



TEKNILLINEN TIEDEKUNTA

**Ylikriittisen hiilidioksidiuuton prosessilämpötilan
simuloitu säätö sumealla ja mallipohjaisella säätimellä**

Juuso Finne

Ohjaajat: Aki Sorsa, Petri Österberg, Mika Ruusunen

Prosessitekniikka

Kandidaatintyö

Elokuu 2022

TIIVISTELMÄ

Ilmastonmuutos ja kansainväliset sopimukset koskien teollisuuden puhtautta ovat kasvattaneet kiinnostusta ylikriittistä hiilidioksidia kohtaan. Ylikriittinen hiilidioksidiuuttoprosessi on luokiteltu vihreäksi teknologiaksi hiilidioksidin myrkyttömyyden, syttymättömyyden ja puhtauden ansioista. Ylikriittisellä hiilidioksidilla on pyritty korvaamaan haitalliset orgaaniset liuottimet teollisuuden uuttoprosesseista.

Yksi este ylikriittisen hiilidioksidiuuttoprosessin yleistymiselle teollisuudessa on uuttoprosessille tehokkaiden säätöjärjestelmien näytön vähyys. Tutkimuksissa on todettu, että perustason PID-säätimiin perustuvien säätöstrategioiden tulokset ovat olleet heikkoja. Tämän työn tavoitteena oli suunnitella pilottitason ylikriittisestä hiilidioksidiuuttoprosessista muodostetun simulaattorin avulla sumea ja mallipohjainen säädin. Säätimillä pyrittiin parantamaan uuttoprosessissa olevan uuttoreaktorin lämpötilansäätöä. Säädön suorituskyvyn parantamisella haluttiin vähentää kokonaisenergiankulutusta.

Simulaattoria ajettiin kolmella eri asetusarvolla ja säädinten suorituskykyä vertailtiin simuloinneista saatujen asetusarvon ylitysten, nousuaikojen, asettumisaikojen ja kokonaisenergiankulutuksen perusteella. Sumean ja mallipohjaisen säätimen käytettävyyttä tutkittiin lisäämällä kunkin säätimen vastesignaaliin valkoista kohinaa.

Uuttoreaktorin lämpötilasäätö parani huomattavasti sumeaa ja mallipohjaista säädintä käytettäessä verrattuna PID-säätöön. Kokonaisenergiankulutus väheni sumealla säätimellä parhaimmillaan 13,5 % ja mallipohjaisella säätimellä 10,3 %. Tulosten perusteella ylikriittistä hiilidioksidiuuttoprosessia säädettäessä olisi kannattavaa harkita kehittyneiden säätömenetelmien käyttöä PID-säädinten sijasta. Työssä saatuja tuloksia voidaan mahdollisesti käyttää tulevaisuudessa ylikriittisen hiilidioksidiuuttoprosessin säädön kehittämisessä.

SISÄLLYSLUETTELO

TIIVISTELMÄ

SISÄLLYSLUETTELO

1 JOHDANTO	4
2 KIRJALLISUUSKATSAUS	5
2.1 Ylikriittinen fluidi	5
2.2 Ylikriittinen uutto teollisuudessa	9
2.2.1 Hiilidioksidin hyödyntäminen	9
2.2.2 Elintarviketeollisuus	10
2.2.3 Biopolttoaineen valmistus	11
2.2.4 Jätteenkäsittely	12
2.3 Simuloitu prosessi	13
2.4 Prosessin säätö	14
2.5 Säätoimenetelmät	16
2.5.1 PID-säätö	16
2.5.2 Sumea säätö	17
2.5.3 Mallipredikttiivinen säätö	18
3 KOKEELLINEN OSA	20
3.1 Simulaattori	20
3.2 Kokeiden suoritus ja tulokset	21
3.2.1 Suorituskykyjen vertailu	22
3.2.2 Käytettävyyden vertailu	24
3.3 Tulosten pohdinta	25
4 JOHTOPÄÄTÖKSET	27
5 YHTEENVETO	28
LÄHDELUETTELO	

1 JOHDANTO

Ennen vuoden 1970 puoliväliä ylikriittiset fluidit pysyivät suurilta osin fyysikoiden ja kemistien tutkimusten kohteena, ja käytännön sovelluksia teollisuudessa kuvattiin vain vähän. Kuitenkin 1970-luvun loppupuolella ylikriittisiä uuttomenetelmiä oli kehitetty siihen pisteeseen, että niitä voitiin hyödyntää teollisuudessa. 1980-luvulta lähtien on julkaistu suuri määrä ylikriittisiä sovelluksia kuvaavia kirjoja ja lehtijulkaisuja. Julkaistujen artikkelien määrä kasvoi yli kymmenkertaiseksi 2000-lukuun mennessä ja akateeminen kiinnostus ylikriittiseen tieteenalaan näyttää olevan kasvussa. Patenttihakemusten määrän jyrkkä nousu 1980-luvulla kertoo myös ylikriittisten metodien käytön kasvavasta kiinnostuksesta teollisuudessa. Suurin osa haetuista patenteista keskittyy ruoka-, lääke- ja kemianteollisuuteen. Ylivoimaisesti käytetyin ylikriittinen metodi teollisuudessa on ylikriittinen hiilidioksiduutto. (Ramsey ym. 2011; Sihvonen 1999)

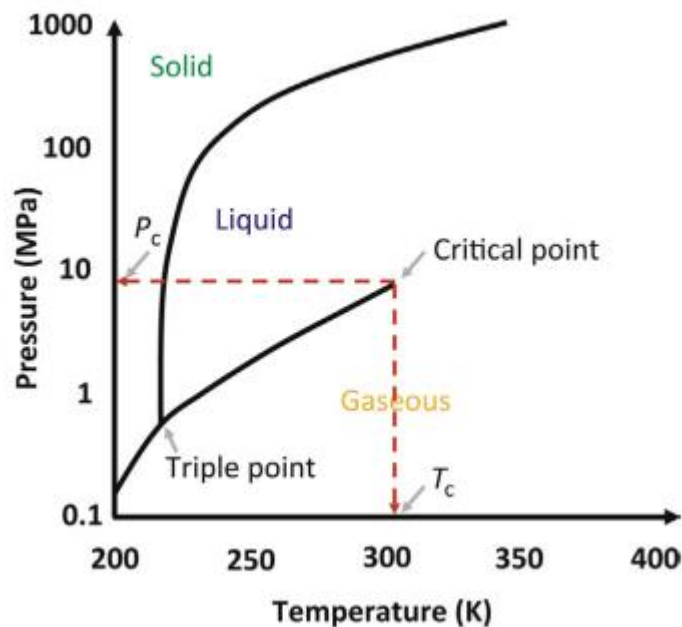
Tänä päivänä ylikriittisen uuton sovellukset eri teollisuusaloilla ovat todistaneet tekniikan kestävyuden, vaikka sovellukset ovat vielä niiden alkutekijöissään ja kehittäminen teollisuustasolle vaatii laajaa tutkimusta. Laboratoriokokeista saatu data, kuten ylikriittisen uuttoprosessin optimoidut operointiparametrit, kinetiikka ja termodynamiikka ovat hyvin tärkeitä, jotta sovellukset voidaan skaalata teollisuusprosesseihin. Ylikriittinen uuttoprosessi vaatii suhteellisen korkeaa operointilämpötilaa ja -painetta, jotka riippuvat käytössä olevasta nesteestä. Tämä aiheuttaa teollisen mittakaavan prosessien kehittämiseksi haasteita, kuten korkeita laite- ja huoltokustannuksia, sekä herättää huolta turvallisuuden näkökulmasta. (Yim ym. 2019)

Tämän työn kirjallisuuskatsauksessa esitellään ylikriittinen fluidi, millä teollisuuden aloilla ylikriittistä uuttoa hyödynnetään ja mikä tekee siitä paremman vaihtoehdon perinteisiin uuttomenetelmiin verrattuna, sekä ylikriittisen uuttoprosessin toiminta ja säätö. Työn kokeellisessa osassa esitellään Hämäläisen (2020) pilottitason ylikriittisestä hiilidioksiduuttoprosessista muodostettua simulaattoria. Simulaattoria säädetään sumeaa säädintä ja MPC-säädintä (MPC, Model Predictive Control) käyttäen. Säätömenetelmien tuloksia verrataan toisiinsa sekä perus PID-säädön tuloksiin. Tarkoituksena on tehostaa prosessissa olevan uuttoreaktorin toimintaa, sekä vähentää sen kokonaisenergiankulutusta.

2 KIRJALLISUUSKATSAUS

2.1 Ylikriittinen fluidi

Aine saavuttaa ylikriittisen tilan, kun sen lämpötila ja paine ylittävät niiden kriittiset arvot. Paine-lämpötilakuvaajasta kuvassa 1 nähdään prosessitilat, joissa hiilidioksidi on kiinteänä, nesteinä, kaasuna sekä ylikriittisenä. Kuvaajasta myös huomataan, että faasi muutoksia ei tapahdu, kun kaasu tiivistetään isotermisesti ylikriittiseen tilaan tai kun neste kuumennetaan isobaarisesti ylikriittiseen tilaan. Toisin sanoen ylikriittisen pisteen jälkeen kaasua ei voida enää tiivistää nesteeksi kasvattamalla painetta eikä neste enää höyrysty kasvattamalla lämpötilaa. (Braeuer 2015)



