Neue Betriebsweisen und Prozessführungskonzepte für chromatographische Prozesse mit simuliertem Gegenstrom

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades

Doktoringenieur
(Dr.-Ing.)

von Dipl.-Ing. Henning Schramm

geb. am 06. Mai 1974 in Bad Saarow

genehmigt durch die Fakultät für Elektrotechnik und Informationstechnik
der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg

Gutachter:
- Prof. Dr.-Ing. Achim Kienle
- Prof. Dr.-Ing. Andreas Seidel-Morgenstern
- Prof. Dr.-Ing. Günter Wozny

Promotionskolloquium am 17. Oktober 2005

Forschungsberichte aus dem Max-Planck-Institut
für Dynamik komplexer technischer Systeme

Band 12

Henning Schramm

Neue Betriebsweisen und Prozessführungskonzepte für chromatographische Prozesse mit simuliertem Gegenstrom

Shaker Verlag
Aachen 2005

Bibliografische Information der Deutschen Bibliothek
Die Deutsche Bibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über http://dnb.ddb.de abrufbar.

Zugl.: Magdeburg, Univ., Diss., 2005

Copyright Shaker Verlag 2005
Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 3-8322-4650-9
ISSN 1439-4804

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen
Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9
Internet: www.shaker.de • eMail: info@shaker.de

Vorwort

Diese Dissertation entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Systemdynamik und Regelungstechnik der Universität Stuttgart und am Max-Planck-Institut für Dynamik komplexer technischer Systeme in Magdeburg.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Dr. h.c. mult. E.D. Gilles danke ich für die Ermöglichung meiner Arbeit und die Schaffung eines entsprechenden Rahmens an beiden Instituten. Für die interessante Aufgabenstellung sowie die ausgezeichnete Betreuung und Unterstützung bei der Erstellung der Arbeit möchte ich mich insbesondere bei Herrn Prof. Dr.-Ing. Achim Kienle bedanken. Weiterhin trugen zahlreiche wissenschaftliche Diskussionen mit Prof. Dr.-Ing. Andreas Seidel-Morgenstern maßgeblich zum Gelingen dieser Arbeit bei, wofür ich mich ebenfalls herzlich bedanken möchte.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Günter Wozny danke ich für die freundliche Übernahme des Mitberichts.

Schließlich möchte ich mich bei den Kolleginnen und Kollegen am Stuttgarter und am Magdeburger Institut bedanken, die mir durch Ihre ständige Diskussions- und Hilfsbereitschaft sowie Ihren Einsatz bei gemeinsamen Projekten die Fertigstellung meiner Arbeit erleichterten. Meiner Familie und Bianka danke ich nicht zuletzt für die geleistete Motivationshilfe und die mir entgegengebrachte Unterstützung.

Frankfurt am Main, 6. November 2005 Henning Schramm

Inhaltsverzeichnis

1 Einführung **1**

1.1 Motivation und Aufgabenstellung 1

1.2 Gliederung der Arbeit 3

2 Kontinuierliche Gegenstromchromatographie **5**

2.1 Funktionsweise 5

2.2 Versuchsanlage und Stoffsysteme 8

2.3 Modellierung der Gegenstromchromatographie 11

2.3.1 Echter Gegenstrom (TMB) 12

2.3.2 Simulierter Gegenstrom (SMB) 15

2.3.3 Performance-Maße 16

2.3.4 Modellparameter 17

2.3.5 Experimentelle Validierung des Modells 22

2.4 Auslegung von Betriebsbedingungen 25

2.4.1 Triangle Theory 27

2.4.2 Auslegung der Trennung an der Technikumsanlage 29

3 Prozessführungskonzepte **31**

3.1 Problemstellung 31

3.1.1 Prozessführungsaufgabe 33
3.2 Inferential Control 36
3.2.1 Prinzip und Simulationsstudien 36
3.2.2 Experimentelle Erprobung 49
3.2.3 Diskussion 52
3.3 Modellbasierte Regelung 53
3.3.1 Prinzip und Simulationsstudien 54
3.3.2 Zustandsschätzung 64
3.3.3 Experimentelle Erprobung 73
3.3.4 Diskussion 77

