranný štít
- Ochranné gumové rukavice

Pozor při manipulaci s používanými chemikáliemi hrozí tato rizika!

<u>Pracovat s chemikáliemi smí pouze určená osoba, která je seznámena s bezpečnostními pokyny.</u>

10.2. Příprava roztoků pro reakci

1. **<u>Před začátkem prací stiskni hřibové tlačítko TOTAL STOP</u>**
2. **<u>Použij stanovené ochranné pomůcky</u>**
   - **pracovní oděv s dlouhým rukávem**
   - **respirátor**
   - **ochaný štít**
   - **gumové rukavice**
3. Odpoj barely pro zásobní roztoky od aparatury (vývody, čidla)
4. Do každého barelu napusť stanovený objem destilované vody.
5. Na váze odvaž stanovené hmotnosti chemikálií.
6. Navážky pomalu po částech vsyp do příslušných barelů.

   <u>!prohození bodu 4 a 6 je přísně zakázáno!</u>
7. Vyčkej rozpuštění chemikálií
8. Barely uzavři
9. Barely s připravenými roztoky vrať na původní místa

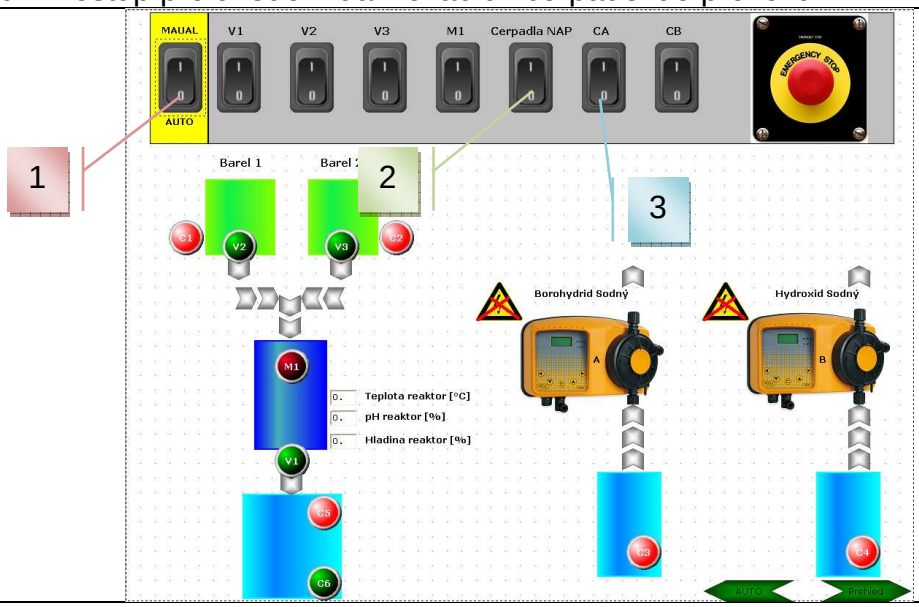
10. Připoj barely zpět k aparatuře
11. **Zkontroluj umístění a připojení všech barelů, zejména u barelů 1 a 2 překontroluj správné zapojení rychlospojky.**
12. **Zkontroluj zda je nádoba na produkt prázdná**
13. **Přidržet hřibové tlačítko TOTAL STOP cca 5s**

10.3. Pokyny před uvedením aparatury do provozu

Před uvedením aparatury do provozu je nutné zkontrolovat, zda jsou připraveny všechny potřebné roztoky. Dále zkontrolovat zda jsou správně připojena (čidla, rychlospojky atd).
Někdy může dojít vlivem dlouhodobějšího odstavení a netěsností zpětné klapky nad nasávacím košem dávkovacího čerpadla k samovolnému odtoku kapaliny ze sacího prostoru čerpadla zpět do zásobní nádrže. V takovém případě je nutné provést před spuštěním automatického chodu nasátí. To je ale nutné provést pouze u DČ A. U Dávkování hydroxidu nám prodleva nevadí. Nasátí se provede automaticky při spuštění FB_regulace_pH. Postup je názorně ilustrován na ***obrázku 11.X***.

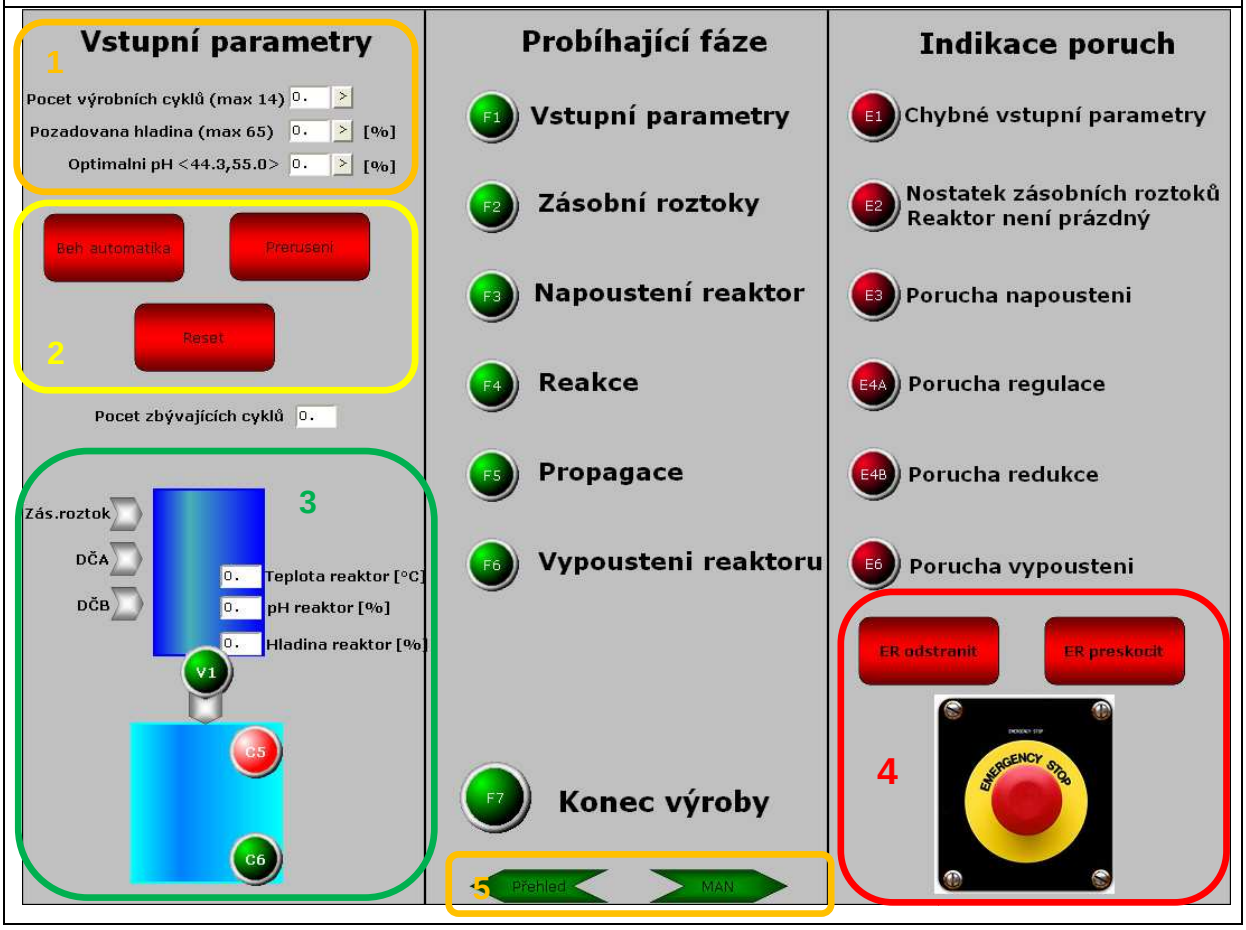
Jednotlivé fáze:
1. Přepneme se ve vizualizaci do okna manuální řízení
2. Aktivujeme manuální řízení (šipka 1)
3. Zapneme napájení dávkovacích čerpadel (šipka 2)
4. Pomocí tlačítka pro ovládání chodu čerpadla A (šipka 3) provedeme nasátí roztoku pro redukci.

