



Universidade Federal de Uberlândia
Faculdade de Engenharia Química



Ana Beatriz Silva

**Análise de risco do processo de produção de resina para tinta
automotiva**

Uberlândia, MG
2019

Ana Beatriz Silva

Análise de risco do processo de produção de resina para tinta automotiva

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia como requisito parcial para a obtenção do título de Engenheiro habilitação Engenharia Química

Área de concentração: Engenharia Química

Orientador: Prof. Dr. Rubens Gedraite

Uberlândia

2019

Ana Beatriz Silva

Análise de risco do processo de produção de resina para tinta automotiva

Trabalho de Conclusão de Curso aprovado
como requisito parcial para a obtenção do
título de Engenheiro habilitação
Engenharia Química apresentado à Facul-
dade de Engenharia Química da Universi-
dade Federal de Uberlândia

Área de concentração: Engenharia Química

Banca examinadora:

Prof. Dr. Rubens Gedraite

Orientador

Faculdade de Engenharia Química / UFU

Eng. Vinícius Pimenta Barbosa

Avaliador

Faculdade de Engenharia Química / UFU

Eng. Wagner Vicente Pereira Junior

Avaliador

Faculdade de Engenharia Química / UFU

Uberlândia, 30 de setembro de 2019

Este trabalho é dedicado a Márcia Helena que incentivou e acompanhou todos os momentos ao longo dessa jornada, por ser essencial e fazer com que isso se tornasse possível.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus que permitiu que tudo isso acontecesse, que esteve comigo não somente nestes anos como universitária, más em todos os momentos da minha vida, por me dar força e vigor para enfrentar todos os momentos de dificuldade;

A esta universidade, seu corpo docente, direção e administração que oportunizaram a maior experiência da minha vida até o momento, proporcionando um sentimento de confiança e dever cumprido;

Ao meu orientador Rubens Gedraite, pelo suporte no pouco tempo que lhe coube, pelas correções e incentivos, por se dedicar tanto a esta instituição e demonstrar tamanha afetividade pela educação;

A minha mãe Márcia Helena, guerreira que me deu apoio e incentivo em todos os momentos de dificuldades, desânimo e cansaço;

Ao meu noivo Fábio Amaro por ter me acompanhando e ajudado todo esse tempo, por me dar força e conselhos sempre que eu precisava;

Aos amigos Brenda Carolina e Carlos Eduardo, companheiros nessa jornada, que estiveram presentes em todos os momentos compartilhando experiências, amigos que fizeram parte da minha formação e que vão continuar presentes em minha vida.

Preste atenção aos sinais. As boas oportunidades sempre estão escondidas atrás de um trabalho árduo.

(Carlos Torres)

RESUMO

A análise de riscos é de extrema importância seja em uma grande indústria ou apenas uma empresa pequena ou média, o fato é que em qualquer processo produtivo há a necessidade de um mapeamento visando todas as possibilidades de riscos envolvidas no processo, tal atitude melhora a qualidade do produto e a eficiência da produção como um todo. Este trabalho visa analisar os riscos envolvidos no processo de produção de resinas acrílicas usadas na produção de tintas automotivas, no processo utiliza-se reatores semi-batelada com serpentina meia cana, a mistura reacional é aquecida e resfriada por meio de um fluido térmico. Para a análise desse sistema foi feito um levantamento de modelo matemático aplicado ao processo de produção, analisando a operação do reator químico. Tal modelo foi implementado utilizando o ambiente Simulink® do aplicativo Matlab®, um sistema digital de controle para execução em tempo real, assim foi possível avaliar a temperatura ao longo do tempo, tanto em fase de aquecimento quanto em fase de reação dentro do reator. O mapeamento do sistema e o acompanhamento dos riscos químicos presentes no processo permitem determinar medidas que implementadas minimizam o choque térmico na serpentina do reator, reduz o desperdício de energia uma vez que o comportamento dos set-points nas fases de transição de temperatura do meio reacional é previsto, e ainda, tem-se um controle mais seguro do processo, sendo que a reação em questão é extremamente exotérmica. Foi empregadas informações disponíveis na literatura para o desenvolvimento de tal modelo.

Palavras-chave: riscos; controle de temperatura; reator químico; modelo matemático; mapeamento.

ABSTRACT

Risk analysis is of utmost importance, whether in a large industry or just a small or a medium-sized company, the fact is that any production process needs a mapping aiming all the possibilities of risk involved in the process, such attitude improves product quality and overall production efficiency. This paper aims to analyze the risks involved in the production process of acrylic resins used in the production of automotive paint, in the process that uses half-cane serpentine, a reactive mixture is heated and cooled by means of a thermal fluid. To analyze this system, it was made a survey of the mathematical model applied to the production process, analyzing the operation of the chemical reactor. This model was implemented using the Matlab® application Simulink® environment, a digital control system for real-time execution, so it was possible to evaluate the temperature over time, both in the heating phase and in the reaction phase within the reactor. The mapping the system and monitoring the chemical hazards present in the process allow you to determine measures that if implemented minimize thermal shock in the reactor and energy waste once the set-point behavior in the reactive medium temperature phases is predicted, and also has safer control of the process, being that the reaction in question is extremely exothermic. Information available in the literature was used to develop such a model.

Key words: risks; temperature control; chemical reactor; mathematical model; mapping.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1.1 – Fraturas na serpentina;

Figura 1.2 – Detalhe da serpentina;

Figura 2.1 – Fluxograma simplificado do processo;

Figura 2.2 – Fluxograma simplificado do circuito de aquecimento e resfriamento;

Figura 2.3 – Estratégias de controle de temperatura do sistema;

Figura 3.1 – Representação esquemática do reator de polimerização;

Figura 3.2 – Diagrama de simulação do reator de polimerização em estudo;

Figura 3.3 – Diagrama de simulação do 1º cenário de falha;

Figura 3.4 – Diagrama de simulação do 2º cenário de falha;

Figura 3.5 – Diagrama de simulação do 3º cenário de falha;

Figura 4.1 – Comportamento do sistema para o 1º cenário de falha;

Figura 4.2 – Comportamento do sistema para o 2º cenário de falha;

Figura 4.3 – Comportamento do sistema para o 3º cenário de falha;

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

$\frac{d(T_{SO})}{dt}$	Variação da temperatura de saída do óleo térmico em função do tempo	-	°c/s
ρ_{SO}	Densidade do óleo térmico na saída da jaqueta meia cana	797 a 1063	Kg / m ³
Cp_{SO}	Calor específico do óleo térmico na saída da jaqueta meia cana	1591 a 2374	J / (Kg * K)
T_{SO}	Temperatura do óleo térmico na saída da jaqueta meia cana	60 a 300	°c.
T_{Eo}	Temperatura do óleo térmico na entrada da jaqueta meia cana	60 a 300	°c.
ρ_{EO}	Densidade do óleo térmico na entrada da jaqueta meia cana	797 a 1063	Kg / m ³
Cp_{EO}	Calor específico do óleo térmico na entrada da jaqueta meia cana	1591 a 2374	J / (Kg * K)
$\bar{C}p_o$	Calor específico médio do óleo térmico na jaqueta meia cana	1591 a 2374	J / (Kg * K)
$\bar{\rho}_o$	Densidade média do óleo térmico na jaqueta meia cana	797 a 1063	Kg / m ³
V_{OS}	Volume da jaqueta meia cana (segmentos 1 e 2)	0.1622	m ³
\bar{T}_o	Temperatura média do óleo térmico na jaqueta meia cana	60 a 300	°c
$\frac{d(T_M)}{dt}$	Variação da temperatura da massa no reator em função do tempo.	-	°c/s
ρ_M	Densidade da massa dentro do reator	880	Kg / m ³
V_M	Volume da massa dentro do reator	2.22	m ³

C_{p_M}	Calor específico da massa dentro do reator	1033	J / (Kg * K)
M_M	Massa dentro do reator	1950	Kg
T_M	Temperatura da massa dentro do reator	Tamb a 150	°C
ΔT_M	Incremento de temperatura da massa entre dois intervalos consecutivos	-	°C
q_{JR}	Fluxo de calor do óleo térmico para a massa	-	(J/s)
A_{JR}	Área de troca térmica do lado da jaqueta meia cana		m ²
ΔT_{MOM}	Diferença média de temperatura entre óleo térmico e massa	-	°C
λ_w	Condutividade térmica da parede do vaso	16.6	W/m.K
α_w	Coeficiente de troca térmica no interior do vaso		W/m ² .K
α_R	Coeficiente de troca térmica na jaqueta meia cana		W/m ² .K
$\varepsilon\chi$	Parâmetros obtidos nos diagramas das figuras A.4 e A.5		
s_w	Espessura da parede do vaso	0.009	m
λ	Condutividade térmica da parede do vaso	16.6	W/ m.K
α	Coeficiente de troca térmica no interior do vaso		W/m ² .K
β	Fator aplicado ao ganho proporcional do controlador	-	-
l	Comprimento total do tubo que compõe a jaqueta meia cana na equação A.12 (segmento 1 e 2)	23.7/36.3	m
n	Numero de espiras da jaqueta meia cana (segmento 1 e 2)	5/5.75	
u	Velocidade do óleo térmico na jaqueta meia cana	3.850	m/s
d_{th}	Diâmetro térmico da jaqueta meia cana	0.130	m