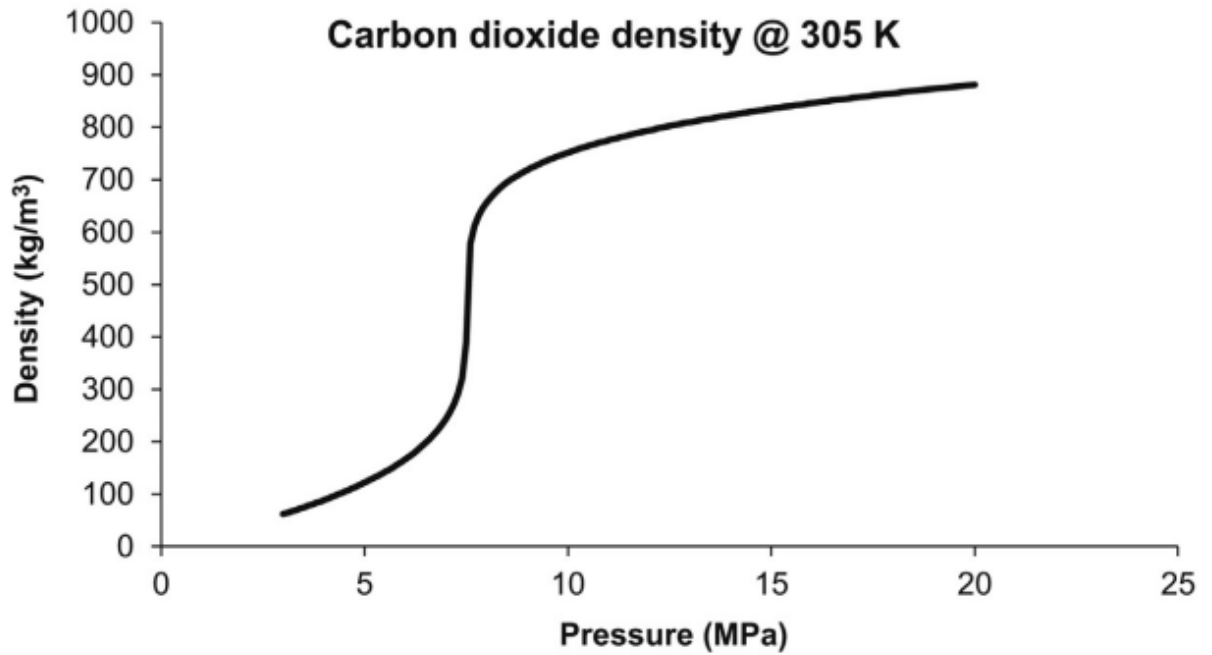
Kuva 1. Hiilidioksidin paine-lämpötilakuvaaja, missä P_c on kriittinen paine, T_c on kriittinen lämpötila. Julkaistu Elsevier:in luvalla (Braeuer 2015).

Kriittinen paine ja kriittinen lämpötila määrittävät päätepisteen höyrynestetasapainolle (höyrystymiskäyrä). Höyrystymiskäyrän alkupiste määrittää kolmoispisteen missä aineen olomuodot kaasu, neste ja kiinteä ovat yhtä aikaa olemassa. Joten höyrystymiskäyrä toimii rajapintana kaasu- ja nestealueille, sekä Gibbsin säännön mukaan määrittelee paine-lämpötilaparit, missä aine on yhtä aikaa kaasuna ja nesteinä. (Braeuer 2015; Sihvonen 1999)

Jotta ymmärretään aineen ominaisuuksia kriittisessä pisteessä, voidaan ajatella, että kuljetaan höyrystymiskäyrää pitkin kolmoispisteestä kriittiseen pisteeseen ja oletetaan että suljettu säiliö on täytetty puhtaalla aineella. Kolmoispisteessä säiliöstä löytyy kaasu-, neste-, sekä kiinteäfaasi. Kuljettaessa kolmoispisteestä kohti kriittistä pistettä kiinteäfaasi häviää ja neste-kaasufaasit jakautuvat, mikä huomataan niiden välille muodostuneen rajapinnan myötä. Tiheämpi nestefaasi kertyy säiliön pohjalle ja kevyempi kaasufaasi täyttää jäljelle jäävän tilan nesteen päältä. Mitä lähemmäksi kriittistä pistettä päästään, huomataan, että kaasufaasin tiheys kasvaa, mutta nestefaasin tiheys pysyy suhteellisen samana. Tämän ansiosta faasien välille syntynyt rajapinta alkaa hävitä. Tämä johtuu siitä, että kaasu- ja nestefaasien ominaisuudet (tiheys mukaan lukien) lähenevät toisiaan kuljettaessa kohti kriittistä pistettä. Kun kriittinen piste on saavutettu neste- ja kaasufaasit ovat identtisiä eikä niiden välillä enää ole rajapintaa. Säiliöstä ei enää voi erottaa eri faaseja vaan se on täytynyt fluidilla. Kriittisen pisteen jälkeen fluidin todetaan olevan ylikriittinen. (Braeuer 2015)

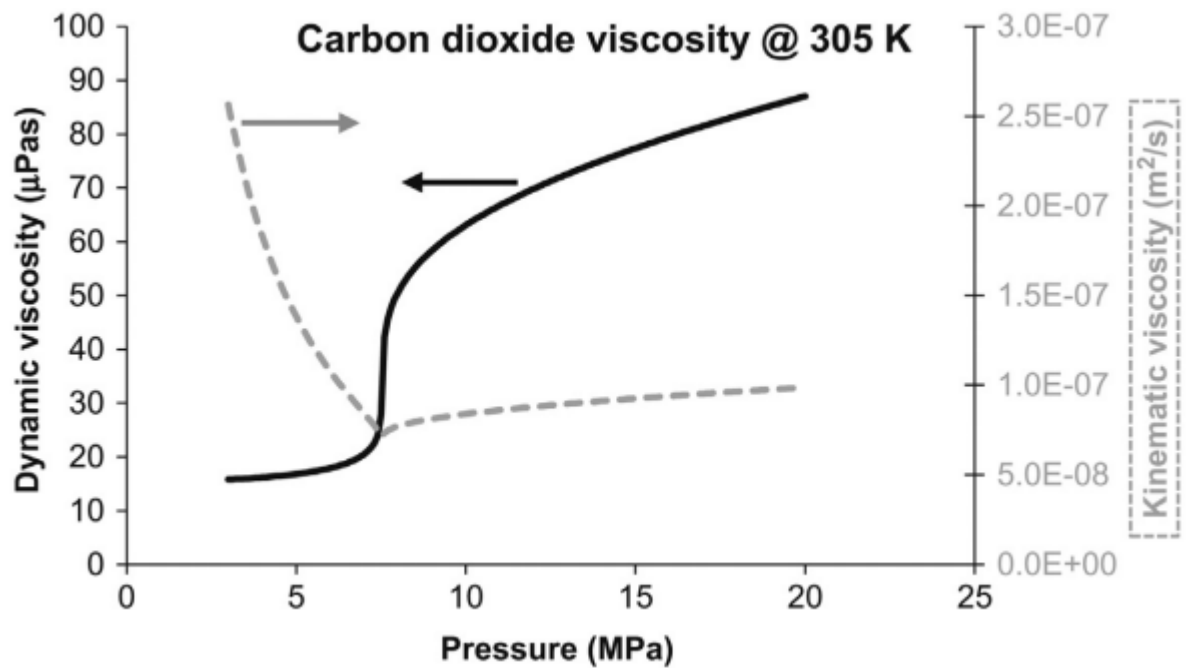
Ylikriittisissä fluideissa yhdistyy osa nesteiden ja kaasujen halutuista ominaisuuksista. Kasvatettaessa painetta tai lämpötilaa ylikriittisessä fluidissa ei tapahdu faasimuutoksia, joten sen fysikaaliskemiallisia ominaisuuksia voidaan helposti hallita muuttamalla painetta ja lämpötilaa. Näihin säädeltäviin ominaisuuksiin kuuluvat muun muassa tiheys ja viskositeetti, jotka ovat hyvin tärkeitä esimerkiksi uuttoprosessien kannalta. (Ramsey ym. 2011; Sihvonen 1999)

Nestemäisen aineen tiheyttä ei voida kasvattaa paineen avulla. Vaikka ylikriittiset fluidit lähellä niiden kriittistä lämpötilaa omaavat nesteelle tyypillisen tiheyden, niin niiden tiheyttä voidaan silti säätää paineen avulla, kuten kuvasta 2 huomataan. Tämän ansiosta ylikriittisiä fluideja voidaan käyttää liuottimina, koska ylikriittisen fluidin liuotusteho riippuu sen tiheydestä, jota voidaan helposti muuttaa lämpötilan ja paineen avulla. Erityisesti lähellä kriittistä pistettä pienikin isoterminen paineen nosto kasvattaa fluidin tiheyttä huomattavasti. Nestemäiset liuottimet täten ovat paljon jäykempiä säädön suhteen verrattuna ylikriittisiin fluideihin. Erityisesti tätä ominaisuutta käytetään pienten yhdenmukaisten partikkelien valmistuksessa. (Ramsey ym. 2011; Sihvonen 1999; Depenedetti ym. 1993)



Kuva 2. Kriittisessä lämpötilassa 305 K olevan hiilidioksidin tiheys paineen funktiona, julkaistu Elsevier:in luvalla (Braeuer 2015).

Ylikriittiset fluidit, lähellä niiden kriittistä pistettä, omaavat kaasumaisia viskositeettejä. Kuvan 3 kuvaajasta huomataan, että kinemaattisen viskositeetin (tiheyden suhde dynaamiseen viskositeettiin) minimi löytyy hiilidioksidin paineen ollessa 7,38 MPa. Tämän ansiosta nopea aineiden sekoittuminen ylikriittisiin fluideihin on verrattain tehokkaampaa kuin nesteisiin, koska nesteiden korkeampi viskositeetti aiheuttaa epähomogeenisten alueiden jäämisen nesteseokseen. (Braeuer 2015)



Kuva 3. Kriittisessä lämpötilassa 305 K olevan hiilidioksidin viskositeetti paineen funktiona, julkaistu Elsevier:in luvalla (Braeuer 2015).

