

# **Einführung eines kognitiven digitalen Zwillings für einen industriellen dynamischen Crossflowfiltrationsprozess**

Zur Erlangung des akademischen Grades eines  
**DOKTORS DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN (DR.-ING.)**

von der KIT-Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik  
des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)  
genehmigte

## **DISSERTATION**

von  
**Matthias Heusel, M.Sc.**

Erstgutachter:                           apl. Prof. Dr.-Ing. Matthias Franzreb  
Zweitgutachter:                         Prof. Dr.-Ing. Hermann Nirschl  
Tag der mündlichen Prüfung:         20. Juni 2025

Diese Forschungsarbeit ist Teil des Projekts „Intensivierung von Separationsprozessen in der Lebensmittelindustrie durch Digitale Zwillinge und intelligente Prozesskontrolle“ (InSeLDiP). Die Förderung des Vorhabens erfolgte aus Mitteln des Bundesministeriums für Ernährung und Landwirtschaft (BMEL) aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages. Die Projektträgerschaft erfolgte über die Bundesanstalt für Landwirtschaft und Ernährung (BLE) im Rahmen des Programms zur Innovationsförderung.

„Mehr als die Vergangenheit interessiert mich die Zukunft [...].“

– *Albert Einstein* (1879–1955)

# Danksagung

Zunächst danke ich meinem Erstbetreuer apl. Prof. Dr.-Ing. Matthias Franzreb. Vielen Dank für das angebotene Thema zur Promotion und die fachliche Unterstützung in diesem Projekt der Superlative.

Prof. Dr.-Ing. Hermann Nirschl sei für die unkomplizierte Übernahme des Zweitgutachtens und die zeitnahe Verfügbarkeit zum Gespräch gedankt.

Für die Koordination des Projekts und ihre interessierten Fragen in Projektbesprechungen danke ich Prof. Dr. Sonja Berensmeier.

Weiterhin danke ich den Herren der Andritz Separation GmbH um Gunnar Grim, Joel Rauhut, Josef Lorenzer, Markus Freiberg und Maximilian Stahl. Mit ihrem hohen Anspruch und ihren kritischen Anmerkungen haben sie den Erfolg des Projekts stets im Blick gehabt.

Matteo Bagnoli danke ich für die Offenheit für das Forschungsvorhaben und die Bereitschaft Prozessanpassungen im realen Produktionsbetrieb zu ermöglichen. Es freut mich, dass der Digitale Zwilling weiterhin in Italien im Einsatz ist.

Den betreuten Studenten danke ich für ihre Beiträge zu dieser Arbeit. Den Kolleginnen und Kollegen am Institut danke ich für die freundliche Atmosphäre und für das Verständnis, dass meine Forschung größtenteils nicht im Labor stattgefunden hat.

Den größten Dank spreche ich abschließend meiner Familie für alles aus.

# Kurzfassung

Die dynamische Crossflowfiltration (DCF) ist Stand der Technik für die mechanische Fest-Flüssig-Separation von Biomolekülen von viskosen, sensitiven und allgemein schwierig prozessierbaren Feedströmen in der lebensmittel-, biotechnologischen und verfahrenstechnischen Industrie. Durch rotierende Membranscheiben erlaubt die DCF die Erzeugung hoher Retentatkonzentrationen bei niedrigem Energiebedarf. Die Prozess- und Reinigungsparameter werden in industriellen Anlagen bisher jedoch meist einmalig definiert und es werden Standardrezepte zum Fahren der Produktionen angewandt. Das Potenzial der Prozesse in Bezug auf optimale Prozessbedingungen wird deshalb nicht ausgeschöpft. Gleichzeitig führen die prozessierten, natürlichen Feedströme durch ihre von Batch zu Batch variierenden Filtrationseigenschaften zu ständig wechselnden Anforderungen an die Prozessführung, denen bisher nur mit viel Erfahrung und Prozesswissen der Anlagenführer erfolgreich begegnet werden kann. Vielfach verfügbare Daten aus den Produktionsanlagen bleiben ungenutzt, obwohl sie wertvolle Informationen zu Prozessen und Materialien enthalten.

Deshalb wurde ein kognitiver digitaler Zwilling (DT) zur Echtzeitoptimierung einer industriell bereits bestehenden DCF-Anlage entwickelt. Der Kern des DT ist ein kombiniert mechanistisch-empirisches Prozessmodell, das die physikalischen Aspekte der Membranfiltration wie den druckgetriebenen Fluss durch das poröse Medium, die Deckschicht- und Porenverblockung sowie die existierenden Regelungsmechanismen der Filtrationsanlage wie Wechsel von fluss- zu druckkontrolliertem Filtrationsmodus, Membranrückspülung und pulsierenden Retentataustrag abbildet. Zunächst aufbauend auf den grundlegenden Gleichungen der Filtration wurde das Prozessmodell mithilfe aus historischen, industriellen Prozessdaten sowie im Forschungslabor mittels Extremwertexperimenten am DCF-System im Kleinmaßstab gewonnener empirischer Korrelationen und qualitativer Erkenntnisse umfangreich präzise ausgestaltet und zur Kalibrierung der mechanistischen Anteile notwendige Parametergrößen identifiziert.

Ein Ansatz der modellbasierten, statistischen Versuchsdurchführung wurde gewählt, um den Einfluss der Variation des Prozessparameters Permeatflussrate und der Feedeigenschaft Feststoffkonzentration auf die Produktivität auszuwerten. Basierend auf den Daten der Modellsimulationen wird ein datengetriebenes Metamodell in Form einer Regressionsoberfläche trainiert

und damit die Berechnung der optimalen Permeatflussrate während der Produktionsläufe in Echtzeit ermöglicht. Den Rahmen des DT bildet ein zyklisch durchlaufendes Programm, das bidirektional mit der physischen DCF-Anlage kommuniziert. Ein Softwaresensor wird verwendet, um die Zulaufkonzentration aus dem aktuellen Drehmoment abzuleiten. Anschließend wird das datengetriebene Metamodell zur Berechnung der optimalen Permeatflussrate für die aktuelle Feedzusammensetzung verwendet. Das Modell wird laufend validiert, indem der aktuelle reale Wert des Transmembrandrucks (TMP) mit dem simulierten Wert verglichen wird. Im Falle einer signifikanten Abweichung werden entscheidende, vorab definierte Modellparameter angepasst. Die modellbasierte, statistische Versuchspараметerexploration muss nicht erneut durchgeführt werden, da diese Modellparameter bereits in dem Regressionsmetamodell integriert sind. Der Metamodellansatz funktioniert sowohl bei Abweichungen im Anfahrverhalten der Anlage als auch unter wechselnden Filtrationseigenschaften der Zulaufsusensionen, sodass dem DT eine robuste Vorhersage der optimalen Permeatflussrate für die Produktionsläufe mit biologischen Feedströmen bescheinigt werden kann. Für die Studie der Prozessoptimierung werden 24 industrielle Produktionsläufe aus der Filtration von Süßmosttrub der Jahre 2022 und 2023 verwendet. Nach der Implementierung des DT auf der Produktionsanlage konnte eine Steigerung der mittleren Produktivität von 15 % über die Verarbeitungskampagne des Jahres 2023 festgestellt werden.

Um eine Flexibilität der Anpassung des Modellkollektivs an neue und wechselnde Prozessbedingungen zu erreichen, wurde der DT um einen selbstlernenden Algorithmus ergänzt. Der aus den aktuell anfallenden Produktionsdaten lernende Algorithmus baut auf mechanistisches Wissen über die Bedeutung spezifischer Modellparameter in verschiedenen Phasen des Filtrationsprozesses und ermöglicht den Batch-inkrementellen Zuschnitt des Prozessdynamikmodells auf verschiedene biologische Feedströme. Am Ende jedes Produktionslaufs werden dazu die veränderten Modellparameter prozentual mit den vorherig gültigen Modellparametern verrechnet und in einer Modellparameterdatenbank gespeichert. Der Lernalgorithmus wurde *in silico* mit Produktionsdaten, die mithilfe des Prozessmodells selbst erzeugt wurden, getestet und es ist eine gute Konvergenz des Algorithmus innerhalb von fünf Produktionsläufen zu vermelden. Darüber hinaus wurde der DT mit Lernalgorithmus während der industriellen Produktionskampagnen von November 2022 bis Mai 2024 der Weinverarbeitung auf die Anpassungsfähigkeit des enthaltenen Prozessdynamikmodells auf die beträchtlich in ihren Filtrationseigenschaften variierenden Feedströme Rotweintrub, Weißweintrub und Süßmosttrub getestet. Eine Verbesserung der prädiktiven Fähigkeit des TMP durch das Prozessmodell von mindestens 50 % nach drei Produktionsläufen zeigt den Nutzen des Lernalgorithmus für eine autonome Modellanpassung innerhalb des DT.

Das präsentierte Konzept des DT stellt ein einfaches Beispiel einer Umsetzung einer automatischen Prozessoptimierung für einen industriell bestehenden Prozess auf Basis eines hybriden, selbstlernenden Prozessmodells dar. Die mechanistische Natur des Prozessmodells erlaubt die Anwendung des kognitiven DT für viele Feedströme und Apparategrößen im Bereich der DCF. Sofern Prozessmodelle auf Basis von mechanistischem Prozesswissen oder ausreichend großen, variablen Prozessdatensätzen zur Verfügung stehen, ist eine Anwendung des kognitiven DT über die DCF hinaus ebenfalls realistisch.

# Abstract

Dynamic crossflow filtration (DCF) is the state-of-the-art technology for the mechanical solid-liquid separation of biomolecules from viscous, sensitive, and generally difficult-to-process feed streams in the food, biotechnology, and process engineering industries. Rotating membrane disks allow DCF to achieve high retentate concentrations at low energy consumption. However, the process and cleaning parameters in industrial plants are usually defined once and standard recipes are applied to run the productions. The potential of the processes in terms of optimum process conditions is therefore not fully exploited. At the same time, the processed, natural feed streams lead to constantly changing process control requirements due to their varying filtration properties from batch to batch, which can only be met with a lot of experience and process knowledge from the plant operators. Much of the data from the production plants remains unused, even though it contains valuable information on processes and materials.

For this reason, a cognitive digital twin (DT) has been developed to optimize an existing industrial DCF system in real time. The core of the DT is a combined mechanistic-empirical process model that represents the physical aspects of membrane filtration such as the pressure-driven flow through the porous medium, the cake and pore blockage as well as the existing control mechanisms of the filtration system such as switching from flow-controlled to pressure-controlled filtration mode, membrane backflushing and pulsating retentate discharge. Initially based on the fundamental equations of filtration, the process model was extensively and precisely developed with the help of historical, industrial process data as well as empirical correlations and qualitative findings obtained in the research laboratory using extreme value experiments on the DCF system on a small scale, and the parameter variables required to calibrate the mechanistic components were identified.

A model-based, statistical experimentation approach was chosen to evaluate the influence of the variation of the process parameter permeate flow rate and the feed property solids concentration on productivity. Based on the data from the model simulations, a data-driven metamodel is trained in the form of a regression surface, thus enabling the calculation of the optimum permeate flow rate during the production runs in real-time. The framework of the DT is a cyclically running program that communicates bidirectionally with the physical

DCF system. A software sensor derives the feed concentration from the current torque. The data-driven metamodel is then used to calculate the optimum permeate flow rate for the current feed composition. The model is continuously validated by comparing the actual value of the transmembrane pressure (TMP) with the simulated value. In case of a significant deviation, decisive, pre-defined model parameters are adjusted. The model-based, statistical parameter exploration does not have to be carried out again, as these model parameters are already integrated into the regression metamodel. The metamodel approach works with deviations in the start-up behavior of the system and under changing filtration properties of the feed suspensions so that the DT can be certified as a robust prediction of the optimum permeate flow rate for the production runs with biological feed streams. For the process optimization study, 24 industrial production runs from the filtration of sweet must lees from the years 2022 and 2023 are used. After implementing the DT on the production site, an increase in mean productivity of 15% over the 2023 processing campaign was observed.

