

Literatura

1. P. Brown-Augsburger, X. M. Yue, J. A. Lockridge, J. A. McSwiggen, D. Kamboj, K. M. Hillgren, Development and validation of a sensitive, specific, and rapid hybridization-ELISA assay for determination of concentrations of a ribozyme in biological matrices, *J. Pharm. Biomed. Anal.* **34** (2004) 129–139.
2. W. C. de Moura, N. M. Frazatti Galina, R. M. Mourao Fuches, P. C. Romijn, J. P. Gagliardi Leite, Validation of a virus neutralization potency test in BHK-21 cells for rabies immunoglobulins in a two center study, *J. Virol. Methods* **154** (2008) 7–13.
3. European Pharmacopoeia, 6th ed. Strasbourg, France, 2008.
4. S. Gupta, V. Devanarayan, D. Finco, G. R. Gunn, S. Kirshner, S. Richards, B. Rup, A. Song, M. Subramanyam, Recommendations for the validation of cell-based assays used for the detection of neutralizing antibody immune responses elicited against biological therapeutics, *J. Pharm. Biomed. Anal.* **55** (2011) 878–888.
5. ICH Q2A, Text on Validations of Analytical Procedures, 1994.
6. ICH Q2B, Text on Validations of Analytical Procedures: Methodology, 1996.
7. S. Kumar, S. Kanwar, V. Bansal, R. Sehgal, Standardization and validation of Vero cell assay for potency estimation of diphtheria antitoxin serum, *Biologicals* **37** (2009) 297–305.
8. V. Parreno, S. A. Romera, L. Makek, D. Rodriguez, D. Malacari, S. Maidana, D. Compaired, G. Combessies, M. M. Vena, L. Garaicoechea, A. Wigdorovitz, L. Marangunich, F. Fernandez, Validation of an indirect ELISA to detect antibodies against BoHV-1 in bovine and guinea-pig serum samples using ISO/IEC 17025 standards, *J. Virol. Methods* **169** (2010) 143–153.
9. N. Ritter, S. J. Advant, J. Hennessey, H. Simmerman, J. McEntire, A. Mire-Sluis, C. Joneckis, What is test method qualification. *BioProcess International* **2** (2004) 32–46.
10. J. Robinson, Bioassays—a continuously developing field, *Drug Discovery Today* **8** (2003) 676–678.
11. T. S. Schofield, Assay validation, u S. C. Chow (ed), *Encyclopedia of Biopharmaceutical Statistics*. New York, 2003, str. 63–71.
12. G. Shankar, M. S. Fourrier, M. A. Grevenkamp, P. A. Lodge, Validation of the COSTIM bioassay for dendritic cell potency, *J. Pharm. Biomed. Anal.* **36** (2004) 285–294.
13. J. M. Smolec, B. DeSilva, W. Smith, R. Weiner, M. Kelly, B. Lee, M. Khan, R. Tacey, H. Hill, A. Celniker, Bioanalytical Method Validation for Macromolecules in Support of Pharmacokinetic Studies. *Pharm. Res.* **22** (2005) 1425–1431.
14. R. Thorpe, M. Wadhwa, C. Page, A. Mire-Sluis, Bioassays for the Characterisation and Control of Therapeutic Cytokines; Determination of Potency, *Dev. Biol. Stand.* **97** (1999) 61–71.
15. USP 26/NF 29, General Chapter 1225, Validation of Compendial Procedures, 2011., p.p. 2439–2443.
16. VICH GL1, Validation of Analytical Procedures: Definition and Terminology, 1998.
17. VICH GL2, Validation of Analytical Procedures: Methodology, 1998.

Suradnja Petrokemije d. d. Kutina sa znanstvenim institucijama

S. Leaković* i B. Stojić**

Petrokemija d. d. Kutina
Aleja Vukovar 4
44 320 Kutina

Stjecanje novih znanja nužno je za razvoj procesa u svim industrijskim postrojenjima proizvodnje gnojiva, prerade bentonitnih glina i proizvodnje čađa. To se postiže na više načina:

Proučavanje literature objavljeno u stručnim časopisima

Petrokemija d. d. pretplaćena je na stručne časopise iz područja kemije kao što su: *Nitrogen, Sulphur, Fertilizer Week, Fertilizer International, Hydrocarbon Processing, Chemical Engineering, Industrial Minerals* i *Carbon Black*. Od domaćih časopisa raspoložemo sa sljedećim: *Eko revija, Goriva i maziva, Kemija u industriji i Polimeri*.

