



Hannes Holzer, BSc

Regelung und Automatisierung einer Gasfermentationsanlage für die Homoacetogenese

MASTERARBEIT

zur Erlangung des akademischen Grades

Diplom-Ingenieur

Masterstudium Elektrotechnik

eingereicht an der

Technischen Universität Graz

Betreuer

Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Martin Horn

Dipl.-Ing. Dr.techn. Markus Gölles

Institut für Regelungs- und Automatisierungstechnik

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen/Hilfsmittel nicht benutzt, und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe. Das in TUGRAZonline hochgeladene Textdokument ist mit der vorliegenden Masterarbeit identisch.

Datum

Unterschrift

Vorwort und Danksagung

Die vorliegende Arbeit wurde am COMET Kompetenzzentrum BIOENERGY 2020+ GmbH (BE2020+) in Graz durchgeführt.

Ein großes Dankeschön geht an Dr. Markus Göllés von BE2020+, der mich hervorragend betreut hat und dessen unermüdlicher Einsatz beim Korrekturlesen einen großen Teil zur hohen Qualität dieser Arbeit beigesteuert hat. Darüber hinaus möchte ich mich bei Univ.-Prof. Dr. Martin Horn vom Institut für Regelungs- und Automatisierungstechnik der TU Graz für die Betreuung meiner Masterarbeit bedanken.

An dieser Stelle möchte ich meinen Kollegen von BE2020+ für das angenehme und freundschaftliche Arbeitsklima danken. Besonderen Dank möchte ich den Kollegen der Area für Regelungs- und Automatisierungstechnik aussprechen, die zu jeder Zeit ein offenes Ohr für diverse fachliche Anliegen hatten und mir stets mit guten Ratschlägen zur Seite standen.

Abschließend möchte ich mich bei meiner Familie bedanken, die mich stets motiviert und nicht zuletzt während des gesamten Studiums begleitet hat.

Hannes Holzer
Graz, im Juni 2018

Kurzfassung

Durch den Einsatz fossiler Energieträger und deren negative Auswirkungen auf die globale Erwärmung wird seit Jahren ein verstärkter Einsatz erneuerbarer Energien zur Senkung des CO₂-Ausstoßes forciert. Eine Senkung des CO₂-Ausstoßes kann neben dem Einsatz erneuerbarer Energien auch durch das Recyceln von CO₂ mittels spezieller Verfahren bewirkt werden. Hierzu zählt unter anderem die Homoacetogenese. Die Homoacetogenese ist ein biotechnologischer, gasfermentativer Prozess, bei dem mit Hilfe von speziellen Bakterien Wasserstoff (H₂) und Kohlenstoffdioxid (CO₂) zu Essigsäure umgesetzt werden.

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der Regelung und Automatisierung einer neuartigen Anlage zur Essigsäureproduktion, basierend auf der Homoacetogenese. Das Ziel ist es, eine betreibbare Versuchsanlage zu Forschungszwecken zu entwickeln.

Basierend auf der grundsätzlichen Funktionsweise einer Gasfermentationsanlage für die Homoacetogenese und den Anforderungen an das Betriebsverhalten wurden automatisierungs- und regelungstechnische Aufgaben definiert sowie die zur technischen Umsetzung benötigte Prozessinstrumentierung diskutiert. Wichtige zu regelnde Parameter sind u. a. der pH-Wert, die in die Anlage einzubringenden Normvolumenströme von H₂ und CO₂ sowie die Prozesstemperatur. Im Zuge der Arbeit wurde zudem die Basisautomatisierung der Anlage durchgeführt. Zur Basisautomatisierung zählen die Wahl geeigneter Mess- und Steuerhardware, die Entwicklung und der Bau eines Schaltschranks sowie die Entwicklung einer modularen Bedien- und Steuersoftware.

Ein umfangreicher Teil der Arbeit beschäftigt sich mit dem Reglerentwurf. Es wurden mathematische Modelle für Teilsysteme der Anlage hergeleitet und diverse Regelungsstrategien entworfen. Diese bestehen grundsätzlich aus einer statischen modellbasierten Vorsteuerung, die durch den Einsatz von PI-Reglern mit Antiwindup-Maßnahme unterstützt wird. Die Qualität der Regelungen wurde zum Teil in Simulationsstudien und zum Teil experimentell an der Anlage verifiziert, wobei sowohl die Simulationsstudien als auch die experimentelle Verifikation zufriedenstellende Ergebnisse zeigten.

Abstract

Because of the use of fossil fuels and their negative impacts on the global warming the use of renewable energies has been enforced for years to reduce CO₂ emissions. In addition to the use of renewable energies, a reduction of CO₂ emissions can also be achieved by recycling of CO₂ using special biotechnological processes. This includes, among other processes, homoacetogenesis. Homoacetogenesis is a biotechnological, gas-fermentative process, in which special bacteria is used to convert hydrogen (H₂) and carbon dioxide (CO₂) to acetic acid.

The present thesis deals with the control and automation of a novel production plant for acetic acid, based on homoacetogenesis. The aim is to develop an operable test facility for research purposes.

Based on the basic functionality of gas fermentation plants for homoacetogenesis and the requirements regarding the operating behaviour, automation and control tasks were defined as well as the process instrumentation which is necessary for their implementation. Important parameters which have to be controlled are the pH value, the injected standard volume flows of H₂ and CO₂ as well as the process temperature. In the course of this work, the basic automation of the plant was carried out, including the selection of suitable measurement and control hardware, the development and construction of a control cabinet as well as the development of a modular operating and control software.

An extensive part of the work deals with the controller design. Mathematical models for subsystems of the plant were derived and various control strategies were designed. These basically consist of a static model-based feed forward control, which is supported by the use of PI controllers with anti-windup measures. The quality of the controls was partly tested in simulation studies and partly by means of experimental verification at the plant. Both the simulation studies and the experimental verification showed satisfactory results.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Prozessbeschreibung	3
2.1	Biotechnologische Grundlagen	3
2.1.1	Gasfermentation	3
2.1.2	Homoacetogenese	4
2.1.3	Rieselbettreaktor	4
2.2	Betriebsweise	6
2.2.1	Gaskreislauf	6
2.2.2	Flüssigkeitskreislauf	7
2.3	Anforderungen an das Betriebsverhalten	8
3	Automatisierungs- und Regelungsaufgaben	11
3.1	Betriebszustände	11
3.1.1	Inertisierung	11
3.1.2	Immobilisierung	12
3.1.3	Hochfahren	12
3.1.4	Kontinuierlicher Betrieb	12
3.2	Regelungsaufgaben und Prozessinstrumentierung	12
3.2.1	Gaskreislauf	13
3.2.2	Flüssigkeitskreislauf	16
3.2.3	Prozesstemperatur	19
3.3	Messtechnik	20
3.3.1	Messung des Normvolumenstroms in der Gasrezirkulation	21
3.3.2	Weitere eingesetzte Sensorik	24
3.4	Aktuatorik	27
3.5	Sicherheit und Überwachung	28
3.5.1	Sicherheitsrisiko Wasserstoff	28
3.5.2	Überwachung diverser Prozessgrößen	30
4	Basisautomatisierung	32
4.1	Hardware	32
4.1.1	Mess- und Steuersystem	32
4.1.2	Schaltschrank	34
4.2	Software	35
4.2.1	Architektur der auf der SPS implementierten Software	36
4.2.2	Architektur des Programmabschnitts <i>Messen, Steuern, Überwachen</i>	37

5	Reglerentwurf	40
5.1	Regelung der Prozessparameter des dem Reaktor zugeführten Substrats . .	40
5.1.1	Modellbildung	40
5.1.2	Regelungsstrategie	43
5.1.3	Verifikation der Regelung in Simulationsstudien	48
5.2	Regelung des Druckes im Gaskreislauf	52
5.3	Regelung des pH-Wertes und des Füllstandes im Medientank	53
5.3.1	Modellbildung	53
5.3.2	Regelungsstrategie	56
5.3.3	Ermittlung der Reglerparameter in Simulationsstudien	60
5.3.4	Experimentelle Verifikation der Regelung	63
5.4	Regelung der Prozesstemperatur	68
5.4.1	Regelungsstrategie	68
5.4.2	Experimentelle Verifikation der Temperaturregelungen im Reaktor und im Flüssigkeitskreislauf	74
6	Zusammenfassung	80

Kapitel 1

Einleitung

Die weltweit massive Verbrennung fossiler Energieträger und der damit verbundene Ausstoß von Kohlenstoffdioxid (CO_2) tragen maßgeblich zur gegenwärtig stattfindenden globalen Erwärmung bei. Diese Thematik gewann in den letzten Jahren im gesellschaftspolitischen Diskurs stetig an Bedeutung, wodurch u. a. auf politischer Ebene der Umstieg auf CO_2 -neutrale Energieträger und erneuerbare Energien forciert wird.

Das Recycling von anfallendem CO_2 aus z. B. industriellen Prozessen bietet neben dem Einsatz erneuerbarer Energien eine vielversprechende Möglichkeit zur Reduktion des CO_2 -Ausstoßes. Sogenannte gasfermentative Prozesse sind in der Lage CO_2 mit Hilfe von Wasserstoff (H_2) in wertvolle Produkte wie z. B. Ethanol oder diverse Säuren umzuwandeln [19]. Eine spezielle Form eines gasfermentativen Prozesses ist die sogenannte Homoacetogenese, bei der CO_2 und H_2 zu Essigsäure umgewandelt werden. Essigsäure ist ein vielfältig einsetzbares Produkt und kommt unter anderem in der Lebensmittelindustrie zum Einsatz. Zudem ist es möglich, Polyvinylalkohol (PVOH) aus Essigsäure zu synthetisieren, dessen Einsatzgebiet von der Herstellung von Klebstoffen über die Herstellung von Papier bis hin zur Herstellung von wasserlöslichem Kunststoff reicht. Aktuell eingesetzte Verfahren zur Essigsäureproduktion sind z. B. der Monsanto-Prozess (siehe [20]), der bei Prozesstemperaturen von bis zu $250\text{ }^\circ\text{C}$ und Prozessdrücken von bis zu 60 bar stattfindet. Ein wesentlicher Vorteil der Homoacetogenese besteht darin, dass Essigsäure bereits bei Prozesstemperaturen von $30\text{ }^\circ\text{C}$ bis $40\text{ }^\circ\text{C}$ und bei Atmosphärendruck produziert werden kann.

Aufgrund dieser energetischen Vorteile und der Möglichkeit CO_2 zu recyceln, wird in einem Forschungsprojekt die Möglichkeit einer neuartigen Anlage zur Produktion „grüner“ Essigsäure basierend auf der Homoacetogenese untersucht. Die langfristige Vision ist es, H_2 aus überschüssigen Strom erneuerbarer Energien durch Elektrolyse zu produzieren und mit Hilfe von CO_2 , das aus industriellen Abfällen gewonnen wird, Essigsäure zu produzieren, aus der in weiterer Folge PVOH synthetisiert werden kann.

Die vorliegende Arbeit versteht sich als Teil des vorhin erwähnten Forschungsprojektes und beschäftigt sich mit der Regelung und Automatisierung einer Gasfermentationsanlage für die Homoacetogenese. Ziel dieser Arbeit ist es, eine betreibbare Versuchsanlage zu

Forschungszwecken zu entwickeln. Zusammenfassend wird in Abbildung 1.1 die in den vorhergehenden Absätzen beschriebene Wertschöpfungskette und der Prozessschritt, mit dessen Regelung und Automatisierung sich vorliegende Arbeit beschäftigt, gezeigt.

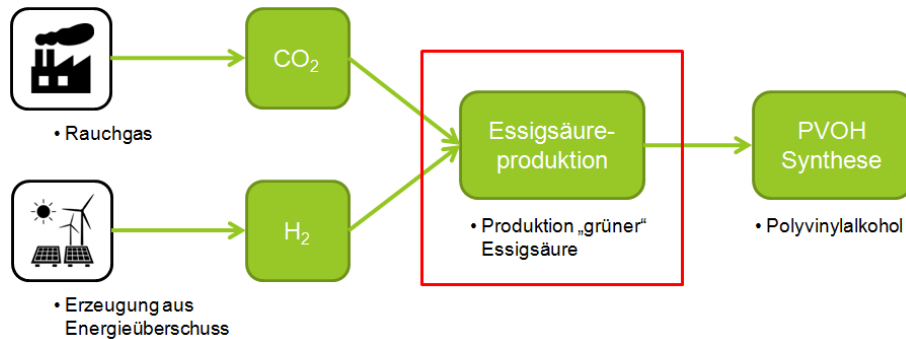


Abbildung 1.1: Wertschöpfungskette und im Speziellen betrachteter Prozess (rot)

In Kapitel 2 erfolgt zunächst eine Beschreibung des Prozesses. Einleitend wird dazu ein Einblick in die biotechnologischen Grundlagen gegeben. Anschließend folgt eine Beschreibung der grundsätzlichen Betriebsweise der Anlage sowie eine Übersicht über die Anforderungen an das Betriebsverhalten. Darauf aufbauend werden in Kapitel 3 die Automatisierungs- und Regelungsaufgaben, die sich aus Kapitel 2 ergeben, beschrieben. Ebenfalls wird auf die verwendete Messtechnik sowie die Aktuatorik eingegangen und diversen sicherheitsrelevanten Aspekten Aufmerksamkeit geschenkt. Ein Überblick über die Basisautomatisierung mit der dafür benötigten Hard- und Software wird in Kapitel 4 gegeben. Kapitel 5 beschäftigt sich schließlich im Detail mit dem Reglerentwurf für die in Kapitel 3 beschriebenen Regelungsaufgaben. Als Regler werden in der Regel PI-Regler mit einer Antiwindup-Maßnahme verwendet. Teilweise kommen zusätzlich statische modellbasierte Vorsteuerungen zum Einsatz. Für einige Regelungsaufgaben werden mathematische Modelle der jeweiligen Strecken hergeleitet, mit denen anschließend die Regelungen in Simulationsstudien verifiziert und eine erste empirische Einstellung der Reglerparameter vorgenommen werden kann. Weiters werden Ergebnisse gezeigt, die bereits aus experimentellen Verifikationen ausgewählter Regelungen ermittelt wurden. Abschließend werden in Kapitel 6 eine Zusammenfassung der Arbeit gegeben.

Kapitel 2

Prozessbeschreibung

Die Automatisierung und Entwicklung von Regelungskonzepten für eine Gasfermentationsanlage zur Homoacetogenese, setzt grundlegendes Verständnis der zugrundeliegenden Biotechnologie sowie der prinzipiellen Funktions- und Betriebsweise einer solchen Anlage voraus. Dieses Kapitel gibt zunächst einen Überblick über die biotechnologischen Grundlagen (Abschnitt 2.1) und die grundlegende Betriebsweise der Anlage (Abschnitt 2.2). Abschließend werden die Anforderungen an das Betriebsverhalten erläutert (Abschnitt 2.3).

2.1 Biotechnologische Grundlagen

Die Biotechnologie ist eine interdisziplinäre Wissenschaft basierend auf Methoden und Verfahren, die zur technischen Nutzbarmachung biologischer Prozesse führen¹. Nachfolgende Punkte geben einen kurzen, aber ausreichenden Einblick in die biotechnologischen Grundlagen, um die Gasfermentationsanlage zur Homoacetogenese als Ganzes zu verstehen.

2.1.1 Gasfermentation

Fermentation

Unter Fermentation, umgangssprachlich als „Gärung“ bezeichnet, versteht man die Umwandlung organischer Stoffe mit Hilfe von Mikroorganismen (Bakterien, Pilzen oder Enzymen) in Alkohol, Säure oder verschiedene Gase wie z. B. Methan. Man unterscheidet zwischen anaerober (sauerstofffreier) und aerober (oxidativer) Fermentation. Fermentationsprodukte sind z. B. Bier, Tabak und zahlreiche Milchprodukte.

Gasfermentation

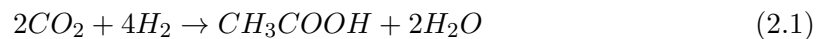
Die Gasfermentation (auch Synthesegas-Fermentation) stellt eine spezielle Form der Fermentation dar. Dabei wird ein Gasmisch aus H_2 und CO_2 als Energiequelle zur Fer-

¹Definition lt. Duden

mentation genutzt. Das dabei entstehende Produkt hängt von der Wahl der eingesetzten Mikroorganismen ab. Typische Produkte sind Ethanol, Biokraftstoffe und Essigsäure. Die Vorteile von Gasfermentationsprozessen im Vergleich zu herkömmlichen chemischen Prozessen, wie z. B. dem Fischer-Tropsch-Verfahren (z. B. [13]), liegen u.a. in den weitaus geringeren Prozesstemperaturen sowie in den niedrigeren Betriebsdrücken. Sie sind damit energetisch wesentlich günstiger.[19]

2.1.2 Homoacetogenese

Die Homoacetogenese ist ein biochemischer Prozess, bei dem mit Hilfe von speziellen Bakterien und unter Ausschluss von Sauerstoff Essigsäure gebildet wird. Dabei werden sogenannte acetogene Bakterien in einem gasfermentativen Prozess eingesetzt und setzen H_2 und CO_2 in Essigsäure um. Die Homoacetogenese kann durch folgende Reaktionsgleichung beschrieben werden: [27]



Die acetogenen Bakterien setzen somit zwei Mol CO_2 und vier Mol H_2 in ein Mol Essigsäure und zwei Mol Wasser um. Grundsätzlich ist noch anzumerken, dass es eine Vielzahl unterschiedlicher acetogener Bakterienstämme gibt, siehe z. B. [27], auf die in dieser Arbeit jedoch nicht näher eingegangen wird.

2.1.3 Rieselbettreaktor

Gasfermentationsprozesse im Allgemeinen bzw. die Homoacetogenese im Speziellen werden in sogenannten Bioreaktoren betrieben. Es gibt eine Vielzahl unterschiedlicher Reaktortypen wie z. B. Rührkessel-, Blasensäulen- und Festbettreaktoren [26]. Die Wahl des Reaktortyps für einen bestimmten Prozess hängt von zahlreichen biologischen und prozesstechnischen Kriterien ab. Die im Rahmen dieser Arbeit betrachtete Gasfermentationsanlage zur Homoacetogenese basiert auf einem Rieselbettreaktor (engl. trickle-bed reactor), dessen schematischer Aufbau in Abbildung 2.1 dargestellt ist.

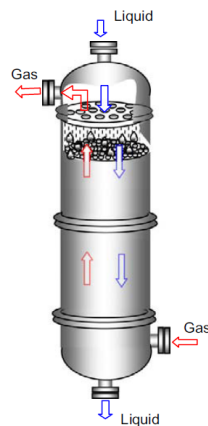


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung eines Rieselbettreaktors [30]

Der Reaktor ist mit Öffnungen für das Fermentationsgas und einer Flüssigkeitszufuhr und -abfuhr versehen. Auf die Notwendigkeit der Flüssigkeitszufuhr und -abfuhr wird im Zuge dieses Abschnitts noch eingegangen. Im Inneren des Reaktors befindet sich eine Schüttung aus einer Vielzahl von kleinen Füllkörpern (z. B. Kunststoffkörper in Zylinderform). Diese Füllkörper dienen als Trägermaterial, auf dessen Oberfläche sich die Bakterien ansetzen und einen feuchten Biofilm² bilden können. Der Prozess der räumlichen Fixierung von Mikroorganismen an ein Trägermaterial wird Immobilisierung genannt. Abbildung 2.2 zeigt immobilisierte Bakterien in einem Rieselbettreaktor.



Abbildung 2.2: Immobilisierte Bakterien auf Füllkörpern in einem Rieselbettreaktor [22]

Der mikrobiologische Stoffwechselprozess findet ausschließlich im Biofilm statt. Das Gasgemisch muss sich zuvor in einer Flüssigkeit lösen, mit der es dann in gelöster Form in den Biofilm wandern kann und für die Bakterien verwertbar wird. Es ist daher notwendig, für eine permanente Befeuchtung des Biofilms zu sorgen. Daraus folgt, dass eine kontinuierliche Flüssigkeitszufuhr in den Reaktor unumgänglich ist [22]. Bei dieser Flüssigkeit handelt es sich bei der im Rahmen dieser Arbeit betrachteten Gasfermentationsanlage zur Homoacetogenese um mit Nährstoffen versetztes Wasser. Diese Nährstofflösung wird üblicherweise als Medium bezeichnet. An dieser Stelle zeichnet sich zudem ein Vorteil des Rieselbettreaktors ab. Durch eine hohe Anzahl an Füllkörpern kann eine große Oberfläche erzeugt werden, die als Trägerfläche für die Bakterien dient. Es kann somit eine große Fläche des Biofilms erzeugt werden, was sich wiederum in einer höheren Umsetzung von CO_2 und H_2 zu Essigsäure bemerkbar macht.

²Umgangssprachlich auch als Aufwuchsfläche bezeichnet; Feuchter Belag bzw. Schleimschicht, in der die Mikroorganismen eingebettet sind

2.2 Betriebsweise

Der folgende Abschnitt befasst sich mit der Betriebsweise der im Rahmen dieser Arbeit betrachteten Gasfermentationsanlage zur Homoacetogenese. Den Kern der Anlage bildet ein mit acetogenen Bakterien immobilisierter Rieselfbettreaktor, in weiterer Folge stets vereinfachend Reaktor genannt. Zusätzlich dazu existieren je ein Gas- und Flüssigkeitskreislauf, worauf in den nächsten beiden Abschnitten näher eingegangen wird.

2.2.1 Gaskreislauf

Abbildung 2.3 zeigt die schematische Darstellung des Reaktors mit der Erweiterung um den Gaskreislauf.

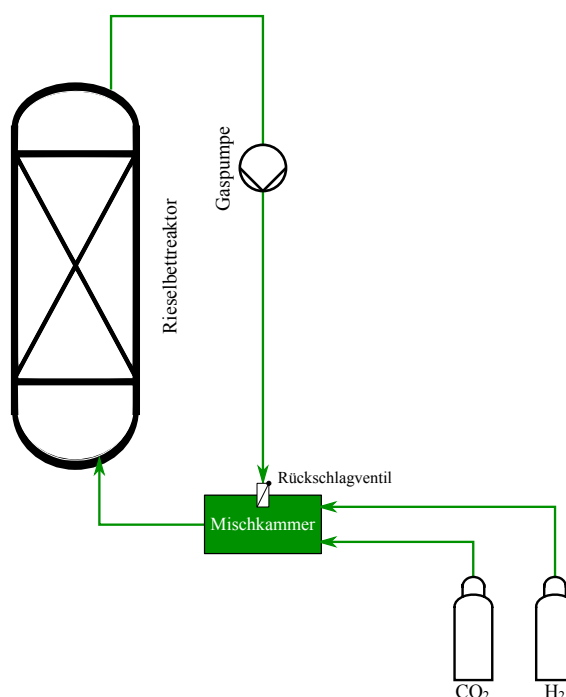


Abbildung 2.3: Reaktor mit Gaskreislauf

Zwei Gasflaschen dienen als Quellen für CO₂ und H₂. Die beiden Gase werden über ein geeignetes Gasleitungssystem in eine mit Wasser gefüllte Mischkammer geführt. Diese Mischkammer dient einerseits zur Vermischung der beiden Gase und andererseits erfüllt sie den Zweck der Gasanfeuchtung, um in weiterer Folge dem Austrocknen des Reaktors entgegenzuwirken. Das resultierende Gasmischung aus CO₂ und H₂, nachfolgend stets Substrat genannt, gelangt im nächsten Schritt zum Reaktor, welcher von unten nach oben vom Substrat durchströmt wird. Im Reaktor wird das Substrat zu einem gewissen Teil von den acetogenen Bakterien in Essigsäure und Wasser umgesetzt. Von den Bakterien nicht umgesetztes Substrat wird am Reaktorkopf entnommen und über eine Rezirkulationsleitung in die Mischkammer zurückgeführt, in der das rezirkulierte Substrat wiederum mit frischem CO₂ und H₂ aus den Gasflaschen vermischt wird. Vor der Mischkammer befindet sich

eine Gaspumpe, die für die notwendige Zirkulation des Substrats in der Gasleitung sorgt. Die Zudosierung von frischem Gas aus den Gasflaschen muss unter Berücksichtigung des Substrats aus der Rezirkulationsleitung immer so erfolgen, dass am Reaktorboden ein festgelegtes Verhältnis von CO_2 zu H_2 ³ sowie ein festgelegter Volumenstrom des Substrats in den Reaktor eingehalten werden. Das an der Mischkammer angebrachte Rückschlagventil verhindert ein Rückströmen des Substrats von der Mischkammer in die Rezirkulationsleitung. Die technische Umsetzung der Eingriffsmöglichkeiten in den Gaskreislauf wird in Abschnitt 3.2.1 behandelt.

2.2.2 Flüssigkeitskreislauf

Abbildung 2.4 zeigt die schematische Darstellung des Reaktors und des Gaskreislaufes um den Flüssigkeitskreislauf erweitert.

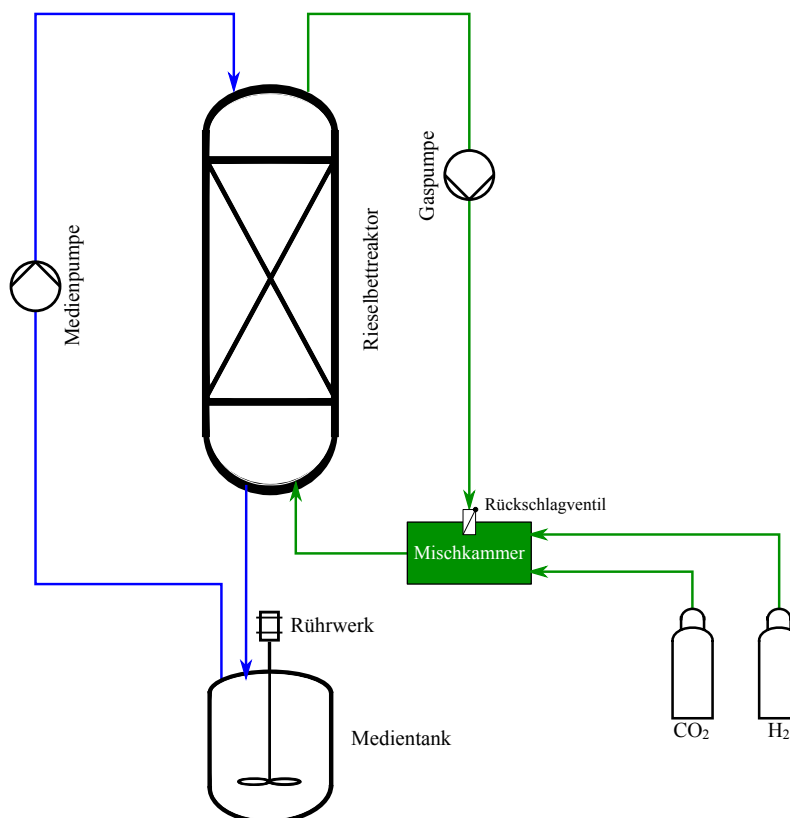


Abbildung 2.4: Reaktor mit Gas- und Flüssigkeitskreislauf

Zentraler Baustein des Flüssigkeitskreislaufes ist der sogenannte Medientank, in dem sich zu Beginn des Reaktorbetriebes mit Nährstoffen versetztes Wasser befindet, das in weiterer Folge als Medium bezeichnet wird. Der Medientank dient sowohl als Quelle zur Anfeuchtung der Bakterien im Reaktor als auch als Auffangbehälter für den Flüssigkeitsstrom aus dem Reaktor. Das Medium wird mit einer Pumpe (Medienpumpe) aus dem Medientank entnommen und über ein geeignetes Leitungssystem an den Reaktorkopf geführt. An die-

³Laut (2.1) soll das Verhältnis der Stoffmengenanteile von CO_2 : H_2 = 1 : 2 betragen.

sem wird das Medium über eine sich drehende Sprühdüse in den Reaktor eingesprüht, um eine homogene Benetzung der Füllkörper und des Biofilms mit dem Medium zu erreichen. In weiterer Folge rieselt das Medium über die Füllkörper durch den Reaktor und somit über die darauf wachsenden Bakterien. Die notwendige Flüssigkeit, um das Substrat darin lösen zu können, ist somit vorhanden (siehe Abschnitt 2.1.3). Das aus dem Gaskreislauf eingebrachte Substrat kann daher von den Bakterien zu einem gewissen Teil verwertet und in Essigsäure umgesetzt werden. Die produzierte Essigsäure wird wiederum mit dem vorbeirieselnden Medium zum Reaktorboden transportiert, aus dem sie schließlich in den Medientank zurückfließt. Im Medientank befindet sich nach diesem Prozess in Medium gelöste Essigsäure. Die Zirkulation des Fluids im Flüssigkeitskreislauf findet permanent statt. Aus diesem Grund nimmt die Konzentration der Essigsäure im Medientank mit dem Fortschreiten der Zeit zu, was zu einer Senkung des pH-Wertes im Medium führt. Um dem entgegenzuwirken und in weiterer Folge einen konstanten pH-Wert des Mediums zu ermöglichen, muss bei Erreichen eines gewünschten pH-Wertes kontinuierlich frisches Medium in den Medientank eingebracht werden. Dies hat zwangsweise einen Anstieg des Füllstandes im Medientank zur Folge, wodurch daher ebenfalls Flüssigkeit aus dem Medientank entnommen werden muss. Ein Rührwerk im Medientank sorgt für eine homogene Durchmischung der darin enthaltenen Lösung. Die technische Umsetzung der Eingriffsmöglichkeiten in den Flüssigkeitskreislauf wird in Abschnitt 3.2.2 behandelt.

2.3 Anforderungen an das Betriebsverhalten

Die grundlegende Aufgabe der Anlage besteht darin, größtmögliche Umsetzungsraten von CO_2 und H_2 und somit höchstmögliche Essigsäureproduktion zu gewährleisten. Um dieses Ziel zu erreichen, müssen diverse Anforderungen an das Betriebsverhalten eingehalten werden. Diese sind als Ausgangspunkt für die Automatisierung und Entwicklung von Regelungskonzepten zu betrachten und werden in der Folge zusammengefasst.

Sauerstofffreies System

Die Homoacetogenese arbeitet mit anaeroben Bakterien. Diese Bakterien können nur in einer sauerstofffreien Umgebung überleben und ihren Stoffwechselprozess aufrechterhalten. Es ist daher notwendig, für eine Entfernung des Sauerstoffes aus der Anlage zu sorgen, bevor die Bakterien immobilisiert werden und die Anlage in den Betrieb übergehen kann. Eine Entfernung von Sauerstoff aus Anlagen oder Anlagenteilen wird als Inertisierung bezeichnet⁴.

Konstanter pH-Wert

Ein konstanter pH-Wert des Mediums ist eine weitere Anforderung, die aus dem Einsatz lebender Mikroorganismen resultiert. Die Umsatzrate von Substrat in Essigsäure hängt

⁴Unter Inertisierung versteht man die Verdrängung von Luftsauerstoff aus Räumen, Anlagen, etc.

u. a. vom „Wohlbefinden“ der Bakterien ab. Dieses „Wohlbefinden“ hängt wiederum vom pH-Wert ab, dem die Bakterien ausgesetzt werden. Der Anlagenbetrieb muss also gewährleisten, den pH-Wert des Mediums auf einen für die Bakterien optimalen Wert halten zu können, womit ab dem Erreichen des gewünschten pH-Wertes kontinuierlich frisches Medium hinzugefügt und aufgrund des daraus resultierenden Anstiegs des Füllstandes ebenfalls Flüssigkeit entnommen werden muss. Die Ermittlung des optimalen pH-Wertes ist Gegenstand von Forschungen, die mitunter an der im Rahmen dieser Arbeit betrachteten Anlage durchgeführt werden sollen.

Konstanter Füllstand im Medientank

Es wird ein grundsätzlich konstanter Füllstand im Medientank gefordert, wobei temporäre Schwankungen des Füllstandes keine Auswirkungen auf die Essigsäureproduktion im Reaktor haben. Ein maximal sowie minimal erlaubter Füllstand darf aber keinesfalls über- bzw. unterschritten werden.

Veränderbare Prozessparameter des dem Reaktor zugeführten Substrats

Unter Prozessparameter des dem Reaktor zugeführten Substrats versteht man sowohl den Normvolumenstrom als auch die Zusammensetzung des Substrats (Verhältnis von CO_2 zu H_2) am Gaseinlass am Reaktorboden des Reaktors. Um in weiterer Folge wissenschaftlich reproduzierbare Versuche mit der Anlage durchführen zu können, ist es erforderlich, die Prozessparameter des dem Reaktor zugeführten Substrats gezielt vorgeben und variieren zu können.

Betrieb bei Umgebungsdruck

Um zu gewährleisten, dass ein Ansaugen von Umgebungsluft in die Anlage durch evtl. auftretende Leckagen unterbunden wird, ist es zweckmäßig, die Druckdifferenz zur Umgebung an der Stelle des Druckminimums im Gaskreislauf auf 0 zu halten. Zudem verhindert ein Betrieb bei Umgebungsdruck bzw. minimal über Umgebungsdruck ein im Falle von Leckagen übermäßiges Austreten des Gasgemisches aus der Anlage.

Betrieb bei konstanter Prozesstemperatur

Unter Prozesstemperatur versteht man die Temperatur im Inneren des Reaktors. Die Umsatzrate von Substrat in Essigsäure ist neben dem pH-Wert auch von der Temperatur, der die Bakterien ausgesetzt werden, abhängig. In Vorarbeiten zeigte sich, dass die optimale Prozesstemperatur zwischen 30 °C und 40 °C liegt.

