İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

REAKTİF DİSTİLASYON KOLONLARIN İKİ VE ÜÇ NOKTA SICAKLIK KONTROLLERİNİN KARŞILAŞTIRILMASI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Barış DEMİREL

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Kimya Mühendisliği Programı

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Devrim Barış KAYMAK

OCAK 2013

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

REAKTİF DİSTİLASYON KOLONLARIN İKİ VE ÜÇ NOKTA SICAKLIK KONTROLLERİNİN KARŞILAŞTIRILMASI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Barış DEMİREL
(506101009)

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Kimya Mühendisliği Programı

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Devrim Barış KAYMAK

OCAK 2013

İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 506101009 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi **Barış DEMİREL**, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı **"REAKTİF DİSTİLASYON KOLONLARIN İKİ VE ÜÇ NOKTALI SICAKLIK KONTROLLERİNİN KARŞILAŞTIRILMASI "** başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı :	**Doç. Dr. Devrim Barış KAYMAK** İstanbul Teknik Üniversitesi	.....
Jüri Üyeleri :	**Prof. Dr. Dursun Ali ŞAŞMAZ** İstanbul Teknik Üniversitesi	.....
	Doç. Dr. Mesut AKGÜN Yıldız Teknik Üniversitesi	.....

Teslim Tarihi : **17 Aralık 2012**
Savunma Tarihi : **21 Ocak 2013**

Anneme ve babama,

ÖNSÖZ

Bu çalışmayı titizlikle yöneten, her türlü teşvik ve fedakarlığı esirgemeyen, manevi desteğini her an hissettiğim, saygı değer hocam Doç. Dr. Devrim Barış KAYMAK'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.
Beni bugünlere getiren, sınırsız özverileri ile her türlü olanağı sağlayan, her zaman sevgisini, ilgisini hissettiğim ve bana verdikleri destek ile hayatta başarılı olmamı sağlayan anneme ve babama en derin duygularımla teşekkür ederim.

Ocak 2013

Barış DEMİREL
(Kimya Mühendisi)

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ ..... **vii**
İÇİNDEKİLER ..... **ix**
KISALTMALAR ..... **xii**
ÇİZELGE LİSTESİ ..... **xiii**
ŞEKİL LİSTESİ ..... **xv**
ÖZET ..... **xvii**
SUMMARY ..... **xix**
1. GİRİŞ **1**
2. LİTERATÜR TARAMASI **3**
2.1 Reaktif Distilasyon Kolonu 3
2.2 Kontrol 4
3. ÇALIŞILAN PROSES ve KONTROL YAPILARI **9**
3.1 Çalışılan Proses 9
3.2 Raf Seçim Yöntemleri 13
3.3 Kontrol Yapıları 13
3.3.1 $CS2T^{I}$ 14
3.3.2 $CS2T^{II}$ 14
3.3.3 $CS3T^{I}$ 15
3.3.4 $CS3T^{II}$ 15
3.3.5 Kontrol Edicilerin Ayarlanması 16
4. SONUÇLAR **17**
4.1 Kontrol Raflarının Seçimi 17
4.1.1 α_{390}=2.00 olan sistem 17
4.1.2 α_{390}=1.75 olan sistem 18
4.1.3 α_{390}=1.50 olan sistem 18
4.2 Kontrol Edici Ayarları 19
4.3 Dinamik Davranımlar 20
4.3.1 α_{390}=2.00 olan sistem 20
4.3.2 α_{390}=1.75 olan sistem 29
4.3.3 α_{390}=1.50 olan sistem 36
5. VARGILAR **45**
KAYNAKLAR **47**
EKLER **50**
ÖZGEÇMİŞ **57**

KISALTMALAR

ATV **:** Otomatik Ayar Testi
DMT **:** Dimetil Teraftalat
ETBE **:** Etil Tert-Butil Eter
P **:** Oransal
PI **:** Oransal-İntegral
RGA **:** Göreceli Kazanç Dizisi
SISO **:** Tek-Giriş-Tek-Çıkış
SVD **:** Tekil Değer Ayrışması
TPA **:** Teraftalik Asit

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 3.1 : Kinetik ve Fiziksel Özellikler 9
Çizelge 3.2 : Antoine Denkleminin Sabitleri..... 11
Çizelge 3.3 : Reaktif Distilasyon Kolonlarının Tasarım Parametreleri..... 12
Çizelge 4.1 : Kontrol Edicilerin K_U ve P_U Değerleri..... 20
Çizelge 5.2 : Üretim Hızlarında +%20 ve -%20 Değişiklik..... 45
Çizelge 5.3 : F_{A0} Beslemesinin Molce %5 B İçermesi ve F_{B0} Beslemesinin Molce %5 A içermesi..... 46

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 3.1: Reaktif Distilasyon Kolonu 10
Şekil 3.2: Buhar Basıncı Grafikleri 12
Şekil 3.3: $CS2T^{I}$ Kontrol Yapısı 14
Şekil 3.4: $CS3T^{I}$ Kontrol Yapısı 15
Şekil 3.5: $CS3T^{II}$ Kontrol Yapısı 16
Şekil 4.1: α_{390}=2.00 için Duyarlılık Analizi ve SVD Sonuçları 17
Şekil 4.2: α_{390}=1.75 için Duyarlılık Analizi ve SVD Sonuçları 18
Şekil 4.3: α_{390}=1.50 için Duyarlılık Analizi ve SVD Sonuçları 19
Şekil 4.4: Üretim Hızındaki +%20'lik Değişime Karşı $CS2T^{I}$ ve $CS3T^{I}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=2.00)……..21
Şekil 4.5: Üretim Hızındaki -%20'lik Değişime Karşı $CS2T^{I}$ ve $CS3T^{I}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=2.00)……... ……22
Şekil 4.6: F_{A0} Beslemesinde %5 B Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{I}$ ve $CS3T^{I}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=2.00)…… .23
Şekil 4.7: F_{B0} Beslemesinde %5 A Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{I}$ ve $CS3T^{I}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=2.00)……..24
Şekil 4.8: Üretim Hızındaki +%20'lik Değişime Karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=2.00).....25
Şekil 4.9: Üretim Hızındaki -%20'lik Değişime Karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=2.00)..... ..26
Şekil 4.10: F_{A0} Beslemesinde %5 B Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=2.00) 27
Şekil 4.11: F_{B0} Beslemesinde %5 A Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=2.00) 28
Şekil 4.12: Üretim Hızındaki +%20'lik Değişime Karşı $CS2T^{I}$ ve $CS3T^{I}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.75)..... 29
Şekil 4.13: Üretim Hızındaki -%20'lik Değişime Karşı $CS2T^{I}$ ve $CS3T^{I}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.75)..... 30
Şekil 4.14: F_{A0} Beslemesinde %5 B Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{I}$ ve $CS3T^{I}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.75)……31

Şekil 4.15: F_{B0} Beslemesinde %5 A Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{I}$ ve $CS3T^{I}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.75)……...32
Şekil 4.16: Üretim Hızındaki +%20'lik Değişime Karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.75)..... 33
Şekil 4.17: Üretim Hızındaki -%20'lik Değişime Karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.75)..... 34
Şekil 4.18: F_{A0} Beslemesinde %5 B Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.75) ..... ……35
Şekil 4.19: F_{B0} Beslemesinde %5 A Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.75) 36
Şekil 4.20: Üretim Hızındaki +%20'lik Değişime Karşı $CS2T^{I}$ ve $CS3T^{I}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.50)..... 37
Şekil 4.21: Üretim Hızındaki -%20'lik Değişime Karşı $CS2T^{I}$ ve $CS3T^{I}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.50)..... 38
Şekil 4.22: F_{A0} Beslemesinde %5 B Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{I}$ ve $CS3T^{I}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.50)……39
Şekil 4.23: F_{B0} Beslemesinde %5 A Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{I}$ ve $CS3T^{I}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.50)……40
Şekil 4.24: Üretim Hızındaki +%20'lik Değişime Karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.50)..... 41
Şekil 4.25: Üretim Hızındaki -%20'lik Değişime Karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.50)..... 42
Şekil 4.26: F_{A0} Beslemesinde %5 B Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.50) 43
Şekil 4.27: F_{B0} Beslemesinde %5 A Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.50) 44

REAKTİF DİSTİLASYON KOLONLARIN İKİ VE ÜÇ NOKTA SICAKLIK KONTROLLERİNİN KARŞILAŞTIRILMASI

ÖZET

Dünyadaki enerji tüketiminin ve çevresel sorunların artmasından dolayı proses intensifikasyonu son yıllarda giderek önem kazanan bir alan olmaktadır. Bunun kimyasal proseslerdeki en önemli uygulamalarından birisi de reaktif distilasyon kolonlarıdır. Reaktif distilasyon kolonları reaksiyon ve ayırmanın tek bir ünitede gerçekleştiği ekipmanlardır. Ancak sistemin doğrusal olmayan davranımı ve sistemdeki manipüle edilen vanaların azlığından dolayı, reaktif distilasyon kolonlarının kontrol yapılarının seçimi önemli bir problemdir. Literatürdeki çalışmalara bakıldığında, reaktif distilasyon kolonlarının sıcaklığa dayalı kontrolü için genelde iki nokta sıcaklık kontrol yapılarının kullanıldığı görülmektedir. Bu kontrol yapılarında, sıcaklığı kontrol edilecek rafların seçimi ise duyarlılık analizi ve tekil değer ayrışması (SVD) yöntemleri kullanılarak yapılmaktadır. Ancak yakın zamanlı iki çalışmada, iki reaktan-iki ürün içeren bir sistemin kontrolü için üç nokta sıcaklık kontrol yapılarının kullanıldığı görülmüştür. Ayrıca, bu çalışmalardan birinde sıcaklığı kontrol edilecek raflar da yukarıda bahsedilen klasik yöntemlerden farklı bir yöntem kullanılarak seçilmiştir. Ancak literatürdeki bu çalışmalarda iki reaktan-iki ürün içeren reaksiyon sistemleri için bileşenler arasındaki bağıl uçuculuk sabit kabul edilmiş, sistemlerin bağıl uçuculuğunun sıcaklığa göre değişmesi durumunda sıcaklık kontrolüne olan etkileri incelenmemiştir. Bu çalışmada, relatif uçuculuklarının sıcaklığa bağımlılıkları birbirinden farklı tanımlanmış üç reaksiyon sistemi için iki ve üç nokta sıcaklık kontrolüne sahip iki farklı kontrol yapısı ve bu kontrol yapıları için iki farklı raf seçim yönteminin karşılaştırılması amaçlanmaktadır. Bu kontrol yapıları $CS2T^{I}$, $CS2T^{II}$, $CS3T^{I}$ ve $CS3T^{II}$ olarak adlandırılmış ve her birinin kontrol edici ayarları otomatik ayar testi uygulanarak yapılmıştır. Bu kontrol yapılarının dinamik davranımları üretim hızındaki ±%20'lik değişikliklere ve taze besleme akımlarındaki %5'lik safsızlıklara karşı incelenmiştir. Elde edilen sonuçlardan, üç farklı relatif uçuculuk değeri için de üç nokta sıcaklık kontrol yapılarının iki nokta sıcaklık kontrol yapılarına göre daha iyi olduğu ve üç nokta sıcaklık kontrol yapıları arasında da $CS3T^{II}$ kontrol yapısının $CS3T^{I}$ kontrol yapısından daha iyi olduğu görülmüştür.

COMPARISIONS OF TWO AND THREE POINT TEMPERATURE CONTROLS FOR REACTIVE DISTILLATION COLUMNS

SUMMARY

Distillation is one of the premier separation methods in the chemical industry which has been extensively studied for almost a century. Skogestad pointed out three typical issues in the distillation control that need to be addressed by the engineers. The first issue is the control structure problem including the decisions on what the remaining control degrees of freedom should be after all liquid levels and gas pressures are controlled. The second issue is on the number of compositions to be controlled. Although there are studies in the literature with control structures including composition controllers, temperatures are widely used in the industry to provide inferential control of compositions. Thus, the third isssue is the number of temperature loops to be closed and the decision on the location of temperature sensors. Luyben discussed five alternative criteria, which are the most widely used in practice, for selecting the best tray locations, and compared them using several case studies.

Due to increasing of energy consumption and environmental problems around the world, process intensification has been an area of growing interest in recent years. Reactive distillation columns are one of the well-known applications of process intensification in the chemical industry. Reactive distillation column is a equipment which reaction and seperation take place in. However, due to the non-linear characteristics of the system and the lack of valves in the system, the control structure selection is an important problem of reactive distillation columns .

On the other hand, reactive distillation columns have received a considerable attention for the past two decades, and there is a rapid growth in the studies on dynamics and controllability of this process. Accordingly, alternative control structures have been evaluated in the literature. Some of these configurations include composition control loops, while the others are inferential temperature control structures. As far as we know, with two exceptions, all the reactive distillation control literature focused on the inferential temperature control structures (it does not matter if they investigate generic or real chemical systems) include only the two-point temperature control structures. Most of these studies use conventional techniques such as sensitivity analysis (SA), singular value decomposition (SVD) method and relative gain array (RGA) analysis to select the best tray locations. In addition, there is also a widely accepted assumption on the relative volatilities being constant (temperature-independent) for the generic chemical systems.

The first exception is a three-point temperature control structure suggested by Kumar and Kaistha. They investigated two different configurations of a three-point temperature control structure for an ideal quaternary system with a constant relative volatility of 2. They use sensitivity analysis to pair the controlled variables with the corresponding manipulated variables. The manipulated variables of the first configuration are selected as fresh feed streams of the light and heavy reactants (F_{A0} and F_{B0}) and reflux rate (R), while the second configuration has the fresh B feed flow (F_{B0}), vapor boilup (V_S) and reflux rate (R) as the manipulated variables. Although these control structures provide a stable column operation, they cannot maintain the distillate and bottoms product purities for large throughput changes. Based on our knowledge on two-point temperature control structures, we believe that the significant deviation from the purity specification is because of the wrong selection of manipulated variables.

The second exception is another three-point temperature control structure suggested by Kookos. The manipulated variables of this structure are vapor boilup (V_S), fresh A feed flow (F_{A0}) and distillate flowrate (D). Instead of widely used methods such as SA/SVD/RGA, a systematic methodology previously proposed by Kookos is used to find the controlled temperatures, and then the pairing problem is solved. The results show that there are significant changes in the locations of controlled temperatures. It is claimed that this control structure with the new set of tray locations outperforms all previously proposed structures. The case study, which the systematic methodology is applied to, is an ideal reactive distillation column presented in the literature. This is a column for a quaternary system with a constant relative volatility of 2.

Recently, Kaymak et al. studied the effect of temperature-dependent relative volatilities on inferential temperature control of reactive distillation columns. They used a two-point temperature control structure, where fresh feed stream of the light reactant (F_{A0}) and vapor boilup (V_S) are the manipulated variables, for the ideal quaternary system. Their results illustrated that the magnitude of the offset in final product purities increases significantly with the increase in the temperature-dependency of relative volatilities. It is seen that this is especially true for the distillate product purity.

The purpose of this study is to examine if a three-point inferential control structure and/or alternative control tray locations can decrease the magnitude of the offset in final product purities for systems with temperature-dependent relative volatilities. For this purpose, two different types of inferential control structures and two different sets of control tray locations are explored. The control structures studied in this paper are the two-point and three-point inferential control structures. The control tray locations are selected based on SVD method and Kookos' suggestions. The comparison is made using three ideal systems with different temperature-dependent relative volatilities.

The column consists of stripping, reactive and rectifying sections. The reaction A + B ↔ C+ D occurs only on the reactive section. The light reactant A and the heavy reactant B are fed from the bottom and top stages of reactive section, respectively. Both feed streams have a flowrate of 12.6 mol/s. The light product C leaves the column from the distillate, while the heavy product D is removed from the bottoms. Both products have a purity of 95 mol% and a flowrate of 12.6 mol/s.

In the two-point control structure, column base and reflux drum levels are controlled by manipulating the bottoms and reflux rates, respectively. A ratio control keeps the distillate in ratio with the reflux. Fresh feed stream F_{B0} acts as the production rate handle. Fresh feed stream F_{A0} and vapor boilup V_S are used to control the temperatures of two selected trays. This control structure is labeled $CS2T^I$. Two different versions of the three-point control structure are used depending on the tray selection method applied. For the case of using SVD critarion, In the three-point control structure, the reflux drum level is controlled by the distillate rate and reflux rate is used to constitute the third temperature loop. This resulting control structure is labeled $CS3T^I$. Second version of the three-point control structures is given in Figure 2C. It is the control structure proposed by Kookos and labeled $CS3T^{II}$. It differs from $CS3T^I$ in that the distillate is used to control a third temperature, while the reflux rate is manipulated to control the reflux drum level. The column base and reflux drum levels are controlled using P-only controllers with a proportional gain of 2. Since pressure dynamics are much faster than the others, a perfect pressure control is assumed. PI controllers are used in the temperature loops with two 60 sec lags. Relay feedback method is applied to tune the temperature loops. Then, the Tyreus-Luyben controller settings is used to set the controller gain and the reset time.

General view of the results shows that the deviations in bottoms purity are significantly smaller than that of distillate purity. The deviation in bottoms purity does not exceed 0.4% of its design value. The only exceptation is the results of $CS2T^I$ for the change in z_{B0}. Among the four control structures, $CS2T^I$ gives the biggest deviations in bottoms purity for any type of disturbance and for any value of α_{390}. However, no significant changes are observed among the results of other control structures, where the final bottoms purity is held within 0.25% of the design value.

The effect of control structures on the control performance is more visible in the case of distillate purity. For the changes in throughput manipulator (±20% change in V_S), the deviation in distillate purity increases with the increase of temperature-dependency of relative volatility regardless what the control structure is. Among the four control structures, $CS2T^{II}$ gives the biggest deviations in distillate purity for any value of α_{390}. On the other hand, $CS3T^{II}$ significantly improves the control performance, and decreases the deviation to one-third of $CS2T^I$ for any value of α_{390}. Thus, tighter distillate product purity control is achieved where the deviation is within 0.35% of its design value. For the change in z_{0B}, $CS2T^I$ has the worst dynamic results with more than 1% deviation from the design value even for the best α_{390} case. It is seen that the use of $CS3T^{II}$ improves the controllability by keeping the deviation within 1% of the design value even for the worst α_{390} case.

The results of this study illustrated that the magnitude of the offset in final product purities increases significantly with the increase in the temperature-dependency of relative volatilities for quaternary reactive distillation columns. In this study, two control structures with different *number of temperature loops and* two different sets of control tray locations have been explored to get a better control performance. An overall improvement is observed in terms of tighter product purity control by using three-point inferential control structures ($CS3T^I$ and $CS3T^{II}$) compared to widely used two-point inferential control structure ($CS2T^I$). Furthermore, $CS3T^{II}$ results in a significant improvement in the distillate purity control for all temperature-dependent relative volatility cases, especially against the changes in throughput manipulator.

1. GİRİŞ

Kimya endüstrisinin temelini oluşturan süreçlerden birisi de reaksiyon aşamasıdır. Ancak bir reaksiyonda birden çok ürün oluşabilmesi ve reaksiyon sonucunda tam dönüşüm gerçekleşmemesi nedeniyle reaksiyon aşamasını genellikle bir ayırma işlemi takip eder. Kimya endüstrisinde istenilen saflıkta ürün elde edebilmek çok önemlidir. Bu amaçla evaporasyon, distilasyon, ekstraksiyon gibi çeşitli ayırma işlemlerinden yararlanılmaktadır. Temeli bir karışımdaki bileşenleri uçuculuk farklarından yararlanarak ayırmak olan distilasyon işlemi bu ayırma işlemleri arasında en yaygın kullanımı olan yöntemdir.

Klasik sistemlerde, ayırma işlemi genellikle bileşen sayısına bağlı olarak bir distilasyon kolonu zinciri yardımıyla gerçekleştirilir. Fakat ekonomik ve çevresel faktörlerden dolayı proses intensifikasyonu (küçültme) son yıllarda giderek önem kazanan bir alan olmuştur. Bunun kimyasal proseslerdeki en önemli uygulamalarından birisi de reaktif distilasyon kolonlarıdır.

Reaktif distilasyon kolonu, reaktör ile distilasyon kolonunun birleşmesinden oluşan bir ekipmandır. Bir reaktif distilasyon kolonu; reaktif, sıyırma ve zenginleştirme bölgelerinden oluşmaktadır. Bu birleşme sonucu oluşan kolon; ekipman ve enerji maliyetinin azalması nedeniyle önemli avantajlar sağlamaktadır. Bunun yanı sıra reaksiyon sonucu oluşan ürünlerin hızlı bir şekilde ayırma bölgelerine ulaşmasıyla yan ürün oluşumunu da azaltmaktadır

Reaktif distilasyon kolonlarının en yaygın kullanıldığı reaksiyon sistemlerinden birisi iki reaktan ve iki ürün içeren sistemlerdir. Çok üniteli bir sistemde, bu ürünlerin istenilen saflıkta eldesi için en ideal durumda bile bir reaktör ve iki adet distilasyon kolonu gerekmektedir. Aynı süreç, bir reaktif distilasyon kolonu ile gerçekleştirildiğinde ise üç ekipman yerine tek bir ekipman yeterli olmaktadır. Ancak ekipman sayısıyla beraber kontrol serbestlik derecesi de azaldığından dolayı reaktif distilasyon kolonlarının çok üniteli sistemlere göre kontrol edilebilirliği de daha zor hale gelmektedir.

Literatürdeki çalışmalara bakıldığında, reaktif distilasyon kolonlarının sıcaklığa dayalı kontrolü için genellikle iki nokta sıcaklık kontrol yapılarının kullanıldığı görülmektedir. Bu kontrol yapılarında, sıcaklığı kontrol edilecek rafların seçimi ise duyarlılık analizi ve tekil değer ayrışması (SVD) yöntemleri kullanılarak yapılmaktadır. Bu çalışmalarda gerçek sistemler veya varsayımsal kimyasallardan oluşan sistemlerle çalışılmakta ve varsayımsal kimyasallarla çalışılması durumunda ise relatif uçuculuğun sabit kabul edildiği görülmektedir. Ancak yakın zamanda yapılmış iki çalışmada, iki reaktan-iki ürün içeren bir sistemin kontrolü için üç nokta sıcaklık kontrol yapılarının kullanıldığı görülmüştür. Bu çalışmalardan birisi sıcaklığı kontrol edilecek rafların seçimi için duyarlılık analizi ve tekil değer ayrışımı gibi klasik yöntemleri kullanırken, diğer çalışma yeni bir yöntem ve buna bağlı olarak farklı raf konumları önermiştir. Ancak bu iki çalışmada da relatif uçuculuğun sabit olduğu kabulü yapılmıştır. Bu tez çalışmasında üç farklı relatif uçuculuğa sahip ve varsayımsal kimyasallardan oluşan iki reaktan-iki ürün reaksiyon sistemi bir reaktif distilasyon kolonunda çalışılmıştır. Sıcaklık kontrolü için oluşturulmuş olan iki ve üç nokta kontrol yapıları ve bu kontrol yapıları için iki farklı raf seçim yöntemi karşılaştırılmıştır.

