

УДК 681.5

А. С. Горбань, аспірант
М. А. Мінаков, аспірант
С. О. Цололо, канд. техн. наук, доцент
Донецький національний технічний університет, Україна
anton.stroncii@gmail.com

Побудова структурної схеми та визначення потоків даних в технологічному процесі фізико-хімічної лабораторії синтезу наноматеріалів

Проаналізована структура та організація роботи в фізико-хімічній лабораторії синтезу наноматеріалів. Декомпозиції структури лабораторії дозволили представити її модель у вигляді блокової системи. Визначені основні робочі потоки в лабораторії такого типу. Побудована структурна схема технологічного процесу синтезу наноматеріалів. На її основі побудована інформаційна схема хіміко-технологічного об'єкту управління процесом хімічного синтезу. Запропоновано типові рішення автоматизації окремих фрагментів цього об'єкту.

Ключові слова: SmartLab концепція, структурна схема технологічного процесу, інформаційна схема хіміко-технологічного об'єкту керування, типові рішення автоматизації.

DOI: 10.31474/1996-1588-2020-2-31-58-64

Вступ

Як показують, останні події 2020 року, використання концепції SmartLab при організації роботи наукових та учбових лабораторій, тісно пов'язано не тільки з тенденцією інтегрування в сучасному науковому просторі, але й з викликами пандемії, що внесла суттєві корективи у організацію роботи таких установ [1-3]. Особливо важливо це в умовах України, де лабораторії часто не є автоматизованими, та організація роботи в цій лабораторії призводить до необхідності узгодження безпосередніх контактів певної кількості співробітників або студентів. В цьому контексті, актуальність еволюційного розвитку сучасних наукових або учбових лабораторій від традиційних (Dark Lab) до розумних (Smart Lab) [4] набуває нового рівня.

Загальна концепція SmartLab охоплює цілий ряд напрямків [5-7]:

- автоматизація окремих вузлів та побудова на їх основі єдиної сітки керування наявним обладнанням та процесами в лабораторії;
- застосування IoT технологій для створення програмної платформи, що надає можливість віддаленого доступу до підключення або контролю обладнання інфраструктури лабораторії;
- створення програмної платформи, що дозволяє перевести значний потік документообороту та вимірювальних даних з паперу на комп'ютер;
- створення програмних продуктів аналізу даних та інше.

Відзначимо, що окремі частини кожного з цих напрямків впроваджені у сучасних лабораторій. В той же час, структура фізико-хімічної лабораторії синтезу наноматеріалів є більш складною у порівнянні з існуючими лабораторіями певного профілю, зокрема, аналітичними, біологічними, фізичними тощо.

Особливістю фізико-хімічної лабораторії синтезу наноматеріалів є досить складне наповнення, що включає:

- установки для хімічного синтезу;
- обладнання для характеристики матеріалу, що синтезований;
- засоби вимірювання функціональних властивостей отриманих матеріалів;
- програмні продукти для аналізу даних, що отримуються у лабораторії.

Хімічний синтез є основним технологічним процесом такої лабораторії і для його реалізації використовують різні лабораторні установки реактори різного масштабу. За технологічними характеристиками хімічний процес, що реалізується у реакторах великого масштабу, є подібним до процесу малотоннажного виробництва хімічного цеху, який є класичним об'єктом автоматизації [8]. Основними рисами такого виробництва є компактність у розміщенні обладнання, велика кількість електропривідного обладнання та висока гнучкість системи управління для швидкої зміни технологічного процесу у разі необхідності.

Разом з цим, відмінністю автоматизації хімічного синтезу є те, що лабораторна технологія орієнтована на синтез широкого кола матеріалів за хімічним, фазовим, гранулометричним складами, які відрізняються до того ж за своїми структурними або функціональними властивостями (розмір частинок, питома поверхня, стан поверхні тощо). Тому, автоматизація повинна враховувати особливі риси цього процесу, а саме наявність реакторів, систем підводки та відведення продукту, що синтезований, різного масштабу та дискретність більшості технологічних процесів в лабораторії. До того ж, в структурі таких лабораторій можна виділити декілька блоків із різною функціональністю, які зв'язані між собою [9], що значно ускладнює опис або побудову структури лабораторії як технологічного об'єкту автоматизації.