Obr.10.1 Postup pro uvedení dávkovacích čerpadel do provozu



10.1. Spuštění automatického běhu aparatury

Obr. 10.2 Vizualizace – Automatické řízení



Spuštění automatického provozu je přístupné pouze uživateli s oprávněním **Operátor** nebo **Technik**.

Postup spuštění automatického provozu aparatury:

Oblast 1

1. Zadej požadovaný počet výrobních cyklů (max 14)
2. Zadej požadovanou hladinu v reaktoru (přístupné pouze Technikovi)
3. Zadej optimální hodnotu pH (přístupné pouze Technikovi)

Oblast 2

4. Tlačítkem běh automatika spusť automatický chod

Přerušení automatického chodu:

Automatický chod možno přerušit stiskem tlačítka přerušení

Opětovné spuštění automatického chodu:

Po deaktivaci přerušení automatický běh pokračuje ve fázi, v které byl přerušen

Oblast 3

Vizualizace dějů týkajících se reaktoru.

Probíhající fáze

Vizualizace aktuální výrobní fáze

Indikace poruch

Vizualizace detekovaných poruchových stavů

Oblast 4

Přechod mezi okny vizualizace

Oblast 5 Řešení poruchových stavů

Tlačítko TOTAL STOP – odstavení aparatury, převedení do bezpečného stavu. (spuštění opětovným stiskem)

Tlačítko **ER odstranit** detekována porucha, operátor potvrzuje, že byla odstraněna. Znovu se provede kontrola, pokud jsou splněny podmínky, automatický chod pokračuje.

Tlačítko **ER přeskočit** (přístupné pouze Technikovi) Přeskočení poruchového stavu i když nejsou splněny podmínky k přechodu.

10.2. Pokyny pro údržbu

Před započetím prací vždy pozastavit chod aparatury stiskem hřibového tlačítka TOTAL STOP.

Před započetím prací na elektroinstalaci je pracovník povinen odpojit aparaturu od napájecí sítě otočením hlavního vypínače do polohy „0“

Zasahovat do elektroinstalace smí jen pověřená osoba.

Údržbu smí provádět pouze určená proškolená osoba.

Při údržbě je nařízeno užití ochranných pomůcek stanovených v *kapitole 10.1.*

Konkrétní plán údržby je obsahem interních firemních materiálů.

11. Sanační možnosti a využití „nanoželeza“ Fe^0GES

Již v rámci vývoje aparatury na přípravu „nanoželeza“ bylo borohydridovou metodou vyráběno nanoželezo pro potřeby firmy RNDr. Radmil Drahoňovský _Geologicko Ekologické Služky (dále jen GES), která nese náklady na její vývoj, je jejím vlastníkem a bude ji nadále pro svoje potřeby provozovat. Toto nanoželezo je firmou GES označováno jako nanoželezo **Fe^oGES**.

Reálná využitelnost nanočástic elementárního železa pro sanační účely vždy závisí nejen na vlastnostech a reakční aktivitě (redukční kapacitě) konkrétních nanočástic železa, ale také na hydrochemických podmínkách prostředí, v němž budou aplikovány. Vlastní aplikace nanoželeza do geologického prostředí proto má probíhat formou tzv. „pilotního testu“. Ten obvykle obsahuje následující kroky:

1. Přípravné práce
2. Laboratorní zkoušky
3. Terénní pilotní test
4. Monitoring
5. Vyhodnocení

V etapě „*přípravných prací*“ jsou především zjišťovány údaje o daném typu kontaminace, geologických a hydrogeologických charakteristikách zasaženého prostředí. V rámci přípravných prací jsou obvykle zajišťovány i reálné vzorky kontaminací zasaženého horninového prostředí, zpravidla vzorky kontaminované podzemní vody.

„*Laboratorní zkoušky*“ umožňují ověřit redukční možnosti nanoželeza k danému znečištění a podmínky pro jeho sanační nasazení.

Z provozních potřeb firmy GES vyplynula možnost odzkoušení vyrobeného nanoželeza Fe^oGES v rámci „Pilotního testu reduktivní stabilizace těžkých kovů (dále

jen TK) „in situ“ v místě primárního zdroje kontaminace podzemní vody TK – Cr a Ni v areálu závodu Velmos a. s. Sobotín, který je sanován z prostředků hrazených Ministerstvem financí České republiky.

Pro větší relevanci výsledků byly pro „*laboratorní zkoušky*“ a následný „*terénní pilotní test*“ použity dva typy nanočástic železa:

- **Nanofer 25S** od výrobce NANO IRON, s.r.o. Rajhrad
- a firemní nanočástice **Fe^{o}GES**.

Vlastní „*laboratorní zkoušky*“ a „*terénní pilotní test*“ řešily problematiku:

- reakční aktivity (redukční kapacity) vzhledem k typu a zrnitosti - velikosti nanomateriálu elementárního Fe^{o}
- dávkování nanočástic – nutnou spotřebu nanoželeza na redukci jednotkového množství Cr^{6+} v konkrétních hydrochemických podmínkách
- kinematiku migrace nanočástic a tedy i vývoje oxidačně-redukčních podmínek v prostoru aplikace nanoželeza
- terénními měřeními byla zjištěna data ovlivnění vlastností horninového prostředí a tedy i údaje pro odhad dosahu účinku aplikačních objektů (vrtů)

Vývoj kontaminace a dalších rozpuštěných látek v kolektoru byl sledován nezávislým „*monitoringem*“ realizovaným firmou UNIGEO a. s. Na základě monitoringem shromážděných dat bylo možné zhodnotit vliv aplikace nanoželeza na okolí.

11.1. Laboratorní ověření redukčních možností nanoželeza Cr^{6+}

Z hlediska vlastní aplikace nanoželeza pro redukci Cr^{6+} v reálných podmínkách horninového prostředí je zásadním parametrem jeho kapacitní schopnost redukci realizovat. Probíhá-li reakce v neutrálním či mírně alkalickém prostředí, produkty reakce (hydratované oxidy železa a chromu) obalují (pasivují) povrch Fe^{o} a reakce se zpomaluje, až se zcela zastaví. (5)

„Redukční kapacita“ (dále RK) byla ověřena pro dva druhy různě zrnitého „nanoželeza“ a též běžných „železných pilin“ na reálném vzorku podzemní vody odebrané z vrtu na lokalitě Velamos Sobotín – viz ***tabulka 11.1***. RK v našem případě definujeme jako hmotnost redukovaného Cr^{6+} na jeden gram použitého „železa“.