ν	Viscosidade do óleo térmico na jaqueta meia cana	2.10E-06	m ² /s
h_{ff}	Fator de incrustação (fouling factor)	0.001	h.ft ² °F/Btu
μ	Viscosidade média do fluido dentro do reator	0.0008	Pa*s
μ_b	Viscosidade do fluido do reator a temperatura da batelada	0.0008	Pa*s
μ_w	Viscosidade do fluido do reator a temperatura da parede	0.0008	Pa*s
Ad	Diâmetro do agitador	1.35	m
C	Condutividade térmica do fluido no interior do reator	0.12	W/(m*K)
D	Diâmetro tubo da jaqueta meia cana	0.083	m
d _B	Diâmetro interno do reator	2	m
d _{BA}	Diâmetro externo do reator	2.018	m
D _C	Diâmetro interno da hélice formada pela jaqueta meia cana	2.018	m
D _e	Diâmetro hidráulico equivalente da jaqueta meia cana	0.086	m
DEV	Desvio no controlador	0 – 100	%
D _i	Diâmetro interno do vaso	2	m
d _R	Largura da lamina agitação no interior do reator	1.35	m
H	Passo ou distancia entre duas espiras consecutivas na equação A.10 (segmento 1 e 2)	0.11/0.15	m
H	Altura da lamina do agitador na equação A.27	0.15	m
h _F	Altura da massa dentro do vaso	0.879	m
h_{ff}	Coeficiente de troca térmica devido à incrustação		W/m ² .K
$h_{inside\ vessel,}$	Coeficiente de troca térmica dentro do vaso		W/m ² .K

h_{jacket}	Coeficiente de troca térmica do lado da jaqueta		W/m ² .K
h_R	Altura do fundo do vaso ate centro da lamina	0.382	m
K	Ganho proporcional do controlador	-	-
K	Coeficiente global de troca térmica		W/m ² .K
$K_{wall,}$	Condução térmica da parede do vaso	16.6	W/m.K
L	Metade do passo da meia cana (segmento 1 e 2)	0.055/0.07 5	m
N	Rotação do agitador	0.85	rev/s
N_{Pr}	Número de Prandtl na serpentina meia cana	-	-
N_{Re}	Número de Reynolds na jaqueta meia cana	-	-
Q_{EO}	Vazão de entrada de fluido térmico	0.021	m ³ /s
Q_{SO}	Vazão de saída de fluido térmico.	0.021	m ³ /s
R	Valor de referência do controlador	60 a 300	°C
T_F	Tempo de filtro da ação derivativa	-	s
T_I, T_D	Tempo de integração e derivação controlador	-	s
U	Coeficiente Global de Troca Térmica		W/m ² .K
u	Saída do controlador PID digital	0 a 100	%
V_{CRC}	Volume do circuito de recirculação do reator	0.54	m ³
Δ_{wall}	Espessura da parede do vaso	0.009	m
y	Valor medido no controlador digital	60 a 300	°C
Y	Ângulo da lâmina	24	°
Z	Número de lâminas do conjunto de agitação	2	-

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	15
2	REVISÃO DA LITERATURA.....	18
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	28
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	28
5	CONCLUSÃO.....	36
6	REFERÊNCIAS.....	41

1 INTRODUÇÃO

A crescente utilização de sistemas de controle automático no ambiente industrial vem transformando o processo de ensino e aprendizagem em vigor nos cursos de engenharia. Nos dias de hoje, não se concebe o ensino apenas com lousa e giz. É imperativo que os alunos realizem experiências didáticas, onde a coleta eletrônica das informações pertinentes seja feita de forma automática e rápida, visando uma posterior análise dos dados, com o emprego de planilhas eletrônicas. Este procedimento pode permitir tanto a análise das condições de operação do equipamento como o projeto de modificações, que se façam necessárias no mesmo. Complementarmente, este trabalho de conclusão de curso apresenta contribuição para as disciplinas Modelagem e Simulação de Processos e Controle de Processos Químicos, proporcionando uma visão aplicada do embasamento teórico apresentado por estas disciplinas, o que contribuirá para a melhoria da aprendizagem por parte dos alunos.

Mesmo aplicando algoritmos de controle mais sofisticados, tais como PID com ganhos escalonados, *self-tuning* e *auto-tuning* o processo em batelada, diferentemente do processo contínuo, não possui um valor de referência de operação fixo ao longo do ciclo de produção. O processo estudado neste trabalho é iniciado à temperatura ambiente e contempla a elevação gradual da temperatura da massa até que a mesma atinja a temperatura de reação. Uma vez finalizada a fase de reação a massa dentro do reator é então resfriada novamente até temperaturas próximas à do ambiente. Embora distintas estratégias de controle sejam definidas para cada etapa do processo (rampa de aquecimento, controle da massa reacional e rampa de resfriamento), a transição entre uma etapa e outra causa oscilações no controle de temperatura, prejudicando a qualidade do produto, vida útil do reator, consumo desnecessário de energia e potenciais riscos à segurança do processo.

Aumentar a segurança operacional e a vida útil do reator são os principais benefícios esperados do estudo, haja vista que as variações bruscas de ciclo térmico causam sérios danos às serpentinas do reator. As fotos apresentadas nas Figuras 1.1 e 1.2 a seguir são exemplos reais das ocorrências de fratura de serpentina causada por variação de ciclo térmico.

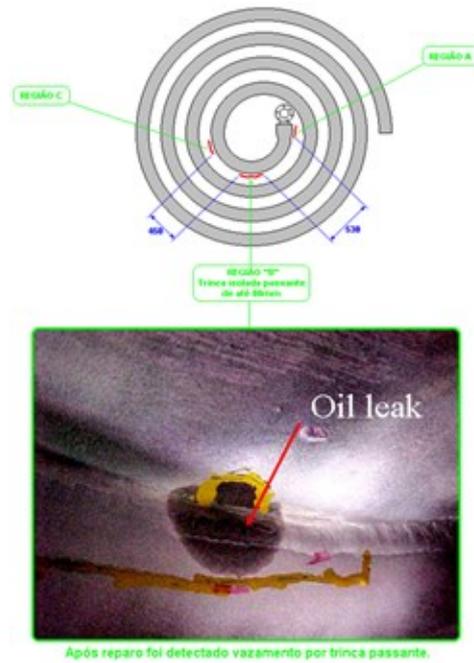


Figura 1.1: Fratura da serpentina

Melhorando o controle de temperatura também se obtém uma menor variação no peso molecular da resina, conseqüentemente melhorando assim a qualidade do produto. Convém salientar também que o controle de temperatura é fundamental para diminuir possibilidade de ocorrência de reação descontrolada, dada as características do processo de poder apresentar reação exotérmica violenta, e por fim traz uma redução no consumo de energia dando mais segurança e economia ao processo.

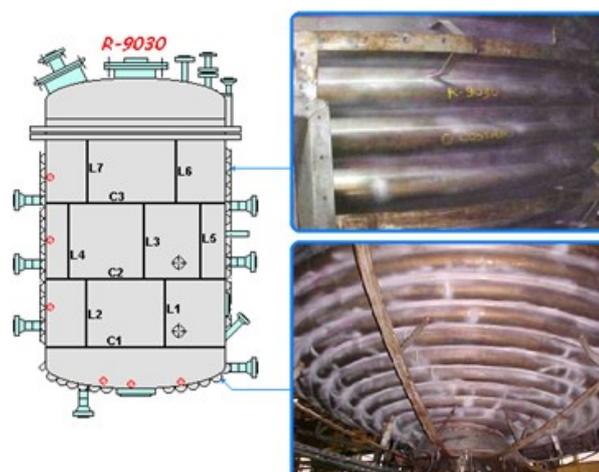


Figura 1.2: Detalhe da serpentina

1.1. Objetivos deste trabalho

O atual trabalho tem como objetivo avaliar o risco apresentado à segurança do processo de produção de resina acrílica decorrente de falhas na operação do reator do tipo batelada alimentada. A avaliação será feita analisando a operação das válvulas de alimentação e retirada de óleo térmico, levando em conta toda possibilidade de falha que possa ocorrer nas mesmas.

Será considerado o emprego de modelo matemático a parâmetros concentrados para simular o comportamento temporal da temperatura da massa reacional durante a etapa de aquecimento do reator.

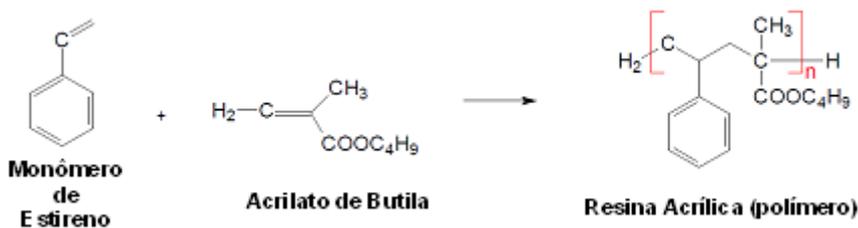
2 REVISÃO DA LITERATURA

O processo estudado neste trabalho é aquele tipicamente empregado na produção de resina acrílica, o qual consiste em carregar previamente o reator com solvente orgânico, aquecer até a temperatura de reação que é por volta de 150°C e então iniciar a transferência simultânea de monômero de estireno e iniciador com vazão controlada. Normalmente alguns minutos após iniciada a transferência, tem-se o início da reação exotérmica, baseada nas experiências práticas obtidas nos processos de produção de resinas acrílicas atualmente feitos nos reatores da planta de divisão tintas automotivos (MILAN, 2010).

Neste processo de fabricação de resina acrílica são, também, utilizadas as seguintes materiais primas:

- Água potável.
- Acrilato de butila.
- Monômero de estireno.
- Peróxido orgânico.
- Solvente orgânico AB-9.
- Fluido térmico Dowtherm®.

A reação de polimerização (simplificada) empregada na produção da resina acrílica é apresentada na sequencia.



O fluxograma simplificado apresentado na Fig. 2.1 ilustra este processo, no qual podem ser encontrados os seguintes itens: tanque de monômero, tanque de iniciador, reator, tanque de diluição e tanque pulmão.