2. LİTERATÜR TARAMASI

2.1 Reaktif Distilasyon Kolonu

Kimya endüstrisinde sıklıkla bir reaktör ve bu reaktörden çıkan karışımı ayırmak için bileşen sayısına bağlı olarak bir distilasyon kolonu zinciri kullanılmaktadır. Bu klasik çok üniteli prosesler ekipman maliyeti ve distilasyonun, bir prosesin yaklaşık %50 enerjisini harcadığından dolayı enerji açısından büyük maliyet getirmektedir. Özellikle de ekzotermik reaksiyonlardan çıkan enerjinin distilasyon kolonlarında kullanılamadığı düşünüldüğünde enerji açısından maliyet daha da artmaktadır. İlerleyen yıllarda endüstride ve akademide çok dikkat çekecek olan reaktif distilasyon kavramı ilk defa 1920'li yılların başında ester üretimi için sürekli proses geliştirme çalışmaları yapan Backhaus tarafından ortaya atılmıştır [1-4]. Daha sonraki yıllarda Keyes [5], Leyes ve Othmer [6,7] Schniep, Dunning ve Lathrop [8] Berman, Melnychuk & Othmer [9] ve Berman ve arkadaşları [10], esterifikasyon, trans-esterifikasyon ve hidroliz gibi homojen kataliz reaksiyonları ilk defa reaktif distilasyon kolonlarında gerçekleştirmişlerdir. 1966 yılında ise Spes heterojen kataliz reaksiyonları için reaktif distilasyon kolonları kullanmıştır [11]. Bu yeni proses, reaksiyon ve ayırma üniteleri içeren klasik sistemlerin aksine tek bir ekipmanda gerçekleşmekteydi ve geleneksel prosesler karşısında çok büyük ekonomik faydalar sağlama imkanı getirmekteydi. 1995 yılında Siirola'nın iki reaktan ve iki ürün içeren bir sistem olan metil asetat üretimi için yaptığı çalışma reaktif distilasyon kolonlarının klasik sistemlere göre 5 kat daha ekonomik olduğunu göstermiştir [12]. Reaktif distilasyon kolonlarının başlıca avantajları kısaca şu şekilde özetlenebilir:

(1) Ayırma ünitelerini basitleştirerek veya azaltarak önemli ölçüde ekipman maliyeti tasarrufu sağlar.

(2) Reaktanların %100 dönüşümünü sağlayarak geri dönüşüm maliyetlerini azaltır.

(3) Reaksiyon sonucu oluşan karışımda reaktanların düşük oranda kalmasını sağlar ve yan reaksiyonların oluşumunu engeller. Bu sayede istenilen ürün seçiciliği artar.

(4) Aynı miktardaki dönüşümler için kullanılan katalizör miktarını önemli ölçüde azaltır.

(5) Reaksiyon ve ayırma işleminin tek bir ekipmanda gerçekleşmesi sağlanarak azeotrop oluşumu engellenir.
(6) Eğer reaksiyon ekzotermik ise, reaksiyondan çıkan ısı distilasyon işleminde kullanılır. Buharlaşma ısısı ve reboyler yükü azaltılarak ısı entagrasyonu sağlanır [13].

2.2 Kontrol

Reaksiyon ve distilasyon işlemlerinin aynı anda gerçekleşmesinin getirdiği doğrusal olmayan dinamik davranışlar ve manipüle edilebilecek vanaların azalması nedeniyle reaktif distilasyon kolonlarının kontrolü klasik distilasyon kolonlarına göre daha zordur. Reaktif distilasyon kolonlarının kontrolü ile ilgili literatüre bakıldığında, istenilen ürün saflığını elde edebilmek amacıyla "bileşen kontrolü", "sıcaklık kontrolü" ya da bunların her ikisini de içeren farklı kontrol yapılarının kullanıldığı görülmektedir.
Ürün saflığını istenilen değerde tutabilmek için reaktif distilasyon kolonlarında bileşen analizörleri kullanılmaktadır. Fakat bileşeni doğrudan ölçen kontrol ekipmanları, pahalı olmaları, sağlıksız sonuçlar vermeleri ve kontrol döngülerinde büyük ölü zamanlar içermeleri nedeniyle pek fazla tercih edilmemektedir. Bu yüzden doğrudan bileşen ölçümü yerine ürün saflığının raf sıcaklıklarının kontrolü ile sağlandığı kontrol yapıları tercih edilmektedir
Reaktif distilasyon kolonları ile ilgili ilk çalışma 1986 yılında Roat ve çalışma arkadaşları tarafından yapılmıştır. Bu çalışmasında ilk defa iki reaktan ve iki ürün sistemi için kompozisyon kontrolü yerine iki nokta sıcaklık kontrolü önermiştir. İlk defa kullanılan bu kontrol yapısı "Eastman Yapısı" olarak da adlandırılmaktadır [14].
1997 yılında Bock ve çalışma arkadaşları, miristik asitin reaktif distilasyon kolonunda deneysel ve simülasyon olarak çalışmışlardır. Yazarlar, baş ve taban ürünün saflığını kontrol edecek iki nokta sıcaklık kontrol yapısı önermişlerdir. Raf seçim yöntemi olarak SVD kullanılmıştır. Bu kontrol yapısında taze isopropanol ve asetik asit beslemesi arasında reaksiyon stokiyometresini dengeleyecek oransal kontrol bulunmaktadır. Ancak, bu oransal kontrol besleme debilerindeki değişimlere karşı ürün saflıklarını istenilen seviyede tutmak için etkili olamamıştır [15].

2000 yılında Al-Arfaj ve Luyben iki reaktan ve iki ürün içeren bir sistemi reaktif distilasyon sistemlerinde çalışmışlardır. Çalışma sırasında çeşitli kontrol yapılarını araştırmışlardır. Çalışmada, reaktanlardan birinin bileşiminin reaktif distilasyon kolonunun reaktif bölgesinde saptamasını sağlayan kompozisyon analiz cihazını içerdiği altı kontrol yapısı araştırılmıştır ve böylece taze reaktan vanası manipüle edilerek reaksiyon sitokiyometrisinin istenilen oranda sabit kalmasını sağlamıştır. Bu sayede aşırı reaktan kullanılmasına gerek kalmamıştır. Bu bileşimler uygun taze besleme akımlarını ayarlamak için kullanılmışlardır. Bu çalışmaya göre, eğer reaktif bölgedeki kolon taşması yeterince büyükse, tek nokta kontrol yapısının yüksek bozan etkenlerde bile ürün saflığını istenilen veya istenilenin üzerinde tutmasını sağlayabildiği görülmüştür [16].

2002 yılında, Al-Arfaj ve Luyben, reaktif distilasyon kolonunda ETBE üretimi için iki farklı proses konfigürasyonu kullanarak çeşitli iki nokta sıcaklık kontrol yapısını denemişlerdir. Bunlardan birincisi iki ayrı taze reaktan beslemesinin ayrı olarak beslendiği diğeri ise iki reaktanın tek bir akım halinde beslendiği prosestir. Elde edilen sonuçlara göre; iki ayrı taze reaktan besleme sisteminin, sıcaklık kontrol yapısı ile birlikte reaksiyon sitokiyometrisini dengelemek için iç kompozisyon kontrol sistemine ihtiyacı olduğu görülmüştür [17].

2002 Al-Arfaj ve Luyben, reaktif distilasyon kolonunda metil asetat'ın tasarımı ve kontrolünü çalışmışlardır. PI kontrolörünün SISO yapıları ile birlikte kullanıldığı üç farkı kontrol konfigürasyonu dizayn edilmiştir. Sonuçlar, bir iç kompozisyon kontrolü ve sıcaklığı kontrol edilecek rafın SVD yöntemi seçildiği bir nokta sıcaklık kontrolünün yüksek ve orta derecede dönüşümü için etkin bir kontrol sağladığını, iki nokta sıcaklık kontrol yapılarının ise ancak reaktif distilasyon kolonunun tekrardan dizayn edilmesiyle etkili olacağını göstermiştir. Diğer bir taraftan sistemin nonlineerliğinin ve sistemdeki etkileşimlerin doğrudan kompozisyon kontrolünü zorlaştırdığı ve raf sıcaklıklarının kontrolünün bu problemleri engellediği görülmüştür [18].

2004 yılında Huang ve arkadaşları, riflaks tankının içinde iki sıvı fazın bulunduğu ve sulu ürünün organik riflakstan ayırıldığı, heterojen reaktif distilasyonun iki nokta sıcaklık kontrolünü çalışmışlardır. Raf seçim yöntemi olarak göreceli kazanç dizisi (RGA) yöntemini kullanılmıştır. Proses özellikleri olarak n-buil propionat incelenmiş ve bu ürünün reaktif distilasyon kolonunda üretimi için bir sistematik prosedür önerilmiştir. Reaktif distilasyon kolonları diğer klasik kolonlardan farklı sıcaklık

duyarlılıkları sergiler ve karesel olmayan göreceli kazanç, sıcaklığı kontrol edilecek rafları başarıyla belirler. Bu nedenle, merkezi olmayan PI kontrol edicileri düzenleyici seviyede sistemde kullanılmıştır. Kinetik olarak kontrollü bir damıtma kolonunun benzersiz özelliğinin bir sonucu olarak, raf sıcaklarının aynı derecede tutulması kalite özelliklerinin de aynı olacağı anlamına gelmeyeceği ve istenilen ürün saflığını sağlamak için ileri besleme sıcaklığı dengelemesi gerektiği sonucuna varılmıştır [19].

2005 yılında Kaymak ve Luyben, reaktif distilasyon kolonunda dörtlü sistemler için iki farklı iki nokta sıcaklık kontrol yapılarını karşılaştırmışlardır. Raf seçim yöntemi olarak SVD yöntemini kullanmışlardır Bu iki sistemden birisi ideal diğeri ise metil asetat sistemidir. İlk kontrol yapısında, iki rafın sıcak kontrolü taze reaktan besleme vanalarının manipüle edilmesiyle sağlanmaktadır. Diğer kontrol yapısında ise iki rafın sıcaklık kontrolü aralarında oransal kontrol edici bulunan reaktan besleme vanaları ve taze besleme buhar vanasının manipüle edilmesiyle sağlanmaktadır. Üretim hızında ve taze besleme akımlarının bileşenlerinin değişimlerine karşılık kontrol yapılarının etkinlikleri ve dayanıklılıkları karşılaştırılmıştır. İkinci kontrol yapısında manipüle edilecek taze besleme akımının seçiminin sistemin kararlılığında önemli bir rol oynadığı sonucuna varılmıştır [20].

2005 yılında Kaymak ve Luyben, reaktif distilasyon kolonunda iki reaktan ve iki ürün içeren sistem için iki farklı iki nokta sıcaklık kontrol yapılarını geliştirmişlerdir. Bu çalışmada bütün kontrol yapılarında, dağıtılmış ortamda (SISO) geleneksel doğrusal PI kontrolörleri kullanılmıştır. İki nokta sıcaklık kontrol yapılarının etkinlikleri farklı sayıda reaktif raf içeren çeşitli kolon tasarımları için karşılaştırılmıştır. İki nokta sıcaklık kontrol yapılarının doğrudan kompozisyon kontrolü yerine kullanılabileceği sonucuna varılmıştır. İki rafın sıcaklığının kontrolü taze reaktan besleme vanalarının manipüle edilmesiyle sağlanmaktadır. Kontrol edilecek rafların seçiminde en önemli kriterin sitokiyometrinin dengelemesini sağlayan aynı etkiye sahip kontrol edicilerin kullanılması olduğunu vurguladılar [21].

2006 yılında Zeng ve arkadaşları, n-butanol ve akrilat asitten bütil akrilatın üretimini gerçekleştirecek reaktif distilasyon kolonunun tasarımı ve kontrolünü çalışmışlardır. Taban üründen yüksek saflıkta bütil akrilat elde etmek için tek nokta sıcaklık kontrol yapısı önermişlerdir. Bu kontrol yapısında raf sıcaklığının kontrolü taze besleme akımları arasındaki oransal kontrolü ile sağlanmaktadır. Yazarlar bu kontrol yapısına alternatif olarak iki taze akımın sitokiyometrik oranda beslendiği bir kontrol yapısı

da önermişlerdir. Elde edilen sonuçlara göre bu önerilen alternatif kontrol yapısının diğerinden daha kötü bir kontrol performansı ortaya koyduğu görülmüştür. Yani, açık çevrim duyarlılığından dolayı iki taze besleme akımı arasındaki sitokiyometrik dengenin geniş operasyon aralığı açısından iyi tercih değildir. Eğer sistemin sitokiyometrik besleme oranının hafif bir dengesizliği ile çalışması durumunda, açık döngü hassasiyetinin sağlanacağı vurgulanmıştır [22].

2008 yılında Kumar ve Kaistha, metil asetatın reaktif distilasyon kolonunda üretiminin kontrolünde kararlı hal çeşitliliğini incelemiştir. Giriş çeşitliliği yüksek bozan etkenlerde yanlış kontrol aksiyonlarına neden olurken, sabit riflaks oranı için dış çeşitlilik, basamak artımında kararlı hal değişimine neden olduğu görülmüştür. Ayrıca, çok hassas bir rafın sıcaklığını kontrol etmek yerine, kabul edilebilir duyarlılıkta daha az hassas bir rafın sıcaklığını kontrolü daha iyi bir kontrol sağladığı da görülmüştür [23].

2009 yılında Kumar ve Kaistha, daha önce Roat ve arkadaşları tarafından önerilen iki nokta sıcaklık kontrol yapılarının metil asetat prosesinde kapalı çevrim performansını reaktif distilasyon kolonunda incelemişlerdir. Raf seçim yöntemi olarak da duyarlılık analizinden yararlanmışlardır. Bu çalışmada oransal kontrol edici içeren kontrol yapısını üç farklı şekilde modifiye etmişlerdir. Taze beslemeler arasındaki oranının kontrol performansında ve sağlamlılığında bir iyileşmeye neden olmadığı görülmüştür. Ayrıca alternatif bir kolon tasarımının kapalı çevrim performansında iyileşmeye sebep olabileceği sonucuna da varılmıştır [24].

2010 yılında Kim ve arkadaşları, Dimetil teraftalat'tan (DMT) teraftalik asidin (TPA)'nın üretiminde kullanılan reaktif distilasyon kolonunun tasarımını ve kontrolünü çalışmışlardır. Sıcaklık kontrol yapısı olarak iki nokta sıcaklık kontrolü yapısı kullanılmıştır. Kararlı hal tasarımı ve reaktif distilasyon prosesindeki dinamik davranımların analizi nonlineer dalga teorisine dayandırılmıştır. Önerilen kontrol yapısı, reaksiyon verimi ve ürün saflığını çok iyi bir şekilde kontrol edebileceğini göstermiştir [25].

Son yıllarda ise iki nokta sıcaklık kontrol yapılarının dışında iki tane üç nokta sıcaklık kontrol yapısı kullanılmış çalışma bulunmaktadır. Bunlardan birincisi, 2008 yılında Kumar ve Kaistha'nın kinetik olarak kontrol edilen reaktif distilasyon kolonlarında ikili ve üçlü sıcaklık kontrollerini incelediği çalışmadır. Kontrol yapıları büyük üretim miktarı değişimlerinde kolonunun sabit şartlarda çalışmasını sağlayabilmiştir. Ancak üçlü kontrol yapıları kullanıldığı zaman, ürün saflıklarında

büyük sapmalar görülmüştür. Önerilen ikili ve üçlü sıcaklık kontrol yapılarının sıcaklığın set noktasının kaskat telafisi ile birlikte etkili bir biçimde distilat ve taban ürün saflıklarının büyük üretim hızlarına karşın sabit tutabildiği görülmüştür [26].

İkincisi ise 2011 yılında Kookos'un ayrı bir raf seçim yöntemi kullanarak yapmış olduğu "İdeal Reaktif Distilasyon Kolonlarında Kontrol Yapısı Seçimi" çalışmasıdır. Denemiş olduğu üçlü sıcaklık kontrol yapıları istenilen ürün saflığını elde etmekte başarıya ulaşmıştır [27].

Genellikle çalışılan iki ve üç nokta sıcaklık kontrol yapılarında sistemlerin relatif uçuculuğu sabit kabul edilmektedir. Ancak gerçekte relatif uçuculuk sıcaklıkla değişmektedir. Kaymak ve arkadaşları, 2011 yılında yaptıkları çalışmada ikili sıcaklık kontrol yapıları üç farklı relatif uçuculukta denemiştir. Sıcaklığa bağımlı relatif uçuculuğun sıcaklığa bağımlılığı arttıkça, aynı oranda distilat ve taban ürün saflıklıklarının da istenilen değerden uzaklaştığı sonucuna varılmıştır [28].

3. ÇALIŞILAN PROSES ve KONTROL YAPILARI

3.1 Çalışılan Proses

Bu çalışmada iki reaktan ve iki ürün içeren ideal bir sistemle çalışılmıştır. Reaksiyon tersinir bir sıvı faz reaksiyonudur.

$$A+B \leftrightarrows C+D \tag{3.1}$$

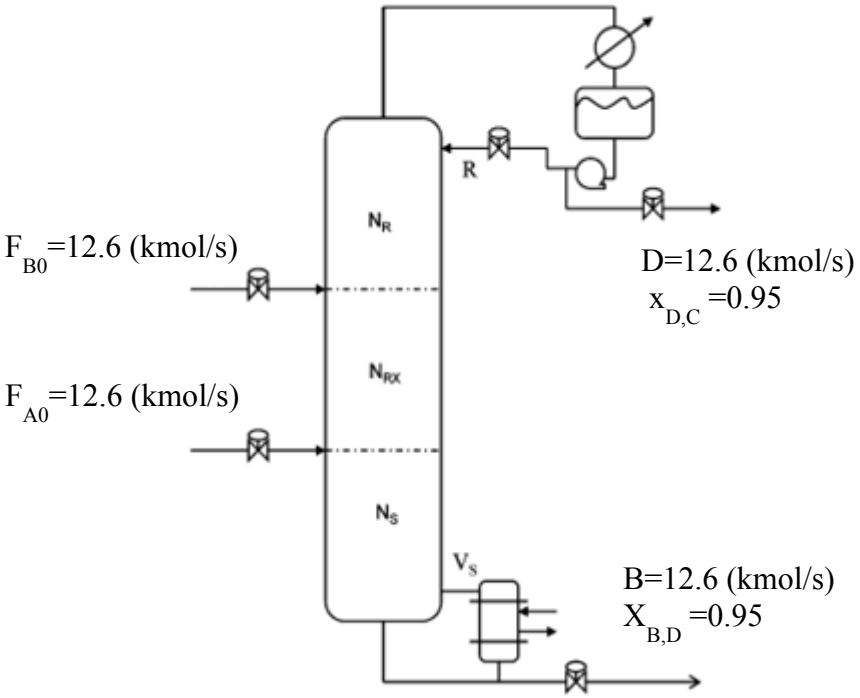
Bileşenlerin uçucukları $\alpha_C > \alpha_A > \alpha_B > \alpha_D$ şeklindedir. Prosesin Çizelge 3.1'de verilen kinetik özellikleri Kaymak ve arkadaşlarının yapmış olduğu bir çalışmadan alınmıştır [30].

Çizelge 3.1: Kinetik ve Fiziksel Özellikler.

Parametre	**Değer**
Aktivasyon enerjisi (kcal mol^{-1})	
İleri	30
Geri	40
366 K'de reaksiyon hızı (kmol s kmol^{-1})	
İleri	0.008
Geri	0.004
366 K'de kimyasal denge (kmol s kmol^{-1})	2
Reaksiyon ısısı (kcal mol^{-1})	-10
Buharlaşma ısısı (kcal mol^{-1})	6.944

Reaksiyon ve ayırmanın gerçekleştiği reaktif distilasyon kolonu Şekil 3.1'de gösterilmiştir. Kolon aşağıdan yukarıya doğru sırasıyla sıyırma, reaktif ve zenginleştirme bölümlerinden oluşmaktadır. Reaktif distilasyon kolonuna 12.6 kmol/s'lik debilerle reaktif bölgenin en altından saf A ve reaktif bölgenin en üstünden saf B bileşenleri beslenmektedir. Reaksiyon reaktif bölgede gerçekleşmektedir. En yüksek uçuculuğa sahip C ürünü zenginleştirme, en düşük

uçuculuğa sahip D ürünü ise sıyırma bölgesinden geçerek sırasıyla baş ve taban ürün olarak kolondan dışarı alınmaktadır. Hem baş hem de taban akımı distilasyon kolonunu 12.6 kmol/s'lik debilerle terk etmektedir. Bu akımlardaki ürün spesifikasyonları sırasıyla %95 saflıkta C ve %95 saflıkta D olarak belirlenmiştir.