4 Neue Betriebsweisen für SMB-Prozesse 79
4.1 Stand der Technik 79
4.2 Vorüberlegungen 80
4.3 *PowerFeed*-Betriebsweise 86
4.3.1 Simulationsstudien 86
4.3.2 Experimentelle Erprobung 93
4.4 *ModiCon*-Betriebsweise 95
4.4.1 Simulationsstudien 96
4.4.2 Experimentelle Erprobung 99
4.5 Diskussion 106

5 Zusammenfassung und Ausblick 111

A Modell- und Betriebsparameter 115

B Ortsdiskretisierung mit finiten Volumen 121

Liste der verwendeten Formelzeichen

Lateinische Buchstaben

A	Querschnittsfläche	cm^2
A	Systemmatrix	$-$
B	Eingangsmatrix	$-$
b_i	Adsorptionsparameter (Glg. 2.12)	$vol\%^{-1}$
C	Ausgangsmatrix	$-$
c	Konzentration in Flüssigphase	kg/m^3 bzw. $vol\%$
$\bar{c}$	mittlere Konzentration	$vol\%$
D	Durchgangsmatrix	$-$
$D_{ap,i}$	scheinbarer Dispersionskoeffizient	m^2/s
D_{num}	numerische Dispersion	m^2/s
EC	Spezifischer Lösungsmittelverbrauch	ml/ml
F	Phasenverhältnis	$-$
H_i	Henry-Koeffizient (Glg. 2.12)	$-$
J	Massenstrom	kg/min
k_i	Korrekturvektor Beobachter, Komponente i	$-$
kf_i^j	Kalibrierfaktor für Detektor j, Komponente i	$V/vol\%$
K_P	Verstärkungsfaktor PI-Regler	$-$
L	Säulenlänge	cm
l	Ortskoordinate	cm
m	Masse	kg
m^k	Stromverhältnis entsprechend Triangle Theory	$-$
N	Stufenzahl	$-$
NC	Anzahl Gemischkomponenten	$-$
n_C	Anzahl Trennsäulen	$-$

PR	Produktivität	$\frac{ml}{min \cdot cm^3}$
PUR	Produktreinheit	$\%$
q	Konzentration in Adorbensphase	kg/m^3 bzw. $vol\%$
r_i	empirische Parameter (Glg. 4.2)	$-$ bzw. min
t	Zeit	min
t_d	Totzeit	min
T_I	Nachstellzeit PI-Regler	min
t_R	Retentionszeit	min
T_s	Schaltzeit	min
T_u	Umschaltzeitpunkt zwischen Vorlagebehältern bei der ModiCon-Betriebsweise	min
u	Eingangsvektor	$-$
u	Strömungsgeschwindigkeit Adsorbens	cm/min
V	Volumen	ml
$\dot{V}$	Volumenstrom	ml/min
v	Strömungsgeschwindigkeit Bulk-Fluid	cm/min
w	Wellengeschwindigkeit	cm/min
x	Zustandsvektor	$-$
y	Messwert	V
y	Ausgangsvektor	$-$
z	Ortskoordinate	cm
z	Störgröße	$-$

Griechische Buchstaben

Δz	Gitterweite für Ortsdiskretisierung	$-$
ε	Leerraumanteil	$-$
ω	transformierte Koordinate	$-$

Tiefgestellte Indizes

A	Austausch
a	Ausgang
A, B	Komponenten

ab	Ablauf
C	Trennsäule (column)
D	Diffusion
e	Eingang
i	Komponente
K	Konvektion
k	Index für Ortsgitter
$konv$	konventionell
$korr$	Korrektur
$krit$	kritisch
liq	liquid
s	solid
set	Sollwert
$total$	gesamt
zu	Zulauf

Hochgestellte Indizes

0	Anfangszustand
E	Equilibrium
Ex	Extrakt
Fe	Feed
j	Detektornummer
k	Zonen-bzw. Säulennummer
Lsm	Lösemittel
P	Plateau
p	Zulauf- bzw. Ablauf-Nummer
Ra	Raffinat