

Jedan pristup upravljanju peći za hidrotermalnu sintezu nanomaterijala

Bojan Rajković, Ivan M. Trajić, Sonja Jovanović, Zoran Jovanović, Dragana Ćirić, *Institut za nuklearne nauke "Vinča", Univerzitet u Beogradu, Bratislav Đelošević, Mikrorem d.o.o., Čačak*

Apstrakt—U cilju poboljšanja karakteristika regulacije temperature peći za zagrevanje autoklava sa uzorcima za izvođenje eksperimenta hidrotermalne sinteze nanomaterijala izvedeno je hardversko poboljšanje i razvijen je softver za daljinsko upravljanje i nadglednje procesa zagrevanja personalnim računarnom (PC). Hardversko poboljšanje se odnosi na zamenu postojećeg sistema regulacije termostatom, kojim se vršilo ON-OFF upravljanje sa histerezisom, regulacijom zasnovanoj na PID i ON-OFF upravljanju i uvođenje dvostepenog sistema zagrevanja. Kontroler kojim se vrši upravljanje povezan je sa PC računarnom preko RS485 interfejsa. Namenski softver MicroOven je razvijen u cilju zadavanja parametara i praćenja toka eksperimenta u realnom vremenu. Softver komunicira sa udaljenim temperaturnim kontrolerom preko Modbus RTU komunikacionog protokola. Na ovaj način došli smo do uštede u nabavnoj ceni uređaja od preko 50% u odnosu na slične komercijalno dostupne proizvode.

Ključne reči—PID kontrola; ON-OFF kontrola; Modbus RTU; realno vreme

I. UVOD

OSNOVNE zahteve i parametre zagrevanja i regulacije određuje sam postupak hidrotermalne sinteze nanomaterijala [1]. Izvođenje eksperimenta hidrotermalne sinteze nanomaterijala [2] u autoklavima zahteva održavanje zadate temperature u rasponu od 50 °C do 300 °C sa tolerancijom od ± 2 °C što postojeća peć koju smo imali nije omogućavala. Takođe bilo nam je potrebno da obezbedimo kratak prelazni režim, odnosno kratko vreme dostizanja zadate vrednosti temperature - od sobne temperature do 150 °C za manje od 3 minuta. Peć koju smo imali na raspolaganju je zapravo kuhinjska ugradna rerna i sastojala se od termoizolovane komore, grejača, ventilatora i termostata preko kog se vršilo ON-OFF upravljanje sa histerezisom, što je davalo varijaciju temperature od

Bojan Rajković – Institut za nuklearne nauke Vinča, Univerzitet u Beogradu, Mike Petrovića Alasa 12-14, 11001 Beograd, Srbija (e-mail: bojan.rajkovic@vin.bg.ac.rs).

Ivan M. Trajić – Institut za nuklearne nauke Vinča, Univerzitet u Beogradu, Mike Petrovića Alasa 12-14, 11001 Beograd, Srbija (e-mail: tivan@vinca.rs).

Sonja Jovanović – Institut za nuklearne nauke Vinča, Univerzitet u Beogradu, Mike Petrovića Alasa 12-14, 11001 Beograd, Srbija (e-mail: sonja.jovanovic@vinca.rs).

Zoran Jovanović – Institut za nuklearne nauke Vinča, Univerzitet u Beogradu, Mike Petrovića Alasa 12-14, 11001 Beograd, Srbija (e-mail: zjovanovic@vinca.rs).

Dragana Ćirić – Institut za nuklearne nauke Vinča, Univerzitet u Beogradu, Mike Petrovića Alasa 12-14, 11001 Beograd, Srbija (e-mail: dragana.siljkut@gmail.com).