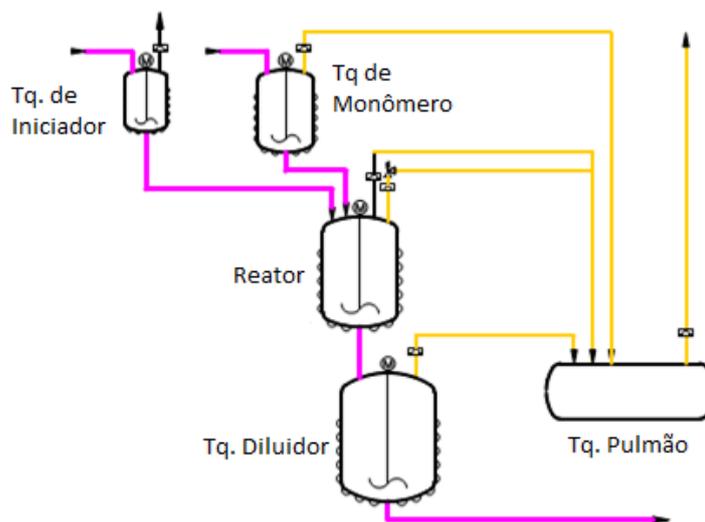


Figura 2.1: Fluxograma simplificado do processo estudado
(Fonte: Milan, 2010)

O tanque pulmão não é parte integrante do processo de reação, o mesmo tem função de segurança, recebendo a massa do reator caso haja uma elevação de pressão com ruptura de discos de segurança contra sobre pressão. O tanque de diluição normalmente de maior volume que o reator recebe a massa polimerizada para que seja feito ajuste de viscosidade através da adição de solvente.

O processo descrito é chamado de dual feeding porque monômero e iniciador ficam em tanques separados e são transferidos simultaneamente ao reator com vazão controlada através de medidores mássicos.

Existe outro processo no qual o monômero e os iniciadores são misturados em um mesmo tanque e depois transferidos ao reator também com vazão controlada.

O aquecimento e resfriamento do reator na maioria das aplicações são feitos através da injeção controlada de fluido térmico quente (300°C) ou frio (60°C) na

serpentina do reator. O controle da temperatura do reator é feito modulando a vazão de fluido térmico quente ou frio que é injetada na jaqueta meia cana do reator.

Na Figura 2.2 é apresentada uma representação esquemática do circuito de aquecimento e resfriamento do reator de polimerização considerado neste trabalho. Este circuito é composto basicamente por válvulas de controle de óleo frio e quente, válvula de 3 vias de retorno de óleo frio e/ou quente, bomba centrífuga e serpentina. As válvulas possuem posição de falha definida, visando à segurança do processo. Estas válvulas têm sua posição alterada para estado seguro no caso de pane no processo que implique em perda de sinal de controle. O processo tem quatro malhas de controle (vazão de monômero, vazão de iniciador, temperatura da massa no reator e temperatura do fluido térmico).

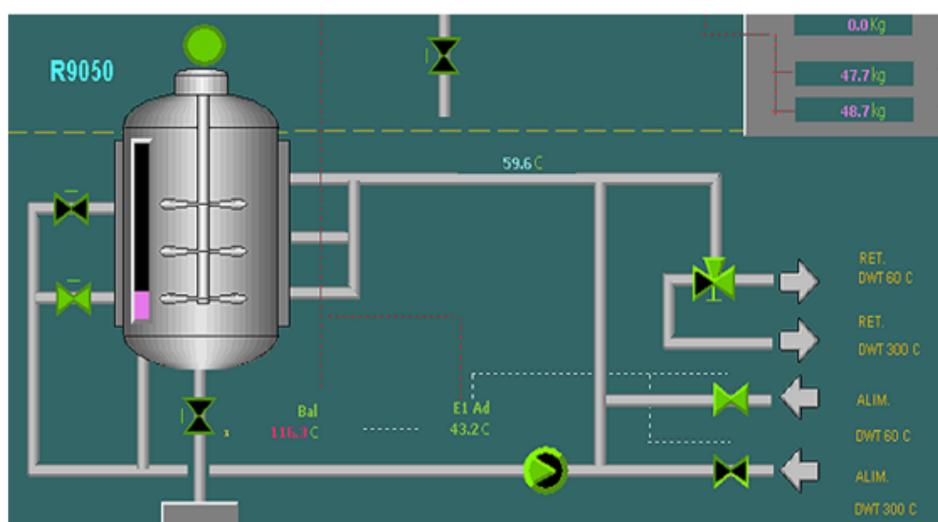


Figura 2.2: Fluxograma simplificado do circuito de aquecimento e resfriamento

(Fonte: Milan, 2010)

As malhas de vazão de monômero e iniciador são independentes e não serão objeto de estudo, apesar das mesmas poderem vir a atuar como distúrbio nas malhas de controle de temperatura da massa e fluido térmico durante a fase de reação. Já as malhas de controle de temperatura da massa e do fluido térmico são inter-relacionadas e serão abordadas no trabalho. São três as estratégias de controle de temperatura do reator considerado neste trabalho, a saber: (i)- estratégia "delta", (ii)- estratégia "neutro" e (iii)- estratégia de controle "pela massa" (MILAN, 2010).

A **Estratégia Delta** é utilizada para as etapas do processo que correspondem às rampas de aquecimento e de resfriamento. Consiste basicamente em estipular uma diferença constante de temperatura entre a massa reacional e o fluido térmico, a qual é mantida constante durante esta parte do processo, até que a massa no reator atinja o valor de referência da próxima etapa.

A **Estratégia Neutro** é utilizada para a transição entre a estratégia delta e a estratégia de controle pela massa ou vice-versa. Ela tem como objetivo único estabilizar o sistema, interrompendo as entradas de fluido frio e quente e manter o fluido térmico em recirculação no circuito fechado formado pela serpentina, bomba e tubulação.

A **Estratégia de Controle pela Massa** é utilizada na fase de reação na qual o valor de referência do controlador de temperatura da massa é constante. Nesta estratégia, os controladores de temperatura do fluido térmico e da massa são acoplados em cascata.

Na Figura 2.3 é apresentado um *print screen* da tela do sistema de controle, mostrando o comportamento temporal típico das temperaturas consideradas no sistema de estudo e as respectivas estratégias de controle de temperatura utilizadas.

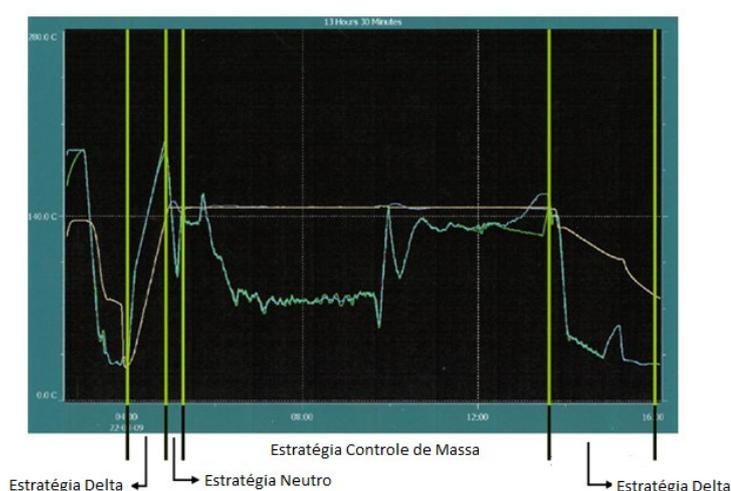


Figura 2.3: Estratégias de controle de temperatura do sistema estudado
(Fonte: Milan, 2010)

O **modelo** utilizado na abordagem do problema foi um modelo matemático a parâmetros concentrados, obtido com base nas equações de balanços materiais e de energia aplicados ao equipamento em estudo. (LUYBEN, 1990; GARCIA, 2005).

Na sequencia são apresentados os trabalhos publicados na literatura sobre o assunto e que permitiram avaliar o estado da arte em que se encontra o tema adotado para desenvolvimento deste trabalho de conclusão de curso.

Régnier *et al* (1996) estudaram essencialmente o controle preditivo adaptativo baseado em modelo da temperatura de reatores batelada e semi-batelada. Os autores utilizaram um 'software sensor' para estimar a taxa de produção de calor liberado na reação química em reator tipo CSTR empregando filtro de Kalman estendido. As temperaturas foram medidas para determinar o valor dos parâmetros desconhecidos considerando o emprego de balanços de energia e equações cinéticas em tempo real. Desta maneira foi possível prever a taxa de liberação instantânea de calor ao longo do horizonte de predição. A robustez e a flexibilidade do 'software sensor' foram avaliadas em diversas condições, considerando o emprego de um controlador inferencial e de um controlador tradicional para as mesmas condições de trabalho.

Crowley; Choi (1996) desenvolveram um estudo teórico e experimental para estimação e controle 'on-line' de um reator batelada usado na polimerização em solução de metacrilato de metila. O principal objetivo dos autores foi controlar a temperatura do reator tão rapidamente quanto possível considerando o menor sobre sinal possível na mesma. Um algoritmo que emprega o filtro de Kalman estendido foi usado para estimar o coeficiente efetivo de transporte de calor do reator, o qual foi usado para calcular automaticamente o 'valor de referência' da temperatura do fluido que circula pela camisa do reator, considerando uma malha de controle em cascata. O desempenho da malha de controle para o método proposto foi comparado com aquela apresentada por um controlador PID convencional. Foi observado que o sobre sinal na temperatura pode ser minimizado pelo método proposto, considerando o uso de balanços de energia tanto no reator quanto na camisa de troca térmica do mesmo para o efetivo controle de sua temperatura. Nas situações nas quais a medição direta da conversão de monômero não estava disponível, foi empregado um filtro de Kalman estendido para estimar

a taxa de calor produzido na reação de polimerização, a qual foi integrada para se obter uma estimativa do grau de conversão da reação. Foi constatado que os valores da covariância do erro entre o modelo e a medição afetam de maneira significativa a precisão do resultado.