Şekil 3.1. Reaktif Distilasyon Kolonu

Relatif uçuculuk, kimyasal sıvı karışım içerisinde bulunan bileşenlerin buhar basınçlarını karşılaştırmanın bir ölçüsüdür. Belirli bir sıcaklıkta bir bileşenin buhar basıncının diğer bileşen veya bileşenlere göre daha yüksek olması o bileşenin daha fazla uçucu olduğu anlamına gelmektedir. İdeal bir karışım için relatif uçuculuk, i bileşeninin buhar basıncının j bileşenin buhar basıncına oranıdır.

$$\alpha_{ij} = \frac{P_i^S}{P_j^S} \tag{3.2}$$

İdeal karışımlar için Rault yasası, bileşenin buhar fazdaki kısmi basıncıyla sıvı fazdaki bileşimi ve buhar basıncı arasında bağlantı kurar. Bir bileşenin buhar basıncı,

sıcaklığın fonksiyonudur ve belirli sıcak aralıklarında iki parametreli Antoine denklemi ile hesaplanabilir.

$$\ln P^S = A_{VP} - \frac{B_{VP}}{T} \quad (3.3)$$

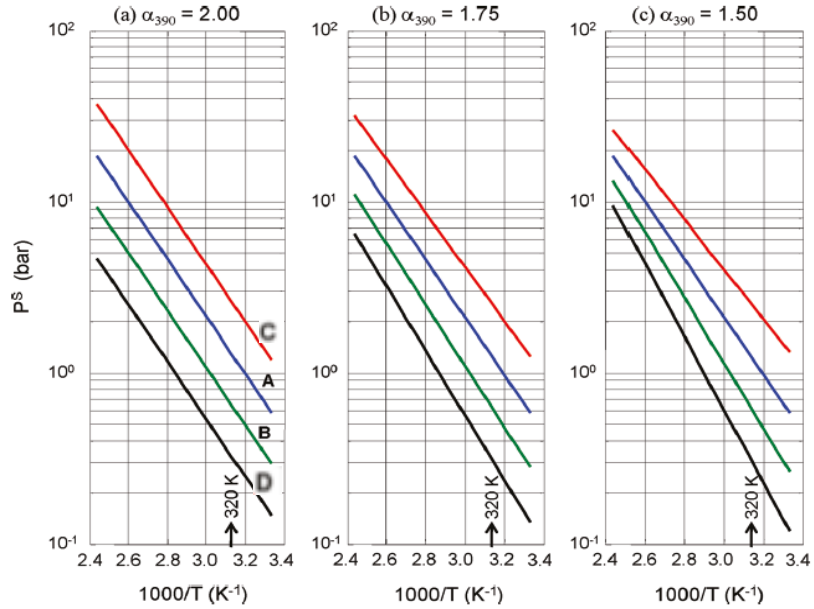
Literatürdeki çalışmalarda genellikle bileşenler arasındaki relatif uçuculuk, bütün sıcaklıklarda sabit bir değerdedir (α_{ij}=2.00). Ancak Kaymak ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmada sistemdeki bileşenlerin karışım içerisindeki buhar basınçlarının sıcaklığa aynı derece bağımlı olmadığı kabulünü yapmışlardır. Bu kabüle göre, bileşenler arasındaki relatif uçuculuk, 320 K'de sabit tutulmuş ancak 390 K olarak seçilmiş yüksek bir referans sıcaklığında ise relatif uçuculuk azalmıştır. Çizelge 3.2'de sistemimizde kullanılan ve Devrim ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmadan alınmış olan kimyasalların üç farklı uçuculuk değeri için Antoine denkleminde kullanılmış olan A ve B sabitleri verilmiştir [28].

Çizelge 3.2: Antoine Denkleminin Sabitleri.

	α_{390}=2.00		**α_{390}=1.75**		**α_{390}=1.50**	
	A_{VP}	**B_{VP}**	**A_{VP}**	**B_{VP}**	**A_{VP}**	**B_{VP}**
A	12.34	3862.00	12.34	3862.00	12.34	3862.00
B	11.65	3862.00	12.40	4100.07	13.26	4374.90
C	13.04	3862.00	12.30	3623.93	11.44	3349.10
D	10.96	3862.00	12.45	4338.13	14.17	4887.80

Bu üç farklı uçuculuk için buhar basınçları Şekil 3.2'de gösterilmiştir., α_{390}=2.00 durumunda B_{VP} katsayıları tüm bileşenler için aynı olduğundan tüm bileşenlerin eğimleri birbirine eşittir. Bu nedenle en yüksek A_{VP}'ye sahip C bileşeninden başlayarak bütün bileşenler birbirine paraleldir. Ancak daha küçük α_{390} değerlerinde bileşenler arasındaki relatif uçuculuk değerinin azaldığı eğimlerin birbirine yaklaşmasıyla görülmektedir.

.



Şekil 3.2: Buhar Basıncı Grafikleri.

Çizelge 3.3'de üç farklı relatif uçuculuk değeri için kullanılmış reaktif distilasyon kolonların tasarım özellikleri verilmektedir. Bu tasarım özelikleri Kaymak ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmadan alınmıştır [28].

Çizelge 3.3: Reaktif Distilasyon Kolonlarının Tasarım Parametreleri.

	α_{390}		
	2.00	**1.75**	**1.50**
N_S	5	7	9
N_{RX}	7	9	13
N_R	5	6	6
P (bar)	8.5	8	7
V_S (mol/s)	28.79	36.07	48.80
R (mol/s)	33.43	40.70	53.43
B (mol/s)	12.60	12.60	12.60
D (mol/s)	12.60	12.60	12.60
F_{A0} (mol/s)	12.60	12.60	12.60
F_{B0} (mol/s)	12.60	12.60	12.60
D_C (m)	0.80	0.87	1.00

3.2 Raf Seçim Yöntemleri

Literatürde sıcaklığı kontrol edilecek rafların seçimi için bir çok yöntem kullanılmaktadır. Kararlı hal duyarlılık analizi ve Tekil Değer Ayrışımı (SVD) kullanımına sıklıkla rastlanan ve çalışmamızda kullandığımız olduğumuz yöntemlerdir. Kararlı hal duyarlılık analizi, manipüle edilen değişkenlerdeki çok küçük değişimlere karşı rafların kazançlarını bulmak için kullanılmaktadır [29]. En büyük kazanca sahip rafın, girdideki değişime en duyarlı raf olduğu kabulü yapılır ve seçilen manipüle edilen değişken ile bu rafın sıcaklık kontrolü yapılır. Kararlı hal duyarlılık analizinin yanında Tekil Değer Ayrışımı (SVD) yöntemi de raf seçimi için yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. SVD, esas olarak bir lineer cebir yöntemidir. Bu yöntemde raf sayısına eşit satır ve manipüle edilecek değişken sayısına eşit kolona sahip bir kazanç matrisi oluşturulur. Bu matris, sol tekil vektör matrisi (U), tekil değerlerin diyagonal matrisi (Σ) ve sağ tekil vektör matrisine (V) ayrıştırılır.

$$K_P=U\Sigma V^T \tag{3.4}$$

U matrisinin her bir kolonundaki en büyük satır, ilgili girdiye karşı hangi rafın en hassas olduğunu gösterir ve sıcaklığı kontrol edilmek için bu rafın seçilmesini önerir.

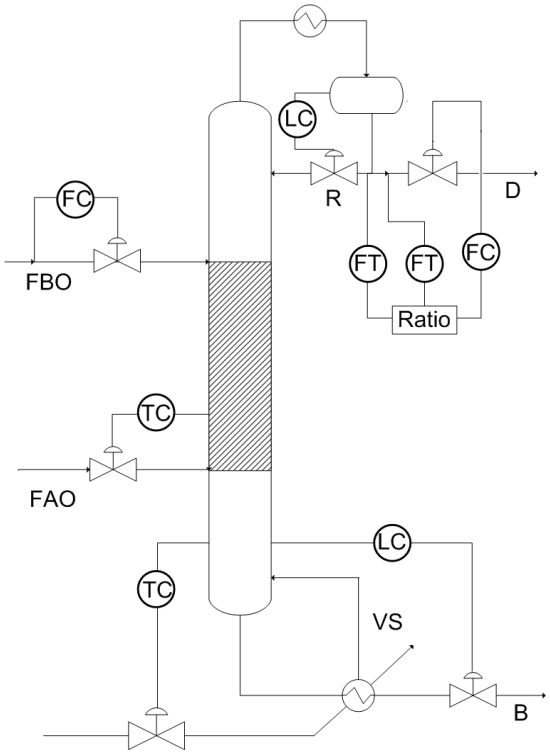
Çalışmamızda kullanılan diğer bir raf seçim yöntemi Kookos tarafından önerilmiştir. Yöntem, birçok senaryonun seçildiğini varsaymakta ve her bir senaryoda o senaryoya ait bir bozan etkenin olduğu kabul edilmektedir. Amaç, kontrol ve manipüle edilen değişkenlerin bir alt kümesini seçmektir. Bu alt kümeler, bütün olası bozan etkenler için elde edilen optimum işletme koşullarının bir sonucu olarak ortaya çıkan kontrol sistemlerinde kullanılmaktadır. Optimazasyondan çıkan sonuca göre, bir reaktif distilasyon kolonunun en üst, en alt ve beslemenin yapıldığı raflar sıcaklık kontrolü içi en uygun raflar olduğu görülmüştür [27,30].

3.3 Kontrol Yapıları

Bir reaktif distilasyon kolonunda altı adet kontrol vanası bulunmaktadır. Bu vanalardan üç tanesi üretim hızı, riflaks tankı ve taban seviye kontrolü için kullanılmaktadır. Geriye kalan kontrol vanaları seçilen raf sıcaklığının kontrolü için kullanılmaktadır.

3.3.1. CS2T^{I}

Şekil 3.3'te gösterilen iki nokta sıcaklık kontrol yapısında, F_{B0} debisi ile üretim hızı ayarlanmaktadır. R ve B debileri ayarlanarak sırasıyla riflaks tankı ve taban seviyeleri kontrol edilmektedir. F_{A0} ve V_S debileri de raf sıcaklarının kontrolü için kullanılmıştır. Ayrıca, R ile D debileri arasında oransal kontrol edici bulunmaktadır. Seviye kontrolleri, P tipi kontrol ediciler ile yapılırken, sıcaklık kontrollerinde ise PI tipi kontrol ediciler kullanılmıştır. Bu kontrol yapısında sıcaklık kontrolü için kullanılacak rafların seçimi SVD metodu kullanılarak bulunmuştur.



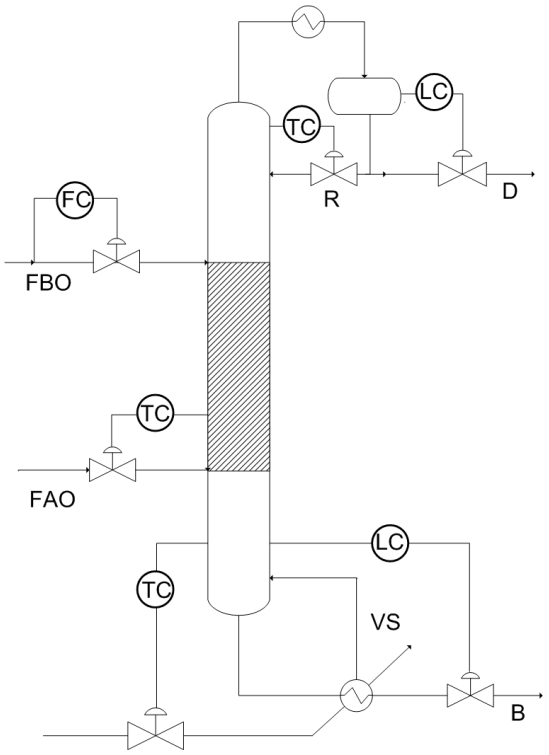
Şekil 3.3: CS2T^{I} Kontrol Yapısı.

3.3.2. CS2T^{II}

CS2T^{II} kontrol yapısı Şekil 3.3'te gösterilen iki nokta sıcaklık kontrol yapısının aynısıdır. Bu kontrol yapısının, CS2T^{I} kontrol yapısından tek farkı ise sıcaklık kontrolü için kullanılacak rafların seçiminin SVD metodu yerine Kookos'un önermiş olduğu raf seçim metodolojisinin kullanılmış olmasıdır.

3.3.3. CS3T^{I}

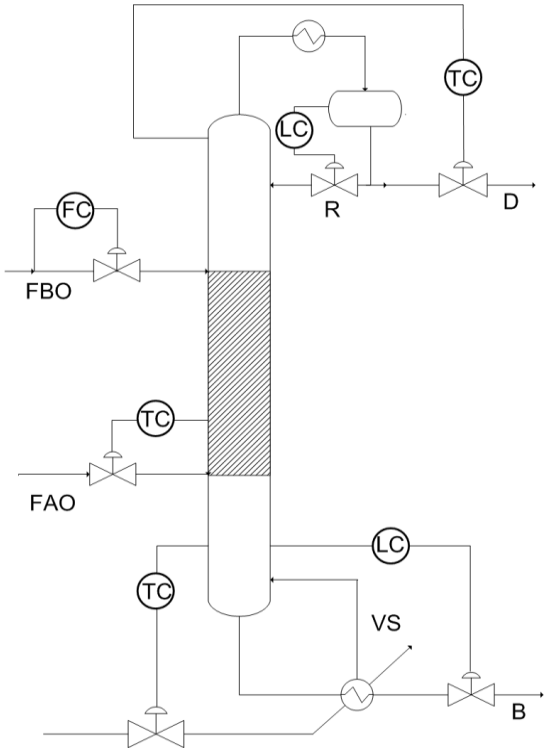
Şekil 3.4'te gösterilen üç nokta sıcaklık kontrol yapısında F_{B0} debisi ile üretim hızı ayarlanmaktadır. D ve B debileri ayarlanarak sırasıyla riflaks tankı ve taban seviyeleri kontrol edilmektedir. F_{A0}, V_S ve R debileri de raf sıcaklarınının kontrolü için kullanılmıştır. Bu kontrol yapısında sıcaklık kontrolü için kullanılacak rafların seçimi SVD metodu kullanılarak bulunmuştur.



Şekil 3.4: CS3T^{I} Kontrol Yapısı.

3.3.4. CS3T^{II}

Şekil 3.5'te gösterilen üç nokta sıcaklık kontrol yapısında F_{B0} debisi ile üretim hızı ayarlanmaktadır. R ve B debileri ayarlanarak sırasıyla riflaks tankı ve taban seviyeleri kontrol edilmektedir. F_{A0}, V_S ve D debileri de raf sıcaklarınının kontrolü için kullanılmıştır. Sıcaklık kontrolü için kullanılacak rafların seçiminde Kookos'un önermiş olduğu raf seçim metodolojisinin kullanılmıştır.



Şekil 3.5: CS3T^{II} Kontrol Yapısı.

3.3.5. Kontrol edicilerin ayarlanması

Kolondaki raf sıcaklıklarının kontrolü için kullanılan PI kontrol edicileri için, nihai kazanç (K_U) ve nihai periyot (P_U) "Otomatik Ayar Testi (ATV)" testi kullanılarak bulunmuştur. Test sonucunda elde edilen nihai değerler kullanılarak, sıcaklık döngüsündeki kontrol edicilerin kazancı (K_C) ve integral zaman sabiti (τ_I) parametreleri Tyreus-Luyben yöntemiyle ayarlanmıştır [31].

$$K_C = \frac{K_U}{3.2} \tag{3.4}$$

$$\tau_I = 2.2P_U \tag{3.5}$$

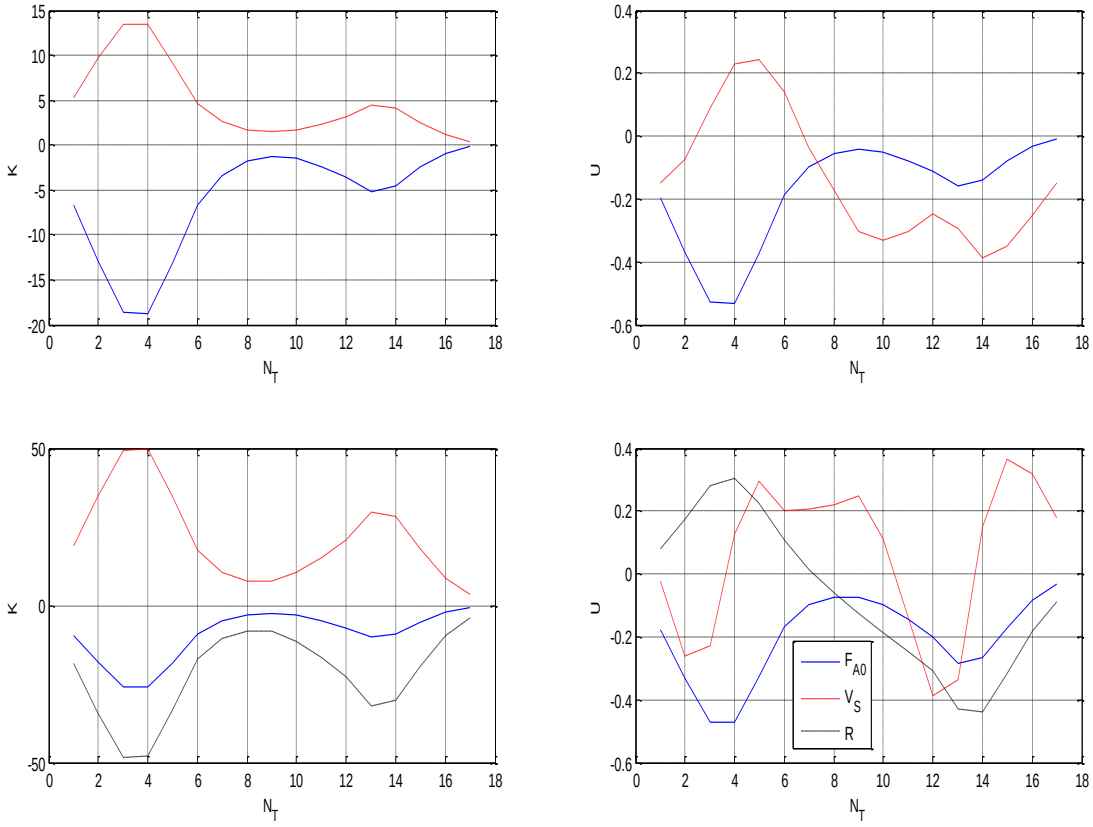
Her bir sıcaklık döngüsüne iki adet 60 saniyelik gecikme zamanı konulmuş ve sıcaklık aralığı olarak 10 K olarak tanımlanmıştır.

4. SONUÇLAR

4.1 Kontrol Raflarının Seçimi

4.1.1. α_{390}=2.00 olan sistem

Relatif uçuculuğun α_{390}=2.00 olduğu durumda $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ sıcaklık kontrol yapılarında sıcaklıkları kontrol edilecek rafların seçimi için uygulanan Duyarlılık Analizi ve SVD sonuçları Şekil 4.1'de gösterilmiştir.



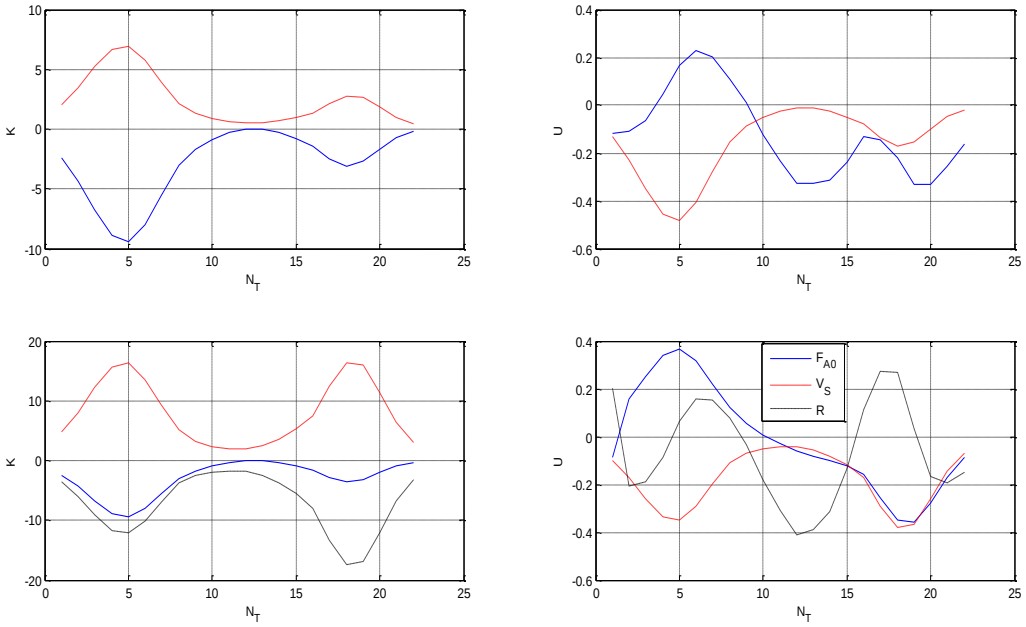
Şekil 4.1: α_{390}=2.00 için Duyarlılık Analizi ve SVD sonuçları.

Duyarlılık Analizi ve SVD sonuçlarına göre $CS2T^I$ kontrol yapısında F_{A0} debisi ile 4.rafın sıcaklığı ve V_S debisi ile 10.rafın sıcaklığı eşleştirilmiştir. $CS3T^I$ kontrol yapısında ise F_{A0} debisi ile 3.rafın, V_S debisi ile 9.rafın ve R debisi ile 14.rafın sıcaklıklarının sıcaklıklarının kontrolü önerilmiştir. $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ kontrol yapıları için Duyarlılık Analizi ve SVD sonuçlarına göre V_S debisi ile Şekil 4.1'deki değerleri ile eşleştirilmemesinin nedeni Kaymak ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmada

iki reaktan ve iki ürün sistemi için V_S debisinin reaktif bölgede bir raf ile eşleştirildiğinde daha iyi sonuçlar elde edilmesidir [30].

4.1.2. α_{390}=1.75 olan sistem

Relatif uçuculuğun α_{390}=1.75 olduğu durumda $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ sıcaklık kontrol yapılarında sıcaklıkları kontrol edilecek rafların seçimi için uygulanan Duyarlılık Analizi ve SVD sonuçları Şekil 4.2'de gösterilmiştir.