Bratislav Đelošević – Mikrorem d.o.o. Braće Spasić 4a, 32000 Čačak, Srbija (e-mail: office@mikrorem.com)

± 20 °C, daleko više nego što je bilo prihvatljivo. Stoga smo na ovoj peći izveli modifikaciju kojom smo zadovoljili uslov za izvođenje eksperimenta. Takođe smo razvili namenski softver kojim smo omogućili da se daljinski zadaju parametri regulacije, prati tok procesa zagrevanja u realnom vremenu i na kraju trajno sačuvaju izmereni odabirci. Kontroler MR200W [3] koji smo umesto termostata iskoristili za zatvaranje povratne sprege, ima RS485 interfejs čime smo dobili mogućost povezivanja na PC računarnom. Daljinsko upravljanje preko PC računara smo realizovali korišćenjem RS485 interfejsa i Modbus RTU [4] komunikacionog protokola.

II. HARDVERSKA REALIZACIJA

Umesto termostata u kolu povratne sprege smo upotreбили MR200W namenski kontroler za temperaturnu regulaciju, proizvod domaće firme Mikrorem. Ovaj kontroler predstavlja jednokanalni sistem za merenje temperature sa dva izlaza. Izlazi su relejnog tipa i za svaki izlaz je moguće zadati nezavisan režim regulacije. Mogući režimi regulacije su P, PI, PD, PID i ON-OFF regulacija sa histerezisom. Za PID tipove regulacije izlaz iz kontrolera MR200W je zapravo impulsno širinski modulirana vrednost izlaza iz PID kontrolera. Temperatura se meri termoparom K-tipa. Na slici 1 je prikazan uređaj, bez PC računara.

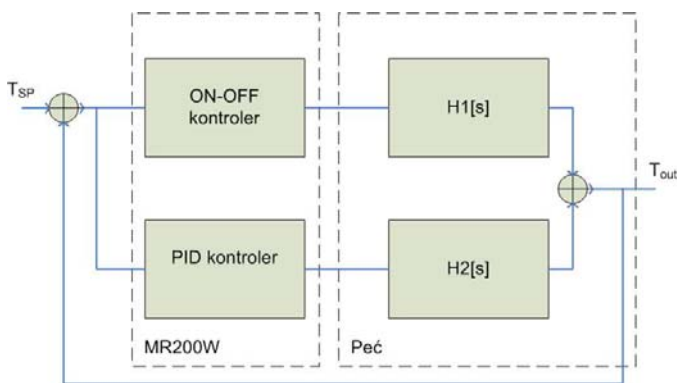


Sl. 1. Izgled celog uređaja

Skraćenje trajanja prelaznog režima izvedeno je pogodnim prevezivanjem postojećih pet grejača nominalnih snaga 1,8 kW, 1,4 kW, $2 \times 0,7$ kW i 0,6 kW, tako da se dobije prvi grejač ukupne nominalne snage 3,2 kW i drugi ukupne nominalne snage 2 kW. Ideja nam je bila da jedan grejač koji je snažniji bude uključen samo u režimu dok se ne dostigne zadata temperatura, čime se doprinosi skraćenju trajanja prelaznog režima. Ovaj grejač smo nazvali pomoćni,

nominalne snage 3,2 kW, i njega smo povezali na jedan izlaz kontrolera MR200W. Taj izlaz smo konfigurisali da radi u ON-OFF režimu upravljanja sa dovoljno velikim histerezisom tako da se po dostizanju zadate temperature, ovaj pomoćni grejač isključuje i više ne uključuje. U prelaznom režimu takođe radi i glavni grejač. Glavni grejač je nominalne snage 2 kW i povezan je na drugi izlaz regulatora koji smo konfigurisali da radi u PID režimu i ovim se grejačem vrši upravljanje oko zadate temperature. Period uključenja glavnog grejača je podešen na 20 s.