To achieve flexibility in adapting the model collective to new and changing process conditions, a self-learning algorithm was added to the DT. The algorithm, which learns from the current production data, is based on mechanistic knowledge about the relevance of specific model parameters in different phases of the filtration process and enables the batch-incremental tailoring of the process dynamics model to different biological feed streams. At the end of each production run, the changed model parameters are proportionally offset against the previously valid model parameters and saved to a model parameter database. The learning algorithm was tested in silico with production data generated using the process model itself and good convergence of the algorithm was reported within five production runs. In addition, the DT with learning algorithm was assessed during the industrial production campaigns of wine processing from November 2022 to May 2024 for the adaptability of the included process dynamics model to the feed streams of red wine lees, white wine lees, and sweet must lees, which vary considerably in their filtration properties. An improvement of the predictive ability of the TMP by the process model of at least 50% after three production runs shows the benefit of the learning algorithm for autonomous model adaptation within the DT.

The presented concept of the DT is a simple example of an implementation of an automatic process optimization for an industrially existing process based on a hybrid, self-learning process model. The mechanistic nature of the process model allows the application of the cognitive DT for many feed streams and machine types in the area of DCF. If process models based on mechanistic knowledge or sufficiently large, variable process data sets are available, an application of the cognitive DT beyond DCF is equally realistic.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1 Motivation und Ziel</b>	<b>1</b>
<b>2 Grundlagen und Stand der Forschung</b>	<b>3</b>
2.1 Dynamische Crossflowfiltration (DCF) . . . . .	3
2.1.1 Funktionsprinzip . . . . .	3
2.1.2 Apparate . . . . .	7
2.1.3 Anwendungsfall Weinherstellung . . . . .	11
2.2 Modellierung von Filtrationsprozessen . . . . .	16
2.2.1 Grundlagen der Modellierung von (Bio-)Prozessen . . . . .	16
2.2.2 Mechanistische Filtrationsmodellierung . . . . .	20
2.2.3 Hybride Filtrationsmodellierung . . . . .	23
2.2.4 Metamodelle . . . . .	24
2.2.5 Modelltransfer über Prozesse . . . . .	25
2.3 Digitale Zwillinge (DTs) in der (bio-)chemischen Industrie . . . . .	27
2.3.1 Konzepte und Anforderungen . . . . .	27
2.3.2 Anwendungsfälle . . . . .	30
<b>3 Materialien und Methoden</b>	<b>32</b>
3.1 Industrielle Produktion mit Vierwellen-DVF . . . . .	32
3.1.1 Anlagenaufbau und Produktionsdurchführung . . . . .	32
3.1.2 Produktionsvariation und Optimierungsrahmen . . . . .	36
3.1.3 Datenvorverarbeitung und Produktionsauswertung . . . . .	37
3.2 Laborversuche mit Einscheiben-DVF . . . . .	38
3.2.1 Anlagenaufbau und Versuchsdurchführung . . . . .	38
3.2.2 Datenauswertung . . . . .	45
3.3 Rheologische Feedcharakterisierung . . . . .	46
<b>4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell</b>	<b>47</b>
4.1 Datenbeschreibung . . . . .	47

## Inhaltsverzeichnis

4.2	Modellbildung . . . . .	52
4.2.1	Struktur . . . . .	52
4.2.2	Funktionen . . . . .	64
4.3	Modellparameteridentifikation . . . . .	69
4.3.1	Konzentrations-Drehmoment-Korrelation . . . . .	69
4.3.2	Retentatventilmodell . . . . .	80
4.3.3	Filtrationswiderstände . . . . .	82
4.4	Modellvalidierung . . . . .	86
4.4.1	Softwarestruktur . . . . .	86
4.4.2	Validierungsergebnisse . . . . .	87
4.5	Modellqualität . . . . .	89
<b>5</b>	<b>Digitaler Zwilling (DT) zur Prozessoptimierung</b>	<b>93</b>
5.1	Überblick . . . . .	93
5.2	Softwaresensor . . . . .	94
5.3	Regressionsmetamodell . . . . .	94
5.3.1	Methode . . . . .	95
5.3.2	Ergebnisse . . . . .	96
5.4	Algorithmus des DT . . . . .	99
5.4.1	Ablaufplan . . . . .	99
5.4.2	Softwaretechnische Umsetzung . . . . .	101
5.5	Anwendung bei Süßmosttrubfiltrationskampagnen 2022 und 2023 . . . . .	103
5.5.1	Auswertung ausgewählter Einzelversuche . . . . .	103
5.5.2	Auswertung der Produktivität über die Filtrationskampagnen . . . . .	108
5.6	Diskussion der allgemeinen Anwendbarkeit des DT . . . . .	109
<b>6</b>	<b>Inkrementeller Lernalgorithmus</b>	<b>111</b>
6.1	Konzept des inkrementellen Lernens . . . . .	111
6.1.1	Optimierungsalgorithmus aus Darcy . . . . .	111
6.1.2	Drei-Parameter-Adaption . . . . .	113
6.1.3	Lernalgorithmus . . . . .	114
6.1.4	Lernvalidierung . . . . .	116
6.2	Parameteradaption während der Produktionsläufe . . . . .	116
6.2.1	Einzelbatch von Rotweintrub 2024 . . . . .	116
6.2.2	Vergleich der Produktionsläufe . . . . .	118

## *Inhaltsverzeichnis*

6.3	Lerndemonstration mit synthetischen Daten . . . . .	121
6.3.1	Methode/Aufbau des <i>in silico</i> -Prozessdatenmoduls . . . . .	122
6.3.2	Konvergenz im Einzelversuch . . . . .	123
6.3.3	Konvergenz bei Variation der Startparameter . . . . .	123
6.4	Lernen von Realdaten der drei Feedtypen von 2022 bis 2024 . . . . .	128
6.4.1	Methoden . . . . .	128
6.4.2	Epochenstudie auf historischen Daten eines Produktionslaufs . . . . .	129
6.4.3	Lernen während der realen Produktionskampagnen . . . . .	131
6.4.4	Nachbereitung mit historischen Daten unter Variation der Startparameter	134
6.4.5	Diskussion der Fähigkeit des Lernalgorithmus . . . . .	138
<b>7</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>140</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>143</b>

# Abbildungsverzeichnis

2.1	Abtrennbares Partikelgrößenspektrum der Filtration mit Prozessbezeichnungen und Produktbeispielen. . . . .	4
2.2	Gegenüberstellung der Prinzipien von Dead-End-, konventioneller Crossflowfiltration und dynamischer Crossflowfiltration (DCF). . . . .	6
2.3	Zwei-Wellen-Apparat der DCF von der Andritz AG vollständig in Skid-Bauweise und separat die Membranstapel auf den Hohlwellen mit Antrieb. . . . .	10
2.4	Prinzip der Membranüberlappung bei der DCF im Schnitt eines Apparats von der Seite und als Darstellung zweier Membranscheiben von vorne. . . . .	11
2.5	Bestandteile von Rohwein in grober Abhängigkeit der Größe. . . . .	12
2.6	Grundlegende Varianten einer hybriden Modellkonfiguration. . . . .	19
2.7	Schematische Darstellung der Möglichkeiten von Datenflüssen zwischen dem physischen Prozessgegenstand und dem virtuellen Gegenstück. . . . .	29
3.1	Rohrleitungs- und Instrumentenfließschema (P&ID) des Filtrationsaufbaus des industriellen Anwendungsfalls. . . . .	33
3.2	P&ID des Filtrationsaufbaus im Labor. . . . .	39
3.3	Lichtbilddaufnahme des Laboraufbaus. . . . .	40
3.4	Automatisierungstechnischer Aufbau der Filtrationsanlage im Labor. . . . .	41
3.5	Bildschirmaufnahme der Mensch-Maschine-Schnittstelle (HMI) der Filtrationsanlage im Labor. . . . .	43
4.1	Verlauf der Prozessvariablen eines typischen Rotweintrubfiltrationsprozesses (Produktionsdaten 2022-11-18). . . . .	53
4.2	Verlauf der Prozessvariablen bei einem typischen Weißweintrubfiltrationsprozess (Produktionsdaten 2022-02-07). . . . .	54
4.3	Verlauf der Prozessvariablen bei einer typischen Süßmosttrubfiltration (Produktionsdaten 2023-09-15). . . . .	55
4.4	Level-1-Struktur des hybriden Prozessdynamikmodells. . . . .	56
4.5	Level-2-Struktur des hybriden Prozessdynamikmodells. . . . .	58

## Abbildungsverzeichnis

4.6	Allgemeines Segmentierungsmodell, das zur Abbildung des Kammerkonzentrationsgradienten entlang der Membranwellenachsen in dem industriellen Filtrationsapparat dient. . . . .	62
4.7	Zeitlicher Verlauf der Prozessparameter Permeatflussrate, TMP, Membrandrehzahl, Kammerkonzentration, Drehmoment und Ventilöffnungsgrad des hybriden, dynamischen Prozessmodells. . . . .	66
4.8	Örtlicher und zeitlicher Verlauf von Poren- und Deckschichtwiderstand, der Kammerkonzentration und des Membrandrehmoments über die in vier gedankliche Segmente eingeteilte Membranwellenachse. . . . .	68
4.9	Auswertung des Dichtungsdrehmoments der Produktionsläufe. . . . .	71
4.10	Ergebnisse der rheometrischen Messungen, aus denen mittels exponentieller Anpassung die Viskositätskoeffizienten ermittelt werden. . . . .	73
4.11	Drehmomenteskalationsversuche mit der Einscheiben-DCF im Laboraufbau.	75
4.12	Aus der Fluidmassenbilanz bestimmte Aufkonzentrierungsfaktoren zum Zeitpunkt der ersten Retentatventilöffnung und nach Kalibrierung des Geometriefaktors mittels Konzentrations-Drehmoments-Korrelation bestimmte Feedkonzentrationen zu Produktionsbatchbeginn. . . . .	77
4.13	Identifikation des zeitabhängigen Konzentrationsverteilungsfaktors in der Konzentrations-Drehmoment-Korrelation des hybriden, dynamischen Prozessmodells.	79
4.14	Ermittlung einer vereinfachten Korrelation zwischen Drehgeschwindigkeit und Flussrate der Feedpumpe aus den Produktionsdaten. . . . .	81
4.15	Kalibrierung des Retentatventilmodells aus den Produktionsdaten. . . . .	83
4.16	Auswertung des intrinsischen Membranwiderstands. . . . .	84
4.17	Pipeline zur Validierung des hybriden, dynamischen Prozessmodells. . . . .	87
4.18	Validierung der Methode der Permeatflussdetektion mittels Zeitreihensegmentierung anhand vierer ausgewählter Produktionsbatches. . . . .	88
4.19	Validierung der Modellvorhersagen von TMP und Membrandrehmoment der vier ausgewählten Produktionsbatches. . . . .	91
4.20	Validierung der Modellvorhersagen von TMP und Membrandrehmoment im Fehlervergleich aller historischen Produktionsbatches. . . . .	92
5.1	Konzeptioneller Überblick über die Struktur des digitalen Zwillings (DT) der DCF. . . . .	94
5.2	Pipeline zur Erstellung des datengetriebenen Metamodells. . . . .	96
5.3	Ergebnisse des Metamodelltrainings. . . . .	97
5.4	Ablaufplan des DT der DCF. . . . .	100