Zusammenfassung

Die Anforderungen an das Betriebsverhalten lassen sich folgendermaßen zusammenfassen:

- Gewährleistung eines sauerstofffreien Systems

-
- Einhaltung eines konstanten pH-Wertes
 - Einhaltung eines konstanten Füllstandes
 - Vorgabe eines variablen Normvolumenstroms und einer variablen Gaszusammensetzung des dem Reaktor zugeführten Substrats
 - Betrieb bei Umgebungsdruck
 - Einhaltung der Prozesstemperatur

Aus diesen Anforderungen können in weiterer Folge die automatisierungs- und regelungstechnischen Aufgabenstellungen abgeleitet werden, worauf in Kapitel 3 näher eingegangen wird.

Kapitel 3

Automatisierungs- und Regelungsaufgaben

Aus den Anforderungen an das Betriebsverhalten der Anlage lassen sich entsprechende automatisierungs- und regelungstechnische Aufgaben hinsichtlich der Prozessinstrumentierung ableiten, die in weiterer Folge definiert werden müssen. In diesem Kapitel werden zunächst in Abschnitt 3.1 vier Betriebszustände der Anlage definiert, die einen geordneten Betriebsablauf ermöglichen und später eine wichtige Rolle im Zuge der Softwareentwicklung (Abschnitt 4.2) einnehmen. Anschließend erfolgt in Abschnitt 3.2 eine Erklärung der Regelungsaufgaben und Definition der für deren Umsetzung grundsätzlich erforderlichen Prozessinstrumentierung. Es folgt ein Überblick über die tatsächlich verwendete Messtechnik (Abschnitt 3.3) und Aktuatorik (Abschnitt 3.4). Abschließend wird in Abschnitt 3.5 auf sicherheitsrelevante Aspekte sowie zu überwachende Prozessgrößen eingegangen.

3.1 Betriebszustände

Aus den Anforderungen an das Betriebsverhalten sowie den biotechnologischen Rahmenbedingungen ergibt sich, dass die Anlage mehrere Prozessschritte durchlaufen muss, um letztendlich einen kontinuierlichen Betriebszustand zu erreichen. Es wurden vier Betriebszustände definiert, die in erster Linie großen Einfluss auf die Automatisierung der Anlage im Bereich der Softwareentwicklung (Abschnitt 4.2) nehmen, aber auch in der Prozessinstrumentierung berücksichtigt werden müssen.

3.1.1 Inertisierung

Vor der ersten Inbetriebnahme der Anlage befindet sich noch Luft mit ca. 21 % Sauerstoff (O_2) und nahezu 79 % Stickstoff (N_2) in den Gas- und Flüssigkeitsleitungen sowie im Reaktor. Die restlichen Luftbestandteile werden aufgrund ihres geringen Anteils nicht betrachtet. Da die Homoacetogenese in einer sauerstofffreien Umgebung stattfindet, muss der Sauerstoff aus dem gesamten System entfernt werden. Dieser Vorgang nennt sich, wie bereits in Abschnitt 2.3 erwähnt, Inertisierung. Dies lässt sich im vorliegenden Fall

am einfachsten durch Verdrängung des Luftsauerstoffes mittels Einbringen ausreichender Mengen CO_2 in die Anlage bewerkstelligen. Eine geringe Restmenge O_2 in der Anlage ist jedoch tolerierbar.

3.1.2 Immobilisierung

Nach erfolgreicher Inertisierung müssen die Bakterien im nächsten Schritt auf den Füllkörpern im Reaktor immobilisiert, d. h. räumlich fixiert, werden. Dazu wird der Medientank mit einer speziellen Lösung, welche die acetogenen Bakterien beinhaltet, befüllt. Diese Lösung zirkuliert anschließend so lange, bis die Bakterien in ausreichendem Maße auf den Füllkörpern immobilisiert wurden. Parallel dazu muss Substrat (Gasgemisch aus CO_2 und H_2) in den Reaktor eingespeist werden, um das Wachstum der Bakterien zu gewährleisten. Nach Beendigung der Immobilisierung erfolgt die Entleerung und Reinigung des Medientanks mit Wasser, woraufhin zum Betriebszustand Hochfahren übergegangen werden kann.

3.1.3 Hochfahren

Dieser Betriebszustand kann bereits als Teil des kontinuierlichen Betriebs gesehen werden. Nach erfolgreichem Abschluss der Zustände Inertisierung und Immobilisierung befindet sich die Anlage im grundsätzlich betriebsbereiten Zustand. Beim Hochfahren werden Prozessgrößen wie z. B. Füllstand des Medientanks, Betriebstemperatur und pH-Wert auf die gewünschten Anfangswerte gebracht, bevor die Anlage schließlich in den kontinuierlichen Betrieb übergehen kann.

3.1.4 Kontinuierlicher Betrieb

In diesem Betriebszustand muss die Anlage in der Lage sein, die unter Abschnitt 2.2 beschriebene Betriebsweise, unter Berücksichtigung der unter Abschnitt 2.3 definierten Anforderungen an das Betriebsverhalten, vollständig geregelt zu erfüllen. Die daraus resultierenden Regelungsaufgaben und die dazugehörige Prozessinstrumentierung werden im nächsten Abschnitt diskutiert.

3.2 Regelungsaufgaben und Prozessinstrumentierung

Zunächst gilt es, technisch umsetzbare Eingriffsmöglichkeiten in den Prozess zu erkennen, mit denen die Betriebsweise (Abschnitt 2.2) unter Berücksichtigung der Anforderungen an das Betriebsverhalten (Abschnitt 2.3) gewährleistet werden kann. Es ist zweckmäßig, diese Eingriffsmöglichkeiten zu definieren, indem folgende Fragestellungen beantwortet werden:

1. Regelgröße: Welche Prozessgröße möchte man beeinflussen?
2. Messgröße: Was muss gemessen werden?
3. Messort: Wo muss gemessen werden, um Totzeiten weitgehend zu verhindern bzw. einzuschränken?

4. Stellgröße: Wie kann die Prozessgröße beeinflusst werden?

In weiterer Folge werden die einzelnen Regelungsaufgaben anhand dieser Fragestellungen diskutiert. Zunächst werden die Regelungsaufgaben des Gaskreislaufs in Abschnitt 3.2.1 und anschließend die Regelungsaufgaben des Flüssigkeitskreislaufs in Abschnitt 3.2.2 behandelt. Für die Regelung der Prozesstemperatur ergeben sich mehrere Regelungsaufgaben, die technisch betrachtet Teil des Gas- bzw. Flüssigkeitskreislaufs sind, jedoch zur besseren Übersicht abschließend gesammelt in Abschnitt 3.2.3 diskutiert werden.

3.2.1 Gaskreislauf

Im Zuge dieses Abschnitts erfolgt zunächst eine Beschreibung der Regelungsaufgaben und die zur technischen Umsetzung benötigte Prozessinstrumentierung. Zusätzlich wird die sonstige Prozessinstrumentierung betrachtet, die für den Betriebszustand Inertisierung sowie zur Überwachung diverser Prozessgrößen im Gaskreislauf benötigt wird. Am Ende dieses Abschnitts wird in Abbildung 3.1 das Anlagenschema mit der gesamten Prozessinstrumentierung im Gaskreislauf gezeigt.

Regelung der Prozessparameter des dem Reaktor zugeführten Substrats

Aus Abschnitt 2.3 ergibt sich die Anforderung, dass ein vorgegebener gesamter Normvolumenstrom an Substrat, mit einem vorgegebenen Stoffmengenverhältnis am Gaseingang am Reaktorboden zugeführt werden soll. Um beide Forderungen (Menge und Zusammensetzung) zu erfüllen, müssen, in Abhängigkeit der Zusammensetzung und des Normvolumenstroms des rezirkulierten Substrats, entsprechende Normvolumenströme an frischem CO_2 und frischem H_2 aus Gasflaschen in den Gaskreislauf eingespeist werden. Dazu wurden zwei Massendurchflussregler (engl. mass flow controller; MFC) zwischen den Gasflaschen¹ und der Mischkammer platziert. Zur Überprüfung der Gaszusammensetzung am Reaktorboden dienen ein H_2 - und ein CO_2 -Sensor zwischen Mischkammer und Reaktorboden. Auf eine Messung des Normvolumenstroms am Reaktorboden wurde aus Kostengründen verzichtet, da davon ausgegangen werden kann, dass ein quasistationärer Zusammenhang zwischen den ein- und austretenden Normvolumenströmen an der Mischkammer besteht. Unter dieser Annahme ist eine rechnerisch hinreichend genaue Ermittlung des Normvolumenstroms am Reaktorboden möglich. Für die Berechnung ist es notwendig, Kenntnis über alle in die Mischkammer eintretenden Normvolumenströme zu erhalten. Die Normvolumenströme vom eingebrachten frischen CO_2 und frischen H_2 aus den Gasflaschen sind durch die MFCs bekannt. Um den Normvolumenstrom und die Zusammensetzung des Gasgemisches in der Rezirkulationsleitung zu ermitteln, wurden je ein H_2 - und CO_2 -Sensor sowie ein Massendurchflussmesser installiert. Durch die Messung des Normvolumenstroms² und der Gaszusammensetzung in der Rezirkulationsleitung ist es zudem möglich, in weiterer

¹Die Gasflaschen stehen unter Druck (voll gefüllt ca. 50 bar). Über ein Ventil wird der Vordruck an den MFCs auf 3 bar begrenzt.

²Auf die scheinbare Diskrepanz zwischen den Begriffen *Massendurchflussmesser* und *Messung des Normvolumenstroms* wird in Abschnitt 3.3.1 eingegangen.

Folgt eine Vorsteuerung für die zuzuführenden Normvolumenströme an frischem H_2 und CO_2 zu implementieren. Darauf wird in Abschnitt 5.1.2 näher eingegangen. Um Feuchteschäden des Massendurchflussmessers zu verhindern wurde zudem ein Kondensator bzw. Kondensatabscheider nach dem Gasausgang des Reaktors installiert.

Zusammengefasst bedeutet das für die Regelung der Prozessparameter des dem Reaktor zugeführten Substrats:

1. Regelgrößen: Normvolumenstrom und Zusammensetzung des Substrats am Reaktorboden
2. Messgrößen: CO_2 und H_2 am Reaktorboden sowie in der Rezirkulationsleitung; Normvolumenstrom in der Rezirkulationsleitung, Normvolumenstrom vom zugeführten frischen H_2 ; Normvolumenstrom vom zugeführten frischen CO_2
3. Messort: Alle Messstellen möglichst nahe an den Eingängen bzw. am Ausgang der Mischkammer um Totzeiten zu verhindern.
4. Stellgrößen: Normvolumenströme von CO_2 und H_2 aus den Gasflaschen

Regelung des Druckes im Gaskreislauf

Aus der Anforderung *Betrieb bei Umgebungsdruck* ergibt sich die Notwendigkeit einer Druckregelung im Gaskreislauf. Eine durch die Gaspumpe hervorgerufene Druckanhebung ermöglicht die Zirkulation des Gasgemisches im Gaskreislauf. Es ist davon auszugehen, dass der Druck vor der Gaspumpe ein Minimum und nach der Gaspumpe ein Maximum aufweist. Jedoch befinden sich sowohl das Druckminimum als auch -maximum näherungsweise im Bereich des Umgebungsdrucks. Um zu gewährleisten, dass ein Ansaugen von Umgebungsluft in die Anlage durch evtl. auftretende Leckagen unterbunden wird, ist es zweckmäßig, die Druckdifferenz zur Umgebung an der Stelle des Druckminimums auf 0 bar zu regeln. Daher wird der Differenzdruck zwischen Rezirkulationsleitung und Umgebung vor der Gaspumpe gemessen. Mit einem Proportionalventil (P-Ventil) parallel zur Gaspumpe können die Druckverhältnisse beeinflusst werden.

Zusammengefasst bedeutet das für die Regelung des Druckes nach dem Reaktorausgang:

1. Regelgröße: Differenzdruck zwischen Gasrezirkulationsleitung und Umgebung
2. Messgröße: Differenzdruck zwischen Gasrezirkulationsleitung und Umgebung
3. Messort: In der Gasrezirkulationsleitung vor der Gaspumpe
4. Stellgröße: Ventilöffnung des Proportionalventils parallel zur Gaspumpe

Sonstige Prozessinstrumentierung im Gaskreislauf

Füllstandsmessung in der Mischkammer

Zur Überwachung des Füllstands in der Mischkammer wurden zwei Grenzwertschalter zur Detektion eines minimalen und maximalen Füllstands installiert. Ab dem Erreichen des minimalen Füllstandes muss die Mischkammer manuell mit Wasser befüllt werden. Beim Erreichen des maximalen Füllstandes muss der manuelle Auffüllvorgang beendet werden.

Messung der Sauerstoffkonzentration im Gaskreislauf

Um den Sauerstoffgehalt im Gaskreislauf zu detektieren, wurde ein O₂-Sensor installiert. Dieser Sensor wird benötigt, um festzustellen, wann der Betriebszustand Inertisierung abgeschlossen ist. In weiterer Folge wird mit Hilfe dieses Sensors der Sauerstoffgehalt überwacht, um bei Überschreiten eines bestimmten Grenzwertes dementsprechende Maßnahmen zu setzen (siehe Abschnitt 3.5.2).

3/2-Wegeventil

Ebenfalls für den Betriebszustand Inertisierung erforderlich ist ein manuell bedienbares 3/2-Wegeventil, das es ermöglicht, den Sauerstoff aus der Anlage entweichen zu lassen. Hier ist es zielführend, den O₂-Sensor und das 3/2-Wegeventil nahe an der Mischkammer zu platzieren, um etwaigen Restsauerstoff im Gaskreislauf aufgrund der Gasleitung zwischen 3/2-Wegeventil und Mischkammer so gering wie möglich zu halten.

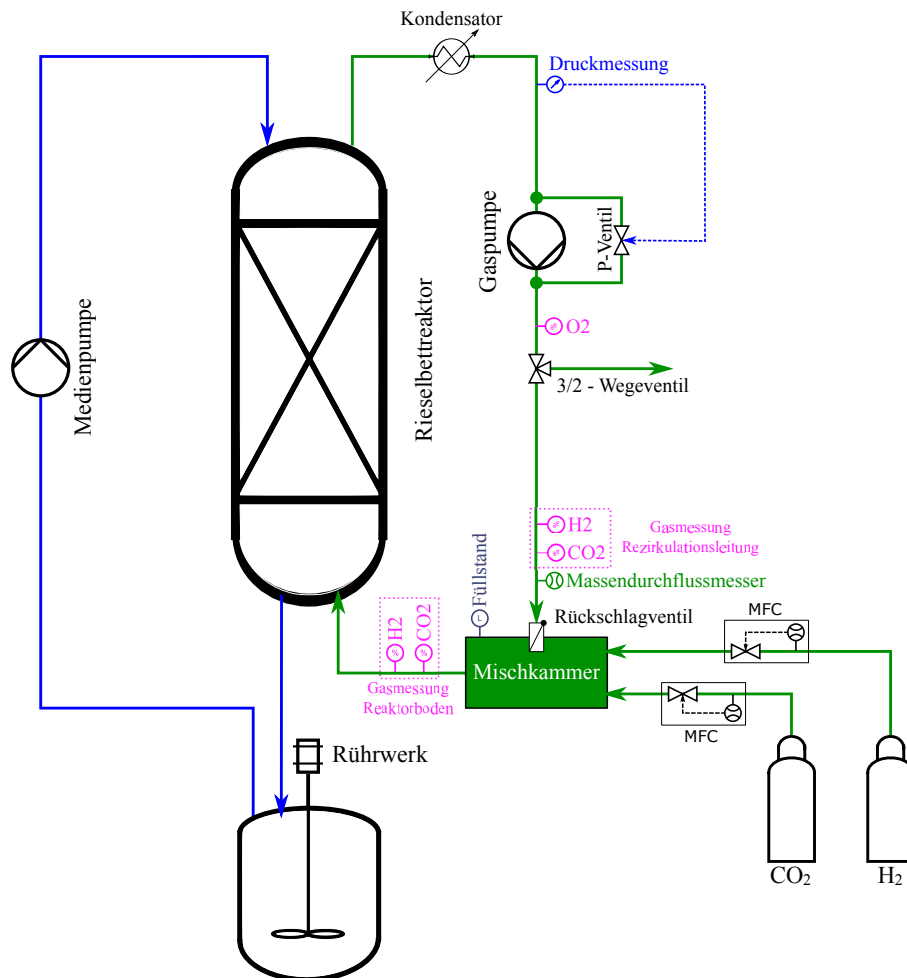


Abbildung 3.1: Schematische Darstellung der Anlage mit Prozessinstrumentierung im Gaskreislauf

3.2.2 Flüssigkeitskreislauf

Aus den Anforderungen eines konstanten pH-Wertes und eines konstanten Füllstandes resultieren zwei Regelungsaufgaben, die im Zuge dieses Abschnitts mit der dazugehörigen Prozessinstrumentierung beschrieben werden. Es wird sich herausstellen, dass sich pH- und Füllstandsregelung gegenseitig beeinflussen. Vorerst erfolgt jedoch nur eine grundsätzliche Erklärung der Regelungsaufgaben, die für die beiden Aufgaben pH- und Füllstandsregelung getrennt erfolgt. Eine detaillierte Betrachtung des Zusammenwirkens beider Regelungsaufgaben und der daraus entworfenen Regelungsstrategie erfolgt in Abschnitt 5.3.2. Nachfolgend wird in diesem Abschnitt auf zusätzliche Prozessinstrumentierung eingegangen, die für den Betriebszustand Hochfahren benötigt wird. Das Anlagenschema mit der gesamten Prozessinstrumentierung im Flüssigkeitskreislauf wird am Ende dieses Abschnitts in Abbildung 3.2 gezeigt.

Regelung des pH-Wertes

Um die Anforderung eines konstanten pH-Wertes des Mediums $pH_{Medium,soll}$ zu erfüllen, muss eine geeignete pH-Regelung implementiert werden. Die Essigsäureproduktion führt zu einer Senkung von pH_{Medium} . Beim Unterschreiten des vorgegebenen Sollwertes von $pH_{Medium,soll}$ müssen geeignete Maßnahmen getroffen werden, um pH_{Medium} am weiteren Absinken zu hindern bzw. um den Wert konstant halten zu können. Für den pH Wert des Mediums gilt aufgrund der Essigsäureproduktion stets $pH_{Medium} < 7$. Jede Verdünnung mit einer Flüssigkeit mit neutralem (pH = 7) oder basischem pH-Wert (pH > 7) bewirkt somit eine Erhöhung von pH_{Medium} . Daher ist es naheliegend, ab dem Erreichen des Sollwertes $pH_{Medium,soll}$ fortlaufend frisches Medium (pH = 7) in den Medientank einzubringen, um die Menge an Essigsäure die laufend produziert wird zu neutralisieren und pH_{Medium} somit konstant zu halten. Dem daraus resultierenden Anstieg des Füllstandes wird mit der später in diesem Abschnitt beschriebenen Füllstandsregelung entgegengewirkt. Um die Regelung von pH_{Medium} technisch umzusetzen, wird der Medientank mit einem pH-Sensor, einer Pumpe zum Zuführen des frischen Mediums (Zufuhrpumpe), einem geeigneten Schlauchsystem, einem Behälter aus dem das frische Medium entnommen wird und einer Waage zur Überwachung der Flüssigkeitsmenge in diesem Behälter erweitert.

Zusammengefasst bedeutet das für die Regelung des pH-Wertes:

1. Regelgröße: pH-Wert des Mediums
2. Messgröße: pH-Wert des Mediums; Menge des frischen Mediums im Behälter
3. Messort: Im Medientank in Bodennähe, um zu gewährleisten, dass auch bei einem niedrigen Füllstand der pH-Wert gemessen werden kann
4. Stellgröße: Massenstrom des zugeführten frischen Mediums

Regelung des Füllstandes

Wird fortlaufend frisches Medium in den Medientank eingebracht, führt das unweigerlich zu einer Erhöhung des Füllstandes. Es muss daher Flüssigkeit aus dem Medientank entnommen werden. Um zwischen der im Kreis zirkulierenden Flüssigkeit (Medium) und der entnommenen Flüssigkeit zu unterscheiden, wird die entnommene Flüssigkeit als Produkt bezeichnet. Die Füllstandsregelung wird durch Erweiterung des Medientanks um einen Füllstandssensor, einer Pumpe zur Entnahme des Produkts (Produktpumpe), einem geeigneten Schlauchsystem, einem Aufnahmebehälter für das Produkt und einer Waage zur Überwachung der Flüssigkeitsmenge in diesem Behälter umgesetzt.

Zusammengefasst bedeutet das für die Regelung des Füllstandes:

1. Regelgröße: Füllstand im Medientank

2. Messgröße: Füllstand im Medientank; Menge des Produkts im Behälter
3. Messort: Im Medientank
4. Stellgröße: Massenstrom des abgeführten Produkts

Sonstige Erweiterungen im Flüssigkeitskreislauf

Säure-/Basenpumpe

Im Betriebszustand Hochfahren soll neben dem Füllstand im Medientank auch der pH-Wert des Mediums auf einen gewünschten Anfangswert gebracht werden, bevor die Anlage in den kontinuierlichen Betrieb übergeht. Daher ist eine weitere Pumpe (Säure-/Basenpumpe) notwendig, mit der Säure oder Base in den Medientank gepumpt und $\text{pH}_{\text{Medium}}$ beeinflusst werden kann.

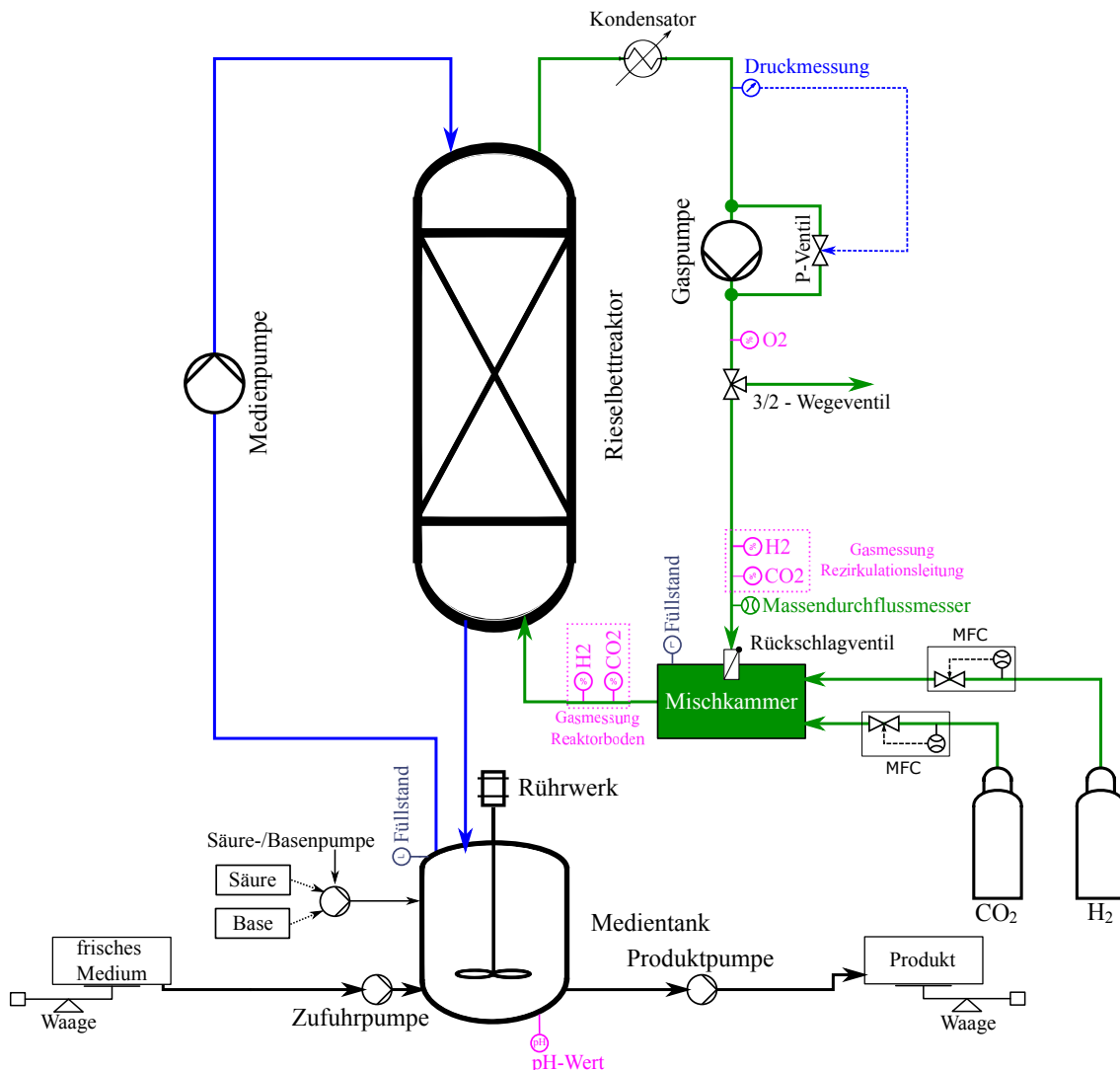


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung der Anlage mit Prozessinstrumentierung im Gas- und Flüssigkeitskreislauf

3.2.3 Prozesstemperatur

Die Einhaltung einer bestimmten Prozesstemperatur geht aus den Anforderungen der Bakterien an ihre Umgebungsbedingungen hervor. Da sich die Bakterien nur im Reaktor befinden, muss die Prozesstemperatur in erster Linie im Reaktor eingehalten werden. Es ist jedoch nicht ausreichend, nur den Reaktor mit einer geeigneten Temperaturregelung auszustatten, da die Temperaturen der ein- und austretenden Flüssigkeits- bzw. Gasströme Einfluss auf die Temperatur im Inneren des Reaktors nehmen. Daher sind sowohl für den Reaktor als auch für den Gas- und Flüssigkeitskreislauf Temperaturregelungen vorzusehen, welche die Temperaturen in allen drei Teilsystemen unabhängig voneinander regeln. Es werden Temperaturfühler mit geeigneter Einbaulage sowie passende Heizelemente benötigt, welche nachfolgend für jede Temperaturregelungsaufgabe einzeln beschrieben werden. Abbildung 3.3 zeigt am Ende dieses Abschnitts das Anlagenschema mit der Prozessinstrumentierung, die zur Regelung der Prozesstemperatur benötigt wird.

Temperaturregelung im Reaktor

Um eine aussagekräftige Messung der Bakterientemperatur im Reaktor zu erhalten, wurde ein Temperaturfühler im Reaktor so verbaut, dass er als Aufwuchsfläche für die Bakterien dient. Der eingesetzte Reaktor besitzt einen Doppelmantel. Wird dieser Mantel mit Wasser befüllt ist es durch Verwendung einer Umwälzpumpe möglich, das Wasser über ein Heizelement zirkulieren und somit aufheizen zu lassen. Das aufgeheizte Wasser im Doppelmantel führt schließlich zu einer Erwärmung des Reaktorinnenraums.

Temperaturregelung im Gaskreislauf

Das aus den Gasflaschen zugeführte Gas muss auf Prozesstemperatur gebracht werden, bevor es in den Reaktor strömt. Es bietet sich an, dass in der Mischkammer vorhandene Wasser zum Aufwärmen des Gases zu nutzen. Ein Temperaturfühler misst dabei die Wassertemperatur in der Mischkammer. Ein Heizmantel dient zum Aufwärmen des in der Mischkammer enthaltenen Wassers.

Temperaturregelung im Flüssigkeitskreislauf

Das in den Reaktor strömende Medium muss ebenfalls Prozesstemperatur aufweisen, um ein Abkühlen im Reaktor durch eine evtl. zu kühle Medientemperatur zu vermeiden. Es ist daher zweckmäßig, den Medientank um einen Temperaturfühler und einen Heizmantel zu erweitern.

Es ist denkbar, dass durch den Massenstrom vom Medientank zum Reaktorkopf eine Abkühlung des Mediums in der Flüssigkeitsleitung verursacht wird. Daher ist es zweckmäßig, in der Flüssigkeitsleitung nahe am Reaktorkopf einen weiteren Temperaturfühler zu installieren, um in weiterer Folge diese Messgröße als Regelgröße heranzuziehen. Dadurch wird gewährleistet, dass das in den Reaktor strömende Medium die gewünschte Prozesstemperatur aufweist.

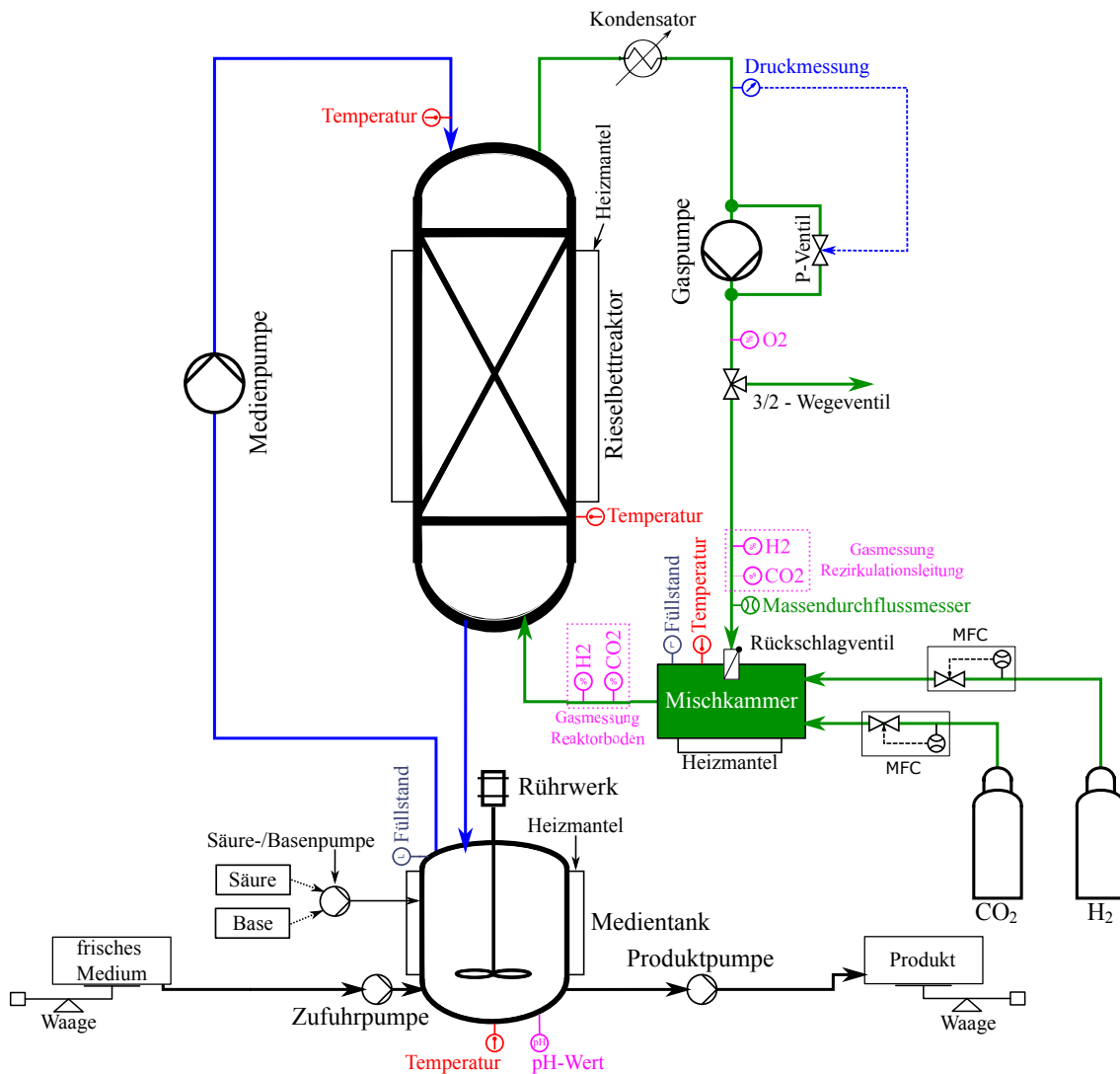


Abbildung 3.3: Schematische Darstellung der Anlage mit vollständiger Prozessinstrumentierung

3.3 Messtechnik

Unter Punkt 3.2 wurde im Zuge der Beschreibung der Regelungsaufgaben und der Prozessinstrumentierung bereits erwähnt, welche physikalischen und chemischen Größen messtechnisch zu erfassen sind. Besonderes Augenmerk muss in diesem Punkt der Normvolumenstrommessung in der Gasrezirkulation geschenkt werden, da ein Massendurchflussmesser aufgrund der verschiedenen Komponenten des Substrats alleine nicht ausreicht und es deshalb zusätzlicher Messeinrichtungen und Umrechnungen bedarf. Hierauf wird in Abschnitt 3.3.1 näher eingegangen. Im Anschluss erfolgt in Abschnitt 3.3.2 eine Übersicht über die weitere eingesetzte Sensorik.

3.3.1 Messung des Normvolumenstroms in der Gasrezirkulation

Zur Messung des Normvolumenstroms in der Gasrezirkulation kommt ein thermischer Massendurchflussmesser vom Typ SLA5850 der Firma Brooks zum Einsatz. Die spezielle Funktionsweise inkl. mechanischem Aufbau dieses Sensors ist in [9] einzusehen. Für die nachfolgenden Ausführungen ist es ausreichend, dass zugrundeliegende Messprinzip dieses Sensors zu betrachten. Dieses basiert auf dem so genannten Aufheizverfahren. Hierbei erfolgt eine Erwärmung des zu messenden Fluids durch eine konstante Wärmestromzufuhr \dot{Q} aus einer Heizwicklung. Dadurch kommt es zu einer Temperaturerhöhung im vorbeiströmenden Messmedium. Aus der Messung der Temperaturerhöhung ΔT^3 , unter Berücksichtigung der spezifischen Wärmekapazität c_p des vorbeiströmenden Fluids sowie der konstanten Wärmestromzufuhr \dot{Q} , wird schließlich der Massenstrom \dot{m} bestimmt. Dieses Messprinzip lässt sich mathematisch durch folgende Gleichung ausdrücken [21]:

$$\dot{m} = \frac{\dot{Q}}{c_p \cdot \Delta T} \quad (3.1)$$

Vorteilhaft bei diesem Verfahren ist die Unabhängigkeit von der Dichte des zu messenden Fluids. Es besteht jedoch eine Abhängigkeit von der spezifischen Wärmekapazität c_p . Daher ist nur die direkte Messung vom Massenstrom eines Mediums möglich, für welches der Massendurchflussmesser kalibriert wurde. Will man den Normvolumenstrom eines Gasgemisches messen, sind mehrere Schritte nötig, um den korrekten Wert zu ermitteln. Darauf wird in diesem Abschnitt später noch eingegangen. Der an der Anlage eingesetzte Sensor wurde werkseitig mit Stickstoff (N_2) für einen Messbereich von 0 bis 500 Nl/h (Normliter pro Stunde) kalibriert.

