

FAKTOROVÉ PLÁNOVÁNÍ A HODNOCENÍ EXPERIMENTŮ PŘI ÚPRAVĚ VODY

Ing. Klára Štrausová, Ph.D.¹ a doc. Ing. Petr Dolejš, CSc.^{1,2}

¹ W&ET Team, Box 27, 370 11 České Budějovice
a ² FCh VUT, Brno

e-mail: klara.strausova@wet-team.cz, petr.dolejs@wet-team.cz

ÚVOD

Plánování pokusů je významný nástroj určený k dosažení lepšího poznání procesů, zlepšení kvality produktů či ke snížení nákladů. Úprava pitné vody je velmi komplexní soubor procesů, které mají mnoho proměnných faktorů s různě významnými vlivy na výsledek. Právě identifikace a pochopení vazeb mezi jednotlivými základními faktory může umožnit zjistit, kde jsou limity účinnosti či úzká místa různých procesů, nejlepší podmínky provozu, ale také jaký je např. potenciál využití konkrétního procesu. Zcela zásadní je možnost získat „více“ informací z menšího počtu cíleně volených experimentů.

PLÁNOVÁNÍ EXPERIMENTŮ

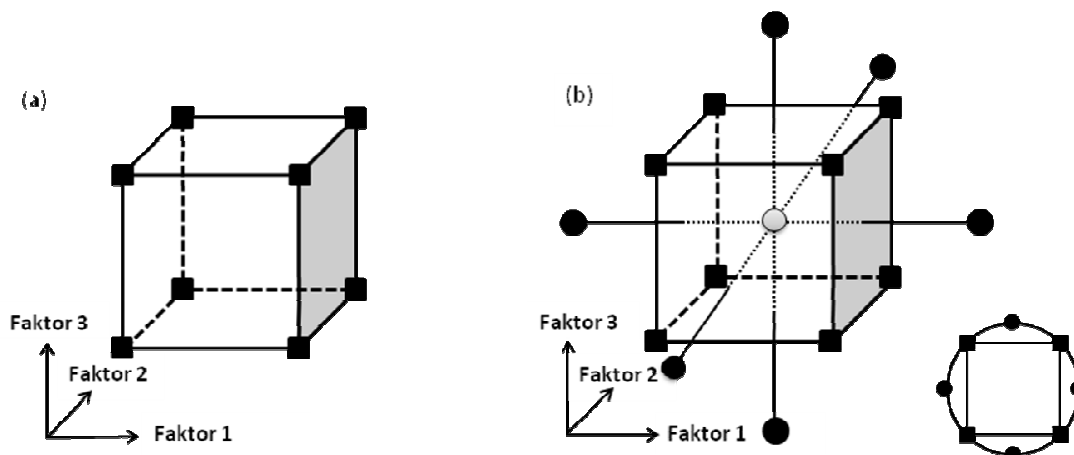
Klasické experimentální postupy používají vždy jen jednu veličinu jako proměnný faktor a ostatní veličiny se při měření nemění. V případě potřeby prozkoumat několik vstupních veličin je tento postup velice zdouhavý a také velmi nákladný. Faktorové plány (FP) minimalizují náklady díky využití ortogonalit, která umožní snížení počtu pokusů na takovou míru, abychom byli schopni popsat daný jev bez nutnosti hledání všech variant řešení. K tomu nám postačí okrajové podmínky. Struktura FP je založena na matici vzájemně kombinovaných vstupních hodnot daného pokusu.

Počet pokusů závisí vždy na množství vstupních proměnných a hodnotách bodů těchto proměnných. Nejčastěji používanými plány pokusů jsou typu N^P , kde N je počet úrovní faktorů a P je počet faktorů. Na obr. 1a je znázorněn úplný faktorový pokus 2^3 (2 úrovně, 3 studované veličiny neboli faktory). Tento jednodušší model se hodí pro zjišťování významnosti faktorů, kdy závislost mezi faktory je lineární [1].

Může se stát, že máme příliš mnoho proměnných a není možné hledat všechny vazby mezi jednotlivými veličinami. V průmyslu jsou proto nejčastěji používanými FP neúplné faktorové plány [2]. Vzorec pro výpočet množství pokusů je $2^{(P-K)}$, kde P je počet faktorů a $1/2^K$ představuje zbytek úplného faktorového plánu 2^P .