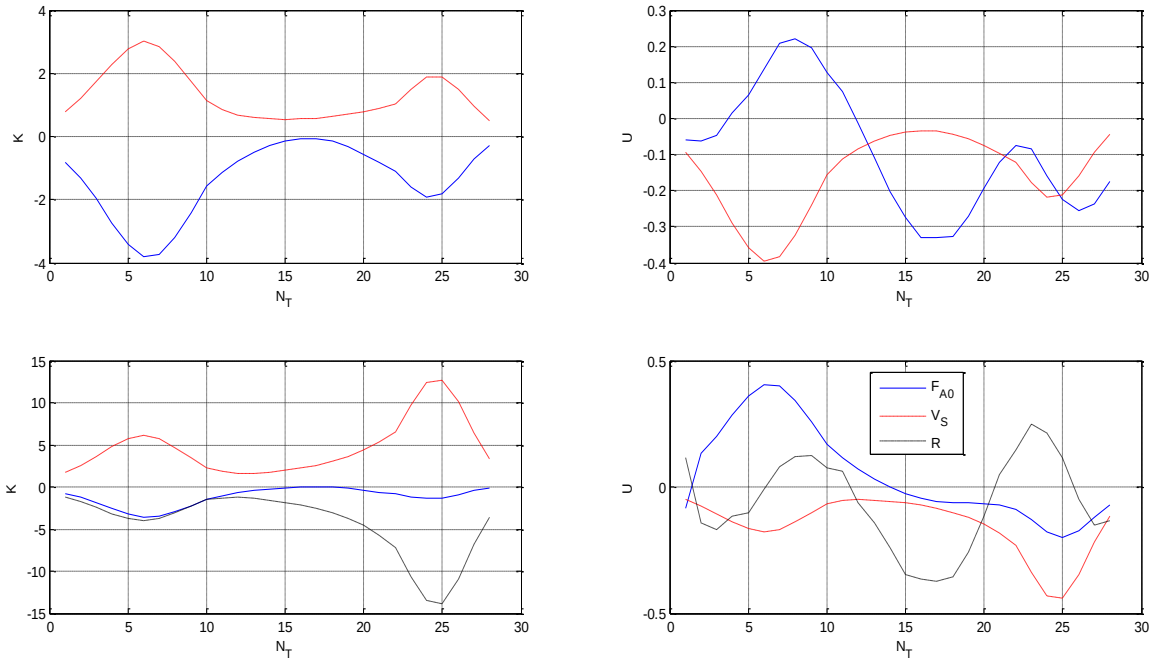


Şekil 4.2: α_{390}=1.75 için Duyarlılık Analizi ve SVD sonuçları.

Duyarlılık Analizi ve SVD sonuçlarına göre $CS2T^I$ kontrol yapısında F_{A0} debisi ile 5.rafın sıcaklığı ve V_S debisi ile 13.rafın sıcaklığı eşleştirilmiştir. $CS3T^I$ kontrol yapısında ise F_{A0} debisi ile 5.rafın, V_S debisi ile 12.rafın ve R debisi ile 18.rafın sıcaklıklarının kontrolü önerilmiştir.

4.1.3. α_{390}=1.50 olan sistem

Relatif uçuculuğun α_{390}=1.50 olduğu durumda $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ sıcaklık kontrol yapılarında sıcaklıkları kontrol edilecek rafların seçimi için uygulanan Duyarlılık Analizi ve SVD sonuçları Şekil 4.3'de gösterilmiştir.



Şekil 4.3: α_{390}=1.50 için Duyarlılık Analizi ve SVD sonuçları.

Duyarlılık Analizi ve SVD sonuçlarına göre CS2T^I kontrol yapısında F_{A0} debisi ile 6.rafın sıcaklığı ve V_S debisi ile 17.rafın sıcaklığı eşleştirilmiştir. CS3T^I kontrol yapısı için de F_{A0} debisi ile 6.rafın, V_S debisi ile 17.rafın ve R debisi ile 25.rafın sıcaklıklarının kontrol önerilmiştir.

4.2. Kontrol Edici Ayarları

Reaktif distilasyon kolonunda çalışılmış olan dört farklı kontrol yapısının üç farklı relatif uçuculuk durumu için ATV testi ile bulunmuş olan nihai kazanç ve periyot değerleri Çizelge 4.1'de verilmiştir. Bu nihai kazanç ve periyot değerleri ve Tyreus-Luyben ayar yöntemi kullanılarak her bir kontrol yapısının kontrol edici kazancı (K_C) ve integral sabiti (τ_I) bulunmuştur.

Çizelge 4.1: Kontrol Edicilerin K_U ve P_U Değerleri

α_{390}	CS	MV	CV	K_U	P_U
2.00	$2T^I$	V_S	T_{10}	4.46	6.25
		F_{A0}	T_4	2.69	5.83
	$2T^{II}$	V_S	T_1	6.09	4.17
		F_{A0}	T_6	11.61	4.33
	$3T^I$	V_S	T_9	2.60	8.58
		F_{A0}	T_3	2.80	5.92
		R	T_{14}	1.65	5.92
	$3T^{II}$	V_S	T_1	6.07	4.17
		F_{A0}	T_6	11.53	4.33
		D	T_{17}	14.77	15.33
1.75	$2T^I$	V_S	T_{13}	8.04	6.50
		F_{A0}	T_5	3.85	6.42
	$2T^{II}$	V_S	T_1	11.84	4.42
		F_{A0}	T_8	22.60	4.00
	$3T^I$	V_S	T_{12}	4.02	9.33
		F_{A0}	T_5	3.85	6.42
		R	T_{18}	1.67	6.00
	$3T^{II}$	V_S	T_1	11.96	4.42
		F_{A0}	T_8	22.75	4.00
		D	T_{22}	16.24	15.08
1.50	$2T^I$	V_S	T_{17}	15.20	6.08
		F_{A0}	T_6	7.04	6.67
	$2T^{II}$	V_S	T_1	23.43	4.67
		F_{A0}	T_{10}	39.30	4.00
	$3T^I$	V_S	T_{17}	6.84	9.17
		F_{A0}	T_6	7.08	6.58
		R	T_{25}	2.04	5.67
	$3T^{II}$	V_S	T_1	23.84	4.67
		F_{A0}	T_{10}	39.14	4.00
		D	T_{28}	22.34	13.58

4.3. Dinamik Davranımlar

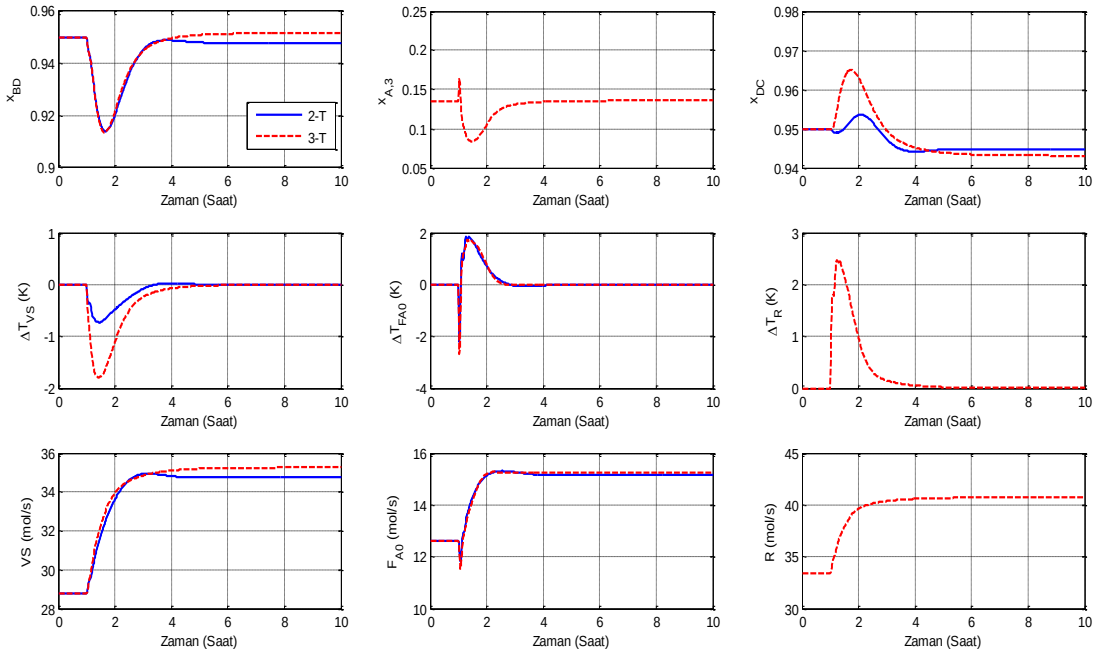
4.3.1. α_{390}=2.00 olan sistem

Relatif uçuculuğun α_{390}=2.00 olan sistem için, üretim hızındaki %20'lik değişime karşı $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.4'de görülmektedir.

$CS2T^I$ kontrol yapısı kullanıldığında V_S ve F_{A0} debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları geçiş zamanında sırasıyla yaklaşık 0.5 ve 2.0 K'lik aşma miktarıyla üç saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır. Dört saat sonra, baş ürünün saflığı istenilen değerin 0.005 uzağına, taban ürünün saflığı ise geçiş zamanında 0.030'luk

bir aşma miktarıyla istenilen saflık değerine oturmaktadır. V_S ve F_{A0} debileri artarak sırasıyla üç ve iki saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır.

CS3T^I kontrol yapısı kullanıldığında ise V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları geçiş zamanında sırasıyla yaklaşık 2.0, 2.0 ve 2.5 K'lik aşma miktarıyla dört saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır. Dört saat sonra, baş ürünün saflığı geçiş zamanında 0.015'lik bir aşma miktarıyla istenilen değerin 0.005 uzağına, taban ürün saflığı ise geçiş zamanında 0.030'luk bir aşma miktarıyla istenilen saflık değerine oturmaktadır. V_S, F_{A0} ve R debileri artarak sırasıyla üç ve iki saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır.



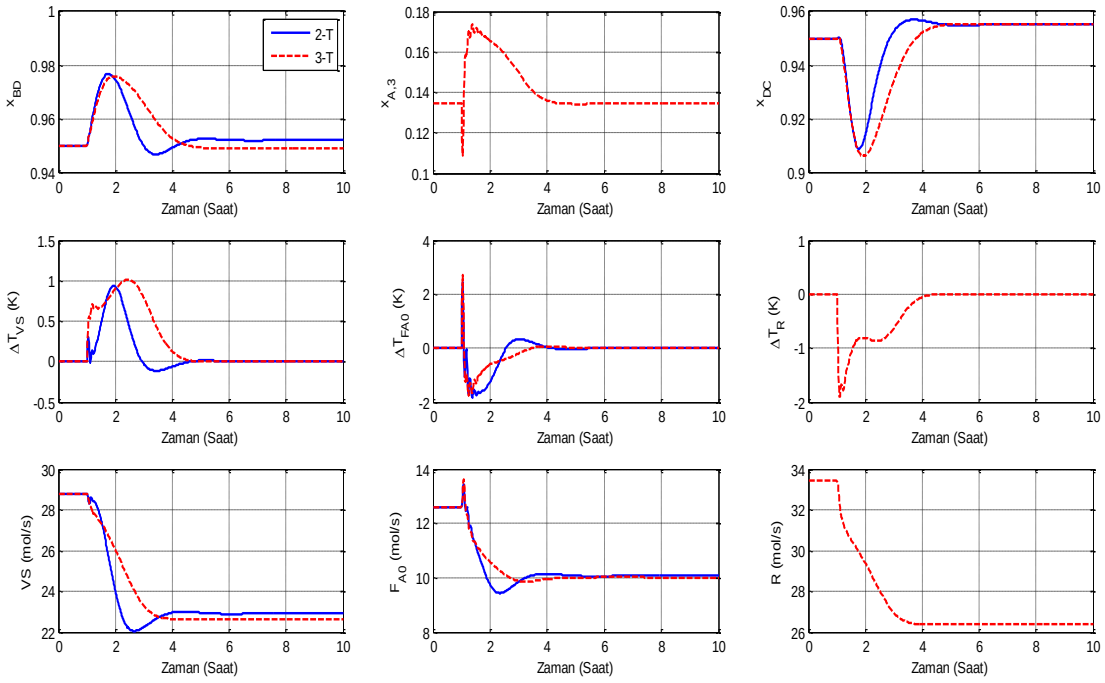
Şekil 4.4: Üretim Hızındaki +%20'lik Değişime Karşı CS2T^I ve CS3T^I Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=2.00).

Relatif uçuculuğun α_{390}=2.00 olan sistem için, üretim hızındaki -%20'lik değişime karşı CS2T^I ve CS3T^I kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.5'te görülmektedir.

CS2T^I kontrol yapısı kullanıldığında V_S ve F_{A0} debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları geçiş zamanında sırasıyla yaklaşık 1.0 ve 2.0 K'lik aşma miktarıyla dört saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır. Beş saat sonra, baş ürünün saflığı geçiş zamanında 0.040'luk bir aşma miktarıyla istenilen saflık değerine, taban ürünün saflığı ise geçiş zamanında 0.030'luk bir aşma miktarıyla istenilen saflık

değerine oturmaktadır. V_S ve F_{A0} debileri azalarak dört saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır.

$CS3T^I$ kontrol yapısı kullanıldığında ise V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları geçiş zamanında sırasıyla yaklaşık 1.0, 2.5 ve 2.0 K'lik aşma miktarıyla dört saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır. Beş saat sonra, baş ürünün saflığı geçiş zamanında 0.040'lık bir aşma miktarıyla istenilen saflık değerine, taban ürünün saflığı ise geçiş zamanında 0.030'luk bir aşma miktarıyla istenilen saflık değerine oturmaktadır. V_S, F_{A0} ve R debileri azalarak dört saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır.



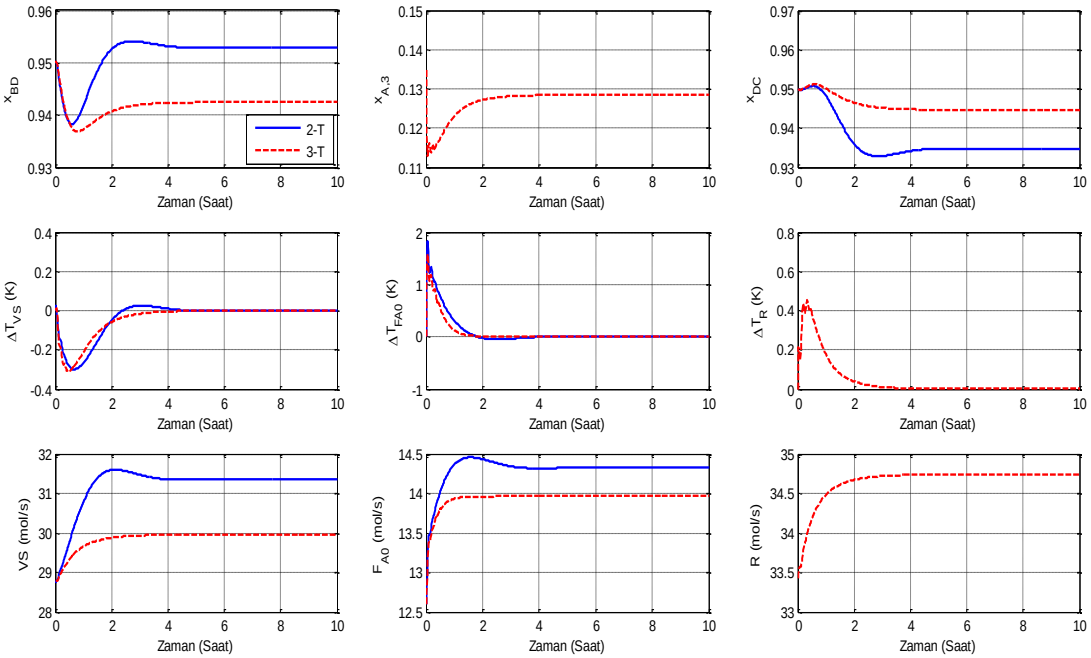
Şekil 4.5: Üretim Hızındaki -%20'lik Değişime Karşı $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=2.00).

Relatif uçuculuğun α_{390}=2.00 olan sistem için, F_{A0} beslemesinde %5 B bileşeni safsızlığı olması durumuna karşı $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.6'te görülmektedir

$CS2T^I$ kontrol yapısı kullanıldığında V_S ve F_{A0} debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları sırasıyla dört saat sonra geçiş zamanında yaklaşık 0.3 K ve iki saat sonra geçiş zamanında yaklaşık 2.0 K'lik aşma miktarıyla yatışkın hal değerlerine oturmaktadır. Dört saat sonra, baş ürünün saflığı istenilen değerin 0.015 uzağına,

taban ürünün saflığı ise istenilen değerin 0.005 uzağına oturmaktadır. V_S ve F_{A0} debileri artarak dört saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır.

$CS3T^I$ kontrol yapısı kullanıldığında ise V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları geçiş zamanında sırasıyla yaklaşık 0.3, 2.0 ve 0.4 K'lik aşma miktarıyla dört saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır. Dört saat sonra, baş ürünün saflığı istenilen değerin 0.005 uzağına, taban ürünün saflığı ise istenilen değerin 0.010 uzağına oturmaktadır. V_S, F_{A0} ve R debileri artarak dört saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır.



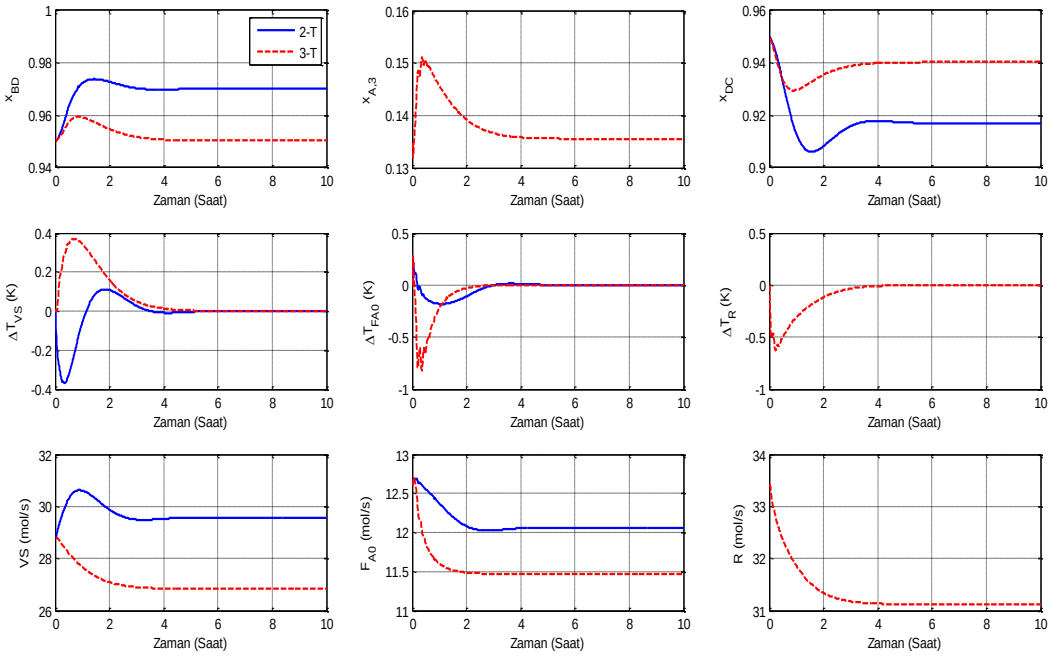
Şekil 4.6: F_{A0} Beslemesinde %5 B Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=2.00).

Relatif uçuculuğun α_{390}=2.00 olan sistem için, F_{B0} beslemesinde %5 A bileşeni safsızlığı olması durumuna karşı $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.7'te görülmektedir

$CS2T^I$ kontrol yapısı kullanıldığında V_S ve F_{A0} debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları sırasıyla dört saat sonra geçiş zamanında yaklaşık 0.4 K ve geçiş zamanında yaklaşık 0.2 K'lik aşma miktarıyla yatışkın hal değerlerine oturmaktadır.

Dört saat sonra, baş ürünün saflığı geçiş zamanında 0.050'luk bir aşma miktarıyla istenilen değerin 0.030 uzağına, taban ürünün saflığı ise istenilen değerin 0.025 uzağına oturmaktadır. V_S ve F_{A0} debileri sırasıyla artarak ve azalarak dört saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır.

$CS3T^I$ kontrol yapısı kullanıldığında ise V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları geçiş zamanında sırasıyla yaklaşık 0.4, 0.8 ve 0.5 K'lik aşma miktarıyla dört saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır. Dört saat sonra, baş ürünün saflığı geçiş zamanında 0.020'luk bir aşma miktarıyla istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı geçiş zamanında 0.010'luk bir aşma miktarıyla ise istenilen değere oturmaktadır. V_S, F_{A0} ve R debileri azalarak dört saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır.



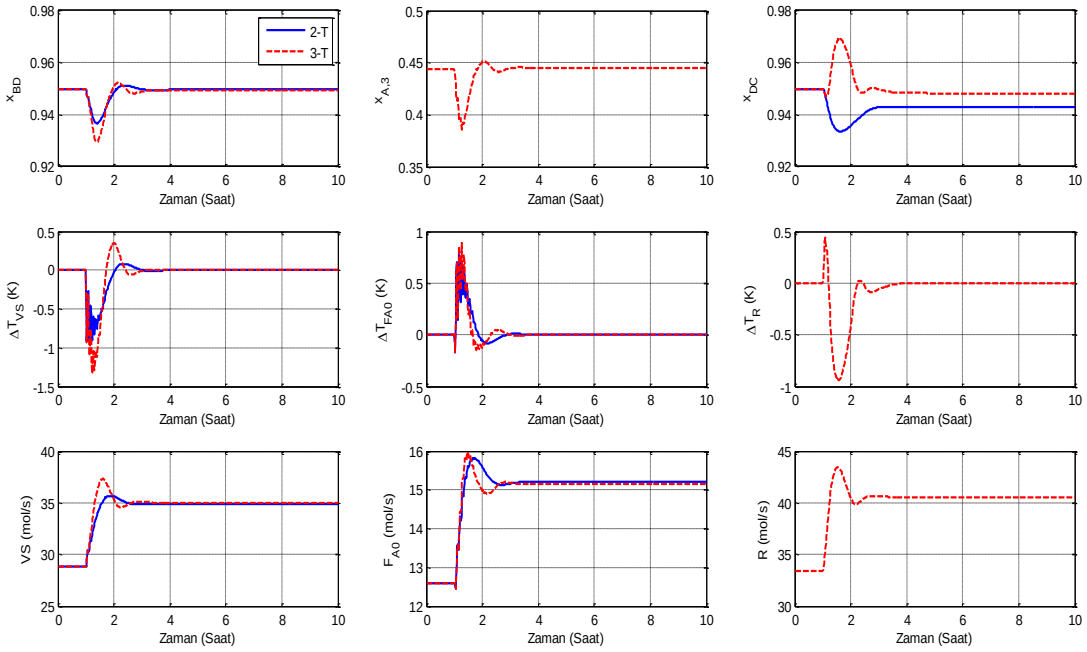
Şekil 4.7: F_{B0} Beslemesinde %5 A Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=2.00).

Relatif uçuculuğun α_{390}=2.00 olan sistem için, üretim hızındaki %20'lik değişime karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.8'de görülmektedir.