Відзначимо також, що при побудові технологічного об'єкту наукової або навчально-наукової лабораторії необхідно враховувати також задачі, які повинні реалізовуватися при їх роботі, а саме отримання знань про природний об'єкт та розвинення навичок, необхідних для роботи та аналізу отриманих даних. Згідно [10], діяльність таких лабораторій спрямована на реалізацію циклу знань, який формується шляхом аналізу відомої наукової та спеціальної літератури, планування експерименту, аналітичної обробки даних, що отримуються у результаті технологічного процесу та процесів характеристики синтезованого матеріалу, та формуванні результатів роботи. Ці результати після етапу після дискусії оформлюються у вигляді статей, матеріалів конференцій, патентів та інших джерел у відкритому або спеціалізованому науковому просторі.

Таким чином, структура наукової або навчально-наукової лабораторії повинна будуватися виходячи з їх задач. В роботі вирішуються декілька задач: визначення основних функціональних блоків та робочих потоків лабораторії, детальна декомпозиція основного блоку хімічного синтезу, побудова структурної схеми технологічного процесу та формалізація вхідних і вихідних даних хіміко-технологічного об'єкту керування.

Структура фізико-хімічної лабораторії

На рис. 1 наведена декомпозиція загальної структури та робочих процесів фізико-хімічної лабораторії синтезу наноматеріалів ДонФТІ НАН України як об'єкту дослідження.

В структурі лабораторії можна виділити п'ять робочих блоків:

- 1) блок В1 – блок зберігання та аналізу даних лабораторії і зовнішніх даних;
- 2) блок В2 – блок планування експерименту;
- 3) блок В3 – блок хімічного синтезу матеріалу;
- 4) блок В4 – блок характеристики синтезованого матеріалу;
- 5) блок В5 – блок дослідження функціональних властивостей матеріалу.

Робочі потоки в лабораторії включені у наступні цикли:

- малий цикл С1, який включає передачу даних та матеріалів між блоками В1-В4;
- розширений цикл С2, який включає передачу матеріалів або даних між блоками В1-В5;
- зовнішній цикл С3, що включає потік передачі матеріалу з блоку В3 та даних з блоків В4-В5 у зовнішні лабораторії та повернення даних з зовнішніх лабораторій у блок В1.