Sudjelovanje na kongresima, simpozijima i stručnim skupovima

Naši stručnjaci objavljuju stručne radove na domaćim i međunarodnim stručnim skupovima kao što su: *Hrvatski skup kemičara i kemijskih inženjera, Ružičkini dani, Susret mladih kemijskih inženjera* koji se održavaju u organizaciji HDKI-a te znanstveno-

-stručnim skupovima u organizaciji Akademije tehničkih znanosti Hrvatske, *Hrvatska konferencija o vodama* i *Hrvatski znanstveno-stručni skup "Zaštita zraka"*.

Razmjena iskustava stručnjaka sličnih industrijskih postrojenja

Dobru suradnju imamo s tvrtkama koje proizvode mineralna gnojiva iz Poljske, Austrije, Njemačke, Rumunjske a posebno s tvrtkom Nitrogénművek iz Mađarske.

Sudjelovanje na pripremi i realizaciji projekata

Realizacija projekata odvijala se na području unapređenja tehnoloških procesa proizvodnje gnojiva, uštedama energije i zaštiti okoliša kao što su:

- Kaltenbach S. A., Francuska: zamjena priliranja gnojiva KAN sustavom za granulaciju;
- Stamicarbon BV iz Nizozemske: rekonstrukcija procesa proizvodnje uree radi smanjenja emisije amonijaka u zrak te amonijaka i uree u otpadne vode;
- Ammonia Casale iz Švicarske: rekonstrukcija sekcije sinteze amonijaka radi smanjenja potrošnje energije;
- Air Product iz Norveške: izdvajanje amonijaka i vodika iz otpadnog plina uz smanjenje emisije NO_x u zrak;

* Dr. sc. Stjepan Leaković,
e-pošta: stjepan.leakovic@petrokemija.hr

** Mr. sc. Biserka Stojić,
e-pošta: biserka.stojic@petrokemija.hr

- SNC-Lavalin iz Belgije: ugradnja sustava za pranje plinova sekcije za granulaciju gnojiva NPK;
- EnProSol, Inc., Florida, SAD: ugradnja selektivne katalitičke redukcije plinova NO_x u proces proizvodnje dušične kiseline;
- Thermoengineering S.a.s. iz Italije: ugradnja baklji za spaljivanje sumporovodika iz otpadnih plinova u proizvodnji čađa;
- Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije Zagreb: rekonstrukcija sustava za pranje plinova sekcije reaktora na postrojenju NPK 1.

Objavljivanje stručnih članaka u stranim i domaćim časopisima

Strani časopisi:

- S. Leaković, I. Mijatović, Š. Cerjan-Stefanović, E. Hodžić, Nitrogen removal from fertilizer wastewater by ion exchange, *Water Research* **34** (2000) 185–190;
- T. Bolanča, Š. Cerjan-Stefanović, M. Luša, Š. Ukić, S. Leaković, Determination of Inorganic Ions in Fertilizer Industry Wastewater by Ion Chromatography, *Chromatographia* **63** (7/8) (2006) 395–400.

Domaći časopisi – Kemija u industriji:

- Nenad Zečević, dipl. inž. sa suradnicima je objavio devet radova iz područja unapređenja proizvodnje čađa, smanjenja potrošnje voda u procesima proizvodnje gnojiva te smanjenje emisije plinova NO_x u proizvodnji dušične kiseline (*Kem. Ind.* 2007. – 2011.);
- Slavko Kumpović, dipl. inž. i dr. sc. Stjepan Leaković objavili su rad:

S. Kumpović, S. Leaković, Predobrada procesnog kondenzata otplinjavanjem amonijaka u proizvodnji gnojiva KAN, *Kem. Ind.* **60** (10) (2011) 505–510.

Izrada pripravnčkih radova, diplomskih i magistarskih radova te disertacija

Petrokemija d. d. sa svojim tehnološkim procesima osigurava velik prostor za suradnju s fakultetima u području kemije i kemijskog inženjerstva za izradu diplomskih, magistarskih radova i disertacija. U proteklih deset godina pod vodstvom profesora Fakulteta kemijskog inženjerstva i tehnologije (prof. dr. sc. Ljubica Matijašević) izrađeni su sljedeći diplomski radovi:

- Ivana Šoljić: Proračun i analiza hladnjaka nitroznog plina pri proizvodnji nitratre kiseline;
- Hrvoje Lisac: Unapređenje procesa desorpcije i hidroliza pri proizvodnji uree;
- Tanja Radanović, Racionalizacija potrošnje vode u proizvodnji gnojiva.

Uz suradnju prof. dr. sc. Ivana Mijatovića s Prehrambeno-bio-tehnološkog fakulteta izrađivani su također diplomski radovi kako slijedi:

- Helena Ivančić: Optimiranje rada anionskog ionskog izmjenjivača praćenjem krivulje elucije;
- Jelena Škala: Obrada otpadne vode NPK-pogona ionskom izmjenom.