Složitější úlohy s nelineárními vztahy vyžadují aproximační rovnice vyšších řádů, které získáme použitím faktorového plánu se třemi (a více) úrovněmi. Tyto plány se nazývají RSM (response surface methodology) a umožňují vykreslení zakřivených ploch. Pro 3 úrovně faktorů je počet pokusů 3^P a s počtem jednotlivých bodů tak vzrůstá i počet provedených pokusů (tabulka 1).

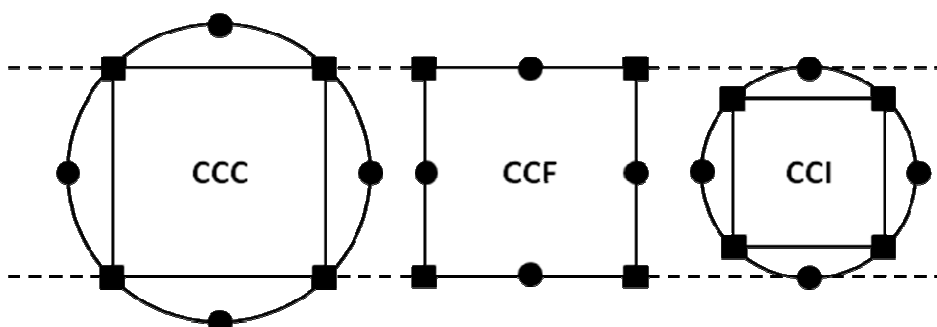
Jednou z variant RSM jsou zkrácené faktorové plány, tzv. centrální složené plány (CCD – central composite design). Vložím dalších bodů do středů stran čtverce (pro 2 faktory) nebo průmětem středu stěny krychle na povrch koule ve vzdálenosti α vznikne rozšířený model s nižším počtem pokusů $2^P + 2P + 1$. Ukázka CCD pro 3 proměnné je na obr. 1b. I tyto plány byly postupně vylepšovány a modifikovány a vznikly tak modely schematicky znázorněné na obr. 2.



Obr. 1. (a) Schéma úplného faktorového plánu pro 3 proměnné
(b) Schéma centrálního složeného plánu pro 3 proměnné

Tabulka 1. Počet pokusů pro úplný faktorový plán a centrální složený plán

Počet faktorů (P)	úplný faktorový plán (N=2)	RSM (N=3)	CCD (N=3)
2	$2^2 = 4$	$3^2 = 9$	$2^2 + 2 \times 2 + 1 = 9$
3	$2^3 = 8$	$3^3 = 27$	$2^3 + 2 \times 3 + 1 = 15$
4	$2^4 = 16$	$3^4 = 81$	$2^4 + 2 \times 4 + 1 = 25$



Obr. 2. Schéma modifikací CCD pro 2 proměnné (CCC – opsaný, CCF – plošně středový, CCI – vepsaný)

VYUŽITÍ FAKTOROVÝCH POKUSŮ V POLOPROVOZNÍCH EXPERIMENTECH

V České republice se objevila první zmínka o možnostech využití plánování pokusů v oboru pitné vody již v roce 1980 [3] a o několik let později také v publikacích [4-6].

Výsledky z našich měření, kdy jsme sledovali vliv intenzity míchání na zbytkovou koncentraci hliníku, jsme již prezentovali v letošním roce v publikaci [7]. Ze zahraničí jsme pro ilustraci vybrali publikace z oblasti desinfekce [8,9] a koagulace a ultrafiltrace [10].

Studium vlivu míchání a doby zdržení na separaci hliníku

V loňském roce jsme prováděli řadu měření pro získání údajů o vlivu míchání na separaci hliníku. V dvoufaktorovém CCD jsme se zaměřili na zjištění, jak mohou být ovlivněny výsledky v závislosti na intenzitě míchání a době zdržení v jednotlivých reaktorech. Intenzita míchání byla nastavena vždy u všech 4 míchadel na stejnou hodnotu (frekvencí měničů 25 – 55 Hz). Vzorky byly odebírány po agregaci 5, 10, 15, 20 minut.

Cílem měření bylo zjistit, jak se liší velikostní distribuce agregátů (resp. jejich sedimentační rychlost), které jsou produkované agregačními reaktory. K tomuto cíli byla využita centrifugace vzorků odebíraných z různých míst v modelovém zařízení. Centrifugace byla prováděna při hodnotách součinu $g \cdot t = 208\,000 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, $408\,000 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ a $675\,000 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$. Jako zbytkové hodnoty po separaci suspenze jsme měřili absorbanci při 254 nm, barvu a hliník. Výsledky FP byly zpracovány v programu DOE PRO XL 2007.