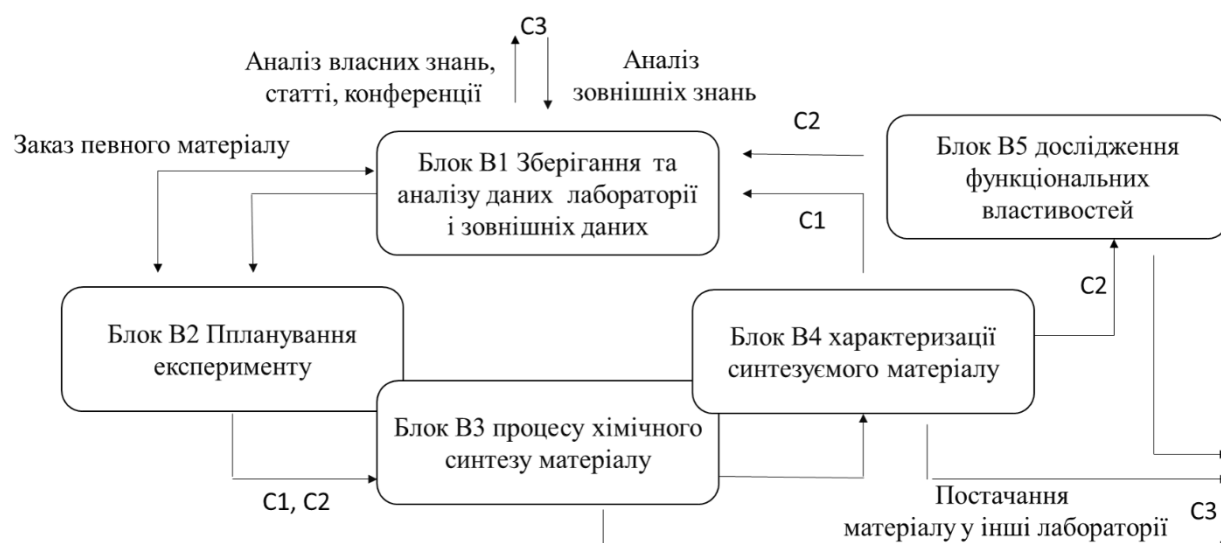


Рисунок 1 – Декомпозиція робочого процесу фізико-хімічної лабораторії синтезу наноматеріалів

Визначимо функціональність блоків В1-В5.

Блок В1 є базою даних, зберігає дані та інформацію, що надходить з блоків В4, В5 та зовнішніх лабораторій. Це інформація про структурні характеристики та функціональні властивості матеріалу, що синтезований у блоці В3. Інформація надходить у вигляді цифрових сигналів окремих вимірювальних приладів, зокрема інфрачервоного або ультрафіолетового-видимого спектрометру, рентгенофазового аналізатору, аналізатору питомої поверхні тощо. Ці сигнали є відображенням фізичних параметрів (час, вольти, амperi, довжини хвиль, інтенсивності та інше).

Блок В2 забезпечує функціональність щодо планування експерименту, зокрема створення протоколу запрограмованої роботи в лабораторії. Вхідними даними для формування протоколу є внутрішні бази даних лабораторії або зовнішнє замовлення. Всередині цього блоку формуються критерії для синтезу матеріалу та створюється детальний план експерименту.

Блок В3 забезпечує проведення хімічного синтезу матеріалів. Основна задача цього блоку запуск обладнання в необхідному режимі та контроль технологічного процесу. Цей блок є центральним блоком фізико-хімічної лабораторії.

Блок В4 забезпечує роботу сукупності фізико-хімічних методів характеристики матеріалу, що синтезований, збір та передачу цифрових сигналів у блок В1.

Блок В5 забезпечує роботу сукупності фізичних методів вимірювання функціональних властивостей матеріалу, що синтезований, збір та передачу цифрових сигналів у блок В1. Відзначимо, що особливостями апаратно-програмних рішень блоків В4 та В5 є необхідність об'єднання в одну сітку приборів з аналоговим та цифровим виходом.

Детальна декомпозиція структури цих блоків представлена в роботі [11]. Таким чином, структуру фізико-хімічної лабораторії можна представити як модульну систему. Таке уявлення о структурі фізико-хімічної лабораторії дозволяє розвивати апаратно-програмні рішення для окремих процесів різних за своїм призначенням. Оскільки блок В3 є центральним у фізико-хімічній лабораторії синтезу наноматеріалів, то в даній роботі акцентуємо увагу саме на структурі блоку В3 «Хімічного синтезу матеріалів».

Декомпозиція роботи блоку В3 та структура технологічного процесу хімічного синтезу матеріалів

Аналіз технологічного процесу як об'єкту автоматичного регулювання та контролю потребує виділення основних апаратів як об'єктів регулювання. Для цього необхідно провести детальну декомпозицію структури блоку В3, яка наведена на рис. 2.