$CS2T^{II}$ kontrol yapısı kullanıldığında V_S ve F_{A0} debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları dört saat sonra geçiş zamanında yaklaşık 0.8 K'lik aşma miktarıyla fazla

osilasyon vererek yatışkın hal değerlerine oturmaktadır. Dört saat sonra, baş ürünün saflığı istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise geçiş zamanında 0.010'luk bir aşma miktarıyla istenilen değere oturmaktadır. V_S ve F_{A0} debileri artarak üç saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır.

CS3T^{II} kontrol yapısı kullanıldığında ise V_S, F_{A0} ve D debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları geçiş zamanında sırasıyla yaklaşık 1.3, 0.8 ve 1.0 K'lik aşma miktarıyla dört saat sonra fazla osilasyon vererek yatışkın hal değerlerine oturmaktadır. Dört saat sonra, baş ürünün saflığı geçiş zamanında 0.020'lik bir aşma miktarıyla istenilen değere, taban ürünün saflığı geçiş zamanında 0.020'lik bir aşma miktarıyla ise istenilen değere oturmaktadır. V_S, F_{A0} ve D debileri artarak dört saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır.

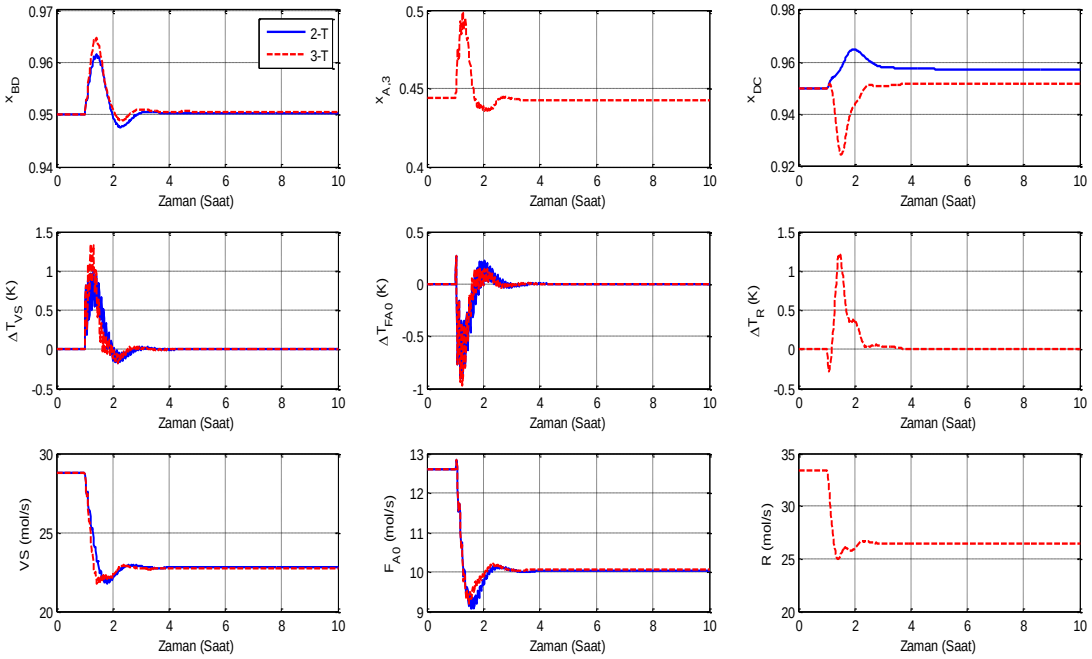


Şekil 4.8: Üretim Hızındaki +%20'lik Değişime Karşı CS2T^{II} ve CS3T^{II} Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=2.00).

Relatif uçuculuğun α_{390}=2.00 olan sistem için, üretim hızındaki -%20'lik değişime karşı CS2T^{II} ve CS3T^{II} kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.9'da görülmektedir.

$CS2T^{II}$ kontrol yapısı kullanıldığında V_S ve F_{A0} debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları dört saat sonra sırasıyla geçiş zamanında yaklaşık 1.0 K'lik aşma miktarıyla çok fazla osilasyon vererek yatışkın hal değerlerine oturmaktadır. Üç saat sonra, baş ürünün saflığı istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise geçiş zamanında 0.010'luk bir aşma miktarıyla istenilen değere oturmaktadır. V_S ve F_{A0} debileri azalarak üç saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır.

$CS3T^{II}$ kontrol yapısı kullanıldığında ise V_S, F_{A0} ve D debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları geçiş zamanında sırasıyla yaklaşık 1.3, 1.0 ve 1.0 K'lik aşma miktarıyla dört saat sonra fazla osilasyon vererek yatışkın hal değerlerine oturmaktadır. Üç saat sonra, baş ürünün saflığı geçiş zamanında 0.030'luk bir aşma miktarıyla istenilen değere, taban ürünün saflığı geçiş zamanında 0.010'luk bir aşma miktarıyla ise istenilen değere oturmaktadır. V_S, F_{A0} ve D debileri azalarak üç saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır.

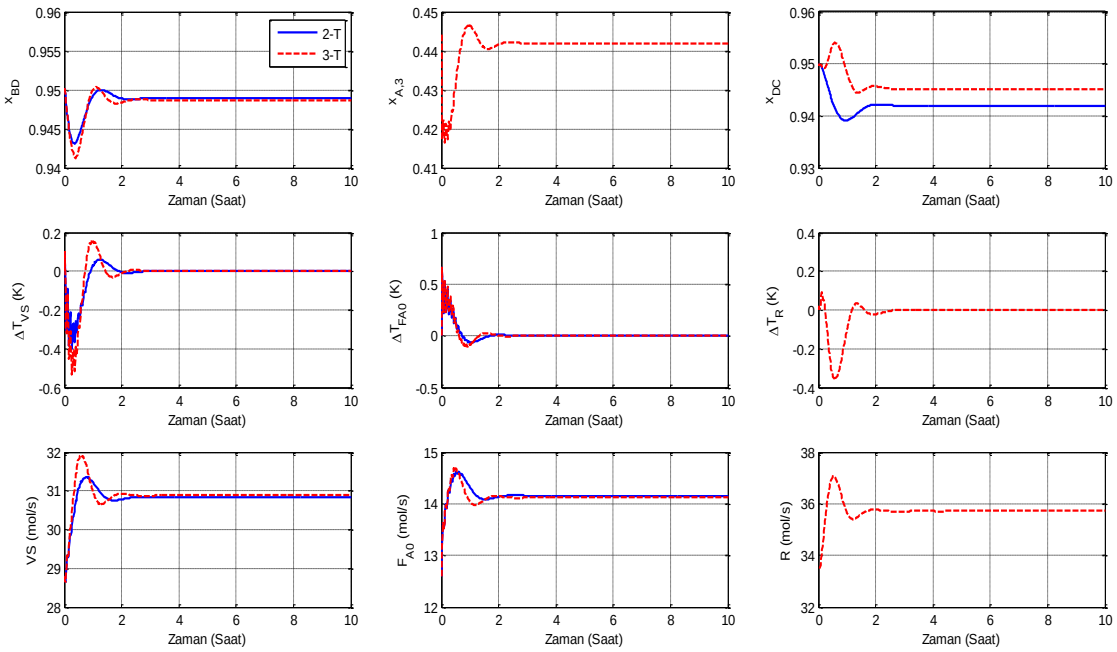


Şekil 4.9: Üretim Hızındaki -%20'lik Değişime Karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=2.00).

Relatif uçuculuğun α_{390}=2.00 olan sistem için, F_{A0} beslemesinde %5 B bileşeni safsızlığı olması durumuna karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.10'da görülmektedir

$CS2T^{II}$ kontrol yapısı kullanıldığında V_S ve F_{A0} debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları iki saat sonra sırasıyla geçiş zamanında sırasıyla yaklaşık 0.6 ve 0.5 K'lik aşma miktarıyla çok fazla osilasyon vererek yatışkın hal değerlerine oturmaktadır. İki saat sonra, baş ürünün saflığı istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise geçiş zamanında 0.005'lik bir aşma miktarıyla istenilen değere oturmaktadır. V_S ve F_{A0} debileri artarak iki saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır.

$CS3T^{II}$ kontrol yapısı kullanıldığında ise V_S, F_{A0} ve D debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları geçiş zamanında sırasıyla yaklaşık 0.6, 0.5 ve 0.4 K'lik aşma miktarıyla iki saat sonra çok fazla osilasyon vererek yatışkın hal değerlerine oturmaktadır. İki saat sonra, baş ürünün saflığı istenilen değerin 0.005 uzağına, taban ürünün saflığı ise geçiş zamanında 0.005'lik bir aşma miktarıyla istenilen değere oturmaktadır. V_S, F_{A0} ve D debileri artarak iki saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır.

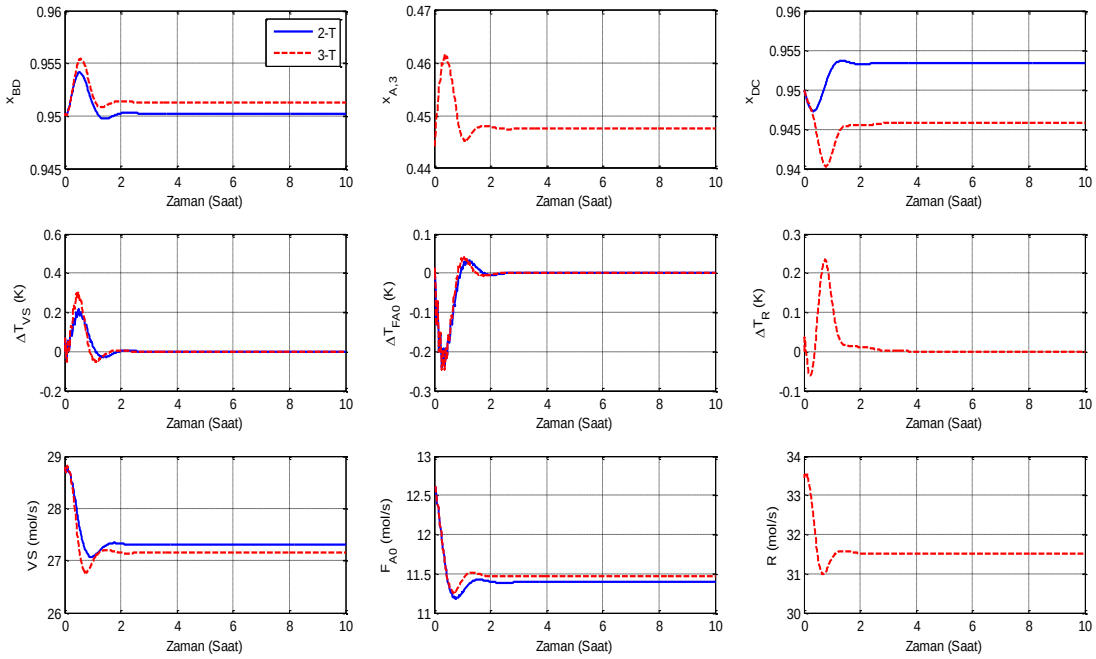


Şekil 4.10: F_{A0} Beslemesinde %5 B Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=2.00).

Relatif uçuculuğun α_{390}=2.00 olan sistem için, F_{B0} beslemesinde %5 A bileşeni safsızlığı olması durumuna karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.11'de görülmektedir

$CS2T^{II}$ kontrol yapısı kullanıldığında V_S ve F_{A0} debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları iki saat sonra sırasıyla geçiş zamanında sırasıyla yaklaşık 0.20 ve 0.3 K'lik aşma miktarıyla çok fazla osilasyon vererek yatışkın hal değerlerine oturmaktadır. İki saat sonra, baş ürünün saflığı istenilen değerin 0.005 uzağına, taban ürünün saflığı ise geçiş zamanında 0.005'lik bir aşma miktarıyla istenilen değere oturmaktadır. V_S ve F_{A0} debileri azalarak iki saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır.

$CS3T^{II}$ kontrol yapısı kullanıldığında ise V_S, F_{A0} ve D debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları geçiş zamanında yaklaşık 0.3 K'lik aşma miktarıyla iki saat sonra çok fazla osilasyon vererek yatışkın hal değerlerine oturmaktadır. İki saat sonra, baş ürünün saflığı geçiş zamanında 0.010'lik bir aşma miktarıyla istenilen değerin 0.005 uzağına, taban ürünün saflığı ise geçiş zamanında 0.005'lik bir aşma miktarıyla istenilen değere oturmaktadır. V_S, F_{A0} ve D debileri azalarak iki saat sonra yatışkın hal değerlerine oturmaktadır.



Şekil 4.11: F_{B0} Beslemesinde %5 A Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=2.00).

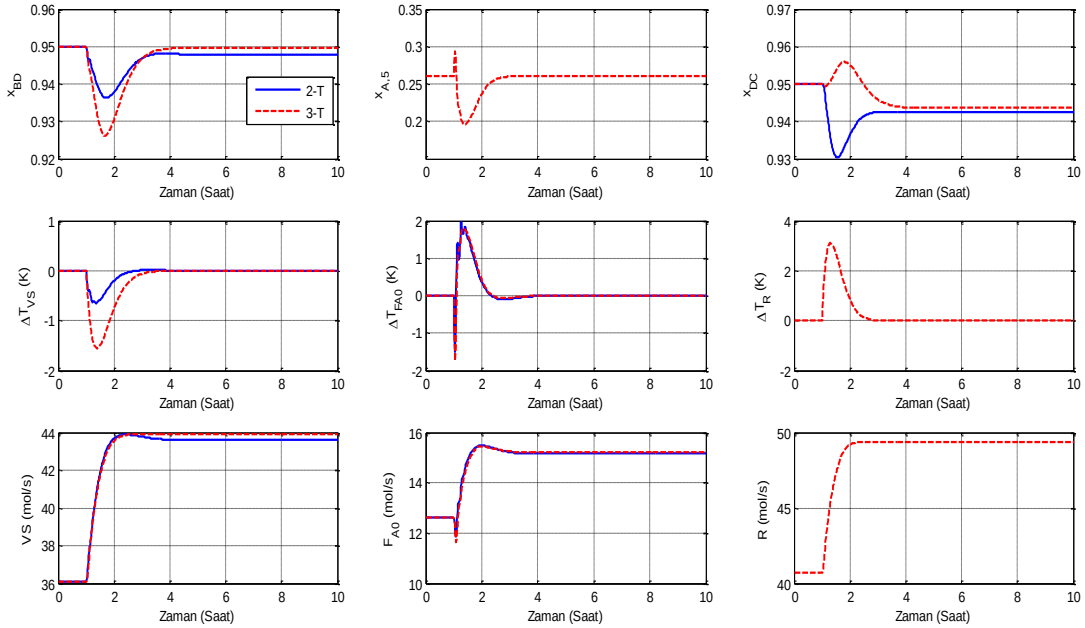
4.3.2. α_{390}=1.75 olan sistem

Relatif uçuculuğun α_{390}=1.75 olan sistem için, üretim hızındaki %20'lik değişime karşı CS2T^{I} ve CS3T^{I} kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.12'de görülmektedir.

CS2T^{I} ve CS3T^{I} kontrol yapıları kullanıldığında V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları ve V_S, F_{A0} ve R debilerinin dinamik davranımları α_{390}=2.00 olan sistemle benzerdir.

CS2T^{I} kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı üç saat sonra geçiş zamanında 0.020'lik bir aşma miktarıyla istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise dört saat sonra geçiş zamanında 0.010'lik bir aşma miktarıyla istenilen değere oturmaktadır.

CS3T^{I} kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı üç saat sonra geçiş zamanında 0.005'lik bir aşma miktarıyla istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise dört saat geçiş zamanında 0.020'lik bir aşma miktarıyla istenilen değere oturmaktadır.



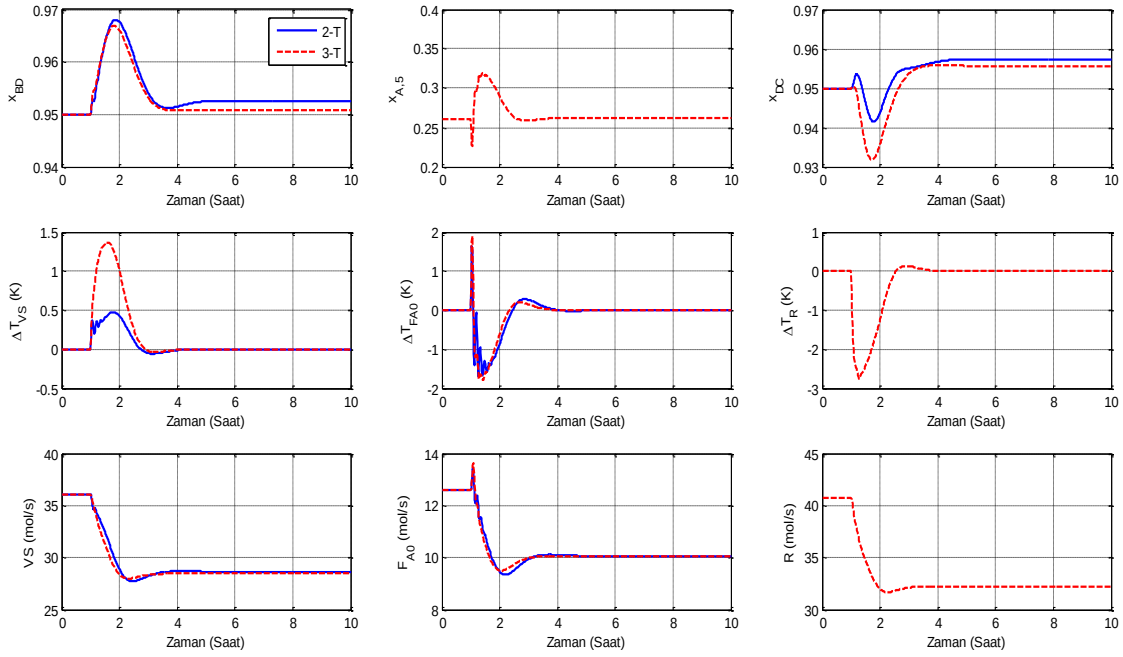
Şekil 4.12: Üretim Hızındaki +%20'lik Değişime Karşı CS2T^{I} ve CS3T^{I} Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.75).

Relatif uçuculuğun α_{390}=1.75 olan sistem için, üretim hızındaki -%20'lik değişime karşı CS2T^{I} ve CS3T^{I} kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.13'te görülmektedir.

$CS2T^I$ ve $CS3T^I$ kontrol yapıları kullanıldığında V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları ve V_S, F_{A0} ve R debilerinin dinamik davranımları α_{390}=2.00 olan sistemle benzerdir.

$CS2T^I$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı dört saat sonra geçiş zamanında 0.010'lik bir aşma miktarıyla istenilen değerin 0.0075 uzağına, taban ürünün saflığı ise dört saat sonra geçiş zamanında 0.020'lik bir aşma miktarıyla istenilen değerin 0.0025 uzağına oturmaktadır.

$CS3T^I$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı üç saat sonra geçiş zamanında 0.020'lik bir aşma miktarıyla istenilen değerin 0.005 uzağına, taban ürünün saflığı ise dört saat geçiş zamanında 0.020'lik bir aşma miktarıyla istenilen değere oturmaktadır.



.

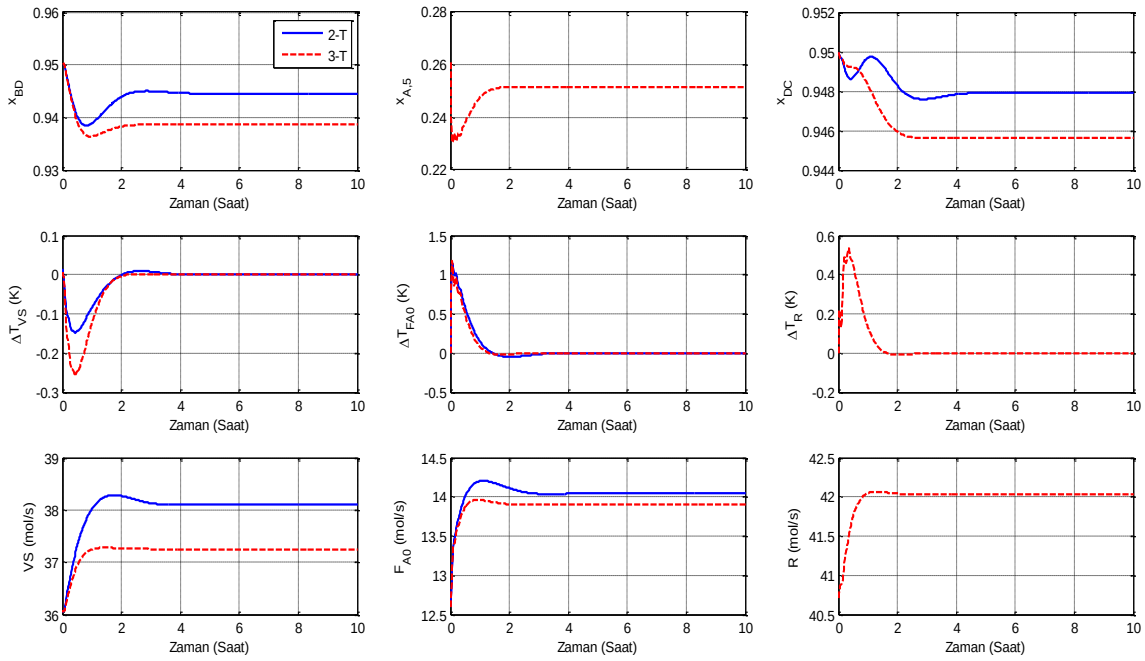
Şekil 4.13: Üretim Hızındaki -%20'lik Değişime Karşı $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.75).

Relatif uçuculuğun α_{390}=1.75 olan sistem için, F_{A0} beslemesinde %5 B bileşeni safsızlığı olması durumuna karşı $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.14'te görülmektedir.

$CS2T^I$ ve $CS3T^I$ kontrol yapıları kullanıldığında V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları ve V_S, F_{A0} ve R debilerinin dinamik davranımları α_{390}=2.00 olan sistemle benzerdir.

$CS2T^I$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı dört saat sonra geçiş zamanında 0.001'lik bir aşma miktarıyla istenilen değerin 0.002 uzağına, taban ürünün saflığı ise dört saat sonra geçiş zamanında 0.010'lik bir aşma miktarıyla istenilen değere oturmaktadır.