Bevor nun auf die spezielle Auswertung der Normvolumenstrommessung eines Gasgemisches mit mehreren Bestandteilen eingegangen wird, erfolgt eine Erklärung zum Zusammenhang zwischen den Begriffen Massenstrom, Normvolumenstrom und Volumenstrom.

Zusammenhang zwischen Massenstrom, Normvolumenstrom und Volumenstrom

Dass ein Massendurchflussmesser einen Messwert mit der Einheit *Normliter pro Stunde* liefert, erscheint zunächst abwegig, da es sich bei dieser Einheit um den sogenannten Normvolumenstrom \dot{V}_n^4 handelt. Die Namensbezeichnung des Sensors leitet sich jedoch in erster Linie vom physikalischen Messprinzip ab⁵ (siehe Gleichung (3.1)). Der Normvolumenstrom bezieht sich auf den sogenannten Normzustand eines Gases, d. h. darauf welches Volumen ein Gas unter definierten Normbedingungen (Temperatur und Druck) einnimmt. Der Normvolumenstrom unterscheidet sich vom tatsächlichen Volumenstrom, der von den im Betrieb vorherrschenden Temperatur- und Druckbedingungen beeinflusst

³ ΔT wird durch zwei Temperaturmessstellen ermittelt. Die erste befindet sich unmittelbar vor, die zweite unmittelbar nach der Heizwicklung.

⁴Um Normvolumenströme oder Normbedingungen als solche zu kennzeichnen, wird in weiterer Folge immer der Index „n“ verwendet.

⁵Das gilt auch für die MFCs, welche auf dem gleichen Prinzip basieren.

wird. Die Normbedingungen für den betrachteten Sensor sind mit der Normtemperatur $T_n = 273,15 \text{ K}$ sowie dem Normdruck $p_n = 1,01325 \text{ bar}$ definiert. Der Massenstrom hängt über folgende Gleichung mit dem Normvolumenstrom zusammen:

$$\dot{m} = \rho_n \cdot \dot{V}_n \quad (3.2)$$

Bei ρ_n handelt es sich um die Dichte des durch den Sensor strömenden Gases unter den Normbedingungen. Die Dichte eines Gases hängt von der Temperatur und dem Druck ab, sie ist unter Normbedingungen demnach konstant. Somit unterscheidet sich der Massenstrom vom Normvolumenstrom nur um den bekannten Faktor ρ_n . Gemäß der Massenerhaltung gilt folgender Zusammenhang zwischen dem Normvolumenstrom und dem Volumenstrom \dot{V} mit der Dichte ρ unter den tatsächlich vorherrschenden Betriebsbedingungen:

$$\rho_n \cdot \dot{V}_n = \rho \cdot \dot{V} \quad (3.3)$$

Somit folgt für den Volumenstrom unter Betriebsbedingungen:

$$\dot{V} = \frac{\rho_n}{\rho} \cdot \dot{V}_n \quad (3.4)$$

Sind sowohl der Druck p , die Temperatur T als auch die molare Masse M des betrachteten Gases bekannt, ist es möglich, durch Verwendung des idealen Gasgesetzes die Dichte zu berechnen, was durch die nächsten Schritte gezeigt wird. Das ideale Gasgesetz lautet wie folgt:

$$p \cdot V = n \cdot R \cdot T \quad (3.5)$$

Hierbei sind R die universelle Gaskonstante und n die Stoffmenge. Die anderen Größen sind bereits bekannt. Die Berechnung der Dichte lässt sich mathematisch folgendermaßen beschreiben:

$$\rho = \frac{m}{V} = \frac{n \cdot M}{V} \quad (3.6)$$

Multipliziert man das ideale Gasgesetz in (3.5) auf beiden Seiten mit der molaren Masse M und ersetzt $n \cdot M$ mit m ergibt sich nach Umformung die Dichte zu:

$$\rho = \frac{m}{V} = \frac{p \cdot M}{R \cdot T} \quad (3.7)$$

Sind nun sowohl p als auch T bekannt, kann unter Verwendung der universellen Gaskonstante mit $R = 8,3144598 \frac{\text{J}}{\text{mol} \cdot \text{K}}$ und der molaren Masse des Gases M , die Dichte des betrachteten Gases unter den realen Bedingungen berechnet werden. Dies ermöglicht in weiterer Folge eine Umrechnung des Normvolumenstroms auf den tatsächlich im Betrieb herrschenden Volumenstrom nach (3.4). Abschließend erfolgt in Tabelle 3.1 eine Auflistung der molaren Masse der im Gaskreislauf vorkommenden Gase sowie deren Dichte unter den bereits erwähnten Normbedingungen.

Gas	Molare Masse M in g/mol	Dichte ρ_n in kg/m ³
N ₂	28,01	1,251
O ₂	32	1,429
CO ₂	44,01	1,977
H ₂	2,02	0,08988

Tabelle 3.1: Molare Masse und Dichte unter Normbedingungen der im Gaskreislauf vorkommenden Gase

Auswertung des Messergebnisses

Misst man den Normvolumenstrom des Gasgemisches in der Rezirkulationsleitung, kommt es aufgrund der unterschiedlichen c_p -Werte der verschiedenen Gasbestandteile zu einer Anzeigeabweichung vom realen Normvolumenstrom. Kennt man jedoch die genaue Zusammensetzung dieses Gasgemisches, ist es möglich, auf den tatsächlichen Normvolumenstrom umzurechnen. Die nachfolgende Erklärung zur Umrechnung auf den tatsächlichen Normvolumenstrom basiert auf [10]. Der tatsächliche Normvolumenstrom $\dot{V}_{n,Real}$ ergibt sich durch folgende Berechnung:

$$\dot{V}_{n,Real} = \dot{V}_{n,Messung} \cdot \frac{k_{Korrektur}}{k_{Gas,Kalibrierung}} \quad (3.8)$$

Hierbei ist $\dot{V}_{n,Messung}$ der vom Sensor ausgegebene Wert, $k_{Korrektur}$ der Korrekturfaktor der sich durch die Stoffmengenanteile der auftretenden Gase berechnen lässt und $k_{Gas,Kalibrierung}$ der Gasfaktor des werkseitig verwendeten Kalibriergases. Den Korrekturfaktor $k_{Korrektur}$ berechnet man folgendermaßen:

$$k_{Korrektur} = \frac{1}{\frac{x_1}{k_{Gas,1}} + \frac{x_2}{k_{Gas,2}} + \dots + \frac{x_n}{k_{Gas,n}}} \quad (3.9)$$

Mit x_1, x_2, \dots, x_n als Stoffmengenanteile der verschiedenen Gase im Messmedium und $k_{Gas,1}, k_{Gas,2}, \dots, k_{Gas,n}$ als jeweilige Gasfaktoren für die verschiedenen Gase im Messmedium. Die Gasfaktoren resultieren aus den c_p -Werten der verschiedenen Gase und können aus der Korrekturtabelle für Gase aus [10] entnommen werden. Der Einsatz der Korrekturfaktoren ist aufgrund näherungsweise konstanter c_p -Werte innerhalb des Messbereichs des Sensors (-14 bis 65 °C) zulässig. Die nachfolgende Tabelle zeigt die Gasfaktoren der im Gaskreislauf vorkommenden Gase:

Gas	Gasfaktor k
N ₂	1
O ₂	0,988
CO ₂	0,773
H ₂	1,008

Tabelle 3.2: Gasfaktoren

Der Korrekturfaktor $k_{Korrektur}$ sowie der tatsächliche Normvolumenstrom $\dot{V}_{n,Real}$ in der

Rezirkulationsleitung berechnen sich folgendermaßen:

$$k_{Korrektur} = \frac{1}{\frac{x_{O_2}}{k_{O_2}} + \frac{x_{CO_2}}{k_{CO_2}} + \frac{x_{H_2}}{k_{H_2}} + \frac{x_{N_2}}{k_{N_2}}} \quad (3.10)$$

$$\dot{V}_{n, Real} = \dot{V}_{n, Messung} \cdot \frac{k_{Korrektur}}{k_{N_2}} \quad (3.11)$$

Man erhält somit den Normvolumenstrom $\dot{V}_{n, Real}$ des aus O_2 , CO_2 , H_2 und N_2 zusammengesetzten Gases. Die entsprechende Sensorik zur Ermittlung der Stoffmengenanteile von O_2 , CO_2 und H_2 in der Rezirkulationsleitung ist bereits durch die Prozessinstrumentierung zur Regelungsaufgabe *Regelung der Prozessparameter des dem Reaktor zugeführten Substrats* (Abschnitt 3.2.1) vorhanden. Die Ermittlung des Stoffmengenanteiles von N_2 erfolgt rechnerisch. Da im Gaskreislauf nur die vier erwähnten Gase auftreten (die restlichen Bestandteile von Luft werden aufgrund ihres geringen Anteils vernachlässigt), berechnet sich der Stoffmengenanteil von N_2 wie folgt:

$$x_{N_2} = 1 - x_{O_2} - x_{CO_2} - x_{H_2} \quad (3.12)$$

Für die Regelung der Prozessparameter des Substrats (Abschnitt 5.1.2) ist es wichtig, die Volumenströme von H_2 und CO_2 in der Rezirkulationsleitung wie folgt zu ermitteln.

$$\dot{V}_{n, H_2} = x_{H_2} \cdot \dot{V}_{n, Real} \quad (3.13)$$

$$\dot{V}_{n, CO_2} = x_{CO_2} \cdot \dot{V}_{n, Real} \quad (3.14)$$

3.3.2 Weitere eingesetzte Sensorik

Dieser Abschnitt befasst sich mit der weiteren eingesetzten Sensorik, die jedoch keine gesonderte Behandlung hinsichtlich der Messauswertung erfordert.

Messung des Füllstandes im Medientank

Zur Füllstandsmessung im Medientank wurde zunächst ein Ultraschalltransmitter des Typs Rosemount 3101 von der Firma Emerson (siehe [17]) eingesetzt. Dieser sendet ein Ultraschallsignal aus und detektiert anschließend die von der Wasseroberfläche verursachten Schallreflexionen. Durch Laufzeitmessung und unter Berücksichtigung der Schallgeschwindigkeit in Luft ermittelt der Sensor den Abstand vom Sensor zur Flüssigkeitsoberfläche. Unter Berücksichtigung der Geometrie des Medientanks ist es schließlich möglich, den Füllstand bzw. das Flüssigkeitsvolumen anzugeben.

Erste Messungen an der Anlage offenbarten große Schwächen des auf Ultraschall basierenden Messprinzips für die Anwendung im Medientank. Die Schallgeschwindigkeit in einem Gas hängt vom Druck und der Dichte des Gases und somit von der Temperatur des Gases ab. Aufgrund eines Heizmantels zur Erwärmung der Medientemperatur im Medientank unterliegt die Gastemperatur zwischen Sensor und Flüssigkeitsoberfläche mitunter starken

Schwankungen, womit die Dichte zum Teil starken Schwankungen unterliegt. Ein weiteres Problem stellt die unbekannte Zusammensetzung des Gases im Medientank dar. Über eine Druckausgleichsleitung, die Reaktor und Medientank verbindet, wird sich mit fortlaufender Betriebsdauer ein Gasgemisch aus überwiegend CO_2 und H_2 im Medientank befinden. Dies führt zu einer abweichenden Geschwindigkeit des Schalls in diesem Gasgemisch.⁶ Aufgrund der Änderung der Schallgeschwindigkeit verändert sich die Laufzeit des Ultraschallsignals. Der Sensor berechnet den Abstand zur Flüssigkeitsoberfläche fälschlicherweise jedoch weiterhin mit der Schallgeschwindigkeit bezogen auf Luft. Dies führt letztendlich zu einem falsch angezeigten Füllstandswert. Eine im Sensor integrierte Temperaturkompensation ist zwar vorhanden, jedoch ist diese sehr träge und aufgrund einer vermutlich inhomogenen Temperaturverteilung sowie der Problematik des unbekanntes Gasgemisches im Medientank nicht zielführend. Abbildung 3.4 zeigt beispielhaft die beschriebene Problematik der ultraschallbasierten Füllstandsmessung. Das obere Bild zeigt den Verlauf des gemessenen Füllstandes, dargestellt als Füllvolumen in Liter. Im unteren Bild ist zu sehen, wann der Heizmantel des Medientanks aktiv bzw. inaktiv war. Das reale Füllvolumen war während der gesamten Dauer der Datenaufzeichnung konstant auf knapp 51 Liter. Beim Gasgemisch im Medientank handelte es sich zum Zeitpunkt der Messungen um Luft. Der Messwert wurde also nur durch die unbekannte Lufttemperatur beeinflusst und zeigt dennoch schon erhebliche Abweichungen vom realen Füllvolumen. Man erkennt, dass in den Abkühlphasen das durch den Sensor ermittelte Füllvolumen wieder abnimmt. Eine Temperaturmessung der Luft im Medientank wurde nicht durchgeführt.

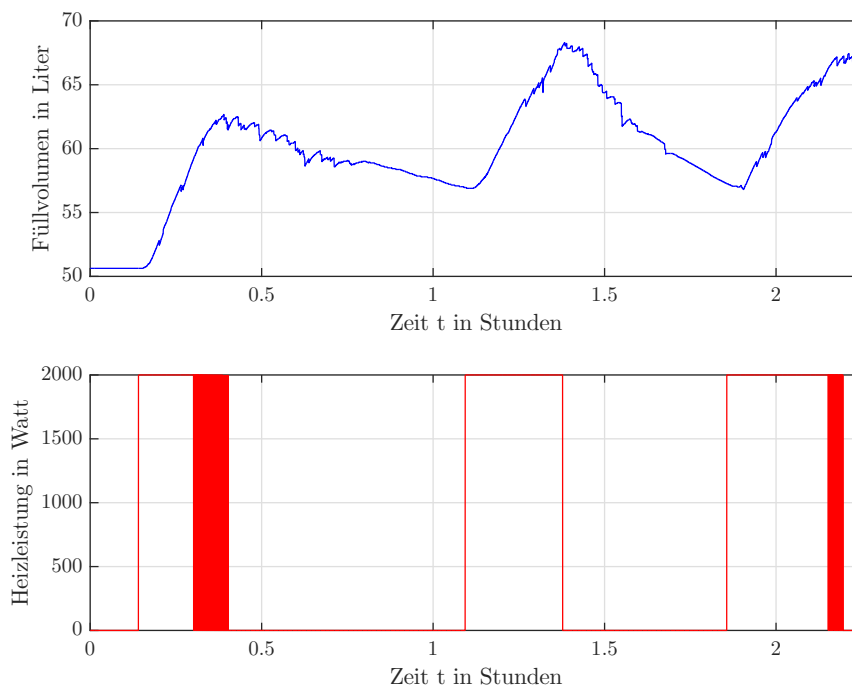


Abbildung 3.4: Problematik der ultraschallbasierten Füllstandsmessung

⁶Vergleich: $c_{Luft, 20^\circ\text{C}} = 344 \text{ m/s}$; $c_{\text{CO}_2, 20^\circ\text{C}} = 266 \text{ m/s}$; $c_{\text{H}_2, 20^\circ\text{C}} = 1300 \text{ m/s}$

Diese Problematik kann z. B. durch den Einsatz einer Füllstandsmessung basierend auf geführtem oder ungeführtem Radar vermieden werden. Ein Austausch der Füllstandssensorik im Medientank konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht mehr durchgeführt werden. Bei im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Versuchen, die auf eine korrekte Ermittlung des Füllstandes angewiesen waren (z. B. Abschnitt 5.3.4), wurde daher darauf geachtet, den Heizmantel des Medientanks nicht in Betrieb zu nehmen.

Messung des pH-Wertes

Zur Messung des pH-Wertes im Medientank kommt eine pH-Elektrode vom Typ InPro® 3250 der Firma Mettler Toledo zum Einsatz. Der Messbereich beträgt pH-Wert 0 bis 14. Weiterführende Informationen zur pH-Elektrode können im dazugehörigen technischen Dokument [24] eingesehen werden. Zur Auswertung des Messsignals der pH-Elektrode kommt ein so genannter Multiparameter-Transmitter der Reihe M300 der Firma Mettler Toledo zum Einsatz (siehe [23]).

Messung des Druckes

Die Druckmessung in der Gasrezirkulationsleitung zwischen Kondensator und Gaspumpe erfolgt durch einen Differenzdrucksensor vom Typ Rosemount™ 2051 der Firma Emerson mit einem Messbereich von 0 bis 500 mbar (siehe [16]).

Messung der Temperatur

Zur Temperaturmessung werden Pt100-Temperaturfühler mit Messumformer (4-20 mA Signal) eingesetzt. Nachfolgende Tabelle zeigt eine Übersicht der eingesetzten Temperatursensoren für die verschiedenen Messstellen.

Messstelle	Messbereich	Hersteller	Dokument
Medientank	0-50 °C	tecsis	[28]
Flüssigkeitsleitung am Reaktoreinlass	0-70 °C	electrotherm	[15]
Mischkammer	0-200 °C		
Reaktor	0-70 °C		

Tabelle 3.3: Temperatursensoren

Messung des Füllstandes in der Mischkammer

Der Wasserstand in der Mischkammer ist von außen nicht einsehbar. Eine exakte Füllstandsmessung in der Mischkammer ist dennoch nicht notwendig. Es ist ausreichend, einen zu niedrigen Wasserstand in der Mischkammer zu detektieren, um zu gewährleisten, dass ausreichend Wasser zur Anfeuchtung des Substrats vorhanden ist. Zudem ist es zweckmäßig einen maximalen Füllstand zu detektieren, um zu vermeiden, dass beim Auffüllvorgang mit Wasser Beschädigungen an der Mischkammer bzw. an den Zuleitungen auftreten. Es

wurden daher zwei Vibrationsgrenzschafter vom Typ Rosemount 2120 der Firma Emerson (siehe [18]) einige Zentimeter über dem Boden bzw. einige Zentimeter unter dem Deckel der Mischkammer montiert. Die Mischkammer ist daher nie vollständig mit Wasser befüllt.

Messung der Gaskonzentration

Zur Messung der verschiedenen Gaskonzentrationen im Gaskreislauf kommen Gassensoren der Firma BlueSens zum Einsatz. Nachfolgende Tabelle zeigt eine Übersicht der verschiedenen Gassensoren für die verschiedenen Messstellen.

Messgröße	Messstelle	Messbereich	Dokument
O ₂	Medientank	0-25 Vol.-%	[4]
H ₂	Reaktorboden	0-100 Vol.-%	[3]
	Rezirkulationsleitung		
CO ₂	Reaktorboden	0-50 Vol.-%	[2]
	Rezirkulationsleitung		

Tabelle 3.4: Gassensoren

3.4 Aktuatorik

Die Beeinflussung der Prozessgrößen erfolgt über diverse Aktuatoren, denen in diesem Abschnitt eine kurze Übersicht gewidmet wird.

Gaspumpe

Bei der in der Rezirkulationsleitung befindlichen Gaspumpe handelt es sich um eine Faltenbalgpumpe vom Typ P2.2 ATEX der Firma Bühler Technologies (siehe [1]).

Flüssigkeitspumpen

Bei den eingesetzten Flüssigkeitspumpen handelt es sich ausschließlich um Schlauchquetschpumpen. Die nachfolgende Tabelle gibt einen Überblick über die eingesetzten Flüssigkeitspumpen.

Pumpe	Hersteller	Typ	Dokument
Zufuhrpumpe	Watson Marlow	520U	[33]
Produktpumpe		505U	[32]
Säure-/Basenpumpe		504U/RL	[31]
Medienpumpe	Verder	Vantage 5000	[29]

Tabelle 3.5: Flüssigkeitspumpen

Heizelemente

Für den Medientank und die Mischkammer kommt jeweils ein Silikonheizmantel der Firma winkler.eu zum Einsatz. Die Ausführung für den Medientank hat eine Maximalleistung von

2000 W, der verwendete Silikonheizmantel für die Mischkammer von 1200 W. Um die Wärmeverluste erheblich zu reduzieren, wurden die Heizmäntel mit einer Isolierung (hitzebeständig bis zu 150 °C) ausgestattet. Als Heizelement für den Reaktor fungiert ein Einschraubheizkörper der Firma carlo-Loysch mit einer Leistung von 3000 W (siehe [11]).

Die Silikonheizmäntel müssen mit einer geeigneten Maßnahme vor Überhitzung geschützt werden. Die Heizmäntel dürfen einer Temperatur von bis zu max. 180 °C ausgesetzt werden. Hierfür wurde pro Heizmantel ein Pt100-Temperaturfühler zwischen dem zu beheizenden Objekt und dem Heizmantel verbaut und im Zuge der Automatisierung eine geeignete Maßnahme zum Überhitzungsschutz vorgesehen. Der Einschraubheizkörper für die Reaktorheizung ist bereits mit einem integrierten, mechanischen Überhitzungsschutz ausgestattet.

Massendurchflussregler

Bei den Massendurchflussreglern handelt es sich jeweils um einen Massendurchflussregler für Gase (MFC) der Firma Bürkert. Der MFC für H₂ ist vom Typ 8711 (siehe [6]), der MFC für CO₂ ist vom Typ 8626 (siehe [5]). Die MFCs weisen jeweils einen Stellbereich von 0 - 4000 Nl/h auf.

Proportionalventil

Beim Proportionalventil (P-Ventil) parallel zur Gaspumpe handelt es sich um ein P-Ventil vom Typ 2871 der Firma Bürkert (siehe [7]). Dieses wurde mit einer digitalen Ansteuer-elektronik vom Typ 8605 der Firma Bürkert (siehe [8]) kombiniert.

3.5 Sicherheit und Überwachung

Aufgrund des Einsatzes von Wasserstoff und seiner hohen Entzündlichkeit, wird im folgenden Abschnitt 3.5.1 der Umgang mit dieser potentiellen Gefahr diskutiert. Weiters muss gewährleistet sein, dass es im Betrieb zu keiner Schädigung der Anlagenteile kommt. Daher wird in Abschnitt 3.5.2 eine Übersicht über die zu überwachenden Prozessgrößen und welche Maßnahmen beim Über- bzw. Unterschreiten der Grenzwerte durchgeführt werden müssen gegeben. Die Gewährleistung eines sicheren Betriebes muss in weiterer Folge in der Entwicklung der Basisautomatisierung berücksichtigt werden (Kapitel 4).

3.5.1 Sicherheitsrisiko Wasserstoff

Beim Mischen von Wasserstoff mit Luft zu 4 bis 76 Volumenprozent (Vol.-%) Wasserstoff entsteht Knallgas, das bereits durch einen wenig energiereichen Funken zur Explosion gebracht werden kann [14]. Aufgrund der hohen Entzündlichkeit von Wasserstoff ist es also notwendig, das Erreichen eines Luftgemisches mit 4 Vol.-% Wasserstoff außerhalb der An-

lage zu vermeiden⁷. Mögliche Ursachen für den Austritt von Wasserstoff aus der Anlage können u. a. Leckagen der Gasleitungen oder undichte Stellen bei beweglichen Teilen im Gaskreislauf (Gaspumpe) sein. Es ist daher zweckmäßig, eine Wasserstoffwarnanlage zu installieren und mehrere H₂-Messfühler an geeigneten Orten zu platzieren⁸. Wird Wasserstoff in der Umgebungsluft detektiert, müssen geeignete Maßnahmen eingeleitet werden, um einen weiteren Wasserstoffaustritt aus der Anlage zu verhindern. Diese Maßnahmen betreffen in erster Linie den Gaskreislauf. Hierzu muss dieser zunächst um zwei Sicherheitsventile erweitert werden (Abbildung 3.5).

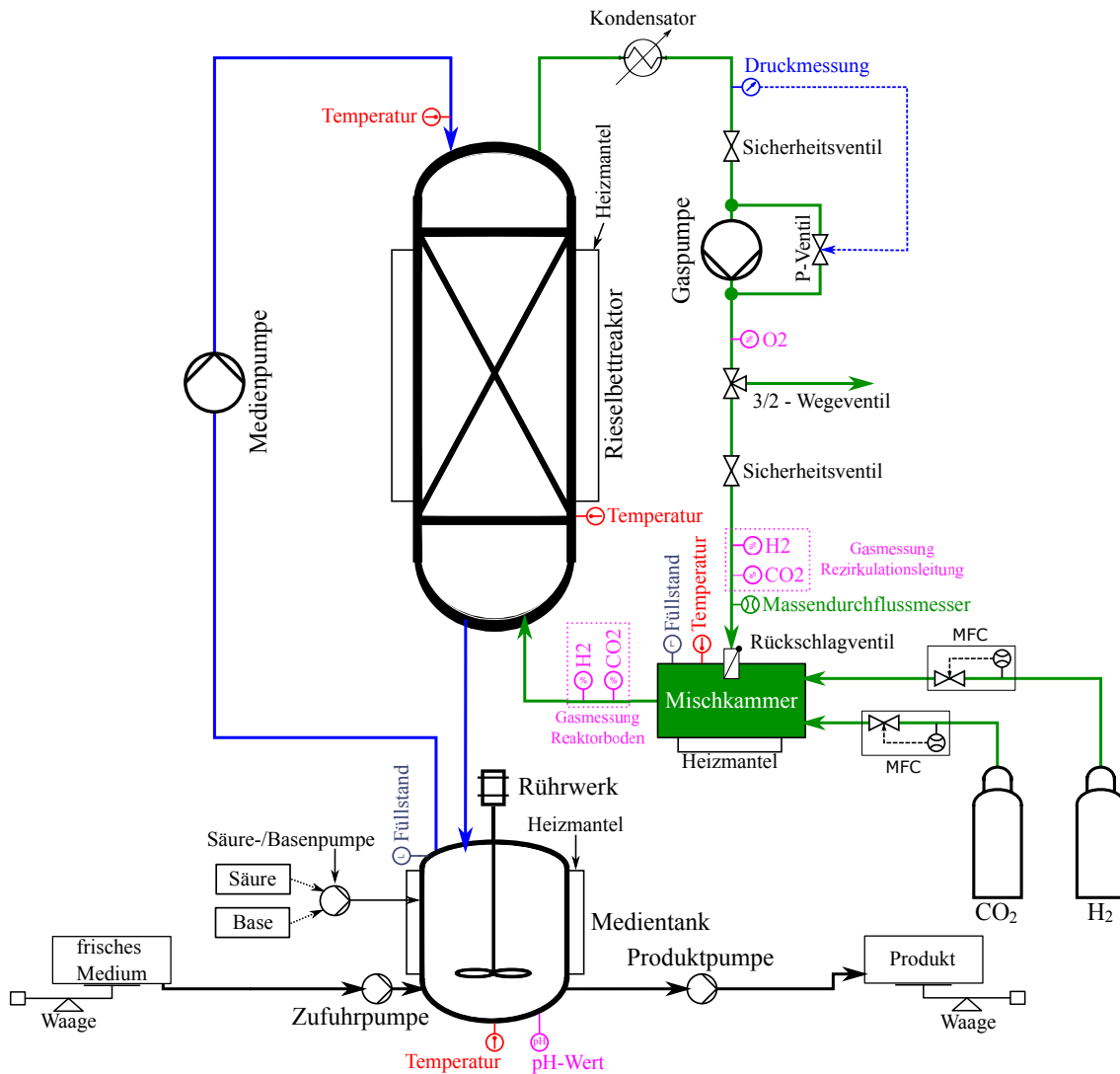


Abbildung 3.5: Erweiterung der Anlage um zwei Sicherheitsventile im Gaskreislauf

Wird Wasserstoff in der Umgebungsluft detektiert, muss der Gaskreislauf heruntergefahren werden. Das geschieht simultan durch folgende Schritte:

- Abschalten der Gaspumpe

⁷In der Anlage ist das Risiko aufgrund des überwiegenden Anteils von H₂ und CO₂ im Verhältnis zu O₂ minimal.

⁸z. B. Platzierung an der Gaspumpe und der H₂-Gasflasche

- Schließen der Sicherheitsventile
- Sperren der Gaszufuhr aus den Gasflaschen durch die MFCs

Es wird somit kein weiterer Wasserstoff in die Anlage eingespeist und die Pumpe als mögliche Fehlerquelle durch die Sicherheitsventile vom Gaskreislauf abgekoppelt. Eine Wiederaufnahme des regulären Betriebes vom Gaskreislauf ist erst dann gestattet, wenn die Fehlerquelle gefunden und das Problem behoben wurde.

3.5.2 Überwachung diverser Prozessgrößen

Neben der Überwachung des Wasserstoffanteils in der Umgebungsluft erfordern auch zahlreiche Prozessgrößen eine permanente Überwachung und beim Über- oder Unterschreiten der Maximal- oder Minimalwerte eine dementsprechende Reaktion vonseiten der Anlage. Nachfolgend kommt es zu einer Übersicht inkl. kurzer Erklärung der zu ergreifenden Maßnahmen.

Sauerstoffgehalt in der Anlage

Ist der Sauerstoffanteil in der Anlage zu hoch, besteht einerseits die Gefahr der Entstehung eines hoch entzündlichen Gasgemisches (Sauerstoff und Wasserstoff) und andererseits die Gefahr des Absterbens der Bakterien. Übersteigt der Sauerstoff in der Anlage einen festgelegten Wert von 2 Vol.-%, ist der Gaskreislauf herunterzufahren. Das erfolgt analog zum Herunterfahren des Gaskreislaufs aus Abschnitt 3.5.1.

Minimaler und maximaler Füllstand im Medientank

Aufgrund der Sensorik zur Messung der Medienparameter (pH-Wert und Temperatur) in Bodennähe des Medientanks, darf ein minimaler Füllstand nicht unterschritten werden. Wird dieser unterschritten, ist die Produktpumpe zu deaktivieren. Aufgrund der Füllstandssensorik darf ein maximaler Füllstand nicht überschritten werden, da über diesem eine Messung nicht mehr möglich ist. Wird der maximal erlaubte Füllstand überschritten, ist die Zufuhrpumpe zu deaktivieren.

Minimaler und maximaler Füllstand in der Mischkammer

Wird der minimal erlaubte Füllstand in der Mischkammer erreicht, so ist diese wieder manuell mit Wasser aufzufüllen. Wird der maximal erlaubte Füllstand erreicht, ist der manuelle Auffüllvorgang zu beenden.

Flüssigkeitsmenge im Behälter für frisches Medium und im Behälter für das Produkt

Die Waagen dienen zur kostengünstigen Überwachung der Flüssigkeitsmenge im Behälter für das frische Medium bzw. im Behälter für das Produkt. Wird ein minimales Gewicht im

Behälter für das frische Medium erreicht, ist die Zufuhrpumpe zu deaktivieren, um eine Leeransaugung zu verhindern. Wird ein maximales Gewicht im Produktbehälter erreicht, ist die Produktpumpe zu deaktivieren, um ein Überlaufen des Behälters zu verhindern.

Temperatur der Silikonheizmäntel bei Medientank und Mischkammer

Die Silikonheizmäntel dürfen maximal einer Temperatur von 180 °C ausgesetzt werden. Die sie umgebende Isolierung ist für max. 150 °C ausgelegt. Es soll daher beim Erreichen einer Heizmanteltemperatur von 150 °C eine automatische Abschaltung des Heizmantels erfolgen. In Form einer Hysterese darf dieser bei Bedarf ab dem Unterschreiten von 130 °C wieder aktiviert werden.

Betrieb der Gaspumpe

Die Gaspumpe wurde mit einem Motorschutzschalter ausgerüstet. Wird ein Ausfall der Gaspumpe detektiert, so muss der Massenstrom über die MFCs in die Anlage gesperrt werden, um die Entstehung eines Überdrucks in der Anlage zu verhindern.

Kapitel 4

Basisautomatisierung

Der Begriff Basisautomatisierung bezeichnet im Rahmen dieser Arbeit den Einsatz eines Mess- und Steuersystems, die Entwicklung eines Schaltschranks und die Softwareentwicklung, um eine computerbasierte Ansteuerung der Aktuatoren der Anlage sowie eine automatisierte Messdatenerfassung zu ermöglichen. Abschnitt 4.1 beschäftigt sich mit der eingesetzten Hardware und dem gebauten Schaltschrank. In Abschnitt 4.2 wird auf die Entwicklung der Software eingegangen.

4.1 Hardware

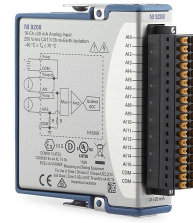
Neben der Wahl eines geeigneten Mess- und Steuersystems ist es zweckmäßig, die gesamten elektrischen Komponenten in einem Schaltschrank zu verbauen. In diesem Abschnitt wird auf beide Punkte eingegangen.