Clarke-Pringle; MacGregor (1997) estudaram o controle de temperatura de reatores de polimerização semi-batelada, do tipo multi-propósito. No estudo desenvolvido por aqueles autores, foi levada em consideração a característica de mudança na taxa de troca térmica ao longo do tempo devido a taxa da geração de calor terem comportamento não linear. Adicionalmente, os autores citam a dificuldade em se obter modelos cinéticos detalhados das reações de polimerização na literatura. Eles trabalham com um controlador adaptativo não linear baseado em conceitos de geometria diferencial acoplado a um filtro de Kalman estendido para executar o controle.

Nagy; Agachi (1997) discutiram um método de melhorar a qualidade do controle de temperatura de uma suspensão de cloreto de polivinila (PVC) em reator batelada por meio da implementação de dois controladores não lineares preditivos baseados em modelo (NMPCs) para este processo exponencialmente instável com comportamento significativo não linear. O primeiro método foi baseado em novo cálculo da matriz de resposta ao degrau para cada intervalo de amostragem com uma predição baseada em modelo dual e resolvendo tanto o problema de otimização quanto o do modelo linear do processo descrito pela matriz de resposta ao degrau. O segundo método usou um modelo rigoroso tanto para a predição quanto para a otimização. Estes métodos foram testados para diferentes distúrbios, sendo as respectivas performances comparadas com aquelas obtidas com o emprego de controlador PID. Significativa melhoria no controle da temperatura foi alcançado usando o NMPC.

Galván; Zaldivar (1998), empregaram sistemas de controle neural inversos e preditivo em tempo real para controlar em tempo real a temperatura do fluido empregado como agente de transporte de calor em um protótipo de reator químico. O treinamento do sistema de controle inverso foi executado usando tanto o conhecimento genérico como o específico acerca do sistema em estudo. Este procedimento permitiu a obtenção de pesos para o controlador atuando em tempo real e desempenho apropriado do controlador neural inverso. O sistema de

controle preditivo fez uso de uma rede neural para calcular a ação do controle. Desta maneira, os problemas relacionados com o esforço computacional envolvido em sistemas não lineares preditivos baseados em modelo foram reduzidos. O desempenho dos controladores neurais foi comparado com controlador PID *self-tuning* tipicamente instalado na planta. Os resultados mostraram que os controladores baseados em rede neural melhoraram o desempenho da planta real.

Louleh; Cabassud; Le Lann (1999) apresentaram uma nova estratégia para o controle da temperatura de reatores batelada multi-propósito usando estratégia de controle em cascata baseada em modelo. A estratégia está baseada no emprego do fluxo térmico como variável manipulada. Em cada instante amostrado, o controlador mestre calcula o fluxo térmico a ser trocado entre a massa reacional e o fluido térmico que escoia internamente à camisa do reator. Esta informação é então usada para avaliar o grau de abertura da válvula de controle. Para este propósito, um modelo físico de sistema termal foi desenvolvido. Os testes foram realizados em reator experimental.

Aziz; Hussain; Mujtaba (2000) testaram três diferentes tipos de controladores no rastreamento dos perfis ótimos de temperatura de reator batelada. Os autores utilizaram para este propósito uma reação exotérmica complexa executada em batelada para este propósito. Os perfis ótimos de temperatura do reator foram obtidos por meio da resolução 'off-line' de problemas de controle ótimo. Foram empregados os algoritmos *dual mode* (DM) com PI e PID associados com algoritmos genéricos usados para controle baseado em modelo (GMC) para o projeto dos controladores a serem usados para rastrear os perfis ótimos de temperatura ('valores de referência dinâmicos'). A técnica de rede neural foi usada juntamente com o algoritmo GMC como algoritmo estimador 'on-line' para a quantidade de calor liberada pela reação química. Os autores verificaram que o estimador teve comportamento mais efetivo e robusto do que aquele apresentado pelos controladores PI e PID no rastreamento dos perfis ótimos de temperatura de maneira a permitir obter os produtos desejados.

Xaumiera *et al* (2002) estudaram o emprego de controle preditivo não-linear baseado em modelo (NMPC) no controle da temperatura de um reator químico semi-batelada equipado com um sistema de aquecimento/resfriamento com múltiplos fluidos. A estratégia do sistema de controle não linear está baseada em

um problema de otimização de restrição, o qual é resolvido 'on-line' repetidamente por integração *step-wise* de um modelo dinâmico não linear e de estratégia de otimização. Uma rotina de controle supervísório foi desenvolvida, com base em modelo não linear dinâmico, para lidar automaticamente com as alterações dos fluidos. O NMPC e o controle supervísório foram implementados em um computador do tipo PC compatível e aplicados a um protótipo de reator batelada de 16 L. Os experimentos demonstraram a aplicabilidade de tal procedimento envolvendo tanto o controle preditivo como o controle supervísório.

Kawase; Hoshino; Takahashi (2002) estudaram o transporte de calor na camada limite em um tanque agitado equipado com camisa para trabalho com fluidos não newtonianos. As taxas de transporte de calor da jaqueta para o fluido de processo através da parede do tanque foram medidas para diferentes tipos de impulsores de larga escala, bem como de propriedades reológicas. Os autores desenvolveram uma correlação para a película laminar de fluido não newtoniano associada ao transporte de calor em tanques agitados. A correlação foi obtida a partir da técnica integral de Von Karman. Os autores verificaram uma boa aproximação entre os valores preditos pela correlação e aqueles obtidos experimentalmente para transporte de calor laminar em fluidos viscosos newtonianos e não-newtonianos em tanques agitados.

Delaplace *et al* (2005) estudaram a determinação do valor do coeficiente de transporte de calor do lado do processo por meio do emprego de um sensor de fluxo de calor. Os autores compararam os resultados obtidos com aqueles obtidos com o emprego de técnicas que usam termopares convencionais associadas com balanços de energia. Um medidor de fluxo de calor de emprego local foi montado no lado interno da parede de um vaso de fundo arredondado equipado com um impulsor do tipo helicoidal de geometria atípica suportado por dois braços verticais. Uma análise detalhada das variações de fluxo de calor instantâneo com as posições do impulsor foi também estudada. Foi ainda demonstrado pelos autores que o sensor de fluxo de calor foi capaz de monitorar a espessura da camada limite térmica, bem como a respectiva renovação com a rotação do impulsor.

Zeybeka *et al* (2006) implementaram um algoritmo generalizado do tipo regra delta (GDR) com controle preditivo generalizado (GPC) para rastrear um 'valor de referência' de temperatura em um reator batelada encamisado de

polimerização. Uma equação para temperatura ótima foi obtida por meio do emprego de equações de co-estado Hamiltoniano e de um modelo. Para rastrear os perfis ótimos de temperatura calculados, o controlador usado deve atuar de maneira suave e precisa. No projeto deste sistema de controle, o reator carregado com uma mistura de estireno-tolueno foi assumido apresentar o comportamento típico de um trocador de calor. Quando o reator foi aquecido por meio de um aquecedor imerso na massa reacional, água de resfriamento é feita escoar através da camisa de resfriamento. Desta maneira, a água de resfriamento absorve o calor liberado pelo aquecedor. Neste cenário, o reator foi considerado como de operação contínua no que tange à energia posta em jogo. O calor libertado durante a reação foi considerado como um distúrbio para o trocador de calor. O calor fornecido pelo aquecedor por imersão foi considerado como a variável manipulada do sistema. O modelo neural utilizado foi baseado na relação entre a temperatura do reator e o calor alimentado. Os resultados do desempenho do GDR associado ao GPC foram comparados com os resultados obtidos com o emprego de um GPC não linear com modelo NARMAX. A temperatura do reator seguiu muito próxima a trajetória ótima.

Dhotre; Murthy; Jayakumar (2006) estudaram o resfriamento de líquidos usando camisa meia-cana. Os experimentos realizados foram conduzidos para escoamento de agente de resfriamento através de camisa meia-cana considerando o escoamento laminar e turbulento. Correlações foram desenvolvidas para o coeficiente de transporte de calor para jaqueta meia cana. Os autores propuseram um modelo matemático para a jaqueta meia cana, desenvolvendo equações para balanço diferencial de energia tanto para o lado do casco como para o lado da serpentina. No modelo, o lado da serpentina foi dividida em um número definido de seções de mistura (n). O valor de n foi encontrado através de variância adimensional obtida a partir dos dados do transiente da temperatura da água de resfriamento e é igual a três para escoamento laminar e um para escoamento turbulento. As equações foram resolvidas pelo método de Euler semi-Implicito para prever tanto a temperatura do lado do casco como a temperatura do lado da serpentina. Os resultados obtidos com base nas previsões do modelo mostraram-se adequados com os dados experimentais.

Haugwitz; Hagandera; Nore (2007) estudaram um novo tipo de reator químico denominado de *Open Plate Reactor* em desenvolvimento pela Alfa Laval AB. Ele combina boa mistura com alta capacidade de transporte de calor. Com o novo conceito, as reações altamente exotérmicas podem ser conduzidas usando reagentes mais concentrados. Os autores elaboraram um modelo não linear do reator, o qual foi usado em conjunto com um sistema de controle. Para o controle da temperatura, um sistema de controle da etapa de resfriamento foi projetado e testado, o qual usou uma estrutura de controle adequada para aumentar a faixa de operação do equipamento hidráulico. Um Controlador Preditivo Baseado em Modelo foi proposto para maximizar o grau de conversão sob condições de restrição pesada da entrada e do estado do reator. Os autores projetaram um filtro de Kalman estendido para estimar as concentrações não medidas e/ou os parâmetros de processo. Simulações mostraram que o sistema de controle proposto fornece um elevado grau de conversão da reação química e assegura que a temperatura interna do reator não exceda um limite de segurança pré-estabelecido.