Matalamman viskositeetin lisäksi ylikriittisellä fluidilla on korkeampi diffuusiokerroin ja myös sen pintajännite on pienempi verrattuna nesteeseen. Nämä ominaisuudet johtavat parempaan aineensiirtoon. Ylikriittisen fluidin tiheyden suhde sen tehoon liuottimena sekä sen erinomainen aineensiirto-ominaisuus tekevät siitä hyödyllisen väliaineen uutto- ja erotusprosesseihin. (Sihvonen 1999)

Hyvin useaa eri yhdistettä voidaan käyttää fluidina ylikriittisissä prosesseissa, mutta ylivoimaisesti laajimmin käytetty yhdiste on hiilidioksidi. Ruoka-, lääke- ja ravintoainetuotannoissa käytettyjen sovellusten näkökulmasta hiilidioksidi toimii hyvin liuottimena, koska se on syttymätön, myrkytön, helposti saatavilla ja helposti erotettavissa tuotteesta sekä sen kriittinen lämpötila ja paine ovat suhteellisen matala 304 K ja 7,38 MPa. Näiden ominaisuuksien ansiosta hiilidioksidi sopii hyvin esimerkiksi lämpötilaherkkien ja poolittomien bioaktiivisten yhdisteiden uuttoon. Hiilidioksidin poolittomuuden vuoksi se ei sovi yksistään liuottamaan poolisia yhdisteitä, joten fluidiin voidaan lisätä pieniä määriä muita liuottimia, kuten etanolia. Lisäämällä muita liuottimia voidaan nostaa prosessin selektiivisyyttä, vähentää käsittelyaikaa, kohottaa tuottoa sekä mahdollistaa lievemmat prosessiolosuhteet. Mutta, mitä enemmän yhdisteitä seokseen lisätään sitä monimutkaisemmaksi systeemin termodynamiikka muuttuu ja pääomakustannukset nousevat. (Ramsey ym. 2011; Sihvonen 1999)

2.2 Ylikriittinen uutto teollisuudessa

2.2.1 Hiilidioksidin hyödyntäminen

Suurin syy ylikriittisten prosessien hyödyntämiselle eri teollisuudenaloilla on pyrkimys lopettaa kokonaan tai osittain vähentää ympäristölle haitallisten orgaanisten liuottimien käyttöä. Montreal-protokollan tuomat jatkuvasti kiristyvät kansainväliset lainsäädännöt koskien liuottimien käyttöä aiheuttavat tämän trendin jatkumisen. Alun perin sopimuksen tarkoituksena oli rajoittaa otsonikerrokselle haitallisten aineiden (ODS, Ozone Depleting Substance) jakelua ja tuotantoa. Montreal-protokolla on jatkuvasti kehittyvä ja laajentuva sopimus, joten muidenkin aineiden kuin ODS:sien käyttöä tullaan rajoittamaan ja poistamaan käytöstä. (Ramsey ym. 2011)

Myös vihreä kemia -aloitteella on sama tavoite, minkä ansiosta moni prosessi-insinööri pyrkii kehittämään vaihtoehtoja, joilla luonnolle haitalliset liuottimet voitaisiin korvata. Tästä syystä ympäristöystävällisempää hiilidioksidia hyödyntävät ylikriittiset menetelmät vaikuttavat enemmän ja enemmän vartenotettavilta vaihtoehdoilta, koska olemassa oleva ehtymätön ja halpa hiilidioksidintuotanto voidaan kierrättää ylikriittisten prosessien käyttöön. (Braeuer 2015; Ramsey ym. 2011)

Orgaanisten liuottimien valmistus vaatii yleensä suuren määrän energiaa ja niiden hävittäminen on ongelmallista (Ramsey ym. 2011). Näitä haittavaikutuksia ei juurikaan ilmene, kun liuottimena käytetään ylikriittistä hiilidioksidia. Monen prosessin sivutuotteena vapautuu suuria määriä hiilidioksidia, joka voidaan hyödyntää ylikriittisissä prosesseissa ja tällä tavoin edistää hiilineutraalisuutta sekä poistaa tarve tuottaa ylimääräistä hiilidioksidia prosessia varten. Ylikriittisen hiilidioksidin tiheyden säädön vaivattomuuden ansiosta uutteen erottaminen liuottimesta alentamalla painetta, jolloin hiilidioksidi höyrystyy ja erottimeen jää jäljelle vain haluttu uute. Tällä tavoin uutteen ei juuri jää jäämiä liuottimesta sekä nestemäistä jätettä ei jouduta hävittämään, vaan hiilidioksidikaasu joko tuuletetaan pihalle tai ohjataan prosessiin uudelleen käytettäväksi. (Subramaniam 2017; Wai 2011)

Nykypäivänä kasvanut julkinen huoli orgaanisten liuottimien ympäristöllisiä sekä terveydellisiä haittavaikutuksia kohtaan on nostanut vaatimusta entistä puhtaammille tuotteille etenkin lääke- ja elintarviketeollisuudessa. Tästä syystä näillä aloilla on

viimeisten kolmenkymmenen vuoden ajan sovellettu teollisessa mittakaavassa ylikriittistä hiilidioksidia sekä tehty laajaa tutkimusta uusien käyttökohteiden kehittämiseksi. Tutkimuksissa on esitetty ylikriittisen uuton soveltamista arvokkaiden yhdisteiden erotuksessa elintarvike- ja luontaistuotteista, raskasmetallien talteenotossa, lääkeaineiden annostelulaitteiden parantamisessa sekä uusien erotusmenetelmien kehittämisessä, jotka johtavat tuotteiden laadun ja puhtauden paranemiseen. Tämä tekee hiilidioksidista erittäin hyvän vaihtoehdon liuottimeksi luonnontuotteiden, kuten öljyjen ja rasvojen uutossa. Siksi yli 90 % kaikista analyttisistä ylikriittisistä uuttoprosesseista etenkin elintarviketeollisuudessa käyttävät liuotin fluidina hiilidioksidia. (Rahoma ym. 2002; Akanda ym. 2012)

Lääke- ja elintarviketeollisuudessa hyväksi todetut ylikriittisen hiilidioksidin sovellukset ovat kasvattaneet kiinnostusta myös muilla aloilla, kuten jätehuollossa, biopolttoaineen tuotannossa sekä maatalousalalla.

2.2.2 Elintarviketeollisuus

Elintarviketuotannon päätavoite on tuottaa korkealaatuista, minimaalisesti käsiteltyä, lisäaineetonta ja ravintoarvokasta ruokaa. Vaihtoehtoisia tuotantomenetelmiä on pyritty tutkimaan ympäristövaikutusten minimoimiseksi, myrkyllisten tuotannossa tarvittavien aineiden vähentämiseksi sekä sivutuotteiden hyödyntämisen tehostamiseksi. Eteeristen ja ruokaöljyjen uutto ylikriittisellä hiilidioksidilla on huomattu olevan tehokkaampaa tavanomaisiin uuttoprosesseihin verrattuna. Perinteisten orgaanisten liuottimien käyttö on aikaavievää, liuotinta tarvitaan suhteellisen suuri määrä, lopputuotteeseen saattaa jäädä jäämiä liuottimesta, mikä on terveydelle haitallista sekä tyydyttymättömät yhdisteet hajoavat korkean toimintalämpötilan ansiosta. Ylikriittinen hiilidioksidi toimii suhteellisen matalassa lämpötilassa sekä se saadaan helposti kokonaan erotettua lopputuotteesta. Hiilidioksidin on todettu turvalliseksi, halvaksi sekä helposti saatavilla olevaksi liuottimeksi. (Rahoma ym. 2002; Horvat ym. 2017)

Viime aikoina ylikriittistä hiilidioksidia on käytetty erikoisöljyiksi luokiteltujen pähkinäöljyjen, siemenöljyjen, viljaöljyjen sekä hedelmä- ja kasviöljyjen uutossa. Perinteisiä uuttoprosesseja käytettäessä usein menetetään herkästi hajoavia yhdisteitä, jotka antavat öljylle sen ominaisen aromin. Käyttäen ylikriittistä hiilidioksidia on mahdollista säilyttää nämä herkät yhdisteet sekä terveydelle hyödylliset

bioaktiiviset komponentit kuten monitydyttymättömät rasvahapot uutteessa, joita kyseiset öljyt sisältävät runsaasti. (Akanda ym. 2012)

Öljyn saanto ja laatu ovat hyvin samanlaiset perinteisten ja ylikriittisten menetelmien välillä greipinsiemeniä uutettaessa. Perinteiset menetelmät vaativat jalostus- sekä liuottimen erotusvaiheet, joihin kuuluu suurin osa prosessin vaatimasta energiasta. Ylikriittistä menetelmää käytettäessä vältetään nämä vaiheet, joka saattaa johtaa taloudellisempaan prosessiin, mutta tämän varmistaminen vaatii vertailua teollisessa mittakaavassa. (Molero Gomez ym. 1996)

Ylikriittistä hiilidioksidiuuttoa sovelletaan laajasti elintarviketeollisuudessa perinteisten menetelmien ohella. Perinteisiä uuttomenetelmiä käytetään vielä tupakan uutossa, mauste uutteen valmistuksessa sekä rasvojen ja öljyjen uutossa. Ylikriittiseen hiilidioksidiin perustuvat uuttomenetelmät vaativat vielä kehittämistä näissä sovelluksissa, mutta kofeiinin poistossa kahvipavuista ja teestä sekä humalan käsittelyssä ylikriittiset menetelmät ovat täysin korvanneet perinteiset uuttomenetelmät. (Sihvonen 1999)

2.2.3 Biopolttoaineen valmistus

Vaara fossiilisten polttoaineiden loppumiselle on herättänyt tarpeen uusien vaihtoehtoisten energialähteiden kehittämiseksi. Fossiilisten polttoaineiden hyödyntäminen tuottaa suurimman osan kasvihuonepäästöistä, joiden vaikutus ilmastoon on kasvattanut kiinnostusta biopolttoaineiden kehittämiseen ehtymisen ohella. Biodieselin valmistus yleensä vaatii öljykasvien kuten rypsin ja soijapavun hyödyntämistä. Ruoan tuotannossa on kasvava tarve näille kasveille, joten niiden käyttö biopolttoaineen valmistuksessa ei ole kannattavaa. Korvaavaksi raaka-aineeksi on ehdotettu mikroleviä, jotka pystyvät tuottamaan suuria määriä biopolttoaineeksi muunnettavia lipidejä. (Baskar ym. 2019; Halim ym. 2011)

Ylikriittinen hiilidioksidiuutto vaikuttaa lupaavalta menetelmältä, jolla voidaan potentiaalisesti korvata orgaanisten liuottimien käyttö lipidien uutossa. Verratessa ylikriittistä uuttoa Soxhlet-uuttoon heksaanilla, ylikriittinen uutto saavutti suuremman saannon huomattavasti lyhyemmässä ajassa, hiilidioksidin aineensiirtokertoimen huomattiin myös olevan suurempi. Jatkovertailuissa on syytä ottaa huomioon menetelmiä

vastaavat energiankulutukset, jotta saadaan selville taloudellisin vaihtoehto. (Halim ym. 2011)