$CS3T^I$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı üç saat sonra istenilen değerin 0.004 uzağına, taban ürünün saflığı ise dört saat istenilen değerin 0.010 uzağına oturmaktadır.



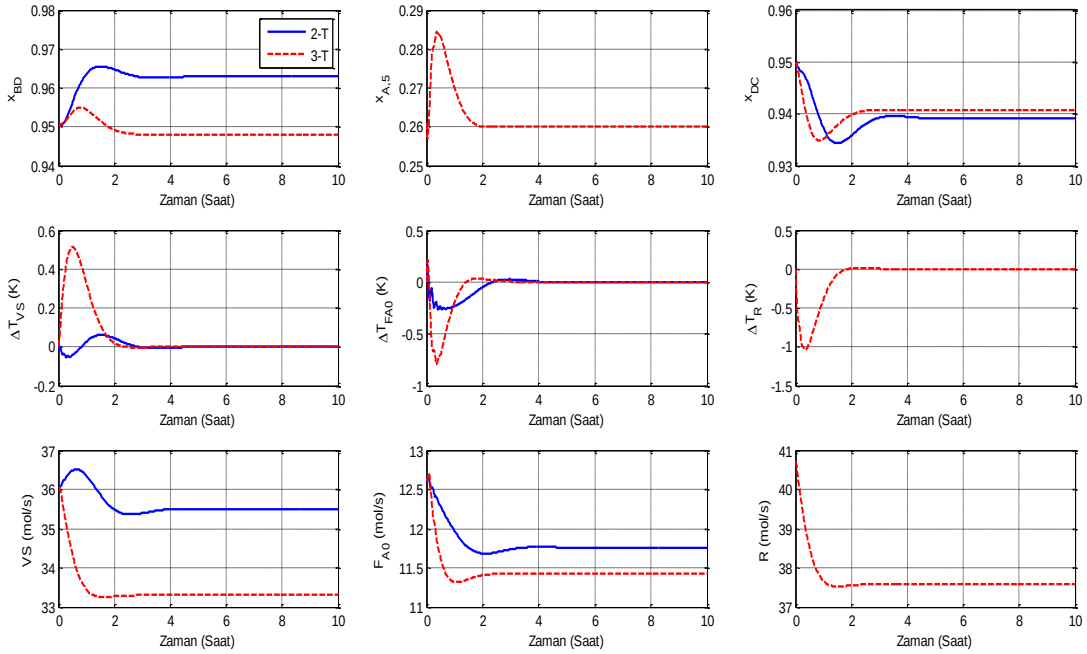
Şekil 4.14: F_{A0} Beslemesinde %5 B Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^I$ Ve $CS3T^I$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.75).

Relatif uçuculuğun α_{390}=1.75 olan sistem için, F_{B0} beslemesinde %5 A bileşeni safsızlığı olması durumuna karşı $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.15'te görülmektedir

$CS2T^I$ ve $CS3T^I$ kontrol yapıları kullanıldığında V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları ve V_S, F_{A0} ve R debilerinin dinamik davranımları α_{390}=2.00 olan sistemle benzerdir.

$CS2T^{I}$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı üç saat sonra geçiş zamanında 0.015'lik bir aşma miktarıyla istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise üç saat sonra istenilen değerin 0.010 uzağına oturmaktadır.

$CS3T^{I}$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı üç saat sonra geçiş zamanında 0.015'lik bir aşma miktarıyla istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise dört saat istenilen değere çok yakın bir noktaya oturmaktadır.



Şekil 4.15: F_{B0} Beslemesinde %5 A Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{I}$ ve $CS3T^{I}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.75).

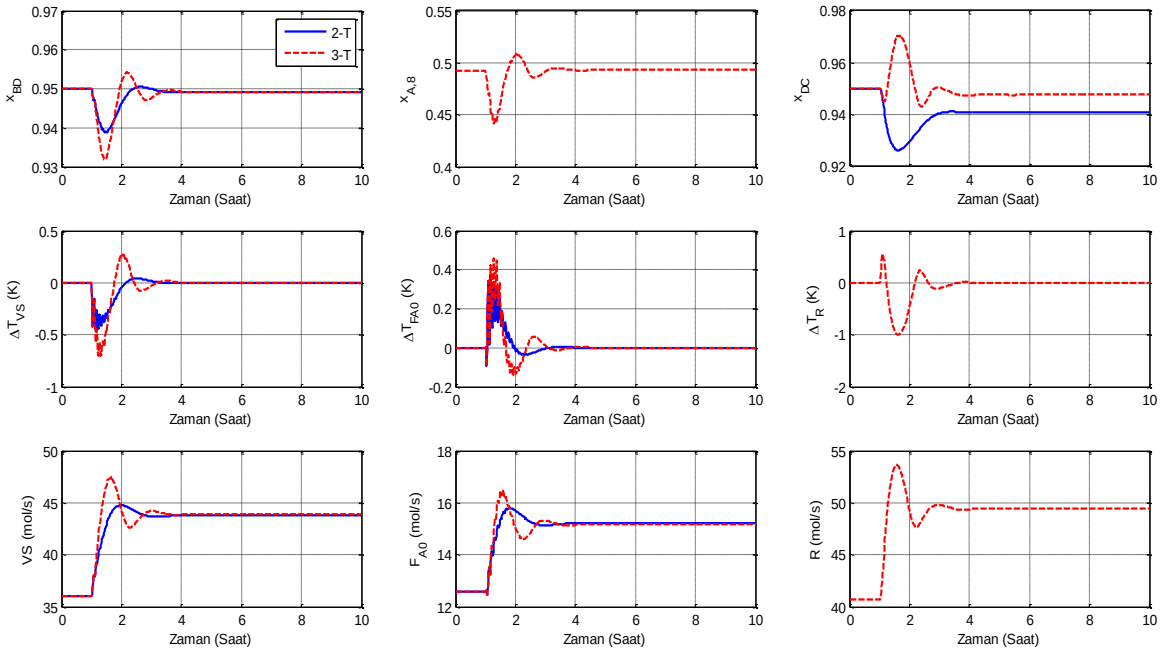
Relatif uçuculuğun α_{390}=1.75 olan sistem için, üretim hızındaki %20'lik değişime karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.16'da görülmektedir.

$CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ kontrol yapıları kullanıldığında V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları ve V_S, F_{A0} ve R debilerinin dinamik davranımları α_{390}=2.00 olan sistemle benzerdir.

$CS2T^{I}$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı dört saat sonra geçiş zamanında 0.020'lik bir aşma miktarıyla istenilen değerin 0.010 uzağına, taban

ürünün saflığı ise dört saat sonra geçiş zamanında 0.010'lik bir aşma miktarıyla istenilen değere oturmaktadır.

$CS3T^{I}$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı dört saat sonra geçiş zamanında 0.020'lik bir aşma miktarıyla istenilen değere, taban ürünün saflığı ise dört saat sonra geçiş zamanında 0.020'lik bir aşma miktarıyla istenilen değere oturmaktadır.



Şekil 4.16: Üretim Hızındaki +%20'lik Değişime Karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.75).

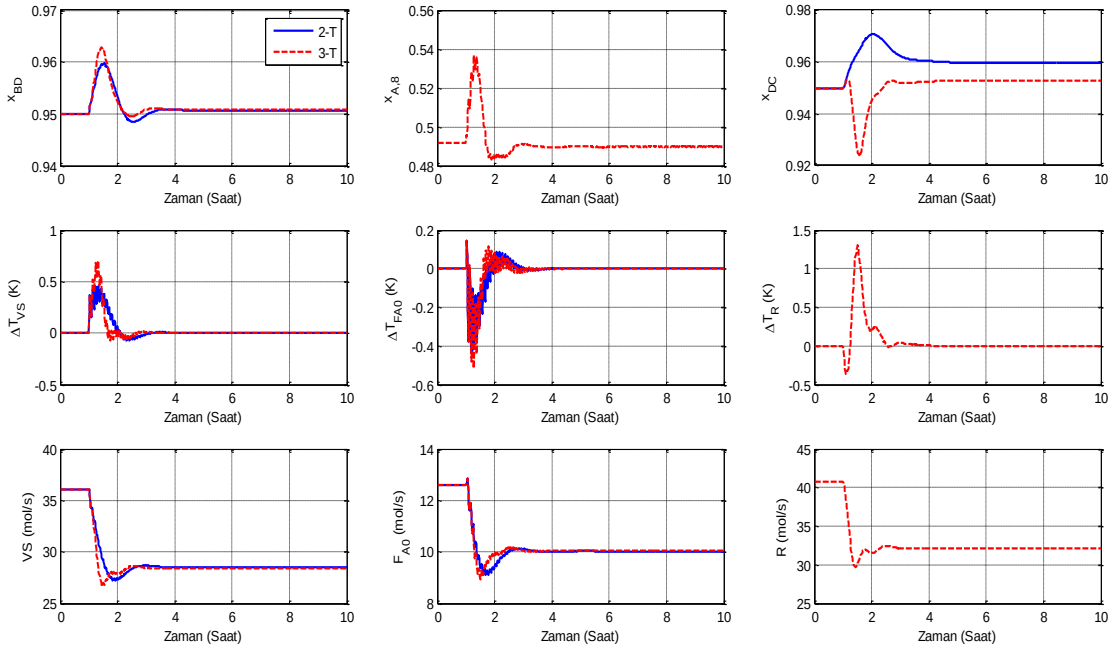
Relatif uçuculuğun α_{390}=1.75 olan sistem için, üretim hızındaki -%20'lik değişime karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.17'de görülmektedir.

$CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ kontrol yapıları kullanıldığında V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları ve V_S, F_{A0} ve R debilerinin dinamik davranımları α_{390}=2.00 olan sistemle benzerdir.

$CS2T^{I}$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı dört saat sonra geçiş zamanında 0.005'lik bir aşma miktarıyla istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise dört saat sonra geçiş zamanında 0.010'lik bir aşma miktarıyla istenilen değere oturmaktadır.

$CS3T^{I}$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı dört saat sonra geçiş zamanında 0.030'lik bir aşma miktarıyla istenilen değere, taban ürünün saflığı ise

dört saat sonra geçiş zamanında 0.010'lik bir aşma miktarıyla istenilen değere oturmaktadır.



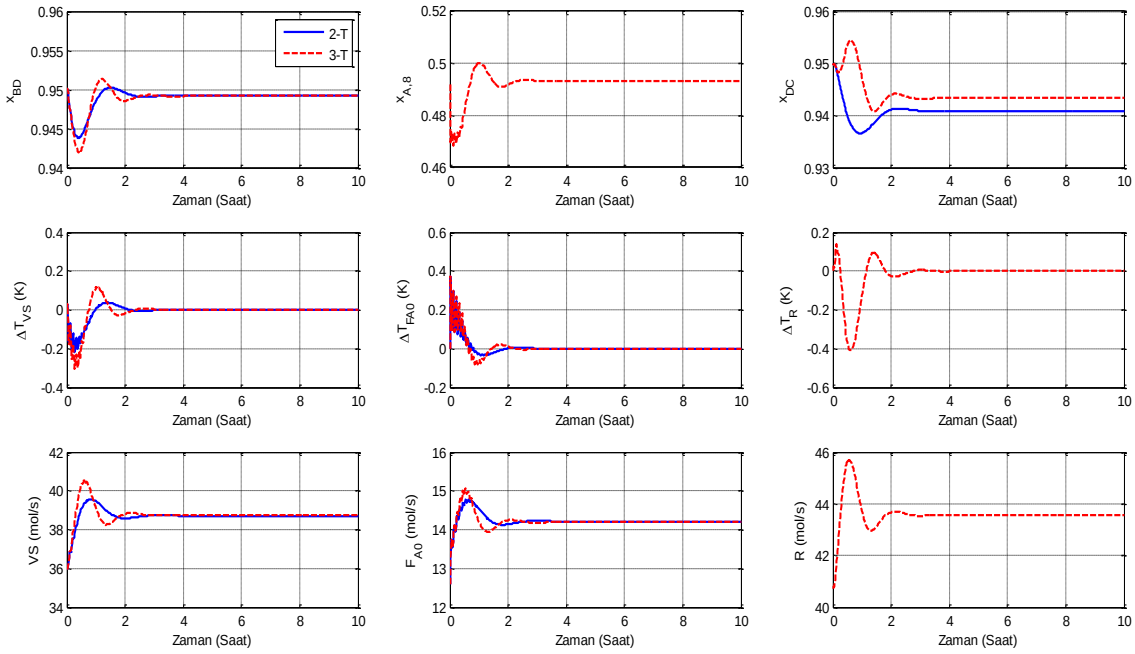
Şekil 4.17: Üretim Hızındaki -%20'lik Değişime Karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.75).

Relatif uçuculuğun α_{390}=1.75 olan sistem için, F_{A0} beslemesinde %5 B bileşeni safsızlığı olması durumuna karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.18'de görülmektedir

$CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ kontrol yapıları kullanıldığında V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları ve V_S, F_{A0} ve R debilerinin dinamik davranımları α_{390}=2.00 olan sistemle benzerdir.

$CS2T^{I}$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı üç saat sonra istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise üç saat sonra istenilen değere çok yakın bir noktaya oturmaktadır.

$CS3T^{I}$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı üç saat sonra geçiş zamanında 0.005'lik bir aşma miktarıyla istenilen değerin 0.005 uzağına, taban ürünün saflığı ise üç saat sonra istenilen değere çok yakın bir noktaya oturmaktadır.



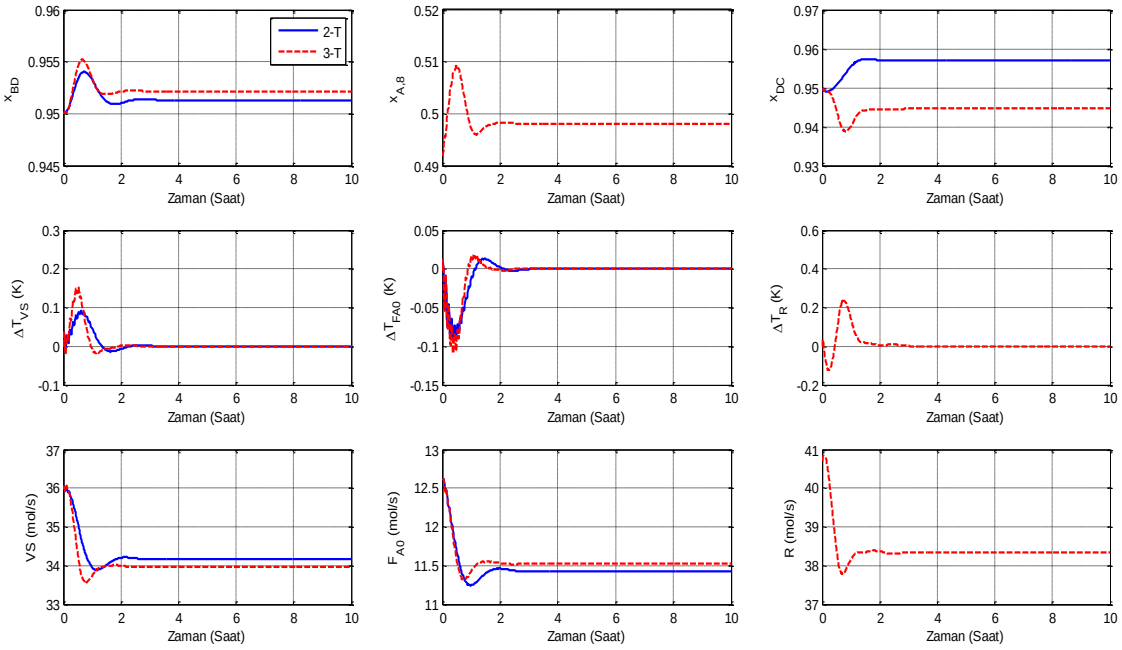
Şekil 4.18: F_{A0} Beslemesinde %5 B Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda CS2T^{II} ve CS3T^{II} Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.75).

Relatif uçuculuğun α_{390}=1.75 olan sistem için, F_{A0} beslemesinde %5 B bileşeni safsızlığı olması durumuna karşı CS2T^{II} ve CS3T^{II} kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.19'da görülmektedir

CS2T^{II} ve CS3T^{II} kontrol yapıları kullanıldığında V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları ve V_S, F_{A0} ve R debilerinin dinamik davranımları α_{390}=2.00 olan sistemle benzerdir.

CS2T^{I} kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı iki saat sonra istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise üç saat sonra geçiş zamanında 0.005 aşma miktarıyla istenilen değerin 0.002 uzağına oturmaktadır.

CS3T^{I} kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı iki saat istenilen değerin 0.005 uzağına, taban ürünün saflığı ise üç saat sonra geçiş zamanında 0.005 aşma miktarıyla istenilen değerin 0.003 uzağına oturmaktadır.



Şekil 4.19: F_{B0} Beslemesinde %5 A Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.75).

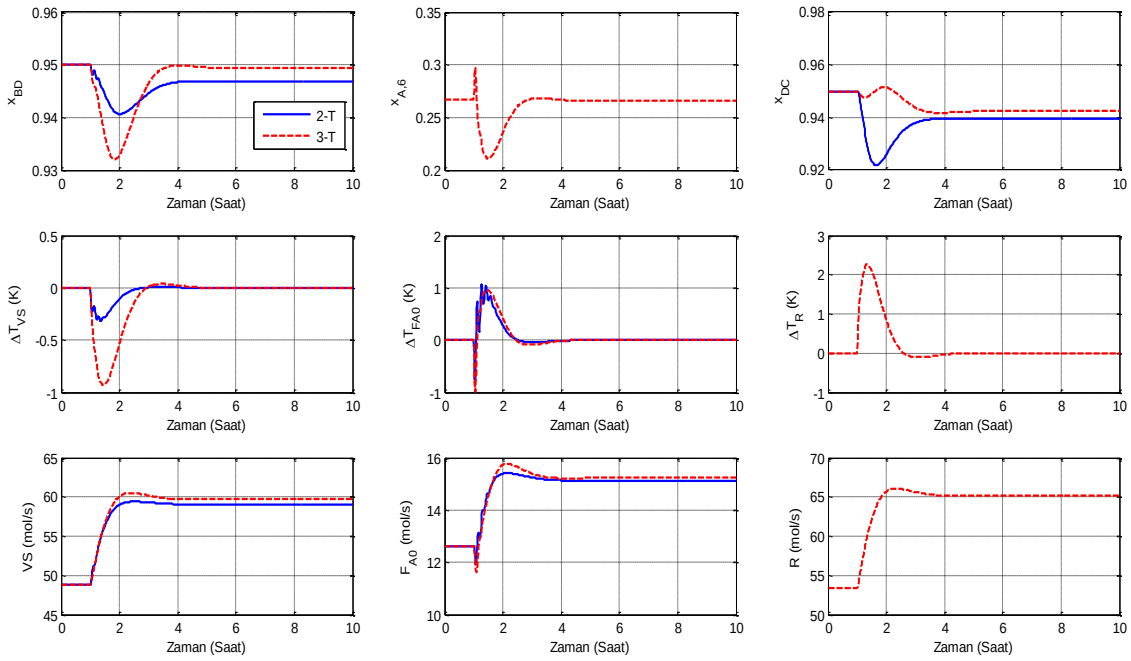
4.3.3. α_{390}=1.50 olan sistem

Relatif uçuculuğun α_{390}=1.50 olan sistem için, üretim hızındaki %20'lik değişime karşı $CS2T^{I}$ ve $CS3T^{I}$ kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.20'de görülmektedir.

$CS2T^{I}$ ve $CS3T^{I}$ kontrol yapıları kullanıldığında V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları ve V_S, F_{A0} ve R debilerinin dinamik davranımları α_{390}=1.75 olan sistemle benzerdir.

$CS2T^{I}$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı üç saat sonra geçiş zamanında 0.030 aşma miktarıyla istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise dört saat sonra geçiş zamanında 0.010 aşma miktarıyla istenilen değerin 0.005 uzağına oturmaktadır.

$CS3T^I$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı dört saat sonra istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise dört saat sonra geçiş zamanında 0.020 aşma miktarıyla istenilen değere oturmaktadır.



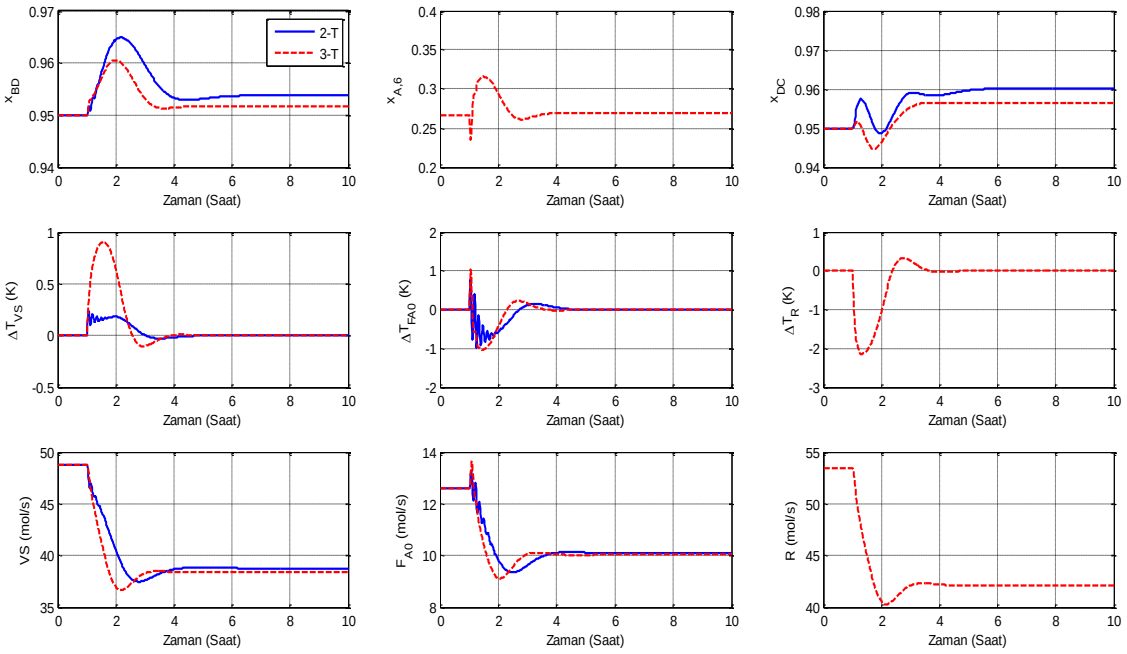
Şekil 4.20: Üretim Hızındaki +%20'lik Değişime Karşı $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.50).