Rani; Patwardhan (2007), utilizaram um Modelo Genérico de Controle (GMC) para obter um controle fino de processos batelada e semi-batelada. Os autores usaram uma abordagem baseada em modelo de rede neural artificial associada com GMC (ANNGMC) estendido a processos semi-batelada de segunda ordem ou superiores. O comportamento não linear variável no tempo típico de processos batelada/semi-batelada é aproximado usando um modelo ANN desenvolvido em torno da região de operação desejada. Este modelo foi posteriormente usado para sintetizar um controlador não linear usando uma estrutura tipo GMC para resolver problemas de rastreamento de trajetória associados com reatores semi-batelada.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

3.1.1 Equipamento

Para realização deste trabalho foram utilizadas informações disponíveis na literatura, um computador portátil de processador Intel(R) Core(TM) 2 Duo CPU T5750 2.00GHz e aplicativo tipo planilha eletrônica (MILAN, 2010).

3.2 Metodologia Empregada

3.2.1 Modelamento matemático do comportamento da temperatura da massa reacional na etapa de aquecimento inicial do reator

Na Figura 3.1 é apresentada a representação esquemática simplificada do sistema utilizado para obtenção dos dados necessários ao modelamento matemático da temperatura do reator considerado.

Este sistema é composto pelos seguintes elementos:

- Reator cilíndrico vertical construído em aço inoxidável com 6 m³ de capacidade;
- Sistema digital de controle distribuído, marca ABB, modelo AC450;
- Driver OPC de comunicação digital;
- Válvulas de controle pneumaticamente operadas, marca Masoneilan, modelo UNIPACT300;

- Elementos sensores de temperatura tipo Pt100 Ω , fabricante Equipe;
- Medidor de vazão volumétrica por ultrassom, fabricante Flexim, modelo Fluxus ADM 6725; e
- Termômetro de radiação infravermelha, fabricante Raytek, modelo RAYST30XXUS.

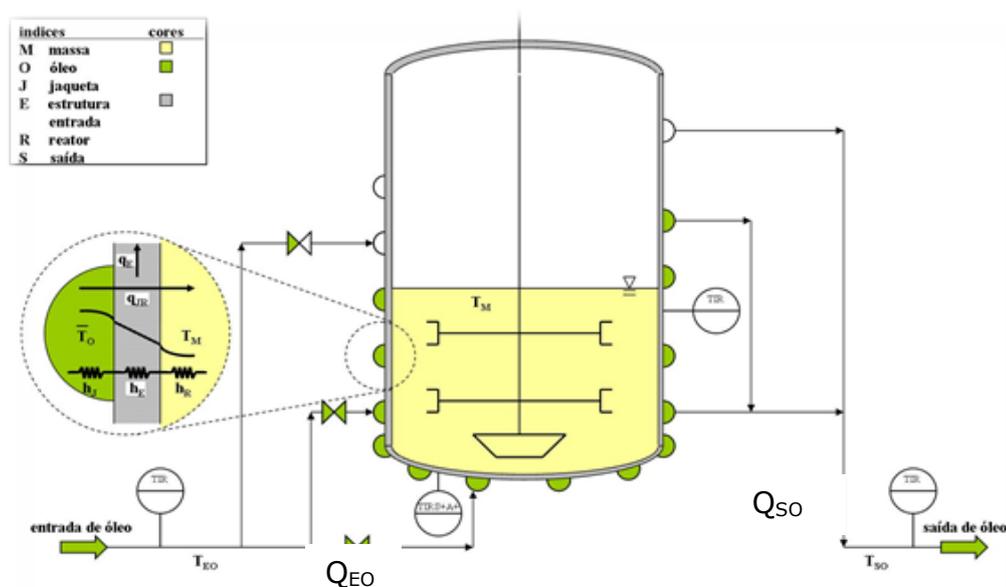


Figura 3.1: Representação esquemática do reator de polimerização
(Fonte: Milan, 2010)

O modelo matemático simplificado do reator estudado neste trabalho foi obtido a partir das equações de balanço global de energia, aplicadas ao volume de controle composto pelo reator propriamente dito e pela jaqueta de aquecimento e/ou resfriamento do tipo meia cana. Adicionalmente, foram usadas correlações específicas para o cálculo do coeficiente global de transporte de calor.

Para a obtenção do modelo matemático foram assumidas algumas simplificações, apresentadas na sequência: *(i)*- as propriedades de transporte de calor dos fluidos contidos no interior do reator e no interior da jaqueta não variam com a temperatura; *(ii)*- não há mudança de fases nos fluidos considerados e *(iii)*- as variações de energia cinética e de energia potencial são assumidas desprezíveis. (GARCIA, 2005)

Os processos de troca térmica considerados na representação matemática do sistema estudado são os seguintes: (i)- transferência de calor por convecção entre o fluido que escoia na jaqueta de aquecimento e/ou de resfriamento; (ii)- transferência de calor por condução nas paredes do reator e (iii)- transferência de calor por convecção entre o fluido contido no interior do reator e a parede do mesmo.

Foi assumido que o reator químico apresenta funcionamento adiabático e que seja aplicável a representação do sistema usando o valor médio global das propriedades térmicas consideradas no modelo.

A configuração do reator pode ser vista na Figura 3.1, apresentada anteriormente. Como pode ser observado naquela figura, o reator foi preenchido com aproximadamente 1/3 de seu volume total nesta fase do processo. Também é importante ressaltar que o reator possui três segmentos independentes de jaqueta meia cana. Estes segmentos são utilizados de acordo com o volume de matéria prima contido no interior do reator. A escolha dos segmentos a serem empregados é feita por meio das válvulas de bloqueio V_1 , V_2 e V_3 , as quais permitem ou não a circulação de fluido térmico nos segmentos 1, 2 e 3 respectivamente.

Os balanços de massa aplicados aos volumes de controle definidos pelo interior do reator químico propriamente dito e pela jaqueta meia cana não são relevantes para o modelamento matemático da temperatura do reator, haja vista o fato da massa reacional dentro do reator (MM) permanece constante na etapa de aquecimento estudada, e da vazão de entrada de óleo térmico na serpentina (FEO) ser igual à vazão de saída de mesmo fluido (FSO).

Na etapa de aquecimento estudada, a energia é transportada da jaqueta meia cana para a massa reacional no interior do reator. O balanço global de energia aplicado ao volume de controle definido pela jaqueta meia cana, pode ser escrito como apresentado pela Eq. (3.1).

$$\frac{d(T_{so})}{dt} = \frac{(\rho_{Eo} \cdot F_{EO} \cdot Cp_{EO} \cdot T_{EO}) - (\rho_{So} \cdot F_{SO} \cdot Cp_{SO} \cdot T_{SO}) - U_{JR} \cdot A_{JR} \cdot (\bar{T}_O - T_M)}{\bar{\rho}_O \cdot V_{OS} \cdot \bar{Cp}_O} \quad (3.1)$$

Foi assumida a hipótese simplificadora de que o sistema pode ser modelado como um sistema a parâmetros concentrados devido ao fato de que as diferenças de temperaturas entre entrada e saída do fluido térmico usado como agente de aquecimento da massa reacional são pequenas.

A temperatura média é calculada fazendo a média aritmética entre as temperaturas de entrada (T_{EO}) e temperatura de saída do fluido térmico (T_{SO}) de acordo com a Eq. (3.2).

$$\bar{T}_O = \frac{(T_{EO} + T_{SO})}{2} \quad (3.2)$$

A temperatura da massa reacional (T_M) será calculada com base no balanço global de energia aplicado ao volume de controle definido pelo reator químico propriamente dito.

O balanço global de energia aplicado ao volume de controle definido pelo reator químico propriamente dito pode ser escrito como apresentado pela Eq. (3.3).

$$\frac{d(T_M)}{dt} = \frac{U_{JR} \cdot A_{JR} \cdot (\bar{T}_O - T_M)}{\rho_M \cdot V_M \cdot Cp_M} \quad (3.3)$$

O modelo matemático desenvolvido foi configurado no ambiente SIMULINK® do aplicativo MATLAB®, como mostrado no diagrama de simulação apresentado na Figura 3.2.

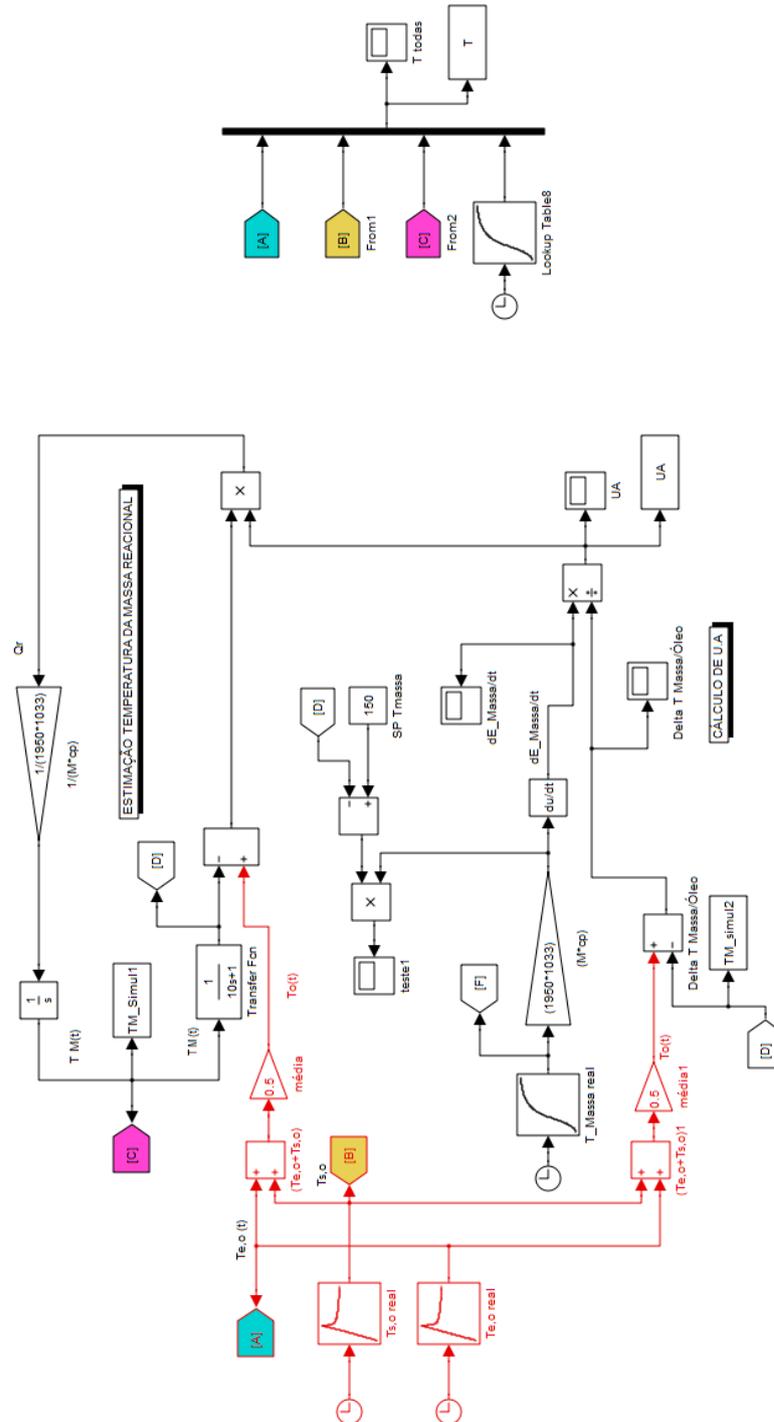


Figura 3.2: Diagrama de simulação do reator de polimerização em estudo
(fonte: a autora)