Kao što vidimo na slici 2, peć je sistem višestrukog prenosa, sa dva ulaza i jednim izlazom, čiji je izlaz temperatura. Dve funkcije prenosa kojima modelujemo peć posledica su dva grejača, funkcija prenosa $H_1(s)$ potiče od prvog grejača, odnosno kada se peć posmatra samo sa pomoćnim grejačem, dok funkcija prenosa $H_2(s)$ potiče od glavnog grejača. Funkcije prenosa $H_1(s)$ i $H_2(s)$ nisu računane u analitičkom obliku. To je moguće uraditi s obzirom da su i funkcija $H_1(s)$ i $H_2(s)$ funkcije prvog reda, no mi smo se odlučili da parametre PID kontrolera eksperimentalno odredimo. Opis je dat u delu IV.



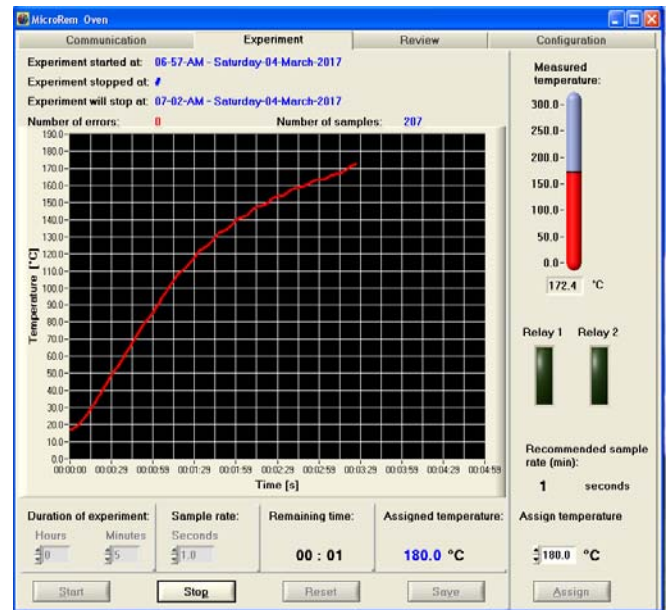
Sl. 2. Blok šema sistema automatskog upravljanja sa negativnom povratnom spregom

III. SOFTVERSKA REALIZACIJA

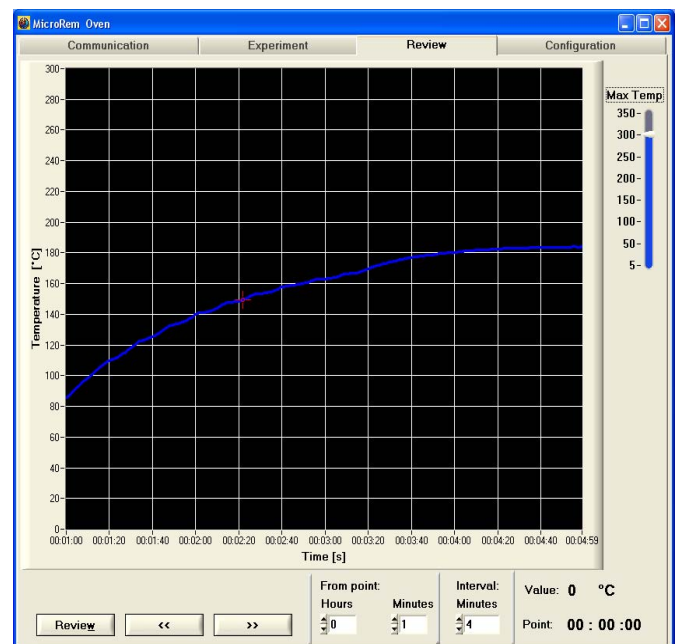
Cilj softvera je da omogući daljinsko upravljanje i praćenje toka eksperimenta i čuvanje podataka o eksperimentu. Softver smo razvili za Windows platformu u programskom jeziku C, a za razvojno okruženje koristili smo LabWindows CVI [5] i njegove ugrađene biblioteke. Personalni računar na kojem je instaliran softver je povezan sa kontrolerom MR200W preko USB-RS485 konvertora, komunikacija između softvera i MR200W kontrolera se obavlja putem Modbus RTU protokola.