Relatif uçuculuğun α_{390}=1.50 olan sistem için, üretim hızındaki -%20'lik değişime karşı $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.21'de görülmektedir.

$CS2T^I$ ve $CS3T^I$ kontrol yapıları kullanıldığında V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları ve V_S, F_{A0} ve R debilerinin dinamik davranımları α_{390}=1.75 olan sistemle benzerdir.

$CS2T^I$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı beş saat sonra istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise dört saat sonra geçiş zamanında 0.015 aşma miktarıyla istenilen değerin 0.005 uzağına oturmaktadır.

$CS3T^I$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı dört saat sonra istenilen değerin 0.005 uzağına, taban ürünün saflığı ise dört saat sonra geçiş zamanında 0.010 aşma miktarıyla istenilen değere çok yakın bir noktaya oturmaktadır.



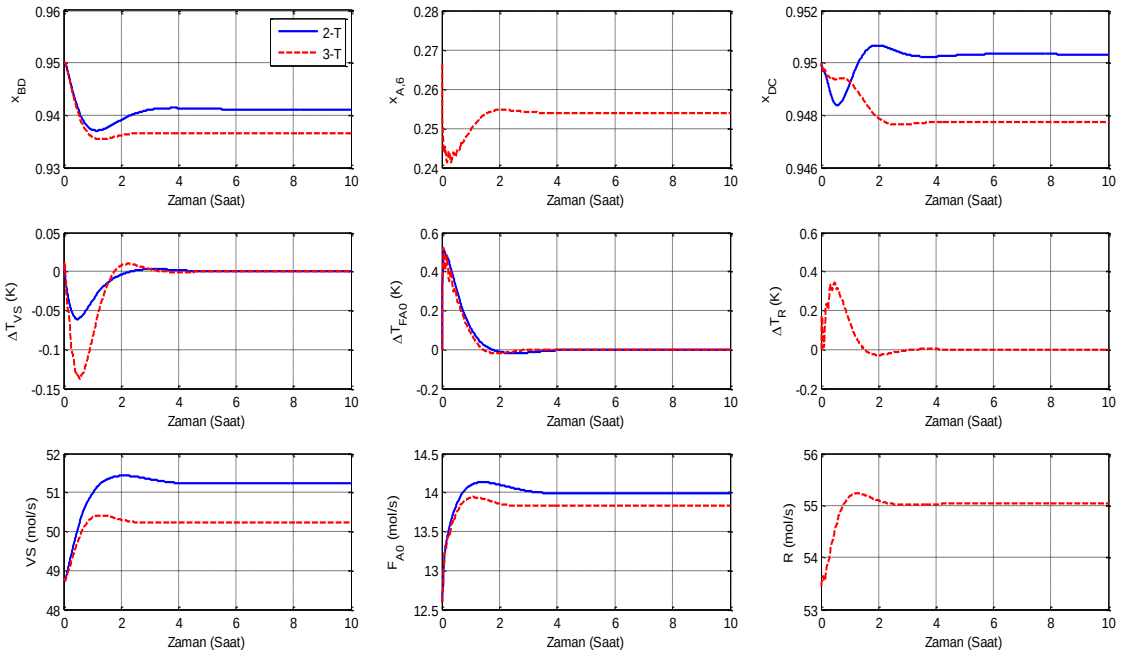
Şekil 4.21: Üretim Hızındaki -%20'lik Değişime Karşı $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.50).

Relatif uçuculuğun α_{390}=1.50 olan sistem için, F_{A0} beslemesinde %5 B bileşeni safsızlığı olması durumuna karşı $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.22'de görülmektedir

$CS2T^I$ ve $CS3T^I$ kontrol yapıları kullanıldığında V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları ve V_S, F_{A0} ve R debilerinin dinamik davranımları α_{390}=1.75 olan sistemle benzerdir.

$CS2T^I$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı üç saat sonra istenilen değere çok yakın bir noktaya, taban ürünün saflığı ise dört saat sonra istenilen değerin 0.010 uzağına oturmaktadır.

$CS3T^I$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı üç saat sonra istenilen değere çok yakın bir noktaya, taban ürünün saflığı ise dört saat sonra istenilen değerin 0.015 uzağına oturmaktadır.



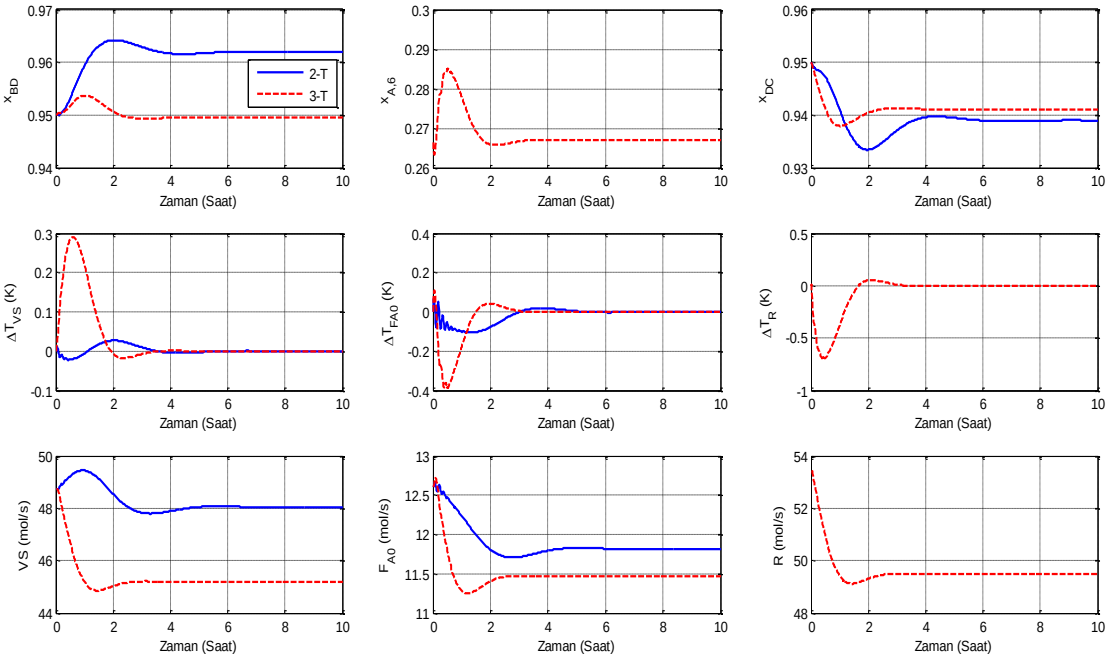
Şekil 4.22: F_{A0} Beslemesinde %5 B Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.50).

Relatif uçuculuğun α_{390}=1.50 olan sistem için, F_{B0} beslemesinde %5 A bileşeni safsızlığı olması durumuna karşı $CS2T^I$ ve $CS3T^I$ kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.23'de görülmektedir

$CS2T^I$ ve $CS3T^I$ kontrol yapıları kullanıldığında V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları ve V_S, F_{A0} ve R debilerinin dinamik davranımları α_{390}=1.75 olan sistemle benzerdir.

$CS2T^I$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı dört saat sonra geçiş zamanında 0.015 aşma miktarıyla saat sonra istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise beş saat sonra istenilen değerin 0.010 uzağına oturmaktadır.

$CS3T^I$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı iki saat sonra istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise üç saat sonra istenilen değere oturmaktadır.



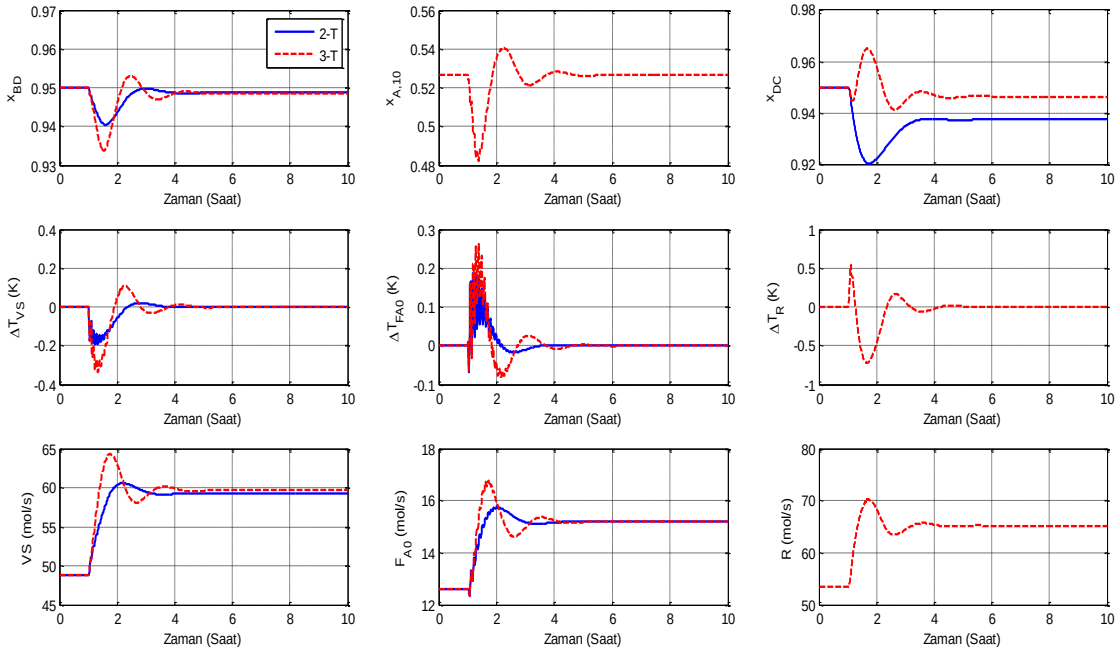
Şekil 4.23: F_{B0} Beslemesinde %5 A Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{I}$ ve $CS3T^{I}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.50).

Relatif uçuculuğun α_{390}=1.50 olan sistem için, üretim hızındaki %20'lik değişime karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.24'te görülmektedir.

$CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ kontrol yapıları kullanıldığında V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları ve V_S, F_{A0} ve R debilerinin dinamik davranımları α_{390}=1.75 olan sistemle benzerdir.

$CS2T^{I}$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı dört saat sonra geçiş zamanında 0.030 aşma miktarıyla saat sonra istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise beş saat sonra geçiş zamanında 0.010 aşma miktarıyla istenilen değere çok yakın bir noktaya oturmaktadır.

$CS3T^{I}$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı dört saat sonra geçiş zamanında 0.010 aşma miktarıyla saat sonra istenilen değere çok yakın bir noktaya, taban ürünün saflığı ise beş saat sonra geçiş zamanında 0.015 aşma miktarıyla istenilen değere çok yakın bir noktaya oturmaktadır.



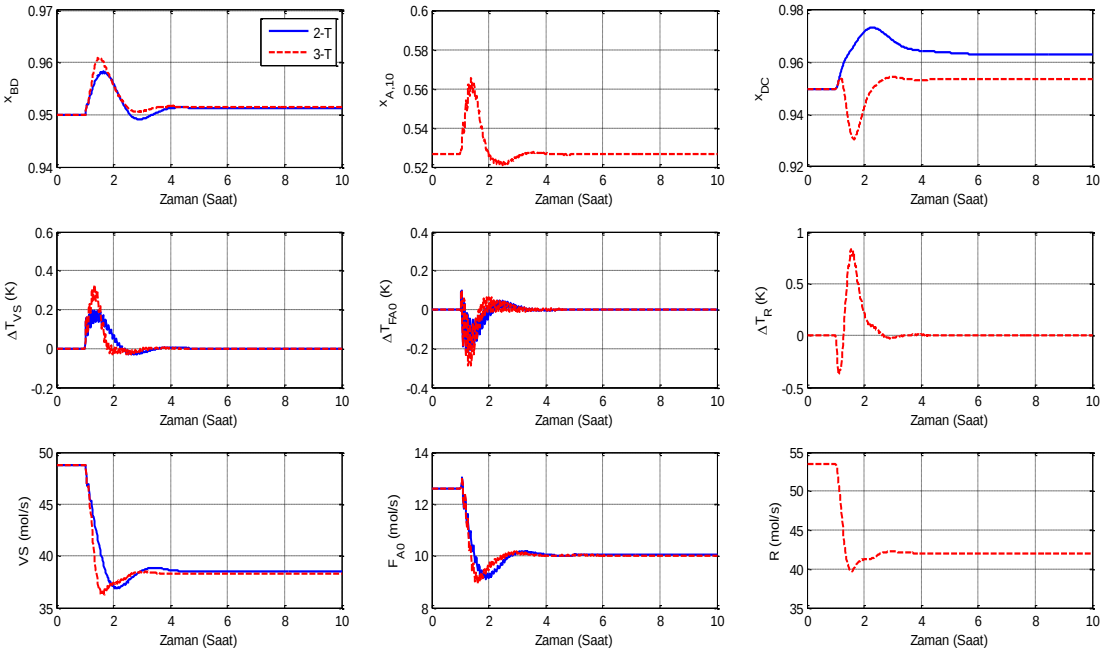
Şekil 4.24: Üretim Hızındaki +%20'lik Değişime Karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.50).

Relatif uçuculuğun α_{390}=1.50 olan sistem için, üretim hızındaki -%20'lik değişime karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.25'te görülmektedir.

$CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ kontrol yapıları kullanıldığında V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları ve V_S, F_{A0} ve R debilerinin dinamik davranımları α_{390}=1.75 olan sistemle benzerdir.

$CS2T^{I}$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ve taban ürün saflığı dört saat sonra istenilen değere çok yakın bir noktaya, oturmaktadır.

$CS3T^{I}$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı dört saat sonra geçiş zamanında 0.030 aşma miktarıyla istenilen değere yakın bir noktaya, taban ürünün saflığı ise beş saat sonra geçiş zamanında 0.010 aşma miktarıyla istenilen değere çok yakın bir noktaya oturmaktadır.



Şekil 4.25: Üretim Hızındaki -%20'lik Değişime Karşı CS2T^{II} Ve CS3T^{II} Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.50).

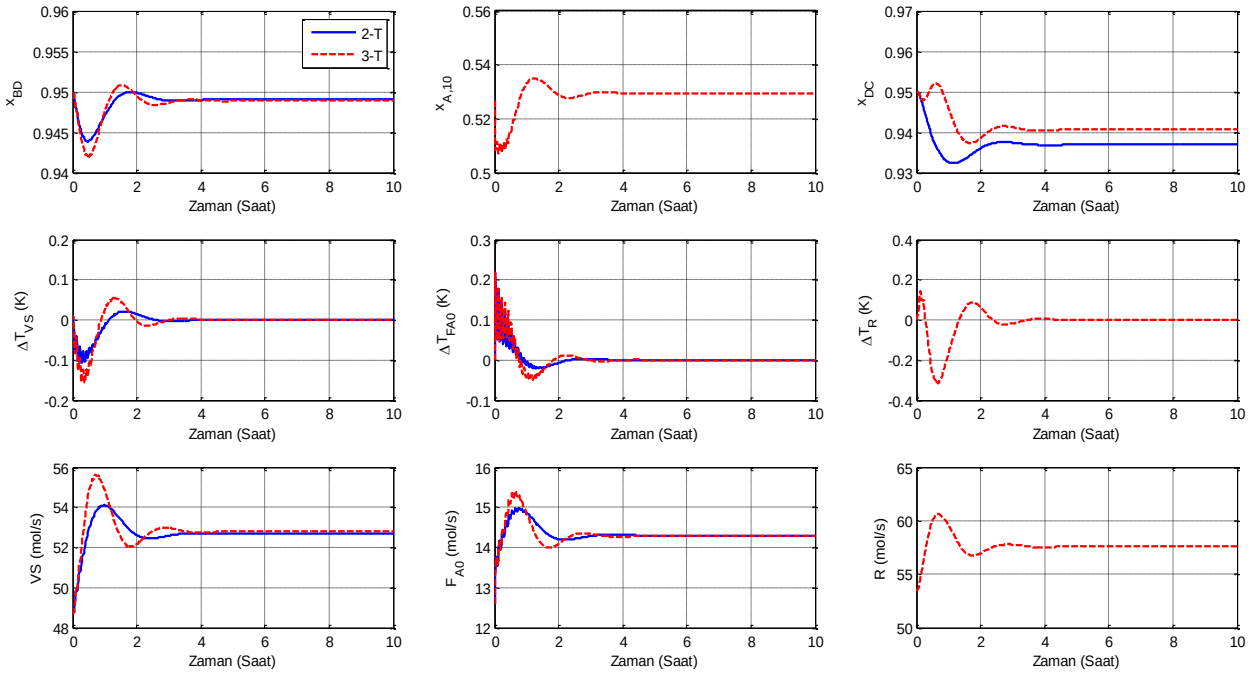
Relatif uçuculuğun α_{390}=1.50 olan sistem için, F_{A0} beslemesinde %5 B bileşeni safsızlığı olması durumuna karşı CS2T^{II} ve CS3T^{II} kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.26'da görülmektedir.

CS2T^{II} ve CS3T^{II} kontrol yapıları kullanıldığında V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları ve V_S, F_{A0} ve R debilerinin dinamik davranımları α_{390}=1.75 olan sistemle benzerdir.

CS2T^{I} kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı dört saat sonra geçiş zamanında 0.020 aşma miktarıyla saat sonra istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise dört saat sonra geçiş zamanında 0.005 aşma miktarıyla istenilen değere çok yakın bir noktaya oturmaktadır.

CS3T^{I} kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı dört saat sonra istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise dört saat sonra geçiş zamanında 0.005 aşma miktarıyla istenilen değere çok yakın bir noktaya oturmaktadır.

.



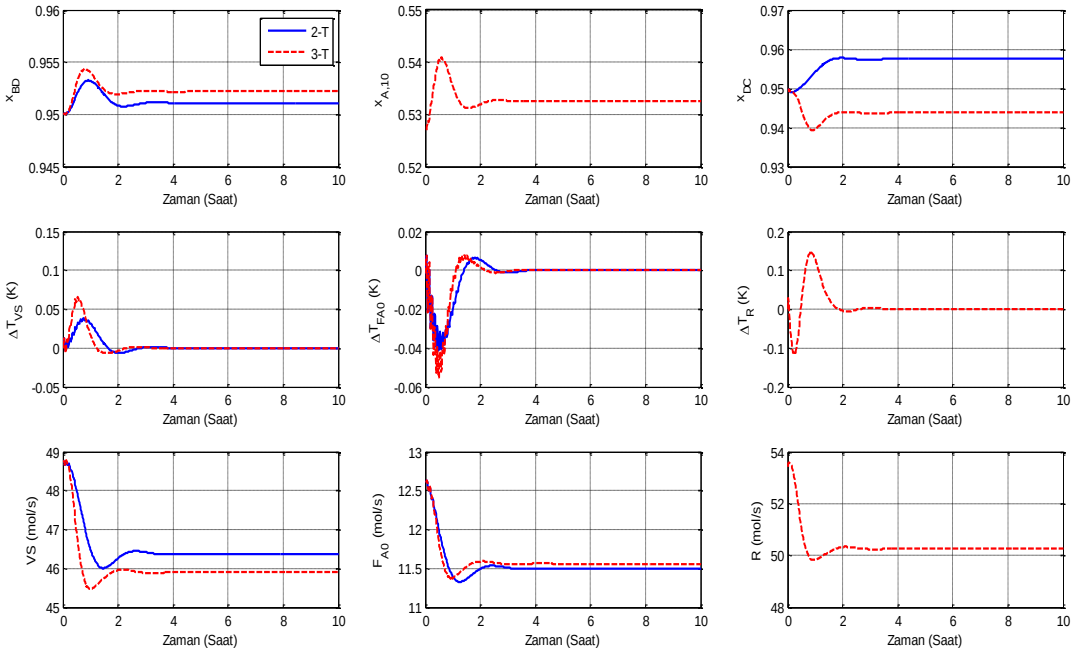
Şekil 4.26: F_{A0} Beslemesinde %5 B Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.50).

Relatif uçuculuğun α_{390}=1.50 olan sistem için, F_{A0} beslemesinde %5 B bileşeni safsızlığı olması durumuna karşı $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ kontrol yapılarının dinamik davranımları Şekil 4.27'de görülmektedir

$CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ kontrol yapıları kullanıldığında V_S, F_{A0} ve R debileri ile kontrol edilecek rafların sıcaklıkları ve V_S, F_{A0} ve R debilerinin dinamik davranımları α_{390}=1.75 olan sistemle benzerdir.

$CS2T^{I}$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı iki saat sonra istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise iki saat sonra istenilen değere çok yakın bir noktaya oturmaktadır.

$CS3T^{I}$ kontrol yapısı kullanıldığında, baş ürünün saflığı iki saat sonra istenilen değerin 0.010 uzağına, taban ürünün saflığı ise iki saat sonra istenilen değerin 0.002 uzağına oturmaktadır.



Şekil 4.27: F_{B0} Beslemesinde %5 A Bileşeni Safsızlığı Olması Durumunda $CS2T^{II}$ ve $CS3T^{II}$ Kontrol Yapılarının Dinamik Davranımları (α_{390}=1.50).

5. VARGILAR

Bu çalışmada, iki reaktan ve iki ürün içeren ideal bir sistemin üç farklı relatif uçuculuk durumu için iki farklı raf seçim yöntemiyle seçilen iki farklı sıcaklık kontrol yapısı çalışılmıştır. Öncelikle bu raf seçim yöntemlerinden biri olan SVD yöntemiyle, manipüle edilen değişkenlere en hassas raflar seçilmiştir. Daha sonra SVD yöntemiyle ve Kookos'un önermiş olduğu metodolojiye dayanarak seçilen rafların kontrolü ile sağlanan sıcaklık döngülerine ATV testi uygulanmıştır. Bu ATV testi sonucunda kontrol edicilerin parametreleri bulunmuştur. Daha sonra parametreleri bulunan kontrol yapılarına üretim hızlarında +%20 ve -%20 değişiklik, F_{A0} beslemesinde molce %5 B içermesi ve F_{B0} beslemesinde molce %5 A içermesi durumları için on saat boyunca sistemin dinamik davranımları gözlenmiş ve 10 saat sonunda Çizelge 5.2 ve 5.3 de gösterilen kararlı hal değerleri elde edilmiştir.

