

# Modeliranje i simulacija šaržnog procesa

---

**Perković, Roko**

**Master's thesis / Diplomski rad**

**2018**

*Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj:* **University of Zagreb, Faculty of Chemical Engineering and Technology / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije**

*Permanent link / Trajna poveznica:* <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:149:055025>

*Rights / Prava:* [In copyright](#) / [Zaštićeno autorskim pravom.](#)

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-05-21**



*Repository / Repozitorij:*

[Repository of Faculty of Chemical Engineering and Technology University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET KEMIJSKOG INŽENJERSTVA I TEHNOLOGIJE  
SVEUČILIŠNI DIPLOMSKI STUDIJ

Roko Perković

MODELIRANJE I SIMULACIJA ŠARŽNOG PROCESA  
MODELLING AND SIMULATION OF BATCH PROCESS

DIPLOMSKI RAD

**Voditelj rada:**

prof. dr. sc. Nenad Bolf

**Članovi ispitnog povjerenstva:**

prof. dr. sc. Nenad Bolf  
izv. prof. dr. sc. Vanja Kosar  
dr.sc. Željka Ujević Andrijić

*Zagreb, rujan 2018.*

*Ovaj diplomski rad izrađen je na Zavodu za mjerenja i automatsko vođenje procesa na Fakultetu kemijskog inženjerstva i tehnologije Sveučilišta u Zagrebu pod vodstvom prof. dr. sc. Nenada Bolfa i uz pomoć dr. sc. Ivana Mohlera.*

*Zahvaljujem se poslijedoktorandu dr. sc. Ivanu Mohleru na pomoći i savjetima prilikom izrade ovog rada. Zahvaljujem se i cijelom osoblju Zavoda za mjerenja i automatsko vođenje procesa. Također, zahvaljujem se kolegama iz farmaceutske tvrtke u Zagrebu na ustupljenim podacima za izradu ovog rada.*

*Hvala mojoj obitelji, prijateljima i kolegama koji su me hrabрили i bili mi podrška tijekom studija.*

## Sažetak

U ovom radu analiziran je šaržni reaktor u proizvodnji farmaceutskog lijeka. Na temelju analize provedeno je matematičko modeliranje i simulacija rada reaktora u svrhu daljnje optimizacije i proučavanja dinamike rada šaržnih reaktora.

U teorijskom dijelu rada opisan je šaržni reaktor s osnovnim značajkama. Definirani su osnovni fenomeni prijenosa topline u šaržnim reaktorima. Nadalje, opisan je pristup modeliranja šaržnih reaktora te je izvedena bilanca topline cjelokupnog reaktora. U konačnici su projektirane i ispitane standardne metode vođenja temperature u šaržnim reaktorima.

U eksperimentalnom dijelu rada analizirane su dimenzije reaktora neophodne za njegovo modeliranje. Izrađen je energetska model reaktora u odabranome programskom paketu. U svrhu jednostavnije simulacije procesa, napravljen je SCADA sustav (eng. *Supervisory Control And Data Acquisition*) te je projektirana i testirana kaskadna regulacija temperature u masi reaktora. U završnom koraku simulacijski je ispitan izrađeni model reaktora, bez i s regulacijom, te su ugođeni kaskadni regulacijski krugovi pomoću kojih se vodi glavna vođena varijabla u reaktoru, a to je temperatura.

Cilj rada je optimizirati rad šaržnog reaktora radi stabilnosti rada procesa, produktivnosti proizvodnje i kvalitetu proizvoda, manjeg utroška reaktanata i smanjenja neželjenih proizvoda te sigurnosti radnika i postrojenja.

*Ključne riječi:* šaržni reaktor, modeliranje procesa, simulacija, automatsko vođenje

## **Abstract**

In this paper, a batch reactor was analyzed in the manufacture of a pharmaceutical drug. Based on the analysis, mathematical modelling and simulation of reactor operation was carried out in order to further optimize and study the nonlinear dynamics of batch reactors.

In the theoretical part of the paper, a batch reactor with basic features is described. Basic heat transfer phenomena were defined in batch reactors. An approach to modeling batch reactors was also described and a reactor model was introduced. Finally, typical temperature control methods are described in batch reactors.

In the experimental part of the work, the dimensions of the reactor adequate for its modelling were analyzed. A reactor model was created in the selected program software. For simpler simulation of the process, *SCADA* was developed and control loops of the existing process were created.

In the final step, the reactor model has been simulated, without and with control loops, and the cascade control have been tuned.

The aim of the paper is to optimize the operation of the batch reactor for the stability of the process, productivity of production and product quality, lower consumption of reactants and reduction of unwanted products and safety of workers and plants.

*Key words:* batch reactor, process modelling, simulation, process control

# Sadržaj

|                                                             |           |
|-------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>1. UVOD .....</b>                                        | <b>1</b>  |
| <b>2. TEORIJSKI DIO.....</b>                                | <b>2</b>  |
| 2.1. Šaržni reaktori .....                                  | 2         |
| 2.2. Fenomeni prijenosa topline .....                       | 4         |
| 2.2.1. Kondukcija .....                                     | 4         |
| 2.2.2. Konvekcija.....                                      | 7         |
| 2.2.3. Radijacija.....                                      | 10        |
| 2.3. Razvoj modela šaržnog reaktora .....                   | 10        |
| 2.3.1. Model šaržnog reaktora .....                         | 12        |
| 2.3.2. Određivanje parametara modela.....                   | 14        |
| 2.3.3. Bezdimenzijske značajke.....                         | 15        |
| 2.3.4. Vrednovanje modela.....                              | 18        |
| 2.4. Automatsko vođenje šaržnih reaktora .....              | 18        |
| 2.4.1. Metode vođenja temperature kod šaržnih reaktora..... | 20        |
| <b>3. METODIKA RADA.....</b>                                | <b>24</b> |
| 3.1. Reaktor R-301 .....                                    | 24        |
| 3.2. Opis procesa .....                                     | 26        |
| <b>4. REZULTATI I RASPRAVA.....</b>                         | <b>28</b> |
| 4.1. Model šaržnog reaktora .....                           | 28        |
| 4.2. Izrada grafičkog sučelja za vođenje procesa .....      | 30        |
| 4.3. Konfiguriranje regulacije šaržnog reaktora .....       | 32        |
| <b>5. ZAKLJUČAK.....</b>                                    | <b>40</b> |
| <b>6. PRILOZI .....</b>                                     | <b>41</b> |
| <b>7. LITERATURA .....</b>                                  | <b>43</b> |
| <b>8. ŽIVOTOPIS.....</b>                                    | <b>44</b> |

## 1. UVOD

Sve veća tržišna konkurencija, stroži sigurnosni i ekološki propisi, promjenjivo stanje na tržištu uvjetuju oštrije specifikacija kvalitete proizvoda. Takav trend utjecao je na prilagodbu proizvodnje. Kako bi se zadovoljili svi zahtjevi i izbjegli problemi prilikom proizvodnje za bolje vođenje procesa nužno je modelirati i simulirati procese.

Vođenje i nadgledanje kemijskih reaktora važno je s obzirom na prirodu šaržnih reaktora. Osnovne karakteristike u radu šaržnih reaktora su vremenska zavisnost veličina stanja i nepoznavanje egzaktnih fizikalnih fenomena zbog kojih je sustave teško opisati analitički. Kao najveći problem pojavljuje se nelinearnost koja dodatno otežava regulaciju tih procesa.

Matematički modeli šaržnih reaktora uglavnom se temelje na bilanci tvari i energije, poznavanju kemijske kinetike i fenomena prijenosa tvari i energije. Također su osnova za simuliranje, analizu osjetljivosti, vođenje i dijagnostiku rada procesa. To su razlozi zašto je razvoj matematičkog modela industrijskog šaržnog procesa od iznimne važnosti.

U ovome radu analizira se rad šaržnog reaktora iz farmaceutske proizvodnje i postavlja fundamentalni matematički model. Model je osnova za simulacije procesa u šaržnom reaktoru i služi za optimizaciju sustava za vođenje procesa.

## 2. TEORIJSKI DIO

### 2.1. Šaržni reaktori

Kotlasti reaktori koji se nazivaju i šaržni reaktori (*eng. batch reactor*) poznati su od davnina. Mnoge civilizacije koristile su razne oblike kotlastih reaktora u proizvodnji piva, sapuna te nekih boja.

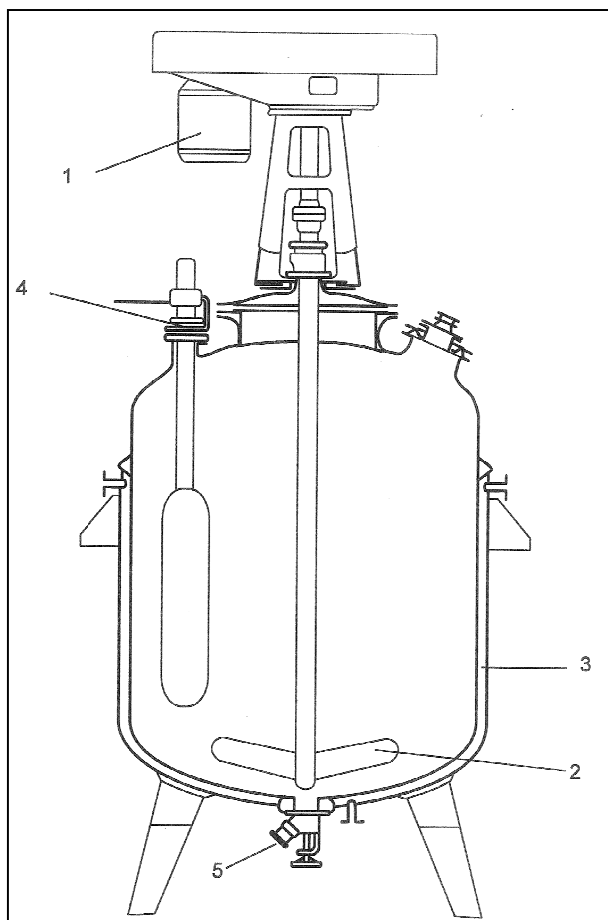
Šaržne reaktore možemo definirati kao reaktore u kojima se kemijske i toplinske promjene zbivaju samo s obzirom na vrijeme dok su unutar reaktorskog prostora te veličine svuda iste<sup>1</sup>.

Šaržni reaktori, po svojim značajkama, pripadaju zatvorenim sustavima s obzirom na izmjenu tvari. Prema tome, za vrijeme kemijske reakcije nema izmjene tvari između reakcijske smjese i okoline. Ovdje treba naglasiti da je izmjena topline s okolinom moguća. U tom slučaju govorimo o izotermnom radu reaktora ( $\Delta T=0$ ;  $Q \neq 0$ ) odnosno adijabatskom radu reaktora ako nema izmjene topline s okolinom ( $\Delta T \neq 0$ ;  $Q=0$ ).

S obzirom na vremensku zavisnost parametara i veličina stanja šaržni reaktori predstavljaju nestacionarne sustave. Prema tome brzina kemijske reakcije, sastav reakcijske smjese kao i količina izmijenjene topline zavisne su o vremenu.

Šaržni reaktori su sustavi s usredotočenim veličinama. Ne postoji prostorna zavisnost parametara i veličina stanja. Dakle, u svim točkama procesnog prostora veličine stanja, kao i parametri reakcijske smjese, jednake su vrijednosti u danome trenutku. Treba uzeti u obzir, kako je već spomenuto, da se te veličine kontinuirano mijenjaju s vremenom, ali ostaju iste u svakoj točki procesnog prostora.

Kotlasti reaktori izvedeni su uglavnom kao valjkaste posude sa zaobljenim dnom uz odgovarajuću procesnu opremu: cjevovodi, ventili, uređaj za miješanje, mjerna osjetila i regulacijski ventili itd. Temperatura se regulira putem unutarnjih rashladnih površina (zavojnice i cijevi), plašta reaktora, vanjskim izmjenjivačem topline ili vanjskim refluksnim kondenzatorom. Uz klasične valjkaste izvedbe danas se u industriji, ovisno o namjeni, mogu pronaći različite varijacije klasičnih kotlastih reaktora. Uglavnom su postavljeni vertikalno te su uklopljeni kao procesna jedinica tehnološkog procesa. Uobičajeni shematski prikaz dan je na slici 2.1.



**Slika 2.1.** *Kotlasti reaktor s osnovnim elementima*

*1-motor, 2-miješalo, 3-plašt, 4-ulaz, 5-izlaz<sup>1</sup>*

Zbog ekonomičnosti, kotlasti reaktori sveprisutni su u kemijskoj i srodnoj industriji. U proizvodnji finih kemikalija, farmaceutske industriji, industriji bojila, prehrambenoj industriji, industriji polimera kao i kod proizvodnje visokovrijednih proizvoda najčešće se koriste šaržni reaktori. Koriste se u proizvodnji manjih količina produkata, uglavnom za reakcije u kapljevitoj fazi ili za reakcije u heterogenom sustavu kapljevina-krutina katalizator pri umjerenim tlakovima i temperaturama. Šaržni reaktori pružaju fleksibilnost, tj. mogućnost prenamjene za proizvodnju drugih proizvoda i brzu prilagodbu promjenama na tržištu. Upravo jednostavnost izvedbe i prilagodljivost promijenjenim uvjetima i zahtjevima čine kotlaste reaktore nezamjenjivim procesnim jedinicama u mnogim kemijskim industrijama<sup>1</sup>.