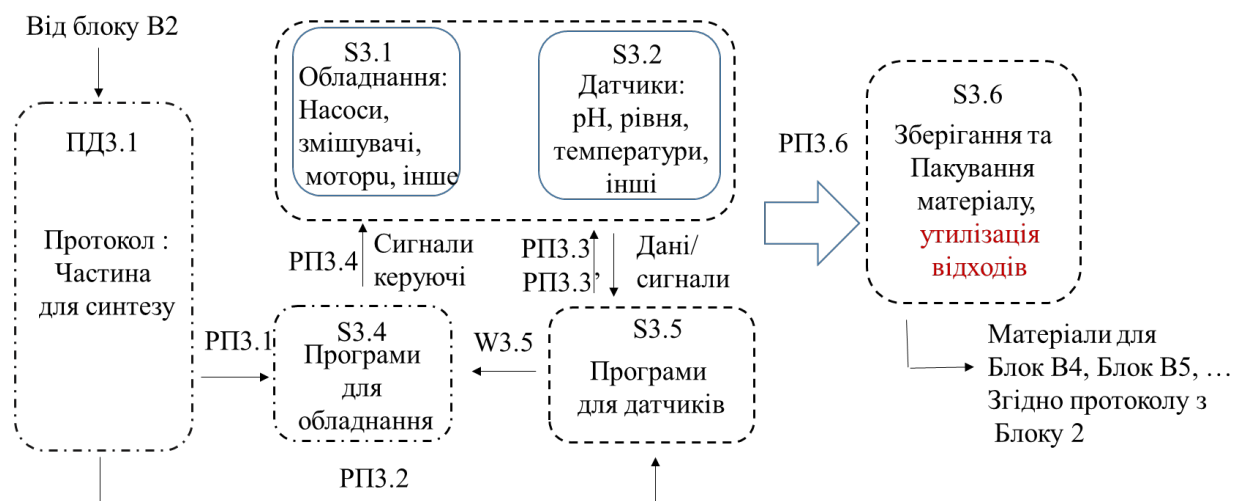


Рисунок 2 – Декомпозиція блоку В3 «Хімічний синтез матеріалу»

Конструкція блоку В3 є апаратно-програмним рішенням для запуску обладнання та контролю процесу синтезу. Блок містить у своїй структурі дві апаратних підсистеми зі своїми керуючими програмними підсистемами. Таким чином, структура блоку В3 може бути описана

через сукупність апаратних та програмних підсистем:

- підсистема ПД 3.1 формує та запускає протокол «Частина для синтезу»;
- підсистема S3.1 запускає основні компоненти обладнання для синтезу (реактори,

дозатори, фільтруючі елементи, електропривідне обладнання тощо).

– підсистема S3.2 запускає різноманітні датчики процесу, зокрема, реле часу, рН сенсори, датчики температури, датчики рівня;

– підсистема S3.3 є повністю програмною, вона включає, керує та контролює процес у підсистемі S3.1;

– підсистема S3.4 є програмною і вона запускає різноманітні датчики, отримує та обробляє дані від різних датчиків та керує процесом синтезу через обмін даними/керуючими сигналами.

Робочі потоки в цій системі розділені за функціями:

– робочий потік РПЗ.1 забезпечує передачу даних від підсистеми ПДЗ.1 через протокол «Частина для синтезу» до програмної підсистеми S3.3;

– РПЗ.2 забезпечує передачу даних від підсистеми ПДЗ.1 через протокол «Частина для синтезу» до S3.4;

– РПЗ.3 здійснює передачу даних різноманітних датчиків з S3.2 та обмін контрольних сигналів між S3.2 та S3.4;

– РПЗ.4 забезпечує обмін даними та керуючими сигналами між S3.1 та S3.3, що забезпечують роботу обладнання синтезу та технологічного процесу;

– РПЗ.5 здійснює обмін даними між S3.3 та S3.4, що забезпечує обмін даними між датчиками, функціонування обладнання і контроль за процесами синтезу.

– РПЗ.6 передає синтезований матеріал у подальшу обробку або зберігання, а також утилізує відходи.

Далі розглянемо детально структурну схему підсистеми S3.1, що є центральною в процесі синтезу.

Схема технологічного процесу осадження в блоці наноматеріалів

Процес хімічного синтезу оксидного наноматеріалу базується на осадженні у водному розчині відповідних солей металів агентом осадником (наприклад, гідроксидом амонію) з отриманням нерозчинного осаду, який після осадження висушується. Після проведення хімічного синтезу включається автоматична мийка реакторів.