Měření bylo prováděno ve dvou opakováních. Součástí FP bylo i statistické vyhodnocení pokusu. Počítán byl koeficient determinace R^2 , standardní chyba měření, p hodnota a F hodnota.

Experiment byl prováděn při dávce síranu hlinitého 17 mg/l, tj. Al = 1,38 mg/l, při následující kvalitě surové vody:

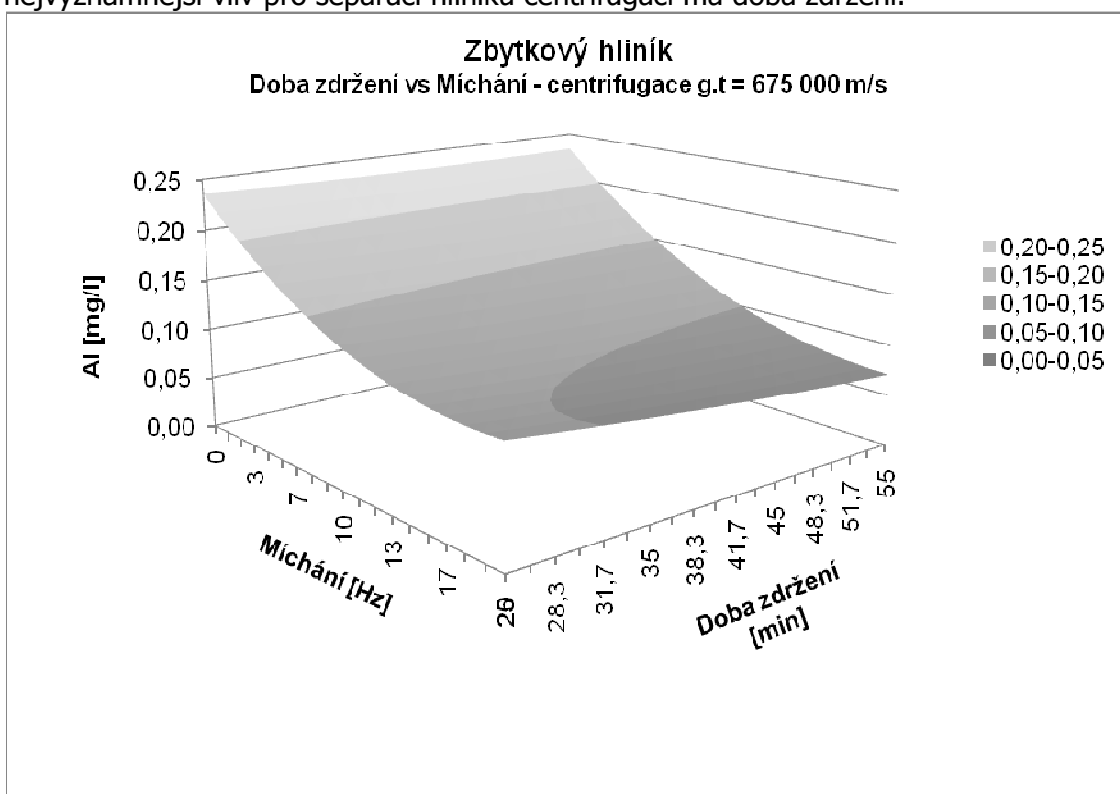
CHSK(Mn)	= 2,46 mg/l	pH	= 7,25
A254 nm	= 0,089 (1 cm)	T	= 8,3 °C
Zákal	= 0,56 NTU		

Hodnocení vlivu délky doby zdržení a intenzity míchání jsme sledovali centrifugací. Centrifugace s její vysokou separační účinností v tomto hodnocení představuje víceméně možné chování filtrace a její výhodou je, že se jedná o reprodukovatelně proveditelný separační postup, který není ovlivněn tím, čím je ovlivněna separace vrstvou zrnitého materiálu, tj. různými fázemi filtračního cyklu.