## Abbildungsverzeichnis

5.5	Softwarearchitektonische Umsetzung des DT der DCF . . . . .	102
5.6	Ausgabe des DT nach einem Süßmosttrub-Produktionslauf mit niedriger Membranverblockung. . . . .	105
5.7	Ausgabe des DT nach einem Süßmosttrub-Produktionslauf mit Permeatflussanhöhung während des Prozesses. . . . .	106
5.8	Ausgabe des DT nach einem Süßmosttrub-Produktionslauf mit niedrigem Drehmomentanstieg. . . . .	107
5.9	Vergleich der Kampagnenproduktivität von 2022 und 2023. . . . .	108
6.1	Lösungen der impliziten Optimierungsgleichung nach der unbekannten Permeatflussrate und dem TMP für fünf Feedkonzentrationen und zwei Verblockungszustände. . . . .	113
6.2	Darstellung der Hierarchie der Parameterdatenbanken im DT mit inkrementeller Lernfunktionalität und Detailansicht des Parameterdatensatzes für einen neuen Feedtyp. . . . .	115
6.3	Schematische Darstellung der implementierten Validierungsmetriken für den Lernalgorithmus. . . . .	117
6.4	Beispielhafte Anzeige der Drei-Parameter-Adaption während eines Produktionslaufs mit Rotweintrub. . . . .	119
6.5	Auftragung der über den jeweiligen Produktionslauf gemittelten Anpassungsparameter. . . . .	120
6.6	Darstellung des Prinzips des rollierenden Horizonts bei der Erzeugung der synthetischen Produktionsdaten in der <i>in silico</i> -Produktionsdatenklasse. . . . .	122
6.7	Verlauf der Modellanpassungsparameter und Verlauf von Anpassungs-, Rückblick- und Vorhersagefehler für einen beispielhaften, inkrementellen Lernvorgang des DT auf Basis synthetisch erzeugter Rotweintrub-Produktionsdaten. . . . .	124
6.8	Zeitliche TMP-Verläufe von sechs Epochen des inkrementellen Lernens des DT auf Basis synthetischer Prozessdaten eines Rotweintrub-Produktionslaufs. . . . .	125
6.9	Studienergebnisse zum inkrementellen Lernen des DT auf Basis synthetisch erzeugter Prozessdaten mit zufälligen Anfangsparameterkombinationen. . . . .	127
6.10	Verlauf der Modellanpassungsparameter und Verlauf von Anpassungs-, Rückblick- und Vorhersagefehler für einen inkrementellen Lernvorgang des DT auf Basis der historischen Daten eines ausgewählten Rotweintrub-Produktionslaufs. . . . .	130
6.11	Zeitliche TMP-Verläufe der ersten sechs Epochen des inkrementellen Lernens des DT auf Basis der historischen Daten eines ausgewählten Produktionslaufs. . . . .	132

## *Abbildungsverzeichnis*

6.12 Verlauf der globalen Modellparameter und Verlauf der relativen TMP-Fehlerreduktion für die chronologisch vom DT prozessierten Prozessläufe separat für die Feedtypen Rotweintrub, Weißweintrub und Süßmosttrub. . . . .	133
6.13 Verlauf der globalen Modellparameter beim Lernen des DT von historischen Produktionsdaten der drei Feedtypen in chronologischer Reihenfolge unter Variation der Anfangsparameterwerte. . . . .	137

# **Tabellenverzeichnis**

3.1	In der speicherprogrammierbaren Steuerung projektierte Variablen des Messwertenfassungssystems der DCF-Anlage im Labor. . . . .	44
4.1	Auswertung der Leistungsparameter für die ausgeführte Simulation des hybriden, dynamischen Prozessmodells. . . . .	65
4.2	Werte der feedtypspezifisch gewählten Modellparameter der Filtrationswiderstandsgleichungen. . . . .	85
6.1	Übersicht über die angepassten Modellparameter nach Filtrationsphase. . . .	114

# Symbolverzeichnis

## Lateinische Buchstaben

$b$	1	Batch
$c$	$\text{gL}^{-1}$	Kammergrobkonzentration
$C$	$\text{bar h L}^{-1}$	Reinigungsaufwand
$D$	bar	Darcy-Funktion
$E$	$\text{kWh}$	Energiebedarf
$f$		Funktion, verschiedene
$f$	1	Feedtyp
$h$	mm	Höhe
$k$		Koeffizienten, verschiedene
$M$	$\text{Nm}$	Membrandrehmoment
$n$		Exponenten, verschiedene
$n$	1	Anzahl der Zeitschritte
$N$	$\text{min}^{-1}$	Membrandrehzahl
$P$	$\text{Lh}^{-1}$	Produktivität
$q$	%	Korrekturfaktor der Modellparameter
$Q$	$\text{Lh}^{-1}$	Flussrate
$r$	mm	Scheibenradius
$R$	$\text{m}^{-1}$	Filtrationswiderstand
$s$	1	Nummer des Segments
$t$	h	Zeit
$V$	L	Volumen
$w$		Anpassungsparameter, allgemein
$W$		Regelungsvariablen, verschiedene
$x$		Prozessgröße, verschiedene
$X$		Prozessvariablen, verschiedene
$Y$	1	Ertrag

Z

Prozess- und Anfangsbedingungen, verschiedene

## Griechische Buchstaben

$\alpha$	1	Lernrate
$\dot{\gamma}$	$s^{-1}$	Schergeschwindigkeit
$\delta$	%	Fehlerreduktion
$\eta$	Pas	dynamische Viskosität
$\nu$	%	Pumpendrehzahl
$\rho$	$gL^{-1}$	Dichte
$\sigma$	bar	Grenzspannung
$\omega$	$s^{-1}$	Drehfrequenz der Membran

## Indizes

1	innen
2	außen
abs	absolut
batch	Produktionslauf
best	Optimalwert
cake bzw. c	Deckschicht
chamber	Prozesskammer
compress	Kompressibilität
crit	kritisch
eff	effektiv
f	Durchfluss
feed	Zulauf
g	Geometrie
i	Zeitschritt des Prozessmodells bzw. der Datenaufzeichnung
init	anfänglich
j	Optimierungszyklus des digitalen Zwillings
k	Produktionslauf
m	Membran bzw. mittel

## *Symbolverzeichnis*

per	Permeat
pore bzw. p	Poren
pump	Feedpumpe
real	tatsächlich
ref	Referenz
ret	Retentat
segm	Segment
set	eingestellt
sim	simuliert
SS	Gleichgewicht
tot bzw. t	total
valve bzw. v	Ventil

## **Abkürzungen**

ANN	künstliches neuronales Netzwerk (von engl. artificial neural network)
CFD	numerische Strömungssimulation (von engl. computational fluid dynamics)
CIP	ortsgebundene Reinigung (von engl. cleaning in place)
CPPS	cyberphysisches Produktionssystem
CSV	kommaseparierte Werte (von engl. comma separated values)
DCF	dynamische Crossflowfiltration
DT	digitaler Zwilling (von engl. digital twin)
EMSR	elektrische Mess-, Steuer- und Regeltechnik
HMI	Mensch-Maschine-Schnittstelle (von engl. human machine interface)
MAE	mittlerer, absoluter Fehler (von engl. mean absolute error)
P&ID	Rohrleitungs- und Instrumentenfließschema (von engl. piping and instrumentation diagram)
PLC	speicherprogrammierbare Steuerung (von engl. programmable logic controller)
RSM	Reaktionsoberflächenmethode (von engl. response surface methodology)
SQL	strukturierte Abfragesprache (von engl. structured query language)
TMP	Transmembrandruck (von engl. transmembrane pressure)

# 1 Motivation und Ziel

Das Verfahren der Crossflowfiltration ist in der Lebensmittelindustrie seit Langem als verfahrenstechnische Grundoperation im Einsatz. Unter anderem in der milchverarbeitenden Industrie, bei der Herstellung von Fruchtsäften, Bier und Wein wird Crossflowfiltration zur mechanischen Abtrennung von Feststoffen und Makromolekülen aus den Prozesslösungen verwendet. Durch die tangentiale Überströmung der Filtrationsmembran wird die Bildung eines die Filtrationsleistung herabsetzenden Filterkuchens reduziert. Für eine effektive Abtragung der an der Membran zurückgehaltenen Stoffe ist jedoch eine gewisse Strömungsgeschwindigkeit, die gleichzeitig die Aufkonzentrierung der Prozesslösung limitiert, nötig. Die dynamische Crossflowfiltration (DCF) induziert deshalb die Scherkräfte zur Abtragung abgeschiedener Stoffe nicht aus der Strömung der Prozesslösung, sondern aus einer Bewegung der Membran selbst. Die Umsetzung dieser Weiterentwicklung der klassischen Crossflowfiltration erfolgt durch Membranscheiben, die auf rotierenden Achsen in der Prozesskammer angeordnet sind. Das Filtrat wird durch einen Hohlraum im Innern der Membranscheibe und der Welle abgeleitet. Vorteile des Verfahrens sind die höhere Aufkonzentrierung der Prozesslösung und die Energieeinsparung der Zirkulationspumpen im Vergleich zur klassischen Crossflowfiltration.

Die DCF ist in der Lebensmittelverarbeitung für verschiedene Anwendungen im Einsatz und wird dort bisher nach festen Abläufen gesteuert. Diese Abläufe setzen sich aus einer zweistufigen Fahrweise bei konstantem Permeatfluss bzw. Transmembrandruck (TMP) zusammen. Die Einstellwerte für Permeatfluss bzw. TMP werden vom Bediener bestimmt, die Drehzahl über die Prozesszeit konstant gehalten. Die Reinigung der Anlage findet nach einem festgeschriebenen Rezept statt, der Reinigungszustand der Anlage findet keinen Eingang in die Steuerung des nachfolgenden Produktionsprozesses. Alle Prozessparameter werden zwar aufgezeichnet, bisher aber nicht für eine weiterführende Prozessoptimierung genutzt. Hier setzt das Vorhaben der vorliegenden Abhandlung an. Vor dem Hintergrund steigenden Wettbewerbsdrucks und der Erhöhung der Nachhaltigkeit soll die Leistung des Prozesses durch eine verbesserte Steuerung optimiert werden. Für die Optimierung soll ein hybrider digitaler Zwilling (DT) konstruiert werden, der Modelle zur digitalen Beschreibung des Prozesses nutzt und unter Betrachtung von aktuellen sowie historischen Betriebsdaten mit einem Algorithmus errechnete Steuerungsdaten

## *1 Motivation und Ziel*

an die physikalische Anlage zurückgibt. Die realitätsnahe, umfangreiche Beschreibung des Prozesses erfordert die Kombination mehrerer Modelle mit sich ergänzenden Eigenschaften und Abbildungsebenen. Hybride Modelle beinhalten mechanistische, d. h. auf physikalischen und chemischen Gesetzmäßigkeiten basierende, Modelle und datengetriebene Modelle, die mechanistisch nicht darstellbare Informationen aus Datensätzen extrahieren.

Die vorliegende Abhandlung zeichnet den Weg der Erstellung eines mechanistisch-empirischen Prozessmodells für den DT, das auf Basis des aus wissenschaftlicher Literatur und von DCF-Experten zusammengetragenen Wissens und von vorhandenen Prozessdaten unterschiedliche Aspekte des Prozesses der DCF abbildet und charakterisiert. Die in begrenztem Umfang verfügbaren, historischen Prozessdaten werden mit Daten zu extremen Prozessbedingungen aus DCF-Versuchen im Kleinmaßstab ergänzt. Ein datengetriebenes Metamodell wird das umfangreiche, zugrundeliegende mechanistisch-dynamische Prozessmodell in Echtzeit im DT nutzbar machen. Alle Modelle werden generalisierbar sein, d. h. sie sollen für die verschiedenen Maschinentypen der DCF, die sich in Größe und Anzahl der Filtrationsmembranen unterscheiden, anwendbar sein. Ein Lernalgorithmus wird die mechanistischen Modelle während der Prozessläufe auf variable Feedströme maßschneidern können. Die Zusammenführung zum DT geschieht mittels eines Optimierungsalgorithmus, der unter Nutzung der Modelle die Einstellparameter der Anlage im Hinblick auf die Maximierung einer Zielgröße errechnet. Der Einsatz des kognitiven DT wird schließlich während der realen Produktionsläufe in der industriellen Weinverarbeitung geschehen.