Tab. 11.1 Typy zkoušeného „železa“ (převzato z firemních dat GES)

Použité typy Fe^o	**Nanofer 25S**	**Fe^oGES**	**Fe_{piliny}**
Chemické složení	Fe^0jádro s FeO povlakem	Fe^0	Fe^0
Velikost částic	50 nm	30 až 40 nm	250-500 mm
Specifický povrch	>25m^2/g	>35 m^2/g	-
Hmotnostní obsah Fe0 v disperzi	>20%	>20%	100 %

Vlastní stanovení RK bylo provedeno laboratorními testy a to přidáním různých dávek nanoželeza do definovaného objemu vody se známým výchozím obsahem Cr^{6+}. Úbytek Cr^{6+} byl sledován analyticky. Zjištěné hodnoty změn koncentrací Cr^{6+} a výsledných hodnot RK jsou souborně uvedeny v ***tabulce 11.2.***

Tab. 11.2 Redukční kapacity RK „železa“ (převzato z firemních dat GES)

Typ Fe^o:	**Nanofer 25S**	**Fe^o_{GES}**	**Fe_{piliny}**	**RK (mg Cr^{6+}/g Fe^o)**		
Přídavek Fe (mg/l)	**Cr^{6+} (mg/l)**	**Cr^{6+}(mg/l)**	**Cr^{6+} (mg/l)**	**Nanofer 25S**	**Fe^o_{GES}**	**Fe_{piliny}**
0	9,7	9,7	9,7			
50		6,89			56,2	
100		3,94			57,6	
150		0,5			61,3	
200						
250	5,7		9,4	16,0		1,2
300						
350						

400						
450						
500	0,8		8,55	17,8		2,3
RK				**16,0-17,8**	**56,2 až 61,3**	**1,2-2,3**

Z provedených zkoušek vyplynulo, že RK se u jednotlivých zkoušených typů „železa“ liší. V případě nanoželeza typu Nanofer 25S je pouze 10x vyšší než RK obyčejných železných pilin. Nejvyšší RK byla zjištěna u Fe^{o}GES, tedy nanoželeza připravovaného pomocí borohydridové metody. V tomto případě se RK pohybuje od cca **56** do **61 mg Cr^{6+}/g Fe.**

Uvedenými laboratorními testy byl prokázán jako nejvhodnější typ a zrnitost elementárního Fe^{o} pro redukci Cr^{6+} nanomateriál Fe^{o}GES.

Na základě uvedeného lze dále teoreticky vyčíslit ***dávkování nanočástic***, tedy potřebu Fe^{o} na redukci 1g Cr^{6+}. Vyčíslení uvedených množství Fe^{o} je provedeno v následující ***tabulce 11.3***.

Tab. 11.3 RK a spotřeby Fe^{o} na redukci Cr^{6+} (převzato z firemních dat GES)

	Redukční kapacita RK	**Spotřeba Fe^{o} na redukci 1 g Cr^{6+}**
Typ Fe^{o}	**mg Cr^{6+}/g Fe**	**g Fe^{o}/g Cr^{6+}**
Nanofer 25S	**16**	**63**
Nanofer 25S	**17,8**	**56**
Fe^{o}_{GES}	**56,2**	**18**
Fe^{o}_{GES}	**61,3**	**16**
Fe_{piliny}	**1,2**	**833**
Fe_{piliny}	**2,3**	**435**

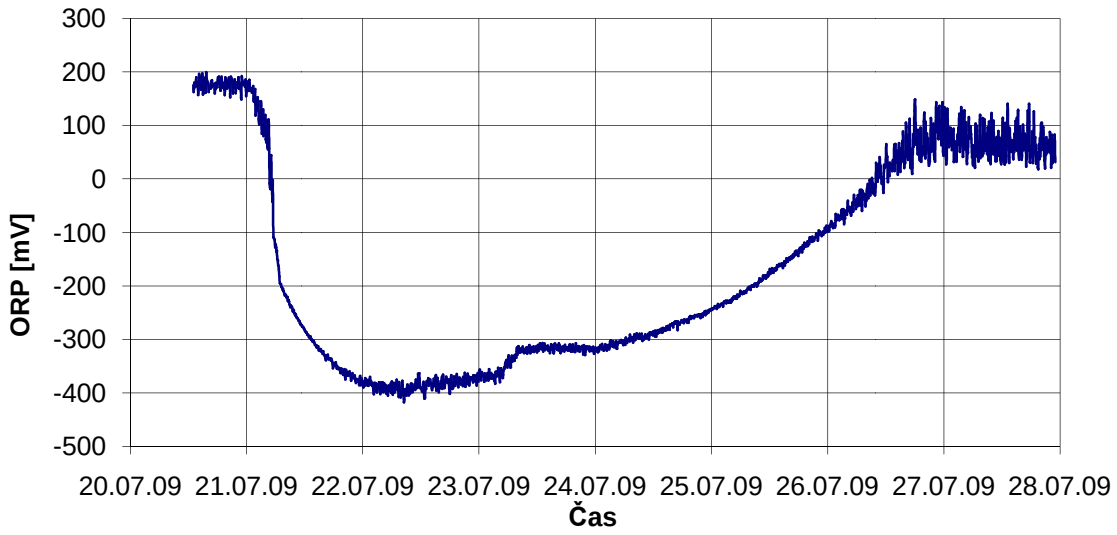
Na základě výše uvedených RK lze provádět předběžné teoretické výpočty minimální spotřeby jednotlivých typů „železa“ k dekontaminaci lokality, ovšem za předpokladu, že známe vstupní bilanci znečištění.

11.2. Kinematika migrace nanočástic horninovým prostředím, vývoje oxidačně-redukčních podmínek v prostoru aplikace - stanovení dosahu účinku aplikačních vrtů

Významnou roli při aplikacích nanočástic do horninového prostředí hraje jejich schopnost šíření ve vodním prostředím. Běžně se předpokládá, že nanočástice jsou v porézně propustném prostředí dobře pohyblivé, protože jsou mnohem menší než pórovité prostory. Ve skutečnosti je to však složitější. Částice železa na sebe navzájem působí magnetickými a Van der Waalsovými silami, jejich pohyb je ovlivňován Brownovou difuzí, srážkami, sedimentací a v neposlední řadě též sorpcí na horninové prostředí. (5)

Aplikace nanoželeza na lokalitě Velamos byla prováděna opakovaným dávkováním vodného roztoku nanoželeza pomocí aplikačního vrtu AV1. Ovlivnění podzemní vody nanoželezem bylo sledováno monitoringem dalšího vrtu V2 s nepřetržitým sledováním vývoje ORP, pH ajn. Typický záznam průběhu ORP po aplikaci 5 kg nanoželeza typu Nanofer 25S do vrtu AV-1 je obsahem následujícího ***grafu 11.1***.

Graf 11.1 Průběh ORP v pozorovacím vrtě V2 po aplikaci 5 kg Fe^{o} do podzemních vod pomocí vsakovacích vrtů AV1 Velamos Sobotín - červenec 2009 dne 20.7.2009
(převzato z firemních dat GES)



Z ***grafu 11.1*** je zřetelný prudký pokles ORP cca po 22,2 hodinách po aplikaci nanoželeza do vrtu AV-1, celková doba ovlivnění ORP v podzemních vodách po dobu více jak 5 dní.

Tab. 11.4 Rychlost migrace „nanočástic“ (převzato z firemních dat GES)

Typ nanoželeza		**Nanofer 25S**	**Fe^{o}GES**
Aplikační vrt		**AV-1**	**AV-1**
Vzdálenost od vrtu V-2	m	2,0	2,0
Čas nástupu změny ORP po aplikace nanoželeza	hodina	22,2	24,0
Vypočtená migrační rychlost nanočástic	m/s	2,5E-05	2,3E-05
Vypočtená migrační rychlost "nanočástic"	m/den	**2,2**	**2,0**
Doba trvání změny ORP ve vrtu V2	hodin	132,0	108,0
Odhad dosahu účinku aplikačního vrtu	m	**11,9**	**11,0**
Úbytek nanoželeza	g/hod	37,9	46,3
Úbytek nanoželeza	g/den	909,1	1 111,1

Migrační rychlost „nanoželeza“ vypočtená dle dat v ***tabulce 11.4*** vychází v porovnání s filtrační rychlostí (v_f 10^{-5} až 10^{-6} m/s) relativně vysoká. Na základě již realizovaných zkoušek firmou GES na dalších lokalitách je prokázáno, že nanoželezo zatlačené do zvodněného málo propustného prostředí vytváří v těsném okolí aplikačního vrtu reakční zónu. Nanoželezo zůstává zachyceno v bezprostředním okolí vrtu (především na jílovité části) a dále migruje jen malá část (zlomek) železa z celkové dávky (zpravidla <1/10). V rychlé migraci zvodní pokračují jen látky rozpuštěné v roztoku, tj. ionty a hydroxokomplexy železa, rozpuštěný vodík.