4.1.1 Mess- und Steuersystem

Als Mess- und Steuersystem kommt eine speicherprogrammierbare Steuerung (SPS) des Typs cRIO-9035 der Firma National Instruments (NI) zum Einsatz. Die Spezifikationen der SPS können unter [25] eingesehen werden. Diese SPS ermöglicht es, ein modulares System nach den eigenen Anforderungen durch den Einsatz verschiedener Mess- und Steuermodule zusammenzustellen. Diese Modularität ist für die im Rahmen dieser Arbeit betrachteten Anlage und die zukünftig durchgeführten Forschungsarbeiten ein großer Vorteil, da im Bedarfsfall schnell und kostengünstig Änderungen bzw. Erweiterungen am Mess- und Steuersystem durchgeführt werden können. Es können bis zu acht verschiedene Module verbaut werden. Zudem zeichnet sich die cRIO-9035 durch eine hohe Ausfallsicherheit aus. Abbildung 4.1 zeigt die SPS und beispielhaft ein Stromeingangsmodul des Typs NI-9208.



(a) NI cRIO-9035



(b) Stromeingangsmodul NI-9208

Abbildung 4.1: cRIO-9035 und Stromeingangsmodul NI-9208

Bei der verwendeten Sensorik sowie Aktuatorik wurde darauf geachtet, einheitliche, industriell standardisierte Schnittstellen zu verwenden. Die eingesetzte Sensorik liefert jeweils 4 bis 20 mA als Messsignal. Die Flüssigkeitspumpen, das Proportionalventil und die MFCs werden mit 4 bis 20 mA Signalen bzw. 0 bis 10 V Signalen angesteuert. Zur Ansteuerung der Relais, die zum Ein- und Ausschalten der Flüssigkeitspumpen, der Gaspumpe, der Heizelemente sowie der Sicherheitsventile dienen, wird ein digitales Ausgabemodul verwendet. Zur Überwachung der Umwälz- und Gaspumpe mittels Motorschutzschalter wird ein digitales Eingangsmodul verwendet. Die Auswertung der Signale der Waagen erfolgt über eine RS232-Schnittstelle. Daher wird auch ein RS232-Modul verwendet. Tabelle 4.1 gibt einen Überblick über die eingesetzten Module und deren Verwendungszweck.

Typ	Beschreibung	Verwendungszweck
NI-9208	Insgesamt zwei Stromeingangsmodule mit 16 Kanälen	Einlesen der Messsignale der verwendeten Sensorik
NI-9870	Modul zur Kommunikation mittels RS232-Schnittstelle mit 4 Kanälen	Kommunikation mit den Waagen
NI-9264	Spannungsausgabemodul mit 16 Kanälen	Ansteuerung der Produktpumpe und des Proportionalventils
NI-9265	Stromausgabemodul mit 4 Kanälen	Ansteuerung der MFCs, der Medienpumpe und der Zufuhrpumpe
NI-9476	Ausgabemodul für digitale Signale mit 32 Kanälen	Ansteuerung diverser Relais; zum Ein- und Ausschalten von Flüssigkeitspumpen, der Gaspumpe und der Sicherheitsventile
NI-9421	Eingangsmodul für digitale Signale mit 8 Kanälen	Überwachung von Motorschutzschaltern (Umwälzpumpe und Gaspumpe)

Tabelle 4.1: Verwendete Mess- und Steuermodule

4.1.2 Schaltschrank

Der Schaltschrank übernimmt u. a. die Aufgabe der Energieversorgung für die einzelnen Komponenten der Anlage. Er beherbergt zudem die SPS und dient somit als zentraler Empfänger bzw. Verteiler für die Mess- und Steuersignale. Es ist dadurch möglich, eine strukturierte und übersichtliche elektrische Verschaltung aller Komponenten der Anlage zu erreichen. Abbildung 4.2 zeigt die Innen- und Außenansicht des gebauten Schaltschranks.



Abbildung 4.2: Schaltschrank

Im Rahmen dieser Arbeit soll nicht im Detail auf den Schaltschrankbau eingegangen werden. In der Folge soll lediglich eine kurze allgemeine Aufzählung der wichtigsten Bestandteile und ihrer Eigenschaften erfolgen:

- Zwei unabhängige Stromkreise mit jeweils einem Hauptschalter
 - Stromkreis zur Versorgung der Heizelemente aufgrund des hohen Leistungsbedarfs
 - Stromkreis zur Versorgung der restlichen Anlagenkomponenten
- Elektrische Sicherheitskomponenten

- Sicherungen
- FI-Schalter
- 24 V DC Netzteil
- Diverse Relais zum Ein- und Ausschalten der
 - Heizelemente
 - Flüssigkeitspumpen
 - Gaspumpe
 - Sicherheitsventile
- Motorschutzschalter zur Überwachung der Funktion der
 - Gaspumpe
 - Umwälzpumpe für die Reaktorheizung

4.2 Software

Zur Bedienung der Anlage wurde eine Bediensoftware mit einer grafischen Benutzeroberfläche (GUI - Graphical User Interface) entwickelt. Neben der Bediensoftware, die auf einem handelsüblichen PC ausgeführt wird, benötigt es zudem eine geeignete Software auf der SPS. Bei der für die SPS entwickelten Software handelt es sich um das Hirn der Anlage. Hier werden Benutzereingaben überprüft, Entscheidungen getroffen, die Regelungen ausgeführt, Prozessgrößen überwacht und im Fehlerfall entsprechende Maßnahmen eingeleitet. Die Bediensoftware dient zur Dateneingabe (z. B. Sollgrößen für die diversen Regelungsaufgaben) und Ansteuerung der Anlage sowie zur Visualisierung von Messdaten und der Zustände überwachter Prozessgrößen. Die Kommunikation zwischen dem PC und der SPS findet, wie in Abbildung 4.3 dargestellt, via TCP/IP statt.

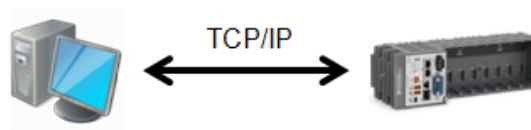


Abbildung 4.3: Kommunikation zwischen PC und SPS

Da die SPS neben den Mess-, Steuer- und Regelungsaufgaben auch sicherheitskritische Funktionen übernimmt, ist es speziell hier wichtig, sich näher mit der Entwicklung einer guten Softwarearchitektur auseinanderzusetzen. Die nachfolgenden Betrachtungen gehen daher ausschließlich auf die Softwareentwicklung seitens SPS ein. Beim Entwerfen der Software wurde darauf geachtet, ein hohes Maß an Modularität und Wartbarkeit zu erreichen. Dadurch wird es erleichtert, zukünftige Erweiterungen oder Änderungen an der Software

durchzuführen. Zudem ist es einfacher, auf eventuell auftretende Fehler im Code schnell und effizient zu reagieren. Aufgrund der Verwendung von Mess- und Steuerhardware des Herstellers National Instruments, wird auch das von National Instruments hauseigene Programmiersystem LabVIEW zur Programmierung verwendet. Die nachfolgenden Abschnitte dienen dem Zweck, einen groben Einblick in die Softwareentwicklung und die dabei verwendeten Strukturen und Programmabläufe zu geben.

4.2.1 Architektur der auf der SPS implementierten Software

Das Flussdiagramm in Abbildung 4.4 zeigt die Architektur der auf der SPS implementierten Software.

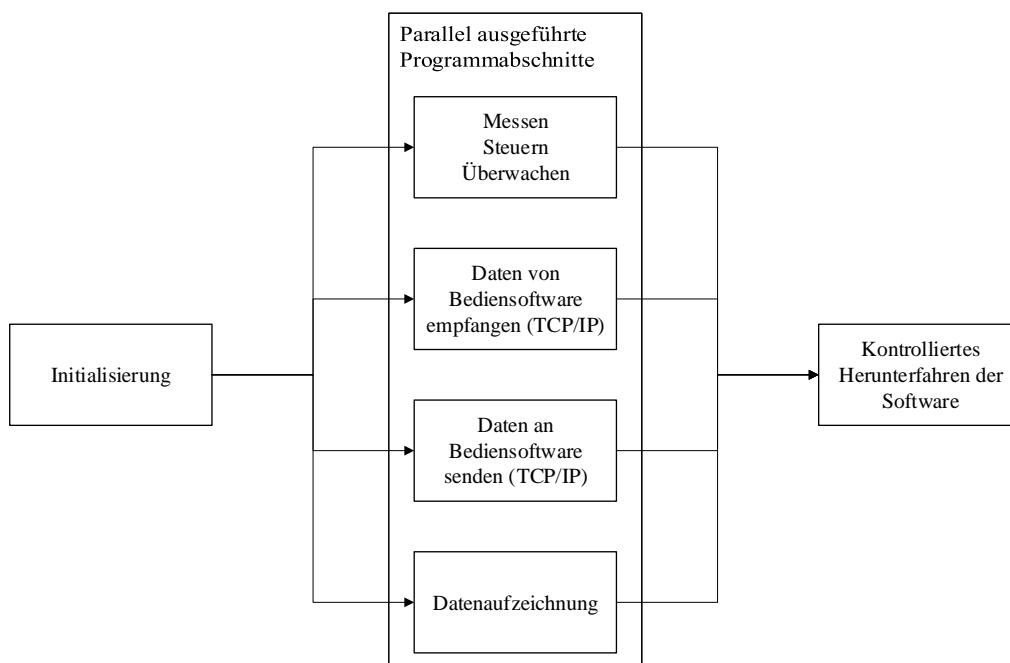


Abbildung 4.4: Flussdiagramm zur Darstellung der Softwarearchitektur auf der SPS

Nach erfolgter Initialisierung werden vier Programmabschnitte in einer Schleife, mit einer Sekunde Schleifendurchlaufzeit, parallel ausgeführt. Diese Zeit entspricht auch der Abtastrate $T_a = 1\text{ s}$ des Systems. Die vier Programmabschnitte kommunizieren untereinander und tauschen Daten aus. Es folgt eine Erklärung der Aufgaben der einzelnen Blöcke und deren Zusammenwirken.

Initialisierung

Bei der Initialisierung werden diverse Programmparameter gesetzt. Hierzu zählen z. B. der Speicherort für die Datenaufzeichnung oder auch die in Kapitel 5 ermittelten Reglerparameter. Im Zuge der Initialisierung werden ebenfalls sogenannte Queues¹ (Datenpuffer)

¹Die verwendeten Queues arbeiten nach dem FIFO-Prinzip (first in, first out). Ein Programmabschnitt legt Daten in eine Queue, die in einem anderen Programmabschnitt zur weiteren Verarbeitung entnommen werden können.

eingrichtet, mit deren Hilfe die parallel ablaufenden Programmabschnitte untereinander Daten austauschen können.

Messen, Steuern, Überwachen

In diesem Programmabschnitt erfolgt die automatisierte Messdatenerfassung, die Ermittlung und Ausgabe der Steuersignale sowie das Überwachen diverser Prozessgrößen. Er weist somit eine hohe Komplexität auf, weshalb auf diesen Programmabschnitt in Abschnitt 4.2.2 noch näher eingegangen wird.

Daten von Bediensoftware empfangen (TCP/IP)

Dieser Programmabschnitt empfängt die Benutzereingaben von der Bediensoftware über TCP/IP und leitet sie an den Block *Messen, Steuern, Überwachen* sowie an den Block *Datenaufzeichnung* weiter.

Daten an Bediensoftware senden (TCP/IP)

Dieser Programmabschnitt empfängt Daten (Messwerte, Stellgrößen der Regler etc.) vom Block *Messen, Steuern, Überwachen* und leitet sie über TCP/IP an die Bediensoftware zur Visualisierung weiter.

Datenaufzeichnung

Die *Datenaufzeichnung* empfängt sowohl Daten vom Block *Daten von Bediensoftware empfangen (TCP/IP)* als auch vom Block *Messen, Steuern, Überwachen* und legt sie in lokalen Dateien auf der SPS zur späteren Datenauswertung ab.

Kontrolliertes Herunterfahren der Software

Möchte ein Benutzer den Anlagenbetrieb und somit die Software aktiv beenden oder tritt ein Laufzeitfehler in der Software auf, wird sie in diesem Abschnitt kontrolliert heruntergefahren. Unter anderem werden die Steuersignale zurückgesetzt, um die Aktuatoren abzuschalten. Ebenso gezielt beendet wird die *Datenaufzeichnung*, um evtl. nicht lesbare Dateien durch einen abpruten Programmabbruch zu verhindern.

4.2.2 Architektur des Programmabschnitts *Messen, Steuern, Überwachen*

In diesem Abschnitt wird nun näher auf die Aufgaben des Programmabschnitts *Messen, Steuern, Überwachen* eingegangen. Grundsätzlich werden im ersten Schritt die bereitstehenden Daten von der Queue des Programmabschnitts *Daten von Bediensoftware empfangen (TCP/IP)* abgeholt und im letzten Schritt Daten in den Queues der Programmabschnitte *Daten an Bediensoftware senden (TCP/IP)* und *Datenaufzeichnung* abgelegt, sodass sie von den anderen Programmabschnitten weiterverarbeitet werden können. Abbildung 4.5 zeigt das Flussdiagramm der Architektur. Die Blöcke für den Datenaustausch

zwischen den einzelnen Programmabschnitten werden in dieser Abbildung vernachlässigt. Es folgt eine Erklärung zu den einzelnen Blöcken.

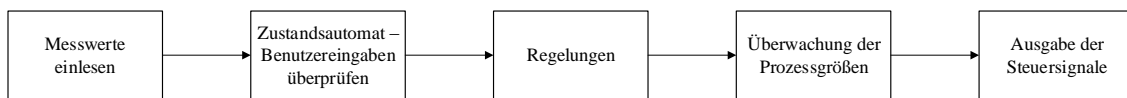


Abbildung 4.5: Flussdiagramm zur Darstellung der Softwarearchitektur des Programmabschnitts *Messen, Steuern, Überwachen*

Messwerte einlesen

In diesem Block werden die Messsignale der Sensoren sowie die digitalen Eingangssignale zur Überwachung der Motoren eingelesen. Über die RS232-Schnittstelle wird das aktuell gemessene Gewicht der Waagen eingelesen. Die elektrischen 4-20 mA Signale der Sensoren werden zudem in die physikalischen Prozessgrößen (°C, pH-Wert, Liter, usw.) umgerechnet.

Zustandsautomat - Benutzereingaben überprüfen

Die in Abschnitt 3.1 beschriebenen Betriebszustände werden in Form eines Zustandsautomaten berücksichtigt. Abbildung 4.6 zeigt eine vereinfachte, schematische Darstellung des in der Software implementierten Zustandsautomaten.

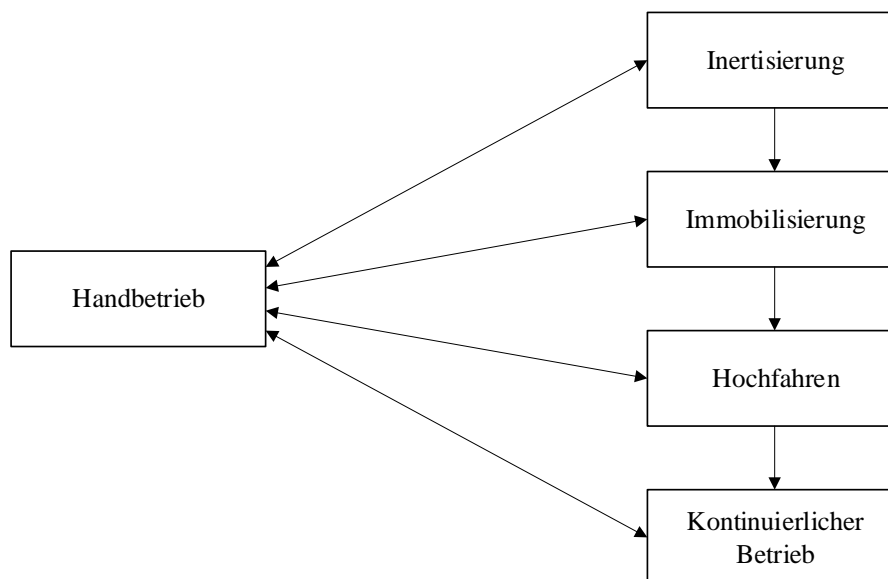


Abbildung 4.6: Schematische Darstellung des Zustandsautomaten

Nach dem Start der Software befindet sich die Software und auch die Anlage im sogenannten Handbetrieb. Dabei können alle Aktuatoren einzeln und händisch angesteuert werden und es ist noch kein geregelter Betrieb möglich. Vom Handbetrieb aus ist es grundsätzlich möglich, direkt in einen vom Benutzer ausgewählten Betriebszustand überzugehen. Der implementierte Zustandsautomat überprüft die Auswahl des Benutzers und sorgt dafür, dass die Betriebszustände Immobilisierung, Hochfahren und kontinuierlicher Betrieb nur

dann aufgerufen werden können, wenn die entsprechenden Voraussetzungen bereits erfüllt wurden.² Ein Wechsel von einem Betriebszustand in den Handbetrieb ist jederzeit möglich und kann durchaus notwendig sein.³

Regelungen

In diesem Programmblock werden die in Kapitel 5 entwickelten Regelungen implementiert.

Überwachung der Prozessgrößen

Die in Abschnitt 3.5.2 beschriebene Überwachung diverser Prozessgrößen wird hier umgesetzt. Überschreitet oder unterschreitet eine Prozessgröße ihren Maximal- oder Minimalwert, werden hier entsprechende Maßnahmen getroffen.

Ausgabe der Steuersignale

Prinzipiell arbeitet die Software nach dem Einlesen der Messwerte durchgehend mit den physikalischen Prozessgrößen (°C, pH-Wert, usw.). In diesem Block werden die vorgegebenen physikalischen Stellgrößen der Aktuatoren (kg/h, NI/h, usw.) auf die elektrischen Steuersignale (4-20 mA und 0-10 V) umgerechnet und schließlich über die Steuermodule ausgegeben.

Mit Hilfe der in Abschnitt 4.1 beschriebenen Mess- und Steuerhardware sowie des gebauten Schaltschranks, wurden die technischen Rahmenbedingungen zur Automatisierung der Anlage geschaffen. Durch die Entwicklung einer modularen und wartbaren Software die auf der SPS zum Einsatz kommt und einer ebenso modularen und intuitiv zu bedienenden Bediensoftware, wurde eine computerbasierte Ansteuerung der Anlage ermöglicht. Nach einer ersten Inbetriebnahme der Anlage vor Ort inkl. Signaltests, Testen der Aktuatoren sowie diverser Softwarefunktionen wurde die Basisautomatisierung erfolgreich abgeschlossen.

²Um den Betriebszustand Immobilisierung aufzurufen, muss die Inertisierung abgeschlossen sein, usw. (siehe Abschnitt 3.1)

³z. B.: wenn die Bakterien absterben und neu immobilisiert werden muss

Kapitel 5

Reglerentwurf

Dieses Kapitel beschäftigt sich mit der regelungstechnischen Umsetzung der Regelungsaufgaben aus Kapitel 3. In den Abschnitten 5.1 bis 5.4 wird auf die verschiedenen Regelungsaufgaben eingegangen.

5.1 Regelung der Prozessparameter des dem Reaktor zugeführten Substrats

Die Regelung der Prozessparameter des dem Reaktor zugeführten Substrats wurde bereits in Abschnitt 3.2.1 grundsätzlich behandelt. Es soll ein gewünschtes Stoffmengenverhältnis sowie ein gewünschter Normvolumenstrom des dem Reaktor zugeführten Substrats geregelt werden. Die Regelung hat die Aufgabe, die über die MFCs zugeführten Normvolumenströme von H_2 und CO_2 so anzupassen, dass die gewünschten Größen am Gaseinlass des Reaktors eingehalten werden. In der Folge wird zunächst ein mathematisches Modell der auftretenden Volumenströme und deren Zusammenwirken im Gaskreislauf aufgestellt (Abschnitt 5.1.1). Im nächsten Schritt wird eine Regelungsstrategie vorgestellt (Abschnitt 5.1.2), die abschließend in Simulationsstudien, basierend auf dem entwickelten Modell, verifiziert wird (Abschnitt 5.1.3).

5.1.1 Modellbildung

Um das Verhalten des Stoffmengenverhältnisses und des Volumenstroms des Substrats am Reaktorboden in Abhängigkeit der im Gaskreislauf auftretenden Volumenströme abbilden zu können, ist es erforderlich, ein mathematisches Modell der Zusammenhänge dieser Volumenströme anzusetzen. Hierfür werden die ein- und austretenden Volumenströme an der Mischkammer betrachtet, wobei aufgrund der näherungsweise konstanten Temperatur und des näherungsweise konstanten Drucks gemäß der Massenerhaltung folgender Zusammenhang zwischen der Summe der eintretenden Volumenströme \dot{V}_{ein} und der Summe der austretenden Volumenströmen \dot{V}_{aus} gilt:

$$\sum \dot{V}_{ein} = \sum \dot{V}_{aus} \quad (5.1)$$

Abbildung 5.1 zeigt eine schematische Darstellung der ein- und austretenden Volumenströme an der Mischkammer.

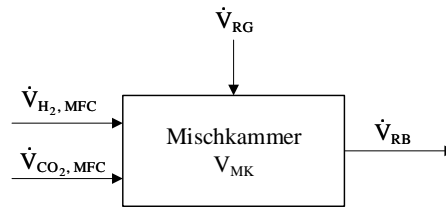


Abbildung 5.1: Ein- und austretende Volumenströme an der Mischkammer

Hierbei sind $\dot{V}_{H_2,MFC}$ und $\dot{V}_{CO_2,MFC}$ die über die Massendurchflussregler eingespeisten Volumenströme von H_2 und CO_2 . \dot{V}_{RG} stellt den Volumenstrom des aus der Rezirkulationsleitung in die Mischkammer strömenden Gasgemisches dar. Beim Volumen V_{MK} handelt es sich um den in der Mischkammer vorhandenen flüssigkeitsfreien Raum (siehe 3.3.2; *Messung des Füllstandes in der Mischkammer*), der für einen dynamischen Zusammenhang der Zusammensetzung des austretenden Gases und der in die Mischkammer strömenden Gase sorgt. Die drei eintretenden Volumenströme vermischen sich in der Mischkammer und bilden schließlich den austretenden und in weiterer Folge den am Reaktorboden in den Reaktor strömenden Volumenstrom \dot{V}_{RB} . Somit gilt gemäß (5.1):

$$\dot{V}_{RB} = \dot{V}_{H_2,MFC} + \dot{V}_{CO_2,MFC} + \dot{V}_{RG} \quad (5.2)$$

Aufgrund der verschiedenen Gasbestandteile im Gaskreislauf ist es zweckmäßig, die einzelnen Volumenströme mathematisch weiter in diese aufzuteilen. Der Volumenstrom des Rezirkulationsgases \dot{V}_{RG} setzt sich demnach folgendermaßen zusammen:

$$\dot{V}_{RG} = \dot{V}_{H_2, RG} + \dot{V}_{CO_2, RG} + \dot{V}_{Rest, RG} \quad (5.3)$$

Hierbei ist $\dot{V}_{H_2, RG}$ der Anteil von H_2 , $\dot{V}_{CO_2, RG}$ der Anteil von CO_2 und $\dot{V}_{Rest, RG}$ der Anteil der restlichen Gasbestandteile an \dot{V}_{RG} . Beim Volumenstrom der restlichen Gasbestandteile $\dot{V}_{Rest, RG}$ handelt es sich um eine geringe Menge Luft, bestehend aus annähernd 21 % Sauerstoff und 79 % Stickstoff (die restlichen Bestandteile von Luft werden vernachlässigt). Der Volumenstrom \dot{V}_{RB} in Richtung des Reaktorbodens setzt sich wie folgt zusammen:

$$\dot{V}_{RB} = \dot{V}_{H_2, RB} + \dot{V}_{CO_2, RB} + \dot{V}_{Rest, RB} \quad (5.4)$$

Hierbei ist $\dot{V}_{H_2, RB}$ der Anteil von H_2 , $\dot{V}_{CO_2, RB}$ der Anteil von CO_2 und $\dot{V}_{Rest, RB}$ der Anteil der restlichen Gasbestandteile an \dot{V}_{RB} . Die Gasbestandteile nehmen in der Mischkammer, abhängig von den ein- und austretenden Volumenströmen, ein gewisses Volumen ein, wobei V_{MK} natürlich nicht überschritten werden kann. Mathematisch wird dies durch folgende Gleichung ausgedrückt:

$$V_{MK} = V_{H_2, MK} + V_{CO_2, MK} + V_{Rest, MK} \quad (5.5)$$

Hierbei sind $V_{H_2, MK}$, $V_{CO_2, MK}$ und $V_{Rest, MK}$ die Volumina, die von den jeweiligen Gasen eingenommen werden. Der gesamte in die Mischkammer eintretende Volumenstrom besteht aus dem Volumenstrom \dot{V}_{RG} und den Volumenströmen $\dot{V}_{H_2, MFC}$ und $\dot{V}_{CO_2, MFC}$ und berechnet sich demnach wie folgt:

$$\dot{V}_{ein, ges} = \dot{V}_{H_2, RG} + \dot{V}_{CO_2, RG} + \dot{V}_{Rest, RG} + \dot{V}_{H_2, MFC} + \dot{V}_{CO_2, MFC} \quad (5.6)$$

Durch die ein- und austretenden Volumenströme kommt es in Abhängigkeit der unterschiedlichen Gasbestandteile zu einer zeitlichen Änderung der Volumina der einzelnen Komponenten in der Mischkammer. Es besteht daher kein statischer Zusammenhang zwischen den Zusammensetzungen der ein- und austretenden Volumenströme, weshalb es erforderlich ist, die zeitliche Änderung der Volumina zu beschreiben. Die zeitliche Änderung des Volumens $V_{H_2, MK}$ wird mathematisch wie folgt abgebildet:

$$\frac{dV_{H_2, MK}}{dt} = \dot{V}_{H_2, MFC} + \dot{V}_{H_2, RG} - \dot{V}_{H_2, RB} \quad (5.7)$$

Für den aus der Mischkammer austretenden Volumenstrom $\dot{V}_{H_2, RB}$ ergibt sich demnach unter Berücksichtigung von (5.5) und (5.6):

$$\dot{V}_{H_2, RB} = \dot{V}_{RB} \cdot \frac{V_{H_2, MK}}{V_{MK}} = \dot{V}_{ein, ges} \cdot \frac{V_{H_2, MK}}{V_{MK}} = \dot{V}_{ein, ges} \cdot x_{H_2, RB} \quad (5.8)$$

Hierbei ist $x_{H_2, RB}$ der Stoffmengenanteil von H_2 am Volumenstrom am Reaktorboden, der dem Stoffmengenanteil von H_2 in der Mischkammer $x_{H_2, MK}$ entspricht: $x_{H_2, RB} = x_{H_2, MK}$. Die zeitliche Änderung des Volumens $V_{H_2, MK}$ kann daher mit allen dafür relevanten Größen folgendermaßen beschrieben werden:

$$\begin{aligned} \frac{dV_{H_2, MK}}{dt} = & -\frac{1}{V_{MK}} \cdot (\dot{V}_{H_2, RG} + \dot{V}_{CO_2, RG} + \dot{V}_{Rest, RG} + \dot{V}_{H_2, MFC} + \\ & \dot{V}_{CO_2, MFC}) \cdot V_{H_2, MK} + \dot{V}_{H_2, MFC} + \dot{V}_{H_2, RG} \end{aligned} \quad (5.9)$$

Die zeitliche Änderung der Volumina von CO_2 und der restlichen Bestandteile in der Mischkammer berechnet sich analog zu (5.9) und wird durch folgende Gleichungen beschrieben:

$$\begin{aligned} \frac{dV_{CO_2, MK}}{dt} = & -\frac{1}{V_{MK}} \cdot (\dot{V}_{H_2, RG} + \dot{V}_{CO_2, RG} + \dot{V}_{Rest, RG} + \dot{V}_{H_2, MFC} + \\ & \dot{V}_{CO_2, MFC}) \cdot V_{CO_2, MK} + \dot{V}_{CO_2, MFC} + \dot{V}_{CO_2, RG} \end{aligned} \quad (5.10)$$

$$\begin{aligned} \frac{dV_{Rest, MK}}{dt} = & -\frac{1}{V_{MK}} \cdot (\dot{V}_{H_2, RG} + \dot{V}_{CO_2, RG} + \dot{V}_{Rest, RG} + \dot{V}_{H_2, MFC} + \\ & \dot{V}_{CO_2, MFC}) \cdot V_{Rest, MK} + \dot{V}_{Rest, RG} \end{aligned} \quad (5.11)$$

Mit dem in diesem Abschnitt entwickelten Modell ist es nun möglich, die nachfolgend in

Abschnitt 5.1.2 erarbeitete Regelungsstrategie in Abschnitt 5.1.3 in Simulationsstudien zu verifizieren.

5.1.2 Regelungsstrategie

In diesem Abschnitt wird auf die einzelnen Schritte eingegangen, die schlussendlich zur fertigen Regelungsstrategie für die Regelung der Prozessparameter des dem Reaktor zugeführten Substrats führen. Am Ende dieses Abschnitts wird das Schema zur Regelungsstrategie in Abbildung 5.3 zusammenfassend dargestellt. Da alle Messwerte der im Laufe dieses Abschnitts betrachteten Durchflussgrößen als Normvolumenströme vorliegen, werden in der Regelungsstrategie Normvolumenströme verwendet und es wird auf die Umrechnung in Volumenströme verzichtet. Von der Regelung werden grundsätzlich ein gewünschter gesamter Normvolumenstrom des Substrats am Reaktorboden $\dot{V}_{n, ges, RB, soll}$ sowie ein gewünschtes Stoffmengenverhältnis am Reaktorboden $\frac{x_{H_2, RB, soll}}{x_{CO_2, RB, soll}}$ gefordert. Um beide Forderungen zu erfüllen, erweist es sich als sinnvoll, die jeweiligen Teilnormvolumenströme von H_2 und CO_2 am Reaktorboden als Regelgröße heranzuziehen, da diese unabhängig voneinander durch die eingesetzten MFCs beeinflusst werden können. Daher werden zunächst die beiden Forderungen in die Führungsgrößen $\dot{V}_{n, H_2, RB, soll}$ und $\dot{V}_{n, CO_2, RB, soll}$ umgerechnet. Mit Hilfe einer statischen modellbasierten Vorsteuerung werden, unter Verwendung der Messgrößen in der Rezirkulationsleitung und unterstützend durch zwei PI-Regler, die jeweiligen Stellgrößen für die MFCs ermittelt. In weiterer Folge wird auf die Ermittlung der Führungsgrößen, die statische modellbasierte Vorsteuerung und die verwendeten PI-Regler im Detail eingegangen.