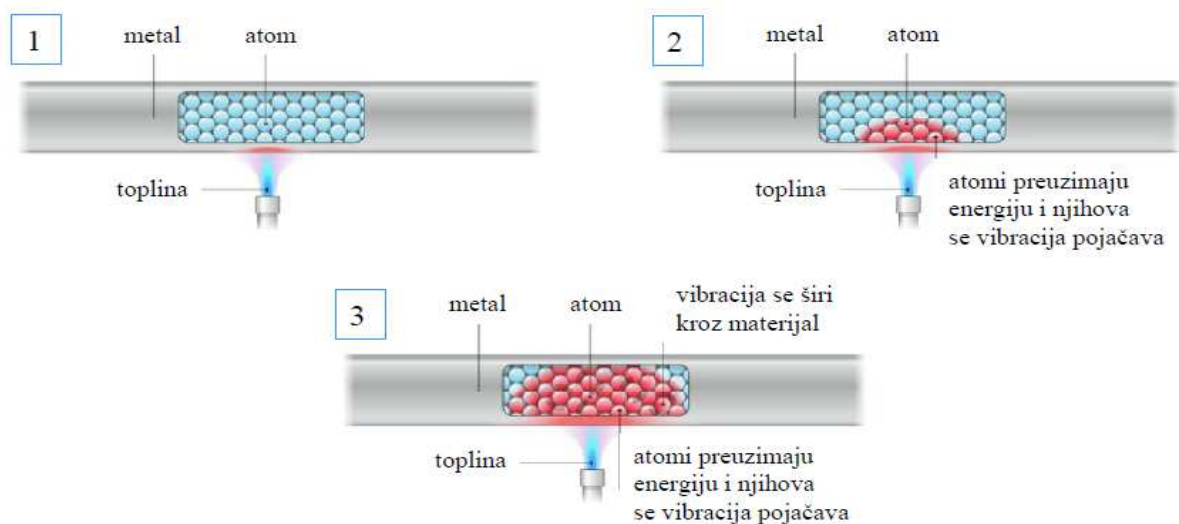
## 2.2. Fenomeni prijenosa topline

U većini kemijskih procesa potreban je dovoditi ili odvoditi toplinu, procesne tokove potrebno je hladiti ili grijati, a u mnogim jediničnim operacijama poput sušenja, destilacije, isparavanja ili kemijskim reaktorima izmjenjuje se topline. Nadalje, potrebno je spriječiti gubitak topline u spremnicima i cjevovodima . Stoga je projektiranje i analiza toplinskih tokova jedna od važnijih zadaća kemijskog inženjera<sup>2</sup>. Pokretačka sila procesa izmjene topline je razlika temperaturama. Osim pokretačke sile, proces prijenosa topline ovisi i o otporima prijenosu topline koji se javljaju i o površini izmjene<sup>3</sup>. Osnovna tri mehanizma prijenosa topline su:

- Kondukcija
- Konvekcija
- Radijacija

### 2.2.1. Kondukcija

Kondukcija ili toplinsko provođenje je molekularni mehanizam prijenosa topline pri kojem su čestice tvari u direktnom kontaktu. Karakterističan je za čvrsta tijela, a prisutan je i kod plinova i kapljevina u mirovanju. Ovisan je o fizikalnim svojstvima tvari, geometrijskim karakteristikama te lokalnim razlikama u temperaturi. Na mikrorazini do kondukcije dolazi zbog brzog kretanja ili vibracije atoma i molekula i međusobnim kontaktom s okolnim atomima ili molekulama pri čemu dolazi do prijenosa dijela toplinske energije na okolinu<sup>3</sup>.



**Slika 2.2.1.1. Kondukcija<sup>3</sup>**

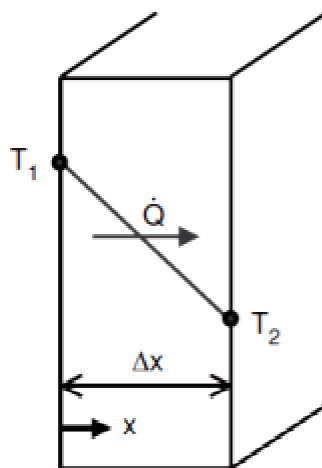
U ovisnosti o vremenu mogu se odvijati:

- stacionarni procesi - temperatura se u određenoj točki ne mijenja se s vremenom ( $\frac{dT}{dt} = 0$ ), odnosno temperaturni gradijent je konstantan ( $\frac{dT}{dy} \neq f(t)$ )
- nestacionarni procesi - temperatura se u određenoj točki mijenja s vremenom ( $\frac{dT}{dt} \neq 0$ ), odnosno mijenja se temperaturni gradijent ( $\frac{dT}{dy} = f(t)$ )

Kako se u radu, prilikom modeliranja, koristi mehanizam kondukcijskog vođenja topline i to kroz stijenku reaktora, u nastavku će se obratiti pozornost na stacionarno provođenje topline kroz jednoslojni zid. S obzirom na odnos debljine stijenke reaktora i količine prenesene topline kroz istu, uzimamo pretpostavku da je vođenje topline kondukcijom u ovome slučaju stacionarno i jednodimenzionalno.

### Stacionarno provođenje topline kroz jednoslojni zid

Shematski prikaz jednodimenzionalnog provođenja topline dan je slikom 2.2.1.2.



**Slika 2.2.1.2.** Stacionarno jednodimenzionalno provođenje topline<sup>4</sup>

Jednodimenzionalno vođenje topline u smjeru  $x$  u stacionarnim uvjetima temelji se *I. Fourierovim zakonom* (1). Fourier je utvrdio da provođenje topline ovisi i razlici temperatura, površini, vremenu i svojstvima tvari koja su izražena koeficijentom toplinske vodljivosti.

$$\frac{Q}{t} = \dot{Q} = -\lambda * A_s * \left(\frac{dT}{dx}\right) \quad (1)$$

$Q$  - toplina, [W]

$t$  - vrijeme, [s]

$\dot{Q}$  - toplinski tok, [J]

$\lambda$  - koeficijent toplinske vodljivosti, [W/mK]

$A_s$  - površina izmjene u smjeru osi  $x$ , [m<sup>2</sup>]

$x$  - smjer osi izmjene topline, [m]

$T$  - temperatura, [T]

Definiranjem toplinskog fluksa kao  $\frac{Q}{A \cdot t} = q$  i integriranjem dobivamo sljedeći izraz (2):

$$q = -\lambda \frac{T_1 - T_2}{\Delta x} \quad (2)$$

$\Delta x$  - debljina zida, tj. karakteristična duljina provođenja topline (često se označava sa  $l$ ), [m]

Razlika temperatura predstavlja pokretačku silu,  $\frac{\lambda}{l}$  predstavlja toplinsku vodljivost [W/K], a  $\frac{l}{\lambda}$  toplinski otpor [K/W].

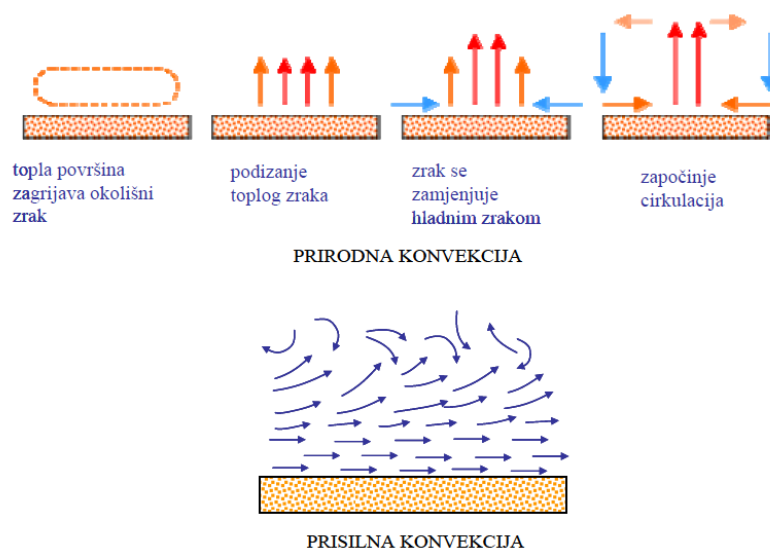
### 2.2.2. Konvekcija

Konvekcija je vrtložni mehanizam prijenosa topline pri čemu se toplina prenosi grupama molekula. Karakterističan je za fluide pri čemu se toplina izmjenjuje u masi fluida i/ili se izmjena vrši između fluida i čvrste površine. Dakle konvekcijski mehanizam prijenosa topline povezuje kombinaciju efekata kondukcije i strujanja medija pri čemu pojedine čestice na različitim temperaturama dolaze u kontakt. Do prijenosa topline dolazi zbog gibanja toplih ili hladnih dijelova medija između područja različitih temperatura.

Gibanje toplih ili hladnih dijelova medija može biti uzrokovano zbog razlike gustoća ili kao posljedica utjecaja vanjske sile, stoga razlikujemo:

- prirodnu konvekciju – gibanje dijelova medija uzrokovano lokalnim razlikama u temperaturi, a zbog toga i u gustoći te dolazi do spontanog miješanja medija
- prisilna konvekcija – gibanje dijelova medija uzrokovano primjenom uređaja (pumpe, ventilatori, mješalice)<sup>3</sup>

Količina prenesene topline bitno ovisi o hidrodinamičkim uvjetima, odnosno prijenos topline će biti veći ukoliko imamo turbulentno gibanje. Kod laminarnog strujanja prevladavat će konduktivni mehanizam dok će kod turbulentnog režima prevladavati konvekcija.



**Slika 2.2.1.3. Konvekcija<sup>3</sup>**

Osnovna jednačba, kojom se interpretira konvektivni prijenos topline, analogna je Newtonovom zakonu hlađenja i dana je izrazom (3):

$$\dot{Q} = h * A_s * (T_1 - T_2) \quad (3)$$

$\dot{Q}$  - toplinski tok, [J]

$h$  - koeficijent prijelaza topline, [W/m<sup>2</sup>K]

$A_s$  - površina izmjene, [m<sup>2</sup>]

$T$  - temperatura, [T]

Ključni korak u računanju količine topline prenesene konvekcijom je proračun koeficijenta prijelaza topline,  $h$ . Vrijednost koeficijenta prijelaza topline kvantitativno definira brzinu izmjene topline konvekcijom, a ovisi o čitavom nizu parametara:

- $v$  - srednja brzina strujanja, [m/s<sup>2</sup>]
- $\rho$  - gustoća, [kg/m<sup>3</sup>]
- $\mu$  - dinamička viskoznost, [kg/ms]

- $\lambda$  - koeficijent toplinske vodljivosti, [W/m K]
- $C_p$  - specifični toplinski kapacitet, [J/kg K]
- $l$  - linearna dimenzija, [m]
- $\Delta T$  - razlika temperatura, [K]
- $\beta$  - koeficijent toplinske ekspanzije, [1/K]

Određuje se eksperimentalno ili korištenjem korelacijskih bezdimenzijskih značajki o kojima će riječi biti više u sljedećem poglavlju.

### *Prolaz topline*

Ukoliko toplina prelazi sa jednog medija na drugi koji su međusobno odvojeni čvrstom stijenkom tada govorimo o *prolazu topline*. U tom trenutku vrijedi prethodna jednadžba (x) uz razliku što se, umjesto individualnog koeficijenta prijelaza topline, koristi ukupni koeficijent prijelaza topline  $U$ . Uzima se u obzir konvektivni prijelaz topline s obje strane stijenke kao i provođenje topline stijenkom (4).

$$\frac{1}{U} = \frac{1}{h_1} + \frac{l}{\lambda} + \frac{1}{h_2} \quad (4)$$

$U$  - ukupni koeficijent prijelaza topline, [W/m<sup>2</sup> K]

$h_1$  - koeficijent prijelaza topline s jedne strane stijenke, [W/m<sup>2</sup> K]

$h_2$  - koeficijent prijelaza topline s druge strane stijenke, [W/m<sup>2</sup> K]

$l$  - karakteristična duljina pri kondukciji, [m]

$\lambda$  - koeficijent toplinske vodljivost, [W/m K]

### 2.2.3. Radijacija

Radijacija ili toplinsko zračenje prijenos je topline putem elektromagnetskog zračenja (EMZ) između dviju površina različitih temperatura odvojenih medijem ili vakuumom. Toplinsko zračenje uzrokovano je intramolekularnim i atomskim promjenama zbog čega se različiti oblici energije pretvaraju u energiju EMZ-a. Energija se prenosi EMZ-om različitih valnih duljina. Tijela apsorbiraju ili reflektiraju zračenje, a posebno su važna tijela koja emitiraju apsorbirano zračenje<sup>3</sup>. Kako se u većini kemijsko inženjerskih proračuna takav mehanizam prijenosa topline zanemaruje, u nastavku se neće koristiti takav mehanizma prijenosa topline.

## 2.3. Razvoj modela šaržnog reaktora

Pri razvoju matematičkog modela procesa cilj je pronaći funkcijsku vezu između izlaznih i ulaznih veličina odnosno opisati dinamičko vladanje procesa. Matematički modeli predstavljaju niz jednažbi uključujući ulazne podatke potrebne za njihovo rješavanje, koje omogućuju predviđanje vladanja kemijskog procesnog sustava<sup>5</sup>.

Modeliranje predstavlja postupak kojim se izvode modeli procesa. Ono uključuje identifikaciju i izbor bitnih svojstava realnog fizičkog sustava, matematički opis procesa, analizu i procjenu značajki sustava modela, razmatranje točnosti i ograničenja modela, upotrebu modela i njegovu nadogradnju<sup>5</sup>.

Modeli procesa mogu se podijeliti općenito na:

- Teorijske ili fundamentalne modele procesa,
- Empirijske ili eksperimentalne modele procesa,
- Poluempirijske ili kombinirane modele procesa.

### *Teorijski modeli procesa*

Teorijski modeli temelje se na matematički formuliranim fizikalnim zakonima:

- zakoni očuvanja mase i energije
- fizikalno-kemijske jednažbe stanja tvari
- fenomenološke jednažbe

Kako model procesa opisuje uzročno-posljedične veze između ulaza i izlaza, ovakav pristup obično opisuje procesni sustav uz pomoć diferencijalnih jednadžbi uz određene pretpostavke o procesu/sustavu. Ovisno o parametrima sustava koje treba procijeniti kompleksnost modela se povećava što može rezultirati različitim linearnim i nelinearnim, diferencijalnim i parcijalno diferencijalnim jednadžbama nižih i viših redova, vremenski ovisnim ili neovisnim. U mnogim praktičnim primjerima u industriji evidentan je nedostatak poznavanja egzaktnih fizikalnih fenomena koji se javljaju u procesu, a samim time i parametara modela, a često je potrebno i detaljno poznavanje kinetike procesa, stoga je fundamentalne modele teško razviti. Kao prednosti ovakvih modela možemo navesti dobar fizikalni uvid u vladanje procesa kao i primjenjivost na širokom području radnih uvjeta.