Existence nanoželeza ve vodním prostředí však způsobuje rasantní snížení redoxního potenciálu ORP v širším okolí, což je dáno výraznou spotřebou kyslíku a dalších potenciálních oxidantů a současně i produkcí vodíku. Právě migrující vodík způsobuje charakteristické snížení pH v podzemních vodách, které lze indikovat.

Snížení ORP v monitorovacím vrtě V-2 podle typu použitého nanoželeza trvalo od 108 do 132 hodin a dosahovalo úrovně až – 400 mV.

Z migrační rychlosti a doby trvání změny ORP lze velmi hrubě odhadnout možný dosah účinku aplikačního vrtu ve směru po proudu. Odhad dosahu účinku aplikačního vrtu je rovněž proveden v ***tabulce 11.4***. Je však třeba zdůraznit, že se jedná o velmi přibližný a maximalistický odhad, který může být významně ovlivněn např. změnou hydraulických poměrů.

12. Závěr

Cílem diplomové práce bylo navrhnout aparaturu na výrobu nanočástic železa chemickou cestou ve dvou variantách (poloprovozní a produkční), pro obě varianty navrhnout instrumentaci a podle možností zadavatele provést realizaci. Po dohodě s vedoucím práce a zadavatelem došlo k dohodě, že místo dvou variant bude proveden kompletní návrh a instrumentace aparatury, která bude splňovat hlavní charakteristické vlastnosti obou variant.

Jde o kompaktní uspořádání aparatury s 9l reaktorem (oproti 1000l uvažovanými pro produkční variantu), které je ale navrženo tak, aby umožnilo běh několika výrobních cyklů. Jak bylo detailně popsáno v ***kapitole 3*** (*Zhodnocení výsledku bakalářské práce*), tato varianta přináší několik pozitivních vlastností. Jmenujme jen ty hlavní: výrazně nižší náklady na realizaci a možnost vyšší kvality regulace. Zadavatel zvlášť uvítal, že v případě „zkažení“ dávky v jednom cyklu nedojde k velkým finančním ztrátám, jako by tomu bylo v případě velkoobjemového reaktoru.

Přes tuto změnu jsou prvky instrumentace voleny tak, aby je bylo možné použít i v případě požadavku realizace velkoobjemové produkční aparatury. Hlavní myšlenkou celého řešení byla tedy univerzálnost a modularita, umožňující snadný přenos a napojení i na event. aparaturu většího měřítka. Tato filozofie se netýkala jen řídicího systému, který byl přirozeně volen ze skupiny modulárních systémů, ale také ovlivnila charakter vznikajících funkčních celků. Tento postup je dobře patrný v případě návrhu koncepce rozvaděčů.

Prvky elektrické instalace byly rozděleny do dvou rozvaděčů. Do samostatného rozvaděče (v textu značen jako rozvaděč „Řízení“) je umístěna sestava PLC s potřebnými elektrickými přístroji pro jištění a napájení. Potřebné I/O (s rezervou) jsou z rozvaděče vyvedeny a zakončeny průmyslovými konektory, které umožňují propojení s řízenou technologií (napojení na rozvaděč „Aparatura“). Rozvaděč „Řízení“ tedy tvoří samostatný funkční celek, který je snadno přenositelný.

V rozvaděči „Aparatura“ jsou soustředěny elektrické přístroje zajišťující jištění a ochranu proti úrazu elektrickým proudem. Dále pak napojení na rozhraní aparatury a spínací prvky. Pro větší spolehlivost a možnost rychlé opravy výměnou nejsou užity

releové výstupy na základním modulu PLC, ale spínání napájecího napětí (230VAC) akčních členů je provedeno s využitím releové skupiny v rozvaděči „Aparatura“.

Vytvořený program po PLC je také do značné míry modulární. Při tvorbě programu byl využit postup BOTON-UP. Nejdříve byly vytvořeny funkční celky (funkční bloky), které řeší dedikované části požadované celkové funkčnosti programu. Vytvořené funkční bloky jsou vnořovány do dalších funkčních bloků, nebo jsou přímo podřízeny jiným. Tímto spojením je nakonec dosaženo požadované celkové funkčnosti programu (prezentováno v ***podkapitole 8.4.6***). V programu tvořeném tímto postupem lze lépe detekovat chyby, nežli v kompaktním kódu. Můžeme pohodlně odladit jednotlivé funkční celky a ty pak spojit do větších. Při dodržení rozhraní jednotlivých funkčních bloků můžeme relativně snadno program v případě potřeby upravovat. Pro průběžné ladění vznikajícího programu byl využíván vestavěný simulátor PLC v prostředí MOSAIC a nástroj GraphMaker. Jde o velice zdařilé nástroje, které urychlily proces tvorby programu.

Pro otestování výsledného programu a zejména pro naladění parametrů regulátoru byla provedena série testovacích provozů aparatury popsaných v ***podkapitole 8.6.*** Po naladění parametrů regulátoru bylo dosaženo regulace pH s překmitem **maximálně 3%** (graf 8.15 str. 92). Na obrázku 8.16 str. 93 je uveden záznam významných proměnných, sledovaných během jednoho výrobního cyklu. Ze zaznamenaných průběhů jsou dobře patrné všechny výrobní fáze a přechody mezi nimi.

V nástroji WebMaker byla vytvořena přehledná vizualizace (webové stránky), rozdělená do tří částí (stránek). První stránka je určena pro nastavení parametrů, spouštění automatického provozu, vizualizaci výrobních fází a detekovaných poruch. Druhá stránka „Manuální řízení“ je upravena pro potřeby manuálního řízení aparatury. Na poslední stránce vizualizace je vytvořen grafický přehled celé aparatury.

V ***kapitole 10*** je uveden soubor pravidel a nařízení pro obsluhu aparatury, vycházející z rozboru rizik (manipulace s chemikáliemi atd.). Dále zde byla stanovena základní pravidla pro údržbu aparatury. Současně je zde uveden návod pro práci s vizualizací.

Realizovaná aparatura umožňuje na jedno naplnění zásobních barelů roztoky chemikálií až čtrnáct po sobě následujících výrobních cyklů. Za 8 až 9 hodin je tedy možné vyrobit cca 700 gramů čistého produktu – nanoželeza. Maximální jednorázová dávka nanoželeza, kterou objednatel provozně aplikuje při sanacích podzemních vod se pohybuje do 3 kg čistého nanoželeza. Stávající aparatura je tedy schopna plně pokrýt běžné provozní potřeby zadavatele.

Zadavatel provedl aplikaci nanoželeza připravovaného na vyvíjené aparatuře na několika sanačních akcích podzemních vod - Velamos Sobotín a PAL International Kbely. Zároveň provedl srovnání tohoto nanoželeza s jediným u nás komerčně dostupným nanoželezem Nanofer 25S. Ve všech zásadních parametrech, tj. reaktivita a mobilita v podzemních vodách, vykazuje „nanoželezo“ připravené borohydridovou metodou podstatně lepší parametry a tedy i vyšší účinnost při odstraňování sledovaných nebezpečných látek z horninového prostředí (viz ***kapitola 11***).

13. Seznam použité literatury

1. **Čížek, Zdeněk.** *Chlorované uhlovodíky (Těkavé).* Praha : BIJO s.r.o, 1992.

2. **Drahoňovský, RNDr. Radmil.** "In situ" degradace polutantů nulvalentním železem Fe0, Fizemní metodika. místo neznámé : GES, 2003.

3. *Podivné zákonitosti nanosvěta.* **Petr, J.** 41, místo neznámé : Časopis Respekt, 2003.

4. **Drahoňovský, Marek.** *Ověření procesu degradace chlorovaných alifatických uhlovodíků nanočásticemi železa.* 2004.

5. **Drahoňovský, RNDr Radmil.** Závěrečná zpráva o "Pilotním testu rediktivní stabilizace TK in situ v místě primárního zdroje kontaminace podzemní vody TK -Cr a Ni na lokalitě - Velamos Sobotín". 2009.