Для розуміння необхідного рівня автоматизації апаратної частини S3.1 (рис. 2) блоку ВЗ була проведена детальна декомпозиція цієї підсистеми за функціональним призначенням окремого обладнання та процесів, в яких воно задіяне (рис. 3).

За функціональним призначенням обладнання підсистема S3.1 складається з:

– підсистеми S.D – дозатори (D1-D4), дозатор-змішувач (D-S);

– підсистеми S.R – реактор хімічного синтезу періодичної дії (D-R) або реактор-дозатор (D-R);

– підсистеми S.F – фільтруюче обладнання;

– підсистеми S.SA – обладнання для накопичувача осаду;

– підсистеми S.DS: обладнання для висушування та відпалу осаду;

– системи S.CIP – система мийки реактора.

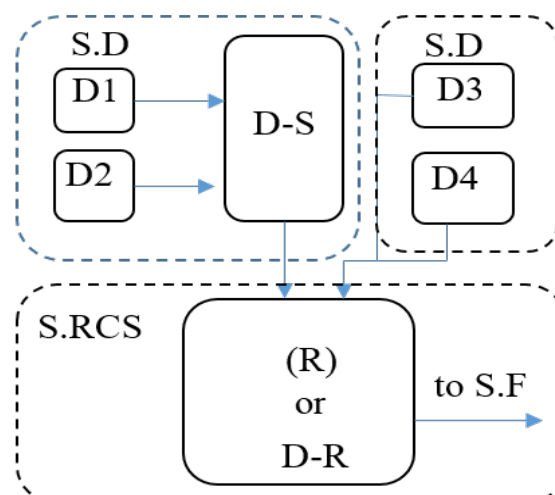


Рисунок 3 – Декомпозиція підсистеми S3.1

Підсистеми S.D, S.R, S.F и SA включені у єдину сітку NW1 та матеріал, що було синтезовано, та відходи проходять через низку насосів, витратомірів, керованих клапанів та регулюється певними датчиками. Ці підсистеми задіяні у технологічному процесі послідовно. Система S.CIP включається після закінчення вказаних процесів.

Система S.DS є дискретною, режим її роботи задається програмно за спеціальним алгоритмом висушування і мікрохвильовій печі та відпалу у термічній печі.

У підсистемах S.D та S.R реалізується безпосередньо процес мокрого хімічного синтезу. В підсистемі S.D розчини солей відповідних металів поступають з дозаторів D1-D2 у дозатор-змішувач D-S в певній концентраційній пропорції $C_{D1}=nC_{D2}$ і до досягнення певного рівня L_{DS} . Паралельно вода з дозатору D3 та аміак з дозатору D4 змішуються в реакторі R (при цьому реактор виступає як реактор-змішувач) до досягнення певної величини pH_{out} та рівня L_1 .

Після досягнення певного рівня розчинів у дозаторі-змішувачі та в реакторі-змішувачі починається перемішування протягом 30 хвилин. Після закінчення цього перемішування розчин з дозатору-змішувача (потік G_{DS}) поступає в реактор (R) для осадження. Осадження проводиться протягом однієї години, після чого осадок (потік G_R) передається в підсистему

фільтрації S.F. Температура для цього процесу в реакторі не підтримується.

Формалізація вхідних і вихідних даних окремих фрагментів блоку синтезу наноматеріалів

Аналіз будь-якого технологічного процесу, що описується як об'єкт автоматичного регулювання потребує виявлення усіх вагомих вхідних та вихідних параметрів [9,12,13].

На основі описаного технологічного процесу осадження побудована інформаційна схема хіміко-технологічного об'єкту управління різних фрагментів процесу (рис. 4). Показано, що об'єкт є складно зв'язаним. На основі аналізу класифіковано вхідні та вихідні дані, що дозволило виділити збентежуючі впливи, керуючі впливи та найбільш доцільно-керуючі впливи для різних фрагментів.