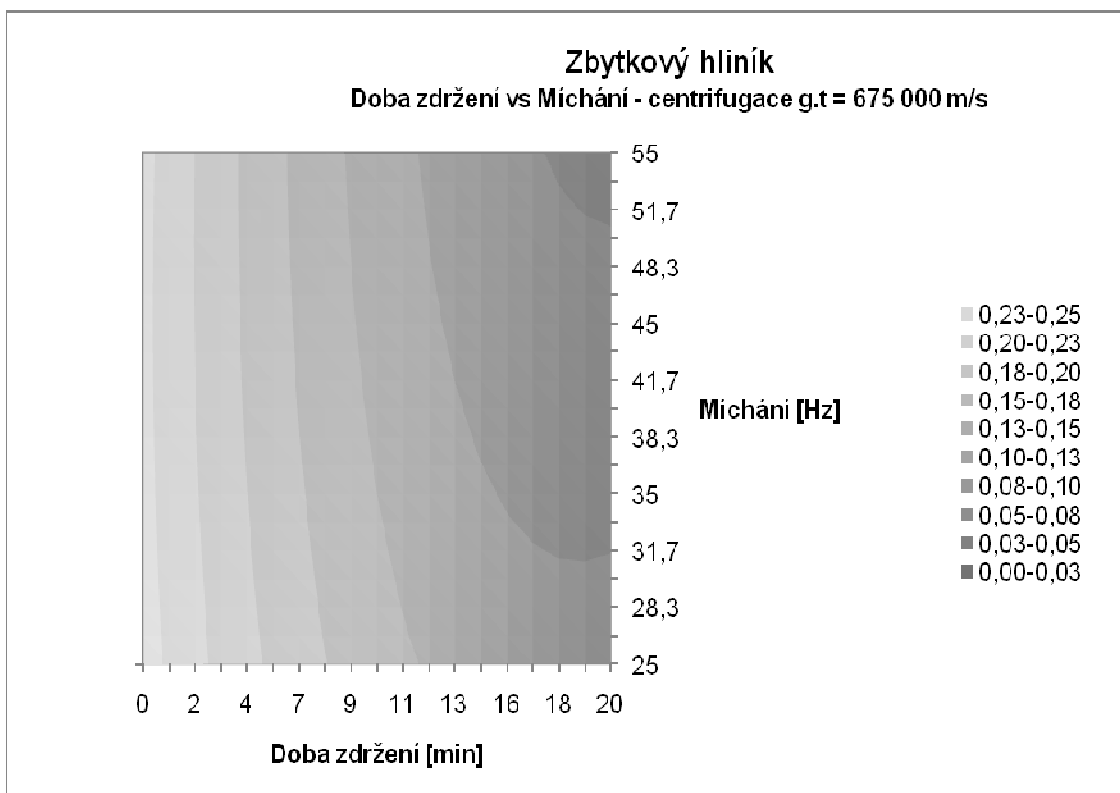
Výstupy z programu pro navrhování a vyhodnocování FP jsou na obr. 2 až 5. Obrázek 4 ilustruje typický průběh vlivu doby zdržení a intenzity míchání. Při krátké době zdržení je vysoký podíl neagregovaného hliníku a ten nezávisí na intenzitě míchání. Jak se doba zdržení v agregačních reaktorech prodlužuje, postupně se může vliv míchání uplatnit. I tak je to ale vliv relativně malý, protože až do doby zdržení kolem 10 minut má hlavní vliv na zbytkovou koncentraci neagregovaného hliníku stále doba zdržení a ne intenzita míchání. Ta se výrazněji projevuje až po zhruba 10 minutách agregace.

Vyhodnocením statistických veličin jsme si potvrdili výsledky FP a vhodnost modelu. Hodnoty statistických veličin byly pro R^2 0,994 a standardní chybu měření 0,0059. Obě tyto hodnoty potvrzují shodu měřených hodnot při opakování a výpočet průběhu zbytkové koncentrace hliníku.