6. **TECO a.s. Kolín.** *Programování PLC podle normy IEC 61 131-3 v prostředí MOSAIC.* 2007.

7. —. *Knihovny pro programování PLC Tecomat podle podle IEC 61 131-3.* 2006.

8. —. *Začínáme v prostředí MOSAIC.* 2008.

9. **Nemeškal, Ing. Vladimír; TECO a.s Kolín.** *Mosaic - integrované vývojové prostředí pro PLC Tecomat podle normy IEC EN 61131-3.* 2007.

10. **TECO a.s Kolín.** *Nástroj GraphMaker.* 2003.

11. —. *Nástroj PIDMaker.* 2008.

12. **TECO a.s. Kolín.** *Nástroj WebMaker.* 2009.

13. —. *Regulační knihovny pro MOSAIC.* 2001.

14. —. *Programovatelné automaty Tecomat Foxtrot.* 2009.

15. **MERCK.** *Bezpečnostní list Síran železnatý hydrát.* 2010.

16. —. *Bezpečnostní list - Borohydrid sodný.* 2010.

17. —. *Bezpečnostní list - Hydroxid sodný.* 2010.

18. —. *Bezpečnostní list - Chlorid nikelnatý hexahydrát.* 2010.

19. **Drahoňovský, Marek.** *BP-Návrh řízení aparatury pro výrobu nanočástic Fe chemickou cestou.* 2008.

20. **kolktiv, Heinz Häberle a.** *Průmyslová elektronika a informační technologie.* 2003.

21. **Kuncl, Josef.** *Elektroinstalace krok za krokem.* místo neznámé : GRADA, 2005.

22. **prof. Ing. Václav Bouda, CSc.** *Studijní materiálky k předmětu Nanotechnologie(AE0B13NNT).* místo neznámé : ČVUT-FEL.

23. **OmegaENG.** Plovákové spínače s krytím NEMA-6 pro chemické aplikace . [Online] http://www.omegaeng.cz/ppt/pptsc.asp?ref=LVN60_70&Nav=grek13.

24. **BD SNESORS.** Vestavné snímače výšky hladiny. [Online] http://www.bdsensors.cz/products/level/cat_8.

25. **TECO a.s. Kolín.** Řídicí systémy pro stroje, procesy a budovy. [Online] 2008. http://www.tecomat.cz/index.php?lang=cs&m1id=1&m2id=3&m3id=0&mid=62.

26. **Wikipedia.** Kyselost. *Wikipedia.* [Online] http://cs.wikipedia.org/wiki/Kyselost.

14. Přílohy

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
Fakulta elektrotechnická
Katedra řídicí techniky
K13135

14.1. Protokol o laboratorní zkoušce

Vodní zdroje GLS Praha a.s.
Nad Kamínkou 5, 156 00 Praha 5 - Zbraslav
tel./fax: 257921914, 257922469, 257922470 tel.: 602-267359

Zkušební laboratoř číslo 1257 akreditovaná ČIA

ČSN EN ISO 9 0 0 1 **Laboratoř posouzená ASLAB**

Protokol č. : 2075/03 **Strana : 1/1**

PROTOKOL O ZKOUSCE

Zadavatel: **RNDr.Radmil Drahoňovský**
Vojanova 1571
269 01 Rakovník

IČO: 45816859
DIČ: 069-5411242562

Přijato dne: 11.12.03
Zkoušky ukončeny: 17.12.03

Název úkolu: **Nano Fe**

Lab.číslo	Označení v.		Odebral	Dne	Místo odběru
6885/03	**0**	jiný kapalný	RNDr.Drahoňovský-	10.12.	07.12.03 17:10 hod
6886/03	**A**	jiný kapalný	RNDr.Drahoňovský-	10.12.	11.12.03 11:00 až 12.00:hod
6887/03	**B**	jiný kapalný	RNDr.Drahoňovský-	10.12.	11.12.03 11:00 až 12.00:hod
6888/03	**C**	jiný kapalný	RNDr.Drahoňovský-	10.12.	11.12.03 11:00 až 12.00:hod

VYSLEDKY ZKOUSEK

Stanovení	Jednotky	„0“	A (Fe-Ni)	B (Fe	C (Fe piliny)	Nejist.	Metoda
1,2-cis dichlorethylen (DCE)	µg/l	**<0.2**	**<0.2**	**<20**	**<2**	±30 %	SOA/11
1,2-trans dichlorethylen	µg/l	**<0.2**	**<0.2**	**<20**	**<2**	±30 %	SOA/11
trichlorethylen (TCE)	µg/l	**<0.2**	**0.6**	**1100**	**35**	±30 %	SOA/11
tetrachlorethylen (PCE)	µg/l	**120 000**	**190**	**160 000**	**100 000**	±30 %	SOA/11
1,1-dichlorethen (ethylenchlor)	µg/l	**<0.2**	**<0.2**	**30**	**<2**	±30 %	SOA/11

Výsledky měření se týkají jen zkoušeného vzorku. Uváděné nejistoty měření zahrnují pouze nejistotu analytického stanovení. Bez souhlasu zkušební laboratoře se nesmí protokol reprodukovat jinak než celý. Zákazníci, kteří se odvolávají na služby zkušební musí používat podle potřeby následující větu: Zkoušeno v laboratoři Vodních zdrojů GLS Praha a. s., která je akreditována Českým pro akreditaci k analýzám vod, vodných výluhů, pevných materiálů (sedimenty, kaly, odpady) a půdního vzduchu, registrovanou pod č. Uvedená rozšířená nejistota měření je součinem standardní nejistoty mšření a koeficientu k= 2, což pro normální rozdělení odpovídá podobnosti pokrytí asi 95%.

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
Fakulta elektrotechnická
Katedra řídicí techniky
K13135