### *Empirijski modeli procesa*

Empirijski model temelje se na mjernim podacima iz procesa (ili generiranim podacima) na osnovu kojih se postupcima identifikacije razvijaju eksperimentalni modeli. Spomenuti se postupak naziva identifikacija procesa. Takvi modeli ne daju detaljni fizikalni uvid u mehanizam procesa, ali dobro opisuju (dinamičke) odnose između ulaza i izlaza što je najčešće i dovoljno za kvalitetno vođenje procesa. Iako su jednostavniji za razvoj od teorijskih modela procesa, problemi nastaju prilikom ekstrapolacije podataka na cijelo radno područje.

### *Poluempirijski modeli procesa*

Poluempirijski modeli procesa predstavljaju spoj teorijskih i empirijskih modela. Numeričke vrijednosti parametara teorijskog modela izračunavaju se iz eksperimentalnih podataka. Ovi modeli jednostavniji su za razvoj od teorijskih te omogućuju ekstrapolaciju na širem području radnih uvjeta<sup>6</sup>.

### *Simulacija*

Simulacija je proces izvedbe modela procesa realnog sustava uz provedbu niza eksperimenata s tim modelom u svrhu razumijevanja vladanja sustava i provjere rada sustava unutar zadanih granica. Simulaciji uvijek prethodi izradi modela. Modeliranjem se izvodi matematička formulacija sustava u cjelini dok se pri simulaciji koristi već izvedeni model i primjenjuje na izabrani zadatak<sup>5</sup>.

### 2.3.1. Model šaržnog reaktora

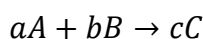
Ako se žele kvantitativno iskazati odnosi koji postoje između zavisnih i nezavisnih veličina potrebno ih je povezati u bilančne jednačbe koje iskazuju osnovne zakone o očuvanju materije i energije. Integriranje bilančnih jednačbi dobit će se jednoznačna rješenja za promjenu veličina unutar reaktora u zadanom vremenu. Osnovne zavisne veličine u reaktoru su koncentracije reaktanata i produkata te temperatura. Za definiranje reaktorskog sustava potrebno je, osim osnovnih bilanci, postaviti bilance množine tvari pojedinih komponenti.

Bilanca energije svodi se najčešće na bilancu topline. Postavlja se općenito samo jedna bilanca topline jer se toplinski učinci ne mogu promatrati zasebno prema izvoru. Osim toga, kinetički član koji opisuje nestajanje ili nastajanje topline svih kemijskih reakcija u reaktoru sadrži zbroj svih entalpija nezavisnih reakcija u reaktoru. Matematički napisane bilance množine tvari i topline nazivaju se reaktorskim modelima<sup>1</sup>.

Da bi se složeni matematički modeli pojednostavili uvode se pretpostavke koje djelomično idealiziraju stanja i procese u reaktoru radi lakše matematičke formulacija i jednostavnijeg rješavanja. Pretpostavke pri modeliranju kotlastog reaktora su:

- Idealno miješanje - homogenost reakcijskog prostora
- Izotermni rad reaktora - nema promjene temperature s vremenom
- Idealno strujanje - medij u plaštu reaktora

U reaktoru se odvija jednostavna reakcija dana izrazom:



Da bi postavili bilance topline potrebno je odrediti mjesta akumulacije topline. U našem slučaju ima ih tri: reakcijska smjesa, stijenka reaktora i medij u plaštu reaktora.

*Reakcijska smjesa*

$$\frac{dQ_R}{dt} = \dot{Q}_{dov} - \dot{Q}_{odv} \quad (5)$$

$$\rho_R * V_R * C_{pR} \frac{dT_R}{dt} = A_s * h_R * (T_S - T_R) - (-\Delta H_r) * V_R * r_A * c_A^a * c_B^b \quad (6)$$

Član s lijeve strane jednakosti predstavlja akumulaciju topline, prvi član s desne strane predstavlja dovedenu toplinu preko stijenka reaktora, a drugi član s desne strane predstavlja toplinu odvedenu kemijskom reakcijom.

Analogno tome slijede i bilance za stijenku reaktora i plašt reaktora.

*Stijenka reaktora*

$$\frac{dQ_S}{dt} = \dot{Q}_{dov} - \dot{Q}_{odv} \quad (7)$$

$$\rho_S * V_S * C_{pS} \frac{dT_S}{dt} = A_s * h_P * (T_P - T_S) - A_s * h_R * (T_P - T_R) \quad (8)$$

*Plašt reaktora*

$$\frac{dQ_P}{dt} = \dot{Q}_{dov} - \dot{Q}_{odv} \quad (9)$$

$$\rho_P * V_P * C_{pP} \frac{dT_P}{dt} = \rho_P * \dot{q}_P * C_{pP} * (T_{P,ul} - T_{P,iz}) - A_s * h_P * (T_P - T_S) \quad (10)$$

$q$  – volumni protok, [m<sup>3</sup>/s]

$\rho$  – gustoća medija, [kg/m<sup>3</sup>]

$c_p$  – specifični toplinski kapacitet, [J/kg K]

$V$  – volumen, [m<sup>3</sup>]

$A_s$  – površina izmjene, [m<sup>2</sup>]

$T$  – temperatura, [K]

$h_p$  – koeficijent prijelaza topline medija u plaštu, [W/m<sup>2</sup> K]

$h_r$  – koeficijent prijelaza topline reakcijske smjese, [W/m<sup>2</sup> K]

$c_a$ ;  $c_b$  – početne koncentracije reaktanata, [mol/dm<sup>3</sup>]

$r_A$  – brzina kemijske reakcije, [mol/m<sup>3</sup> s]

$(-\Delta H_r)$  – reakcijska entalpija, [J/mol]

### 2.3.2. Određivanje parametara modela

Prilikom fundamentalnog modeliranja šaržnih reaktora, poznavanje vrijednosti parametara sustava od iznimne je važnosti. Kako je već navedeno, modeli predstavljaju sustav jednadžbi koji se rješava simultano. Svaka jednadžba sekvencijalno opisuje promjenu stanja promatranoga sustava. Parametri sustava predstavljaju fizikalno-kemijska svojstva motrenih tvari. Parametri modela mijenjaju se s temperaturom tako da su u model uvrštene i ovisnosti njihovih vrijednosti o temperaturi. Pored već navedenih, imamo i parametre svojstvene procesnom prostoru. Najčešće su to dimenzije procesnog prostora.

Model šaržnog reaktora ima tri mjesta akumulacije topline, i to su reakcijska smjesa, stijenka i plašt reaktora. Svako mjesto akumulacije definirano je diferencijalnom jednadžbom,:

Fizikalno-kemijska svojstva parametara dostupna su u literaturi za određeno temperaturno područje.

Kako je već navedeno, u mnogim praktičnim primjerima u industriji, evidentan je nedostatak poznavanja egzaktnih fizikalnih fenomena koji se javljaju u procesu, samim time i parametara modela. Parametri procesa mogu se procijeniti metodama procjene vrijednosti parametara koje će se primijeniti i u ovome radu.

#### *Reakcijska smjesa*

Koeficijent toplinske vodljivosti, specifični toplinski kapacitet, viskoznost i reakcijska entalpija procijenjeni su metodama navedenim u Perry-jevom priručniku za kemijske inženjer<sup>5</sup> kao i u radu Jobacka i Reida<sup>7</sup>:

- koeficijent toplinske vodljivosti: Joback-ova metoda; Sastri-Rao metoda
- specifični toplinski kapacitet: Ružicka-Domalski metoda
- viskoznost: Joback-ova metoda
- reakcijska entalpija: Domalski-Hearing metoda

#### *Stijenka reaktora*

Toplinski kapacitet u ovisnosti o temperaturi dan je izrazom (11):

$$C_{p_s} = 425 + 7,73 * 10^{-1} * T - 1,69 * 10^{-3} * T^2 + 2,22 * 10^{-6} * T^3 \quad (11)$$

Koeficijent toplinske vodljivosti u ovisnosti o temperaturi dan je izrazom (12):

$$\lambda = 61,83 - 0,0405 * T - 5 * 10^{-6} * T^2 \quad (12)$$

#### *Plast reaktora*

Gustoća u ovisnosti o temperaturi dana je izrazom (13):

$$\rho = 1029,1 + 0,604 * T - 0,0018 * T^2 \quad (13)$$

Koeficijent toplinske vodljivosti u ovisnosti o temperaturi dan je izrazom (14):

$$\lambda = 0,0459 + 0,0025 * T - 3 * 10^{-6} * T^2 \quad (14)$$

Toplinski kapacitet u ovisnosti o temperaturi dan je izrazom (15):

$$C_{p_s} = 3121,4 - 0,8174 * T + 0,0051 * T^2 \quad (15)$$

Viskoznost u ovisnosti o temperaturi dan je izrazom (16):

$$\begin{aligned} \mu = 0,3442 - 0,0036 * T + 1,422 * 10^{-5} * T^2 - 2,505 * 10^{-8} * T^3 \\ + 1,659 * 10^{-11} * T^4 \end{aligned} \quad (16)$$

Vrijednosti preostalih parametara, koji nisu navedeni, dostupne su iz literature ili sa postrojenja. Koeficijenti prijelaza topline biti će navedeni u sljedećem poglavlju.

### **2.3.3. Bezdimenzijske značajke**

Dimenzijska analiza matematička je metoda koja omogućuje dobivanje informacija o obliku funkcionalne ovisnosti među veličinama u fizičkim sustavima za koje, zbog njihove složenosti, ne postoje egzaktna rješenja<sup>3</sup>. Dimenzijska analiza omogućava inženjeru reduciranje broja potrebnih varijabli koje se moraju uzeti u obzir prilikom modeliranja sustava ili koreliranja veličina. Svrha joj je pronaći najmanji broj potrebnih varijabli za definiranje odnosa između  $n$  varijabli<sup>4</sup>.

Rezultat dimenzijske analize su bezdimenzijske značajke. Bezdimenzijske značajke se često koriste u inženjerskim proračunima. Primjenjuju se u mehanici fluida, termodinamici, prijenosu tvari i topline te kemijskom reakcijskom inženjerstvu<sup>8</sup>.

Postoji mnogo bezdimenzijskih značajki, a pri razvoju modela šaržnog reaktora koriste se:

### *Reynoldsova značajka (Re)*

Reynoldsova značajka izražava omjer inercijskih sila koje uzrokuju gibanje i viskoznih sila pri protjecanju medija uz dane uvjete protjecanja<sup>8</sup>. Istraživanjem je utvrđeno da pored brzine strujanja postoji i utjecaj fizikalnih svojstava medija na vrstu strujanja. Pored toga utvrđen je i utjecaj karakteristične veličine pojedinog sustava na vrstu strujanja kao što je promjer reaktora u kojem se vrši miješanje. Vrstu strujanja definira Reynoldsova značajka ili broj i to izrazom (17):

$$Re = \frac{\rho * n * d^2}{\eta} \quad (17)$$

$\rho$  – gustoća medija, [kg/m<sup>3</sup>]

$\mu$  – dinamička viskoznost, [Pas]

$d$  – promjer reaktora, [m]

$n$  – broj okretaja miješala, [s<sup>-1</sup>]

### *Nusseltova značajka (Nu)*

Nusseltova značajka karakterizira prijenos topline na granicama ili površini medija u protjecanju. To je omjer konvektivnog i konduktivnog prijenosa topline duž granice na danoj duljini. Nusseltova značajka definira se na sljedeći način<sup>8</sup> (18):

$$Nu = \frac{h * l}{k} \quad (18)$$

$h$  – koeficijent konvektivnog prijenosa topline, [W/m<sup>2</sup>K]

$l$  – karakteristična duljina (za prijenos topline u reaktorima  $L$  je jednak promjeru reaktora  $D$ ), [m]

$k$  – toplinska vodljivost [W/mK]

Također, korištena je empirijska korelacije za prijenos topline u miješalicama dana izrazom (19):

$$Nu = 0,54 * Re^{2/3} * Pr^{1/3} * \left( \frac{1}{\frac{H}{D}} \right)^{0,15} \quad (19)$$

$H$  – visina reaktora, [m]

$D$  – promjer reaktora, [m]

Za prijelaz topline s medija u plaštu reaktora na stijenku reaktora korištena je korelacija (20).

$$Nu = 0,023 * Re^{\frac{4}{5}} * Pr^{0,3} \quad (20)$$

*Prandtlowa značajka (Pr)*

Prandtlowa značajka predstavlja odnos između kinematičke viskoznosti i toplinske difuzivnosti medija. Primjenjuje se kod proračuna prijenosa topline pri protjecanju medija jer predstavlja omjer hidrodinamičkog graničnog sloja i toplinskog graničnog sloja<sup>8</sup>. Prandtlowa značajka dana je izrazom (21):

$$Pr = \frac{Cp * \eta}{\lambda} \quad (21)$$

$Cp$  – specifični toplinski kapacitet, [J/Kmol]

$\mu$  – dinamička viskoznost, [Pas]

$\lambda$  – toplinska vodljivost, [W/mK]

### 2.3.4. Vrednovanje modela

Vrednovanje modela provodi se kako bi se ocijenila podudarnost njegovog vladanja s vladanjem stvarnog procesa unutar pretpostavljenih radnih uvjeta. Vrednovanje se provodi usporednom rezultata dobivenih simulacijom i eksperimentalnih podataka pri čemu se rabe statistički kriteriji.