2.2.4 Jätteenkäsittely

Jätevedenkäsittelyä koskevien säädösten jatkuva kiristyminen sekä lietteen hävittämiseen liittyvien kustannusten kasvaminen aiheuttaa kaksi toisiinsa vaikuttavaa ongelmaa. Epäpuhtauksia sisältävää lietettä ei välttämättä voi enää hävittää perinteisiä keinoja käyttäen. Tämän ansiosta infrastruktuuriin liittyvät sekä käsittelyyn vaikuttavat kustannukset kasvavat eksponentiaalisesti, koska viimeisen viidenkymmenen vuoden aikana käsittelymenetelmien kehittyminen on ollut hidasta, joten vanhan tekniikan mukauttaminen uusiin säädöksiin tuottaa vaikeuksia ja lisäkustannuksia. Ratkaisuksi tähän ongelmaan on esitetty vanhan tekniikan kehittämisen sijaan muilla teollisuuden aloilla sovelletun tekniikan kokeilua, joka toisi uuden lähestymistavan lietteen käsittelyyn. (Mulchandani ym. 2016)

Ylikriittisen hiilidioksidin soveltaminen jäteveden käsittelyssä on yksi vaihtoehto. Lietteestä ja levästä on onnistuneesti otettu talteen lipidejä käyttäen ylikriittistä hiilidioksidiuuttoa. Hiilidioksidilla on kriittisen pisteen yläpuolella hyvät aineensiirto-ominaisuudet sekä kyky liuottaa kuumuudelle herkkiä yhdisteitä niitä hajottamatta. Uuton tehokkuutta voidaan parantaa lisäämällä polaarista tukiliuotinta, jolloin saanto kasvaa huomattavasti. Ylikriittistä hiilidioksidia voidaan myös soveltaa elektroniikkajätteen käsittelyssä, koska tietyissä olosuhteissa siihen liukenee arvometalleja kuten kuparia, kultaa sekä palladiumia. (Mulchandani ym. 2016)

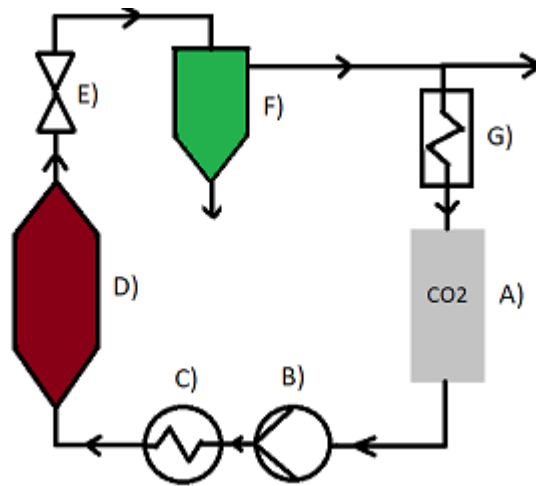
Vuonna 1991 tehdyn tutkimuksen nojalla ylikriittistä hiilidioksidia voitaisiin potentiaalisesti soveltaa ydinjätteen käsittelyssä. Tutkimuksessa testattiin metallikelaattien liukoisuutta ylikriittiseen hiilidioksidiin. Tulosten perusteella olisi mahdollista soveltaa ylikriittistä hiilidioksidia rikastetun uraanin talteenotossa. AREVA NP aloitti vuonna 2003 projektin, jossa tutkittiin rikastetun uraanin erottamista kevytvesiydinreaktorin polttoaineen valmistuksessa syntyneestä tuhkasta ylikriittisellä hiilidioksidilla. Ylikriittisellä hiilidioksidiuuttoprosessilla saataisiin otettua talteen arvokasta materiaalia sekä se lieventäisi jätteen hävittämiseen liittyviä ongelmia. Projektin onnistuminen saattaisi kannustaa samantapaisten menetelmien hyödyntämiseen

laajemmin ydinjätteiden käsittelyssä sekä käytetyn polttoaineen uudelleen käsittelyssä. (Wai 2011)

2.3 Simuloitu prosessi

Ylikriittinen hiilidioksiduuttoprosessi on esimerkki järjestelmästä, joka koostuu useasta yksikköprosessista (uuttoprosessi, yksi tai useampi erotusprosessia) (Samyudia ym. 1996). Kuvassa 4 on esitetty tyypillisen panostoimisen ylikriittisen hiilidioksiduuton laitteisto, johon kuuluu hiilidioksidisäiliö, pumppu, lämmitin, uuttoreaktori, paineensäätöventtiili, erotin sekä lauhdutin. Prosessin aluksi asetetaan esikäsitelty raakamateriaali uuttoreaktoriin, jossa on halutun prosessitilan ylläpitämiseksi instrumentointi paineen ja lämpötilan säätämiseen. Uuttoreaktorissa raakamateriaali voi olla esimerkiksi korissa, jonka molemmissa päädyissä on ritilät, jotta materiaali pysyy paikallaan uuton aikana ja että ylikriittinen hiilidioksidi pääsee virtaamaan vapaasti sen läpi. Kun raakamateriaali on laitettu uuttoreaktoriin, se paineistetaan sulkemalla astian päässä oleva paineensäätöventtiili ja käynnistämällä pumppu. Syötetyn hiilidioksidin lämpötila nostetaan kriittiseen pisteeseen esilämmittimellä ja kuumentamalla uuttoreaktoria. (Tariq ym. 2019; Molero ym. 1996)

Kun haluttu paine ja lämpötila saavutetaan, paineensäätöventtiiliä avataan, jotta hiilidioksidi pääsee virtaamaan prosessin läpi ja uuttoreaktoriin haluttu paine voidaan ylläpitää. Paineensäätöventtiilillä voidaan myös säätää hiilidioksidin läpivirtausta uuttoreaktorissa yhdessä pumpun kanssa. (Molero ym. 1996)



Kuva 4. Yksinkertaistettu ylikriittisen hiilidioksidiuuton laitteisto, jossa A on hiilidioksidisäiliö, B on pumppu, C on lämmitin, D on uutoreaktori, E on paineensäätöventtiili, F on erotin ja G on lauhdutin.

Uuton jälkeen ylikriittinen hiilidioksidi ja siihen liuenneet utteet ohjataan erottimeen. Utteet saadaan erotettua hiilidioksidista alentamalla painetta, joka johtaa hiilidioksidin höyrystymiseen. Utteet päätyvät erottimen pohjalle, josta ne voidaan kerätä pohjalla olevan venttiilin kautta. Erotuksen jälkeen hiilidioksidikaasu voidaan joko tuulettaa prosessista ulos tai ohjata lauhduttimen kautta nestemäisessä muodossa hiilidioksidisäiliöön, josta se voidaan pumpata uudelleen prosessiin. (Tariq ym. 2019)

2.4 Prosessin säätö

Teollisuuden prosessit yleensä vaativat ohjausta, jotta niiden ajaminen olisi mahdollisimman tehokasta, turvallista ja nykypäivänä enemmän ja enemmän ympäristölle ystävällistä (Varney 2014). Säätojärjestelmään kuuluu pääasiassa säädettävä prosessi, säädön kohteet, asetus- ja virhearvot, manipuloitavat muuttujat, häiriömuuttujat, sensorit ja mittauselementit, ulostulomuuttujat, rajoitukset (esimerkiksi laitteiden maksimipaine ja -lämpötila), ajomoodi (panos-, jatkuvatoiminen), ympäristölliset ja taloudelliset huomiot sekä säätömenetelmä. Prosessin optimoinnilla pyritään saavuttamaan prosessille parhaat mahdolliset prosessointiolosuhteet ja säädöllä ohjataan toimilaitteita niin, että nämä olosuhteet saavutetaan ja pidetään mahdollisimman tehokkaasti. Optimoinnin onnistuminen voi johtaa kustannusten alenemiseen sekä energian ja materiaalin kulutuksen vähentymiseen. (Sharma ym. 2014)

Usein yksi ensimmäisistä vaiheista nykyaikaisten säätösystemin suunnittelussa on matemaattisen mallin muodostaminen säädettävästä prosessista. Mallin avulla saadaan parempi käsitys prosessin toiminnasta ja parempi kuva säätöongelmasta. Malli voidaan muodostaa joko aine- ja energiataseyhtälöistä tai datapohjaisesti, jossa malli tehdään fyysistä prosessia ajamalla saadun datan avulla. Yhdistetyssä muodostamistavassa luodaan prosessin fysikaalisten ominaisuuksien perusteella differentiaaliyhtälö, jonka uskotaan kuvaavan prosessin käyttäytymistä. Yhtälöä täydennetään prosessia ajamalla saaduilla parametreilla tai yhtälöillä. Prosessista yleensä muodostetaan useampi malli eri tarkkuuksilla. Säätimen suunnittelussa käytetään pienemmän tarkkuusasteen omaavaa mallia, jotta varmistetaan säätimen toimivuus. Näissä malleissa etuna on se, että ne voidaan pitää lineaarisina ja yksinkertaisina silti mallintamalla prosessin olennaisen käyttäytymisen. Korkeimman tarkkuusasteen mallia hyödynnetään suunnitellun säätimen arvioimiseen ennen kuin sitä testataan itse prosessissa. Huomionarvoista mallien muodostuksessa on, että niillä arvioidaan prosessin käyttäytymistä, joten mikään malli ei voi täydellisesti osoittaa prosessin dynamiikkaa. (Hooda ja Raich 2016)

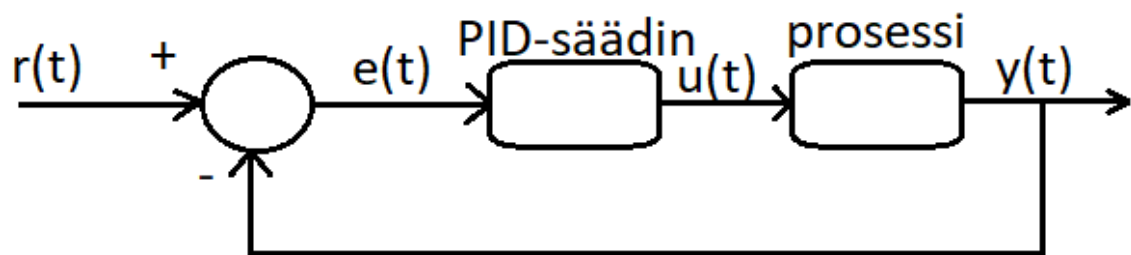
Ylikriittisessä hiilidioksiduutossa säädön kohteena on yleensä hiilidioksidin tehokkuus liuottimena. Liuotustehoa voidaan säätää uuttoreaktorin paineen ja lämpötilan avulla. Nämä parametrit mukaan lukien uutossa käytetyn raaka-aineen partikkelikoko sekä esikäsittely vaikuttavat suoraan uutteen koostumukseen ja komponenttien toimintoihin. (Akanda ym. 2012)