Pod vodstvom prof. dr. sc. Želimira Kurtanjeka Stela Antolić izradila je diplomski rad pod nazivom: Modeliranje procesa pročišćavanja otpadne vode NPK pogona ionskom izmjenom.

Magistarske radove pod mentorstvom su prof. dr. sc. Ljubice Matijašević izradili:

- Robert Fabek: Optimiranje reaktorske sekcije pri proizvodnji uree;
- Goran Romac: Studija zaštite okoliša pri proizvodnji dušične kiseline.

Završne radove na Sveučilišnom interdisciplinarnom poslijediplomskom studiju izradili su:

- Zdenko Buić: Modeliranje procesa proizvodnje bentonitne gline (mentor prof. dr. sc. Bruno Zelić);
- Ivana Vidalin: Odlagalište fosfogipsa – nastanak, stabilizacija i ozelenjavanje (mentor prof. dr. sc. Davorin Kovačić).

Disertaciju pod nazivom Obrada otpadnih voda u proizvodnji mineralnih gnojiva izradio je Stjepan Leaković pod vodstvom prof. dr. sc. Emira Hodžića. Istražena je primjena monodisperznih ionskih masa i prirodnih zeolita u obradi otpadne vode iz proizvodnje mineralnih gnojiva te membranskog procesa reverzne osmoze u predobradi istih otpadnih voda prije postojeće obrade ionskom izmjenom (slika 1).



Slika 1 – Dio postrojenja za obradu otpadnih voda ionskom izmjenom

Trenutačno je u izradi disertacija Nirvane Franković Mihelj, mentor prof. dr. sc. Juraj Šipušić, naslova "Oporaba otpadnog gipsa u pripremi specijalnog cementa", u kojoj se među ostalim istražuje mogućnost uporabe našeg fosfogipsa za proizvodnju tzv. sulfoaluminatnog cementa.

Prvi istraživački radovi mladih diplomiranih inženjera kemijske struke provode se u prvoj godini rada u Petrokemiji d. d. kroz izradu pripravnčkih radova. Mladi inženjeri se usmjeravaju u jedan od tehnoloških procesa proizvodnje gnojiva, gdje istražuju moguća poboljšanja rada. U pojedinim slučajevima radi se o nastavku istraživanja kojem je prethodila izrada vlastitog diplomskog rada. Dio rezultata provedenih istraživanja objavljuje se na stručnom skupu *Susret mladih kemijskih inženjera*, koji organizira Hrvatsko društvo kemijskih inženjera. Na proteklih osam susreta objavljeno je 15 radova desetorice naših mladih inženjera.

Suradnja s predstavnicima znanstvenih institucija na znanstvenim istraživačkim projektima

Petrokemija d. d. je s Fakultetom kemijskog inženjerstva i tehnologije te Ministarstvom znanosti i tehnologije RH sudjelovala u realizaciji tri znanstvena projekta:

- Ionski izmjenjivači u zaštiti voda kemijske industrije, 1996. – 1999.
- Ionska izmjena i membranski procesi u obradi voda kemijske industrije, 2003. – 2005.
- Procesi ionske izmjene u sustavu kvalitete industrijskih voda, 2006. – 2008.

Voditeljica projekata bila je prof. dr. sc. Štefica Cerjan Stefanović, a glavni suradnici prof. dr. sc. Emir Hodžić i prof. dr. sc. Ivan Mijatović.

Kroz te projekte, osim ostalog, istraživale su se mogućnosti poboljšanja rada postrojenja za obradu otpadne vode ionskom izmjenom. Istraživale su se također i mogućnosti primjene prirodnih zeolita i membranskih procesa u obradi otpadne vode nastale u proizvodnji gnojiva. Pored toga u analitičke metode uvedena je uporaba ionske kromatografije. Samo u razdoblju 1996. – 2001. u znanstvenom području na Fakultetu kemijskog inženjerstva i tehnologije te Prehrambeno-biotehnoškog fakultetu u Zagrebu izrađeno je pet disertacija, deset magistarskih radova i 42 diplomaska rada. Objavljeno je 16 radova u časopisima koje pokriva baza podataka *Current Contents* i osam radova u zbornicima skupova s međunarodnom recenzijom.

Znanstvena istraživanja nastavljena su na pojedinim zavodima FKIT-a i Institutu Ruđer Bošković. Rezultati su objavljeni na *XXI. hrvatskom skupu kemičara i kemijskih inženjera*. Prof. dr. sc. Štefica Cerjan Stefanović i suradnici istraživali su mogućnost razdvajanja fluoridnih i fosfatnih iona ionskom izmjenom. Istraživanja su rađena na otpadnoj vodi nastaloj u proizvodnji fosforne kiseline.