Statistički kriteriji koji se najčešće primjenjuju pri vrednovanju modela su srednje kvadratno odstupanje (22), srednje apsolutno odstupanje (23) i maksimalno odstupanje:

$$RMSE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - y_i)^2}{n}} \quad (22)$$

$$|\bar{e}| = \frac{\sum_{i=1}^n |\hat{y}_i - y_i|}{n} \quad (23)$$

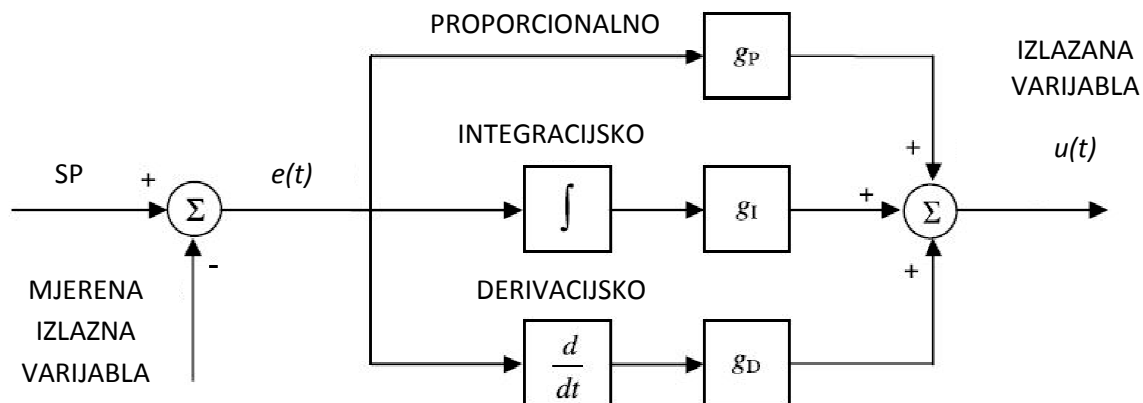
gdje je:  $\hat{y}_i$  – izlaz predviđen modelom

$y_i$  – vrijednost mjerenog ulaza

## 2.4. Automatsko vođenje šaržnih reaktora

Glavni zadatak sustava za automatsko vođenje šaržnih reaktora je održavanje željenog temperaturnog profila unutar reaktorskog prostora s vremenom. Kvaliteta vođenja temperature tijekom proizvodnog ciklusa kritično je u proizvodnji jer temperatura utječe na produktivnost proizvodnje i kvalitetu proizvoda. Nadalje, vođenje temperature kritično je za sigurnost postrojenja. Kod vrlo egzotermnih reakcija količina razvijene topline može prijeći vrijednosti kapaciteta izmjene topline te tako uzrokovati neželjene posljedice za reaktor (eng. *reactor runaway*)<sup>11</sup>. Problemi koji nastaju prilikom regulacije šaržnih procesa pa tako i reaktora su uglavnom uzrokovani diskontinuiranošću procesa kao i brojnim operacijama koje se izvode u proizvodnom ciklusu<sup>10</sup>. Automatsko vođenje jedan je od preduvjeta sigurnosti radnika i postrojenja kao i kvalitete proizvoda

Vođenje kemijski procesa uglavnom se temeljeni na linearnim metodama, tj. linearizaciji. Proporcionalno-integracijsko-derivacijski (PID) regulator (slika 2.4.1.) karakterizira jednostavna struktura. Ako je dobro ugođen, radi dobro s blago nelinearnim procesima i sustavima u blizini radne točke (stacionarni uvjeti)<sup>9</sup>.



**Slika 2.4.1.** *PID regulator*

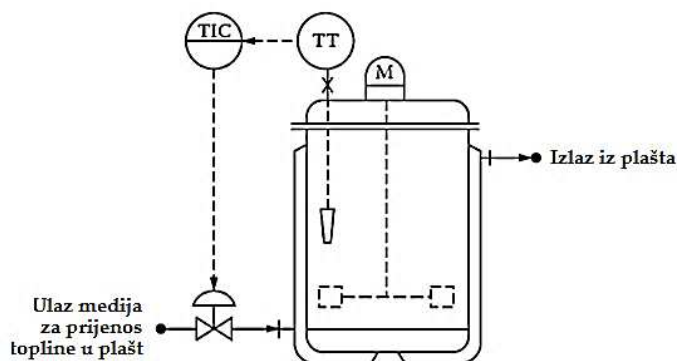
Automatsko vođenje nelinearnih procesa može se poboljšati primjenom matematičkog modela unutar strukture algoritma za vođenje<sup>9</sup>. Tada se govori o regulaciji temeljenoj na modelu procesa (eng. *model-based control*). Razvoj takve regulacije omogućio je razvoj metoda identificiranja nelinearnih modela procesa.

Rad šaržnih reaktora obično direktno ovisi o temperaturi i promjeni temperature, stoga se navode najčešće metode vođenja temperature u šaržnim reaktorima.

### 2.4.1. Metode vođenja temperature kod šaržnih reaktora

#### Regulacija povratnom vezom

Primjer jednostavne regulacije prikazan je na slici 2.4.4.1. Mjeri se temperatura u masi reaktora te upravlja s ventilom i tako mijenja protok medija za prijenos topline (rashladnog ili grijućeg medija).



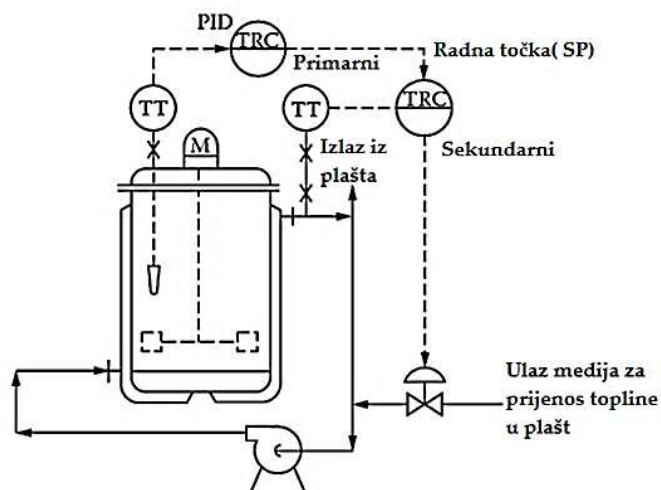
Slika 2.4.1.1. Regulacija povratnom vezom<sup>6</sup>

Takav način regulacije, u pravilu, nije zadovoljavajući iz slijedećih razloga:

- Ne uzimaju se u obzir nelinearnosti i dinamičke značajke reaktora
- Temperatura medija za prijenos topline nije jednolična
- Javljaju se varijacije vremena zadržavanja (eng. *residence time*) medija u plaštu reaktora

#### Kaskadna regulacija

Jedan od najčešćih načina regulacije temperature u industrijskim postrojenjima jest primjena kaskadne strukture vođenja, slika 2.4.1.2. Takva struktura sastoji se od dva regulacijska kruga, primarnog ili vanjskog (eng. *primary, master*) i sekundarnog ili unutarnjeg (eng. *secondary, slave*) regulacijskog kruga. Uloga sekundarnog regulacijskog kruga jest da ubrza primarni krug, odnosno da potisne pojavu poremećaja i tako smanji veća i dugotrajna odstupanja vođene varijable od radne točke<sup>5</sup>.

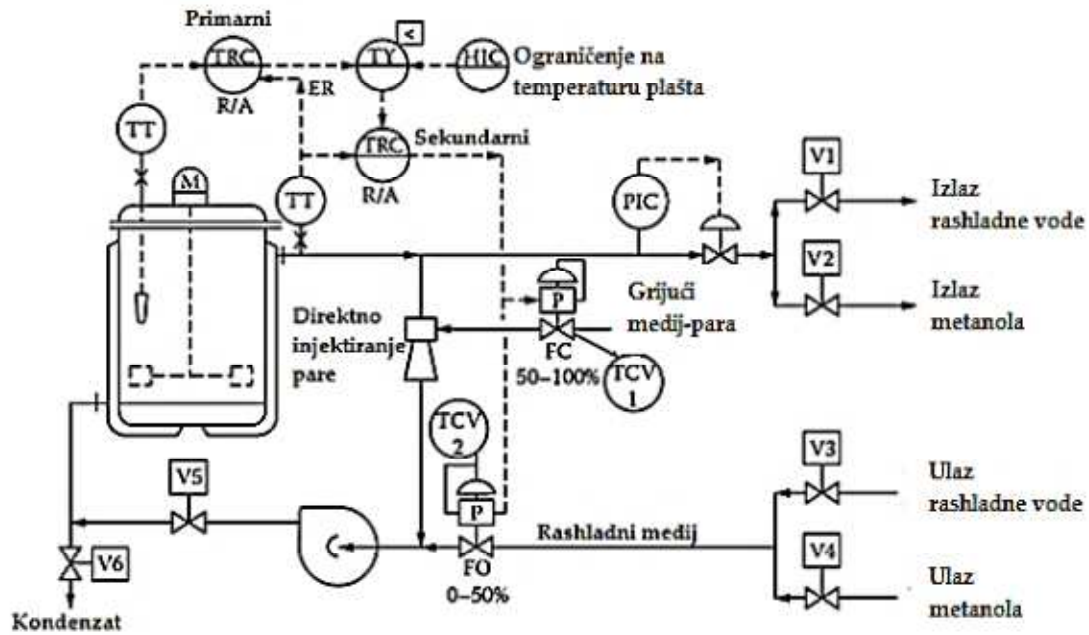


**Slika 2.4.1.2. Kaskadna regulacija<sup>6</sup>**

Primarni regulacijski krug regulira temperaturu u masi reaktora, a sekundarni protok rashladnog medija kroz plašt. Primarni regulacijski krug zadaje radnu točku sekundarnom krugu, a sekundarni ima ulogu održavati temperaturu medija u plaštu regulacijom protoka rashladnog medija, ubrzati odziv primarnog kruga i ukloniti nelinearnosti i moguće poremećaje u vanjskom krugu<sup>6</sup>.

#### *Kaskadna i podijeljena (eng. split-range) regulacija*

Primjer kaskadne u kombinaciji s podijeljenom regulacijom prikazana je na slici 2.4.1.3. Kao i kod kaskadne regulacije postoje dva regulacijska kruga. Pošto se u ovom primjeru u jednoj fazi sustav grije, a u drugoj hladi sekundarni regulator mora se konfigurirati tako da je područje rada podijeljeno na dva dijela. Postoje dva regulacijska ventila—za rashladni i za grijući medij, a primjenjuje se podijeljena (eng. *split*) regulacija. Pri tome se izlazni signal sekundarnog regulatora dijeli na dva područja. Ako je signal na području 0-50 % šalje se prema regulacijskom ventilu rashladnog medija. Ako je signal na području 50-100 % tada se šalje prema regulacijskom ventilu grijućeg medija. Izbjegava se istovremena otvorenost oba ventila zbog gubitka energije, stoga je bitno uskladiti karakteristike ventila i izbjeći nelinearnosti prilikom prijelaza iz jednog u drugo radno područje<sup>11</sup>.



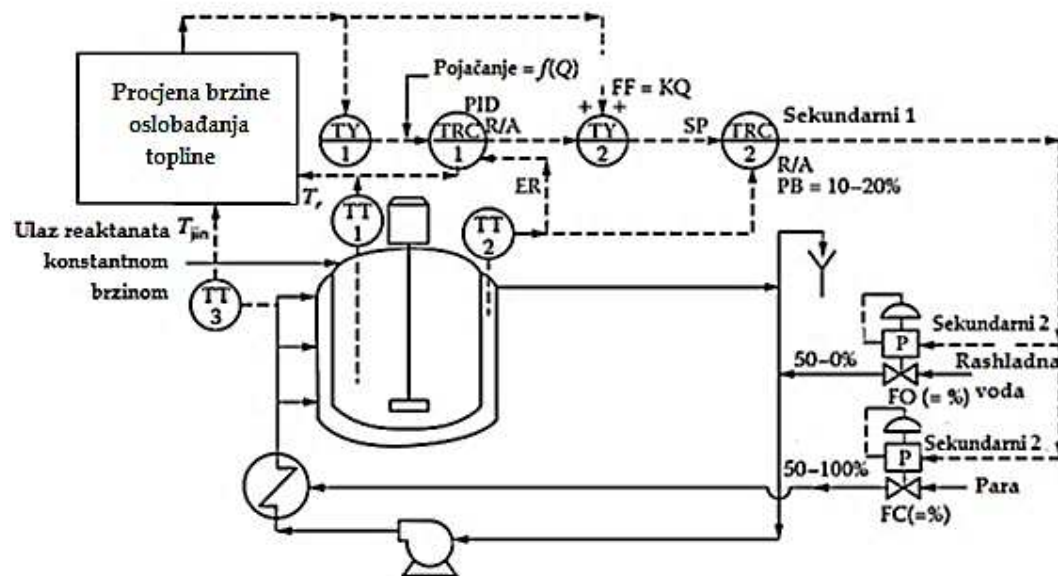
Slika 2.4.1.3. Kaskadna i podijeljena regulacija temperature<sup>6</sup>

#### Regulacija temeljena na modelu procesa

Regulacija temperature temeljena na modelu procesa prikazana je na slici 2.4.1.4. Primjenjuju se u slučajevima kada je reakcija veoma egzotermna i postoji mogućnost pojave nekontrolirane reakcije (eng. *runaway reaction*). Regulacijom koja se temelji na modelu procesa moguće je poboljšati djelovanje pri čemu se model koristi za procjenu brzine oslobađanja topline. Brzina oslobađanja topline ( $\dot{Q}$ ) procjenjuje se iz temperature reaktora ( $T_R$ ) i temperature na ulazu u plašt ( $T_{j,ul}$ ) prema izrazu (24):

$$\dot{Q} = \frac{(T_R - K_1 * T_{j,ul} + K_3)}{K_2} \quad (24)$$

pri čemu je  $\dot{Q}$  brzina oslobađanja topline,  $T_R$  temperatura u reaktoru,  $T_{j,ul}$  temperatura na ulazu u plašt, a  $K_1, K_2, K_3$  su pojačanja regulacijskih krugova<sup>6</sup>.