Çizelge 5.2: Üretim Hızlarında +%20 ve -%20 Değişiklik

Relatif Uçuculuk	**Kontrol Yapısı**	$\mathbf{F_{AO}}$	$\mathbf{F_{BO}}$	$\mathbf{V_S}$	**R**	**D**	**20%**		**-20%**	
							$\mathbf{\lvert x_{DC}\rvert}$	$\mathbf{\lvert x_{BD}\rvert}$	$\mathbf{\lvert x_{DC}\rvert}$	$\mathbf{\lvert x_{BD}\rvert}$
2.00	$CS2T^{I}$	T_4	-	T_{10}	-	-	0.0052	0.0021	0.0051	0.0022
	$CS2T^{II}$	T_6	-	T_1	-	-	0.0071	0.0004	0.0074	0.0003
	$CS3T^{I}$	T_3	-	T_9	T_{14}	-	0.0069	0.0017	0.0054	0.0007
	$CS3T^{II}$	T_6	-	T_1	-	T_{17}	0.0018	0.0007	0.002	0.0006
1.75	$CS2T^{I}$	T_5	-	T_{13}	-	-	0.0075	0.0022	0.0073	0.0026
	$CS2T^{II}$	T_8	-	T_1	-	-	0.009	0.0008	0.0095	0.0007
	$CS3T^{I}$	T_5	-	T_{12}	T_{18}	-	0.0064	0.0004	0.0057	0.0009
	$CS3T^{II}$	T_8	-	T_1	-	T_{22}	0.0024	0.0008	0.0026	0.0008
1.5	$CS2T^{I}$	T_6	-	T_{17}	-	-	0.0105	0.0033	0.0101	0.0038
	$CS2T^{II}$	T_{10}	-	T_1	-	-	0.0123	0.0013	0.0129	0.0012
	$CS3T^{I}$	T_6	-	T_{17}	T_{25}	-	0.0076	0.0006	0.0063	0.0017
	$CS3T^{II}$	T_{10}	-	T_1	-	T_{28}	0.0034	0.0015	0.0036	0.0014

Çizelge 5.3: F_{A0} beslemesinin Molce %5 B içermesi ve F_{B0} Beslemesinin Molce %5 A içermesi

Relatif Uçuculuk	Kontrol Yapısı	F_{AO}	F_{BO}	V_S	R	D	%5 B-F_{A0}		%5 A-F_{B0}	
							$\|x_{DC}\|$	$\|x_{BD}\|$	$\|x_{DC}\|$	$\|x_{BD}\|$
2.00	$CS2T^{I}$	T_4	-	T_{10}	-	-	0.0154	0.003	0.0329	0.0202
	$CS2T^{II}$	T_6	-	T_1	-	-	0.008	0.0011	0.0034	0.0002
	$CS3T^{I}$	T_3	-	T_9	T_{14}	-	0.0054	0.0075	0.0097	0.0003
	$CS3T^{II}$	T_6	-	T_1	-	T_{17}	0.0049	0.0013	0.0042	0.0013
1.75	$CS2T^{I}$	T_5	-	T_{13}	-	-	0.0021	0.0054	0.0109	0.0129
	$CS2T^{II}$	T_8	-	T_1	-	-	0.0091	0.0008	0.0071	0.0013
	$CS3T^{I}$	T_5	-	T_{12}	T_{18}	-	0.0044	0.0114	0.0092	0.002
	$CS3T^{II}$	T_8	-	T_1	-	T_{22}	0.0067	0.0008	0.0053	0.0022
1.5	$CS2T^{I}$	T_6	-	T_{17}	-	-	0.0003	0.0089	0.011	0.012
	$CS2T^{II}$	T_{10}	-	T_1	-	-	0.0131	0.001	0.0076	0.0011
	$CS3T^{I}$	T_6	-	T_{17}	T_{25}	-	0.0023	0.0136	0.0089	0.0005
	$CS3T^{II}$	T_{10}	-	T_1	-	T_{28}	0.0094	0.0011	0.0063	0.0022

Çizelge 4.2. de görüldüğü üzere üretim hızındaki %20 ve -%20 değişimlerde $CS2T^{I}$ kontrol yapısından $CS3T^{II}$ doğru gidildikçe baş ve taban ürünlerinin yatışkın hal saflık değerlerinin istenilen saflık değerlerine yaklaştığı görülmüştür. Özellikle düşük relatif uçuculuklarda $CS3T^{II}$ kontrol yapısına doğru gidildikçe, kararlı halden farkının daha hızlı kapandığı görülmüştür.

Çizelge 4.3. de görülmekte olan F_{B0} beslemesinde molce %5 A içermesi durumu için de $CS2T^{I}$ kontrol yapısından $CS3T^{II}$ doğru gidildikçe baş ve taban ürünlerinin saflıklarının yatışkın hal değerlerine yaklaştığı görülmüştür. Ancak F_{A0} beslemesinde molce %5 B içermesi durumu için aynı azalma görülmemiştir.

Çizelge 4.2. ve 4.3 deki yatışkın hal değerlerinden yola çıkarak, $CS3T^{II}$ kontrol yapısının üretim hızlarındaki %20 ve -%20 değişimlere ve F_{B0} beslemesinde molce %5 A içermesi durumuna karşı en iyi sıcaklık kontrol yapısı olduğu sonucuna varılmıştır.

KAYNAKLAR

[1] Backhaus, A. A. (1921). Continuous Processes for The Manufacture of Esters, *US patent 1400849*.

[2] Backhaus, A. A. (1922). Apparatus for producing high grade esters, *US patent 1403224*.

[3] Backhaus, A. A. (1923). Process for producing high grade esters, *US patent 1454462*.

[4] Backhaus, A. A. (1923). Process for esterification, *US patent 1454463*.

[5] Keyes, D. B. (1932). Esterification Processes and Equipment. *Industrial and Engineering Chemistry*, 24, 1096-1103.

[6] Leyes, C. E. ve Othmer, D. F. (1945). Continuous Esterification of Butanol and Acetic acid, Kinetic and Distillation Considerations. *Transactions of the American Institute of Chemical Engineers*, 41, 157-196, 481.

[7] Leyes, C. E. ve Othmer, D. F. (1945). Esterification of Butanol and Acetic Acid. *Industrial and Engineering Chemistry*, 37, 968-977.

[8] Schniep, L. E., Dunning, J. W. ve Lathrop, E. C. (1945). Continuous Process for Acetylation of 2,3-Butylene glycol. *Industrial and Engineering Chemistry*, 37, 872-877.

[9] Berman, S., Melnychuk, A. ve Othmer, D. F. (1948). Dibutylphthalate. Reaction Rate of Catalytic Esterification. *Industrial and Engineering Chemistry*, 40, 1312-1319.

[10] Berman, S., Isbenjian, H., Sedoff, A. ve Othmer, D. F. (1948). Esterification. Continuous Production of Dibutyl Phthalate in a Distillation Column. *Industrial and Engineering Chemistry*, 40, 2139-2148.

[11] Spes, H. (1966). Katalytische Reaktionen in Ionenaustaucherkolonnen unter Verschiebung des chemische Geleichgewichts. *Chemiker Atg/Chemische Apparatur*, 90, 443-446.

[12] Siirola, J. J. (1995). An Industrial Perspective on Process Synthesis. *A.I.Ch.E. Symposium Series*, 91, 222-233.

[13] Taylor, R. ve Krishna, R. (2000). Modeling of Reactive Distillation. *Chemical Engineering Science*, 55, 5183-5229.

[14] Roat, S., Downs, J. J., Vogel, E. F. and Doss, J. E. (1986). Integration of Rigorous Dynamic Modeling and Control System Synthesis for Distillation Columns. *Chem. Pro. Control*, 99-138.

[15] Bock, H., Wozny, G. ve Gutsche, B. (1997). Design and Control of a Reaction Distillation Column Including The Recovery System. *Chemical Engineering and Processing*, 36, 101-109.

[16] Al-Arfaj, M. A. ve Luyben, W. L. (2000). Comparison of Alternative Control Structures for an Ideal Two-Product Reactive Distillation Column. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 39, 3298-3307.

[17] Al-Arfaj, M. A. ve Luyben, W. L. (2002). Control Study of Ethyl Tert-Butyl Ether Reactive Distillation. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 41, 3784-3796.

[18] Al-Arfaj, M. A ve Luyben, W. L. (2002). Comparative Control Study of Ideal and Methyl Acetate Reactive Distillation Column. *Chemical Engineering Science*, 57, 5039-5050.

[19] Huang, S., Kuo, C., Hung, S., Chen, Y. ve Yu C. (2004). Temperature Control of Heterogeneous Reactive Distillation. *American Institute of Chemical Engineers*, 50, 2203-2216.

[20] Kaymak, D.B. ve Luyben, W.L. (2005). Comparison of Two Types of Two-Temperature Control Structures for Reactive Distillation Columns. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 44, 4625-4640.

[21] Kaymak, D.B. ve Luyben, W.L. (2005). Evaluation of a Two-Temperature Control Structure for a Two-Reactant/Two Product Type of Reactive Distillation Column. *Chemical Engineering Science*, 61, 4432-4450.

[22] Zeng, K.L, Kuo, C.L. ve Chien, I.L. (2006). Design and Control of a Butyl Acrylate Reactive Distillation Column System. *Chemical Engineering Science*, 61, 4417-4431.

[23] Kumar, M.V.P. ve Kaistha, N. (2008). Steady-State Multiplicity and Its Implications on the Control of an Ideal Reactive Distillation Column. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 47, 2778-2787.

[24] Kumar, M.V.P. ve Kaistha, N. (2009). Evaluation of Ratio Control Schemes in a Two-Temperature Control Structure for a Methl Acetate Reactive Distillation Column. *Chemical Engineering Research & Design*, 87, 216-225.

[25] Kim, B., Hwang, H., Woo, D. ve Han, M. (2010). Design and Control of a Reactive Distillation Column Based on a Nonlinear Wave Propagation Theory: Production of Terephthalic Acid. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 49, 4297–4307.

[26] Kumar, M.V.P. ve Kaistha, N. (2008). Decentralized Control of a Kinetically Controlled Ideal Reactive Distillation Column. *Chemical Engineering Science*, 63, 228 – 243.

[27] Kookos, I. (2011). Control Structure Selection of an Ideal Reactive Distillation Column. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 50, 11193–11200.

[28] Kaymak, D.B., Yilmaz, D. ve Gürer, A. (2011). Effect of Relative Volatilities on Inferential Temperature Control of Reactive Distillation Columns. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 50, 8138–8152.

[29] Moore, C.F. (1992). Selection of Controlled and Manipulated Variables. *Practical Distillation Control*, New York, USA.

[30] Kookos, I. (2005). Real-time Regulatory Control Structure Selection Based On Economics. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 2005, 44, 3993–4000.

[31] Tyreus, B. D. ve Luyben, W. L. (1992). Tuning PI Controllers for Integrator-Deadtime Processes. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 31,2625.

EKLER

EK A: Matlab Kodları

EK A

```
% Multicomponent Distillation Column Dynamics (Dynamic)

clc
clear all
close all

global NT NC AVP BVP x y PS PT T SUMY FSLOPE af ab Ef Eb Rc M v
Rate kf kb E xb TB

fid1=fopen('RCOL.out','w');

% time
t = 0.0;
del = 1.00;
tf = 18*3600;
nout = 60;

% Load Initial Conditions
load RC-ICm

% The following data need to be changed for a new column
NS = 5;                                  % number of stripping
stages [---]
NRX = 7;                                % number of reactive stages
[---]
NR = 5;                                  % number of rectifying
stages [---]
NF = [NS+1 NS+NRX];                      % location of feed stage
[---]
NT = NS+NRX+NR;                          % number of stages  [---]
NC = 4;                                  % number of components [--
-]
PT = 8.5;                                % total pressure [bar]

% Inputs & disturbances
F = Fss;                                 % feed rate [mol/s]
zF = [1.00 0.00 0.00 0.00;...
      0.003 0.997 0.00 0.00];              % feed composition [---]
qF = 1.0;                                % feed liquid fraction [--
-]

% Physical Properties
Ef = 30000;                              % activation energy
forward [cal/mol]
Eb = 40000;                              % activation energy
backward [cal/mol]
Rc = 1.987;                              % ideal gas constant
[cal/molK]
Keq = 2.00;                              % equilibrium constant [--
-]
kf0 = 0.008;                             % rate coefficient /
forward (for 366 K) [s^(-1)]
kr0 = kf0/Keq;                           % rate coefficient /
backward (for 366 K) [s^(-1)]
af = kf0*exp(Ef/(Rc*366));               % preexponential factor
forward [1/s]
ab = kr0*exp(Eb/(Rc*366));               % preexponential factor
```

```
backward [1/s]
Lambda = 10000;                          % heat of reaction
[cal/mol]
Heatvap = 6944;                          % heat of vaporization
[cal/mol]
v = [-1 -1 1 1];                         % stoc. coeff.
AVP = [12.34 11.65 13.04 10.96];         % vapor pressure constants
[---]
BVP = [3862 3862 3862 3862];             % vapor pressure constants
[---]

% Initial conditions
R = Rss;                                         % reflux [mol/s]
VS = VSss;                                       % boilup [mol/s]
D = Dss;                                         % distillate
[mol/s]
B = Bss;                                         % bottoms [mol/s]

xb = xbss;
x = xss;
xd = xdss;

TB = TBss;
T= Tss;
TD = TDss;

L = Lss;
V = Vss;

Mss = zeros(1,NT);
for j = 1:NF(1)-1
    Mss(j) = 400;                                  % initial
stripping stage holdup [mol]
end
for j = NF(1):NF(2)
    Mss(j) = 1000;                                   % initial
stripping stage holdup [mol]
end
for j = NF(2)+1:NT
    Mss(j) = 400;                                      % initial
stripping stage holdup [mol]
end

MB = MBss;
for j = 1:NT
    M(j) = Mss(j);                                 % initial
stripping stage holdup [mol]
end
MD = MDss;

taul = zeros(1,NT);
for j = 1:NF(1)-1
    taul(j) = taulV(1);                   % time constant for
stripping trays [s]
end
for j = NF(1):NF(2)
    taul(j) = taulV(2);                   % time constant for
rectifying trays [s]
end
for j = NF(2)+1:NT(1)
```

```
    taul(j) = taulV(3);                    % time constant for
rectifying trays [s]
end

xbmb = zeros(1,NC);
xdmd = zeros(1,NC);
xm = zeros(NC,NT);
for j = 1:NC
    xbmb(j) = xb(j)*MBss;
    xdmd(j) = xd(j)*MDss;
    for i = 1:NT
        xm(j,i) = x(j,i)*M(i);
    end
end

dm = zeros(1,NT);
dxm = zeros(NC,NT);
dxbmb = zeros(1,NC);
dxdmd = zeros(1,NC);

% Begin Integration Loop

while t <= tf     % EM > 0.000001


fprintf(fid1,'%6.3f%12.6f%12.4f%12.6f%12.4f%12.4f%12.4f%12.4f%12.4
f%12.4f%12.4f\n',t/3600,xb(4),T(6),xd(3),T(15),R,VS,F(1),F(2),D,B)
;

        % Calculation of liquid rates

        for i = 1:NT
            L(i) = Lss(i) + (M(i)-Mss(i))/taul(i);
        end

        % Compute VLE

        SUMY(1:NT) = 0.0;
        FSLOPE(1:NT) = 0.0;
        [yb,PSb,TB] = BUBPTbd(TB,xb);
        for J = 1:NT
            [y,PS,T,FSLOPE,E] = BUBPT(J);
        end
        [yd,PSd,TD] = BUBPTbd(TD,xd);

        % Compute the reaction rates

        for j = NF(1):NF(2)
            [Rate,kf,kb] = REACTcR(j);
        end

        % Compute vapor rates

        for i = 1:NF(1)-1
            V(i) = VS;
        end
        for i = NF(1):NF(2)
            V(i) = V(i-1) + Rate(i)*Lambda/Heatvap;
        end
```

```
        for i = NF(2)+1:NT
            V(i) = V(NF(2));
        end

        % Time derivatives

        dmb = L(1)-B-VS;
        dmd = V(NT)-R-D;
        dm(1) = L(2) - L(1);
        for i =1:NC
            dxm(i,1) = L(2)*x(i,2)+VS*yb(i)-L(1)*x(i,1)-
V(1)*y(i,1);
            dxbmb(i) = L(1)*x(i,1)-B*xb(i)-VS*yb(i);
            dxdmd(i) = V(NT)*y(i,NT)-(R+D)*xd(i);
            % stripping trays
            for j = 2:NF(1)-1
                dm(j) = L(j+1)-L(j);
                dxm(i,j) = L(j+1)*x(i,j+1)+V(j-1)*y(i,j-1)-
L(j)*x(i,j)-V(j)*y(i,j);
            end
            % lower feed tray
            dm(NF(1)) = L(NF(1)+1)+V(NF(1)-1)-L(NF(1))-
V(NF(1))+F(1);
            dxm(i,NF(1)) = L(NF(1)+1)*x(i,NF(1)+1)+V(NF(1)-
1)*y(i,NF(1)-1)-L(NF(1))*x(i,NF(1))...
                -
V(NF(1))*y(i,NF(1))+F(1)*zF(1,i)+v(i)*Rate(NF(1));
            % reaction trays
            for j = NF(1)+1:NF(2)-1
                dm(j) = L(j+1)+V(j-1)-L(j)-V(j);
                dxm(i,j) = L(j+1)*x(i,j+1)+V(j-1)*y(i,j-1)-
L(j)*x(i,j)-V(j)*y(i,j)+v(i)*Rate(j);
            end
            % upper feed tray
            dm(NF(2)) = L(NF(2)+1)+V(NF(2)-1)-L(NF(2))-
V(NF(2))+F(2);
            dxm(i,NF(2)) = L(NF(2)+1)*x(i,NF(2)+1)+V(NF(2)-
1)*y(i,NF(2)-1)-L(NF(2))*x(i,NF(2))...
                -
V(NF(2))*y(i,NF(2))+F(2)*zF(2,i)+v(i)*Rate(NF(2));
            % rectifying trays
            for j = NF(2)+1:NT-1
                dm(j) = L(j+1)+V(j-1)-L(j)-V(j);
                dxm(i,j) = L(j+1)*x(i,j+1)+V(j-1)*y(i,j-1)-
L(j)*x(i,j)-V(j)*y(i,j);
            end
            % top tray
            dm(NT) = R-L(NT);
            dxm(i,NT) = R*xd(i)+V(NT-1)*y(i,NT-1)-L(NT)*x(i,NT)-
V(NT)*y(i,NT);
        end

        % Integration

        t = t + del;
        MB = MB + dmb * del;
        MD = MD + dmd * del;
        if MB < 0.00
            error('MB is smaller then 0.00')
        end
        if MD < 0.00
```

```
            error('MD is smaller then 0.00')
        end
        for j = 1:NT
            M(j) = M(j) + dm(j) * del;
        end
        for i =1:NC
            xbmb(i) = xbmb(i) + dxbmb(i) * del;
            xb(i) = xbmb(i) / MB;
            if xb(i) > 1.00001
                error('xb is bigger then 1.00')
            elseif xb(i) < -0.00001
                error('xb is smaller then 0.00')
            else
                xb(i) = xb(i);
            end
            xdmd(i) = xdmd(i) + dxdmd(i) * del;
            xd(i) = xdmd(i) / MD;
            if xd(i) > 1.00001
                error('xd is bigger then 1.00')
            elseif xd(i) < -0.00001
                error('xd is smaller then 0.00')
            else
                xd(i) = xd(i);
            end
            for j = 1:NT
                xm(i,j) = xm(i,j) + dxm(i,j) * del;
                x(i,j) = xm(i,j) / M(j);
                if x(i,j) > 1.00001
                    error('x is bigger then 1.00')
                elseif x(i,j) < -0.00001
                    error('x is smaller then 0.00')
                else
                    x(i,j) = x(i,j);
                end
            end
        end
end
A=T'
fclose(fid1)

load RCOL.out
subplot(3,2,1)
plot(RCOL(:,1),RCOL(:,2),'LineWidth',2)
% axis([0 5 0.945 0.955])
% ylabel('x_B_,_D')
grid
subplot(3,2,2)
plot(RCOL(:,1),RCOL(:,5),'LineWidth',2)
% axis([0 5 363.00 363.50])
% ylabel('x_D_,_C')
grid
subplot(3,2,3)
plot(RCOL(:,1),RCOL(:,3),'LineWidth',2)
% axis([0 5 0.945 0.955])
% ylabel('T_4 (K)')
grid
subplot(3,2,4)
plot(RCOL(:,1),RCOL(:,6),'LineWidth',2)
% axis([0 5 408.25 408.75])
% ylabel('T_1_0 (K)')
grid
```

```
subplot(3,2,5)
plot(RCOL(:,1),RCOL(:,4),'LineWidth',2)
% axis([0 5 0.4435 0.4445])
% ylabel('F_A_0 (mol/s)')
% xlabel('t (h)')
grid
subplot(3,2,6)
plot(RCOL(:,1),RCOL(:,7),'LineWidth',2)
% axis([0 5 12.00 13.00])
% ylabel('F_B_0 (mol/s)')
% xlabel('t (h)')
grid
```

ÖZGEÇMİŞ



Ad Soyad: Barış DEMİREL

Doğum Yeri ve Tarihi: Edirne, 12.06.1987

Adres: Pınar Mah. Çamlıbel Cad. No:9 D:4 Sarıyer/İSTANBUL

E-Posta: demirelba@itu.edu.tr

Lisans: İstanbul Teknik Üniversitesi, Kimya Mühendisliği Bölümü

TEZDEN TÜRETİLEN YAYINLAR/SUNUMLAR

- **Demirel, B**. ve Kaymak, D.B. (2012). Reaktif Distilasyon Kolonlarının İkili ve Üçlü Sıcaklık Kontrollerinin Karşılaştırılması. *10'uncu Ulusal Kimya Mühendisliği Kongresi*, Eylül 3-6, 2012, İstanbul, Türkiye.

- **Demirel, B**. ve Kaymak, D.B. (2012). Effect of Tray Locations on Temperature-Based Control Structures of Reactive Distillation Columns. *2012 AIChe Annual Meeting* , Ekim 28-Kasım 2, 2012, Pittsburgh, A.B.D.