Säädön suunnittelusta ylikriittiselle hiilidioksiduuttoprosessille tekee erityisen hankalan prosessille ominaiset monen muuttujan väliset vuorovaikutukset yli yksikköprosessien sekä yksikköprosessien väliset vasteaikaerot. Tutkimukset koskien säätösystemejä ylikriittisille hiilidioksiduuttoprosesseille ovat näyttäneet, että tavanomaisiin PID-säätimiin perustuvat prosessinohjaukset tuottivat heikkoja tuloksia. Toisaalta Ramachandran ym. (1992a) osoitti, että epälineaariseen malliin pohjautuvalla säädöllä saavutettiin suhteellisen hyviä tuloksia. Näiden huomioiden perusteella ylikriittisen hiilidioksiduuton säätöä suunniteltaessa tavanomaisten säätömenetelmien sijaan kannattaa harkita kehittyneiden säätömenetelmien käyttöä. (Samyudia ym. 1996)

2.5 Säätoimenetelmät

2.5.1 PID-säätö

Nykyään suurin osa prosessiteollisuuden säätöjärjestelmistä perustuu PID-säätimiin. Syynä laajalle käytölle on säätimen toteutuksen yksinkertaisuus sekä niiden helppo integrointi säätöjärjestelmiin. PID-säätimen toiminta perustuu takaisinkytkentään, missä säädin laskee prosessin ohjausmuuttujan uuden arvon prosessin virheen (asetusarvon ja prosessin ulostulon erotus) perusteella. Kuvassa 5 on esitetty esimerkki PID-säätöpiiristä. (Reddy 2015)



Kuva 5. PID-säätöpiiri, jossa $r(t)$ on asetusero ajanhetkellä t , $e(t)$ on virhesignaali ajanhetkellä t , $u(t)$ on ohjaussignaali ajanhetkellä t , $y(t)$ on prosessin ulostulo ajanhetkellä t .

PID-säädin muodostuu kolmesta termistä, suhteellinen virhe (P), virheen integraali (I) ja virheen derivaatta (D). Näistä termeistä voidaan muodostaa neljä erityyppistä PID-säädintä, P-säädin, PI-säädin, PD-säädin sekä PID-säädin. P-säätimen ohjaussignaali muodostuu P-termistä, missä virhe kerrotaan suhteellisella vahvistuksella. P-termistä voidaan muodostaa muiden PID-säätimien ohjaussignaalit lisäämällä virheeseen termit I ja/tai D. Yhtälö (1) kuvaa PID-säätimen ohjaussignaalia. (Wang 2020):

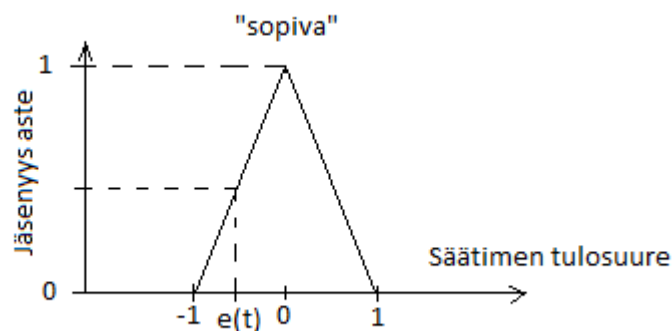
$$u(t) = K(e(t) + \frac{1}{\tau_I} \int_0^t e(\tau) d\tau + \tau_D \frac{de(t)}{dt}) \quad (1)$$

missä u on ohjaus,
 K on suhteellinen vahvistus,
 e on virhe,
 τ_I on integraaliaikavakio ja
 τ_D on derivaatan vahvistus.

Säätimen suorituskykyä voidaan tarkastella esimerkiksi vasteen nousuajan, asetusrvon ylityksen ja vakaan tilan virheen perusteella. Vurityksessä näihin voidaan vaikuttaa ohjaussignaalin termien avulla. Termien voimakkuuteen vaikutetaan parametreilla K , τ_I ja τ_D . Optimaalisten arvojen löytämiseen parametreille voidaan käyttää montaa eri metodia, kuten Ziegler-Nicholsin vurityssäntöä. (Wang 2020)

2.5.2 Sumea säätö

Sumea säätö perustuu lingvistisiin sumeisiin arvoihin ja sääntökantaan. Ne helpottavat prosessi-insinöörin heuristisen tiedon hyödyntämistä prosessin ohjauksessa. Sumea säädin käyttää sumeaa logiikkaa numeeristen arvojen muuttamiseksi sumeiksi arvoiksi. Sumeille arvoille yleensä annetaan lingvistinen määritelmä, kuten ”alhainen”, ”melko alhainen” tai ”sopiva”, tämä helpottaa sääntöjen laatimisessa ja siihen, kuinka ne vaikuttavat ohjaukseen. Sumeita arvoja kuvataan jäsenyysfunktioilla, jotka ovat yleensä kolmion muotoisia. Kuvassa 6 on esimerkki jäsenyysfunktioista arvolle ”sopiva”. (Hooda ja Raich 2016)



Kuva 6. Säätimen tulosuureen $e(t)$ sumean arvon ”sopiva” -jäsenyysfunktio.

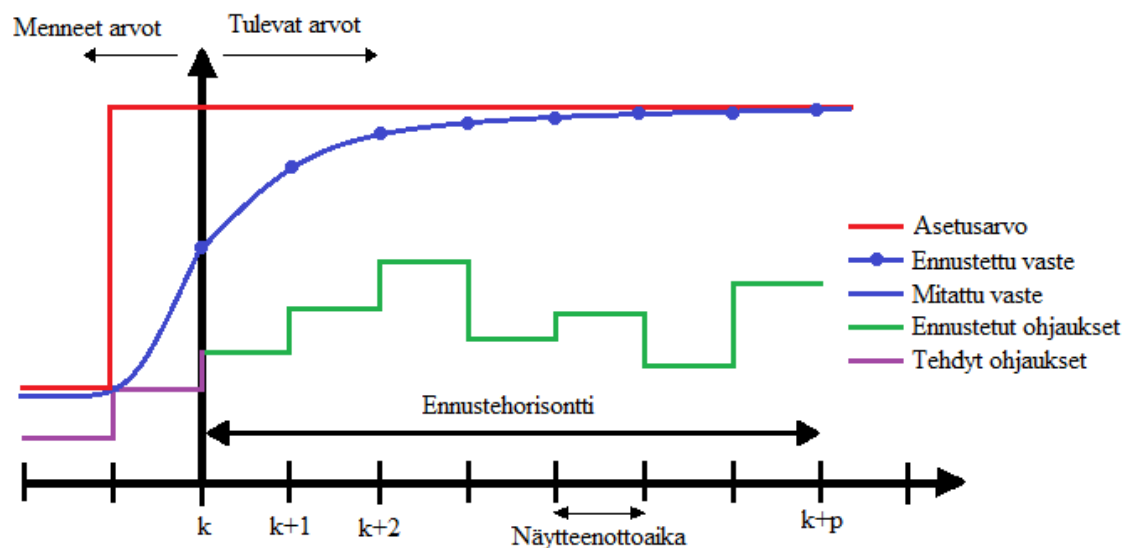
Tulosuureille sekä lähtösuureille voidaan muodostaa useita jäsenyysfunktioita. Niiden avulla tulo- ja lähtösuureiden epävarmat numeeriset arvot voidaan muuttaa sumeiksi käyttäen sumeaa logiikkaa. Jäsenyysaste kuvaa kuinka voimakkaasti jonkin suureen arvo kuuluu tiettyyn jäsenfunktioon. (Hooda ja Raich 2016)

Sumeita säätimiä voidaan käyttää suljetussa säätöpiirissä kuten PID-säätimiä ja niiden tulosuureiksi voidaan valita jonkin manipuloitavan muuttujan virhe. Säätimen lähtösuure toimii säädettävän prosessin tulosuureena. Sumea säädin koostuu neljästä osasta:

Sumeasta sääntökannasta, päättelymekanismista sekä sumeutus ja selkeytys rajapinnoista. Sumea sääntökanta pitää sisällään tiedon, kuinka systeemiä ohjataan, josiin ehtosääntöjen muodossa. Päättelymekanismi arvioi mitkä säännöt tulee valita halutun ohjauksen saavuttamiseksi. Sumeutus-rajapinta muuttaa tulosuureiden numeeriset arvot sumeiksi, jotta niitä voidaan käyttää sääntöjen valinnassa. Selkeytys-rajapinta taas muuttaa sumeat arvot sääntöjen avulla määriteltyjen lähtösuureen jäsenfunktioiden avulla numeerisiksi säädettävän prosessin tulosuureiden arvoiksi. Sumeita säätimiä voidaan virittää lisäämällä, vähentämällä tai muuttamalla jäsenfunktioita, muuttamalla sääntökantaa ja skaalaamalla tulo- ja lähtösuureita. (Hooda ja Raich 2016)

2.5.3 Malliprediktiivinen säätö

Malliprediktiivinen säätö (MPC, Model Predictive Control) perustuu prosessista luodun mallin iteratiiviseen optimoimiseen. MPC-säätö kulkee seuraavasti (Kuva 7): ajanhetkellä k vallitsevasta tilasta lasketaan mallin avulla ohjausstrategia, joka minimoi kustannusfunktion. (Mehta ja Reddy 2015)



Kuva 7. Esimerkki diskreetistä MPC-säädöstä (mukaillen Behrendt 2009).