Umrechnen des gewünschten gesamten Normvolumenstroms und des gewünschten Stoffmengenverhältnisses am Reaktorboden auf die Führungsgrößen

Im ersten Schritt werden die Führungsgrößen aus den gewünschten Vorgaben am Reaktorboden berechnet. Der gewünschte gesamte Normvolumenstrom besteht aus einem Teilnormvolumenstrom H_2 ($\dot{V}_{n, H_2, RB, soll}$) und einem Teilnormvolumenstrom CO_2 ($\dot{V}_{n, CO_2, RB, soll}$):

$$\dot{V}_{n, ges, RB, soll} = \dot{V}_{n, H_2, RB, soll} + \dot{V}_{n, CO_2, RB, soll} \quad (5.12)$$

Für die Führungsgrößen gilt aufgrund des vorgegebenen Stoffmengenverhältnisses:

$$\frac{\dot{V}_{n, H_2, RB, soll}}{\dot{V}_{n, CO_2, RB, soll}} = \frac{x_{H_2, RB, soll}}{x_{CO_2, RB, soll}} \quad (5.13)$$

Die Teilnormvolumenströme werden unter Verwendung von (5.12) und (5.13) folgendermaßen berechnet:

$$\dot{V}_{n, CO_2, RB, soll} = \frac{\dot{V}_{n, ges, RB, soll}}{\frac{x_{H_2, RB, soll}}{x_{CO_2, RB, soll}} + 1} \quad (5.14)$$

$$\dot{V}_{n, H_2, RB, soll} = \frac{x_{H_2, RB, soll}}{x_{CO_2, RB, soll}} \cdot \dot{V}_{n, CO_2, RB, soll} \quad (5.15)$$

Vorsteuerung unter Verwendung der Messgrößen der Gasrezirkulation

Das aus der Rezirkulationsleitung in die Mischkammer strömende Gasgemisch wird als bekannte Störgröße betrachtet, die in einer Vorsteuerung zur Ermittlung der notwendigen Stellgrößen der beiden MFCs verwendet werden kann. Wie bereits erwähnt, besteht das Gasgemisch in der Anlage zum Großteil aus dem Substrat, also H_2 und CO_2 . Es verbleibt jedoch auch ein geringer Teil Luft im System, welcher aus etwa 21% Sauerstoff und 79% Stickstoff besteht. Die Stoffmengenanteile von H_2 , CO_2 und O_2 in der Rezirkulationsleitung werden messtechnisch erfasst und als $x_{O_2, RG, gem}$, $x_{CO_2, RG, gem}$ und $x_{H_2, RG, gem}$ bezeichnet. Als letzter relevanter Stoffmengenanteil bleibt somit nur noch der Anteil von Stickstoff $x_{N_2, ber}$ übrig, der durch folgende Berechnung ermittelt wird:

$$x_{N_2, ber} = 1 - x_{O_2, RG, gem} - x_{CO_2, RG, gem} - x_{H_2, RG, gem} \quad (5.16)$$

In Abschnitt 3.3.1 wurde bereits ausführlich auf die korrekte Ermittlung der einzelnen Teilnormvolumenströme in der Rezirkulationsleitung mit Hilfe eines auf N_2 kalibrierten Massendurchflussmessers eingegangen. Der Vollständigkeit halber wird an dieser Stelle gemäß (3.10) und (3.11) sowie (3.13) und (3.14) die Berechnung des korrekten Normvolumenstroms in der Rezirkulationsleitung $\dot{V}_{n, RG}$ sowie der Teilnormvolumenströme $\dot{V}_{n, H_2, RG}$ und $\dot{V}_{n, CO_2, RG}$ dennoch explizit angegeben:

$$k_{Korrektur} = \frac{1}{\frac{x_{O_2, RG, gem}}{k_{O_2}} + \frac{x_{CO_2, RG, gem}}{k_{CO_2}} + \frac{x_{H_2, RG, gem}}{k_{H_2}} + \frac{x_{N_2, RG, ber}}{k_{N_2}}} \quad (5.17)$$

$$\dot{V}_{n, RG} = \dot{V}_{n, RG, gem} \cdot \frac{k_{Korrektur}}{k_{N_2}} \quad (5.18)$$

$$\dot{V}_{n, H_2, RG} = x_{H_2, RG, gem} \cdot \dot{V}_{n, RG} \quad (5.19)$$

$$\dot{V}_{n, CO_2, RG} = x_{CO_2, RG, gem} \cdot \dot{V}_{n, RG} \quad (5.20)$$

In Abhängigkeit von $\dot{V}_{n, H_2, RB, soll}$ und $\dot{V}_{n, CO_2, RB, soll}$ können, mit dem Wissen über die Anteile $\dot{V}_{n, H_2, RG}$ und $\dot{V}_{n, CO_2, RG}$ des von der Rezirkulationsleitung in die Mischkammer strömenden Gases, die im stationären Zustand benötigten und in weiterer Folge zur Vorsteuerung verwendeten, aus den Gasflaschen nachzuführenden Normvolumenströme an H_2 ($u_{H_2, VS}$) und CO_2 ($u_{CO_2, VS}$), berechnet werden:

$$u_{H_2, VS} = \dot{V}_{n, H_2, RB, soll} - \dot{V}_{n, H_2, RG} \quad (5.21)$$

$$u_{CO_2, VS} = \dot{V}_{n, CO_2, RB, soll} - \dot{V}_{n, CO_2, RG} \quad (5.22)$$

PI-Regler zur Unterstützung der Vorsteuerung

Nicht durch die Vorsteuerung berücksichtigte Störgrößen werden durch die zusätzliche Verwendung zweier PI-Regler ausgeglichen. Die jeweils durch Vorsteuerung und Regler resultierenden Stellgrößen, d.h. Führungsgrößen der beiden MFCs $\dot{V}_{n, H_2, MFC}$ und $\dot{V}_{n, CO_2, MFC}$, ergeben sich demnach zu:

$$\dot{V}_{n, H_2, MFC} = u_{H_2, VS} + u_{H_2, Regler} \quad (5.23)$$

$$\dot{V}_{n, CO_2, MFC} = u_{CO_2, VS} + u_{CO_2, Regler} \quad (5.24)$$

Die Ermittlung der Reglerparameter erfolgt durch Simulationsstudien und wird in Abschnitt 5.1.3 behandelt. Um den physikalischen Stellbereich ($\dot{V}_{n, H_2, MFC, min}$ bis $\dot{V}_{n, H_2, MFC, max}$; gilt analog für den CO₂-MFC) der MFCs auch unter Mitwirken der Vorsteuerung einhalten zu können, werden die Reglerausgangsgrößen einer von der Vorsteuerung abhängenden Beschränkung unterzogen. Für *Regler H₂* gilt:

$$\begin{aligned} sat(u_{H_2, Regler}) &= \\ &= \begin{cases} \dot{V}_{n, H_2, MFC, max} - u_{H_2, VS}, & u_{H_2, Regler} > \dot{V}_{n, H_2, MFC, max} - u_{H_2, VS} \\ \dot{V}_{n, H_2, MFC, min} - u_{H_2, VS}, & u_{H_2, Regler} < \dot{V}_{n, H_2, MFC, min} - u_{H_2, VS} \\ u_{H_2, Regler}, & sonst. \end{cases} \quad (5.25) \end{aligned}$$

Dieser Zusammenhang gilt analog für *Regler CO₂*:

$$\begin{aligned} sat(u_{CO_2, Regler}) &= \\ &= \begin{cases} \dot{V}_{n, CO_2, MFC, max} - u_{CO_2, VS}, & u_{CO_2, Regler} > \dot{V}_{n, CO_2, MFC, max} - u_{CO_2, VS} \\ \dot{V}_{n, CO_2, MFC, min} - u_{CO_2, VS}, & u_{CO_2, Regler} < \dot{V}_{n, CO_2, MFC, min} - u_{CO_2, VS} \\ u_{CO_2, Regler}, & sonst. \end{cases} \quad (5.26) \end{aligned}$$

Beim Ansprechen der Stellgrößenbeschränkung kommt eine Antiwindup-Maßnahme zum Einsatz, die nachfolgend erklärt wird.

Antiwindup-Maßnahme

Um einen möglichen Windup-Effekt des Integralanteils u_i an der Reglerausgangsgröße u_{Regler} im Falle des Ansprechens der Stellgrößenbeschränkung zu vermeiden, wird eine Antiwindup-Maßnahme eingesetzt. Bei dem gewählten Ansatz wird dem Windup-Effekt durch Abziehen des Produktes aus $u_{Regler} - u^*_{Regler}$ und einer positiven Konstante k_{AW} am Integratoreingang entgegengewirkt. Hierbei gilt für u^*_{Regler} :

$$u^*_{Regler} = sat(u_{Regler}) \quad (5.27)$$

Der Integralanteil u_i ergibt sich bei dieser Maßnahme demnach unter Berücksichtigung der Regelabweichung e und dem Reglerparameter des I-Anteils k_I zu:

$$u_i = \int k_I \cdot e - k_{AW} \cdot (u_{Regler} - u^*_{Regler}) \quad (5.28)$$

Die Wahl von k_{AW} folgt hierbei durch den Berechnungsvorschlag nach Hanus folgendermaßen:

$$k_{AW} = \frac{k_I}{k_P} \quad (5.29)$$

Herbei handelt es sich bei k_P um den Reglerparameter des P-Anteils. Abbildung 5.2 zeigt die schematische Darstellung der verwendeten Antiwindup-Maßnahme.

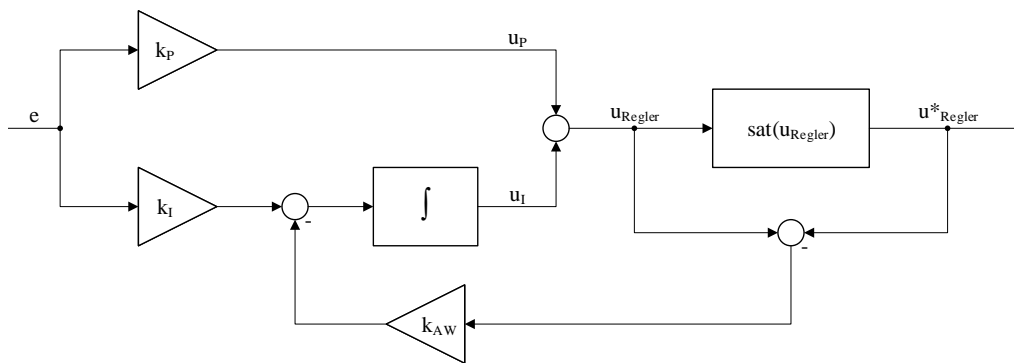


Abbildung 5.2: Schematische Darstellung der Antiwindup-Maßnahme

Umrechnen der Messwerte auf die Regelgrößen

Aufgrund des Verzichts auf einen Massendurchflussmesser am Reaktorboden werden die Regelgrößen rechnerisch unter Miteinbeziehung der Messwerte der Stoffmengenanteile von H_2 und CO_2 am Reaktorboden ermittelt. Hierzu wird zunächst der gesamte Normvolumenstrom am Reaktorboden $\dot{V}_{n, ges, RB, ist}$ rechnerisch aus den gemessenen Normvolumenströmen durch die MFCs $\dot{V}_{n, H_2, MFC, gem}$ und $\dot{V}_{n, CO_2, MFC, gem}$ sowie dem Normvolumenstrom in der Gasrezirkulation $\dot{V}_{n, RG}$ folgendermaßen bestimmt:

$$\dot{V}_{n, ges, RB, ist} = \dot{V}_{n, H_2, MFC, gem} + \dot{V}_{n, CO_2, MFC, gem} + \dot{V}_{n, RG} \quad (5.30)$$

Die Regelgrößen werden mit Hilfe der gemessenen Stoffmengenanteile $x_{H_2, RB, gem}$ und $x_{CO_2, RB, gem}$ folgendermaßen berechnet:

$$\dot{V}_{n, H_2, RB, ist} = x_{H_2, RB, gem} \cdot \dot{V}_{n, ges, RB, ist} \quad (5.31)$$

$$\dot{V}_{n, CO_2, RB, ist} = x_{CO_2, RB, gem} \cdot \dot{V}_{n, ges, RB, ist} \quad (5.32)$$

Zusammenfassend wird die entwickelte Regelungsstrategie in Abbildung 5.3 schematisch

dargestellt, wobei der Einfachheit halber jedoch auf die Darstellung der Antiwindup-Maßnahme verzichtet wurde.

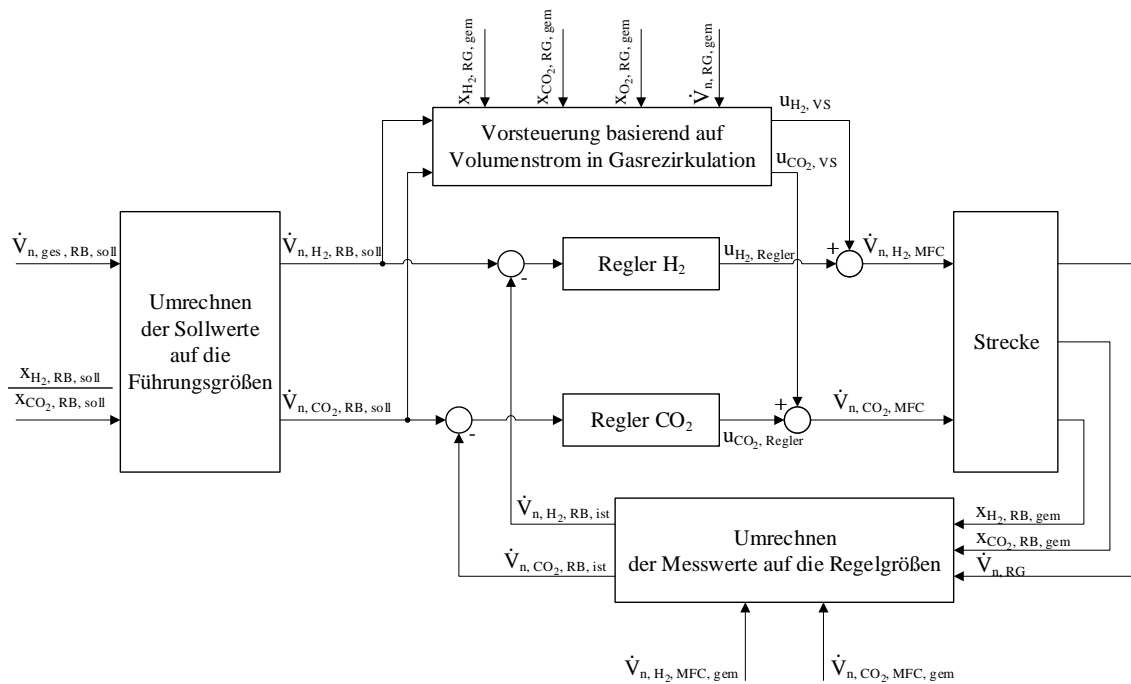


Abbildung 5.3: Regelungsstrategie zur Regelung der Parameter des zugeführten Substrats

Die Regelungsstrategie wird unter Einbeziehung des Modells der Mischkammer aus Abschnitt 5.1.1 im nun folgenden Abschnitt mit Hilfe von Simulationsstudien verifiziert.

5.1.3 Verifikation der Regelung in Simulationsstudien

Basierend auf dem in Abschnitt 5.1.1 hergeleiteten Modell der Mischkammer wurde die Regelungsstrategie aus Abschnitt 5.1.2 in Simulationsstudien verifiziert. Zunächst wurden die Reglerparameter mit Hilfe mehrerer Simulationsstudien ermittelt. In diesen Simulationsstudien wurde das Verhalten der entwickelten Regelungsstrategie in Abhängigkeit verschiedener Forderungen von $\dot{V}_{n,ges, RB, soll}$ sowie einer unterschiedlichen Gaszusammensetzung in der Rezirkulationsleitung untersucht. Ebenfalls variiert wurde das Volumen des flüssigkeitsfreien Raums in der Mischkammer V_{MK} . Eine Variation der Forderung an $\frac{x_{H_2, RB, soll}}{x_{CO_2, RB, soll}}$ ist nicht zweckmäßig, da die Reaktionsgleichung zur Homoacetogenese (siehe (2.1)) ein Stoffmengenverhältnis von $\frac{x_{H_2, RB, soll}}{x_{CO_2, RB, soll}} = \frac{2}{1}$ vorsieht. Sprunghafte Änderungen der Gaszusammensetzung in der Rezirkulationsleitung sind nicht zielführend, da angenommen wird, dass eine Änderung dieser nur sehr langsam erfolgen würde. Tabelle 5.1 zeigt die ermittelten Reglerparameter zur Regelung der Normvolumenströme von H_2 und CO_2 am Reaktorboden.

Parameter	k_P	k_I
Einheit	$\frac{NI/h}{NI/h}$	$\frac{NI/h}{s \cdot NI/h}$
Regler H_2	5	0,5
Regler CO_2	5	0,5

Tabelle 5.1: Reglerparameter für die Regelung der Prozessparameter des Substrats

Stellvertretend für die zur Reglerverifikation durchgeführten Simulationsstudien werden in der Folge die Ergebnisse einer beispielhaften Simulationsstudie gezeigt. Hierbei wurde zunächst zum Zeitpunkt $t = 5 \text{ min}$ ein Sollwertsprung von $\dot{V}_{n,ges, RB, soll} = 0 \text{ NI/h}$ auf $\dot{V}_{n,ges, RB, soll} = 1000 \text{ NI/h}$ und in weiterer Folge bei $t = 30 \text{ min}$ auf $\dot{V}_{n,ges, RB, soll} = 2000 \text{ NI/h}$ durchgeführt. Das geforderte Stoffmengenverhältnis betrug $\frac{x_{H_2, RB, soll}}{x_{CO_2, RB, soll}} = \frac{2}{1}$. Tabelle 5.2 zeigt eine Übersicht der gewählten Forderungen und der in der Rezirkulationsleitung gewählten Teilnormvolumenströme der Gasbestandteile für die beispielhafte Simulationsstudie.

Verwendete Größen	$\dot{V}_{n,ges, RB, soll}$	$\frac{x_{H_2, RB, soll}}{x_{CO_2, RB, soll}}$	$\dot{V}_{n, H_2, RG}$	$\dot{V}_{n, CO_2, RG}$	$\dot{V}_{n, Rest, RG}$
Einheit	NI/h	-	NI/h	NI/h	NI/h
-	1000-2000	$\frac{2}{1}$	100	100	20

Tabelle 5.2: Verwendete Größen für gezeigte beispielhafte Simulationsstudie der Regelung der Prozessparameter des dem Reaktor zugeführten Substrats

Ist die Mischkammer bis zu ihrem Maximum mit Wasser befüllt, verbleibt ein flüssigkeitsfreier Raum von ca. 5 Litern. Ist der Füllstand auf ein Minimum abgesunken, hat der flüssigkeitsfreie Raum ein Volumen von etwa 60 Litern. Daher wurde für die Simulation ein in etwa mittlerer Füllstand gewählt, was für den flüssigkeitsfreien Raum $V_{MK} = 30 \text{ l}$ bedeutet. Tabelle 5.3 zeigt die gewählten Anfangswerte der Volumina der unterschiedlichen

Gase in der Mischkammer.

Parameter	V_{MK}	$V_{0,H_2,MK}$	$V_{0,CO_2,MK}$	$V_{0,Rest,MK}$
Einheit	l	l	l	l
-	30	13,5	13,5	3

Tabelle 5.3: Anfangswerte der Volumina der unterschiedlichen Gase in der Mischkammer

In Abbildung 5.4 ist im oberen Bild der Verlauf der Sollwertvorgabe für $\dot{V}_{n,ges, RB, soll}$ und im unteren Bild der Verlauf der Volumina der einzelnen Gase in der Mischkammer zu sehen.

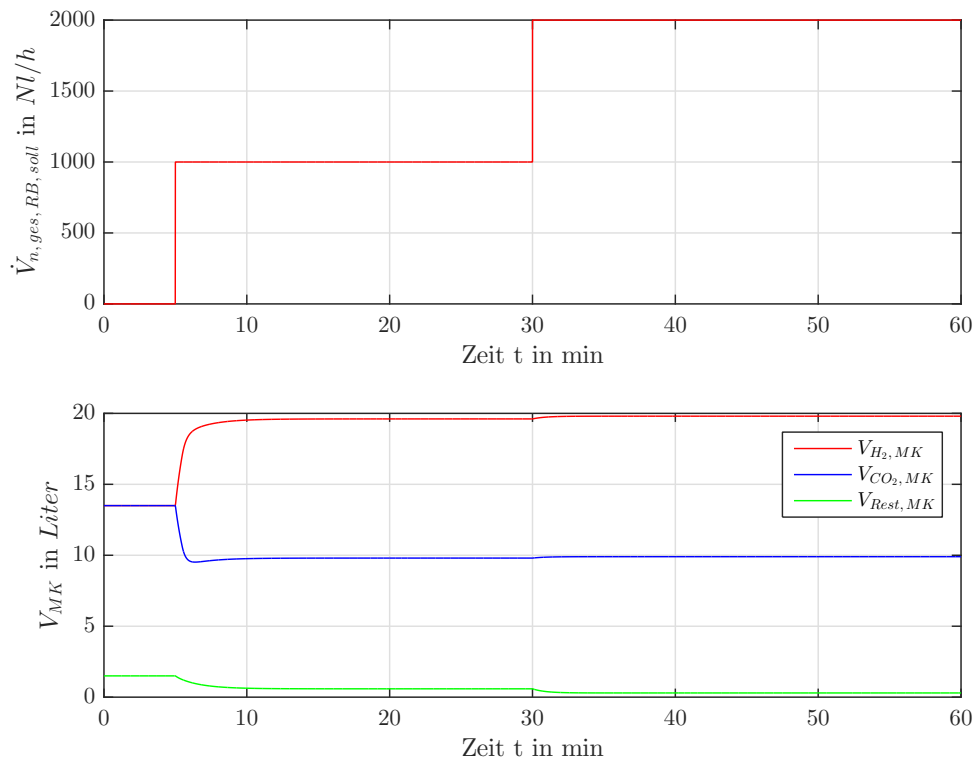


Abbildung 5.4: Sollwertvorgabe für $\dot{V}_{n,ges, RB, soll}$ und Verlauf der Volumina in der Mischkammer

Bei Minute 5 erfolgt ein Sollwertsprung auf $\dot{V}_{n,ges, RB, soll} = 1000 \text{ Nl/h}$. Bei Minute 30 erfolgt ein weitere Sprung auf $\dot{V}_{n,ges, RB, soll} = 2000 \text{ Nl/h}$. Die Sollwertvorgabe für das Stoffmengenverhältnis bleibt während der gesamten Simulation mit $\frac{x_{H_2, RB, soll}}{x_{CO_2, RB, soll}} = \frac{2}{1}$ konstant. Für das Stoffmengenverhältnis ist dies aufgrund der Reaktionsgleichung der Homoacetogenese (siehe (2.1)) die naheliegendste Wahl. In Folge der Sollwertvorgaben stellen sich entsprechend der Normvolumenströme aus der Rezirkulationsleitung $\dot{V}_{n, H_2, RG}$, $\dot{V}_{n, CO_2, RG}$ und $\dot{V}_{n, Rest, RG}$ die Normvolumenströme der MFCs ein (siehe Abbildungen 5.5 und 5.6), die durch Vorsteuerung und Regelung ermittelt werden. Dies hat eine Verschiebung der Volumina in der Mischkammer zur Folge. Abbildung 5.5 zeigt den Soll- und Istwertverlauf von $\dot{V}_{n, H_2, RB}$ sowie die Stellgröße $\dot{V}_{n, H_2, MFC}$.

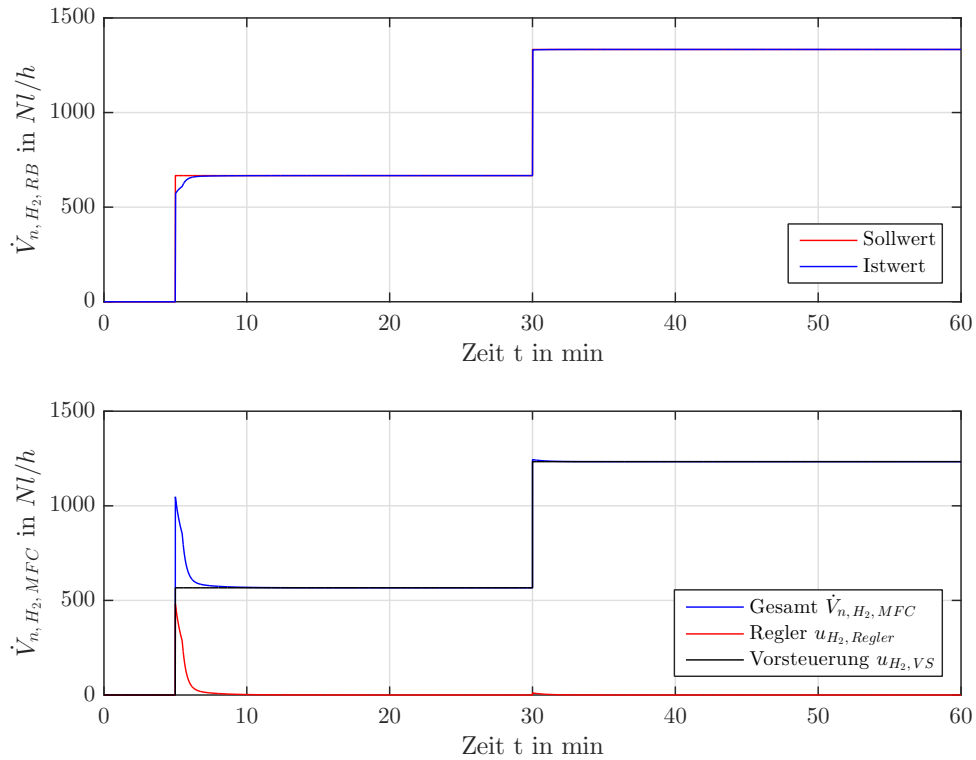


Abbildung 5.5: Verlauf von $\dot{V}_{n,H_2, RB}$ und der Stellgröße $\dot{V}_{n,H_2, MFC}$

Unmittelbar nach dem Sollwertsprung nähert sich der Istwert dem gewünschten Teilnormvolumenstrom von H_2 an. Die Stellgröße setzt sich zunächst aus dem Anteil des Reglers $u_{H_2, MFC}$ und dem Anteil der Vorsteuerung $u_{H_2, VS}$ zusammen. Im eingeschwungenen Zustand besteht zwischen den ein- und austretenden Normvolumenströmen ein quasistationärer Zusammenhang, wodurch die Stellgröße vollständig durch die Vorsteuerung, ohne zutun des Reglers, gebildet werden kann.

Die Verdopplung des Sollwertes bei Minute 30 hat keine nennenswerten Auswirkungen auf das Regelungsverhalten. Dies liegt in erster Linie am verhältnismäßig geringen flüssigkeitsleeren Raum mit dem Volumen $V_{MK} = 30\text{ l}$, der offensichtlich für eine eher geringe Speicherwirkung und einen somit nahezu vernachlässigbaren dynamischen Zusammenhang zwischen den ein- und austretenden Volumenströmen sorgt. Dadurch führt bereits die Stellgröße aus der statischen modellbasierten Vorsteuerung zum Erreichen des angestrebten Sollwertes.

Diese Zusammenhänge lassen sich prinzipiell auch auf die Ergebnisse zur Regelung des Teilnormvolumenstroms vom CO_2 am Reaktorboden $\dot{V}_{n, CO_2, RB}$ umlegen (siehe Abbildung 5.6). Im Gegensatz zu den Ergebnissen, betreffend Abbildung 5.5, befindet sich beim ersten Sollwertsprung bei Minute 5 jedoch ein Überschuss an CO_2 in der Mischkammer. Der Regler *Regler CO_2* erfüllt hier seine Aufgabe und kompensiert zu Beginn den Anteil der Vorsteuerung an der Stellgröße. Dies ermöglicht ein schnelles Erreichen des Sollwertes.

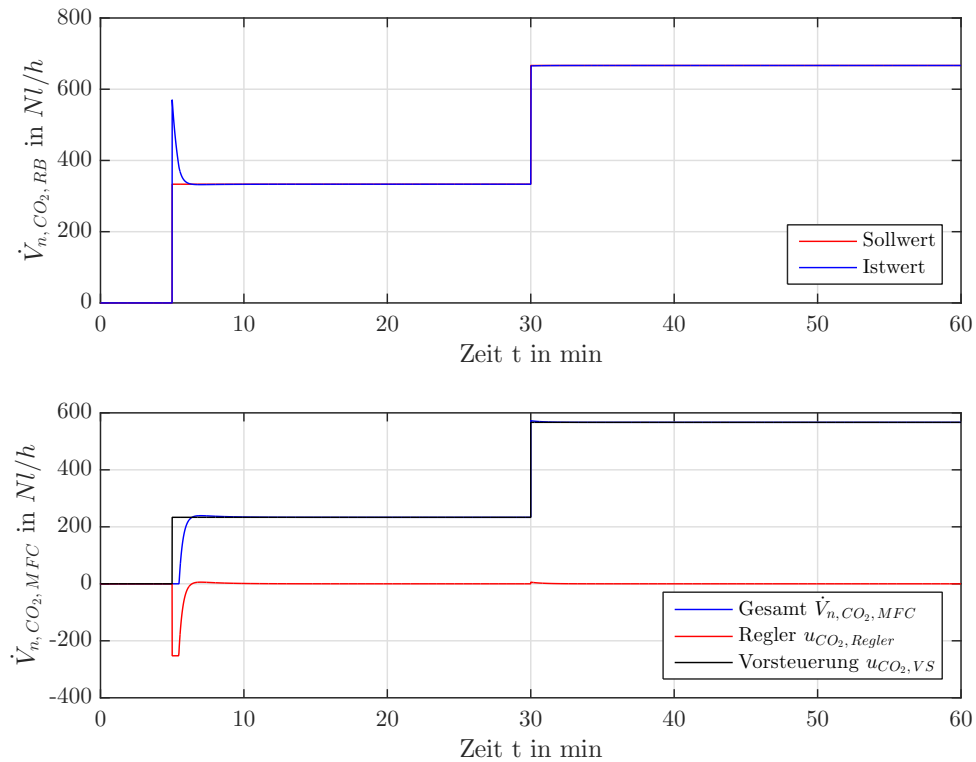


Abbildung 5.6: Verlauf von $\dot{V}_{n,CO_2,RB}$ und der Stellgröße $\dot{V}_{n,CO_2,MFC}$

Weitere Simulationsstudien mit z. B. variablen Normvolumenströmen in der Gasrezirkulationsleitung ($\dot{V}_{n,H_2,RG}$, $\dot{V}_{n,CO_2,RG}$ und $\dot{V}_{n,Rest,RG}$) und unterschiedlichen Werten für V_{MK} lieferten ebenso zufriedenstellende Ergebnisse und werden an dieser Stelle daher nicht zusätzlich behandelt.

Die Simulationsstudien zeigen, dass die in der Vorsteuerung getätigte vereinfachende Annahme eines statischen Zusammenhangs zwischen den ein- und austretenden Normvolumenströmen aufgrund der geringen Dynamik des flüssigkeitsfreien Raums in der Mischkammer sinnvoll ist. Aufgrund der Simulationsergebnisse wird empfohlen, die entwickelte Regelungsstrategie an der Anlage einzusetzen und experimentell zu verifizieren.

5.2 Regelung des Druckes im Gaskreislauf

Auf die Regelung des Druckes im Gaskreislauf wurde grundsätzlich bereits in Abschnitt 3.2.1 eingegangen. Eine detaillierte Ausarbeitung zur Umsetzung dieser Regelungsaufgabe wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht durchgeführt. Es wird lediglich empfohlen, unter Verwendung eines einschleifigen Standardregelkreises mit PI-Regler, das Verhalten des geschlossenen Regelkreises bei unterschiedlichen Normvolumenströmen in der Rezirkulationsleitung experimentell zu verifizieren und daraus geeignete Reglerparameter abzuleiten.

5.3 Regelung des pH-Wertes und des Füllstandes im Medientank

In Abschnitt 3.2.2 wurden die Regelungsaufgaben die sich aus der Forderung eines konstanten pH-Wertes und eines konstanten Füllstandes ableiten, bereits grundsätzlich behandelt. Dabei wurden sie jedoch vorerst noch getrennt behandelt. Da die dem Medientank zu- und abgeführten Massenströme sowohl den pH-Wert als auch den Füllstand beeinflussen, ist es zweckmäßig, diese beiden Regelungsaufgaben gemeinsam zu betrachten. Die nächsten Abschnitte befassen sich mit der Modellbildung des Medientanks unter Berücksichtigung der ein- und austretenden Massenströme (Abschnitt 5.3.1) und der Entwicklung einer geeigneten Regelungsstrategie zur Regelung des pH-Wertes und des Füllstandes im Medientank (Abschnitt 5.3.2). Mit Hilfe von Simulationsstudien, werden anschließend für die in der Regelungsstrategie eingesetzten PI-Regler die Reglerparameter ermittelt (Abschnitt 5.3.3). Abschließend werden die Ergebnisse aus der experimentellen Verifikation der entwickelten Regelungsstrategie dargestellt und diskutiert (Abschnitt 5.3.4).

5.3.1 Modellbildung

Abbildung 5.7 zeigt die ein- und austretenden Massenströme des Medientanks. Basierend darauf, wird ein mathematisches Modell zur Beschreibung der Änderung der Massen an Wasser und Essigsäure im Medientank aufgrund der unterschiedlichen Massenströme hergeleitet.

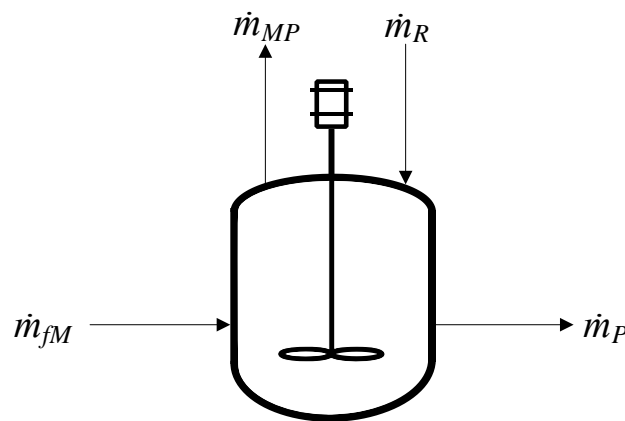


Abbildung 5.7: Ein- und austretende Massenströme des Medientanks

Bei \dot{m}_{fM} handelt es sich um den Massenstrom des durch die Zufuhrpumpe in den Medientank eingebrachten frischen Mediums. Der Massenstrom \dot{m}_{MP} sorgt für die Zirkulation des Mediums im Flüssigkeitskreislauf durch die Medienpumpe. Das durch die Produktpumpe entnommene Produkt wird durch den Massenstrom \dot{m}_P dargestellt. Bei \dot{m}_R handelt es sich um den Massenstrom, der aus dem Reaktor in den Medientank strömt. Dieser besteht aus dem Rückfluss von \dot{m}_{MP} , welcher zunächst den Reaktor durchrieseln muss sowie dem Wasser und der Essigsäure aus der Umsetzung des Substrats durch die Bakterien. Die

zeitliche Änderung der gesamten Masse des Mediums im Medientank $m_{T, ges}$ aufgrund der ein- und austretenden Massenströme lässt sich wie folgt beschreiben:

$$\frac{dm_{T, ges}}{dt} = \dot{m}_{fM} + \dot{m}_R - \dot{m}_{MP} - \dot{m}_P \quad (5.33)$$

Das Medium im Medientank besteht aus Wasser und Essigsäure. Daher gilt für die gesamte Masse $m_{T, ges}$ im Medientank:

$$m_{T, ges} = m_{T, H_2O} + m_{T, ES} \quad (5.34)$$

Hierbei ist m_{T, H_2O} die Masse des Wassers und $m_{T, ES}$ die Masse der Essigsäure im Medientank. Die ein- und austretenden Massenströme verändern die jeweiligen Massen im Medientank, was mathematisch durch folgende Gleichungen beschrieben werden kann:

$$\frac{dm_{T, H_2O}}{dt} = \dot{m}_{fM} + \dot{m}_{R, H_2O} - \dot{m}_{MP, H_2O} - \dot{m}_{P, H_2O} \quad (5.35)$$

$$\frac{dm_{T, ES}}{dt} = \dot{m}_{R, ES} - \dot{m}_{MP, ES} - \dot{m}_{P, ES} \quad (5.36)$$

Hierbei ist \dot{m}_{R, H_2O} der Anteil des Wassers des aus dem Reaktor in den Medientank strömenden Massenstroms, \dot{m}_{MP, H_2O} der Anteil des Wassers des durch die Medienpumpe in den Reaktor geförderten Massenstroms und \dot{m}_{P, H_2O} der Anteil des Wassers des durch die Produktpumpe aus dem Medientank entnommenen Massenstroms. Dies gilt analog für (5.36), wobei Wasser durch Essigsäure zu ersetzen ist.