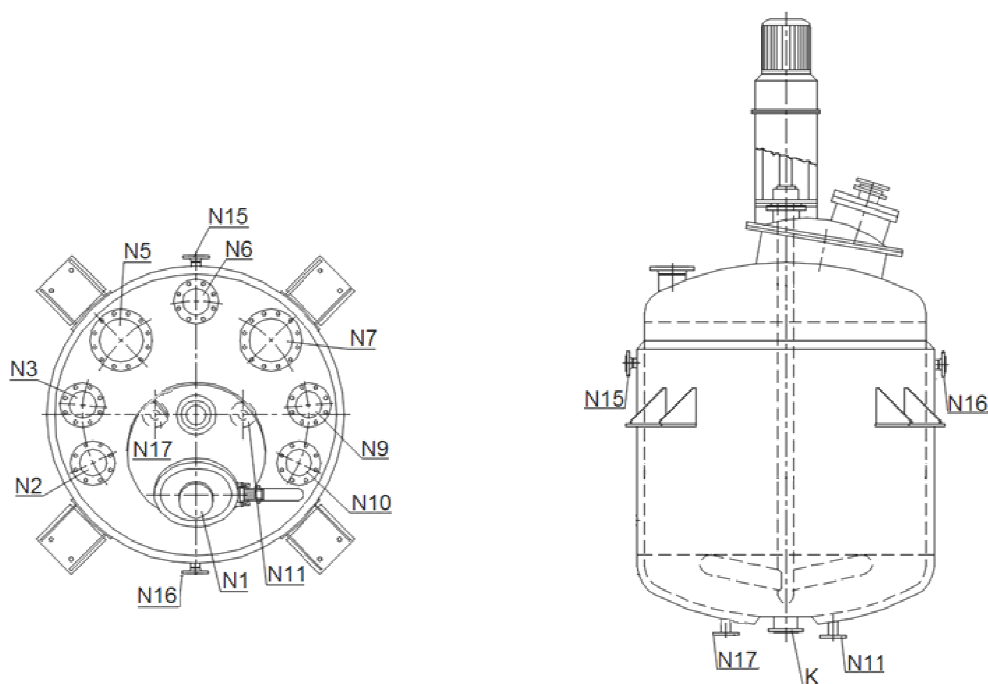
Slika 2.4.1.4. Regulacija temeljena na modelu procesa<sup>6</sup>

### 3. METODIKA RADA

U eksperimentalnom dijelu rada analiziran je rad i vođenje šaržnog reaktora u farmaceutskoj proizvodnji na temelju podataka s postrojenja. Nepoznati parametri procesa, ključni za razvoj modela šaržnog reaktora su procijenjeni. Prikupljeni podaci osnova su za razvoj matematičkog modela reaktora. Model je razvijen u programskom paketu *SIMIT Simulation Platform* V9.1. tvrtke *Siemens*. Provedena je i simulacija dinamičkog modela s svrhom ispitivanja temperaturnih odziva modela i vladanja modelu u svrhu vođenja procesa. U svrhu preglednije i lakše simulacije i vođenja izvedeno je grafičko sučelje (engl. *SCADA - Supervisory Control And Data Acquisition*) u programskom paketu *SIMATIC WinCC V7* tvrtke *Siemens* te projektirana kaskadna regulacija za vođenje simulirane temperature u masi reaktora u programskom paketu *SIMATIC V7*.

#### 3.1. Reaktor R-301

Reaktor R-301 jedan je od dva reaktora u nizu u kojima se proizvodi generički lijek u farmaceutskoj industriji, a shematski je prikazan na slici 3.1.1.



**Slika 3.1.1.** Shematski prikaz R-301

Reaktor R-301 koncentričnog je oblika obavijen plaštom za izmjenu topline. Izrađen je od ugljičnog čelika, a unutrašnjost je emajlirana staklom (eng. *glass line*). Osnovne dimenzije reaktora su:

- promjer posude: 1558 mm
- debljina stijenke: 18 mm
- promjer reaktora s plaštom: 1700 mm
- visina kapljevine: 286 mm

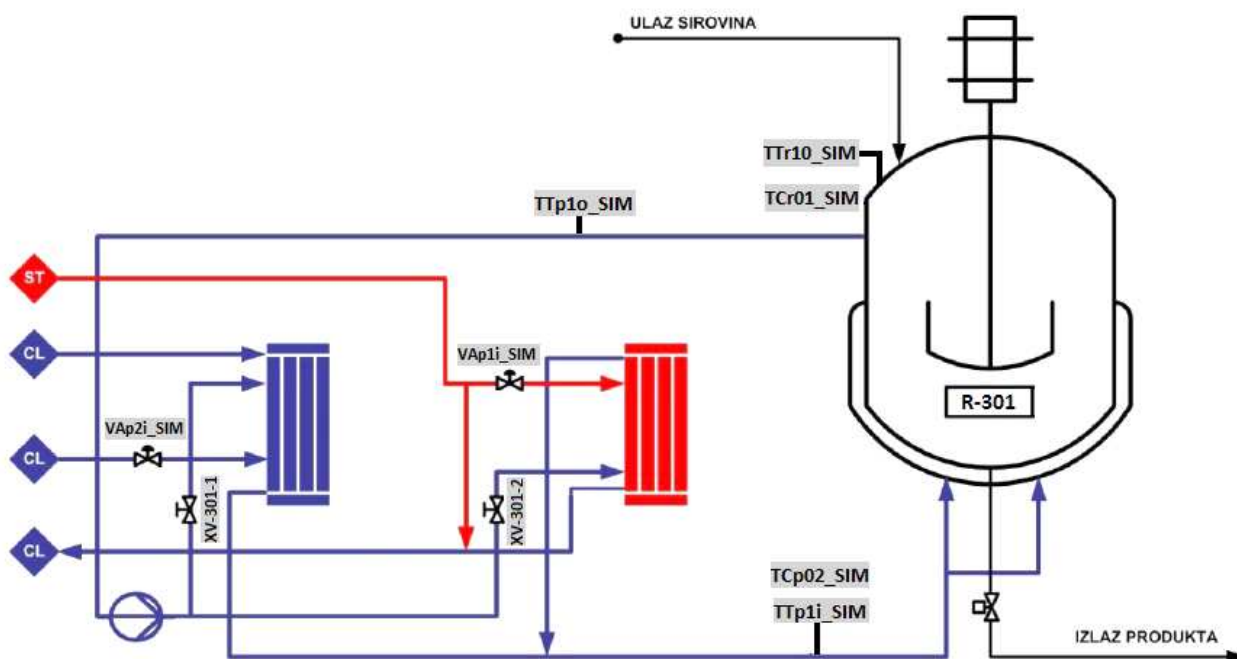
Reaktor je opremljen impelerskim miješalom sa zakrivljenim lopaticama (eng. *retreat curve impeller*). Miješalo je opremljeno sa tri lopatice promjera 960 mm, udaljenima od dna posude 83 mm. Materijal izrade isti je kao i posuda reaktora. U reaktoru se nalazi jedno razbijalo debljine 200 mm.

Poklopac reaktora sadrži devet otvora. Dodatna četiri smještena su na plaštu reaktora.

- N1 - glavni otvor s preglednim otvorom i lampom
- N2 - dovod N<sub>2</sub>
- N3 - sigurnosni ventil
- N5 - odvod plinova
- N6 - mlaznica
- N7 - uzorkovanje
- N9 - sonda za mjerenje temperatura
- N10 - dovod reaktanata
- N11, N17 - ulaz medija u plašt
- N15, N16 - izlaz medija iz plašt
- K - odvod produkta

## 3.2. Opis procesa

Dijagram procesnih tokova (eng. *Process Flow Diagram*) dan je slikom 3.1.3.



Slika 3.2.1. Regulacija temperature reaktora R-301

U reaktoru R-301 provodi se prva od dvije reakcije u postupku proizvodnje generičkog lijeka. Nakon uvođenja reakcijske smjese u reaktor predviđeno vrijeme reakcije iznosi približno osam sati i trideset minuta, a Proizvodni ciklus jedne šarže traje oko dvanaest sati. Brzina vrtnje miješalice iznosi 60 o/min. Budući da je reakcija endotermna, u plašt reaktora se uvodi smjesa etilen glikol-voda kao medij za grijanje reaktora. Reakcija se provodi na temperaturi od približno 129 °C. Na kraju ciklusa, šarža se hladi i prenosi u sljedeći reaktor.

Regulacija temperature u reaktoru R-301 odvija se pomoću dva regulatora TCr01\_SIM i TCp02\_SIM u kaskadnoj strukturi. Primarni regulator TCr01\_SIM je regulator temperature u masi reaktora, a sekundarni regulator TCp02\_SIM regulator temperature medija na ulazu u plaštu. TCp02\_SIM je regulator s podijeljenim područjem koji dijeli signal na dva ventila VAp1i\_SIM i VAp2i\_SIM.

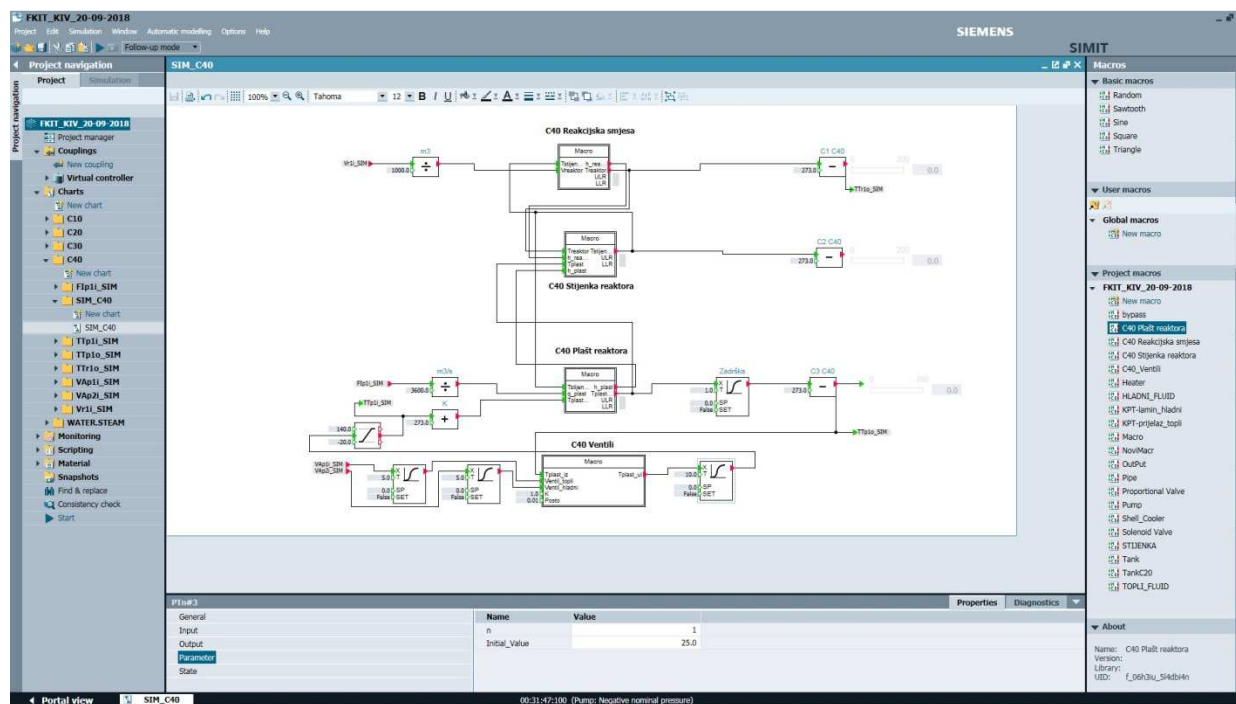
Regulacijski ventil VAp1i\_SIM regulira protok grijućeg medija (pare) u izmjenjivaču topline IG-301. Regulacijski ventil VAp2i\_SIM regulira protok rashladnog medija u izmjenjivaču topline IH-301. Rashladni medij u ovom sustavu je mješavina metanola i vode (tzv. sola). Mješavina etilen glikol-voda automatski se preusmjerava na izmjenjivače topline te po potrebi zagrijava ili hladi. Medij koji prolazi kroz izmjenjivače topline IG-301 ili IH-301 preusmjerava se s dva elektromagnetska ventila XV-301-3 i XV-301-4. Elektromagnetski ventil XV-301-3 otvoren je kad se upotrebljava para, a XV-301-4 otvoren je kad se upotrebljava rashladni medij sola.

Radno područje mjerenja svih senzora od -20 do 140°C. Izlazni signal primarnog regulatora u rasponu je od 0 do 100% i automatski se skalira na radno temperaturno područje od -20 do 140°C. i predstavlja radnu točku i ulaz u sekundarni regulator. Njegov izlaz je u rasponu od -100 do 100%. U rasponu od -100 do 0% signal se šalje na regulacijski ventil rashladnog medija VAp2i\_SIM, a od 0 do 100% na regulacijski ventil grijućeg medija VAp1i\_SIM.

## 4. REZULTATI I RASPRAVA

### 4.1. Model šaržnog reaktora

Izrađen je fundamentalni model šaržnog reaktora prema formulama (6), (8), (10). Modelom su definirana tri mjesta akumulacije, tzv. „macro“, a toplinska bilanca je rađena za svako mjesto akumulacije topline u sustavu. Mjesto akumulacije topline predstavlja dio sustava, reaktora, unutar kojeg se vrši izmjena topline: reakcijska smjesa, stijenka reaktora i medij u plaštu reaktora. Zasebno su modeliran rad regulacijskih ventila kod procesa grijanja i kod procesa hlađenja. Svaki *macro* sadrži bilančne jednadžbe energije za pojedinačno mjesto akumulacije, ulaze i izlaze vođenih varijabli i parametara. Vođene varijable su izlazne temperature u masi reaktora i medija u plaštu reaktora te ulazna temperatura medija u plaštu reaktora. Parametari *macro*-a su fizikalna svojstva medija u pojedinom mjestu akumulacije. Kako se bilančne jednadžbe rješavaju simultano, model šaržnog reaktora dan je uzročno-posljedičnim prikazom na slici 4.1.2.