## **2 Grundlagen und Stand der Forschung**

Die Verknüpfung der Prozessoperation der Filtration mit den Methoden der Digitalisierung mit dem Ziel der Optimierung eines Industrieprozesses ist der Kern dieser Arbeit. Um dem Leser das Verständnis der Methoden und Ergebnisse so komfortabel wie möglich zu machen, sollen in diesem zweiten Kapitel zunächst die Grundlagen der DCF, die Methoden der Modellierung von Filtrationsprozessen und allgemeine Konzepte zu DTs in der Prozessindustrie dargestellt sowie vorhandene Literatur zu diesen Themen eingeordnet werden.

### **2.1 Dynamische Crossflowfiltration (DCF)**

Die DCF ist ein innovatives Verfahren zur Fest-Flüssig-Trennung und in der biopharmazeutischen Industrie sowie der Lebensmittelindustrie Stand der Technik zur Abtrennung von Feststoffen aus viskosen und sensiblen Feedströmen. Im Folgenden soll das Verfahren der DCF in die Landschaft der Filtrationsprozesse eingeordnet werden. Ausgehend von dem grundlegenden Prinzip der Filtration werden auf dem Markt verfügbare Apparatetypen der DCF dargestellt und Hintergründe zum für diese Arbeit gewählten Anwendungsfall der DCF, der Weinherstellung, gegeben.

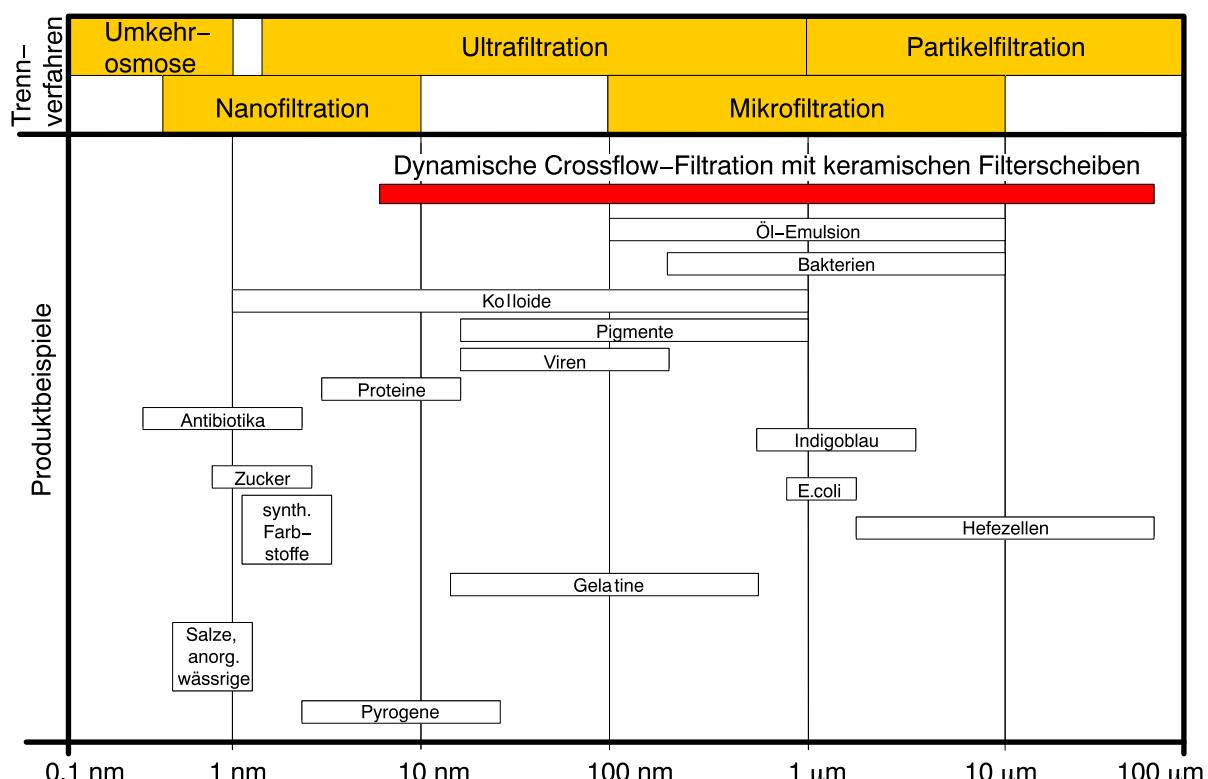
#### **2.1.1 Funktionsprinzip**

Generell bezeichnet Filtration immer ein Verfahren der mechanischen Separation zweier Phasen voneinander mithilfe eines Filtrationsmediums. Die abzutrennende, disperse Phase ist oft fest, während die das Filtermedium durchströmende, kontinuierliche Phase oft flüssig oder gasförmig ist. Als Filtermedien werden üblicherweise Membranen als Grenzflächen eingesetzt, das sind poröse Materialien, durch die die kontinuierliche Phase passieren kann, durch welche die disperse Phase aber zurückgehalten wird. Filtration gilt als eine zentrale Grundoperation der mechanischen Verfahrenstechnik.

Die Abtrennung der dispersen Phase bei der Filtration geschieht nach deren Größe, deshalb werden Filtrationsverfahren nach der abgetrennten Partikelgröße klassifiziert. Eine Darstellung

## 2 Grundlagen und Stand der Forschung

der Trennverfahren und Produktbeispiele der Filtration findet sich in Abbildung 2.1. Man unterscheidet zwischen Partikelfiltration, Mikrofiltration, Ultrafiltration, Nanofiltration und Umkehrosmose. Die minimal abtrennbare Größe der Mikrofiltration liegt bei etwa 100 nm, sodass Suspensionspartikel wie Hefezellen abgetrennt werden können. Die Ultrafiltration hat ihren Größenausschluss bei etwa 10 nm, das heißt es können Makromoleküle wie Proteine abgetrennt werden. Bis zu einem Größenausschluss von etwa 1 nm spricht man von Nanofiltration, dem Verfahren zu Abtrennung von z. B. Zuckern. Vorwiegend Salze mit Größen unter 1 nm können mittels Umkehrosmoseverfahren aus der Fluidphase abgetrennt werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurden Mikrofiltrationsversuche zur Abtrennung von hauptsächlich Hefezellen und Suspensionspartikel aus Gestein durchgeführt.



**Abbildung 2.1:** Abtrennbares Partikelgrößenspektrum der Filtration mit Prozessbezeichnungen und Produktbeispielen. Die dynamische Crossflowfiltration (DCF) wird im Bereich der Partikel-, Mikro- und Ultrafiltration eingesetzt. Abdruck mit freundlicher Genehmigung von der Andritz AG.

Filtrationsmedien müssen unterschiedliche Eigenschaften aufweisen, um die verschiedenen Abtrennaufgaben durchführen zu können. Die Eigenschaften werden durch den Aufbau des Filtrationsmediums und die eingesetzten Materialien bestimmt. Filtrationsmembranen bestehen üblicherweise aus Polymermaterialien, Keramik oder Metall [1, 2]. Die Porosität und die Ober-

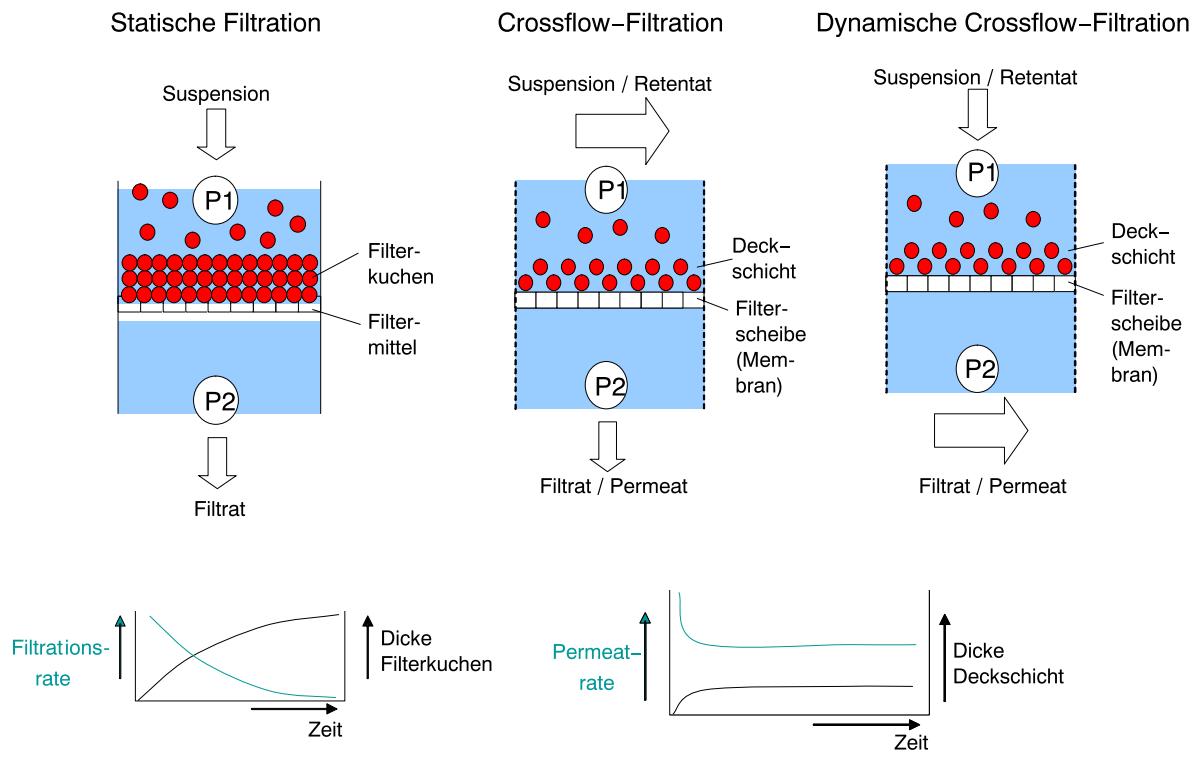
## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

flächeneigenschaften der Membranen sind für die Filtrationsleistung entscheidend. Membranen können als flaches Blatt oder als durchströmter Hohlkörper konzipiert sein [1, 3].

Die Trennung von disperser und kontinuierlicher Phase bei der Filtration geschieht natürlich nie „freiwillig“, sondern es ist immer ein Energieeinsatz in das System nötig. Bei der Filtration geschieht dieser Energieeintrag durch den Aufbau einer Druckdifferenz zwischen beiden Seiten der Membran, die die kontinuierliche Phase zum Durchtritt durch die Membran zwingt. Für eine steuerbare Filtrationsleistung wird die Druckdifferenz durch Einsatz einer Pumpe im geschlossenen System erzeugt, man spricht dann von Druckfiltration oder Vakuumfiltration [3]. Findet die Filtration allein durch den Druck der Flüssigkeitssäule des zu filtrierenden Fluids statt, handelt es sich um Schwerkraftfiltration [3]. Die disperse Phase bleibt auf der ursprünglichen Seite der Membran zurück und konzentriert sich dort auf. Die Druckdifferenz zwischen beiden Seiten der Membran wird in der Fachsprache der Filtrationsexperten als Transmembrandruck (engl. transmembrane pressure, TMP) bezeichnet.