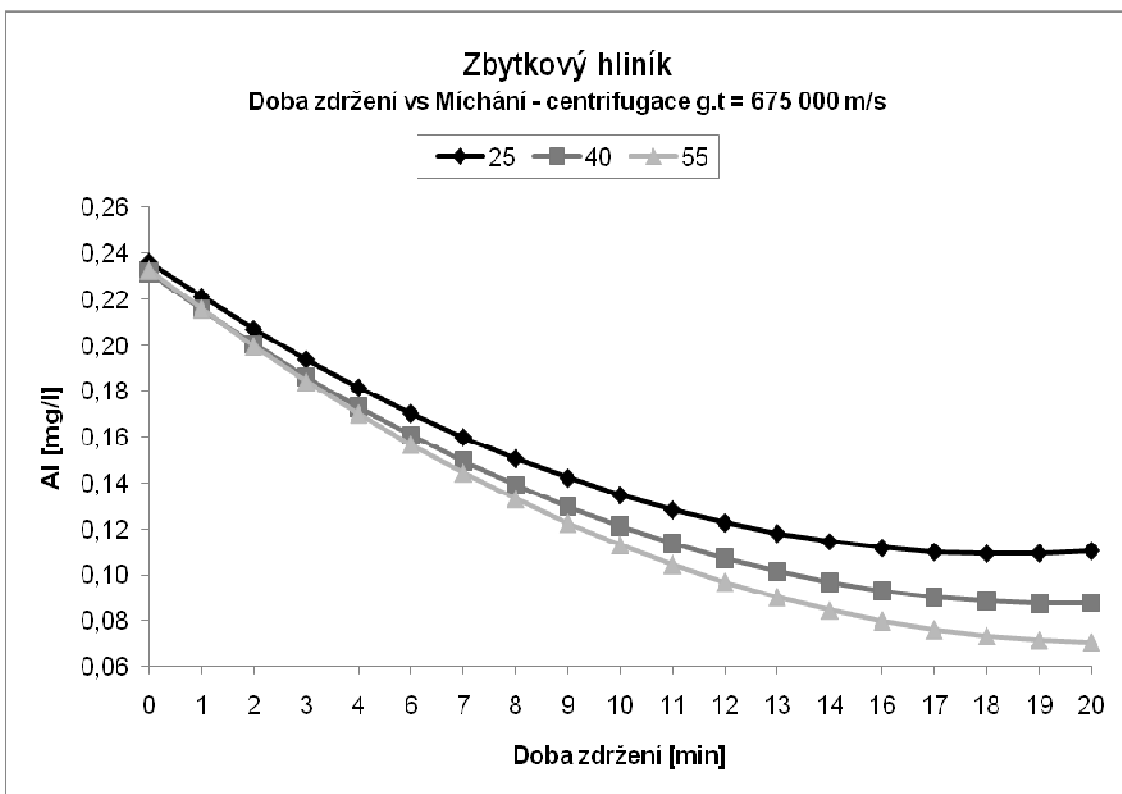
Pro ilustraci jsme vložili ještě také Paretův diagram (obr. 5), který slouží k vyhodnocení významnosti jednotlivých veličin a jejich kombinací. Z obrázku je patrné, že nejvýznamnější vliv pro separaci hliníku centrifugací má doba zdržení.



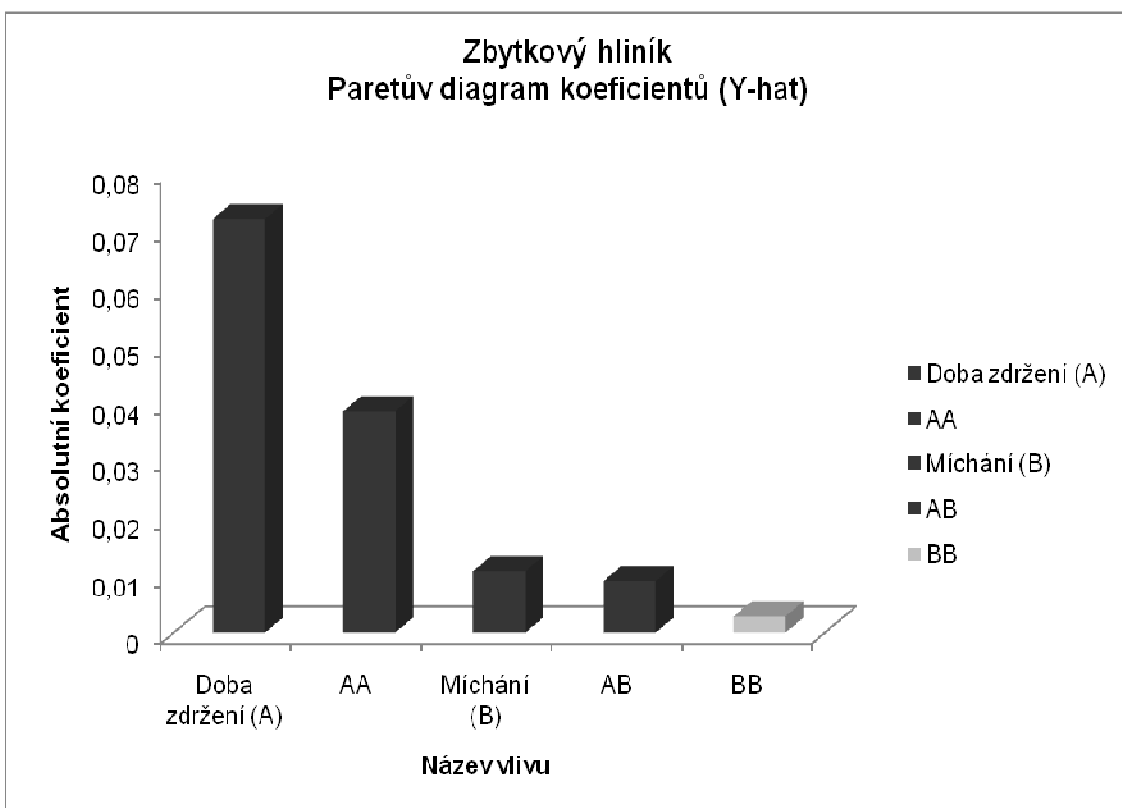
Obr. 2. Zbytkový hliník v závislosti na otáčkách míchadel a době zdržení