Datum vystavení: 17.12.2003

F-LAB 02-011202

RNDr. V. Valenta, CSc.
vedoucí laboratoří

14.2. Kód funkčního bloku - FB_regulace_pH

```
FUNCTION_BLOCK FB_regulace_pH2

  VAR_INPUT
  //regulovana velicina
  pH_reaktor : REAL;
  //povolovací/blokovací promenne
  beh_regulace :BOOL :=0; //
  hladina_reaktor_ok :BOOL :=0;
  hladina_zasobni_roztok :BOOL :=1; //dostatek roztoku pro regulaci, cidlo vys =>FE se zpozdenim
  preruseni :BOOL :=0; // znovuspustitelne, blokace vystupu atd
  reset :BOOL :=0; //detekce RE => reset vnitrnich promenych

  //nastavovaci promenne
  //minimimalni pH od ktereho regulator povoli davkovani redukcniho cinidla
  pH_min :REAL :=44.30; // odpovida pH 6.2
  pH_prah :REAL :=44.30; //prahova hodnota pH pro zmenu parametru regulatoru
    //pozadovane pH
  pH_opt :REAl := 50.00;

  //parametry definujici limitni parametry pulzniho vystupu ovladajiciho davkovaci cerpadlo
  //vychazi z maximalni frekvence davkovani cerpadla (120davek/min)
  minimalni_sirka_pulzu :TIME := T#200ms; //[ms]
  minimalni_prodeleva_mezi_pulzy :REAL :=350.00; //[ms]
  V_jedn_pulz : REAL :=0.0007; //objem jedne davky davkovaci cerpadla [L] (cerpadlo B 5 L/hod,cerpadlo A 10 L/hod pri 120 pulzu/min)
  // Maximalni objemy
  NaOH_V_max : REAL :=0.80; //s jakou rezervou v reaktoru je pocitano pro NaOH [L]


  //Parametry regulátoru, odladěné hodnoty ulozene v globálních konstantach
  P_slozka_A :REAL :=2.00; // proporcionalni slozka pro regulaci pri velkem rozdilu pH
  P_slozka_B :REAL :=1.00; // proporcionalni slozka pro regulaci pri malem rozdilu pH
  posun_min_prodlevy_A :REAL :=100.00;
  posun_min_prodlevy_B :REAL :=200.00;
  END_VAR

  VAR_OUTPUT
  povoleni_davkovani_NaBH4 :BOOL :=0; //bude povoleno, pokud pH bude v ramci intervalu <pH_min,pH_max>
  akcni_zasah :BOOL; //promena ovladajici chod davkovaciho cerpadla
  porucha_regulace: BOOL:=0; // indikuje poruchovy stav FB, priciny: hrozi preteceni reakoru, nedostatek zasobniho roztoku NaOH
  faze_regulace :INT :=0;
  regulacni_odchylka: REAL :=0.00;
  min_pH_behem_regulace : REAL :=100.00; // promena pro sledovani krajich hodnot pH
  max_pH_behem_regulace : REAL :=0.00; // promene pro sledovani krajich hodnot pH
  nadavkovano_NaOH : REAL :=0;        // celkovy potrebny objem pro regulaci
```

```
 prekroceni_teor_V_NaOH : BOOL :=0;  // indikuje, ze pro regulaci byl pouzit vetsi objem nezli NaOH_V_max
 END_VAR

 VAR
 // vnorene FB
pulsni_generator :FB_puls_gen;
RE_akcni_zasah : R_TRIG;
FE_beh_regulace : F_TRIG;
mod_regulatoru : INT :=0;          // slouzi ke zmene parametru regulatoru podle hodnoty pH
prodleva_mezi_pulzy : REAL;
E : REAL;                      // Regulacni odchylka
Yr: REAL ;                     // Vystup regulatoru
Y : BOOL :=0 ;                   // Akcni zasah(nastavovaci velicina)

 END_VAR
//----------------------Telo programu-----------------------------
FE_beh_regulace(CLK := beh_regulace);
// Reset vnitrnich promenych
IF (reset = TRUE or FE_beh_regulace.Q) THEN
  min_pH_behem_regulace :=100.00; // promena pro sledovani krajich hodnot pH
  max_pH_behem_regulace :=0.00; // promene pro sledovani krajich hodnot pH
  nadavkovano_NaOH :=0.00;        //celkovy potrebny objem pro regulaci
  povoleni_davkovani_NaBH4 :=FALSE; //povoleni davkovani
  porucha_regulace :=FALSE;
  mod_regulatoru :=0;
  prekroceni_teor_V_NaOH :=FALSE ;
  Y:=FALSE;

END_IF;
//--------------------Spusteni regulace
IF(beh_regulace =TRUE) THEN

faze_regulace := mod_regulatoru;

// ulozeni krajich hodnot pH
IF(pH_reaktor >max_pH_behem_regulace) THEN max_pH_behem_regulace := pH_reaktor;
END_IF;
IF (pH_reaktor < min_pH_behem_regulace)THEN min_pH_behem_regulace:= pH_reaktor;
END_IF;

//kontrola podminek pro povoleni vystupu
IF(hladina_reaktor_ok = TRUE & hladina_zasobni_roztok = TRUE & preruseni = FALSE &E >0.00 )  THEN
 akcni_zasah:= Y;
 porucha_regulace :=FALSE;
 //detkce RE na prom akcni_zasah, pocitani nadavkovaneho objemu roztoku NaOH
 RE_akcni_zasah(CLK :=akcni_zasah);
 IF(RE_akcni_zasah.Q =TRUE)THEN nadavkovano_NaOH :=nadavkovano_NaOH + V_jedn_pulz;
 END_IF;
```

```
 IF(nadavkovano_NaOH >NaOH_V_max) THEN prekroceni_teor_V_NaOH :=TRUE;
 END_IF;
ELSIF (E <=0.00 ) THEN // regulator "stoji" pH nad 7
akcni_zasah:=FALSE;

ELSIF (preruseni = TRUE ) THEN //cinost regulatoru pozastavena prijmem preruseni
akcni_zasah:=FALSE;

ELSE //poruchovy stav regulatoru
porucha_regulace := TRUE;
akcni_zasah:=FALSE;
END_IF;

//podminka pro povoleni davkovani NaBH4
if(pH_reaktor >= pH_min)THEN
povoleni_davkovani_NaBH4 := TRUE;
ELSE
povoleni_davkovani_NaBH4:= FALSE;
END_IF;

 // volba parametru regulacniho alg. zavisla na hodnote pH vzhledem k pH_prah
if(pH_reaktor <= pH_prah)THEN
mod_regulatoru := 0; //velky rozdil aktualni hodnoty pH od pozadovane hodnoty
prodleva_mezi_pulzy := minimalni_prodeleva_mezi_pulzy +posun_min_prodlevy_A;
ELSE
mod_regulatoru := 1; // mensi rozdil aktualni hodnoty pH od pozadovane hodnoty
prodleva_mezi_pulzy := minimalni_prodeleva_mezi_pulzy +posun_min_prodlevy_B;
END_IF;

//regulacni odchylka
E := pH_opt-pH_reaktor;
regulacni_odchylka:=E;

// zmena parametru regulacniho alg. zavisla velokosti  pH
CASE mod_regulatoru OF
  0 : //pH v intervalu
  Yr := prodleva_mezi_pulzy - P_slozka_A*E;
  IF(Yr <= minimalni_prodeleva_mezi_pulzy) THEN
  Yr := minimalni_prodeleva_mezi_pulzy;
  END_IF;
  pulsni_generator(frekvence_pulzu := Yr , delka_pulzu := minimalni_sirka_pulzu, prah := minimalni_prodeleva_mezi_pulzy -
10.00 ,pulzni_vystup =>Y );

  1 : //pH v intervalu
  Yr := prodleva_mezi_pulzy - P_slozka_B*E;
  IF(Yr <= minimalni_prodeleva_mezi_pulzy) THEN
  Yr := minimalni_prodeleva_mezi_pulzy;
  END_IF;
```

```
  pulsni_generator(frekvence_pulzu := Yr , delka_pulzu :=minimalni_sirka_pulzu, prah := minimalni_prodeleva_mezi_pulzy -
10.00 ,pulzni_vystup =>Y );

END_CASE;
END_IF;
END_FUNCTION_BLOCK
```