Foram estudados três cenários de falha associados ao sistema de aquecimento do reator, assumindo que o aquecimento da massa de solvente transferida para o reator tenha sido iniciado normalmente, e que depois de

transcorridos aproximadamente 3.000 segundos, ocorra a alteração postulada no texto que é apresentado na sequencia.

O **primeiro cenário** de falha leva em consideração a falha na posição totalmente aberta da válvula de controle utilizada para manter constante a vazão de óleo térmico a 300°C. O diagrama de simulação correspondente a este cenário é apresentado na Figura 3.3.

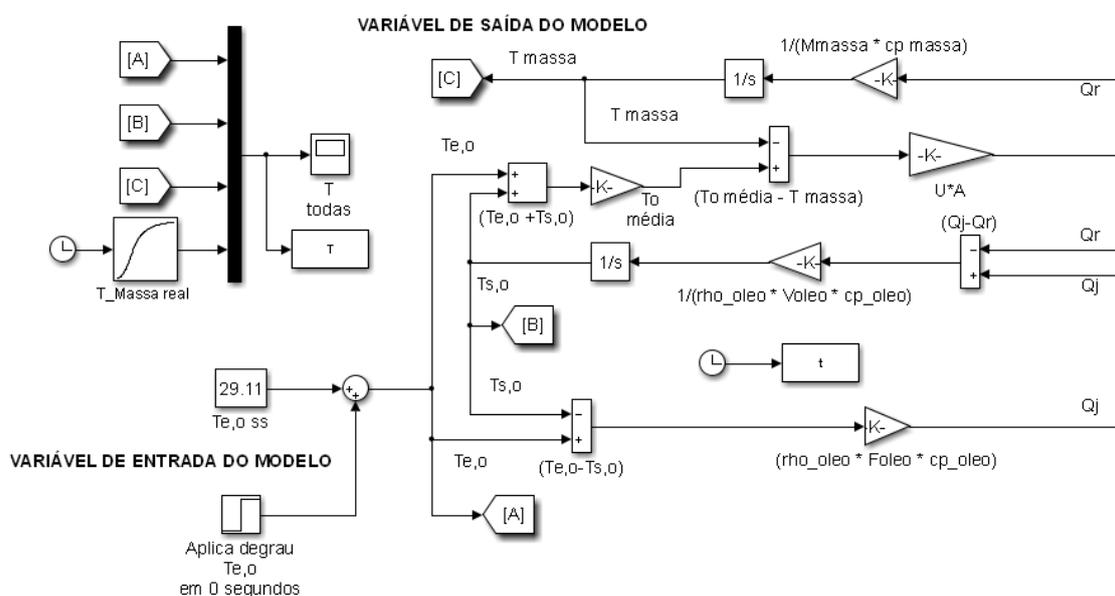


Figura 3.3: Diagrama de simulação do 1º cenário de falha.
(fonte: a autora)

O **segundo cenário** de falha leva em consideração a falha na posição totalmente aberta da válvula de controle utilizada para manter constante a vazão de óleo térmico a 300°C durante o intervalo de tempo de 60 minutos. O diagrama de simulação correspondente a este cenário é apresentado na Figura 3.4.

Para simular este cenário foram empregados dois blocos de função de tipo step, identificados no diagrama de simulação como "**aplica degrau $T_{e,o}$** " e "**retira degrau $T_{e,o}$ em 3600 segundos**", respectivamente. Os sinais gerados por estes dois últimos blocos de função são subtraídos entre si e geram uma perturbação do tipo pulso. O valor resultante desta soma é adicionado ao sinal proveniente do bloco de função **constant**, identificado como " **$T_{e,o}$ ss**".

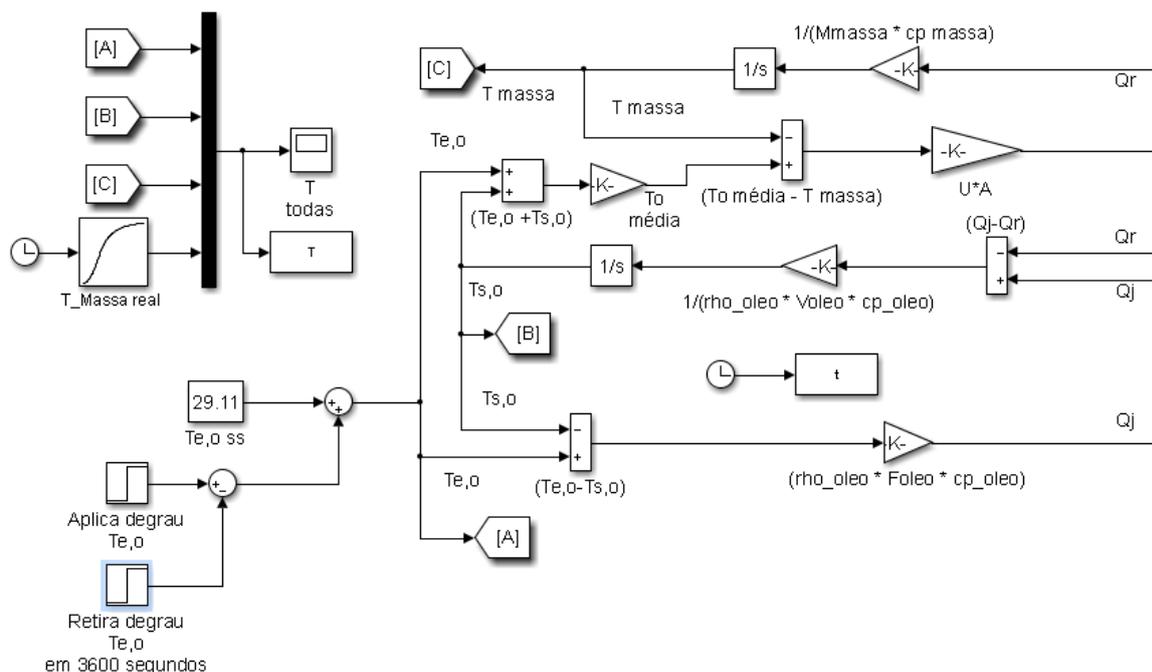


Figura 3.4: Diagrama de simulação do 2º cenário de falha.
(fonte: a autora)

O **terceiro cenário** de falha leva em consideração a falha gradual na posição totalmente aberta da válvula de controle utilizada para manter constante a vazão de óleo térmico a 300°C durante o intervalo de tempo aproximado de 28 minutos. O diagrama de simulação correspondente a este cenário é apresentado na Figura 3.5. Para simular este cenário foram empregados dois blocos de função de tipo **step**, identificados no diagrama de simulação como "**aplica degrau fictício**" e "**retira degrau fictício**", respectivamente. Por hipótese de estudo, o sinal gerado por este último bloco de função é aplicado depois de transcorridos 60 minutos. Os sinais gerados por estes dois últimos blocos de função são subtraídos entre si e geram uma perturbação do tipo pulso. O valor resultante desta soma é multiplicado pelo sinal proveniente do bloco de função **ramp**, identificado como "**Perturbação rampa**". Este sinal é aplicado na entrada 3 (inferior) do bloco de função identificado como **Switch**. Este bloco de função executa um comando lógico que altera a entrada válida quando o valor do tempo informado na entrada 2 (do meio) for maior ou igual a 28 minutos, mudando da entrada 3 para a entrada 1 (superior). O valor lido na entrada 1 passa a ser igual a 270,89, que somado ao valor fornecido pelo bloco de função **constant**, identificado como "**Valor a ser**

somado a $T_{e,o ss}$, fornece o valor de temperatura desejado que é igual a 300 °C.