Klassinen kustannusfunktio malliprediktiivisessä säädössä koostuu virheen neliöstä ja ohjauksen tehdyn muutoksen neliöstä. Näiden termien eteen voidaan lisätä painotuskerroin, jonka avulla voidaan säätää termien suhdetta kustannusfunktiossa (Ikonen 2017). Ohjausstrategia lasketaan aikavälille $k+p$, jota kutsutaan ennustehorisontiksi. Lasketusta ohjausstrategiasta valitaan vain ensimmäinen ohjausliike,

jonka avulla malli laskee seuraavan tilan ajanhetkelle $k+1$. Nämä askeleet toistetaan, kunnes prosessin ulostulo saavuttaa halutun asetusarvon. (Mehta ja Reddy 2015)

Mallipohjaista säädintä voidaan virittää prosessikohtaisen suorituskyvyn parantamiseksi muuttamalla tiettyjä parametrejä. Ohjausliikkeiden suuruutta voidaan muuttaa kustannusfunktiossa olevan painotuskertoimen avulla. Näytteenottoajalla vaikutetaan säätötiheyteen. Ennustehorisontti ja säätöhorisontti määrittelevät, kuinka pitkälle tulevaisuuteen ohjausliikkeitä lasketaan ja kuinka suuri määrä niitä otetaan huomioon kustannusfunktiossa. (Ikonen 2017)

3 KOKEELLINEN OSA

Tässä työssä suunniteltiin sumea ja MPC-säädin käyttäen Hämäläinen (2020) tekemää simulaattoria. Säätimien toimintaa verrataan simulaattoriin integroituun PID-säätöön. Säädettävä muuttuja on simuloitu ylikriittisen hiilidioksiduuttoprosessin uuttoreaktorin lämpötila.

3.1 Simulaattori

Simulaattori on määritetty pilottimittakaavaisesta panostoimisesta ylikriittisestä hiilidioksiduuttoprosessista kerätyllä mittausaineistolla. Prosessi on mallinnettu kokeellisen datan perusteella ja datan hankinnan koesuunnittelussa käytettiin central composite designia. Simulaattori koostuu yhdestä regressiomallista ja seitsemästä dynaamisesta mallista. Regressiomalli muodostettiin käyttämällä MATLAB® Statistics and Machine Learning Toolbox™ -ohjelmistoympäristöä ja sillä mallinnetaan prosessin vakaan tilan energiankulutusta. Prosessin yksikköprosesseista identifioitiin seitsemän dynaamista mallia: suljetun säätöpiirin vasteet hiilidioksidin paineelle, hiilidioksidin esilämmittimen lämpötilalle, uuttoreaktorin lämpötilalle, erottimen lämpötilalle, avoimen säätöpiirin vaste hiilidioksidin tilavuusvirtaukselle, lämmitysveden kulutukselle ja sähkön kulutukselle. Mallien parametrien identifiointiin käytettiin MATLAB® System Identification Toolbox™ -ohjelmointiympäristöä. (Hämäläinen ja Ruusunen 2022)

Mallinnetussa prosessissa säädettäviä muuttujia ovat lämpötilat uuttoreaktorissa, erottimessa ja hiilidioksidille ennen uuttoreaktoriin syöttämistä, hiilidioksidin paine ja hiilidioksidin tilavuusvirtaus. Uuttoreaktorin lämpötilaa säädetään sähkölämmittimellä, erottimen lämpötilaa säädetään lämmitysveden määrällä, hiilidioksidin lämpötilaa säädetään sähkölämmittimellä, hiilidioksidin painetta säädetään kahdella korkeapaineisella kalvopumpulla ja hiilidioksidin tilavuusvirtausta säädetään korkeapaineventtiilillä. Simulaattoriin syötetään sisäänmenoina prosessin manipuloitavien muuttujien lisäksi simulointiaika, lämmityksen aloitusajankohta, pumppujen käynnistysajankohta, venttiilin asento ja venttiilin asennon muuttamisajankohta. Näistä sisäänmenoista käyttäjän muutettavissa ovat kaikki paitsi lämpötilat hiilidioksidille ja erottimelle. (Hämäläinen ja Ruusunen. 2022)

Simulaattorista saadaan ulostuloina vakaan tilan sähkönkulutus ja vasteet lämpötiloille, hiilidioksidin paineelle, hiilidioksidin tilavuusvirtaukselle, lämmitysveden ja sähkönkulutuksille. (Hämäläinen ja Ruusunen 2022)

3.2 Kokeiden suoritus ja tulokset

Kokeessa pyritään parantamaan oletuksena olevaa PID-säätöä sekä vertaamaan sumean ja MPC-säätimen suorituskykyä ja käytettävyyttä siihen. Suorituskyvyn vertailussa kriteereinä käytetään asetusarvon ylitystä, nousuaikaa, asettumisaikaa ja sähköenergian kulutusta. Käytettävyyttä arvioidaan tarkastelemalla säätimien ohjaussignaaleja ja kuinka valkoinen kohina vaikuttaa säätimien toimintaan.

Simulaattorissa toimii oletussäätiminä PID-säätimet mallinnetussa prosessissa olevien konkreettisten PID-säätimien mukaisesti. Tällöin simulaattoriin lisättyjen säätimien ulostulot toimivat prosessin kiinteiden PID-säätimien asetusarvoina. (Hämäläinen 2020)

Kokeessa käytetty sumea säädin koostuu kahdesta sisäänmenosta, ulostulosta ja sääntökannasta. Sisäänmenoiksi on valittu reaktorilämpötilan virhe ja virheen muutos. Kukin sisäänmeno sisältää viisi jäsenfunktioita. Ulostulona säätimestä saadaan ohjaus, joka koostuu seitsemästä jäsenfunktioista. Sääntökanta sisältää kaksikymmentäviisi sääntöä ja Mamdani-tyyppinen päättely toimi sisääntuloja vastaavien sääntöjen valinnassa. Säädin suunniteltiin käyttämällä MATLAB® Fuzzy Logic Designer Toolbox™ -ohjelmistoympäristöä. Säätimen virityksessä sen sisäänmenoja ja ulostuloa skaalattiin sopiviksi. Muutettaessa asetusarvoa säädin jouduttiin virittämään uudestaan.

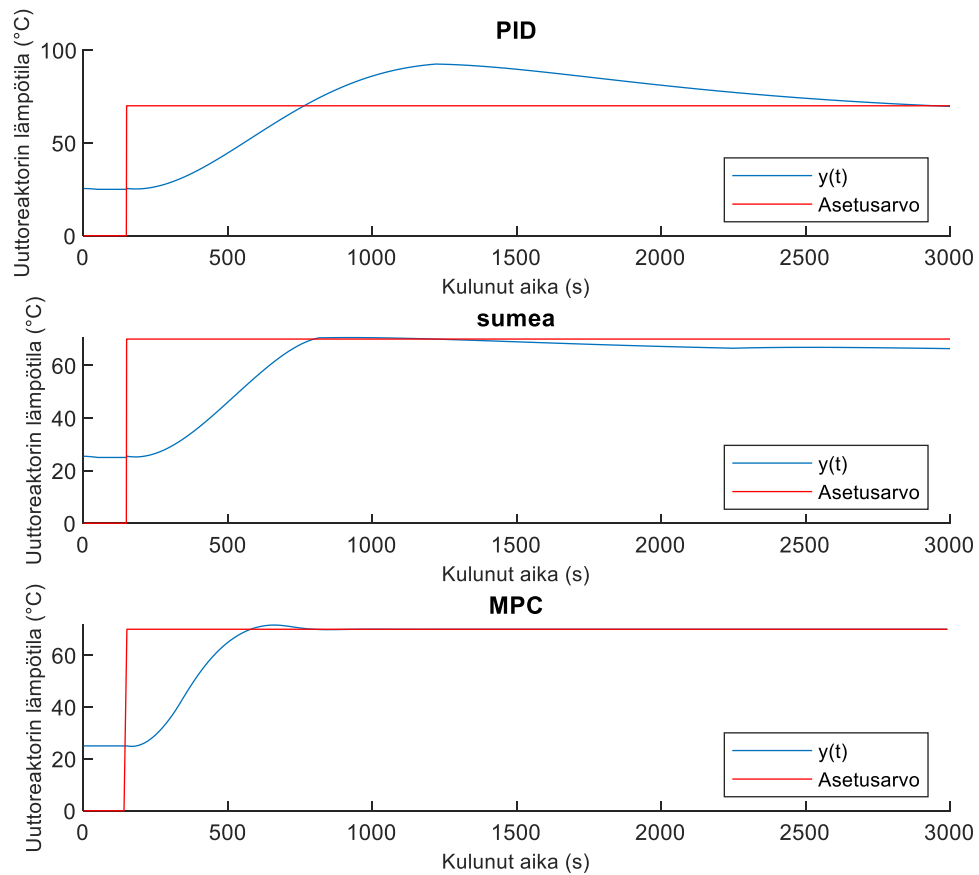
MPC-säädin tehtiin käyttämällä MATLAB® MPC Designer Toolbox™ -ohjelmistoympäristöä ja mallina säätimessä toimi uuttoreaktorin lämpötilamalli. Säätimen virityksessä parametrien säätötiheys, ennustehorisontti, säätöhorisontti ja säädönmuutosnopeuden painokerroin käytettiin Hämäläisen (2020) työssä hyväksi todettuja arvoja.

3.2.1 Suorituskykyjen vertailu

Suorituskyvyn vertailussa simulaattoria ajettiin jokaisella säätömenetelmällä kolmessa eri uuttoreaktorin lämpötilassa. Simulointiaika oli 3000 sekuntia ja lämpötilat olivat 313,15 K (40 °C), 343,15 K (70 °C) ja 393,15 K (120 °C). Taulukosta 1 nähdään simulointien tulokset, kuvasta 8 nähdään säätimien toiminta sekä Taulukosta 2 nähdään suorituskykyvertailujen tulokset.

Taulukko 1. Eri säätömenetelmillä saadut tulokset, missä K on lämpötila (kelvin), OS on asetusravon ylitys, RT on nousuaika, ST on asettumisaika ja EC on kokonaisenergiankulutus wattitunteina (Wh).