14.3. Kód funkčního bloku - FB_redukce

```
FUNCTION_BLOCK FB_redukce
(*FB ridi davkovani NaBH4, ma primou vazbu s FB_regulace_pH
*)
//---------------------Deklarace promennych-----------------------------
  VAR CONSTANT
    //vychazi z maximalni frekvence davkovani cerpadla (120davek/min)
    MINIMALNI_PRODLEVA_MEZI_PULZY : REAL := 350.00;
    MINIMALNI_SIRKA_PULZU : TIME := T#200ms;
    DOBA_PROPAGACE :TIME :=T#10s;
  END_VAR
  VAR_INPUT
  beh_redukce : BOOL :=0;
  hladina_reaktor_ok: BOOL:=0; //nehrozi preteceni reaktoru
  hladina_zasobni_roztok :BOOL :=0; // dostupny roztok pro redukci
  povoleni_davkovani :BOOL :=0;
  preruseni: BOOL :=0;  //preruseni cinnosti FB
  reset: BOOL :=0;//prikaz k resetovani vnitrnich promenych
  V_jeden_pulz : REAL := 0.00140;//objem jedne davky davkovaci cerpadla [L] (cerpadlo B 5 L/hod,cerpadlo A 10 L/hod pri 120
pulzu/min)
  NaBH4_V_nadavkovat : REAL :=4.20; // kolik se ma celkove nadavkovat roztoku NaBH4
  posun_min_prodlevy:REAL :=300.00;
  END_VAR

  VAR_OUTPUT
  akcni_zasah : BOOL :=0; //ovladani davkovaciho cerpadla
  porucha_redukce : BOOL :=0; // indikuje vznik poruchoveho stavu, ten muze byt dan tim, ze dojde zasobni roztok
  nadavkovano_V_NaBH4 : REAL :=0.00; //jaky objem roztoku NaBH4 byl jiz nadavkovan
  nadavkovan_pozadovany_V :BOOL :=0;
  konec_redukce :BOOL :=0; // infomace o dokonceni redukce po nadavkovani pozadovaneho objemu NaBH4 a propagaci
reakce(20 min)
  END_VAR

  VAR
  //vnorene FB
  pulsni_generator:  FB_puls_gen;
  RE_akcni_zasah: R_TRIG;
  //FE_beh_redukce:F_TRIG;
  TON_konec_redukce: TON;
  Y : BOOL:=0; //akcni zasah(nastavovaci velicina)
```

```
  END_VAR

  //--------------------Telo programu----------------------------

// ----- Reset  promenych
IF (reset = TRUE or (beh_redukce=FALSE & konec_redukce=TRUE)) THEN
  nadavkovano_V_NaBH4  :=0.00;
  nadavkovan_pozadovany_V :=FALSE;
  konec_redukce  :=0;
  NaBH4_V_nadavkovat :=4.20;

ELSIF(beh_redukce =TRUE & hladina_reaktor_ok =TRUE & hladina_zasobni_roztok = TRUE & povoleni_davkovani = TRUE &
preruseni = FALSE & nadavkovan_pozadovany_V =FALSE) THEN
   akcni_zasah := Y; //ovladani davkovaciho cerpadla
   porucha_redukce :=FALSE;
   //detkce RE na prom akcni_zasah, pocitani nadavkovaneho objemu roztoku NaOH
     RE_akcni_zasah(CLK :=akcni_zasah);
    IF(RE_akcni_zasah.Q = TRUE) THEN nadavkovano_V_NaBH4 :=nadavkovano_V_NaBH4 + V_jeden_pulz;
    END_IF;

    //uz byl nadavkovan pozadovany objem
    IF(nadavkovano_V_NaBH4 >=NaBH4_V_nadavkovat) THEN  nadavkovan_pozadovany_V:=TRUE;
      END_IF;
    //volani FB pulsni generator
   pulsni_generator(frekvence_pulzu  :=  MINIMALNI_PRODLEVA_MEZI_PULZY  +  posun_min_prodlevy  ,  delka_pulzu  :=
MINIMALNI_SIRKA_PULZU, prah := MINIMALNI_PRODLEVA_MEZI_PULZY ,pulzni_vystup =>Y );
  //propagace reakce 20 minut, pote informace o ukonceni
  ELSIF (nadavkovan_pozadovany_V = TRUE )THEN
  TON_konec_redukce(IN :=nadavkovan_pozadovany_V , PT :=DOBA_PROPAGACE);
  konec_redukce:= TON_konec_redukce.Q;
  ELSIF (preruseni =TRUE or povoleni_davkovani =FALSE) THEN
   akcni_zasah :=FALSE;
  ELSE
   porucha_redukce :=TRUE;
   akcni_zasah :=FALSE;
END_IF;
END_FUNCTION_BLOCK
```