Prof. dr. sc. Krešimir Košutić i suradnici na istoj otpadnoj vodi istraživali su mogućnost uklanjanja fluorida i fosfata primjenom membranskih procesa nanofiltracije i reverzne osmoze.

Dr. sc. Damir Kralj i suradnici iz IRB-a istraživali su metode taloženja radi selektivnog izdvajanja fluorida i fosfata iz otopine istoga sastava kao otpadna voda. Sintetizirana voda pripravljena je prema prosječnim analizama otpadne vode iz procesa proizvodnje fosforne kiseline. Taloženje je provedeno u dva stupnja. Prvo su taloženi fosfati s dodatkom $MgCl_2$, a nakon toga su taloženi fluoridi uz dodatak $CaCl_2$.

Znanstvena istraživanja na području primjene gnojiva

Pored znanstvenih istraživanja procesa proizvodnje gnojiva Petrokemija d. d. značajnu pažnju posvećuje znanstvenim istraživanjima u području primjene mineralnih gnojiva. Istraživanja su veza na uz sljedeće:

- ishrana i gnojidba različitih biljnih vrsta primjenom različitih vrsta mineralnih gnojiva,
- utjecaj gnojidbe na prinos i kvalitetu poljoprivrednih proizvoda,
- utjecaj gnojidbe na zaštitu okoliša praćenjem ispiranja dušika na dreniranim tlima,
- pravilno gospodarenje dušikom (vrijeme, način i količina),
- usvajanje i ispiranje dušika u uvjetima sa i bez navodnjavanja,
- primjena kalcizacije tla ovisno o vrijednosti pH s ciljem poboljšanja usvajanja hranjiva,
- primjena gnojiva s mikrohranjivima kao što su bor, cink i dr.,
- utjecaj mineralne ishrane na različite genotipove uzgajanih kultura,
- utjecaj mineralne ishrane kultura u plodoredu.

Na ovom području trenutačno Petrokemija d. d. surađuje, radi poštivanja dobre poljoprivredne prakse i usklađivanja s europskom direktivom o zaštiti voda od onečišćenja koje uzrokuju nitrati poljoprivrednog podrijetla (tzv. Nitratna direktiva, 91/676/EEZ), s Agronomskim fakultetom iz Zagreba (voditelj suradnje prof. dr. sc. Milan Mesić), Poljoprivrednim fakultetom u Osijeku (voditelj suradnje prof. dr. sc. Vlado Kovačević), Poljoprivrednim institutom Osijek (voditelj suradnje dr. sc. Marko Josipović), Zavodom za tlo i očuvanje zemljišta iz Osijeka (voditelj suradnje dr. sc. Miranda Šeput).

Znanstveno istraživanje na projektu Ozelenjavanje deponije fosfogipsa

Već treću godinu traje znanstveni projekt Ozelenjavanje deponije fosfogipsa, koji Petrokemija d. d. realizira u suradnji s prof. dr. sc. Ferdom Bašićem s Agronomskog fakulteta u Zagrebu. Na projektu iz Petrokemije rade zajedno stručnjaci iz područja kemije i agronomije. Na prvoj etaži nasipa deponije fosfogipsa, koji su izgrađeni od samog fosfogipsa, postavljena su pokusna polja na horizontalnom i kosom dijelu nasipa (slika 2). Na pokusnim poljima su zasijane odabrane biljne vrste kao što su lucerna, smiljkita, djete-linsko-travna smjesa, zubača te grmolika čivitnjača. Odabrani su sljedeći supstrati: tlo, glina, dolomit i kalcijev fluorid i njihove mješavine u debljini sloja od 5 i 10 cm.

Za kemičare je značajno pratiti uspješnost primjene CaF_2 kao supstrata za sjetvu biljnih vrsta jer se radi o produktu obrade otpadne vode nastale u procesu proizvodnje fosforne kiseline. Do sada se kalcijev fluorid odlagao u zasebnim lagunama i imao status proizvodnog industrijskog otpada. Dosadašnji rezultati istraživanja su pokazali da će se sva količina proizvedenog CaF_2 moći iskoristiti u postupku ozelenjavanja deponije fosfogipsa. To je značajno postignuće u području zaštite okoliša jer se jednim industrijskim otpadom zamjenjuje velika količina tla koja bi se morala uzeti za sjetvu odabranih biljnih vrsta.



Slika 2 – Izgled pokusnih parcela istraživačkog projekta ozelenjavanja deponije fosfogipsa