Obr. 3. Zbytkový hliník v závislosti na otáčkách míchadel a době zdržení



Obr. 4. Zbytkový hliník v závislosti na otáčkách míchadel a době zdržení



Obr. 5. Paretův diagram významnosti jednotlivých faktorů

ZÁVĚRY

Plánování experimentů podle faktorových plánů potvrdilo, že se jedná o významný nástroj zefektivnění a zkvalitnění experimentální práce. Možnost získání stejné informace z faktorového plánu, který obsahuje 25 pokusů namísto potřeby změřit 81 pokusů představuje zcela jasný argument.

Z uvedených výsledků je patrné, že plánování experimentů nemusí být jen teoretickou disciplínou z oblasti moderní matematiky. Má významný potenciál, kterého je možné využít jak v předprojektové přípravě, tak v běžném provozu úpravny, kdy může uspořit mnoho času a experimentální práce například při hledání vazeb mezi kvalitou upravené vody a dávkami či druhy dávkovaných chemikálií, při optimalizaci provozu přípravy suspenze nebo nastavení vhodného režimu provozu filtrů atd.

Poděkování

Děkujeme kolegovi Ing. Pavlovi Dobiášovi za technickou asistenci a provozovatelům úpraven vody, na kterých jsme měření prováděli.

Literatura

- [1] Florián Č.: Použití plánovaných experimentů v chemickém výzkumu barviv a pigmentů. CHEMagazín Ročník XIII, č.3, s. 14-16, 2003.
- [2] Antony J.: Design of experiments for engineers and scientists. Elevation Ltd. 2008.
- [3] Dolejš P.: Interakce teploty a technologických parametrů při úpravě huminových vod. Kandidátská disertační práce, FTPV VŠCHT 1980.
- [4] Dolejš P.: Effects of Temperature, Coagulant Dosage and Rapid Mixing on Particle-Size Distribution. Environment Protection Engineering, 9, s.55-66 (1983).
- [5] Dolejš P.: Interaction of Temperature, Alkalinity and Alum Dose in Coagulation of Humic Water. In: Chemistry for Protection of the Environment, L.Pawlowski, A.Verrier, W.J.Lacy (eds.), s.169-178. Elsevier, Amsterdam, 1984.
- [6] Dolejš P.: Vliv teploty na koagulaci při úpravě huminových vod. Sborník konference Pitná voda z údolních nádrží 1995, s. 68-75. W&ET Team, Č. Budějovice 1995.
- [7] Štrausová K., Dolejš P.: Využití faktorového plánu experimentů při poloprovozním měření a v předprojektové přípravě. Sborník XIV. mezinárodní konference Voda Zlín 2010, s. 73-78. Moravská vodárenská a.s., Zlín 2010.
- [8] Gómez-Couso H., Fontán-Sainz M., McGuigan K. G., Ares-Mazás E.: Effect of the radiation intensity, water turbidity and exposure time on the survival of *Cryptosporidium* during simulated solar disinfection of drinking water. Acta Tropica 112, s. 43-48, Elsevier Science 2009.
- [9] Korn C., Andrews R.C., Escobar M.D.: Development of chlorine dioxide-related by-product models for drinking water treatment. Water Research 36, s. 330-342, Elsevier Science Ltd. 2002.
- [10] Zularisam A.W., Ismail A.F., Salim M.R., Sakinah M., Matsuura T.: Application of coagulation-ultrafiltration hybrid process for drinking water treatment: Optimization of operating conditions using experimental design. Journal of Hazardous Materials B137, s 1357–1361, Elsevier Science Ltd. 2006.