14.4. Kód funkčního bloku - FB_rizeni_vyrobnich_fazi

```
FUNCTION_BLOCK FB_rizeni_vyrobnich_fazi
(*Koordinuje prechody mezi jednotlivymi fazemi
vyrobniho cyklu. Kontroluje splneni podminek, a detekuje poruchove stavy.

*)
//-------Deklarace promennych----------
  VAR CONSTANT
    REAKTOR_OFFSET_HLADINA: REAL :=1 ;
```

```
  MAX_VYROBNICH_CYKLU :INT := 14;
  MIN_OPT_pH : REAL :=  44.30;
  MAX_OPT_pH : REAL :=  55.00;
END_VAR

VAR_INPUT
  beh_automatika :BOOL :=0; //spusteni automatickeho rizeni aparatury
  pocet_vyrobnich_cyklu : INT :=0; //poyadovany pocet vyrodnich cyklu
  preruseni : BOOL :=0;
  reset : BOOL :=0;
  odstraneni_poruchy: BOOL :=0;//porucha detekovana a z vizualizce povel k pokracovani
  preskoceni_poruchove_faze: BOOL :=0;//porucha detekovana a z vizualizce povel prechodu na dalsi fazi

  //promene indikujici stav hladin v barelech
  hladina_reaktor :REAL := 0.00;
  reaktor_napusten:BOOL:=0;

  hladina_barel_1 : BOOL :=0;
  hladina_barel_2 : BOOL :=0;

  hladina_NaBH4 : BOOL :=0;
  NaBH4_nadavkovano :BOOL:=0;// informace o zkonceni davkovani NaBH4
  konec_redukce:BOOL :=0; // informace o dokonceni propagace reakce, mozno vypustit reaktor
  porucha_redukce:BOOL:=0;

  hladina_NaOH : BOOL :=0;
  prekroceni_teor_V_NaOH : BOOL :=0;  // indikuje, ze pro regulaci byl pouzit vetsi objem nezli NaOH_V_max
  porucha_regulace: BOOL:=0;
  hladina_produkt_top : BOOL :=1;//aby se zabranilo preteceni i pri preruseni vodičů provedeni NC

  POZADOVANA_HLADINA_REAKTOR : REAL := 0.00;
  REAKTOR_MAX_HLADINA : REAL := 65.00; //hladina v reaktoru ktera se nesmi prekrocit (65.00 odpovida 8.9L)
  OPTIMALNI_pH: REAL :=50.00; //hodnota pH na kterou se reguluje (pH 7)

END_VAR

VAR_OUTPUT
// Faze aparatury
F1_vstupni_parametry :BOOL :=0;
F2_kontrola_zasobnich_roztoku :BOOL :=0;
F3_napousteni_reaktor :BOOL :=0;
F4_regulace_redukce :BOOL :=0;
F5_propagace :BOOL :=0;
F6_vypousteni_reaktoru :BOOL :=0;
// poruchove stavy
E1_vstupni_parametry :BOOL :=0;
E2_zasobni_roztoky :BOOL :=0;
E3_napousteni_reaktoru :BOOL :=0;
```

```
  E4A_regulace :BOOL :=0;
  E4B_redukce  :BOOL :=0;
  E6_vypousteni :BOOL :=0;
  E7_hladina_reaktor :BOOL :=0;

  zbyva_cyklu: INT:=0;
  F7_konec_vyroby: BOOL :=0; // indikuje ze uspesne probehl poyadovany pocet vyrobnich cyklu
  hladina_reaktor_ok: BOOL :=1; // kontrlujeme zda nehrozi preteceni reaktoru
  preruseni_FB_faze : BOOL :=0; //pri poruse odstavi podrizebe FB
  faze_vystup : INT:=0;

  END_VAR

  VAR
  //vnorene FB
  RE_odstraneni_poruchy : R_TRIG;
  RE_preskocit_poruchu : R_TRIG;
  RE_beh_automatika: R_TRIG;
  faze : INT :=0;//promenna indikuje v jake vyrobni fazi se nachazime
  END_VAR

  //---------------------Telo programu----------------------------
faze_vystup:=faze;
  //-----Reset promennych
    IF (reset = TRUE) THEN
  faze :=0;
  F1_vstupni_parametry  :=0;
  F2_kontrola_zasobnich_roztoku :=0;
  F3_napousteni_reaktor :=0;
  F4_regulace_redukce :=0;
  F5_propagace :=0;
  F6_vypousteni_reaktoru :=0;
  F7_konec_vyroby :=0;
  // poruchove stavy
  E1_vstupni_parametry :=0;
  E2_zasobni_roztoky :=0;
  E3_napousteni_reaktoru :=0;
  E4A_regulace :=0;
  E4B_redukce   :=0;
  E6_vypousteni :=0;
  E7_hladina_reaktor := 0;
  zbyva_cyklu:=0;
  preruseni_FB_faze:=FALSE;
  hladina_reaktor_ok:=TRUE;
  faze_vystup:=0;
   END_IF;

 //IF(RE_beh_automatika.Q & faze=0) THEN zbyva_cyklu:= pocet_vyrobnich_cyklu;
```

```
//END_IF;

 //Kontorola hladiny reaktor
 IF (hladina_reaktor >=REAKTOR_MAX_HLADINA-2.00) THEN //hrozi preteceni reaktoru
 hladina_reaktor_ok:=FALSE;
 faze:=12;
 END_IF;
 //detekce RE hran
 RE_odstraneni_poruchy(CLK := odstraneni_poruchy);//detekovani RE pri stisku pokracovat ve vizu
 RE_preskocit_poruchu(CLK :=preskoceni_poruchove_faze);//detekovani RE pri stisku preskocit ve vizu
 RE_beh_automatika(CLK :=beh_automatika );//detekovani RE pri spusteni automatick vyroby

 IF (beh_automatika) THEN

 //prechody mezi fazemi
 CASE faze OF
  0 : //   F1
  F1_vstupni_parametry :=TRUE;
  F6_vypousteni_reaktoru:=FALSE;
  preruseni_FB_faze:=FALSE;//reset preruseni
  IF(pocet_vyrobnich_cyklu >MAX_VYROBNICH_CYKLU or pocet_vyrobnich_cyklu < 1)THEN faze:=6;//chybny pocet cyklu
  ELSE zbyva_cyklu:= pocet_vyrobnich_cyklu;// zpracovani pozadavku na pocet vyrobnich cyklu
  END_IF;
  IF(POZADOVANA_HLADINA_REAKTOR >=REAKTOR_MAX_HLADINA or POZADOVANA_HLADINA_REAKTOR <0.00
)THEN faze:=7;//doslo by k preteceni reaktoru/chyba
  ELSIF(OPTIMALNI_pH>MAX_OPT_pH or OPTIMALNI_pH <MIN_OPT_pH) THEN faze:=6;// chybna hodnota pH
  ELSE faze:=faze+1;
  END_IF;

  1 : //   F2
  F2_kontrola_zasobnich_roztoku:=TRUE;
  F1_vstupni_parametry:=FALSE;
  F6_vypousteni_reaktoru:=FALSE;

  preruseni_FB_faze:=FALSE;//reset preruseni


  IF(hladina_reaktor > REAKTOR_OFFSET_HLADINA)THEN faze:=7;// reaktor neby po predchozim cyklu vypusten
  ELSIF(hladina_barel_1 =FALSE or hladina_barel_2 = FALSE)THEN faze:=7;//prazdne badoby s vychozim roztokem
  ELSIF(hladina_NaBH4=FALSE or hladina_NaOH =FALSE)THEN faze:=7;//prazne nadoby s roztokem pro regulaci/redukci
  ELSIF(hladina_produkt_top = FALSE)THEN faze:=7;// nadoba na produkt plna,nebo porucha cidla
  ELSE faze:=faze+1;

  END_IF;

  2 : //   F3

  F3_napousteni_reaktor:=TRUE;
```

```
F2_kontrola_zasobnich_roztoku:=FALSE;
preruseni_FB_faze:=FALSE;//reset preruseni
//vlozit kontrolu napousteni
//
IF(hladina_reaktor_ok = FALSE)THEN //hrozi preteceni reaktoru
faze:=12;

ELSIF(reaktor_napusten)THEN
faze:=faze+1;
END_IF;

3 : //   F4

F4_regulace_redukce:=TRUE;
F3_napousteni_reaktor:=FALSE;
preruseni_FB_faze:=FALSE;//reset preruseni
IF(NaBH4_nadavkovano)THEN faze:=faze+1;// prechod do faze propagace

END_IF;

//chybove stavy
IF(porucha_regulace)THEN faze:= 9;
ELSIF(porucha_redukce)THEN faze:=10;
END_IF;

4 : //   F5

F5_propagace:=TRUE;
F4_regulace_redukce:=FALSE;
preruseni_FB_faze:=FALSE;//reset preruseni
IF(konec_redukce)THEN faze:=faze+1;// prechod do faze vypousteni produktu z reaktoru

END_IF;

5 : //   F6

F6_vypousteni_reaktoru:=TRUE;
F5_propagace:=FALSE;
preruseni_FB_faze:=FALSE;//reset preruseni
IF(hladina_reaktor<=REAKTOR_OFFSET_HLADINA)THEN

  IF(zbyva_cyklu =1) THEN zbyva_cyklu:=0;
  faze:=13;

  ELSIF(zbyva_cyklu >1) THEN zbyva_cyklu:=zbyva_cyklu-1;
  faze:=1;
  END_IF;
```

```
END_IF;

6 : //   E1
E1_vstupni_parametry:=TRUE;
preruseni_FB_faze:=TRUE;//set preruseni

IF(RE_odstraneni_poruchy.Q = TRUE) THEN
faze :=0;
E1_vstupni_parametry:=FALSE;
ELSIF (RE_preskocit_poruchu.Q =TRUE)THEN
faze :=1;
E1_vstupni_parametry:=FALSE;
END_IF;

7 : //   E2
E2_zasobni_roztoky:=TRUE;
preruseni_FB_faze:=TRUE;//set preruseni

IF(RE_odstraneni_poruchy.Q = TRUE) THEN
faze :=1;
E2_zasobni_roztoky:=FALSE;
ELSIF (RE_preskocit_poruchu.Q =TRUE)THEN
faze :=2;
E2_zasobni_roztoky:=FALSE;
END_IF;

8 : //   E3
E3_napousteni_reaktoru:=TRUE;
preruseni_FB_faze:=TRUE;//set preruseni

IF(RE_odstraneni_poruchy.Q = TRUE) THEN
faze :=2;
E3_napousteni_reaktoru:=FALSE;
ELSIF (RE_preskocit_poruchu.Q =TRUE)THEN
faze :=3;
E3_napousteni_reaktoru:=FALSE;
END_IF;

9 : //   E4A
E4A_regulace:=TRUE;
preruseni_FB_faze:=TRUE;//set preruseni

IF(RE_odstraneni_poruchy.Q = TRUE) THEN
faze :=3;
E4A_regulace:=FALSE;
ELSIF (RE_preskocit_poruchu.Q =TRUE)THEN
faze :=4;
E4A_regulace:=FALSE;
```

```
  END_IF;

  10 : //  E4B
  E4B_redukce:=TRUE;
  preruseni_FB_faze:=TRUE;//set preruseni

  IF(RE_odstraneni_poruchy.Q = TRUE) THEN
  faze :=4;
  E4B_redukce:=FALSE;
  ELSIF (RE_preskocit_poruchu.Q =TRUE)THEN
  faze :=5;
  E4B_redukce:=FALSE;
  END_IF;

  11 : //  E6
  E6_vypousteni:=TRUE;
  preruseni_FB_faze:=TRUE;//set preruseni

  IF(RE_odstraneni_poruchy.Q = TRUE) THEN
  faze :=5;
  ELSIF (RE_preskocit_poruchu.Q =TRUE)THEN
  faze :=0;
  END_IF;

  12: //E7 hrozi preteceni reaktoru
  preruseni_FB_faze:=TRUE;//set preruseni
  E7_hladina_reaktor := TRUE;

  13: //F7 ukonceni vyroby po probehnuti stanovoveho poctu vyrobnich cyklu
  F7_konec_vyroby:=TRUE;
  F6_vypousteni_reaktoru:=FALSE;
END_CASE;
END_IF;
END_FUNCTION_BLOCK)
```

14.5. Obsah přiloženého CD

- Text diplomové práce ve formátu PDF
- Program pro PLC (archiv)
- Soubory s naměřenými hodnotami během pokusů a testování
- Obrazová dokumentace aparatury