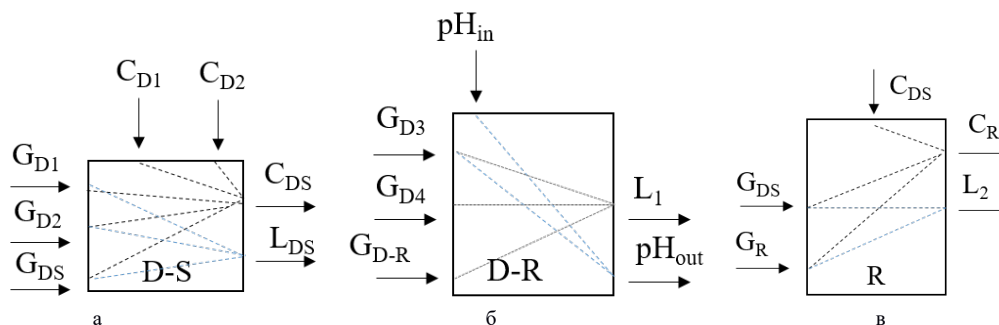


Рисунок 4 – Формалізація вхідних і вихідних даних блоку синтезу за фрагментами
а) дозатор-змішувач, б) реактор-дозатор, в) реактор.

Контроль за перебіганням хімічного процесу здійснюється за параметрами «рівень» (L_{DS} , L_1 та L_2) та параметру pH_{out} та потокам відповідних розчинів (G_{D1} – G_{D4} , G_{DS}). При відхиленні від заданих значень параметру «рівень» у бік великих значень або падінні потоків включається система захисту (виконується команда зупинки потоків та процесу хімічного синтезу) і включається сигналізація.

Типове рішення автоматизації окремих фрагментів хіміко-технологічного об'єкту управління

Типові рішення автоматизації хіміко-технологічного об'єкту керування хімічним синтезом за наступними фрагментами обрані такими:

– для фрагменту D-S – каскадна схема регулювання співвідношення розходів двох речовин ($G_{D1}=nG_{D2}$) при заданому відомому розході (G_{D2}) з корекцією за технологічним параметром «рівень» (L_{DS}) у дозаторі-змішувачі D-S (рис. 4а);

– для фрагменту D-R – схема регулювання, де регулювання pH_{out} відбувається за величиною потоку розчину аміаку G_{D3}), а регулювання

Збентежуючи дії для окремих фрагментів об'єкту визначені такими:

- концентрація солей (C_{D1} та C_{D2}) для фрагменту дозатор-змішувач D-S (рис. 4а);

- pH_{in} розчину аміаку для фрагменту D-R (рис. 4б);

- концентрація суміші розчинів солей певних металів (C_{DS}) для фрагменту R (рис. 4в).

Можливими керуючими діями є потоки відповідних розчинів, що подаються в окремі фрагменти об'єкту в процесі хімічного синтезу матеріалу. За окремими фрагментами це є:

- потоки окремих розчинів солей відповідних металів (G_{D1} та G_{D2}) для фрагменту D-S (дозатор-змішувач);

- потік води (G_{D4}) та потік розчину аміаку (G_{D3}) для фрагменту D-R (дозатор-реактор);

- потік суміші солей (G_{DS}) для фрагменту R.

параметру «рівня» L_1 відбувається за величиною потоку води (G_{D4});

– для фрагменту R – схема регулювання розходу розчину суміші солей (G_{DS}) з корекцією за технологічним параметром «рівень» (L_2) в реакторі R (рис.4в).В цьому випадку контролюється потік G_{DS} та рівень L_1 .

Переключення між окремими фазами синтезу для включення роботи окремих фрагментів регулюють часові реле. Усі елементи також мають статичні датчики температури. Для автоматизації електродвигунів електроприводів мішалок пропонуються частотні перетворювачі (тахометри), які подають сигнали на асинхронний двигун та запускають мішалку.