Um die technischen Eingriffsmöglichkeiten mittels der Zufuhr-, Produkt- und Medienpumpe in (5.35) und (5.36) korrekt darzustellen, ist es notwendig, die jeweiligen Massenströme über die Pumpen mit Hilfe des Verhältnisses der Masse von Wasser bzw. Essigsäure im Medientank zur gesamten Masse im Medientank darzustellen. Daraus resultieren aus (5.35) und (5.36) schlussendlich folgende Gleichungen:

$$\frac{dm_{T, H_2O}}{dt} = \dot{m}_{fM} + \dot{m}_{R, H_2O} - \frac{m_{T, H_2O}}{m_{T, H_2O} + m_{T, ES}} \cdot (\dot{m}_{MP} - \dot{m}_P) \quad (5.37)$$

$$\frac{dm_{T, ES}}{dt} = \dot{m}_{R, ES} - \frac{m_{T, ES}}{m_{T, H_2O} + m_{T, ES}} \cdot (\dot{m}_{MP} - \dot{m}_P) \quad (5.38)$$

Die jeweiligen Massen können während des Betriebs mit Hilfe von Messwerten des pH-Wertes und Füllstandes ermittelt werden, worauf in weiterer Folge näher eingegangen wird.

Ermittlung der Masse des im Medientank enthaltenen Mediums

Durch die Messung des Füllstandes erhält man eine Aussage über das Volumen V_T des im Medientank vorhandenen Mediums. Das Volumen V_T und die Masse

$m_{T,ges}$ hängen über die Dichte ρ_{H_2O} wie folgt zusammen:

$$m_{T,ges} = \rho_{H_2O} \cdot V_T \quad (5.39)$$

Die Dichte der im Medium enthaltenen Essigsäure wird dabei vernachlässigt, da der Anteil an Essigsäure im Medium verschwindend gering ist¹ und die Dichten von Wasser und Essigsäure bei 20 °C kaum voneinander abweichen.² Um schließlich die Massen des Wassers bzw. der Essigsäure zu ermitteln, muss die Konzentration der Essigsäure im Medium bekannt sein. Diese kann aus dem pH-Wert ermittelt werden.

Ermittlung der Massen an Wasser und Essigsäure aus dem pH-Wert

Essigsäure ist eine sogenannte schwache Säure. Der pH-Wert pH einer schwachen Säure lässt sich folgendermaßen berechnen [12]:

$$pH = \frac{1}{2} \cdot (pK_s - \log(c_0)) \quad (5.40)$$

Hierbei ist pK_s die sogenannte Säuredissoziationskonstante und c_0 die Konzentration der betrachteten Säure in Wasser. Durch Umformen von (5.40) erhält man c_0 :

$$c_0 = 10^{(pK_s - 2 \cdot pH)} \quad (5.41)$$

Unter Miteinbeziehung der molaren Masse der Säure M_0 , lässt sich die Masse an Säure pro Volumseinheit β_0 wie folgt berechnen:

$$\beta_0 = c_0 \cdot M_0 \quad (5.42)$$

Die nachfolgenden Betrachtungen beziehen sich auf die Essigsäure (ES) und das Wasser (H₂O) im Medientank, was durch den jeweiligen Index in den Formelzeichen dargestellt wird. Wie bereits erwähnt, kennt man das Volumen des im Medientank vorhandenen Mediums. Somit ergibt sich für die Masse der Essigsäure $m_{T,ES}$:

$$m_{T,ES} = \beta_{ES} \cdot V_T \quad (5.43)$$

Daraus folgt die Masse an Wasser m_{T,H_2O} im Medientank:

$$m_{T,H_2O} = m_{T,ges} - m_{T,ES} \quad (5.44)$$

Für den Zusammenhang zwischen dem pH-Wert und den Massen im Medientank bedeutet

¹ Bei $pH_{gem} = 4$ und $V_T = 50 \text{ l}$ beträgt $m_{T,ES} = 0,0017 \text{ kg}$. Dies entspricht in etwa $0,0017 \text{ l}$ Essigsäure im Vergleich zu $49,9983 \text{ l}$ Wasser.

² $\rho_{H_2O, 20^\circ\text{C}} = 0,998 \text{ g/cm}^3$; $\rho_{ES, 20^\circ\text{C}} = 1,05 \text{ g/cm}^3$

das zusammenfassend:

$$pH = \frac{1}{2} \cdot \left(pK_s - \log \left(\frac{m_{T,ES} \cdot \rho_{H_2O,35^\circ C}}{(m_{T,H_2O} + m_{T,ES}) \cdot M_{ES}} \right) \right) \quad (5.45)$$

Da die Prozesstemperatur zwischen 30 °C und 40 °C liegt, ist es zweckmäßig die Dichte des Wassers bei 35 °C $\rho_{H_2O,35^\circ C}$ heranzuziehen. Tabelle 5.4 zeigt die Werte der auftretenden Konstanten die zur Berechnung der Massen im Medientank benötigt werden.

Konstante	Wert
$\rho_{H_2O,35^\circ C}$	0,99403 g/cm ³
pK_s (Essigsäure)	4,76
M_{ES} (Essigsäure)	60,05 g/mol

Tabelle 5.4: Benötigte Konstanten zur Berechnung der Massen

5.3.2 Regelungsstrategie

In diesem Abschnitt werden die einzelnen Entwicklungsschritte erläutert, die schlussendlich zur entwickelten Regelungsstrategie für die Regelung des pH-Wertes und des Füllstandes führen. Zusammenfassend wird am Ende dieses Abschnitts das Schema zur Regelungsstrategie in Abbildung 5.8 dargestellt. Von der Regelung werden grundsätzlich ein gewünschter pH-Wert des Mediums pH_{soll} und ein gewünschter Füllstand im Medientank L_{soll} gefordert. Betrachtet man zunächst den Zusammenhang zwischen pH-Wert und der Massen des Wassers und der Essigsäure im Medientank (siehe (5.45)), erkennt man aufgrund des Logarithmus eine starke nichtlineare Abhängigkeit zwischen diesen Größen. Es ist daher zweckmäßig, nicht direkt den pH-Wert als Regelgröße zu verwenden. Aus den Gleichungen (5.37) und (5.38) ist ersichtlich, dass die im Medientank enthaltenen Massen an Essigsäure $m_{T,ES}$ und Wasser m_{T,H_2O} weitaus günstigere Regelgrößen darstellen, was noch durch das Konstanthalten der gesamten Masse im Medientank $m_{T,ges}$ (d. h. des Füllstandes) unterstützt wird. Daher werden $m_{T,ES}$ und m_{T,H_2O} als Regelgrößen verwendet, womit implizit auch die Regelung des gewünschten Füllstandes erfolgt. Die einzige Möglichkeit die Masse an Essigsäure im Medientank $m_{T,ES}$ zu beeinflussen, ist der mit der Produktpumpe entnommene Massenstrom \dot{m}_P , weshalb dieser zu deren Regelung verwendet werden soll. Die Masse an Wasser im Medientank m_{T,H_2O} wird mit Hilfe der Zufuhrpumpe, d. h. mit dem Massenstrom \dot{m}_{fM} , geregelt. Dieser Ansatz führt implizit dazu, dass sowohl der pH-Wert als auch der Füllstand durch die korrekte Regelung der beiden Massen ihre gewünschten Werte annehmen. Als Störgrößen auf den Füllstand wirken \dot{m}_{MP} und \dot{m}_R , wobei \dot{m}_R durch den Anteil an produzierter Essigsäure auch als Störgröße auf den pH-Wert wirkt. In weiterer Folge wird auf die Ermittlung der Führungsgrößen $m_{T,ES,soll}$ und $m_{T,H_2O,soll}$ aus den Forderungen von pH_{soll} und L_{soll} sowie auf die Regelung von $m_{T,ES}$ eingegangen. Es erweist sich als sinnvoll, aus der Regelung von $m_{T,ES}$ eine Vorsteuerung für die Masse an Wasser m_{T,H_2O} abzuleiten, die zusätzlich um einen PI-Regler erweitert wird, was ebenfalls in weiterer Folge behandelt wird.

Umrechnen des gewünschten pH-Wertes und des gewünschten Füllstandes auf die Führungsgrößen

Die gewünschten Werte pH_{soll} für den pH-Wert und L_{soll} für den Füllstand müssen zunächst auf die Führungsgrößen für die Massen an Essigsäure $m_{T,ES,soll}$ und Wasser $m_{T,H_2O,soll}$ im Medientank umgerechnet werden. Dies erfolgt analog zu (5.39), (5.43) und (5.44) wie folgt:

$$m_{T,ges,soll} = \rho_{H_2O,35^\circ C} \cdot \underbrace{L_{soll} \cdot A_T}_{V_{T,soll}} \quad (5.46)$$

$$m_{T,ES,soll} = 10^{(pK_s - 2 \cdot pH_{soll})} \cdot M_{ES} \cdot L_{soll} \cdot A_T \quad (5.47)$$

$$m_{T,H_2O,soll} = m_{T,ges,soll} - m_{T,ES,soll} \quad (5.48)$$

Hierbei ist $A_T = 0,2463 m^2$ der Querschnitt des zylinderförmigen Medientanks, der multipliziert mit dem gewünschten Füllstand L_{soll} das gewünschte Füllvolumen $V_{T,soll}$ ergibt. Die Umrechnungen des gemessenen pH-Wertes pH_{gem} und des gemessenen Füllstandes L_{gem} auf die Istwerte der Regelgrößen $m_{T,ES}$ und m_{T,H_2O} sowie auf das Ist-Füllvolumen V_T erfolgen analog zu den hier gezeigten Gleichungen.

Regelung der Masse an Essigsäure

Liegt die aus den Messwerten des pH-Wertes pH_{gem} und des Füllstandes L_{gem} ermittelte Masse an Essigsäure im Medientank $m_{T,ES}$ unter der geforderten Masse an Essigsäure $m_{T,ES,soll}$ muss kein Produkt entnommen werden. Liegt jedoch ein Überschuss von $m_{T,ES}$ vor, muss dieser durch Entnahme von Produkt durch die Produktpumpe ausgeglichen werden. Hierfür wird ein PI-Regler (*Regler Masse Essigsäure*) eingesetzt. Die Ermittlung der Reglerparameter erfolgte durch Simulationsstudien und experimentelle Versuche, worauf in den Abschnitten 5.3.3 und 5.3.4 eingegangen wird. Der Regler berechnet aufgrund der Regelabweichung als Stellgröße den Anteil an Essigsäure $\dot{m}_{P,ES}$, der mit dem Massenstrom der Produktpumpe \dot{m}_P zu entnehmen ist. Da die Pumpe nur in Wasser gelöste Essigsäure und keine pure Essigsäure entnehmen kann, muss zunächst der Massenstrom des gleichzeitig zu entnehmenden Wassers \dot{m}_{P,H_2O} , unter Berücksichtigung des Massenverhältnisses, folgendermaßen berechnet werden:

$$\dot{m}_{P,H_2O} = \dot{m}_{P,ES} \cdot \frac{m_{T,H_2O}}{m_{T,ES}} \quad (5.49)$$

Die Berechnung des Massenstromes \dot{m}_{P,H_2O} dient in weiterer Folge als Vorsteuerung zur Unterstützung der Regelung von m_{T,H_2O} . Darauf wird in der Folge noch näher eingegangen. Aus den Massenströmen \dot{m}_{P,H_2O} und $\dot{m}_{P,ES}$ ergibt sich der gesamte Massenstrom des Produktes \dot{m}_P , welcher entnommen werden muss, um den durch den Regler vorgegebenen

Wert $\dot{m}_{P,ES}$ einhalten zu können:

$$\dot{m}_P = \dot{m}_{P,H_2O} + \dot{m}_{P,ES} \quad (5.50)$$

Auch bei der Festlegung der Werte für die Stellgrößenbeschränkung muss berücksichtigt werden, dass der Regler nicht \dot{m}_P sondern $\dot{m}_{P,ES}$ als Stellgröße berechnet. Es dürfen daher nicht die physikalischen Grenzen der Produktpumpe zur Stellgrößenbeschränkung herangezogen werden, sondern es müssen daraus, unter Berücksichtigung des Massenverhältnisses im Medientank, die Grenzen für $\dot{m}_{P,ES}$ umgerechnet werden. Zweck dieser Umrechnung ist es, dass die Stellgrößenbeschränkung $\dot{m}_{P,ES,max}$ des Reglers die Stellgröße von $\dot{m}_{P,ES}$ maximal so zulässt, dass bei der nachfolgenden Umrechnung auf \dot{m}_P die physikalische Grenze der Produktpumpe $\dot{m}_{P,max}$ nicht überschritten wird. Es wird somit eine von dem im Medientank vorherrschenden Massenverhältnis abhängige Stellgrößenbeschränkung eingesetzt, deren Berechnung folgendermaßen durchgeführt wird:

$$\text{sat}(\dot{m}_{P,ES}) = \begin{cases} \dot{m}_{P,max} \cdot \frac{m_{T,ES}}{m_{T,ES} + m_{T,H_2O}}, & \dot{m}_{P,ES} > \dot{m}_{P,max} \cdot \frac{m_{T,ES}}{m_{T,ES} + m_{T,H_2O}} \\ 0, & \dot{m}_{P,ES} < 0 \\ \dot{m}_{P,ES}, & \text{sonst.} \end{cases} \quad (5.51)$$

Beim Ansprechen dieser Stellgrößenbeschränkung kommt eine Antiwindup-Maßnahme zum Einsatz (vgl. Abschnitt 5.1.2).

Vorsteuerung bei Entnahme von Produkt

Wird Produkt entnommen, kommt die bereits zuvor erwähnte Vorsteuerung zum Einsatz und der in (5.49) ermittelte Wert von \dot{m}_{P,H_2O} wird zur Stellgröße des zur Unterstützung eingesetzten Reglers addiert, um dem Absinken des Füllstandes durch Entnahme umgehend entgegenzuwirken. Auf den Regler wird in weiterer Folge eingegangen.

Regelung der Masse an Wasser

Die Ursache eines zu niedrigen Füllstandes L_{gem} liegt in erster Linie an einer zu geringen Masse an Wasser.³ Zum Ausgleich dieser Differenz wird unterstützend zur Vorsteuerung ein PI-Regler (*Regler Masse Wasser*) eingesetzt. Die Ermittlung der Reglerparameter erfolgte durch Simulationsstudien und experimentelle Versuche, worauf in den Abschnitten 5.3.3 und 5.3.4 eingegangen wird. Der Regler berechnet aus der Regelabweichung als Stellgröße einen Massenstrom des einzubringenden frischen Mediums $\dot{m}_{fM,Regler}$. Unter Berücksichtigung der Vorsteuerung resultiert daraus der mit der Zufuhrpumpe zuzuführende Massenstrom an frischen Medium \dot{m}_{fM} folgendermaßen:

$$\dot{m}_{fM} = \dot{m}_{fM,Regler} + \dot{m}_{P,H_2O} \quad (5.52)$$

³ Bei $pH_{gem} = 4$ und $V_T = 50\text{ l}$ beträgt $m_{T,ES} = 0,0017\text{ kg}$ und daher die Masse an Wasser in etwa $m_{T,H_2O} = 44,9983\text{ kg}$.

Aufgrund der Vorsteuerung wird die Reglerausgangsgröße einer von der Vorsteuerung abhängenden Beschränkung unterzogen, damit der resultierende Massenstrom \dot{m}_{fM} die physikalischen Grenzen der Zufuhrpumpe $\dot{m}_{fM,max}$ und $\dot{m}_{fM,min}$ nicht über- bzw. unterschreitet. Die Stellgrößenbeschränkung berechnet sich folgendermaßen:

$$\text{sat}(\dot{m}_{fM,Regler}) = \begin{cases} \dot{m}_{fM,max} - \dot{m}_{P,H_2O}, & \dot{m}_{fM,Regler} > \dot{m}_{fM,max} - \dot{m}_{P,H_2O} \\ \dot{m}_{fM,min} - \dot{m}_{P,H_2O}, & \dot{m}_{fM,Regler} < \dot{m}_{fM,min} - \dot{m}_{P,H_2O} \\ \dot{m}_{fM,Regler}, & \text{sonst.} \end{cases} \quad (5.53)$$

Beim Ansprechen dieser Stellgrößenbeschränkung kommt eine Antiwindup-Maßnahme zum Einsatz (vgl. Abschnitt 5.1.2). Abbildung 5.8 zeigt eine schematische Darstellung der entwickelten Regelungsstrategie, wobei der Einfachheit halber auf die Darstellung der Antiwindup-Maßnahme verzichtet wurde.

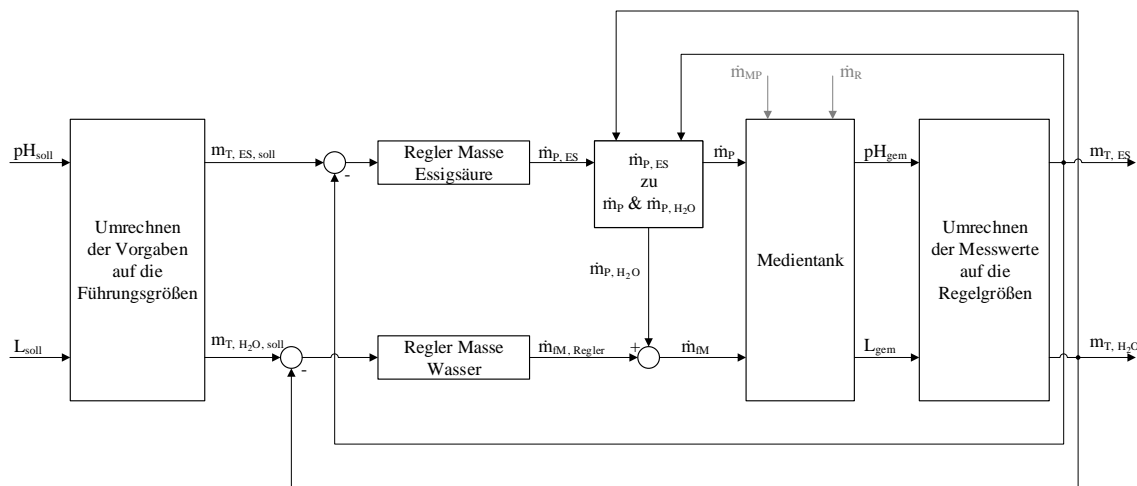


Abbildung 5.8: Regelungsstrategie zur pH- und Füllstandsregelung

Die Regelungsstrategie wird unter Einbeziehung des mathematischen Modells aus Abschnitt 5.3.1 im nun folgenden Abschnitt mit Hilfe von Simulationsstudien verifiziert.

5.3.3 Ermittlung der Reglerparameter in Simulationsstudien

Basierend auf dem in Abschnitt 5.3.1 hergeleiteten Modell des Medientanks wurden Simulationsstudien zur Ermittlung der Reglerparameter durchgeführt. Der in Abschnitt 5.3.1 eingangs erwähnte Zusammenhang zwischen dem Massenstrom der Medienpumpe \dot{m}_{MP} und dem Massenstrom aus dem Reaktor \dot{m}_R wurde in der Simulation berücksichtigt. Hierbei wird der Anteil an Essigsäure am Massenstrom der Medienpumpe $\dot{m}_{MP,ES}$ zunächst um eine Totzeit T_t verzögert, die das Durchströmen der Flüssigkeitsleitung vom Medientank zum Reaktorkopf abbilden soll. Die Totzeit ist abhängig von der Höhe des Massenstromes sowie der Leitungslänge. Es wird angenommen, dass das Durchrieseln des Reaktors in grober Näherung durch ein PT1-Glied mit einer Zeitkonstante $\tau_{Reaktor}$ von ca. 5 Minuten abgebildet werden kann. Zur Beschreibung des aus dem Reaktor austretenden Massenstromes an Essigsäure $\dot{m}_{R,ES}$ muss noch die Essigsäureproduktion der Bakterien $\dot{m}_{Prod.,ES}$ berücksichtigt werden. Abbildung 5.9 zeigt den Zusammenhang zwischen dem Anteil an Essigsäure im Massenstrom der Medienpumpe $\dot{m}_{MP,ES}$ und dem Anteil an Essigsäure im Massenstrom aus dem Reaktor $\dot{m}_{R,ES}$.

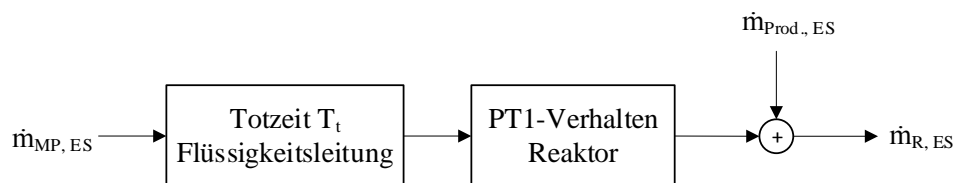


Abbildung 5.9: Zusammenhang zwischen $\dot{m}_{MP,ES}$ und $\dot{m}_{R,ES}$

Diese Ausführungen gelten analog für den Zusammenhang zwischen \dot{m}_{MP,H_2O} und \dot{m}_{R,H_2O} mit dem Massenstrom der Wasserproduktion $\dot{m}_{Prod.,H_2O}$.

Die Reglerparameter wurden in mehreren Simulationsstudien verifiziert und empirisch angepasst. In diesen Simulationsstudien wurde das Verhalten der entwickelten Regelungsstrategie in Abhängigkeit verschiedener Forderungen an den pH-Wert und an den Füllstand sowie bei verschiedenen Störgrößen \dot{m}_{MP} und \dot{m}_R und somit verschiedener Werte der Essigsäure- bzw. Wasserproduktion $\dot{m}_{Prod.,ES}$ und $\dot{m}_{Prod.,H_2O}$ getestet. Hierbei wurden in mehreren Simulationsstudien Sollwertsprünge für den pH-Wert und den Füllstand sowie konstante Werte für die Störgrößen \dot{m}_{MP} , $\dot{m}_{Prod.,ES}$ und $\dot{m}_{Prod.,H_2O}$ vorgegeben, wobei während den Simulationen keine sprunghaften Änderungen dieser Größen vorgenommen wurden. Es ist vorgesehen, die Anlage bei einem konstanten Massenstrom von \dot{m}_{MP} zu betreiben, daher ist es nicht notwendig, eine sprunghafte Änderung von \dot{m}_{MP} zu betrachten. Ebenfalls nicht zielführend ist ein Störgrößensprung von \dot{m}_R , da eine eventuelle Änderung der Produktionsmenge von Essigsäure und Wasser nur sehr langsam stattfinden würde. Tabelle 5.5 zeigt die ermittelten Reglerparameter für die verwendeten Regler zur Regelung der Massen im Medientank. Die Reglerparameter für die Regelung der Masse an Essigsäure weisen ein negatives Vorzeichen auf, da nur bei einem negativen Fehler (mehr Essigsäure als gefordert im Medientank) eine positive Stellgröße zur Entnahme berechnet

werden darf.

Parameter	k_P	k_I
Einheit	$\frac{\text{kg/h}}{\text{kg}}$	$\frac{\text{kg/h}}{\text{s} \cdot \text{kg}}$
Regler Masse Essigsäure	-8	-0,001
Regler Masse Wasser	8	0,002

Tabelle 5.5: Reglerparameter für die pH- und Füllstandsregelung

Nachfolgend werden Ergebnisse aus einer beispielhaften Simulationsstudie gezeigt. Hierbei wurde ausgehend von Startwerten für den pH-Wert von $pH_{0,gem} = 6$ und dem Füllstand $L_{0,gem} = 0,188 \text{ m}$ (was einem Füllvolumen von $V_{0,T} = 46,3 \text{ l}$ entspricht) zum Zeitpunkt $t = 0$ ein Sollwertsprung auf $pH_{soll} = 3,8$ und $L_{soll} = 0,203 \text{ m}$ ($V_{T,soll} = 50 \text{ l}$) vorgenommen und das Regelungsverhalten ausgewertet. In weiterer Folge wird aufgrund des besseren Vorstellungsvermögens immer das Füllvolumen V_T im Zuge der Füllstandsregelung herangezogen. Für die beispielhafte Simulationsstudie wurden die Störgrößen und Modellparameter aus Tabelle 5.6 und die Reglerparameter aus Tabelle 5.5 verwendet.

Verwendete Größen	\dot{m}_{MP}	$\dot{m}_{Prod.,ES}$	$\dot{m}_{Prod.,H_2O}$	T_t	$\tau_{Reaktor}$
Einheit	kg/h	kg/h	kg/h	s	s
-	300	0,003	0,001	10	300

Tabelle 5.6: Verwendete Größen für gezeigte beispielhafte Simulationsstudie der pH- und Füllstandsregelung

Abbildung 5.10 zeigt den Verlauf der Simulationsergebnisse für den pH-Wert, $m_{T,ES}$ und \dot{m}_P . Der gewünschte pH-Wert von $pH_{soll} = 3,8$ und der aus den Vorgaben berechnete Sollwert der Masse an Essigsäure $m_{T,ES,soll}$ sind jeweils rot dargestellt. Die Istgröße pH_{gem} , der Istwert der Regelgröße $m_{T,ES}$ sowie die physikalische Stellgröße der Produktpumpe \dot{m}_P sind blau dargestellt. Ausgehend vom Istwert des pH-Wertes $pH_{gem} = 6$, dauert es in etwa 100 Minuten bis der gewünschte Wert von $pH_{soll} = 3,8$ erreicht wird. Es kommt in der Folge zu einem geringen Überschwingen von $m_{T,ES}$, was jedoch nur zu einer sehr kleinen Abweichung führt.

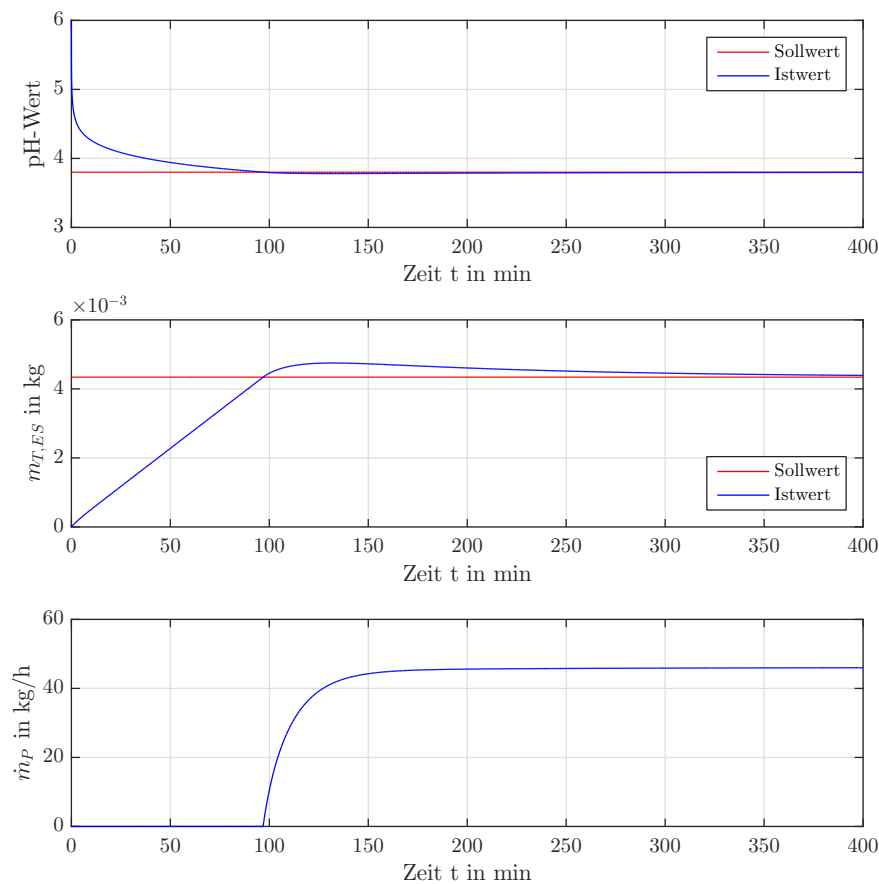


Abbildung 5.10: Beispielhafte Simulationsstudie zur Regelung des pH-Wertes bzw. $m_{T,ES}$

Abbildung 5.11 zeigt den Verlauf der zugehörigen Simulationsergebnisse für das Füllvolumen im Medientank V_T , m_{T,H_2O} und \dot{m}_{fM} . Das gewünschte Füllvolumen $V_{T,soll} = 50\text{ l}$ und der aus den Vorgaben berechnete Sollwert der Masse an Wasser $m_{T,H_2O,soll}$ sind jeweils rot dargestellt. Die Istgröße des Füllvolumens V_T und der Istwert der Regelgröße m_{T,H_2O} sind blau dargestellt. Das untere Bild zeigt den Verlauf der physikalischen Stellgröße der Zufuhrpumpe \dot{m}_{fM} (blau) sowie die Reglerausgangsgröße von *Regler Masse Wasser* $\dot{m}_{fM,Regler}$ (rot) und den Anteil der Vorsteuerung \dot{m}_{P,H_2O} (schwarz). $V_{T,soll}$ wird zunächst aufgrund der Verwendung eines integrierenden Reglers leicht überschritten. Da eine geringe, temporäre Abweichung des Füllvolumens keinen Einfluss auf die Produktion der Bakterien nimmt, stellt dies kein Problem dar. Mit Beginn der Produktentnahme bei einer Zeit von ca. $t = 100\text{ min}$. (siehe Abbildung 5.10), nähert sich das Füllvolumen schließlich seinem Sollwert an, wobei die Reglerausgangsgröße $\dot{m}_{fM,Regler}$ aufgrund des erhöhten Füllstandes zunächst noch einen negativen Anteil an der gesamten Stellgröße \dot{m}_{fM} aufweist.

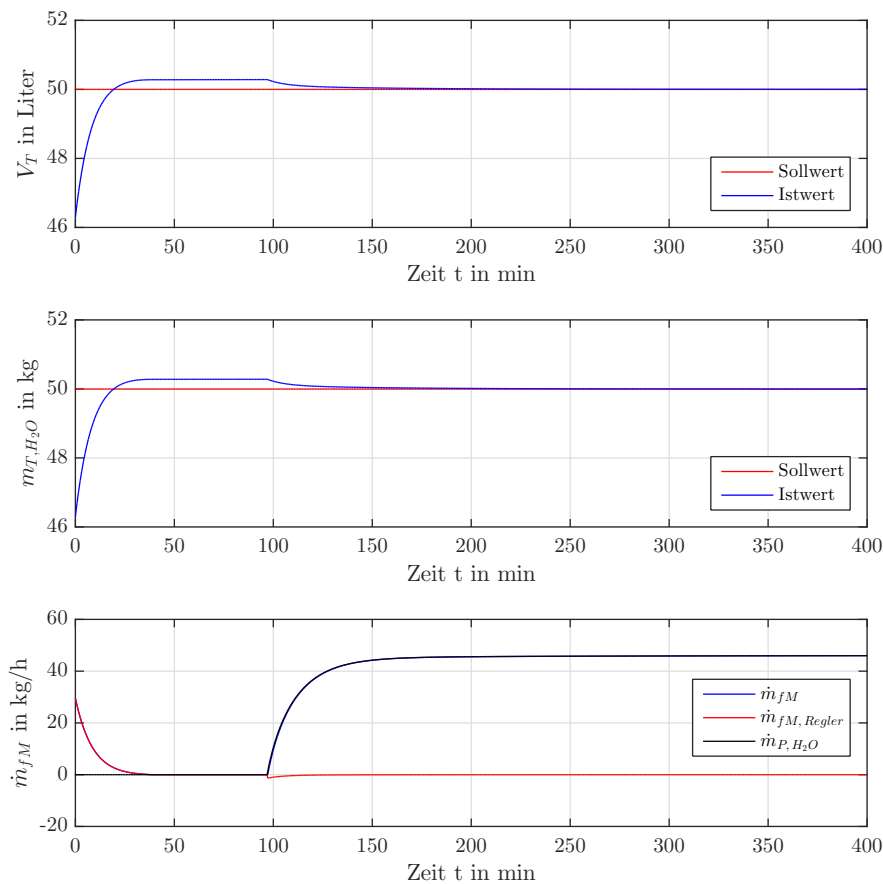


Abbildung 5.11: Beispielhafte Simulationsstudie zur Regelung des Füllstandes bzw. m_{T, H_2O}

5.3.4 Experimentelle Verifikation der Regelung

Die entwickelte Regelungsstrategie zur pH- und Füllstandsregelung wurde auf der SPS (siehe Abschnitt 4.1.1) implementiert und experimentell an der Anlage verifiziert. Die Verifikation erfolgte ohne Einsatz immobilisierter Bakterien im Reaktor. Um die Produktion von Essigsäure im Reaktor möglichst akkurat nachzubilden, wurde daher die Säure-/Basenpumpe (siehe Abbildung 3.2) dazu verwendet, einen zuvor abgeschätzten Massenstrom der von den Bakterien zu erwartenden Essigsäureproduktion in den Medientank einzubringen.

Die in den Simulationsstudien ermittelten Reglerparameter wurden in einem ersten Schritt durch mehrere Vorversuche angepasst. In diesen Vorversuchen stellte sich heraus, dass die ermittelten Reglerparameter aus Abschnitt 5.3.3 von *Regler Masse Essigsäure* zu einer zu schnellen Entnahme von Produkt führten. Durch die Vorsteuerung wurde ebenso schnell frisches Medium hinzugefügt. Aufgrund der Dynamik des pH-Sensors sowie der endlich schnellen Durchmischung kommt es dabei zu einer verzögerten Messung des tatsächlichen

pH-Wertes. Speziell wenn in kurzer Zeit größere Mengen an frischem Medium hinzugefügt wurden, führten die zu groß gewählten Parameter zu einem zunächst verzögerten und in weiterer Folge aber zu schnellen Anstieg des pH-Wertes. Die Parameter von *Regler Masse Essigsäure* wurden daher verkleinert. Die Parameter von *Regler Masse Wasser* wurden geringfügig erhöht, um ein schnelleres Reagieren auf Störungen zu gewährleisten, da eine geringfügige Abweichung zum Sollwert, aufgrund von Überschwingen durch den I-Anteil, toleriert werden kann. Die aus den Vorversuchen ermittelten Reglerparameter sind in Tabelle 5.7 dargestellt.