Softver smo organizovali u četiri kartice Communication, Experiment, Review i Configuration. Pre početka eksperimenta potrebno je u softveru uneti trajanje eksperimenta, period uzorkovanja odabiraka i zadatu temperaturu. Tok eksperimenta, odnosno zagrevanje peći možemo da pratimo na grafiku u realnom vremenu na kartici Experiment koji je prikazan na slici 3. Takođe smo napravili i mogućnost pregleda krive zagrevanja parcijalno, odnosno moguće je pozicioniranje na jedan interval i pregled samo tog dela krive. Ovu funkcionalnost smo smestili na kartici Review koja je prikazana na slici 4. Kada istekne vreme eksperimenta softver šalje komandu kontroleru MR200W za zaustavljanje procesa čime se oba relejna izlaza na kontroleru isključuju. Zatim je moguće odabirke sačuvati u

fajl u csv formatu tako da se ovi podaci mogu kasnije iskoristiti u softverskim paketima za obradu rezultata merenja poput Excel-a, Origin-a i slično.



Sl. 3. Izgled kartice Experiment



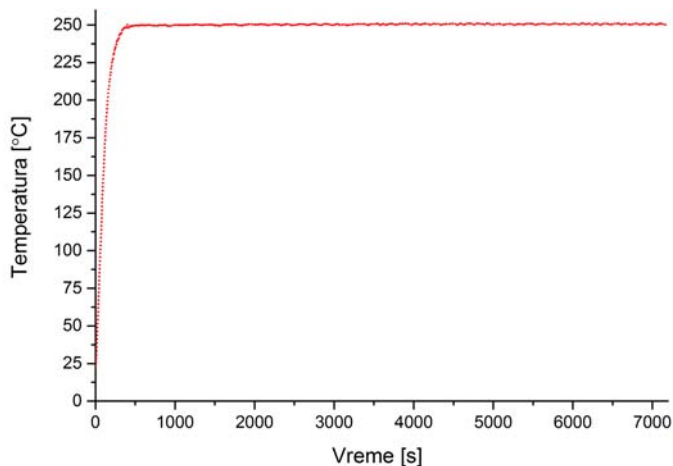
Sl. 4. Izgled kartice Review

IV. EKSPERIMENTALNI REZULTATI

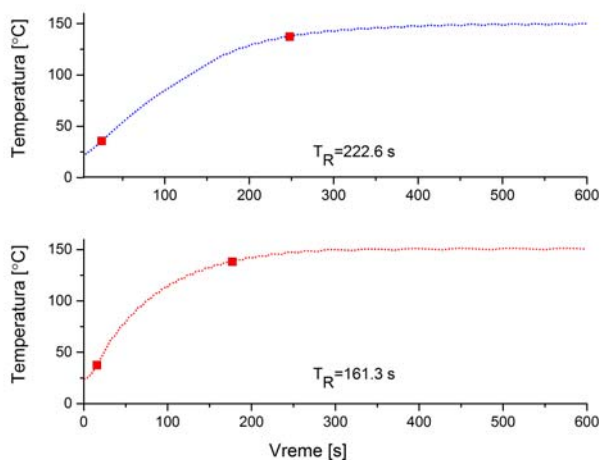
Proveru rada upravljačkog programa MicroOven izvršili smo koristeći izmenjenu ugradnu rernu – peć i sudove pod pritiskom – autoklave koji se koriste za izvođenje eksperimenta hidrotermalne sinteze nanomaterijala. U toku probnog rada, naravno, autoklavi su bili napunjeni vodom do odgovarajuće zapremine, dok je tok zagrevanja, za jednu od proba, prikazan na slici 5. Početni parametri PID regulacije korišćeni za eksperiment određivanja radnih parametara su zadati na osnovu raspoloživih podataka iz kataloga sličnih peći i iskustva, a zatim su u toku eksperimentalnog rada menjani do dobijanja željene

regulacije. Može se primetiti da je zadata temperatura od 250 °C postignuta za manje od 3 minuta (161,3 sekunde); sama proba je trajala 2 sata sa periodom uzorkovanja odabiraka od 1 s, a zadata temperatura nakon režima uspostavljanja je održavana u opsegu od 250 °C ± 1,5 °C.