Säädin	Lämpötila (K)	OS (K)	RT (s)	ST (s)	EC (Wh)
PID	313,15	10,88	303	2393	274,40
Sumea	313,15	0,50	269	790	245,51
MPC	313,15	0,51	159	460	250,39
PID	343,15	22,50	373	2554	468,33
Sumea	343,15	0,51	372	820	405,34
MPC	343,15	1,60	228	660	420,38
PID	393,15	30,00	398	2414	761,42
Sumea	393,15	3,51	398	850	678,51
MPC	393,15	2,00	327	780	683,13



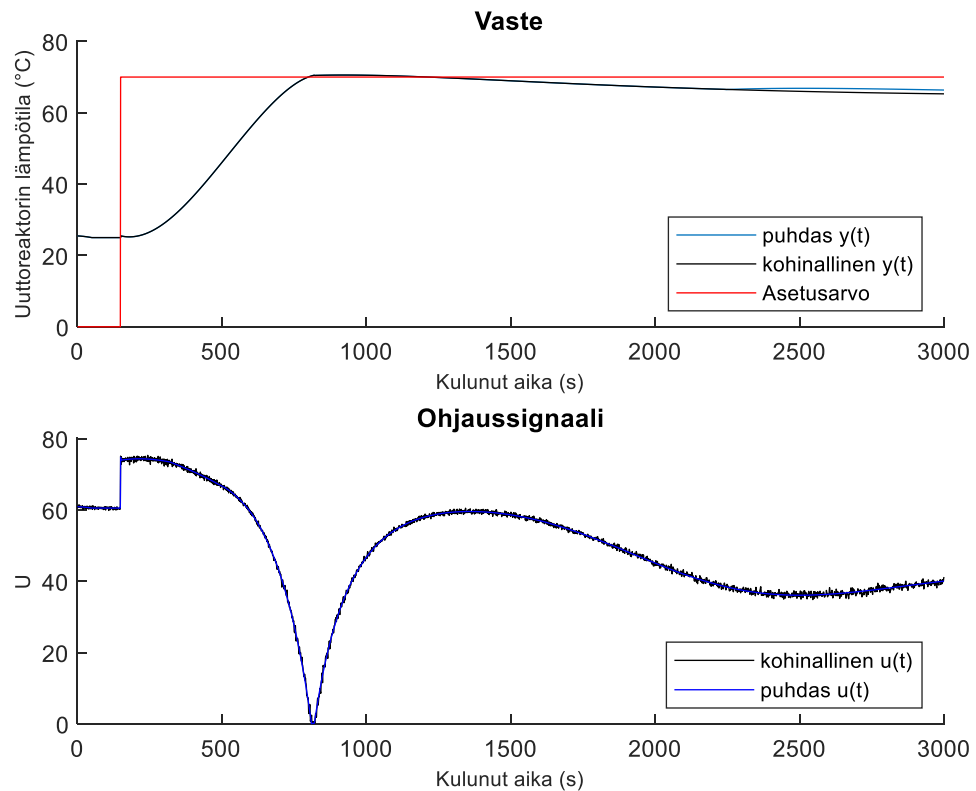
Kuva 8. Simuloitujen säätimien vastekuvaajat asetusravolla 343,15 K (70 °C).

Taulukko 2. Sumean säätimen ja MPC-säätimen suorituskyky verrattuna PID-säätimeen, missä sumean säätimen ja MPC-säätimen tulokset verrattuna PID-säätimeen on esitetty prosentteina. Eri kriteereissä suurin parannus suorituskykyyn on esitetty vihreällä, oranssilla on esitetty kyseisen kriteerin heikompi parannus ja punaisella on esitetty alle prosentin parannukset ja jos suorituskyky heikkeni.

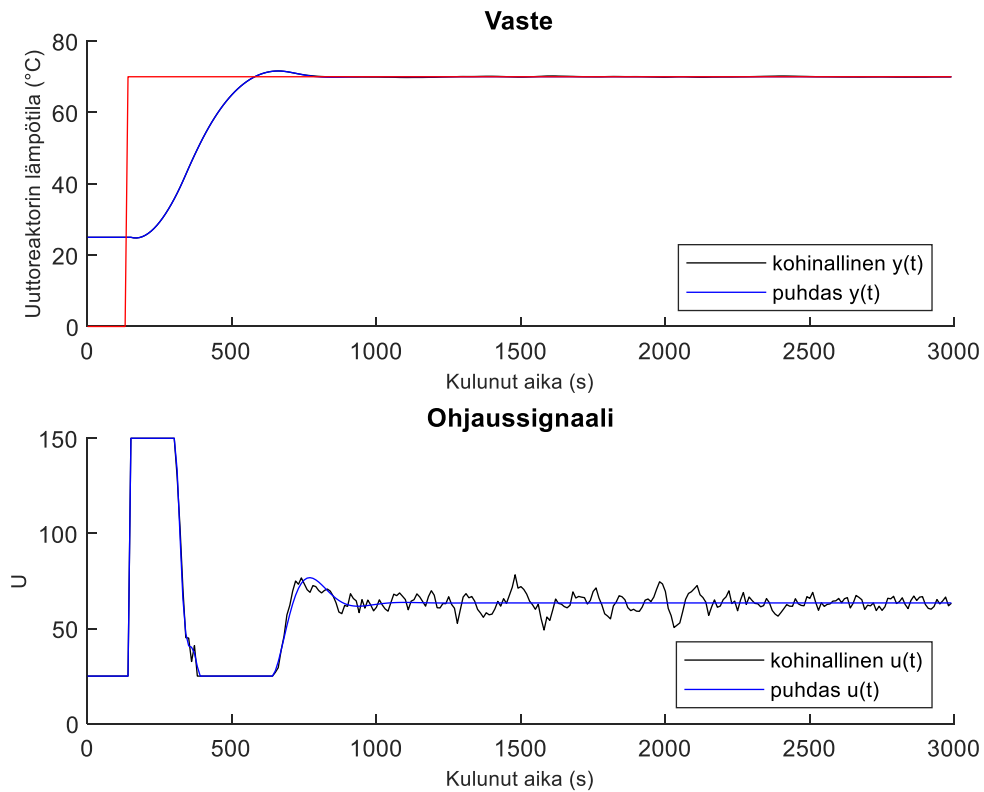
Säädin	Lämpötila (K)	OS (K)	RT (s)	ST (s)	EC (Wh)
PID	313,15	10,88	303	2393	274,4
Sumea	313,15	-95,31 %	-11,22 %	-66,99 %	-10,53 %
MPC	313,15	-95,31 %	-47,52 %	-80,78 %	-8,75 %
PID	343,15	22,5	373	2554	468,33
Sumea	343,15	-97,73 %	-0,27 %	-67,90 %	-13,45 %
MPC	343,15	-92,89 %	-38,87 %	-74,16 %	-10,24 %
PID	393,15	30	398	2414	761,42
Sumea	393,15	-88,30 %	0,00 %	-64,79 %	-10,89 %
MPC	393,15	-93,33 %	-17,84 %	-67,69 %	-10,28 %

3.2.2 Käytettävyyden vertailu

Sumean säätimen ja MPC-säätimen käytettävyyden hyvyttä arvioitiin ohjaussignaalien avulla sekä tutkimalla, kuinka säätimet reagoivat, kun vasteen signaaliin lisätään valkoista kohinaa. Käytettävyyttä vertailtiin uuttoreaktorin lämpötilan asetusarvolla 343,15 K (70 °C) ja signaalin suhde kohinaan oli 10 dB. Kuvassa 9. on esitetty sumean säätimen lämpötila-aika kuvaaja puhtaalle ja kohinalliselle vasteensignaaliille sekä ohjaus-aika kuvaaja puhtaalle ja kohinalliselle ohjaussignaaliille ja kuvassa 10. on esitetty vastaavat kuvaajat MPC-säätimelle.



Kuva 9. Sumean säätimen puhtaat ja kohinalliset signaalit asetusarvolla 343,15 K (70 °C).



Kuva 10. MPC-säätimen puhtaat ja kohinalliset signaalit asetusravolla 343,15 K (70 °C).

Kohina aiheuttaa sumean säätimen ohjaussignaaliin $+2,4$ °C ja $-2,7$ °C välistä vaihtelua verrattuna puhtaaseen ohjaussignaaliin. Vastesignaalisssa vaihtelu on välillä $+0,05$ °C ja $-1,11$ °C. Kohinan ansiosta vasteen vakaan tilan virhe myös kasvoi $1,11$ °C. MPC-säätimellä vaihtelu ohjaussignaalisssa oli välillä $+14,8$ °C ja $-14,2$ °C ja vastesignaalisssa välillä $+0,22$ °C ja $-0,21$ °C.

3.3 Tulosten pohdinta

Uuttoreaktorin lämpötilanohjauksessa PID-säätimen suorituskyky on huomattavasti heikompaa ilman sumean tai MPC-säätimen apua. Tämä mahdollisesti johtuu prosessin epälineaarisuudesta ja vasteajasta, joihin pelkällä PID-säätimellä on vaikea vastata. Ottaen huomioon säädössä myös uuttoprosessin muut yksikköprosessit ja niiden vaikutukset toisiinsa, PID-säätömenetelmällä ei voida odottaa kovinkaan hyviä tuloksia (Samyudia ym. 1996). Lisäämällä sumea tai MPC-säädin saavutettiin huomattavasti parempia tuloksia.

Suorituskykyjä verrattaessa sekä sumealla että MPC-säätimellä saatiin asetusarvon ylitys poistettua miltei kokonaan. Nousuajassa matalilla lämpötiloilla sumealla säätimellä saatiin noin kymmenen prosenttia parempia tuloksia PID-säätimeen verrattuna, mutta asetusarvoa nostettaessa sumean säätimen nousuaika alkoi tavoittaa samoja aikoja PID-säätimen kanssa. MPC-säädin lyhensi nousuaikaa parhaimmillaan lähes puolella. Korkeammilla asetusarvoilla parannus PID-säätimeen verrattuna pieneni kuten myös sumealla säätimellä, mutta pysyi vajaassa kahdessakymmenessä prosentissa. Sekä sumealla että MPC-säätimellä onnistuttiin lyhentämään asettumisaikaa reilusti alle puoleen verrattuna PID-säätimeen. Sumealla säätimellä asettumisajan lyhennys jokaisella asetusarvolla oli noin kuudenkymmenenviiden prosentin luokkaa. MPC-säätimellä saavutettiin vajaata viittätoista prosenttiyksikköä paremmat tulokset matalissa lämpötiloissa kuin sumealla säätimellä. Lämpötilan asetusarvoa kasvatettaessa MPC-säätimen asettumisajan tulokset kuitenkin alkavat lähennellä sumean säätimen tuloksia. MPC-säätimen parempi suorituskyky nousuajassa ja asettumisajassa mahdollisesti johtuu siitä, että säädössä hyödynnetään tulevaisuuden ohjauksen arvoja, kun taas sumea säädin käyttää vain edellisen ajanhetken arvoja. Kokonaisenergiankulutuksessa sekä sumealla että MPC-säätimellä saatiin parhaimmillaan yli kymmenen prosentin parannuksia. Alemmilla lämpötilan asetusarvoilla sumea säädin on noin 2–3,6 % parempi kuin MPC-säädin energiankulutuksen suhteen. Korkealla asetusarvolla sumean ja MPC-säätimen energiankulutus on lähes sama. Tämä mahdollisesti johtuu MPC-säätimen korkeammista ohjauksen arvoista, joka voidaan nähdä vertaamalla kuvia 9 ja 10.