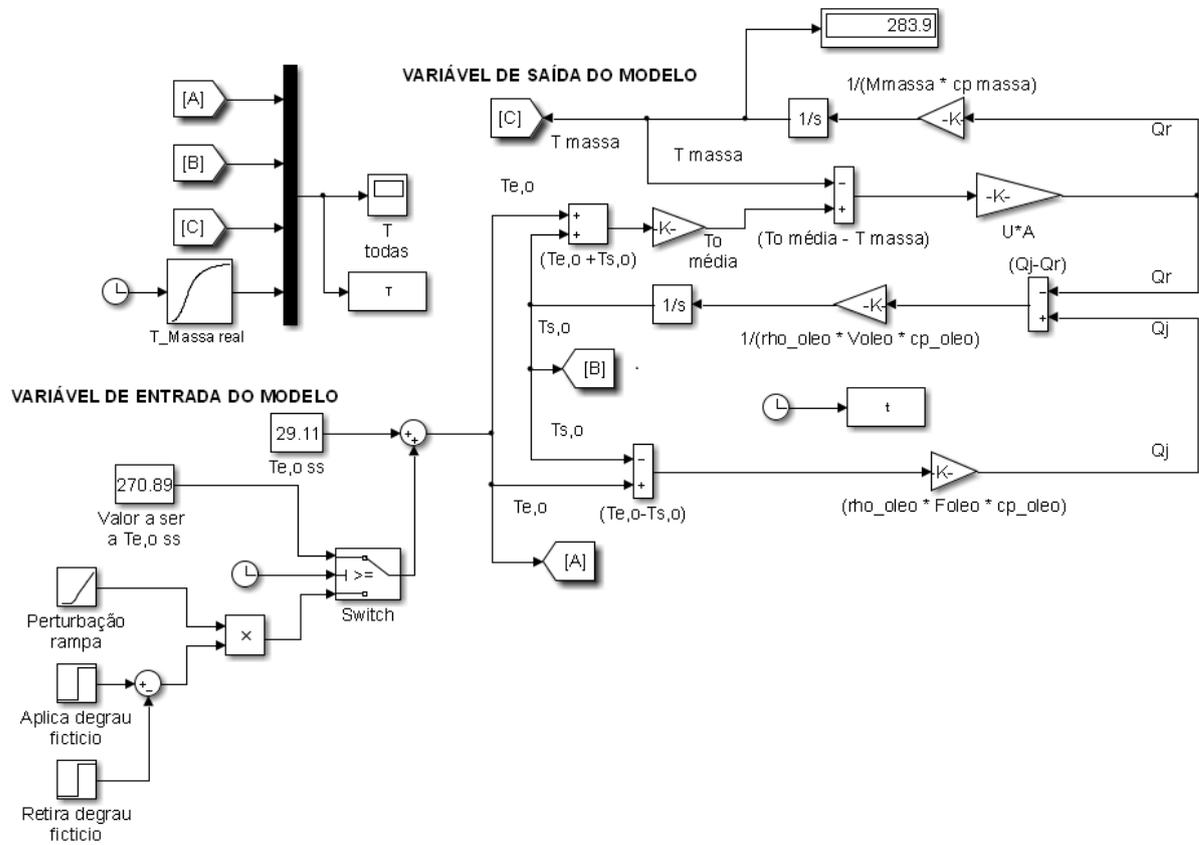


Figura 3.5: Diagrama de simulação do 3º cenário de falha.
(fonte: a autora)

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 4.1 são apresentados os comportamentos temporais das temperaturas da massa reacional real e simulada considerando o **primeiro cenário** de falha, bem como os comportamentos temporais das temperaturas de entrada e de saída do óleo térmico utilizado na etapa de aquecimento considerando o modo de operação em análise.

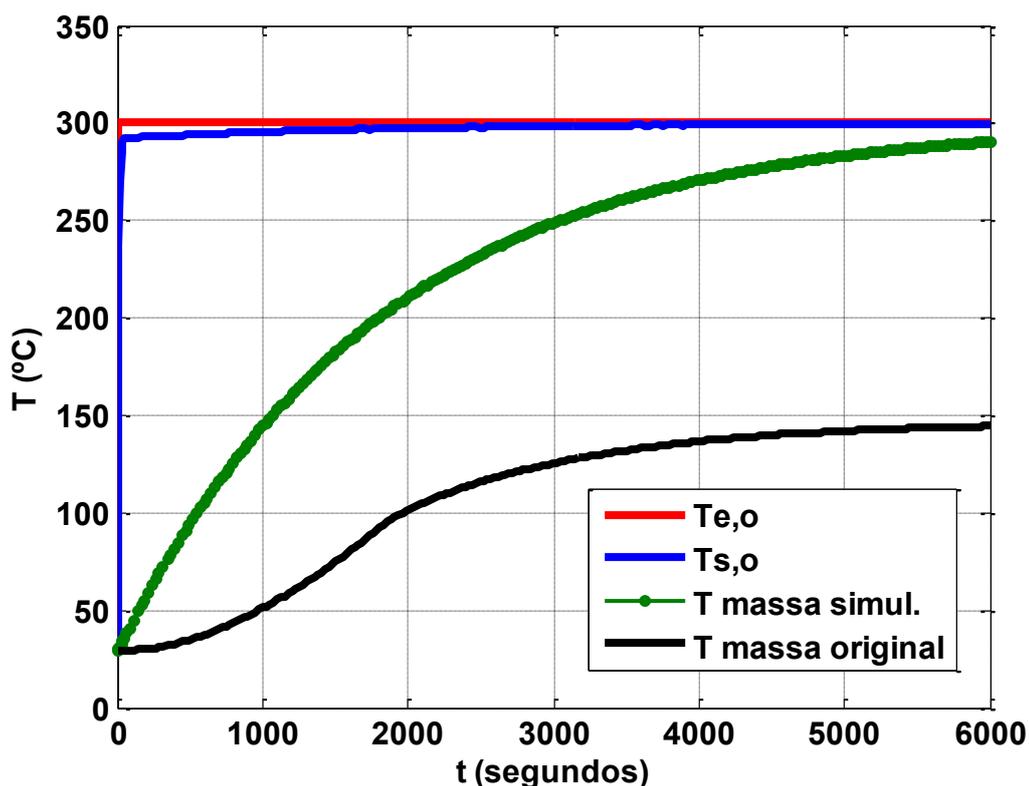


Figura 4.1: Comportamento do sistema para o 1º cenário de falha (fonte: a autora)

Com base na Figura 4.1 pode-se observar que a elevação da temperatura simulada da massa é feita de maneira muito mais acentuada, quando comparada com o comportamento original da mesma. Outro ponto importante diz respeito ao valor final da temperatura da massa, que considerando a falha na abertura da válvula de óleo térmico alimentado a 300°C atingirá o valor de aproximadamente 290°C contra o valor originalmente desejado de 144°C. O comportamento simulado da temperatura da massa está coerente com o esperado na realidade, haja vista o fato de que a válvula de controle falhou totalmente aberta. Esta condição térmica é totalmente inadequada para o início da alimentação do monômero e do iniciador

da reação de polimerização, podendo levar o reator à condição indesejada de perda de controle (*runaway*).

Na Figura 4.2 são apresentados os comportamentos temporais das temperaturas da massa reacional real e simulada considerando o **segundo cenário** de falha, bem como os comportamentos temporais das temperaturas de entrada e de saída do óleo térmico utilizado na etapa de aquecimento considerando o modo de operação em análise.

Com base na Figura 4.2 pode-se observar que a elevação da temperatura simulada da massa é feita de maneira muito mais acentuada, com comportamento análogo ao apresentado no primeiro cenário, quando comparada com o comportamento original da mesma. Contudo, neste segundo cenário, a falha na válvula é corrigida no instante $t = 3.600$ segundos, por meio do fechamento completo da mesma. Esta condição foi representada de maneira simplificada por meio do retorno da temperatura do óleo térmico para o valor inicial da etapa de aquecimento. Com base no comportamento apresentado pela ***Te,o*** na Figura 4.2, a temperatura simulada da massa passou a diminuir com o tempo, alcançando o valor aproximado de 97°C no instante $t = 6.000$ segundos. Este segundo cenário é igualmente indesejável pois implica em valores intermediários da temperatura da massa muito elevados, da ordem de 280°C contra o valor originalmente desejado de 144°C . O comportamento simulado da temperatura da massa está coerente com o esperado na realidade, haja vista o fato de que a válvula de controle falhou totalmente aberta e posteriormente foi fechada. De maneira análoga ao anteriormente exposto, esta condição térmica é totalmente inadequada para o início da alimentação do monômero e do iniciador da reação de polimerização, apesar de potencialmente não levar o reator à condição indesejada de perda de controle (*runaway*).

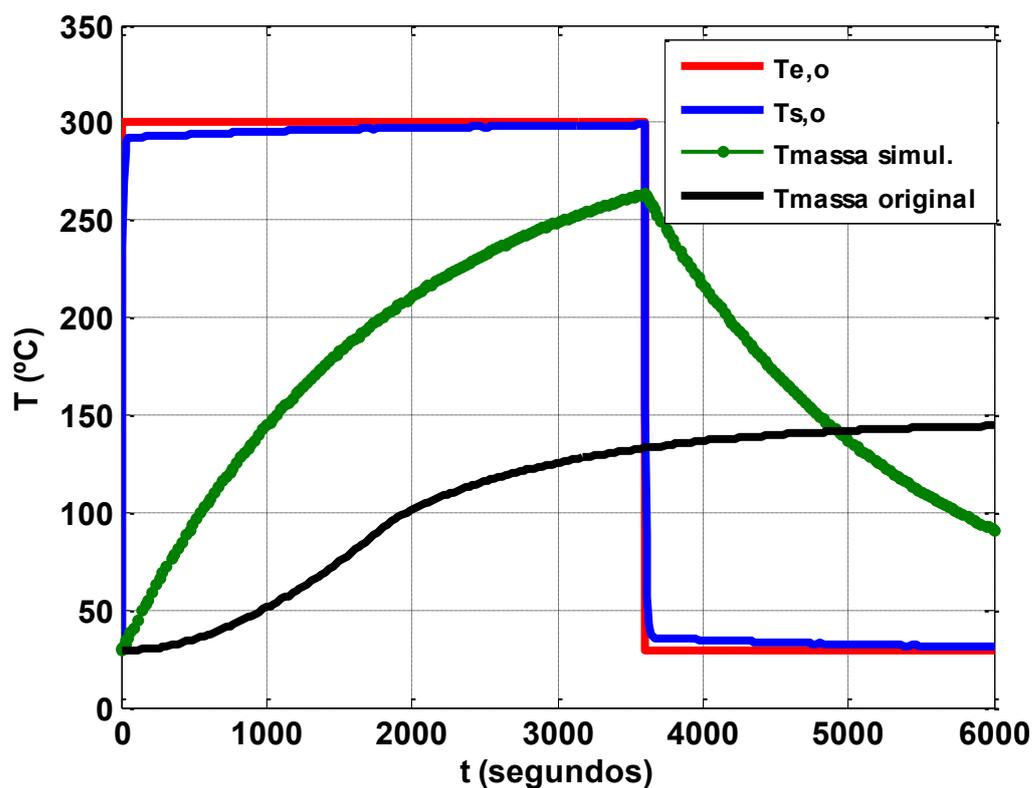


Figura 4.2: Comportamento do sistema para o 2º cenário de falha
(fonte: O autor)

Na Figura 4.3 são apresentados os comportamentos temporais das temperaturas da massa reacional real e simulada considerando o **terceiro cenário** de falha, bem como os comportamentos temporais das temperaturas de entrada e de saída do óleo térmico utilizado na etapa de aquecimento considerando o modo de operação em análise.