Das die Membran durchströmte Permeat enthält im besten Fall keine der zurückzuhaltenden Partikel mehr, gleichzeitig konzentrieren sich die Partikel unmittelbar vor der Membran im sogenannten Retentat auf. Durch die erhöhte Konzentration der zurückgehaltenen Spezies baut sich unmittelbar vor der Membran ein Filterkuchen im Falle von Mikrofiltration auf bzw. es findet eine Konzentrationspolarisation im Falle der Nano-, Ultrafiltration und Umkehrosmose statt [4]. Dieser allgemein als Fouling bezeichnete Vorgang wirkt der weiteren Durchströmung der Membran entgegen und setzt die Filtrationsleistung über die Prozesszeit immer weiter herab. Findige Entwickler haben deshalb in der Vergangenheit die klassische, statische Kuchenfiltration zur Crossflowfiltration bzw. DCF weiterentwickelt. Wie die Gegenüberstellung der Filtrationsprinzipien in Abbildung 2.2 zeigt, kann bei tangentialer Überströmung der Membranoberfläche der Filterkuchen eine kritische Höhe nicht übersteigen, da die Scherkräfte der Querströmung eine kontinuierliche Abtragung der retinierten Partikel bewirken. Bei der DCF wird ebenfalls ein konstanter Permeatfluss gewährleistet, die Scherkräfte werden bei diesem Verfahren aber durch eine tangentiale Bewegung der Membran oder anderer beweglicher Einbauten induziert.

Mit der DCF kann durch die stetige Abtragung des Filterkuchens eine drei- bis fünffach erhöhte Permeatflussrate im Vergleich zur konventionellen Crossflowfiltration erreicht werden [4]. Die Rotation der Membran oder eines Impellers bei der DCF benötigt weniger Energie als die Pumpen zur Kreisführung des Fluids während der konventionellen Crossflowfiltration, insbesondere skaliert der Energiebedarf nicht mit steigender Permeatflussrate [4]. Zwar steigt der Energiebedarf mit steigendem Aufkonzentrierungsgrad des Retentats auch für die DCF, gleichzeitig kann aber durch die Verarbeitbarkeit von Feststoffkonzentrationen von bis zu 70 % im Retentat



**Abbildung 2.2:** Gegenüberstellung der Prinzipien von Dead-End-, konventioneller Crossflowfiltration und DCF. Die Rotation des Filtermediums erzeugt bei der DCF die deckschichtabtragende Scherströmung mit dem geringsten Energieaufwand. Abdruck mit freundlicher Genehmigung von der Andritz AG.

## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

eine wesentlich höhere Permeatausbeute als bei der konventionellen Crossflowfiltration erreicht werden [4]. Nachteile der DCF-Technologie sind die höheren Investitionskosten, die begrenzte Membranfläche sowie die aus der höheren Anlagenkomplexität folgenden Wartungskosten [4]. Bei hohen Drehzahlen, während des Anfahrens oder bei hohen Retentatkonzentrationen kann es beispielsweise zum Bruch der Membranscheiben kommen. Die an Anlagen der DCF in erhöhter Zahl vorhandenen beweglichen Maschinenteile bedürfen einer regelgerechten Abdichtung, um Korrosion durch verarbeitete Fluide oder Reinigungslösungen zu verhindern.

### **2.1.2 Apparate**

Das Verfahren der DCF zeichnet sich dadurch aus, dass die Scherkräfte vor der Membran unabhängig von der Strömungsgeschwindigkeit gemacht sind und eigenständig gesteuert werden können [5]. Dadurch sind bewegliche Bestandteile in jedem Apparat der DCF notwendig. Die konkrete apparatetechnische Ausgestaltung der DCF ist jedoch variabel. Man unterscheidet grundsätzlich zwischen vibrierenden Systemen, Systemen mit zylindrischen Membranmodulen und Systemen mit rotierenden Scheiben [4, 6].

Ein vibrierendes System ist die VSEP-Technologie (von engl. vibratory shear enhanced process) von der Firma New Logic Research (Emeryville, California) [7]. Die 1989 von Bradley Culkin patentierte Technologie [8] baut auf runde Membranblätter, die gestapelt auf einer Hohlwelle in einem Prozessbottich angeordnet sind. Die Membranblätter sind mittels Federn befestigt und werden motorgetrieben in Vibration versetzt. Die Scherraten an der Membranoberfläche, die das Fouling herabsetzen, werden letztlich durch die Trägheitskräfte des Retentats erzeugt [5]. Die Ableitung des Permeats geschieht bei dieser Bauform durch die Hohlwelle. Die VSEP-Technologie ist in mehreren Skalierungen vom Pilotmaßstab bis zur Industriegröße verfügbar und wurde beispielsweise schon erfolgreich zur kontinuierlichen Regenerierung von Konzentrat aus einem vorgesetzten Umkehrosmoseprozess mit spezifischen Permeatflussraten bis  $100 \text{ L m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  genutzt [9]. Andere berichtete Anwendungsfälle sind die Aufkonzentrierung von Schwarzlauge in einer Papierfabrik, die Altölwiederverwertung und die Sulfatabtrennung für die Düngerproduktion [4].

Systeme mit zylindrischen Membranmodulen kombinieren das Prinzip der Filtration mit dem Prinzip der Zentrifugation zur Fest-Flüssig-Trennung. Die Apparate bestehen aus einem zylindrischen, hohlen Membranmodul, das sich motorbetrieben in einem zylindrischen Gehäuse dreht [5]. Das Permeat wird aus dem Innern des Membranmoduls abgeleitet, das Retentat währenddessen außerhalb des Membranmoduls aufkonzentriert. Die Rotation des Membranzylinders erzeugt Taylorwirbel im Spalt zum Gehäuse, die die Abscherung von auf der Membranoberfläche angelagerten Partikeln verursachen [5]. Gleichzeitig sorgt die Zentrifugalkraft

## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

aus der Rotation für den Transport der Foulingsubstanzen nach außen zum Rand des Gehäuses. Dieses System wurde erfolgreich im Labormaßstab zur medizinischen Blutseparation genutzt [4, 10]. Es gibt auch ein dynamisches Filtrationssystem, bei dem ein zylindrisches, rotierendes Membranmodul wie bei der konventionellen Crossflowfiltration kontinuierlich von innen durchströmt wird [11]. Laboruntersuchungen und Flüssigkeitsdynamiksimulationen haben aber ergeben, dass die Ablagerung von Partikeln aller Größenbereiche mit diesem System nur teilweise verhindert werden kann [11].

Innerhalb der Klasse von DCF-Systemen mit rotierenden Scheiben unterscheidet man Apparate mit rotierenden Metallscheiben von Apparaten mit rotierenden Membranscheiben sowie Einwellen- von Mehrwellenapparaten. Ein Beispiel für ein DCF-System mit rotierenden Metallscheiben ist das BoCross (ehemals Dyno) Filtrationssystem der Firma Bokela (Karlsruhe, Deutschland) [5, 12]. Bei diesem System sind in einer zylinderförmigen Prozesskammer ringförmige, hohle Membranscheiben mit Abstand zueinander eingebaut. Durch die Ringöffnung der Membranmodule läuft eine rotierende Welle, auf der auf Höhe der Zwischenräume zwischen den Membranscheiben Rotoren montiert sind. Die Rotorblätter erzeugen im Betrieb die Scherströmung, die ein Membranfouling verhindern soll. Der Einlass in das System und der Retentatauslass aus dem System erfolgen längs der Welle an gegenüberliegenden Seiten der Prozesskammer, sodass über die durch die einzelnen Membranscheiben gebildeten Kompartimente des Apparats eine schrittweise Aufkonzentrierung der zurückgehaltenen Partikel bzw. Stoffe erfolgt. Außerdem erlaubt das System die Zuführung einer Waschflüssigkeit von der Seite des Apparats in jedes Kompartiment, was dem Prinzip der Diafiltration gleichkommt. Die Permeatabfuhr geschieht seitlich und einzeln aus den Membranscheiben. Die Module sind in Laborgröße mit  $0,13 \text{ m}^2$  Filterfläche bis zur Industriegröße mit  $8 \text{ m}^2$  Filterfläche verfügbar und können, da die Membranen statisch sind, mit Keramik-, Metall- und Kunststoffmembranen betrieben werden [12]. In der Literatur wird für die Ausführung im Industriemaßstab eine erreichte Viskosität von  $25 \text{ Pas}$  bei der Aufkonzentrierung von einer Farbpigmentsuspension berichtet, außerdem von einer erreichten mittleren spezifischen Permeatflussrate von  $320 \text{ L h}^{-1} \text{ m}^{-2}$  für den Anwendungsfall der Entsalzung einer pharmazeutischen Suspension mittels Diafiltration [4]. Der Apparat im Labormaßstab wurde in verschiedenen Betriebsweisen zur kontinuierlichen Filtration von pharmazeutischen Laktose- und Ibuprofenmikropartikeln verwendet [13].

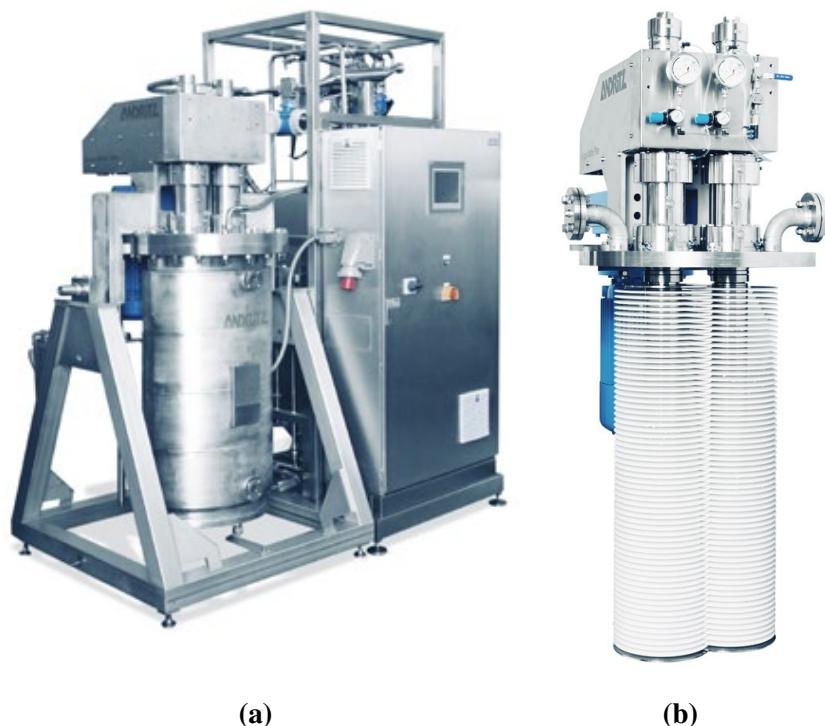
Die Abreinigung der Deckschicht auf der Filtermembran hängt bei Systemen mit rotierenden Metallscheiben neben der Drehzahl auch von dem Abstand des Rotors zur Membran und von der Gestaltung des Rotors bzw. der Rotorblätter ab [14, 15], deshalb haben sich auf dem Markt auch Systeme, bei denen die Membran selbst rotiert, durchgesetzt. Beispielsweise seien die dynamischen Filtrationsapparate der Firma novoflow genannt [16], bei denen kerami-

## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

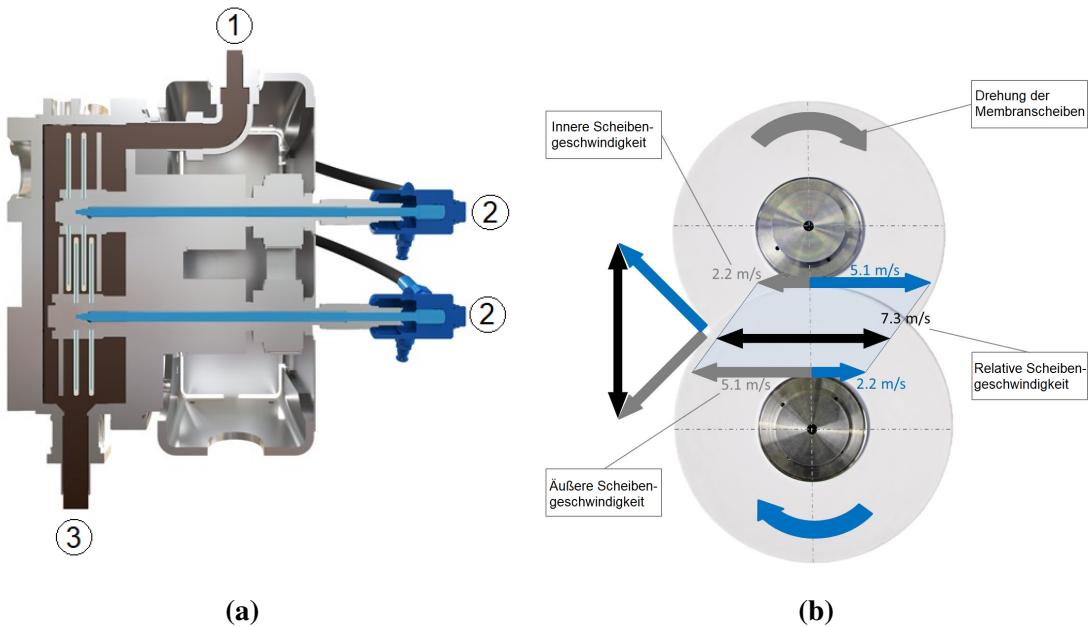
sche Filtrationsscheiben auf einer einzelnen Welle montiert in einer Prozesskammer rotieren. Unterschieden durch die Anzahl der montierten Membranscheiben sind Systeme mit einer Filterfläche von  $1\text{ m}^2$  bis zu einer Skalierung von  $15\text{ m}^2$  für den industriellen Maßstab verfügbar [16]. Um den Vorteil in der Anlagenbaugröße durch den Verzicht auf separate Rotoren zwischen den Membranscheiben weiterhin bestehen zu haben und gleichzeitig die Scherrate zur Abreinigung des Deckschicht auf der Membranoberfläche steigern zu können, hat sich das Prinzip der Konfiguration von überlappenden Membranscheiben, die auf mehreren Wellen nebeneinander angeordnet sind, herausgebildet. Die Firma Andritz wirbt mit ihren Systemen, die mit Filterflächen von  $0,14\text{ m}^2$  bis  $32,8\text{ m}^2$  verfügbar sind, dass sie durch geringe mechanische Belastungen für sensitive Produkte geeignet sind und gleichzeitig Aufkonzentrierungen bis zu einer Viskosität von  $7\text{ Pas}$  möglich sind [17]. Beispielhaft ist in Abbildung 2.3 ein Apparat mittlerer Baugröße zu sehen. Der Apparat besitzt 128 Membranscheiben eines Durchmessers von 312 mm, die auf zwei Wellen überlappend angeordnet sind. Die Zufuhr der zu filtrierenden Suspension und die Ableitung des Retentats geschehen bei diesem Apparat an der Oberseite der Prozesskammer zu beiden Seiten hin. Die Ableitung des Permeats geschieht bei allen Apparatetypen dieser Firma durch die hohlen Innenräume der Membranscheiben und durch die Hohlwellen, wie auch Abbildung 2.4 im Schnittbild eines kleineren Apparatetyps zeigt. Die Hohlwellen mit den montierten Membranscheiben rotieren gleichsinnig, sodass laut der Vektor-darstellung in derselben Abbildung im gesamten Überlappungsbereich der Membranscheiben eine konstante Schergeschwindigkeit herrscht.

Der kleinste der angebotenen Apparate (Typ DCF 152/0.14) hat Anwendung gefunden in der universitären Forschung zur Aufkonzentrierung von Proteinbestandteilen aus Magermilch mittels Mikrofiltration und dort wurden bei Umdrehungszahlen von  $1000\text{ min}^{-1}$  und TMPs von 2,8 bar von anfänglichen Flussraten bis  $75\text{ Lm}^{-2}\text{ h}^{-1}$  berichtet [18, 19]. Industriell sind die größeren Apparate laut der Firma Andritz unter anderem in der biopharmazeutischen Produktion von Insulin und in der Klärung von Wein im Einsatz [17].

Neben den Zwei- bzw. Vierwellenapparaten vertreibt die Firma Andritz auch ein Testgerät mit nur einer einzigen Membranscheibe. In der Prozesskammer des auch als Simulator bezeichneten Geräts (Typbezeichnung DCF 152/S) sind zwei halbrunde Metallscheiben montiert, die die Überlappung mehrerer Membranscheiben in den Produktionsgeräten nachstellen soll. Die Metallscheiben laufen zum Rand des Membranscheibe konisch zu, sodass durch den variablen Abstand der statischen Metallscheiben zur rotierenden Membranscheibe eine konstante Schergeschwindigkeit im Spalt erreicht wird. Im Rahmen der Arbeiten für diese Abhandlung wurden industrielle Versuche mit zu klarenden Stoffströmen aus der Weinproduktion mit dem Vierwellen-Großapparat des Typs DCF 312/32 durchgeführt. Das Einscheibenmodul



**Abbildung 2.3:** Zwei-Wellen-Apparat der DCF von der Andritz AG vollständig in Skid-Bauweise (a) und separat die Membranstapel auf den Hohlwellen mit Antrieb (b). Darstellung modifiziert nach [17].



**Abbildung 2.4:** Prinzip der Membranüberlappung bei der DCF im Schnitt eines Apparats von der Seite und als Darstellung zweier Membranscheiben von vorne. Feedeinlass (1), Permeatauslässe durch die Hohlwellen (2) und Retentatauslass (3) sind gekennzeichnet. Durch die gleichgerichtete Drehung der Membranscheiben ist die Schergeschwindigkeit im gesamten Überlappungsbereich konstant. Darstellung modifiziert nach [17].

DCF 152/S diente der weiterführenden Untersuchung von Drehmoment-Extrema mit organischen und mineralischen Suspensionspräparaten im Labor der Universität.

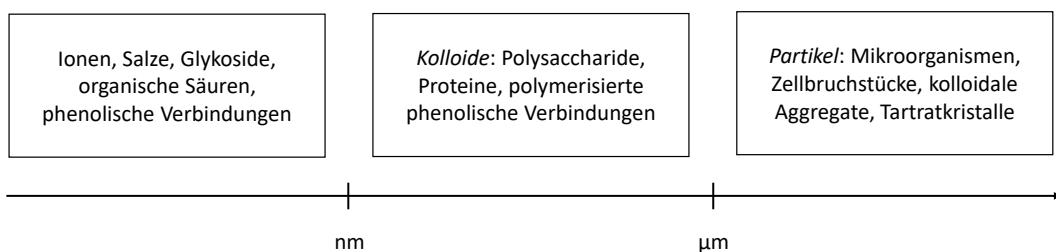
### 2.1.3 Anwendungsfall Weinherstellung

Die Crossflowfiltration im Einsatz bei der Weinherstellung und die Einflüsse der verschiedenen Bestandteile des Rohweins im Laufe der Produktionskette auf die Membranverblockung bei der Filtration wird auf Basis der literaturbekannten Erkenntnisse in dem folgenden Abschnitt beleuchtet. Zunächst soll aber ein Abriss über die Bestandteile, die im komplexen Medium Wein enthalten und für die Filtration relevant sind, gegeben werden. Direkt nach der alkoholischen Gärung ist der Rohwein trüb, was allein schon auf das Vorhandensein vieler grober Partikel und Schwebstoffe schließen lässt. Außerdem sind natürlich noch die Mikroorganismen der Gärung im Rohwein enthalten. Die Klärung des Rohweins dient also zum einen der Haltbarmachung des Weins durch Entfernung der Mikroorganismen und zum anderen der optischen Aufwertung für den Verbraucher.

Die Bestandteile des Rohweins wurden in der Literatur nach Größe in Partikel größer 1 µm, in Kolloide zwischen 1 µm und 1 nm und gelöste Stoffe kleiner 1 nm eingeteilt [20], siehe dazu

## 2 Grundlagen und Stand der Forschung

Abbildung 2.5. Für die Membranverblockung bei der Mikrofiltration spielen Partikel und Kolloide eine Rolle. Zu im Rohwein vorhandenen Partikeln zählen hauptsächlich Mikroorganismen wie die besagten Hefen, die aus der Gärung stammen. Während der alkoholischen Gärung erreicht die Hefenpopulation Werte von  $1 \cdot 10^7 \text{ mL}^{-1}$  bis  $1 \cdot 10^8 \text{ mL}^{-1}$ , nach der Fermentation verbleiben etwa  $1 \cdot 10^3 \text{ mL}^{-1}$  lebende Hefezellen im Rohwein, die Reste der abgestorbenen Hefen sinken dichtebedingt ab und verbleiben am Boden des Gärtanks [20]. Neben den Hefen sind nach der Gärung auch verschiedene Bakterienarten, die oft von den Traubenoberflächen stammen, im Rohwein vorhanden, wie z. B. Milchsäurebakterien oder Essigsäurebakterien. Während Milchsäurebakterien während der Gärungsphase durch die Bildung von Milchsäure dem Wein zu einem runderen Geschmacksprofil verhelfen, sind essigsäurebildende Bakterien im Rohwein üblicherweise unerwünscht. Beide Bakterienarten können Werte bis  $1 \cdot 10^8 \text{ mL}^{-1}$  im Rohwein erreichen [20]. Zu den im Rohwein vorhandenen Partikeln zählen außerdem Tartratkristalle, die sich wegen der Senkung der Löslichkeitsgrenze durch die Bildung von Alkohol gebildet haben, und kolloidale Aggregate aus phenolischen Verbindungen, Polysacchariden oder Proteinen [20]. Nachträglich dem Rohwein hinzugefügte Klärungshilfsmittel wie das Mineral Bentonit oder Aktivkohle, die unerwünschte Bestandteile des Rohweins binden und mit diesen aus dem Wein herausfiltriert werden, gehören ebenfalls zu den foulingpotenten Bestandteilen von Rohwein mit Partikelgrößen größer 1  $\mu\text{m}$ .



**Abbildung 2.5:** Bestandteile von Rohwein in grober Abhängigkeit der Größe. Bild modifiziert nach [20].

Zu den im Rohwein vorhandenen Kolloiden zählen biopolymere Makromoleküle wie Polysaccharide und Proteine. Polysaccharide stammen aus den Zellwänden der Weinbeeren oder der im Rohwein vorhandenen Mikroorganismen. Unter den im Rohwein vorhandenen Polysacchariden, die Einfluss auf das Fouling bei der Filtration haben, sind Pektine aus den Weinbeeren, Mannoproteine aus den Hefezellen und  $\beta$ -Glukane aus Pilzzellen [20]. Proteine sind im Rohwein je nach Beerentyp in variablen Konzentrationen enthalten und stammen ebenfalls von den

## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

vorhandenen Mikroorganismen bzw. von den Weinbeeren; Rotweine enthalten am wenigsten freies Protein, da es durch enthaltene Tannine präzipitiert wird [20]. Tannine gehören wie auch Anthocyane zu den phenolischen Verbindungen, die die dritte Gruppe von im Rohwein vorhandenen Kolloiden darstellen. Die phenolischen Verbindungen sind lebensmittelchemisch wichtige Bestandteile des Weins, da sie sich im Verlauf der Reifung und des Ausbaus des Weins in der Zusammensetzung verändern und die Haltbarkeit des Weins mit ihrer antioxidativen Eigenschaft bestimmen sowie zur Farbe und zum Geschmack des Weins beitragen [20].