Висновки

В роботі проведено аналіз структури фізико-хімічної лабораторії наноматеріалів. Виділено основні функціональні блоки в структурі лабораторії та визначені робочі потоки. Показано, що центральним блоком лабораторії такого типу є блок хімічного синтезу наноматеріалів.

Проведена детальна декомпозиція блока хімічного синтезу, визначені її основні підсистеми та описані робочі потоки для зв'язки між цими

підсистемами. За результатами декомпозиції побудована структурна схема технологічного процесу синтезу наноматеріалів.

На основі визначеної структурної схеми технологічного процесу синтезу наноматеріалів виконано формалізацію вхідних і вихідних даних хіміко-технологічного об'єкту управління за окремими визначеними фрагментами структури

технологічного процесу хімічного синтезу. Далі виділено можливі збентежуючі, можливі керуючі та найбільш доцільно-керуючі дії об'єкту автоматичного управління.

За результатами формалізації даних визначені типові схеми автоматизації кожної зі стадій технологічного процесу синтезу наноматеріалів.

Список літератури

1. Yin H. Smart Lab Technologies in Handbook of Mobile Teaching and Learning. Berlin: Springer, 2015. P. 999-1012.
2. Lyalina Y., Langmann R., Krisilov V. Smart lab concept for different training modes as an extension of the remote lab. Proceeding of 9th International Conference on Remote Engineering and Virtual Instrumentation (REV). Bilbao, 2012. P. 1-4.
3. Adhav D., Pagar R., Sonawane R., Tawade S. Smart Laboratory. Intern. Journal of Trend in Scientific Research and Development. 2019. Vol. 3, No 3. P. 504-509.
4. Frey J. G. Dark Lab or Smart Lab: The Challenges for 21st Century Laboratory Software. Org. Proc. Res. Dev. 2004. Vol. 8, No 6. P. 1024-1035.
5. Halme D. G., Khodor J., Mitchel R. et al. A Small-Scale Concept-based Laboratory Component: The Best of Both Worlds. CBE Life SciEduc. 2006. Vol. 5, No 1. P. 41-51.
6. Parrill A. L., Lipkowitz K. B. Reviews in Computational Chemistry. N.Y.: Willey & Sons Inc, 2016. Vol. 29. 489 p.
7. Boogaard P., Segalstad S., Liscouski J. et al. Building a Smart Laboratory. Scientific Computing World. Cambridge: Europa Science Ltd, 2018. P. 1-42.
8. Kovalev I. V., Zelenkov P. V., Losev V. V. et al. Methodological approach for identification the function of the object for automatic regulation system of the continuous technological processes. IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 2016. Vol. 155. P. 012033.
9. Tan Q., Denojean-Mairet M., Wang H. et al. Toward a telepresence robot empowered smart lab. Smart Learning Environments. 2019. Vol. 6, No 5. P.1-19.
10. Charitidis C. A., Georgiou P., Koklioti M. A., et al. Manufacturing nanomaterials: from research to industry. Manufacturin Rev. 2014. Vol. 1, No 1. P.1-19.
11. Gorban A., Tsololo S., Akhkozov L. et al. Smart lab concept in modern scientific and learning space of nanomaterials science. Dortmund International Research Conference 26-27 June 2020, Dortmund in press.
12. Schuler H. Automation in Chemical Industry. Automatisierungstechnik. 2006. Vol. 54. P. 363-371.
13. Cichocki A., Ansari H.A., Rusinkiewicz M., Woelk D. Workflow and Process Automation. Concepts and Technology. Springer US, 2012.