Na slici 6. dajemo pregled prelaznih režima zagrevanja sa pomoćnim grejačem i bez njega. Zagrevanje počinje od sobne temperature u oba slučaja 25 °C. Zadana temperatura je 150 °C, a vremena uspona za slučaj sa i bez pomoćnog grejača su $T_{R1} = 161,3$ s i $T_{R2} = 222,6$ s respektivno. Odavde se vidi da je u slučaju sa pomoćnim grejačem trajanje prelaznog režima odnosno vreme uspona skraćeno za 28%.



Sl. 5. Kriva zagrevanja za jednu probu, za zadato $T = 250^\circ\text{C}$.



Sl. 6. Prelazni režim zagrevanja bez pomoćnog grejača (gore) i sa pomoćnim grejačem (dole).

V. ZAKLJUČAK

U radu smo prikazali kako se na jedostavan način uz pomoć pouzdanog, a po ceni pristupačnog, kontrolera

MR200W i obične kuhinjske ugradne rerne, koju smo preuredili, može doći do jednog sofisticiranog laboratorijskog uređaja za izvođenje eksperimenata hidrotermalne sinteze nanomaterijala i time napravili značajnu uštedu. Provera rada i eksperimenti hidrotermalne sinteze su pokazali da je ostvaren željeni cilj kratak prelazni režim kao i održavanje zadate temperature u rasponu od 50 °C do 300 °C sa tolerancijom od $\pm 1,5$ °C, što je bolje od traženog.

Dalji koraci u unapredjenju ovog sistem bi išli u pravcu dodavanja mogućnosti linearnog zagrevanja u prelaznom režimu, odnosno kontrolisanja brzine zagrevanja.

ZAHVALNICA

Rad je nastao u okviru rada na projektu Fizika i hemija sa jonskim snopovima br. III 45006, koji finansira Ministarstvo prosvete, nauke i tehnološkog razvoja Republike Srbije.

LITERATURA

- [1] S. Jovanović, M. Spreitzer, M. Otoničar, J. Jeon, D. Suvorov, "pH control of magnetic properties in precipitation-hydrothermal-derived CoFe_2O_4 ," *J. Alloys Compd.*, 589, 271-277, Mar., 2014.
- [2] S. Jovanović, M. Spreitzer, M. Tramšek, Z. Trontelj, D. Suvorov, "Effect of oleic acid concentration on the physicochemical properties of cobalt ferrite nanoparticles," *J. Phys. Chem. C*, 118, 25, 13844-13856, June, 2014.
- [3] <http://www.mikrorem.com/data/download/mr200w.pdf>
- [4] http://www.modbus.org/docs/Modbus_Application_Protocol_V1_1b3.pdf
- [5] <http://www.ni.com/pdf/manuals/323661a.pdf>

ABSTRACT

In order to improve temperature regulation characteristics of oven used for heating autoclaves with samples for conducting experiments with hydrothermal synthesis of nanomaterials, hardware was improved and software for distance control and monitoring via PC is developed. Hardware improvement refers to the replacement of the existing system of control with thermostat, which performed only bang-bang control with hysteresis, with regulation based on PID, and bang-bang hysteresis control, and introduction of two stage heating system. Controller used for guidance is connected to PC via RS-485 interface. MicroOven special purpose software has been developed in order to set parameters and monitor experiments in real-time. Software communicates with distant temperature controller via Modbus RTU communication protocol. This way we have achieved the purchase price savings of over 50% compared to the similar, commercially available products.

One approach of oven control for hydrothermal synthesis of nanomaterials

Bojan Rajković, Ivan M. Trajić, Sonja Jovanović, Zoran Jovanović, Dragana Ćirić, Bratislav Đelošević