Die Art und Intensität der Membranverblockung bei der Weinfiltration wird von dem Membrantyp, den Betriebsbedingungen und der Zusammensetzung des Weins bestimmt [20]. Die Membranverblockung bzw. das Fouling bei der Weinfiltration kann reversibel oder irreversibel sein. Membranverblockung kann durch Anlagerung bzw. Ablagerung von Partikeln auf der Membran verursacht sein (man spricht von externem Fouling) oder Partikel können sich innerhalb der Membran festsetzen (man spricht von internem Fouling) [20]. Es gibt einen kritischen Filtrationsdruck bzw. einen kritischen Permeatfluss bei der Weinfiltration, ab dem irreversibles Fouling stattfindet [20]. Die Querstromgeschwindigkeit des Retentats bei der konventionellen Crossflowfiltration bzw. die durch die Drehzahl von Membran oder Rotor erzeugte Differenzgeschwindigkeit des Retentats zum Filtermedium beeinflusst das Fouling; für die Crossflowmikrofiltration von Wein wird eine Querstromgeschwindigkeit von  $2 \text{ m s}^{-1}$  als guter Kompromiss zwischen Foulingvermeidung und Erhalt der Weinqualität berichtet [20]. Eine hohe Temperatur begünstigt die Filtration durch Herabsetzung der Viskosität des Rohweins, beeinträchtigt aber auch die Weinqualität, weshalb eine Filtrationstemperatur von maximal 25 °C als angemessen betrachtet wird [20].

Das in der Literatur verfügbare Wissen über den Einfluss der einzelnen Komponenten des Rohweins auf das Fouling bei der Crossflowmikrofiltration ist begrenzt, insbesondere sind die Mechanismen des Foulings der Weinkomponenten und die physikochemischen Interaktionen zwischen den Weinbestandteilen untereinander und zwischen den Weinbestandteilen und der Filtrationsmembran nicht vollständig erforscht [20, 21]. Bekannt ist, dass bei der Crossflowmikrofiltration die Leistung des Filtrationsprozesses durch die Filterkuchenschicht bestimmt wird, die sich durch Ablagerung von retinierten Partikeln auf der Membranoberfläche bildet [20]. Über die phenolischen Bestandteile des Weins weiß man, dass sie im Vergleich zu den enthaltenen Proteinen und Polysacchariden aufgrund der niedrigen Polarität eine höhere Affinität zur Membranoberfläche haben und deshalb gerne an hydrophoben Membranen adsorbieren [20]. Folglich spielen neben den für die Filtration offensichtlichen Membraneigenschaften Porengröße, Porengrößenverteilung und Porenform die physikochemischen Oberflächeneigenschaften eine Rolle beim Fouling.

## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

Speziell für den Fall der Crossflowmikrofiltration von Rotwein existiert eine Studie von Boscier et al., die Anhaltspunkte zum Foulingverhalten einzelner Weinbestandteile zueinander liefert [22]. In der Studie wurden Crossflowmikrofiltrationsversuche mit varierten Permeatflussraten und varierten Querstromgeschwindigkeiten unter der Verwendung von Petit Verdot-Rotwein aus Okzitanien in Frankreich und synthetisch zusammengestelltem Rotweinersatz gemacht [22]. Die hydrodynamischen Foulingwiderstände wurden ermittelt für voreingestellte Konzentrationen von Hefezellen, Laktobakterien und kolloidalen Aggregaten im Wein, wobei die Laktobakterien und kolloidalen Aggregate unter dem Überbegriff Trubstoffe als gemeinsamer Bestandteil behandelt wurden [22]. Bei Versuchen isoliert nur mit Hefezellen konnte herausgefunden werden, dass die Hefezellen eine reversible Ablagerung auf der Membranoberfläche bilden und dass das Fouling durch Hefe durch die Kompaktierung d. h. die Kompressibilität dieses reversiblen Filterkuchens geschieht [22]. Ein signifikantes Fouling der Hefezellen konnte ab einem Permeatflux von  $700 \text{ L h}^{-1} \text{ m}^{-2}$  beobachtet werden [22]. Die Trubstoffe haben dagegen einen zusammenhängenden, an der Membran fest anhaftenden Filterkuchen gebildet sobald ein gewisser TMP überschritten war [22]. Bei Versuchen mit sowohl Hefezellen als auch Trubstoffen im Wein zeigten sich Wechselwirkungen zwischen den Hefezellen und den Trubstoffen, die das Fouling beeinflussen [22]. Konkret wies der Filterkuchen, der sich bei abruptem Anheben des Filtrationsdrucks aus beiden Bestandteilen gebildet hatte, einen höheren hydraulischen Widerstand auf als die Filterkuchen, die sich unter denselben Prozessbedingungen in separaten Versuchen nur aus den Hefezellen bzw. den Trubstoffen gebildet hatten [22]. Möglicherweise vermittelten die Trubstoffe zwischen den Hefezellen und der Membran und erhöhen so die Festigkeit und Haftung des Filterkuchens. In der Metastudie wurden die Ergebnisse eingeschränkt mit dem Hinweis, dass die verwendeten Konzentrationen von Laktobakterien unrealistisch hoch im Vergleich zu denen tatsächlich in Rohwein oder gereiftem Wein seien [20].

El Rayess et al. haben folgend auf die besagte Metaanalyse noch die Ergebnisse einer Studie zur Untersuchung des Foulingverhaltens von Tanninen, Pektinen und Mannoproteinen bei der Crossflowmikrofiltration von Wein veröffentlicht [23]. In der Studie wurde ebenfalls Rotwein aus Okzitanien verwendet und die drei Bestandteile in definierten Konzentrationen dem Wein vor den Filtrationsversuchen zugesetzt, um das Verhalten von Gerbstoffen (Tanninen), Polysacchariden aus den Weinbeeren (Pektinen) und Polysacchariden aus den Hefen (Mannoproteinen) zu untersuchen [23]. Die ausgetragenen Permeatflussraten bzw. hydraulischen Gesamtwiderstände wurden an verschiedene literaturbekannte Foulingmodelle angepasst und anschließend wurde aus den resultierenden Exponenten der Foulingmodellgleichungen Aufschluss über das Foulingverhalten der drei Komponenten gewonnen [23]. Sowohl Tannine, als auch Pektine

## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

und Mannoproteine verursachen einen Permeatflussabfall durch Fouling, wobei die Autoren konzentrationsunabhängig den größten Foulingeinfluss aus den drei Komponenten den Pektinen zuschreiben, den geringsten den Mannoproteinen [23]. Pektine bilden eine kompressible Gelschicht auf der Membranoberfläche, daraus ergibt sich die Foulingwirkung [23]. Tannine adsorbieren zunächst an die Membranoberfläche, anschließend führt die Blockierung der Membranporen und die Bildung von Tanninaggregaten zur Permeatflussherabsetzung, schlussfolgern die Autoren aus ihren Messungen [23]. Für Mannoproteine konnte ein Grenzwert der Konzentration festgestellt werden, ab dem der Permeatfluss ein Maximum erreicht und nicht weiter ansteigt [23]. Zur Herabsetzung des Foulings empfehlen die Autoren den Einsatz pektinolytischer Enzyme oder die Präzipitation von instabilen Tanninen mit Bentonit [23].

Bereits im Prozessschritt nach der Pressung und vor der Gärung wurde Crossflowmikrofiltration von Guerrini et al. eingesetzt, um die Mostausbeute aus dem Trester zu maximieren [24]. Die Italiener fanden mit den Versuchen im Industriemaßstab heraus, dass eine höhere Safrückgewinnung mit einer niedrigeren Weinqualität einhergeht, weil die Filtration den Ethanol-, Zucker- und Säureinhalt des Saftes beeinflusst [24]. Als Kompromiss zwischen Saftausbeute und Weinqualität schlagen sie einen Rückgewinnungsfaktor von 65 % vor, mit dem die Filtrationszeit so kurz gehalten wird, dass die Weingeschmacksbestandteile zufriedenstellend erhalten bleiben [24].

Um durch reversibles Fouling gebildete Ablagerungen von der Membran abzutragen, hat sich in der konventionellen Crossflowfiltration das Verfahren der Rückspülung etabliert [20]. Bei dem Verfahren der Rückspülung wird während des Prozesses in Zeitabständen von Sekunden bis Minuten für wenige Sekunden die Flussrichtung der Filtration umgekehrt, d. h. Permeat wird rückwärtig durch die Membran gedrückt und soll den Filterkuchen ganz oder teilweise von der Membran abtragen. Der Vorteil der Rückspülung als Reinigungsmethode ist die Durchführbarkeit ohne eine längere Unterbrechung des Filtrationsprozesses, wie es beispielsweise bei einer vollständigen Reinigung mit chemischen Reinigungsmitteln der Fall wäre. Ein Nachteil der Rückspülung ist der Verlust von Permeat zurück in den Prozess. Am Beispiel der Crossflowmikrofiltration von Hefezellen aus einer Fermentationsbrühe konnte durch die Rückspülung der Permeatfluss über 3 h konstant gehalten werden [25].

Die DCF ist das Verfahren, das verspricht, die Rückspülung während des Prozesses der Weinfiltration überflüssig zu machen und trotzdem die Membran zuverlässig von Filterkuchenablagerungen zu bereinigen [26]. Eine Studie konnte gefunden werden, in der die Einflüsse von Membrantyp, Weinbestandteilen und Betriebsbedingungen auf die Filtrationsleistung bei einem dynamischen Filtrationsverfahren untersucht wurden [26]. Bei dem verwendeten dynamischen Filtrationsverfahren handelt es sich um das Prinzip eines zwischen statischen, runden

## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

Membranscheiben rotierenden Propellers. Es wurden abwechselnd eine hydrophile und eine hydrophobe Polymermembran jeweils mit der Mikrofiltrationsporengröße von  $0,2\text{ }\mu\text{m}$  eingesetzt, außerdem wurde vorfiltrierter Wein mit grob-simuliertem Wein, dem Tanin, Pektine und Mannoproteine nach der Vorfiltration zugesetzt wurden, verglichen, und es wurden der TMP und die Drehfrequenz des Propellers variiert [26]. Herausgefunden wurde, dass der vorfiltrierte Wein irreversibles Fouling an beiden Membranen verursacht [26]. Der grob-simulierte Wein verursacht ebenfalls irreversibles Fouling, aber zusätzlich auch reversibles Fouling, das durch die Rotation des Propellers mechanisch herabgesetzt werden kann [26]. Die Filtrationsleistung der hydrophilen Polymermembran wurde als etwas besser bewertet, beide Membrantypen liefern aber spezifische Flussraten über  $1000\text{ L h}^{-1}\text{ m}^{-2}$  [26]. Eine kritische Drehfrequenz für den Propeller wurde definiert, ab der der hydraulische Widerstand der Membran herabgesetzt ist [26].

Den Literaturüberblick zum Fouling von Weinbestandteilen zusammengefasst ist bei der Cross-flowmikrofiltration eine Filterkuchenbildung der Weinbestandteile gesichert, wobei die Kompressibilität der Hefen zu beachten ist und die Dauer der Filtration auf das Fouling und die resultierende Weinqualität Einfluss nimmt. Membrantyp und Querstromgeschwindigkeit sind Einflussfaktoren auf die Membranverblockung, die in dieser Arbeit nicht weiter behandelt werden.