Parameter	k_P	k_I
Einheit	$\frac{kg/h}{kg}$	$\frac{kg/h}{s \cdot kg}$
<i>Regler Masse Essigsäure</i>	-1	-0.002
<i>Regler Masse Wasser</i>	10	0.01

Tabelle 5.7: Aus Vorversuchen resultierende Reglerparameter

Die Versuche wurden mit aktivem Rührwerk bei dem in Tabelle 5.8 zusammengefassten Betriebszustand durchgeführt. Für die experimentelle Verifikation stand mit Wasser verdünnte Essigsäure mit einem Verhältnis von 1:50 zur Verfügung. Der geschätzte Massenstrom der Essigsäureproduktion beträgt $\dot{m}_{Prod., ES} = 0,0048 \text{ kg/h}$.⁴ Aufgrund des Mischungsverhältnisses der zur Verfügung stehenden Lösung von 1:50 musste ein Massenstrom von ca. 0,245 kg/h dieser Lösung in den Medientank eingebracht werden, um den geschätzten Massenstrom der Essigsäureproduktion $\dot{m}_{Prod., ES}$ einhalten zu können, was somit einen im Vergleich zur eigentlichen Anwendung sehr hohen Massenstrom von $\dot{m}_{Prod., H_2O} = 0,24 \text{ kg/h}$ zur Folge hat.

Parameter	\dot{m}_{MP}	$\dot{m}_{Prod., ES}$	$\dot{m}_{Prod., H_2O}$	pH _{soll}	$\check{V}_T, \text{ soll}$
Einheit	kg/h	kg/h	kg/h	-	l
-	260	0,0048	0,24	3,8	50

Tabelle 5.8: Zur experimentellen Verifikation der pH- und Füllstandsregelung betrachteter Betriebszustand

In den Abbildungen 5.12 und 5.13 werden die Ergebnisse aus der experimentellen Verifikation der Regelung von pH-Wert und Füllstand dargestellt. Abbildung 5.12 zeigt im oberen Bild den Verlauf des pH-Wertes sowie dessen Sollwertes. Das mittlere Bild zeigt den Verlauf der Masse an Essigsäure im Medientank $m_{T, ES}$ und deren Sollwert. Im unteren Bild ist die Stellgröße \dot{m}_P der Produktpumpe zu sehen. Abbildung 5.13 zeigt im oberen Bild den Verlauf des Füllvolumens \check{V}_T sowie dessen Sollwert. Das mittlere Bild zeigt den Verlauf der Masse an Wasser im Medientank m_{T, H_2O} und deren Sollwert. Im unteren Bild sind die gesamte Stellgröße \dot{m}_{fM} der Zufuhrpumpe sowie die Reglerausgangsgröße von *Regler Masse Wasser* $\dot{m}_{fM, Regler}$ und der Anteil der Vorsteuerung an der Stellgröße \dot{m}_{P, H_2O}

⁴Der geschätzte Massenstrom der Essigsäureproduktion der Bakterien wurde in einer von Biotechnologen parallel durchgeführten Arbeit ermittelt und für diese Arbeit zur Verfügung gestellt.

dargestellt.

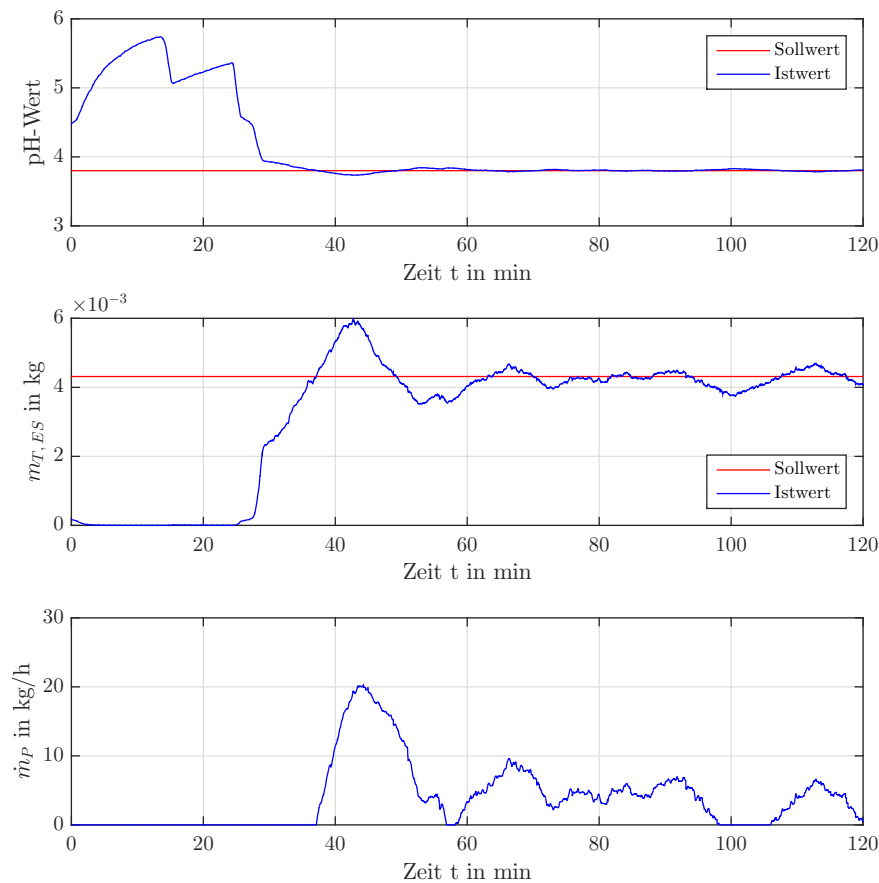


Abbildung 5.12: Ergebnisse der Regelung des pH-Wertes

In Abbildung 5.12 ist zunächst ein Anstieg des pH-Wertes zu beobachten. Das liegt an der zu Beginn eingebrachten Masse an frischem Medium, um den Sollwert des Füllvolumens zu erreichen (siehe Abbildung 5.13). Nach dieser Phase nimmt der pH-Wert bis zu Minute 17 aufgrund der kontinuierlich eingebrachten Essigsäure ab, bevor ein kurzer Anstieg folgt. Die Ursache dieses Anstiegs liegt am kurzfristigen Einbringen von frischem Medium zwischen den Minuten 15 und 17 (siehe Abbildung 5.13). Aufgrund der Verzögerung durch die Durchmischung und der Dynamik des pH-Sensors dauert der Anstieg bis Minute 22 an. Nach dieser Phase nimmt der pH-Wert zunächst nahezu sprunghaft ab. Die Ursache hierfür kann nicht exakt begründet werden. Es kommen u. a. mögliche Schwankungen von $\dot{m}_{Prod.,ES}$ und $\dot{m}_{Prod.,H_2O}$ in Frage oder ein kurzzeitiger Ausfall des Rührwerks. Eine seriöse Einschätzung dieses Phänomens könnte nur durch weitere ausführliche Experimente gegeben werden. Nach dieser nahezu sprunghaftigen Abnahme nimmt der pH-Wert kontinuierlich ab. Die Masse an Essigsäure im Medientank $m_{T,ES}$ verhält sich logischerweise umgekehrt. Nach dem Erreichen des pH-Sollwertes wird die Produktpumpe aktiv, um vor-

erst den Überschuss an Essigsäure aus dem Medientank zu befördern und den pH-Wert in weiterer Folge konstant zu halten. Man kann mit dem Ergebnis der Regelung grundsätzlich zufrieden sein, jedoch nehmen die starken Schwankungen der Füllstandsmessung (siehe Abbildung 5.13; vgl. Abschnitt 3.3.2 für das Messprinzip) auch Einfluss auf den Verlauf des pH-Wertes, da sie zu einer Schwankung des Massenstromes an zugeführtem frischen Medium führen.

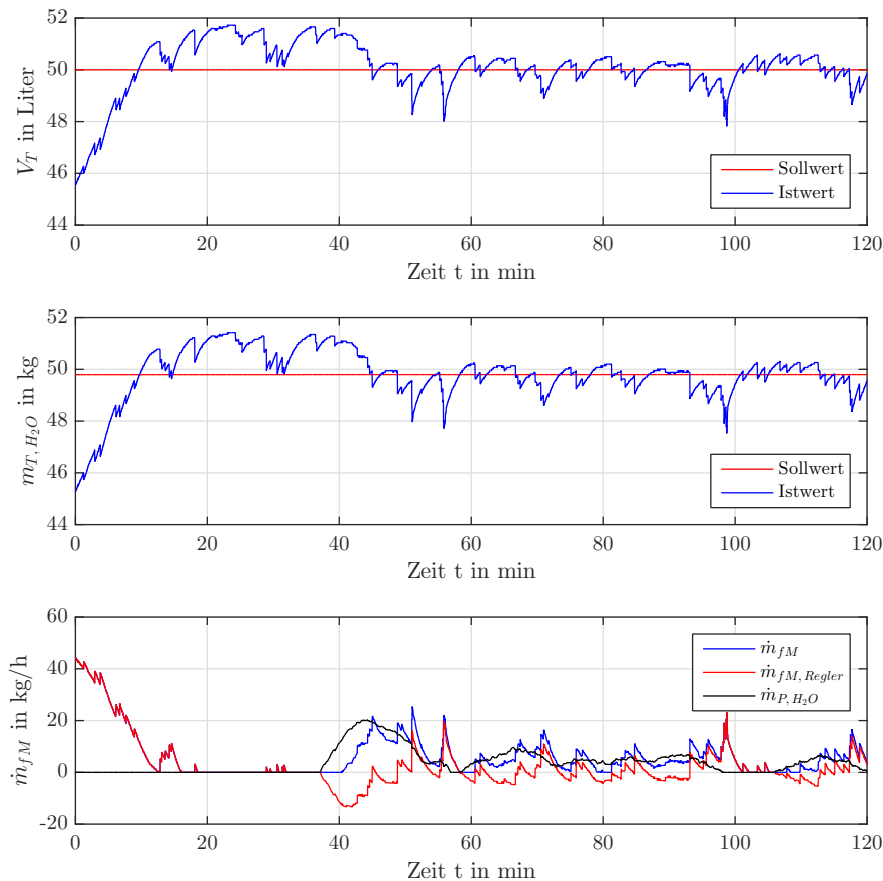


Abbildung 5.13: Ergebnisse der Regelung des Füllstandes

Nachdem beim Verlauf des Füllstandes in Abbildung 5.13 wie erwartet zu Beginn ein Überschwingen zu beobachten ist, da ein integrierender Regler verwendet wird und noch kein Produkt entnommen wird, pendelt er sich in weiterer Folge ab dem Zeitpunkt der Produktentnahme um den Sollwert ein. Obwohl ab Minute 38 bereits Produkt entnommen wird, wird nicht unmittelbar frisches Medium (trotz Vorsteuerung) nachgeführt. Das liegt an *Regler Masse Wasser*, der die Vorsteuergröße aufgrund des zu diesem Zeitpunkt zu hohen Füllstandes vorerst noch kompensiert. Das Messsignal zur Füllstandsmessung mit teils ungünstigen Messspitzen verringert die Qualität der Regelung jedoch etwas. Die Ursache für die teils großen Messspitzen liegt in der Verwendung des Rührwerks mit ho-

her Drehzahl. Dadurch kommt es zu unruhigen Wellenbewegungen an der Oberfläche des Mediums, was zu ungünstigen Reflexionen des Schalls und somit zu abweichenden Messergebnissen führt. Das führt in weiterer Folge zu einem ebenso ungünstigen Verlauf von \dot{m}_{fM} , wodurch kurzfristig zu große Mengen an frischem Medium in den Tank eingebracht werden und der pH-Wert somit ebenfalls angehoben wird. Diesen Zusammenhang kann man zwischen den Minuten 50 und 60 sowie um Minute 100 beobachten. Eine Verbesserung der Regelqualität lässt sich vermutlich durch Absenken der Drehzahl des Rührwerks erreichen, da die Wellenbewegung an der Oberfläche des Mediums dadurch abnimmt und eine akkuratere Messung des Füllstandes ermöglicht wird. Eine homogene Durchmischung des Mediums muss dennoch weiterhin gewährleistet bleiben. Ein weiterer Ansatz wäre eine generelle Verlangsamung des PI-Reglers *Regler Masse Wasser* durch Reduktion von k_P und k_I . Der Regler würde somit weniger aggressiv auf Messspitzen des Füllstandssensors reagieren, was in einer weniger sprunghaften Stellgröße \dot{m}_{fM} und somit in einer geringeren Beeinflussung des pH-Wertes resultiert. Abweichungen des Füllstandes vom Sollwert werden dadurch jedoch langsamer ausgeregelt, was aber toleriert werden kann. Das zu Beginn verursachte Überschwingen des Füllstandes kann durch Verringerung von k_I von *Regler Masse Wasser* abgeschwächt werden.

5.4 Regelung der Prozesstemperatur

Um die Einhaltung der gewünschten Prozesstemperatur im Reaktor zu gewährleisten, werden drei voneinander unabhängige Regelungen eingesetzt, deren grundsätzliche Aufgabenstellungen bereits in Abschnitt 3.2.3 vorgestellt wurden. Es werden unabhängig voneinander die Temperatur im Flüssigkeitskreislauf (Temperatur des Mediums im Medientank), die Temperatur im Gaskreislauf (Temperatur des Wassers in der Mischkammer) sowie die Temperatur des Reaktorinnenraums geregelt. In Abschnitt 5.4.1 wird zunächst die grundlegende Regelungsstrategie vorgestellt, die bei den drei Regelungsaufgaben zum Einsatz kommt. Für die Temperaturregelung im Flüssigkeitskreislauf ist es aufgrund eines stark variierenden, aber gut bekannten Störgrößeneinflusses sinnvoll, die grundlegende Regelungsstrategie um eine statische modellbasierte Vorsteuerung zu erweitern. Zusätzlich findet im Flüssigkeitskreislauf aufgrund des Transportes des im Medientank erwärmten Mediums zum Reaktorkopf eine Abkühlung statt, weshalb die grundlegende Regelungsstrategie mit Vorsteuerung um einen kaskadierten Regelkreis erweitert wird. Auf beide Erweiterungen wird ebenfalls in Abschnitt 5.4.1 näher eingegangen. Die entwickelten Regelungsstrategien wurden an der Anlage experimentell verifiziert. In Abschnitt 5.4.2 werden abschließend die Ergebnisse aus diesen Experimenten präsentiert und diskutiert.

5.4.1 Regelungsstrategie

Die grundlegende Regelungsstrategie basiert bei allen drei Regelungsaufgaben zur Regelung der Prozesstemperatur auf einem Standardregelkreis und einem PI-Regler, der als Stellgröße die Heizleistung P_{Heiz} ermittelt. Die Stellgröße P_{Heiz} muss in ein pulsweitenmoduliertes (PWM) Signal umgewandelt werden, da die eingesetzten Heizelemente nur über Relais ein- oder ausgeschaltet werden können. Für die Umwandlung in ein PWM-Signal muss zunächst der erforderliche Tastgrad D (engl. duty-cycle) bestimmt werden. Dieser berechnet sich unter Verwendung der maximalen Heizleistung $P_{Heiz,max}$ wie folgt:

$$D = \frac{P_{Heiz}}{P_{Heiz,max}} \quad (5.54)$$

Anschließend wird die Impulsdauer T_i ermittelt. Diese gibt an, wie lange das Heizelement pro Periode mit der Periodendauer T_{PWM} eingeschaltet bleibt und berechnet sich folgendermaßen:

$$T_i = D \cdot T_{PWM} \quad (5.55)$$

Für das auf die Strecke aufgeschaltene Signal $P_{Heiz,PWM}$ gilt für die Dauer einer Periode somit:

$$P_{Heiz,PWM}(t) = \begin{cases} P_{Heiz,max}, & t \leq T_i \\ 0, & t > T_i \end{cases} \quad (5.56)$$

Dabei ist T_{PWM} , unter Berücksichtigung der Abtastrate T_a des auf der SPS implementier-

ten Regelkreises, sinnvoll zu wählen. Die Abtastrate beträgt $T_a = 1\text{ s}$, womit das PWM-Signal in Sekundenschritten variiert werden kann. Durch eine gewählte Periodendauer von $T_{PWM} = 10\text{ s}$ ist es somit möglich, den resultierenden Mittelwert der auf die Strecke aufgeschalteten pulsweitenmodulierten Heizleistung \bar{P}_{Heiz} , in 10%-Schritten bis zur maximalen Heizleistung $P_{Heiz,max}$ vorgeben zu können. Für die resultierende mittlere Heizleistung \bar{P}_{Heiz} gilt, wobei T_i auf ganze Sekunden gerundet wird:

$$\bar{P}_{Heiz} = \frac{T_i}{T_{PWM}} \cdot P_{Heiz,max} \quad (5.57)$$

Abbildung 5.14 zeigt zusammenfassend die schematische Darstellung der grundlegenden Regelungsstrategie.

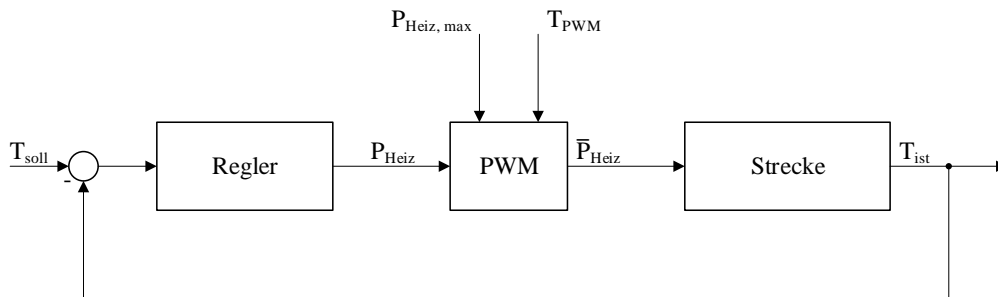


Abbildung 5.14: Grundlegende Regelungsstrategie zur Regelung der Prozesstemperatur

Um die maximale elektrische Leistung $P_{Heiz,max}$ der jeweiligen Heizelemente zu berücksichtigen wird eine Stellgrößenbeschränkung verwendet, die sich folgendermaßen berechnet:

$$\text{sat}(P_{Heiz}) = \begin{cases} P_{Heiz,max}, & P_{Heiz} > P_{Heiz,max} \\ 0, & P_{Heiz} < 0 \\ P_{Heiz}, & \text{sonst.} \end{cases} \quad (5.58)$$

Beim Ansprechen der Stellgrößenbeschränkung kommt eine Antiwindup-Maßnahme zum Einsatz, bei welcher der Integrator des Reglers angehalten wird.

Die Ermittlung der Reglerparameter der drei Temperaturregelungen erfolgte mit Hilfe von Versuchen an der Anlage und wird in Abschnitt 5.4.2 diskutiert. In weiterer Folge wird auf die in diesem Abschnitt eingangs erwähnten Aufgaben zur Temperaturregelung im Detail eingegangen.

Temperaturregelung im Reaktor

Im Reaktor wird die Temperaturregelung aus Abbildung 5.14 eingesetzt. Die maximale elektrische Leistung des Heizstabs zur Regelung der Temperatur im Reaktor beträgt $P_{Heiz,R,max} = 3000\text{ W}$.

Temperaturregelung im Gaskreislauf

Im Gaskreislauf, respektive zur Regelung der Flüssigkeitstemperatur in der Mischkammer, wird ebenfalls die Temperaturregelung aus Abbildung 5.14 eingesetzt. Die maximale elektrische Leistung der Silikonheizmatte an der Mischkammer (MK) beträgt $P_{Heiz, MK, max} = 1200 \text{ W}$.

Temperaturregelung im Flüssigkeitskreislauf

Die Regelungsstrategie der Temperaturregelung im Flüssigkeitskreislauf wird aufgrund von stark variierenden, aber gut bekannten Störgrößen um eine Vorsteuerung erweitert. Hierzu werden zunächst die ein- und austretenden Massenströme sowie die Temperaturverhältnisse im Medientank betrachtet (siehe Abbildung 5.15).

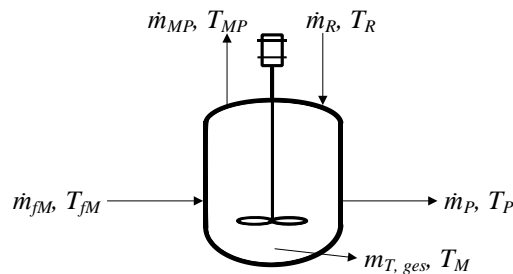


Abbildung 5.15: Ein- und austretende Massenströme und Temperaturverhältnisse im Medientank

Der Zusammenhang der ein- und austretenden Massenströme sowie der gesamten Masse des Mediums im Medientank sind bereits aus Abschnitt 5.3.1 bekannt. Bei den Temperaturen handelt es sich um die Temperatur des eingebrachten frischen Mediums T_{fM} , die Temperatur des durch die Medienpumpe zum Reaktorkopf geförderten Mediums T_{MP} , die Temperatur des aus dem Reaktor in den Medientank zurückfließenden Mediums T_R , die Temperatur des entnommenen Produkts T_P sowie um die Temperatur des im Medientank enthaltenen Mediums T_M . Unter der Annahme einer idealen Durchmischung des Mediums aufgrund des Rührwerks und der Annahme, dass im eingeschwungenen Zustand im Flüssigkeitskreislauf überall die annähernd gleiche Temperatur vorherrscht, kann folgende vereinfachende Annahme getroffen werden:

$$T_{MP} = T_R = T_P = T_M \quad (5.59)$$

Befinden sich der pH-Wert und der Füllstand im eingeschwungenen Zustand, gilt zudem folgender Zusammenhang zwischen den ein- und austretenden Massenströmen (siehe auch Abbildung 5.9):

$$\begin{aligned} \dot{m}_{MP} &= \dot{m}_R - \dot{m}_{Prod.} \\ \dot{m}_{fM} &= \dot{m}_P - \dot{m}_{Prod.} \end{aligned} \quad (5.60)$$

Für die weiteren Betrachtungen kann der sehr geringe Massenstrom der Wasser- und Essigsäureproduktion $\dot{m}_{Prod.}$ vernachlässigt werden (vgl. Abschnitt 5.3.4; Tabelle 5.8) und

somit wird für den eingeschwungenen Zustand

$$\begin{aligned}\dot{m}_{MP} &= \dot{m}_R \\ \dot{m}_{fM} &= \dot{m}_P\end{aligned}\quad (5.61)$$

angenommen. Als Störgrößen treten hierbei \dot{m}_{fM} und T_{fM} in Erscheinung, da die Temperatur des eingebrachten frischen Mediums T_{fM} geringer als T_M ist.⁵ Um die Wärmemenge Q_T und somit die Temperatur T_M im Tank trotz laufendem Einbringens von kälterem, frischen Mediums konstant zu halten, soll die bereits bekannte Regelungsstrategie zur Regelung der Prozesstemperatur aus Abbildung 5.14 um eine statische modellbasierte Vorsteuerung erweitert werden. Zur Entwicklung dieser Vorsteuerung wird die Änderung der im Medientank gespeicherten Wärme in Abhängigkeit der ein- und austretenden Massenströme betrachtet. Die Änderung der Wärme $\frac{dQ_T}{dt}$ im Medientank wird durch die Summe der zugeführten Enthalpieströme abzüglich der Summe der abgeführten Enthalpieströme wie folgt beschrieben:

$$\frac{dQ_T}{dt} = \sum \dot{H}_{zu} - \sum \dot{H}_{ab} \quad (5.62)$$

Betrachtet man alle ein- und austretenden Massenströme sowie die zugeführte Heizleistung und die Wärmeverluste \dot{Q}_{Verl} , ergibt sich folgender Zusammenhang:

$$\frac{dQ_T}{dt} = c_{p, H_2O} \cdot (\dot{m}_{fM} \cdot T_{fM} + \dot{m}_R \cdot T_R - \dot{m}_{MP} \cdot T_{MP} - \dot{m}_P \cdot T_P) + P_{Heiz} - \dot{Q}_{Verl} \quad (5.63)$$

Hierbei ist c_{p, H_2O} die spezifische Wärmekapazität des Wassers, die aufgrund der vergleichsweise geringen Temperaturänderung als konstant angenommen werden kann. Die spezifische Wärmekapazität von Essigsäure wird vernachlässigt, da die Masse von Essigsäure an der Gesamtmasse im Medientank sehr gering ausfällt. Es ist hinreichend eine statische Vorsteuerung zu verwenden, womit die zeitliche Änderung der im Medientank gespeicherten Wärme Q_T vernachlässigt werden kann:

$$\frac{dQ_T}{dt} \stackrel{!}{=} 0 \quad (5.64)$$

Betrachtet man (5.59) und (5.61), erkennt man, dass sich im eingeschwungenen Zustand \dot{m}_R und \dot{m}_{MP} sowie deren Temperaturen T_R und T_{MP} aufheben. Die Wärmeverluste \dot{Q}_{Verl} können aufgrund einer hochwertigen Isolierung sowie einer geringen Differenz zwischen Umgebungstemperatur und Medientemperatur für die Vorsteuerung vernachlässigt werden. Da ebenfalls $T_M = T_P$ und im eingeschwungenen Zustand $\dot{m}_{fM} = \dot{m}_P$ gilt, kann für die von der Vorsteuerung ermittelte benötigte Heizleistung zur Kompensation des zugeführten kälteren frischen Mediums mit dem Massenstrom \dot{m}_{fM} und der Temperatur T_{fM} folgender Ansatz verwendet werden:

$$P_{Heiz, VS} = c_{p, H_2O} \cdot \dot{m}_{fM} \cdot (T_{M, soll} - T_{fM}) \quad (5.65)$$

⁵ $T_{fM} \approx 15^\circ\text{C}$ im Vergleich zu $T_M \approx 35^\circ\text{C}$

Anstatt die aktuelle Temperatur des Mediums im Medientank T_M in die Vorsteuerung einfließen zu lassen, ist es zweckmäßig, $T_{M,soll}$ zu verwenden. Die spezifische Wärmekapazität von Wasser beträgt $c_{p,H_2O} = 4182 \frac{J}{kg \cdot K}$, die aufgrund der vergleichsweise geringen Temperaturänderung als konstant angenommen werden kann. Die Temperatur des zugeführten frischen Mediums wird nicht gemessen und mit $T_{fM} = 15^\circ C$ angenommen. Die Stellgröße des zusätzlich eingesetzten Reglers $P_{Heiz, Regler}$ sorgt letztendlich für das exakte Erreichen der gewünschten Temperatur $T_{M,soll}$. Als Eingangsgröße für die PWM ergibt sich daher:

$$P_{Heiz} = P_{Heiz, Regler} + P_{Heiz, VS} \quad (5.66)$$

Zusammenfassend zeigt Abbildung 5.16 das Schema der Regelungsstrategie, die zur Temperaturregelung des Mediums im Medientank eingesetzt wird.

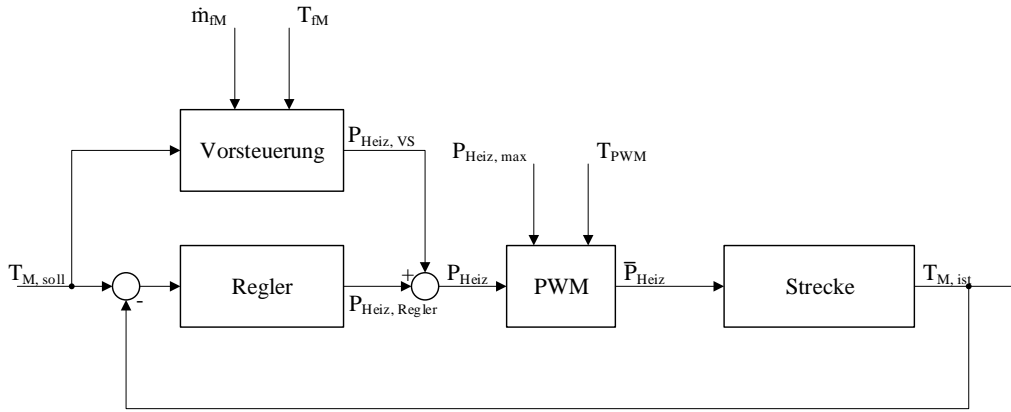


Abbildung 5.16: Temperaturregelung im Medientank

Aufgrund der Vorsteuerung ist es notwendig, die Stellgrößenbeschränkung beim Regler dynamisch auszuführen, um die resultierende Heizleistung P_{Heiz} auf die maximale Heizleistung $P_{Heiz,max}$ zu beschränken. Die Stellgrößenbeschränkung für den Regler ergibt sich daher zu:

$$sat(P_{Heiz, Regler}) = \begin{cases} P_{Heiz,max} - P_{Heiz, VS}, & P_{Heiz, Regler} - P_{Heiz, VS} > P_{Heiz,max} \\ 0 - P_{Heiz, VS}, & P_{Heiz, Regler} < 0 - P_{Heiz, VS} \\ P_{Heiz, Regler}, & sonst. \end{cases} \quad (5.67)$$

Beim Ansprechen der Stellgrößenbeschränkung kommt eine Antiwindup-Maßnahme zum Einsatz, bei welcher der Integrator des Reglers angehalten wird.

Wie bereits in Abschnitt 3.2.3 erwähnt, kann es zu einer Abkühlung des Mediums in der Flüssigkeitsleitung vom Medientank bis zum Flüssigkeitseingang am Reaktorkopf kommen. Es ist daher angebracht, in der Flüssigkeitsleitung am Reaktorkopf einen weiteren Temperaturfühler zu installieren (siehe Abbildung 3.3) und diese Temperatur als Regelgröße im Flüssigkeitskreislauf vorzugeben. Hierfür wird die Regelungsstrategie aus Abbildung 5.16 um einen kaskadierten Regelkreis erweitert. Abbildung 5.17 zeigt die Regelungsstrategie

zur Regelung der Temperatur des Mediums am Reaktorkopf $T_{M,RK}$.

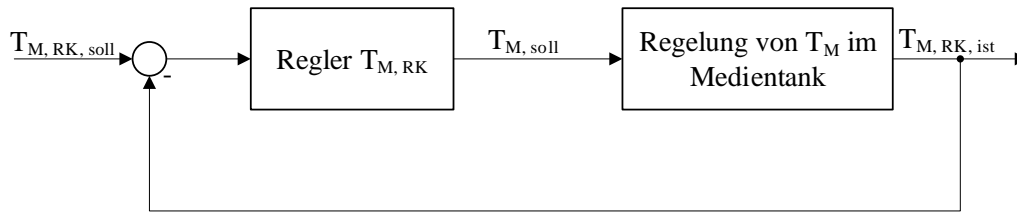


Abbildung 5.17: Kaskadierte Temperaturregelung im Flüssigkeitskreislauf

Der äußere Regelkreis zur Regelung von $T_{M,RK}$ gibt in Abhängigkeit der Regelabweichung die Führungsgröße für den inneren Regelkreis $T_{M,soll}$ vor. Für die Vorgabe von $T_{M,soll}$ gilt folgender Zusammenhang:

$$T_{M,soll} = \begin{cases} T_{M,RK,soll}, & T_{M,RK,soll} - T_{M,ist} > 0,3 \text{ °C} \\ T_{M,soll}, & \text{sonst.} \end{cases} \quad (5.68)$$

Bevor das Medium im Medientank nicht zumindest eine Temperatur von $0,3 \text{ °C}$ unter dem Sollwert $T_{M,RK,soll}$ erreicht, ist *Regler $T_{M,RK}$* nicht aktiv, sondern gibt nur $T_{M,RK,soll}$ als $T_{M,soll}$ weiter. Es wird wiederum ein PI-Regler verwendet, auf dessen Parametrierung in Abschnitt 5.4.2 eingegangen wird. Wird der PI-Regler durch Erfüllung der Bedingung $T_{M,RK,soll} - T_{M,ist} > 0,3$ aktiviert, wird beim Initialisieren sein I-Anteil auf $u_{I,T_{M,RK}} = T_{M,RK,soll}$ gesetzt. Dies hat aufgrund des P-Anteils eine Unstetigkeit in der Reglerausgangsgröße $T_{M,soll}$ zur Folge, worauf in Abschnitt (5.4.2) im Zuge der Diskussion der Ergebnisse von *Regelung der Medientemperatur am Reaktorkopf $T_{M,RK}$* noch näher eingegangen wird. Durch den kaskadierten Regelkreis können eine etwaige Abkühlung des Mediums in der Flüssigkeitsleitung, aber auch Messunsicherheiten am Temperaturfühler im Medientank kompensiert werden. Aufgrund von (5.68) wäre bei einer sinnvoll gewählten Wahl der Reglerparameter eine Beschränkung der Reglerausgangsgröße nicht zwingend notwendig. Um jedoch zu hohe Reglerausgangsgrößen in Folge falscher Parameterwahl zu unterbinden wird eine Beschränkung durchgeführt. Die Reglerausgangsgröße $T_{M,soll}$ wird wie folgt einer Beschränkung unterzogen, wobei davon ausgegangen wird, dass der Temperaturverlust in der Flüssigkeitsleitung bei einer durchschnittlichen Umgebungstemperatur von $T_{Umgebung} = 20 \text{ °C}$ maximal $T_M - T_{M,RK,ist} = 5 \text{ °C}$ beträgt:

$$\text{sat}(T_{M,soll}) = \begin{cases} T_{M,RK,soll} + 5, & T_{M,soll} > T_{M,RK,soll} + 5 \\ T_{M,RK,soll} - 5, & T_{M,soll} < T_{M,RK,soll} - 5 \\ T_{M,soll}, & \text{sonst.} \end{cases} \quad (5.69)$$

Durch einen Stellbereich von $\pm 5 \text{ °C}$ um die Führungsgröße $T_{M,RK,soll}$ sollte gewährleistet sein, dass auch bei einer verhältnismäßig hohen bzw. niedrigen Umgebungstemperatur eine akkurate Regelung von $T_{M,RK}$ möglich ist. Beim Ansprechen dieser Stellgrößenbeschrän-

kung kommt eine Antiwindup-Maßnahme zum Einsatz (vgl. Abschnitt 5.1.2).