Slika 4.1.1. Shematski prikaz modela šaržnog reaktora u SIMIT-u

*Macro-i* se izrađuje jednostavnom *drag-and-drop* tehnikom. Programski paket *SIMIT* sadrži bazu podataka s blok-shemama. Baza podataka sadrži predloške za jednostavne matematičke operacije poput zbrajanja i oduzimanja pa sve do složenijih poput integriranja. Kombiniranjem blok-shema izrađuje se matematički model procesa. Na slici 4.1.2. prikazana su četiri osnovna *macro*-a. Tri *macro*-a predstavljaju mjesta akumulacije, a definirana su gore navedeni jednadžbom. Također, definiran je *macro* „*VENTILI*“ za potrebe regulacije ventila i to jednadžbom (24):

$$T_{plast,ul} = T_{plast,iz} + (T_{plast,ul} * K * OP1) - (T_{plast,ul} * K * OP2) \quad (24)$$

$K$  - statička osjetljivost, [°C/%]

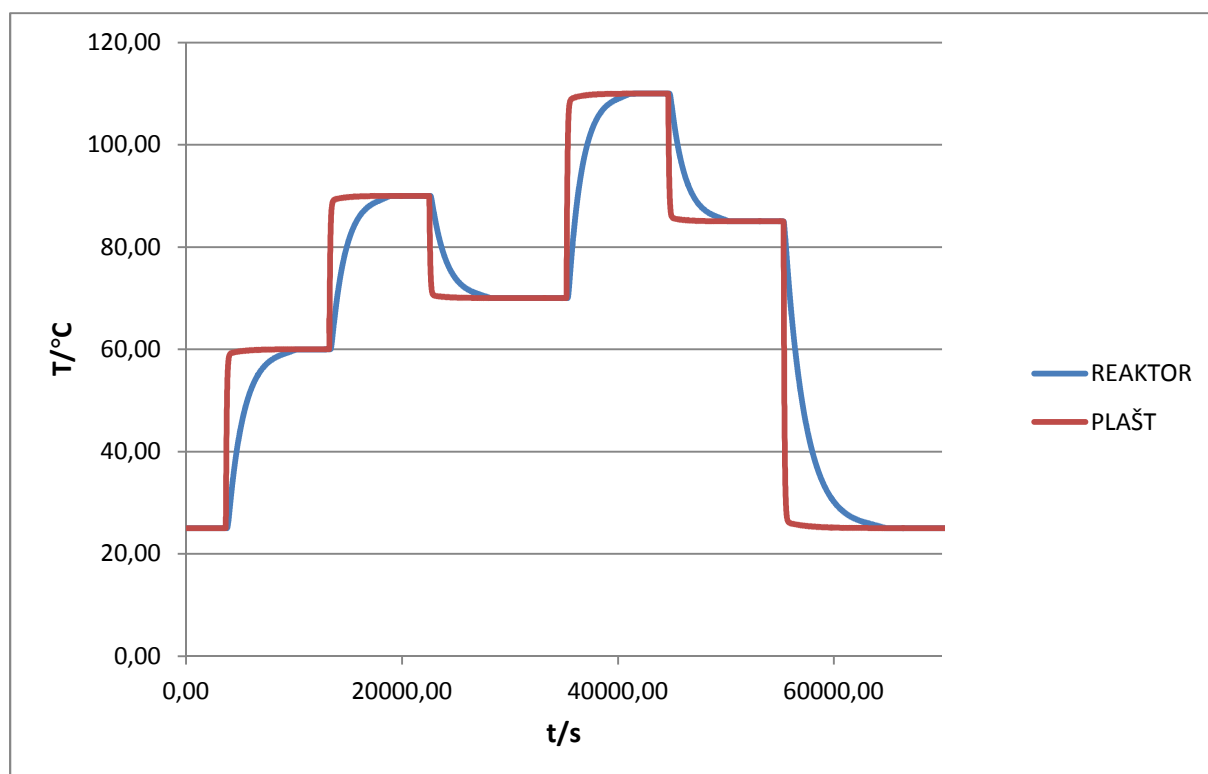
$OP1$  - otvorenost ventila 1, [%]

$OP2$  - otvorenost ventila 2, [%]

U modelu se definiraju i tzv. konektori koji služe za komunikaciju modela sa sustavom za vođenje temperaturom u masi šaržnog reaktora.

### *Simulacija modela*

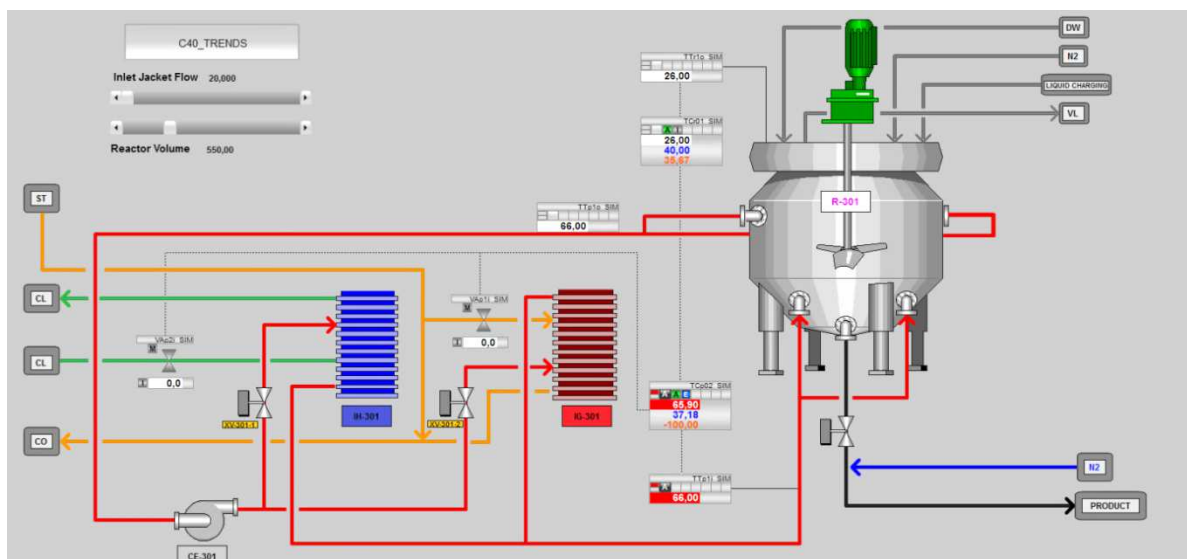
Programski alat *SIMIT* omogućava simuliranje promjena procesnih veličina iz modela u realnome vremenu. Simulirani su odzivi procesnih veličina na skokomičnu promjenu radne točke, u ovom slučaju radne točke za temperaturu u reaktoru. Odzivi su dani slikom 4.1.2. Promjenom radne točke temperature reaktora, odziv temperature u plaštu ponaša kao tipičan proces prvog reda, dok se odziv temperature u masi reaktora ponaša kao tipičan proces drugog reda zbog više mjesta akumulacije. Također, proces grijanja i hlađenja reaktora ima istu dinamiku te se ponaša linearno, tj. za istu promjenu radne točke ista je promijena temperature.



**Slika 4.1.2.** Ispitivanje vladanja dinamičkog modela šaržnog reaktora

## 4.2. Izrada grafičkog sučelja za vođenje procesa

Grafičko sučelje za nadgledanje i vođenje procesa (SCADA) izvedeno je u programskom paketu *SIMATIC WinCC V7*. Riječ je o računalnom sustavu za nadzor, mjerenje i vođenje procesa. Sustav sadrži grafičko sučelje za interakciju korisnika sa sustavom i opremom putem ikona ili vizualnih indikatora kako bi se sustav vodio u realnome vremenu. Izrađeno SCADA sučelje reaktora R-301 prikazano je na slici 4.2.1.



**Slika 4.2.1. SCADA sučelje za reaktor R-301**

Postupak izrada *SCADA* sustava može se podijeliti na dva dijela. U prvom koraku se dizajnira sučelje sustava. Iz postojeće baze uzimaju se predlošci i izrađuje grafičko sučelje za odabrani proces, u konkretnom slučaju šaržni reaktor sa sustavom za grijanje i hlađenje. Definiraju se ulazni i izlazni tokovi, regulacijska oprema, mjerna osjetila i pretvornici te pomoćna oprema da bi se dobio pregledni prikaz sa što manje detalja. Takvo sučelje olakšava vođenje procesa inženjerima i operatorima. Drugi korak je povezivanje postojećeg modela sa *SCADA* sustavom. Povezivanje se vrši modeliranjem ulazno-izlaznih signala u programskom paketu *SIMIT*. Za svaku varijablu koju želimo povezati sa *SCADA* sustavom definira se ulazni ili izlazni konektor. Zatim se modelira konektor tako što mu se zadaju granice, određuje se tip signal, ulazni ili izlazni. Svakom signalu se definira ime koje mora biti isto u *SIMIT*-u, *SCADA* sustavu. Sljedeći korak je definiranje strukture regulacije i njena konfiguracija koja omogućava izmjenu signala iz *SCADA* sustava u *SIMIT* i obrnuto.

### 4.3. Konfiguriranje regulacije šaržnog reaktora

Za izvedbu strukture regulacije koristi se softverski paket (eng. *Control Builder*). To je programski alat za izvedbu strategije vođenja. Grafičko sučelje omogućava korisniku stvaranje programskih baza, praćenja procesa izrade i dokumentacije prilikom razvijanja sustava za vođenje.

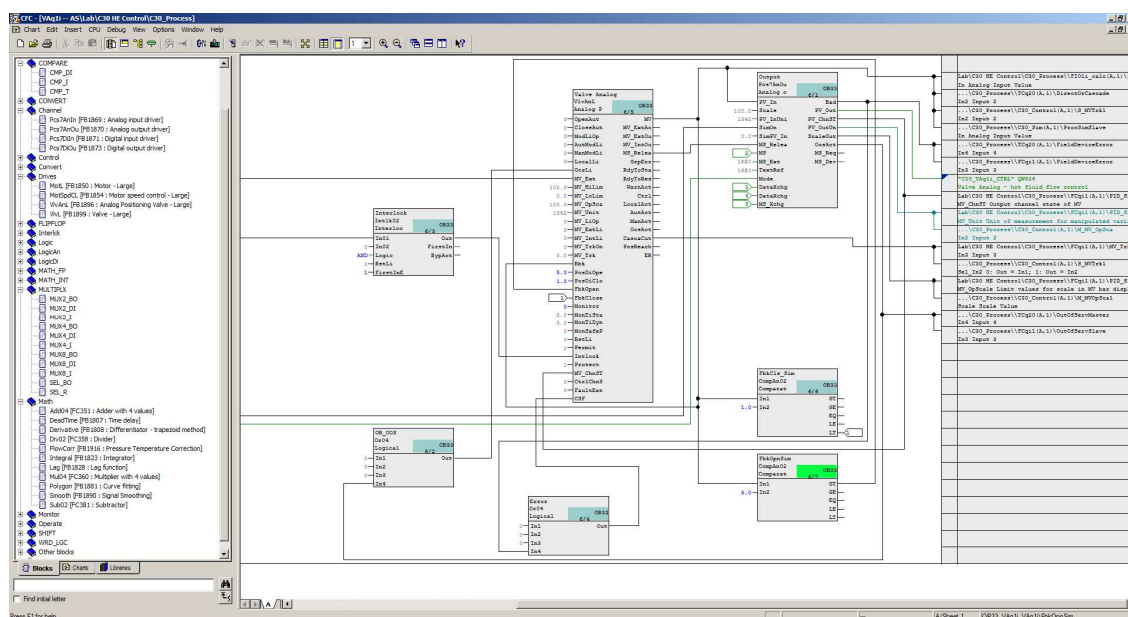
Osnovni objekti pomoću kojih se ostvaruje strategija vođenja procesa su funkcijski blokovi (eng. *function block*), kojima se povezuju elementi sustava (mjerni pretvornici, izvršne sprave itd.) u regulacijske krugove. Blokovi koji predstavljaju regulacijske krugove, programe radnih točaka (eng. *setpoint programmer*), planove radnih točaka (eng. *setpoint scheduler*) i ostale osnovne blokove.

Svakom funkcijskom bloku dodjeljuje se identifikacijski broj. Svaki funkcijski blok ima redni broj (eng. *order number*) koji definira slijed (sekvencu) izvođenja naredbi. Blokovi su povezani linijama koje predstavljaju analogne i digitalne signale. Oznake signala bitne su za povezivanje izlaza iz bloka prema drugim ulazima bez spajanja linijama. Na taj način povezuju se signali u cijeloj konfiguraciji.

Konfiguriranje regulacijskih krugova odvija se na grafičkom sučelju jednostavnom *drag-and-drop* tehnikom. Ovako izvedena konfiguracija na računalu prenosi se u regulator *ethernet* vezom.

Funkcijski blok može predstavljati fizikalni ulaz (npr. temperaturu, tlak, protok) ili izlaz (npr. otvorenost ventila), više fizikalnih ulaza i izlaza, proračun ili internu funkciju kao što je algoritam regulatora.

Prvo se bira tip ulaza i mjerni opseg. Ulazi i mogu biti analogni i digitalni. Sljedeći korak je definiranje izlaza koje, također, mogu biti analogne i digitalne. Nadalje, u regulacijskom krugu potrebno je definirati PID regulacijski blok. U bloku se definira algoritam, način djelovanja (direktno ili reverzno), početno stanje regulatora (eng. *initial mode*), vanjska radna točka (eng. *remote set point*), opseg (eng. *range*), ograničenja regulatora (eng. *limit*), itd. Sučelje za konfiguraciju regulacijske i slijedne logike dano je slikom 4.3.1.



**Slika 4.3.1.** Sučelje SIMATIC za konfiguraciju regulacijske i slijedne logike

Projektirana je kaskadna regulacija. Primarni regulator TCr01\_SIM je regulator temperature u masi reaktora i u takvoj strukturi pripada prvom regulacijskom krugu. Sekundarni regulator TCp02\_SIM je regulator temperature medija na ulazu u plaštu i pripada sekundarnom regulacijskom krugu. Primarni regulacijski krug zadaje radnu točku sekundarnom krugu, a sekundarni krug ima ulogu održavati temperaturu medija u plaštu reguliranjem protoka grijućeg ili rashladnog medija u izmjenjivačima topline kako bi se zadovoljila radna točka reaktora. Stoga, sekundarni regulator je regulator s podijeljenim područjem koji dijeli signal na dva ventila VAp1i\_SIM (grijući medija) i VAp2i\_SIM (rashladni medij), slika 4.2.1. Oba ventila ne mogu raditi u isto vrijeme. Izlazni signal sekundarnog regulatora dijeli na dva područja. Ako je signal na području -100-0 % šalje se prema regulacijskom ventilu rashladnog medija. Ako je signal na području 0-100 % tada se šalje prema regulacijskom ventilu grijućeg medija. Izbjegava se istovremena otvorenost oba ventila zbog gubitka energije, stoga je bitno uskladiti karakteristike ventila i izbjeći nelinearnosti prilikom prijelaza iz jednog u drugo radno područje. Uloga sekundarnog regulacijskog kruga jest ubrzati primarni krug, odnosno potisnuti pojavu poremećaja i tako smanjiti veća i dugotrajna odstupanja vođene varijable od radne točke.