References

1. Yin, H. (2015), "Smart Lab Technologies in Handbook of Mobile Teaching and Learning", Berlin: Springer, pp. 999-1012.
2. Lyalina, Y., Langmann, R., Krisilov, V. (2012), "Smart lab concept for different training modes as an extension of the remote lab", *Proceeding of 9th International Conference on Remote Engineering and Virtual Instrumentation (REV)*, Bilbao, pp. 1-4.
3. Adhav, D., Pagar, R., Sonawane, R. et al. (2019), "Smart Laboratory", *Intern. J of Trend in Scientific Research and Development*, No. 3, pp. 504-509.
4. Frey, J.G. (2004), "Dark Lab or Smart Lab: The Challenges for 21st Century Laboratory Software", *Org. Proc. Res. Dev.*, No. 6, pp. 1024-1035.
5. Halme, D.G., Khodor, J., Mitchel, R. et al. (2006), "A Small-Scale Concept-based Laboratory Component: The Best of Both Worlds", *CBE Life SciEduc.*, No. 1, pp. 41-51.
6. Parrill, A.L., Lipkowitz, K.B. (2016), "Reviews in Computational Chemistry", *N.Y.: Willey & Sons Inc.*, 499 p.
7. Boogaard, P., Segalstad, S., Liscouski, J. et al. (2018), "Building a Smart Laboratory", *Scientific Computing World*, Cambridge: Europa Science Ltd.
8. Kovalev, I.V., Zelenkov, P.V., Losev, V.V. et al. (2016), "Methodological approach for identification the function of the object for automatic regulation system of the continuous technological processes", *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, p. 012033.
9. Tan, Q., Denojean-Mairet, M., Wang, H. et al. (2019), "Toward a telepresence robot empowered smart lab", *Smart Learning Environments*, No. 5, pp.1-19.

10. Charitidis, C. A., Georgiou, P., Koklioti, M. A. et al. (2014), "Manufacturing nanomaterials: from research to industry", *Manufacturin Rev.*, No. 1, pp.1-19.
11. Gorban, A., Tsololo, S., Akhkozov, L. et al (2020), "Smart lab concept in modern scientific and learning space of nanomaterials science", *Dortmund International Research Conference 26-27 June 2020*, Dortmund in press.
12. Schuler, H. (2006), "Automation in Chemical Industry", *Automatisierungstechnik*, pp. 363-371.
13. Cichocki, A., Ansari, H.A., Rusinkiewicz, M., Woelk, D. (2012), "Workflow and Process Automation. Concepts and Technology", *Springer US*.

Надійшла до редакції 06.10.2020

A. GORBAN, M. MINAKOV, S. TSOLOLO

Donetsk National Technical University, Pokrovsk, Ukraine

anton.stroncii@gmail.com

BUILDING OF STRUCTURAL SCHEME AND DETERMINATION OF DATA FLOW IN TECHNOLOGICAL PROCESS OF PHYSICAL-CHEMICAL LABORATORY OF NANOMATERIALS

The possibility of organization of work in physical-chemical laboratory in concept Smart Lab is seen. It was shown that the feature of physical-chemical laboratory of nanomaterial is complex of different equipment for their tasks. These tasks are planning of experiments, chemical synthesis of nanomaterial, characterization of nanomaterials and measurements of functional properties of nanomaterial. The considerations explained in this contribution show that the physicochemical laboratory of nanomaterials could be described as a modular system of interconnected blocks. Main workflows in laboratory are determined. It is shown that the structure of the laboratory is described by five blocks, the central of which is the block of chemical synthesis of nanomaterials. The decomposition of chemical synthesis of nanomaterials has been built. The structure of the central block of laboratory of such type was seen more detail. The main subsystems and main workflows in structure of block B3 "Chemical synthesis of material" were described. Detailed decomposition of the chemical synthesis unit was carried out, the main subsystems were identified. Functionality of each subsystem is determined. The structural scheme of the technological process and the dataflow scheme of some fragments of the chemical-technological object of automatic control are constructed. Based on the analysis of the dataflow scheme, possible disturbing and possible controlling impacts of the object of automatic control are identified. Based on the data obtained, typical automation schemes for each fragment of the technological process are constructed. It should be noted that the automatic control object is a complex multi-connected object

Keywords: *SmartLab conception, structural scheme of technological process, information scheme of chemical-technological object of control, typical solution of automation.*