Käytettävyyden näkökulmasta molempia säätimiä voitaisiin käyttää hajottamatta prosessin laitteistoa. Kummankaan säätimen ohjaussignaali ei ylitä uuttoreaktorin maksimilämpötilaa (150 C°) eivätkä ohjaussignaalit jatkuvasti heittele nollan ja maksimin välillä, mikä voi haitallisesti kuluttaa lämmittimiä ja pumppuja. Kohinalla oli suurempi vaikutus MPC-säätimen ohjaussignaaliin verrattuna sumeaan säätimeen, tämä voi johtaa tasaisempaan lämmittimen ohjaukseen vakaassa tilassa sumealla säätimellä. MPC-säätimen vastesignaaliin kohina ei suuremmin vaikuttanut. Sumealla säätimellä kohina ei juurikaan vaikuttanut asetusarvon saavuttamiseen tai ylitykseen, mutta vakaan tilan virhe kasvoi suurimmillaan noin yhdellä celsiusasteella.

4 JOHTOPÄÄTÖKSET

Valitessa säätömenetelmää tulosten perusteella, MPC-säädin voisi olla parempi vaihtoehto panostoimiseen prosessiin. Panostoiminen prosessi joudutaan ajamaan alas jokaisen panostuksen yhteydessä. Koska MPC-säätimen avulla asetusarvo saavutetaan lyhyemmässä ajassa, voidaan mahdollisesti kasvattaa tuotantoa ja lyhentää prosessin ajoaikaa. Jatkuvatoimisessa prosessissa, jossa uutettavaa ainetta syötetään prosessiin ajon aikana, sumealla säätimellä voidaan mahdollisesti saavuttaa hyviä tuloksia. Vaikka nousuaika on suhteellisesti pidempi, sumealla säätimellä saavutettiin matalampi energiankulutus ja tasaisempi ohjaus mikä voi johtaa hyviin tuloksiin jatkuvatoimisessa prosessissa, jossa säätimellä pääasiassa halutaan prosessin pysyvän sen asetusarvossa. Sumeassa säätimessä on myös korkea virityspotentiaali. Suorituskykyä voidaan mahdollisesti vielä parantaa verrattuna työssä suunniteltuun säätimeen lisäämällä sisääntuloja kuten virheen summa, muokata jäsenyysfunktioita sekä sääntökantaan voidaan lisätä säädön suorituskykyä parantavia sääntöjä.

5 YHTEENVETO

Ylikriittisessä hiilidioksidissa yhdistyy kaasun ja nesteen hyödylliset ominaisuudet. Kyky muuttaa näitä ominaisuuksia pienillä lämpötilan ja paineen muutoksilla mahdollistaa hiilidioksidin käytön liuottimena monessa eri uuttoprosessissa. Nykypäivänä kasvanut huoli teollisuuden ekologisuudesta on herättänyt tarpeen vihreiden teknologioiden kehittämiseksi. Uuttoprosesseissa käytettävien orgaanisten liuottimien korvaaminen ylikriittisellä hiilidioksidilla voi mahdollisesti johtaa puhtaampiin tuotteisiin, hiilineutraalisuuteen sekä taloudellisesti kannattavampaan tuotantoon. Yksi syy miksi orgaanisia liuottimia ei ole täysin korvattu hiilidioksidilla, on uuttoprosessin säädön hankaluus sekä säätöjärjestelmien toimivuuden vähäiset näytöt teollisuudessa.

Ylikriittisen hiilidioksidin tehoon liuottimena vaikuttaa pääasiassa tiheys, jota voidaan muuttaa paineen ja lämpötilan avulla. Tämän ansiosta prosessin optimoimisessa lämpötilan- ja paineensäätö ovat tärkeitä. Säätöjärjestelmien suunnittelua ylikriittiselle hiilidioksidiuuttoprosessille hankaloittaa sille ominaiset vasteaikaerot yli yksikköprosessien sekä yksikköprosessien keskinäiset vuorovaikutukset.

Työssä uuttoreaktorille suunnitellut sumea ja MPC-säädin tuottivat huomattavasti parempia tuloksia verrattuna perus PID-säätöön. Suorituskyvyn parannus oli kymmenestä prosentista yli yhdeksäänkymmeneen prosenttiin riippuen kriteeristä. Työn tuloksia voidaan mahdollisesti hyödyntää uuttoprosessille säätöjärjestelmiä suunniteltaessa.

LÄHDELUETTELO

Akanda, M. J. H., Sarker, M. Z. I., Ferdosh, S., Manap, M. Y. A., Ab Rahman, N. N. N., & Ab Kadir, M. O. (2012). Applications of Supercritical Fluid Extraction (SFE) of Palm Oil and Oil from Natural Sources. *Molecules*, 17(2), 1764–1794.

Baskar, G., Kalavathy, G., Aiswarya, R., & Abarnaebenezer Selvakumari, I. (2019). Advances in bio-oil extraction from nonedible oil seeds and algal biomass. *Advances in Eco-Fuels for a Sustainable Environment*, 187–210.

Behrendt M., 2009. A basic principle of Model Predictive Control [verkkodokumentti].
 Wikipedia Commons Saatavissa:
https://en.wikipedia.org/wiki/Model_predictive_control [viitattu 17.8.2022].

Brauer, A. (2015). High Pressure: Fellow and Opponent of Spectroscopic Techniques. *Supercritical Fluid Science and Technology*, 1–40.

Debenedetti, P. G., Tom, J. W., Kwauk, X., & Yeo, S.-D. (1993). Rapid expansion of supercritical solutions (ress): fundamentals and applications. *Fluid Phase Equilibria*, 82, 311–321.

Halim, R., Gladman, B., Danquah, M. K., & Webley, P. A. (2011). Oil extraction from microalgae for biodiesel production. *Bioresource Technology*, 102(1), 178–185.

Hooda DS, Raich V. *Fuzzy Logic Models and Fuzzy Control: An Introduction*. New Delhi: Alpha Science Internation Limited, 2016.

Horvat G., Aladić K., Jokić S., 2017. Supercritical CO₂Extraction Pilot Plant Design – Towards IoT Integration. *Technical Gazette* 24, 3(2017), 925–934.

Hämäläinen, H. (2020) Identification and Energy Optimization of Supercritical Carbon Dioxide Batch Extraction, DI-työ, Oulun yliopisto, TTK, Prosessitekniiikan koulutusohjelma

Hämäläinen H., Ruusunen M., 2022. Identification of a supercritical fluid extraction process for modelling the energy consumption. *Energy* 2022, 252, 124033

Ikonen E., 2017. *Model Predictive Control and State Estimation*. University of Oulu, Systems Engineering Laboratory, Oulu, Finland.

Mehta, B. R., & Reddy, Y. J. (2015). Advanced process control systems. *Industrial Process Automation Systems*, 547–557.

Molero Gómez, A., Pereyra López, C., & Martínez de la Ossa, E. (1996). Recovery of grape seed oil by liquid and supercritical carbon dioxide extraction: a comparison with conventional solvent extraction. *The Chemical Engineering Journal and the Biochemical Engineering Journal*, 61(3), 227–231.

Mulchandani, A., & Westerhoff, P. (2016). Recovery opportunities for metals and energy from sewage sludges. *Bioresource Technology*, 215, 215–226.

Ramachandran, B., Riggs, J. B. and Heichelheim, H. R., 1992a, Nonlinear plant-wide control: application to a supercritical fluid extraction process. *Ind. Engng Chem. Res.* 31, 290-300.

Ramsey, E. D., Guo, W., Liu, J. Y., & Wu, X. H. (2011). *Supercritical Fluids Comprehensive Biotechnology*, 1007–1026.

Samyudia, Y., Lee, P. L., Cameron, I. T., & Green, M. (1996). Control strategies for a supercritical fluid extraction process. *Chemical Engineering Science*, 51(5), 769–787.

Sharma, K. R. (2014). *Continuous Process Dynamics, Stability, Control and Automation*. Nova Science Publishers, Inc.

Sihvonen, M. (1999). Advances in supercritical carbon dioxide technologies. *Trends in Food Science & Technology*, 10(6-7), 217–222.

Subramaniam, B. (2017). Sustainable Processes With Supercritical Fluids. *Encyclopedia of Sustainable Technologies*, 653–662.

Tariq Ahmad , F. A. Masoodi , Sajad A. Rather , S. M. Wani & Amir Gull. (2019). Supercritical Fluid Extraction: A Review. *J. Biol. Chem. Chron.* 2019, 5, 114-122

Varney, A. L. (2014). *Process Control: Theory, Applications and Challenges*. Nova Science Publishers, Inc.

Wai, C. M. (2011). Emerging separation techniques: supercritical fluid and ionic liquid extraction techniques for nuclear fuel reprocessing and radioactive waste treatment. *Advanced Separation Techniques for Nuclear Fuel Reprocessing and Radioactive Waste Treatment*, 414–435.

Yim, S. C., Chan, Y. H., Yusup, S., Johari, K., Quitain, A. T., & Dailin, D. J. (2019). Supercritical Extraction of Value-Added Compounds From Empty Fruit Bunch: An Optimization Study by Response Surface Methodology. *Advances in Feedstock Conversion Technologies for Alternative Fuels and Bioproducts*, 281–298.