5.4.2 Experimentelle Verifikation der Temperaturregelungen im Reaktor und im Flüssigkeitskreislauf

Die entwickelten Regelungsstrategien zur Regelung der Prozesstemperatur wurden auf der SPS (siehe Abschnitt 4.1.1) implementiert und experimentell verifiziert. Hierbei wurden zunächst die Reglerparameter ermittelt und in weiterer Folge wurden Experimente zur Verifikation der Temperaturregelung im Reaktor und im Flüssigkeitskreislauf an der Anlage durchgeführt. Eine experimentelle Verifikation der Regelung der Prozesstemperatur im Gaskreislauf, respektive in der Mischkammer, wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht durchgeführt, da der mechanische Aufbau noch nicht abgeschlossen war.

Die Wahl der Parameter zur Regelung der Temperatur des Mediums im Medientank T_M erfolgte anhand der Überlegung, ab einer Temperaturabweichung von -2 °C die maximale Stellgröße $P_{Heiz,max}$ zuzuführen. Daher wurde $k_P = 1000$ gewählt, da aufgrund von $P_{Heiz,max} = 2000\text{ W}$ damit die vorhin erwähnte Überlegung erfüllt wird. Die Wahl vom Parameter des Integralanteils erfolgte anhand der Annahme, dass das System aus Heizmantel, Medientank und Flüssigkeit eine sehr hohe Zeitkonstante aufweist. Es ist daher sinnvoll, k_I um ein Vielfaches geringer als k_P anzusetzen. Der Parameter wurde mit $k_I = 0,1$ gewählt, wobei dieser sich auch nach Durchführung der experimentellen Verifikation als geeignete Wahl herausstellte.

Der eben beschriebene Ansatz wurde zunächst ebenfalls für die Wahl der Reglerparameter zur Regelung von T_R gewählt. In einigen Versuchen zur Verifikation der Temperaturregelung im Reaktor wurde jedoch festgestellt, dass die thermische Speicherfähigkeit des Reaktors und des im Doppelmantel enthaltenen Wassers zu einem sehr starken Nachheizeffekt führt, wenn der P-Anteil des Reglers zur Regelung von T_R zu groß gewählt wird. Der Reaktor weist zudem eine offenbar sehr hohe Isolationswirkung auf, wodurch in weiterer Folge auf die Regelung der Temperatur im Reaktor verzichtet werden kann (dazu mehr in der Diskussion der nachfolgend vorgestellten Ergebnisse).

Zur Regelung der Temperatur in der Flüssigkeitsleitung am Reaktorkopf T_{RK} wird ein sehr langsamer PI-Regler eingesetzt. Die gewählten Parameter wurden empirisch an der Anlage ermittelt und lieferten in den Experimenten zufriedenstellende Ergebnisse. Die ermittelten Reglerparameter werden zusammengefasst in Tabelle 5.9 dargestellt.

Parameter	k_P	k_I	$P_{Heiz,max}$
Einheit	$\frac{W}{K}$	$\frac{W}{s \cdot K}$	W
Regelung von T_M	1000	0,1	2000
Regelung von T_R	500	0,05	3000
Regelung von T_{RK}	0,2	0,0075	-

Tabelle 5.9: Reglerparameter zur Regelung der Prozesstemperatur

In weiterer Folge werden die Ergebnisse diverser Versuche zur experimentellen Verifikation

der Temperaturregelungen im Flüssigkeitskreislauf und im Reaktor gezeigt. Es wurden Versuche zu einem geregelten Aufheizvorgang des Mediums im Medientank, zur Regelung der Temperatur am Reaktorkopf sowie zur Regelung der Temperatur am Reaktorkopf unter Einwirkung der Störgrößen \dot{m}_{fM} und \dot{m}_P durchgeführt. Im Zuge der Durchführung des Versuchs zur Regelung der Temperatur am Reaktorkopf wurde festgestellt, dass eine Temperaturregelung im Reaktor, wie bereits eingangs erwähnt, nicht notwendig ist. Die Temperaturregelung im Reaktor wurde nach den zuvor gewonnenen Erkenntnissen daher nicht mehr getestet.

Geregelter Aufheizvorgang des Mediums im Medientank

In einem ersten Experiment wurde ein Sollwertsprung, ausgehend von einer eingeschwungenen Temperatur von knapp unter $T_{M,ist} = 25\text{ °C}$, auf $T_{M,soll} = 30\text{ °C}$ vorgegeben. Die sich dabei ergebenden Verläufe von $T_{M,ist}$ sowie der vom Regler vorgegebenen Stellgröße P_{Heiz} sind in Abbildung 5.18 dargestellt. Der Sollwert $T_{M,soll}$ ist rot dargestellt. Der Istwert $T_{M,ist}$ im oberen sowie die Stellgröße P_{Heiz} im unteren Diagramm sind blau dargestellt.

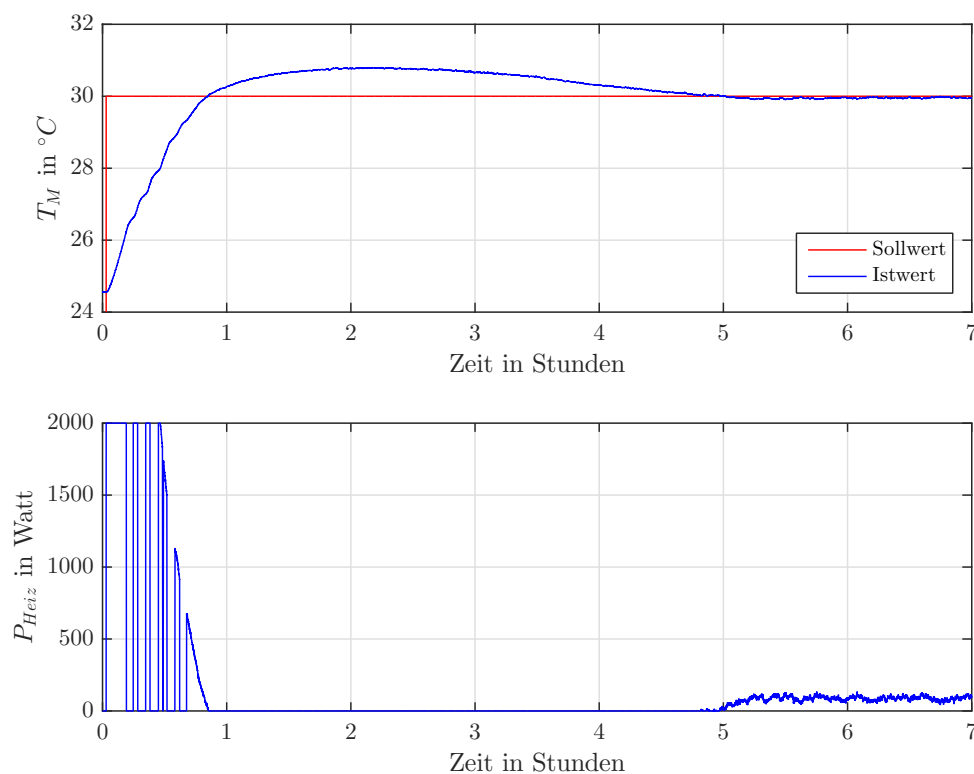


Abbildung 5.18: Geregelter Aufheizvorgang des Mediums im Medientank auf $T_{M,soll} = 30\text{ °C}$

Das Medium wird ausgehend von einer Temperatur knapp unter $T_{M,ist} = 25\text{ °C}$ aufgeheizt. Nach etwa 45 Minuten wird der Sollwert erreicht, worauf es zu einem Überschwingen von etwa $0,8\text{ °C}$ kommt. Aufgrund der thermischen Speicherfähigkeit des Medientanks und der

geringen Verluste an die Umgebung, vergehen vom ersten Erreichen des Sollwertes bis zum Erreichen des eingeschwungenen Zustandes knapp vier Stunden.

Die Strecke weist ein charakteristisches PT2-Verhalten auf. Dies lässt sich durch die beiden Wärmespeicher Edelstahlbehälter und Flüssigkeit begründen. Das Überschwingen könnte durch Verringerung beider Reglerparameter auf Kosten der Aufheizzeit reduziert werden. Dies ist jedoch nicht erforderlich, da ein Überschwingen in dieser Größenordnung keine Gefahr für die Bakterien darstellt. Zudem wird im kontinuierlichen Betrieb durch das Einbringen von kühlem, frischem Medium ein Überschwingen in dieser Größenordnung verhindert. Der Stellgrößenverlauf zeigt in den ersten 45 Minuten einen phasenweise abrupten Rückgang auf 0 W. Die Ursache hierfür liegt an dem in Abschnitt 3.5.2 beschriebenen Sicherheitsmechanismus zur Vermeidung einer zu hohen Temperatur des Heizmantels.

Regelung der Medientemperatur am Reaktorkopf $T_{M,RK}$

Bei aktiver Flüssigkeitszirkulation mit $\dot{m}_{MP} = 260 \text{ kg/h}$, wurde aus einem eingeschwungenen Zustand mit $T_M \approx 33,4^\circ\text{C}$ und $T_{M,RK} \approx 32,9^\circ\text{C}$ ein Sollwertsprung auf $T_{M,RK,soll} = 34,5^\circ\text{C}$ durchgeführt. Abbildung 5.19 zeigt die Temperaturverläufe von T_M sowie $T_{M,RK}$ und die Stellgröße P_{Heiz} des Heizmantels.

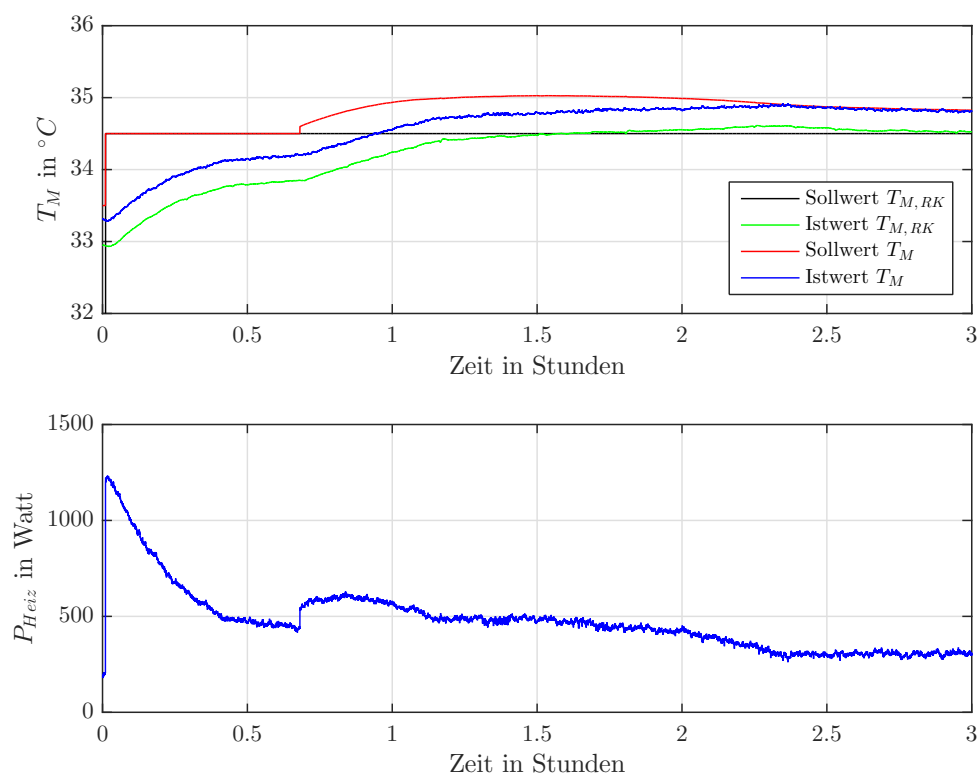


Abbildung 5.19: Regelung von $T_{M,RK}$ nach der Regelungsstrategie aus Abbildung 5.17

Nach ca. 0,75 Stunden kommt es gemäß Gleichung (5.68) zum Aktivieren vom äußeren Regler was auch im Verlauf des Sollwertes von T_M beobachtet werden kann. Es gilt zudem

für die Stellgröße von *Regler* $T_{M, RK}$, welche sich aus P- und I-Anteil zusammensetzt:

$$T_{M, soll} = u_{P, T_{M, RK}} + u_{I, T_{M, RK}} \quad (5.70)$$

Der I-Anteil der Stellgröße wird bei der Initialisierung des Reglers auf $u_{I, T_{M, RK}} = T_{M, RK, soll}$ gesetzt. Die Unstetigkeit in der Stellgröße nach ca. 0,75 Stunden ist schließlich auf den P-Anteil $u_{P, T_{M, RK}}$ zurückzuführen. Durch Berücksichtigung eines stofffreien Umschaltens könnte diese Unstetigkeit vermieden werden. In diesem Fall würde beim Zeitpunkt der Initialisierung der I-Anteil auf $u_{I, T_{M, RK}} = T_{M, RK, soll} - u_{P, T_{M, RK}}$ gesetzt werden. Darauf wurde in diesem Fall verzichtet, da es keine negativen Auswirkungen auf das Systemverhalten nach sich zieht. Nach ca. 2,5 Stunden geht der Istwert von $T_{M, RK}$ mit zuvor minimalem Überschwingen in den eingeschwungenen Zustand über.

Während dieses Experiments wurde auch der Temperaturverlauf der Reaktortemperatur T_R aufgezeichnet. In Abbildung 5.20 ist dieser Verlauf zu sehen. Dieser Temperaturverlauf kommt wohlgerne ohne Zutun der Temperaturregelung des Reaktors zustande. Wie bereits eingangs erwähnt, könnte auf die Temperaturregelung im Reaktor verzichtet werden, wie auch dieser Verlauf zeigt. Bei solch niedrigen Prozesstemperaturen (30 °C bis 40 °C) ist der Temperaturverlust des Reaktors an die Umgebung offensichtlich vernachlässigbar gering und kann durch die Regelung von T_M ausreichend kompensiert werden. Die Ursache des charakteristischen, gezackten Temperaturverlaufs liegt am Einbringen des Mediums über ein Sprühwerk mit sehr geringer Drehzahl. Es gibt einige Öffnungen im Sprühwerk, durch die ein Sprühnebel in den Reaktor und somit auf die darin enthaltenen Füllkörper eingebracht wird. In weiterer Folge beginnt die eingebrachte Flüssigkeit langsam über die Füllkörper zu rieseln. Aufgrund des sich sehr langsam drehenden Sprühwerks rieselt nicht an jeder Stelle und zu jeder Zeit gleich viel Flüssigkeit über die Füllkörper. Der Sensor wird ebenfalls nicht permanent mit der eingebrachten Flüssigkeit „berieselt“. Daher kommt es zu dem in Abbildung 5.20 charakteristischen Temperaturverlauf.

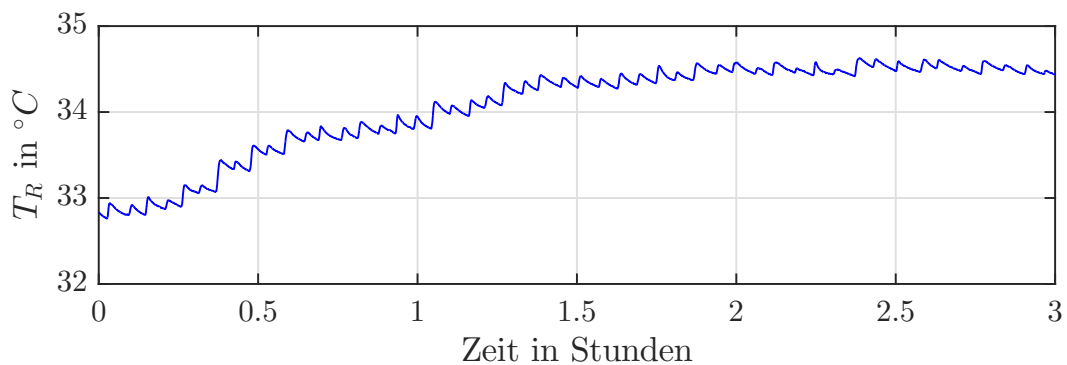


Abbildung 5.20: Temperaturverlauf im Reaktor

Regelung der Medientemperatur am Reaktorkopf $T_{M,RK}$ unter Einwirkung von Störgrößen im Medientank

Dieses Experiment dient zur Verifikation der Regelungsstrategie im Flüssigkeitskreislauf unter Einwirkung von Störgrößen im Medientank. Es wurde mit aktiver Flüssigkeitszirkulation mit einem Massenstrom von $\dot{m}_{MP} = 260 \text{ kg/h}$ durchgeführt. In Abbildung (5.21) sind die Temperaturverläufe von T_M und $T_{M,RK}$ sowie die Stellgrößenverläufe des Heizmantels am Medientank und die Verläufe der ein- und austretenden Massenströme beim Medientank dargestellt.

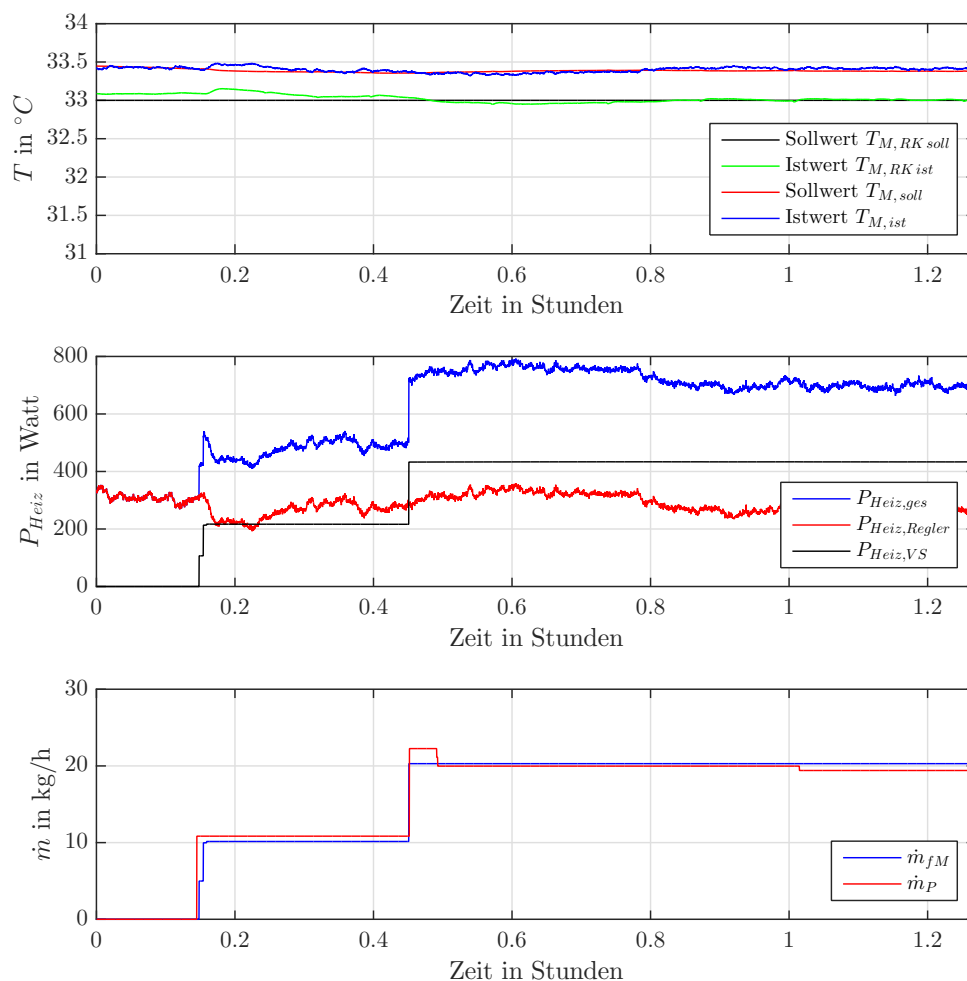


Abbildung 5.21: Ergebnisse des Experiments zur Verifikation der Regelungsstrategie im Flüssigkeitskreislauf unter Einwirkung von Störgrößen

Der Istwert von $T_{M,RK}$ befindet sich im nahezu eingeschwungenen Zustand bei einem Wert von $T_{M,RK} \approx 33^{\circ}\text{C}$. Man erkennt, dass die Stellgröße $P_{\text{Heiz,ges}}$ zunächst mit der vom Regler vorgegeben Stellgröße ident ist (da $\dot{m}_{fM} = 0 \text{ kg/h}$). Nach dem Verstreichen

von ca. 0,17 Stunden wird frisches Medium mit einem Massenstrom vom $\dot{m}_{fM} = 10 \text{ kg/h}$ in den Medientank eingebracht. In etwa gleichviel wird über die Produktpumpe mit dem Massenstrom \dot{m}_P entnommen. Ab diesem Zeitpunkt wird aufgrund von \dot{m}_{fM} die Vorsteuerung aktiv und trägt durch $P_{Heiz,VS}$ neben $P_{Heiz,Regler}$ einen Teil zur gesamten Stellgröße $P_{Heiz,ges}$ bei. Ein Abkühlen von $T_{M,RK}$ durch \dot{m}_{fM} wird mit Hilfe der Vorsteuerung unterbunden. $P_{Heiz,VS}$ dient ausschließlich zur Störgrößenkompensation, wobei $P_{Heiz,Regler}$ nach wie vor die Verluste an die Umgebung sowie etwaige Ungenauigkeiten der statischen modellbasierten Vorsteuerung kompensiert. Nach ungefähr 0,45 Stunden werden \dot{m}_{fM} und \dot{m}_P verdoppelt, was mit unmittelbaren Auswirkungen auf $P_{Heiz,VS}$ und somit auch $P_{Heiz,ges}$ einhergeht. Wiederum verhindert die Vorsteuerung ein zu starkes Abkühlen von $T_{M,RK}$. Betrachtet man in beiden Fällen den Verlauf von $P_{Heiz,Regler}$, ist ebenfalls zu erkennen, dass der Regler den durch die Vorsteuerung ermittelten Anteil $P_{Heiz,VS}$ kaum korrigieren muss. Dies lässt auf einen adäquaten Zusammenhang zwischen dem in der Vorsteuerung gewählten Ansatz und den tatsächlich vorherrschenden physikalischen Bedingungen schließen.

Kapitel 6

Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde die Regelung und Automatisierung einer Gasfermentationsanlage zur Homoacetogenese behandelt. Einleitend wurden zugrundeliegende biotechnologische Grundlagen sowie die prinzipielle Funktions- und Betriebsweise einer solchen Gasfermentationsanlage dargestellt. Danach wurden die Anforderungen an das Betriebsverhalten der Anlage definiert, aus der sich in weiterer Folge die Aufgabenstellungen an die Regelung und Automatisierung ableiten ließen.

Zur Beschreibung der Automatisierungs- und Regelungsaufgaben wurden einleitend vier Betriebszustände der Anlage definiert, die Einfluss auf die Prozessinstrumentierung sowie die Softwareentwicklung nehmen. Bei den vier Betriebszuständen handelt es sich um die Inertisierung, die Immobilisierung der Bakterien, das Hochfahren und den kontinuierlichen Betrieb der Anlage. Im kontinuierlichen Betrieb muss die Anlage in der Lage sein, die prinzipielle Funktions- und Betriebsweise, unter Berücksichtigung der Anforderungen an das Betriebsverhalten, vollständig geregelt zu erfüllen. In weiterer Folge wurden die Regelungsaufgaben mit der für deren Umsetzung erforderlichen Prozessinstrumentierung beschrieben. Zur besseren Übersicht wurden die Regelungsaufgaben drei Bereichen (Gaskreislauf, Flüssigkeitskreislauf, Prozesstemperatur) zugeordnet. Aufgrund zahlreicher physikalischer bzw. chemischer Größen die messtechnisch zu erfassen sind, wurde der Messtechnik ein eigener Abschnitt gewidmet. Hierbei wurde der Messung des Normvolumenstromes und dessen Zusammensetzung in der Gasrezirkulationsleitung besonderes Augenmerk geschenkt. Dies war notwendig, da die Ermittlung des Normvolumenstromes, respektive die Ermittlung der Normvolumenströme der einzelnen Gasbestandteile in der Gasrezirkulationsleitung, essentiell für die Regelung des dem Reaktor zugeführten Substrats ist. Neben einer kurzen Übersicht über die verwendeten Aktuatoren wurde auch noch auf sicherheitskritische Aspekte aufgrund des Einsatzes von Wasserstoff und diverser zu überwachender Prozessgrößen näher eingegangen.

Nach der Beschreibung der Automatisierungs- und Regelungsaufgaben wurde der Basisautomatisierung der Anlage ein kurzes Kapitel gewidmet. In diesem wurde zunächst auf die verwendete Mess- und Steuerhardware (SPS) sowie auf die Entwicklung eines Schaltschranks eingegangen. Neben der Entwicklung geeigneter Hardware erfolgte die Entwick-

lung einer modularen und wartbaren Software zur Anlagensteuerung. Es wurde eine Bediensoftware mit grafischer Benutzeroberfläche sowie eine auf der SPS implementierte Steuerungssoftware entwickelt. Aufgrund der hohen Komplexität der auf der SPS implementierten Software, wurde der Softwarearchitektur ein kurzer Abschnitt gewidmet.

Ein zentrales Thema der Arbeit war der Reglerentwurf für die verschiedenen Regelungsaufgaben. Hierbei wurde zunächst auf die Regelung der Prozessparameter des dem Reaktor zugeführten Substrats eingegangen. Nach der Herleitung eines mathematischen Streckenmodells, das in weiterer Folge zu Simulationsstudien eingesetzt wurde, wurde die Regelungsstrategie zu dieser Aufgabe vorgestellt. Diese besteht grundlegend aus einer statischen modellbasierten Vorsteuerung, die von PI-Reglern mit Antiwindup-Maßnahme unterstützt wird. Die entwickelte Regelungsstrategie wurde anschließend in Simulationsstudien bei vorangehender empirischer Ermittlung der Reglerparameter verifiziert. Aufgrund der Resultate wird empfohlen, diese Regelungsstrategie an der Anlage einzusetzen und experimentell zu verifizieren.

In weiterer Folge wurde ein Vorschlag zur Regelung des Druckes im Gaskreislauf sowie zur Regelung des pH-Wertes und des Füllstandes im Medientank gemacht. Für die Regelung des pH-Wertes und des Füllstandes im Medientank wurde wiederum ein mathematisches Modell hergeleitet sowie eine Regelungsstrategie, bestehend aus einer statischen modellbasierten Vorsteuerung unterstützt durch PI-Regler, vorgestellt. Anschließend erfolgte eine empirische Ermittlung der Reglerparameter sowie eine Verifikation der Regelung mit Hilfe von Simulationsstudien. Nach zufriedenstellenden Resultaten in den Simulationsstudien wurde die entwickelte Regelungsstrategie zur Regelung des pH-Wertes und Füllstandes im Medientank auf der SPS implementiert und schließlich experimentell an der Anlage verifiziert. Die experimentelle Verifikation lieferte zufriedenstellende Ergebnisse.

Abschließend wurde auf die Regelung der Prozesstemperatur eingegangen. Hierfür wurden drei unabhängige Regler entworfen, deren grundlegende Regelungsstrategie jedoch auf dem selben Prinzip basiert. Die Regelung zur Prozesstemperatur wird im Reaktor durch Regelung der Temperatur im Reaktorinnenraum, im Flüssigkeitskreislauf durch Regelung der Medientemperatur im Medientank und in weiterer Folge am Reaktorkopf sowie im Gaskreislauf durch Regelung der Flüssigkeitstemperatur in der Mischkammer durchgeführt. Die Temperaturregelung im Flüssigkeitskreislauf wurde aufgrund relevanter, bekannter Störgrößen um eine statische modellbasierte Vorsteuerung erweitert. Um eine gewünschte Temperatur am Reaktorkopf besser regeln zu können, wurde die Temperaturregelung im Flüssigkeitskreislauf zusätzlich um einen kaskadierten Regelkreis erweitert, der den Sollwert für die Temperatur im Medientank vorgibt. Die entwickelten Regelungen wurden experimentell verifiziert, wobei eine Verifikation der Temperaturregelung in der Mischkammer nicht durchgeführt wurde. In den Experimenten zeigte sich, dass eine Temperaturregelung im Reaktor aufgrund seiner hohen Isolationswirkung und des relativ niedrigen Temperaturbereichs (30 °C bis 40 °C) nicht zwingend notwendig wäre. Die Temperaturregelung im Flüssigkeitskreislauf wurde umfassend an der Anlage getestet und lieferte sehr zufriedenstellende Resultate.

Literaturverzeichnis

- [1] BÜHLER TECHNOLOGIES: *Messgaspumpen P2.x ATEX*. DD420009, April 2017
- [2] BLUESSENS: *Data Sheet BCP-CO₂*. https://www.bluesens.de/fileadmin/Daten-Redaktion/pdf/downloads/Datenblatt_BCP-CO2.pdf. – Abgerufen am 31.05.2018
- [3] BLUESSENS: *Data Sheet BCP-H₂*. https://www.bluesens.de/fileadmin/Daten-Redaktion/pdf/downloads/Datenblatt_Sensor_BCP-H2.pdf. – Abgerufen am 31.05.2018
- [4] BLUESSENS: *Data Sheet BCP-O₂*. https://www.bluesens.de/fileadmin/Daten-Redaktion/pdf/downloads/Datenblatt_BCP-O2.pdf. – Abgerufen am 31.05.2018
- [5] BÜRKERT: *Massendurchflussregler für Gase (MFC) - 8626*. Version: N, Juli 2017
- [6] BÜRKERT: *Massendurchflussregler für Gase (MFC) - 8711*. Version: K, Juli 2017
- [7] BÜRKERT: *2/2-Wege-Proportionalventil - 2871*. Version: G, September 2017
- [8] BÜRKERT: *Ansteuerelektronik für Proportionalventile - 8605*. Version: H, September 2017
- [9] BROOKS INSTRUMENT: *Brooks[®] SLA5800 Series*. X-TMF-SLA5800-Series-RevB-MFC-eng, Jänner 2017
- [10] BROOKS INSTRUMENT: *BROOKS Smart - Serie Massedurchflussmesser (TMF)*. 541-F-AAA-Rev.F, September 2000
- [11] CARLO LOYSCH: *Einschraubheizkörper*. EinschraubHK 04/11 - 1/1
- [12] CHARLES E. MORTIMER, ULRICH MÜLLER: *Chemie - Das Basiswissen der Chemie*. 9. Thieme, 2006
- [13] CHEMIE.DE: *Fischer-Tropsch-Synthese*. <http://www.chemie.de/lexikon/Fischer-Tropsch-Synthese.html>. – Abgerufen am 16.04.2018
- [14] CHEMIE.DE: *Wasserstoff*. <http://www.chemie.de/lexikon/Wasserstoff.html>. – Abgerufen am 14.04.2018

- [15] ELECTROTHERM: *Widerstandsthermometer mit Steckverbinder und Messumformer - Baureihe 406*, April 2014
- [16] EMERSON: *Rosemount™ 2051 Pressure Transmitter*. 00813-0100-4101, Rev MA, Februar 2017
- [17] EMERSON: *Rosemount 3101, 3102 and 3105*. 00813-0100-4840, Rev DB, July 2014
- [18] EMERSON: *Rosemount 2120*. 00809-0105-4030, Rev EA, November 2012
- [19] FUNGMIN LIEW, MICHAEL E. MARTIN, RYAN C. TAPPEL, BJÖRN D. HEIJSTRA: *Gas Fermentation - A Flexible Platform for Commercial Scale Production of Low-Carbon-Fuels and Chemicals from Waste and Renewable Feedstocks*. Bd. 7. *Frontiers in Microbiology*, 2016. – Artikel-Nr. 694
- [20] GREENER INDUSTRY: *The Monsanto process*. <http://www.greener-industry.org.uk/pages/ethanoicAcid/6ethanoicAcidPM2.htm>. – Abgerufen am 24.05.2018
- [21] JÖRG HOFFMANN: *Taschenbuch der Messtechnik*. 6. Hanser, 2010
- [22] MARKO BURKHARDT, GÜNTER BUSCH: *Methanation of hydrogen and carbon dioxide*. Bd. 111. *Applied Energy*, 2013. – 74–79 S.
- [23] METTLER-TOLEDO AG: *Multiparameter-Transmitterserie M300 für pH / Redox, gelösten Sauerstoff, Leitfähigkeit und Ozon*, Juni 2016
- [24] METTLER-TOLEDO AG: *Baureihe InPro 3250® und InPro® 3250SG*, Mai 2015
- [25] NATIONAL INSTRUMENTS: *Specifications - NI cRIO-9035*. 376935C-02, August 2016
- [26] PAULINE DORAN: *Bioprocess Engineering Principles*. 2. Elsevier, 2013
- [27] STEPHEN W. RAGSDALE, ELIZABETH PIERCE: *Acetogenesis and the Wood-Ljungdahl pathway of CO₂ fixation*. Bd. 1784. *Biochimica et Biophysica Acta*, 2008. – 1873–1898 S.
- [28] TECSIS: *PT Compact*. DD 1127 j, Jänner 2014
- [29] VERDER: *Gehäuse-Schluchpumpe*. 1.0v-07/2016
- [30] VIVEK V. RANADE, RAGHUNATH V. CHAUDHARI, PRASHANT R. GUNJAL: *Trickle Bed Reactors*. Elsevier, 2011
- [31] WATSON-MARLOW: *504U/RL*. 504u-gb-04.pdf
- [32] WATSON-MARLOW: *505U*. 505u-gb/3
- [33] WATSON-MARLOW: *Watson-Marlow 520U IP31 pumps*. m-520u-ip31-gb-02