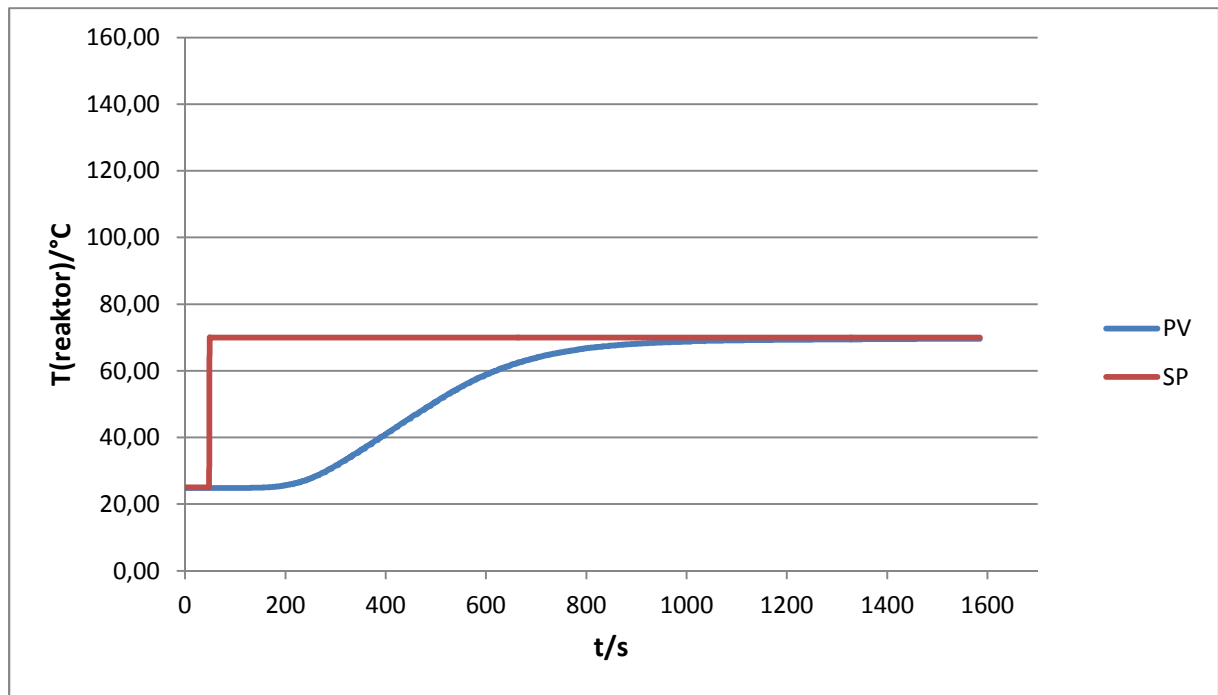
Nakon projektiranja kaskadne regulacije pristupilo se optimiranju PID parametara pojedinog regulatora. Prvo su se optimirali PID parametri sekundarnog regulatora, regulatora u plaštu, a zatim primarnog, regulatora u masi reaktora. PID parametri oba kaskadna regulatora optimirana su metodom pokušaja i pogreške (eng. *Trial and Error*). Stabilnost, brzina odziva i optimalni rad oba regulatora ispitani su posebno za proces grijanja i hlađenja na skokomičnu promjenu radne točke. U tablicama 1 i 2 dane su vrijednosti parametara ugođenih regulacijskih krugova TCr01 i TCp02 prilikom hlađenja i grijanja. Slikama 4.3.2. i 4.3.3. te 4.3.4. i 4.3.5. prikazano je djelovanje kaskadnih regulacijskih krugova za grijanje i hlađenje.

**Tablica 1.** Parametri regulacijskog kruga TCr01 za grijanje i hlađenje

| REGULACIJSKI<br>KRUG | PARAMETRI REGULACIJSKOG KRUGA |             |             |
|----------------------|-------------------------------|-------------|-------------|
|                      | $K_c$                         | $\tau_i, s$ | $\tau_d, s$ |
| <b>TCr01</b>         | 2                             | 480         | 0           |

**Tablica 2.** Parametri regulacijskog kruga TCp02 za grijanje i hlađenje

| REGULACIJSKI<br>KRUG | PARAMETRI REGULACIJSKOG KRUGA |             |             |
|----------------------|-------------------------------|-------------|-------------|
|                      | $K_c$                         | $\tau_i, s$ | $\tau_d, s$ |
| <b>TCp02</b>         | 1,4                           | 20          | 0           |



**Slika 4.3.2.** *Trend promjene temperature u reaktoru na skokomičnu promjenu radne točke za TCr01 tijekom grijanja*

Na slikama 4.3.2. i 4.3.3. prikazana je dinamička promjena temperature u masi reaktora i temperature u plaštu reaktora tijekom grijanja. Odziv temperature u masi reaktora (slika 4.3.2.) tipičan je primjer procesa drugog reda. Međutim, radi pojednostavljenja, odziv je prikazan modelom procesa prvog reda (25). Vizualno se dvije vremenske konstante nisu mogle odrediti što se inače određuje iteracijskim metodama za identificiranje modela. Druga vremenska konstanta bitna je za određivanje tromosti procesa.

$$\tau \frac{dy}{dt} + y = K * u \quad (25)$$

$K$  - statička osjetljivost, [°C/%]

$\tau$  - vremenska konstanta, [s]

$y$  - izlaz signal mjernog osjetila

$u$  - ulazni signal mjernog

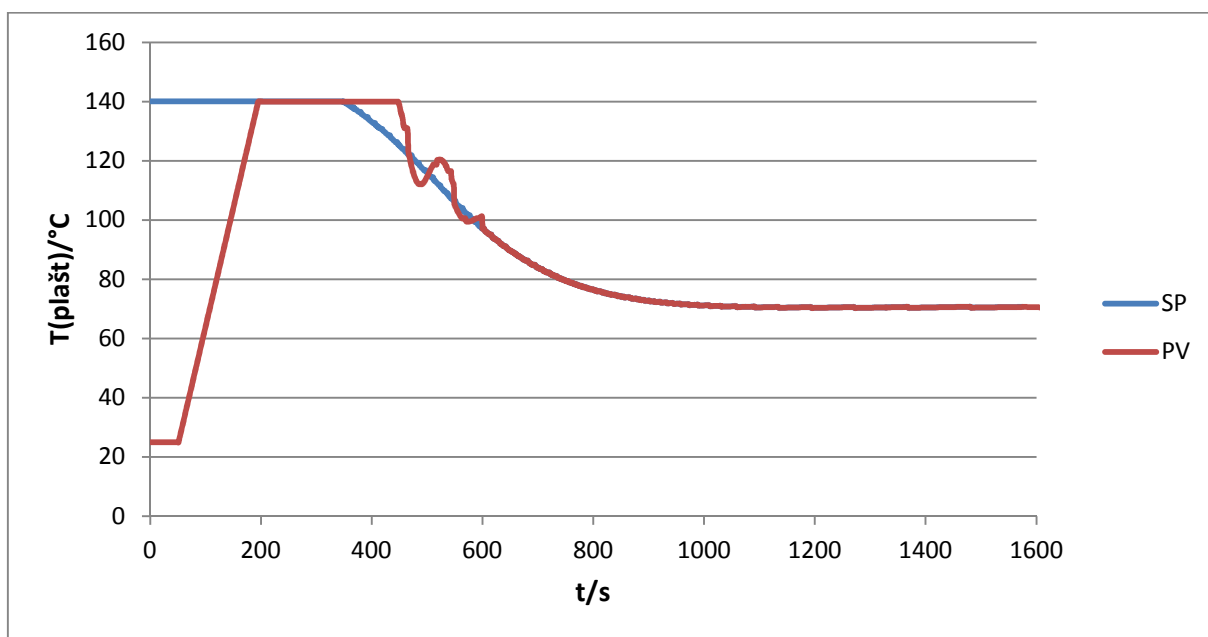
Kod modela procesa prvog reda nakon skokomične promjene upravljane varijable vođena varijabla nakon određenog vremena započinje s promjenom te dostiže i stabilizira se na novoj vrijednosti radne točke bez prebačaja. Karakteristike procesa prvog reda su:

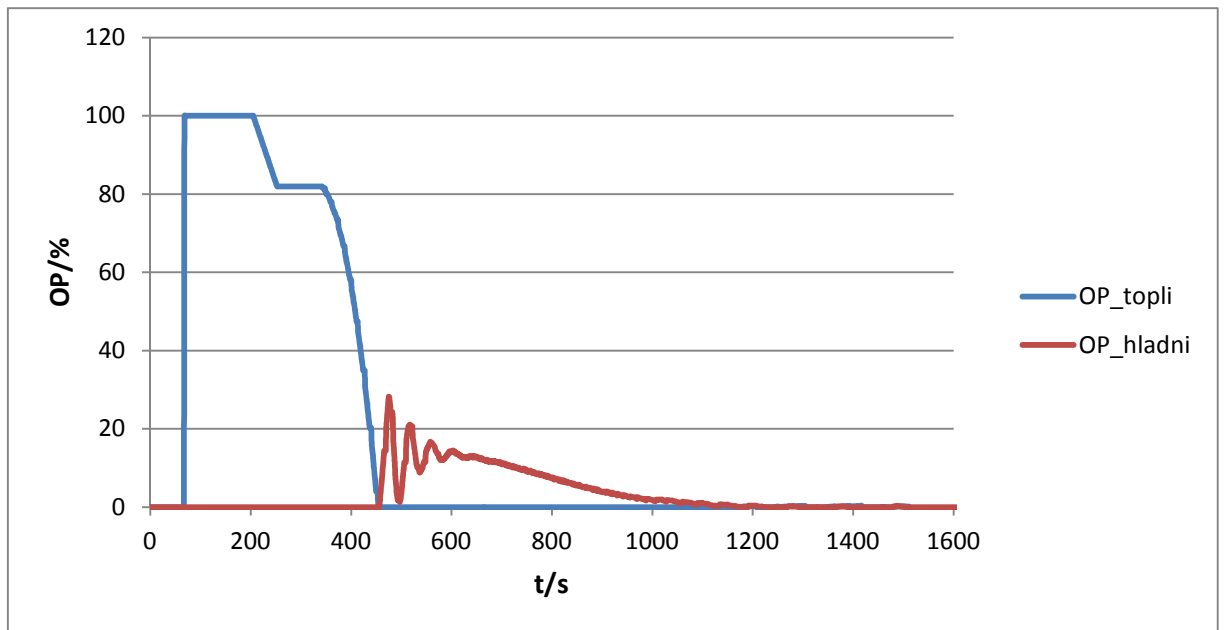
- *mrtvo vrijeme*,  $\theta = 120$  s
- *vremenska konstanta*,  $\tau = 28.45$  s
- *statička osjetljivost*,  $K = 1$

Odziv temperature u plaštu reaktora (slika4.3.3) tijekom grijanja tipičan je primjer procesa prvog reda (25) sa karakteristikama:

- *mrtvo vrijeme*,  $\theta = 5$  s
- *vremenska konstanta*,  $\tau = 15$  s
- *statička osjetljivost*,  $K = 1$

Na promjenu radne točke (SP) vođena varijabla (PV) dostiže i stabilizira se na novoj vrijednosti radne točke uz prebačaj i manje oscilacije oko radne točke uz kraće vrijeme stabilizacije. Ventili uspješno odrađuju ono što im regulator zada.

