

Povzetek

V doktorski disertaciji je predstavljen razvoj avtonomnega, samooptimizacijskega mikropretočnega sistema, ki je bil eksperimentalno potrjen na Claisen–Schmidtovi kondenzaciji med 2-metoksibenzaldehidom in acetonom. Cilj raziskave je bil razviti hitrejši, učinkovitejši in trajnostnejši pristop za optimizacijo kompleksnih, večstopenjskih reakcij, občutljivih na procesne pogoje. Zaradi omejitev klasičnih pristopov (en parameter naenkrat, DoE) smo zasnovali integriran sistem, ki združuje pretočno kemijo, procesno analitske tehnike (PAT) in metode umetne inteligence. Sistem temelji na mikropretočnem reaktorju s FlowPlate reakcijsko ploščo, dveh PAT-tehnologijah (linijski FTIR in ob-linijski UPLC) ter večciljnim optimizacijskem algoritmu TSEMO. Programska oprema v jeziku Python z uporabo protokolov DLL in OPC UA izvaja master/slave arhitekturo za povezovanje in nadzor komponent, kar omogoča natančno avtomatizirano krmiljenje reakcijskih pogojev, zaznavanje stacionarnega stanja in sprožitev UPLC-analiz.

Modelna reakcija poteka v dveh stopnjah, pri čemer je druga kinetično omejujoča. Razvili smo dvostopenjski kinetični model, ki omogoča zanesljive napovedi reakcijskih pogojev in upošteva temperaturno ter koncentracijsko odvisnost tvorbe intermediata (enon) in končnega produkta (dienon). Kljub nižji aktivacijski energiji je druga stopnja omejujoča zaradi nižjega predeksponenta, kar zahteva natančen nadzor nad ravnotežjem intermedjata. Sistem je dosegel hitro konvergenco k optimalnim pogojem; največja vsebnost dienona je znašala 69,1 % (UPLC area %), s povprečnim odstopanjem 7,5 %. Eksperimentalne rezultate smo validirali z modelskimi napovedmi in dosegli ujemanje znotraj ± 10 %, kar potrjuje zanesljivost sistema.

Rezultati dokazujejo, da je kompleksne kemijske reakcije možno voditi in optimizirati brez ročnega nadzora. Sistem je modularen, razširljiv, omogoča enostavno integracijo novih naprav in metod, skrajša razvojni čas ter zmanjša porabo reagentov. Avtonomnost zagotavlja hitrejše iskanje optimalnih pogojev, večjo varnost in ponovljivost, kar prispeva k digitalizaciji laboratorijev prihodnosti.

Inovacija je prejela zlato priznanje Gospodarske zbornice Dolenjske in Bele krajine.

Ključne besede: Pretočna kemija, Reakcijsko inženirstvo, Samo-optimizacija, Strojno učenje, Bayesova optimizacija, Claisen-Schmidt kondenzacija, Validacija samo-optimizacije, Kemijska kinetika, Matematično modeliranje, Matematično programiranje, Načrtovanje procesov, Vodenje procesov, Spremljanje procesov