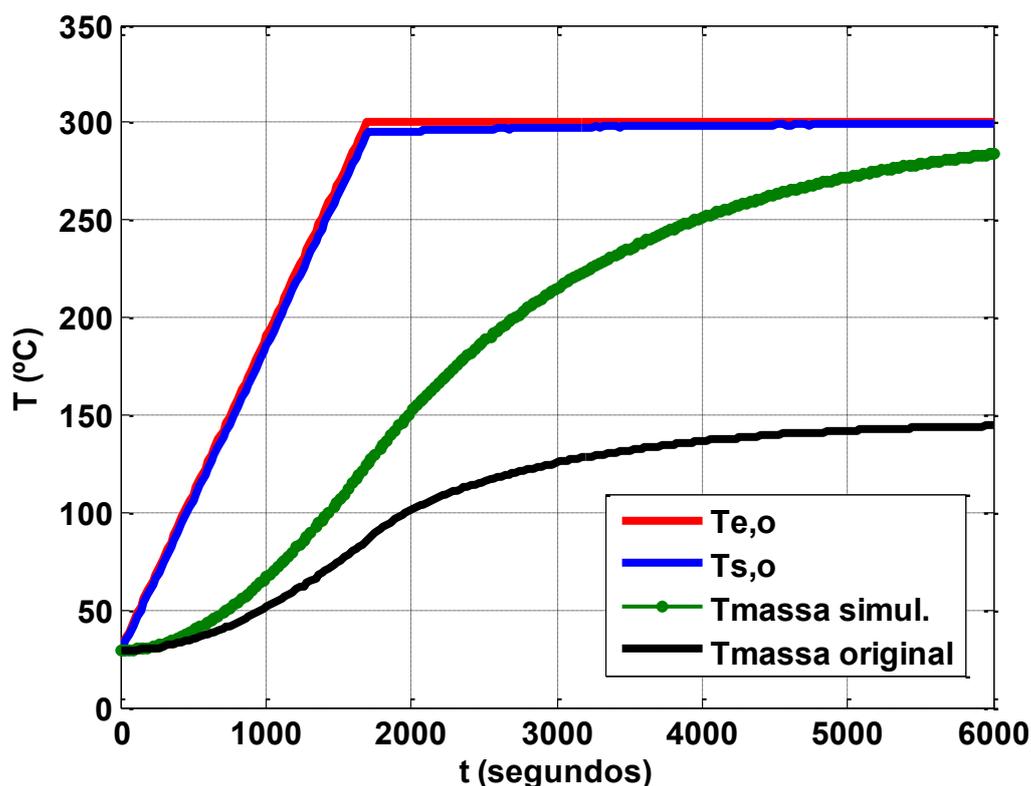


Figura 4.3: Comportamento do sistema para o 3º cenário de falha
(fonte: O autor)

Com base na Figura 4.3 pode-se observar que a elevação da temperatura simulada da massa é feita de maneira igualmente muito mais acentuada, quando comparada com o comportamento original da mesma. Outro ponto importante diz respeito ao valor final da temperatura da massa, que considerando a falha gradual na abertura da válvula de óleo térmico alimentado a 300°C atingirá o valor de aproximadamente 284°C contra o valor originalmente desejado de 144°C. O comportamento simulado da temperatura da massa está coerente com o esperado na realidade, haja vista o fato de que a válvula de controle falhou totalmente aberta, com abertura gradual da mesma. Esta condição térmica é totalmente inadequada para o início da alimentação do monômero e do iniciador da reação de polimerização, podendo levar o reator à condição indesejada de perda de controle (*runaway*).

5 CONCLUSÃO

O resultado obtido com este Trabalho de Conclusão de Curso pode ser considerado satisfatório para representar o comportamento dinâmico do sistema em resposta a falhas na válvula de óleo térmico quente, uma vez que o modelo desenvolvido é suficientemente simples e de rápida execução sem, contudo, apresentar grande afastamento do comportamento experimental.

As temperaturas encontradas para a massa de solvente foram consideradas muito elevadas diante dos cenários de falha estudados recomendando a realização de um HAZOP para mitigar os efeitos indesejados do aumento das mesmas.

A possibilidade de aplicação do conteúdo deste Trabalho de Conclusão de Curso no ensino de disciplinas tais como Operações Unitárias da Indústria Química e Controle de Processos é bastante atraente, permitindo contribuir diretamente para a melhoria do processo de ensino e aprendizagem.

6 REFERÊNCIAS

AZIZ, HUSSAIN & MUJTABA. **Performance of different types of controllers in tracking optimal temperature profiles in batch reactors.** Computers and Chemical Engineering, 24 (2000), 1069 – 1075;

CLARKE-PRINGLE. T. & MACGREGOR. J. F. **Nonlinear adaptive temperature control of multi-product, semi-batch polymerization reactors.** Computers and Chemical Engineering, 21 (1997), 1395 – 1409;

CROWLEY, T. J. & CHOI, K.. **On-line monitoring and control of a batch polymerization reactor.** J. Proc. Control, 6, 2/3, 1996;

DELAPLACE, DEMEYRE, GU´ERIN, DEBREYNE, & LEULIET. **Determination of representative and instantaneous process side heat transfer coefficients in agitated vessel using heat flux sensors.** Chemical Engineering and Processing, 44 (2005), 993 – 998;

DHOTRE M.T., MURTHY Z.V.P, J.N SUBRAMANIAN **Modeling & Dynamic Studies of Heat Transfer Cooling of Liquid in Half-Coil Jackets,** India, Chemical Engineering Journal 118(2006) 183-188;

GALVÁN & ZALDIVAR. **Application of recurrent neural networks in batch reactors Part II: Nonlinear inverse and predictive control of the heat transfer fluid temperature.** Chemical Engineering and Processing, 37 (1998), 149 – 161;

GARCIA, C. **Modelagem e Simulação de Processos Industriais e de Sistemas Eletromecânicos.** São Paulo, SP: EDUSP, 2005, 678p;

HAUGWITZ, S., HAGANDER, P., & NÓREN, T. **Modeling and control of a novel heat exchange reactor,the Open Plate Reactor.** Control Engineering Practice, 15 (2007), 779 – 792;

KAWASE, Y., HOSHINO, M., & TAKAHASHI, T. **Non-Newtonian laminar boundary-layer heat transfer in stirred tanks**. *Heat and Mass Transfer*, 38, (2002), 679 – 686;

LOULEH, Z., CABASSUD, M. & LE LANN, M. V.. **A new strategy for temperature control of batch reactors: experimental application**. *Chemical Engineering Journal*, 75 (1999), 11 – 20;

LUYBEN, W. L. **Process Modeling, Simulation and Control for Chemical Engineers**. 2nd Ed. McGraw-Hill 1990;

MELO JR., P.A.; PINTO, J. C. C. da S. **Introdução à Modelagem Matemática e Dinâmica Não Linear de Processos Químicos**. Rio de Janeiro, RJ: COPPE - UFRJ, 2008;

MILAN, W. **Desenvolvimento de sensor virtual de temperatura para calcular valor de referência em controle de temperatura aplicado a processo de produção de resinas com reator de batelada**. São Caetano do Sul, SP: CEUN-IMT, Mestrado, 2010.

NAGY, Z. & AGACHI, S. **Model predictive control of a PVC batch reactor**. *Computers Chemical Engineering*, 21 (1997), (6), 571 – 591;

RANI, K.Y. & PATWARDHAN, S. C. **Data-driven model based control of a multi-product semi-batch polymerization reactor**. *Trans IChemE, Part A, Chemical Engineering Research and Design*, 2007, 85(A10): 1397–1406;

RÉGNIER, N., DEFAYE, G., CARALP, L. & VIDAL, C. **Software sensor based control of exothermic batch reactors**. *Chemical Engineering Science*, 51, (23), 5125 - 5136, 1996;

SEBORG, J. M.; EDGARD, T.F & MELLICHAMP, D. A. **Process Dynamics and Control**. Wiley 1989;

SUNDARESAN, K. R.; KRISHNASWAMY. P. R. **Estimation of time delay, time constant parameters in time, frequency and Laplace domains**. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, v. 56, n. 2, p. 257-62, Apr. 1978;

XAUMIER, F., LE LANN, M. V., CABASSUD, M. & CASAMATTA, G. (2002). **Experimental application of nonlinear model predictive control: temperature control of an industrial semi-batch pilot-plant reactor.** Journal of Process Control 12 (2002) 687–693;

ZEYBEK, Z. ÇETINKAYA, S., HAPOGLU, H., ALPBAZ, M. **Generalized delta rule (GDR) algorithm with generalized predictive control (GPC) for optimum temperature tracking of batch polymerization.** Chemical Engineering Science 61 (2006) 6691 – 6700;

ZIEGLER, J. G.; NICHOLS, N. B. **Optimum settings for automatic controllers.** Transactions of the ASME, v. 64, n. 11, p. 759, Nov. 1942.