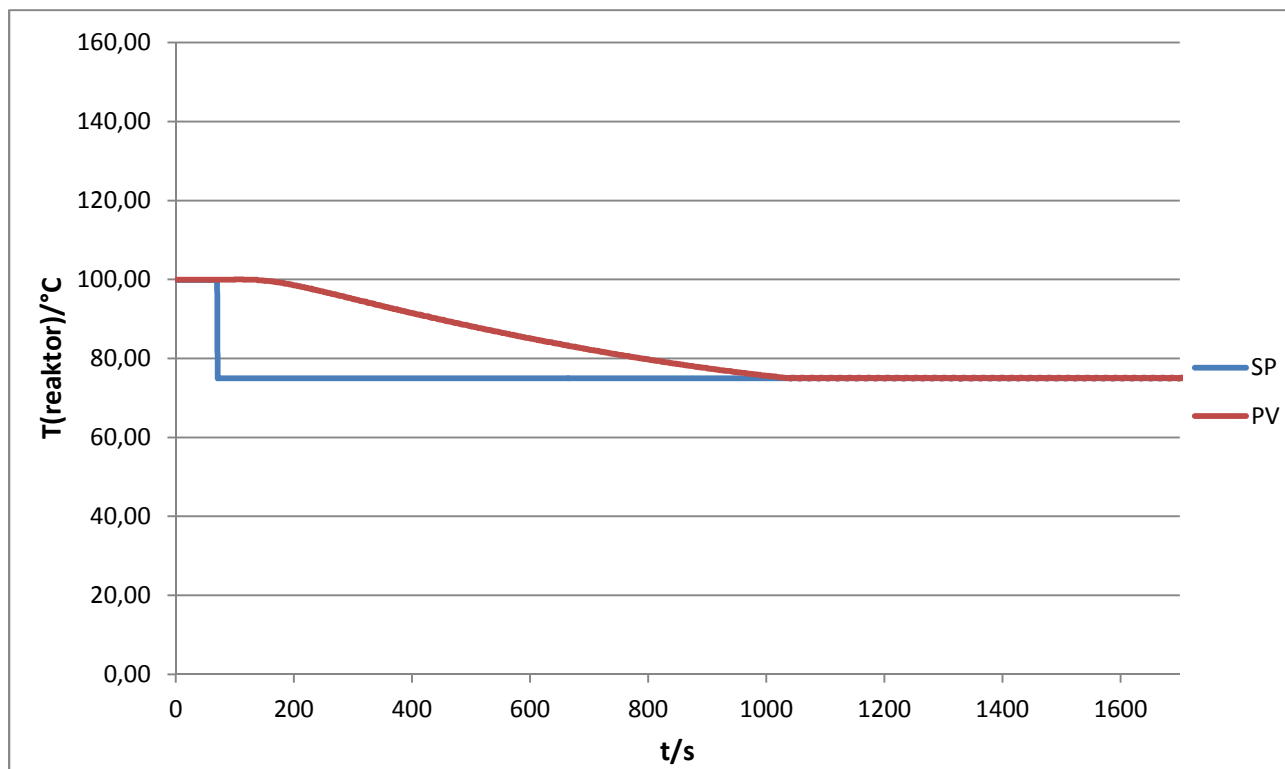




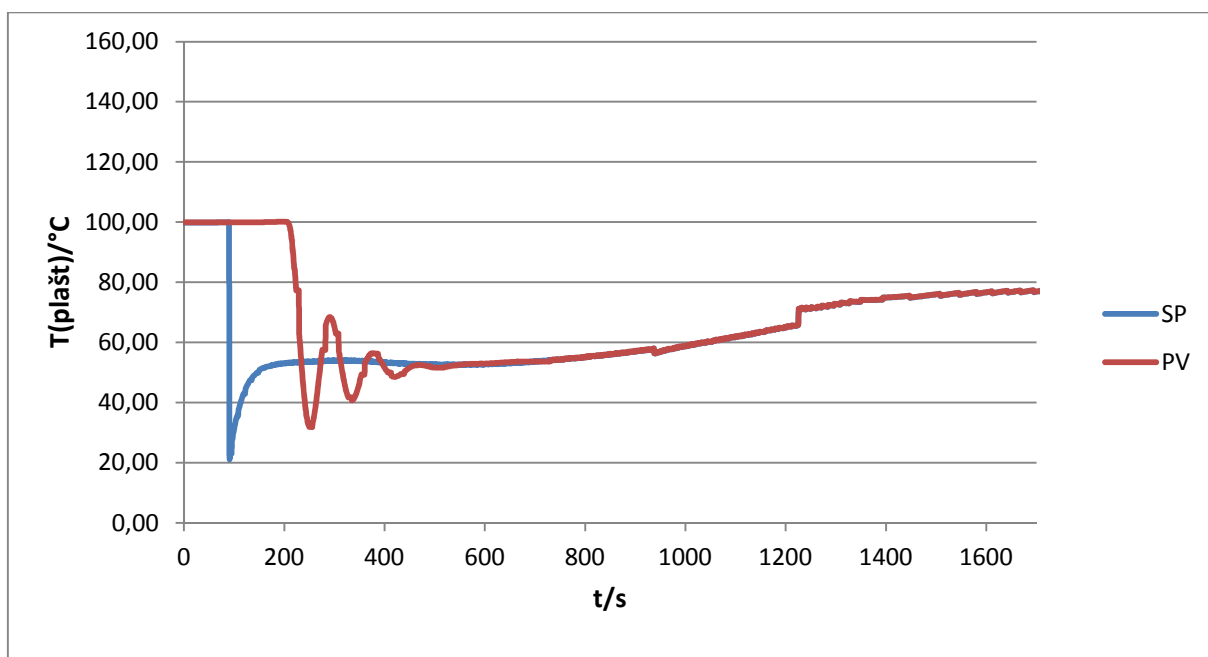
**Slika 4.3.3.** *Trend promjene temperature u plaštu reaktora na skokomičnu promjenu radne točke za TCr02 tijekom grijanja*

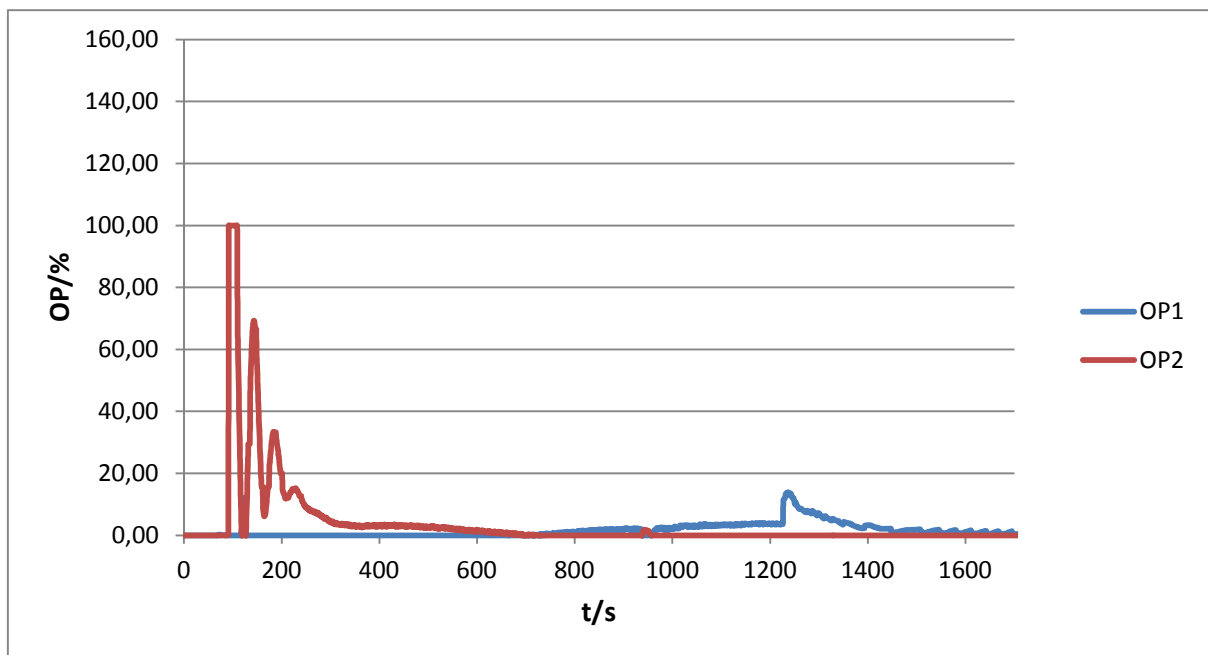
Na slikama 4.3.4. i 4.3.5. prikazana je dinamička promjena temperature u masi reaktora i temperature u plaštu reaktora tijekom hlađenja. Kao i kod grijanja, odziv temperature u masi reaktora pojednostavljeno je prikazan modelom procesa prvog reda s istim karakteristikama kao i kod grijanja uz promijenjenu vremensku konstantu koja iznosi  $\tau = 15$  s što znači da masa u reaktoru brže dostiže vrijednost radne točke prilikom hlađenja u odnosi na grijanje.

Odziv temperature u plaštu reaktora (slika 4.3.5) tijekom grijanja tipičan je primjer procesa prvog reda (25) sa istim karakteristikama kao i kod grijanja. Na promjenu radne točke (SP) vođena varijabla (PV) dostiže i stabilizira se na novoj vrijednosti radne točke uz prebačaj i nešto veće oscilacije oko radne točke uz kraće vrijeme stabilizacije. Ventili uspješno odrađuju ono što im regulator zada.



**Slika 4.3.4.** Trend promjene temperature u masi reaktora na skokomičnu promjenu SP za TCr01 tijekom hlađenja





**Slika 4.3.5.** *Trend promjene temperature u plaštu reaktora na skokomičnu promjenu radne točke za TCr02 tijekom hlađenja*

## 5. ZAKLJUČAK

U radu je izrađen model temeljen na realnome primjeru s farmaceutskog postrojenja. Cilj rada bio je analizirati rad šaržnog reaktora na temelju izvedenog matematičkog modela iz bilančnih jednadžbi. Izvedeni dinamički matematički model simulacijski je ispitan na nekoliko promjena procesnih uvjeta prilikom rada šaržnog reaktora. Izrada dinamičkog modela reaktora i njegova simulacija od iznimne su važnosti. Omogućavaju nam uvid u rad reaktora i njegovu dinamiku.

Projektiran je i sustav za vođenje i nadziranje (*SCADA* sustav) radom šaržnog reaktora. Izrada *SCADA* sustava omogućava jednostavniju regulaciju kao i uvid u dinamičko vladanje procesa. Optimirani su i PID parametri kaskadnih regulacijskih krugova i testirani posebno za proces grijanja i hlađenja pri čemu je dinamika hlađenja nešto malo brža dok su ostale karakteristike iste. Kao cilj optimiranja projektirane regulacije postignut je brži odziv vođene varijable u procesu, veća stabilnost procesa i minimalni prebačaj vođene varijable od radne točke, što je od izuzetne važnosti u farmaceutskoj proizvodnji.

Izvedeni sustav temelj je za daljnje ispitivanje dinamike procesa i optimiranje sustava za vođenje procesa. Takav automatizirani sustav omogućuje simulaciju različitih režima rada procesa i daljnju optimizaciju sustava za vođenje temperature u šaržnom reaktoru tijekom proizvodnje aktivnih farmaceutskih tvari. Zbog izrazito brzog i promjenjivog tržišta te konstantne potrebe za novim proizvodima reaktore je potrebno u najkraćem vremenu prilagoditi za nove uvjete rada.

## 6. PRILOZI

### Simboli:

|               |                                                 |
|---------------|-------------------------------------------------|
| A             | reaktant                                        |
| $A_s$         | površina izmjene                                |
| a             | stehiometrijski koeficijent reaktanta A         |
| B             | reaktant                                        |
| b             | stehiometrijski koeficijent reaktanta B         |
| C             | produkt                                         |
| c             | stehiometrijski koeficijent produkta C          |
| $C_p$         | specifični tolinjski kapacitet                  |
| d             | promjer reaktora                                |
| e             | pogreška                                        |
| $\bar{e}$     | srednje apsolutno odstupanje                    |
| $g_d$         | derivacijsko pojačanje regulatora               |
| $g_i$         | integralno pojačanje regulatora                 |
| $g_p$         | proporcionalno pojačanje regulatora             |
| H             | visina reaktora                                 |
| h             | koeficijent prijelaza topline                   |
| $-\Delta H_r$ | reakcijska entalpija                            |
| $h_p$         | koeficijent prijelaza topline u plaštu reaktora |
| $h_r$         | koeficijent prijelaza topline u reaktoru        |
| $K_c$         | pojačanje regulatora                            |
| l             | karakteristična duljina promatranog sustava     |
| n             | broj oretaja mješala                            |
| Nu            | Nusseltova značajka                             |
| Pr            | Prandtlova značajka                             |
| Re            | Reynoldsova značajka                            |
| $r_A$         | brzina kemijske reakcije                        |
| T             | apsolutna temperatura                           |
| t             | vrijeme                                         |
| $T_R$         | temperatura reaktora                            |
| $T_P$         | temperatura u plaštu reaktora                   |

|             |                                      |
|-------------|--------------------------------------|
| $T_s$       | temperatura stijenke reaktora        |
| $U$         | ukupni koeficijent prijelaza topline |
| $u$         | ulazni signal mjernog osjetila       |
| $V$         | volumen                              |
| $v$         | srednja brzina strujanja             |
| $Q$         | toplina                              |
| $\dot{Q}$   | toplinski tok                        |
| $q$         | toplinski fluks                      |
| $\dot{q}$   | protok medija u plaštu reaktora      |
| $x$         | smjer osi promjene temperature       |
| $y$         | izlazni signal mjernog osjetila      |
| $\hat{y}_t$ | izlaz predviđen modelom              |
| $y_i$       | vrijednost mjerenog ulaza            |

#### Grčki simboli:

|           |                                   |
|-----------|-----------------------------------|
| $\beta$   | koeficijent toplinske ekspanzije  |
| $\lambda$ | koeficijent toplinske vodljivosti |
| $\mu$     | dinamička viskoznost              |
| $\rho$    | gustoća                           |

#### Skraćenice:

|       |                                                                                          |
|-------|------------------------------------------------------------------------------------------|
| EMZ   | elektromagnetsko zračenje                                                                |
| FL    | linearizacija povratnom vezom (eng. <i>feedback linearization</i> )                      |
| M     | miješalo                                                                                 |
| MPC   | model nelinearnog prediktivnog vođenja (eng. <i>nonlinear model predictive control</i> ) |
| P&I   | <i>Piping and Instrumentation</i> dijagram                                               |
| PID   | proporcionalno-integralno-derivacijski regulator                                         |
| RMSE  | srednje kvadratno odstupanje                                                             |
| SP    | radna točka (eng. <i>set point</i> )                                                     |
| SCADA | računalni sustav za nadzor, mjerenje i vođenje                                           |
| TI    | indikacija temperature (eng. <i>temperature indication</i> )                             |
| TIC   | regulacija i indikacija temperature (eng. <i>temperature indication and control</i> )    |
| TRC   | zapis i regulacija temperature (eng. <i>temperature recording controller</i> )           |
| TT    | pretvornik temperature (eng. <i>temperature transmitter</i> )                            |

## 7. LITERATURA

1. Gomzi Z. (1998.), *Kemijski reaktori*, HINUS, Zagreb
2. Coulson J.M., Richardson J.F. (2018.), *Coulson and Richardson's chemical engineering*, Elsevier
3. Glasnović A., Sander A. (2011.), *Prijenos tvari i energije (interna skripta)*, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije, Sveučilišta u Zagrebu; Jedinične operacije u ekoinženjerstvu
4. Perry R.H., Green D.W. (2008.), *Perry's chemical engineers' handbook*, McGraw-Hill
5. Bolf N. (2015.), *Automatsko vođenje procesa (interna skripta)*, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije, Sveučilište u Zagrebu
6. Tomić A.M. (2017.), *Regulacije temperature u šaržnim reaktorima*, Diplomski rad, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije, Zagreb
7. Jobac K.G., Reid R.C. (1987.), *Estimation of pure-component properties from group-contribution*, Chem. Eng. Comm., Vol. 57., str. 233.-234.
8. Bolf N., *Bezdimenzijske značajke u dinamici fluida*, Kemija u Industriji, Vol. 67, Broj 1-2, 2018. stranice 77-78
9. Caccavale F., Lamarino M., Pierri F., Tufano V. (2011.), *Control and monitoring od chemical batch reactors*, Springer-Verlag London
10. Balaton M. G., Nagy L., Szeifert, F. (2012), *Model-Based Split-Range Algorithm for the Temperature Control of a Batch Reactor*, Department of Process Engineering, University of Pannonia, Hungary
11. Liptak B. G. (2006), *Instrument Engineers' Handbook: Process Control and Optimization*, Volume II, Taylor & Francis Group, SAD

## 8. ŽIVOTOPIS

Roko Perković [REDACTED] Osnovnu školu pohađao je u Pagu. Nakon završene osnovne škole upisuje *Gimnaziju Franje Petrića* u Zadru, smjer matematičko-informatički. *Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije Sveučilišta u Zagrebu* upisuje 2011. godine. Preddiplomski studij *Kemijsko inženjerstvo* završava 2016. godine s završim radom pod naslovom *Sinteza poli(3,4-etilendioksitiofen)/tio<sub>2</sub> nanokompozitnog fotokatalizatora i ispitivanje učinkovitosti UV-a fotokatalize* pod vodstvom prof. dr.sc. Zlate Hrnjak-Murgić. Rad je dostupan na mrežnim stranicama CROSBİ-a. Diplomski studij *Kemijsko procesno inženjerstvo* upisuje 2016. godine. S kolegama Toni Palčić, Filip Taradi i dr.sc. Željka Ujević Andrijić sudjeluje na projektu '*Napredna analiza i dijagnostika rada procesa*'. Rad je dostupan na mrežnim stranicama CROSBİ-a.