## **2.2 Modellierung von Filtrationsprozessen**

Digitale Prozessmodelle, die mit hoher Genauigkeit die Realität in Bezug auf ihren Anwendungsfall abbilden, sind das Rückgrat von DTs für (Bio-)Prozesse und für die erfolgreiche Prozessoptimierung unerlässlich. In diesem Abschnitt sollen folgend auf eine Einordnung in die Modellierung von (Bio-)Prozessen ein Überblick über literaturbekannte Verfahren zur mechanistischen, datengetriebenen und hybriden Modellierung von Filtrationsprozessen gegeben werden. Das Konzept der Metamodellierung soll erklärt werden und Forschungsansätze aus der Literatur zur dynamischen Modellentwicklung über Prozesse, Produkte und Skalen hinaus und zur selbstständigen Modellanpassung an Prozesse sollen zusammengetragen werden.

### **2.2.1 Grundlagen der Modellierung von (Bio-)Prozessen**

Prozessmodelle spielen seit jeher eine wichtige Rolle im Chemieingenieurwesen und werden für viele Einsatzzwecke genutzt. Speziell im Bereich der pharmazeutischen Industrie wurde die Verwendung von Modellen zur Prozessentwicklung und -kontrolle auch von arz-

## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

neimittelbehördlicher Seite mit der „Process Analytical Technology“-Initiative im Jahr 2004 festgeschrieben [27, 28]. Dem „Quality by Design“-Prinzip folgend sollen bereits vor bzw. während der Herstellungsprozesse die Einflüsse von kritischen Prozessparametern auf kritische Qualitätsattribute überprüft werden, um aufwendige Qualitätstests der Produkte vermeiden zu können und letztendlich eine modellprädiktive Regelung des Prozesses zu erreichen [27, 28]. Die Einsatzzwecke von Modellen für Bioprozesse, die oft komplexer und weniger verstanden sind als die klassischen Chemieprozesse, wurden in der Literatur in vier Klassen mit aufsteigender Modellkomplexität eingeteilt [29]. Beschreibende Modelle bilden die unterste Klasse und umfassen Visualisierungen und Warnsysteme, diagnostische Modelle liefern darüber hinaus den Benutzern eine Entscheidungsunterstützung und tragen zu deren Prozessverständnis bei [29]. Softwaresensoren, Szenariosimulationen und Modelle, die Instandhaltungszeitpunkte voraussehen, bilden die dritte Klasse der prädiktiven Modelle [29]. Eine Prozesskontrolle und -automatisierung machen die Modelle der obersten Klasse der vorschreibenden Modelle möglich [29]. Die Verwendung von Modellen spart Zeit und Geld im Vergleich mit einer nur auf Laborexperimenten bestehenden Prozessauslegung [27].

Unabhängig vom Einsatzzweck eines Modells können verschiedene Typen von Modellen erstellt werden, wobei sich die Modelltypen nach ihrem Abstraktionslevel anordnen lassen. In der Literatur wurde dies in Form einer Pyramide gemacht, beginnend unten bei den qualitativen und quantitativen Prozessdaten, über empirische Modelle, mechanistische Modelle bis zu den rein auf Grundprinzipien beruhenden Modellen in der Pyramidenspitze [29]. Modelle, die auf Grundprinzipien beruhen, und mechanistische Modelle beinhalten Naturgesetze, wobei mechanistische Modelle Modellparameter besitzen, die eine physikalische Bedeutung haben und aus Daten bestimmt werden müssen [30]. Die beiden Modelltypen werden auch als „White-Box“-Modelle bezeichnet, weil alle Zusammenhänge transparent physikalisch verständlich sind. Im Gegensatz dazu sind bei empirischen bzw. phänomenologischen Modellen die aus Daten anzupassenden Modellparameter ohne physikalische Bedeutung. Modelle, die nur aus Prozessdaten aufgebaut sind, werden als datengetriebene Modelle, oder auch als statistische Modelle, Datenanalysemodelle, chemometrische Modelle oder „Black-Box“-Modelle bezeichnet, weil die physikalischen Zusammenhänge nicht im Modell erkennbar sind [30].

Mechanistische Modelle sind seit den 1960ern Teil des Chemieingenieurwesens [30, 31]. Sie bestehen quasi immer aus Gleichungen, die explizite Informationen über z. B. chemische Reaktionskinetiken oder Materialeigenschaften enthalten oder Transportgleichungen von den Erhaltungsgrößen Impuls, Masse und Energie sind, sowie Randbedingungen an festgelegten Systemgrenzen [30]. Je nach gewünschter Modellkomplexität kommen algebraische Gleichungen, gewöhnliche oder partielle Differenzialgleichungen zum Einsatz, die mithilfe von

## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

numerischen Methoden und Programmierung auf Computern gelöst werden [30]. Je höher der Detaillierungsgrad der Modellergebnisse sein soll, desto höher steigt selbstverständlich der Rechenaufwand der am Computer zu lösenden Gleichungen. Daher muss für jeden Anwendungsfall die Modellierungsgenauigkeit mit der Rechenzeit balanciert werden und unwichtige Modellbestandteile beispielsweise durch die Verwendung von pauschalen Parametern zusammengefasst werden [30].

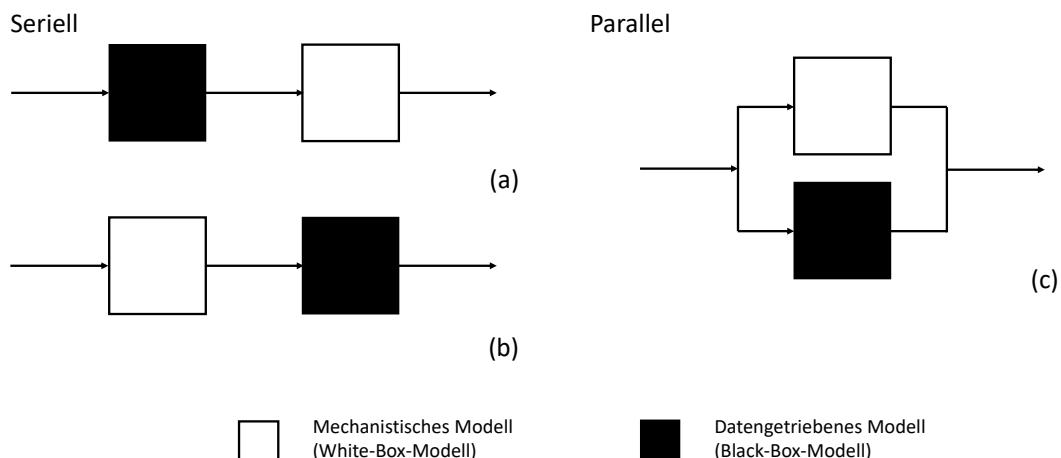
Datengetriebene Modelle haben ab den 1980ern als Chemometrie erweiterte Verwendung im Chemieingenieurwesen gefunden [30]. Sie nutzen Prozessdaten, die deshalb in nötiger Quantität und Qualität zur Verfügung stehen müssen und ziehen Muster und Informationen aus den Daten [30]. Die Entwicklungen der letzten Jahrzehnte haben viele Techniken zum Umgang mit z. B. hochdimensionalen, lückenhaften, ausreißerbehafteten, nichtlinearen und rauschenden Daten hervorgebracht und die gestiegenen Rechenkapazitäten machen inzwischen die Verarbeitung großer Datenmengen möglich [30]. Entsprechend sind die Methoden der datengetriebenen Modellierung von statistischen Standardansätzen wie multivariater Datenanalyse, Hauptkomponentenanalyse und der Reaktionsoberflächenmethode (RSM) hin zu fortgeschrittenen Ansätzen des maschinellen Lernens wie künstlichen neuronalen Netzwerken (ANNs) erweitert worden [29].

Bei industriellen Bioprozessen fehlt oft eine umfangreiche, hochwertige Datenbasis, da die Produktion in wenigen Batches und mit geringer Prozessparametervariation durchgeführt wird. Gleichzeitig ist eine rein wissensbasierte Modellierung nur begrenzt möglich, da ein umfassendes, konzeptionelles Verständnis der Bioprozesse fehlt [29]. Deshalb hat sich in den 1990er Jahren die hybride Modellierung von Bioprozessen als Mittelweg zwischen rein mechanistischer und rein datengetriebener Modellierung aufgetan [32–34]. Der Sinn der Verknüpfung von mechanistischen und datengetriebenen Modellen ist die Nutzung aller verfügbaren Prozessinformationen für ein bestmögliches Gesamtmodell und die Kombination von Vorteilen einzelner Modelltypen wie die Extrapolationsfähigkeit von mechanistischen Modellen mit der Flexibilität von datengetriebenen Modellen. Hybride Modelle werden auch als semiparametrische Modelle oder als „Grey-Box“-Modelle bezeichnet [30, 35].

Die Konfiguration eines mechanistischen und eines datengetriebenen Teilmodells zu einem hybriden Prozessmodell kann auf verschiedene Arten erfolgen, die in Abbildung 2.6 schematisch dargestellt sind. Die im Chemieingenieurwesen am weitesten verbreitete Modellstruktur ist die serielle Struktur, bei der dem mechanistischen Teilmodell das datengetriebene Teilmodell vorgeschaltet ist [30, 35]. Das datengetriebene Teilmodell substituiert in dieser Konfiguration Wissenslücken des mechanistischen Teilmodells. Selten in der chemietechnischen Modellierungspraxis angewandt ist die serielle Struktur, bei der das datengetriebene Teilmodell auf

## 2 Grundlagen und Stand der Forschung

das mechanistische Teilmodell folgt. Diese Konfiguration entspricht einer Datenaugmentation durch das mechanistische Teilmodell, d. h. die Leistung und die Trainingsgeschwindigkeit des datengetriebenen Modells werden durch die Bereitstellung im mechanistischen Teilmodell erzeugter zusätzlicher Prozessdaten verbessert [30]. Ebenfalls weit im Chemieingenieurwesen verbreitet ist die parallele Modellkonfiguration [30]. In der parallelen Modellkonfiguration dient das datengetriebene Teilmodell der ergänzenden Abbildung von einzelnen Effekten wie z. B. Nichtlinearitäten oder speziellen Dynamiken des realen Prozesses, zu deren Vorhersage das mechanistische Teilmodell nicht in der Lage ist [30]. Wenn das datengetriebene Teilmodell auf den Abweichungen zwischen den historischen Prozessdaten und der Ausgabe des mechanistischen Teilmodells aufgebaut wird, spricht man vom kooperativen Errichtungsschema [30]. Wenn das datengetriebene Teilmodell auf den vollständigen historischen Prozessdaten aufgebaut wird und die Gesamtvorhersage des hybriden Modells durch Gewichtung der Vorhersagen der Teilmodelle berechnet wird, handelt es sich um das kompetitive Errichtungsschema [30].



**Abbildung 2.6:** Grundlegende Varianten einer hybriden Modellkonfiguration. Für die Modellierung chemieingenieurtechnischer Prozesse wird oft die obere serielle Verschaltungsviante (a) eingesetzt. Bild modifiziert nach [36].

Für die Identifikation der Modellparameter, die bei mechanistischen Modellen oft als Kalibrierung und bei datengetriebenen Modellen als Training bezeichnet wird, gibt es verschiedene systematische Ansätze in der Literatur, die hier nicht weiter thematisiert werden sollen [30, 35]. Vor der Anwendung eines Modells und nach der Erstellung des Modells folgt die Validierung des Modells. Die Validierung dient der Überprüfung der Gültigkeit des Modells zur Abbildung des realen Prozesses für den beabsichtigten Anwendungsfall. In den Richtlinien zum Einsatz

## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

von Modellen für pharmazeutische Bioprozesse ist die Validierung sogar vorgeschrieben [27]. Die Validierung geschieht üblicherweise auf der Basis von Prozessdaten, eine einheitliche Vorgehensweise zur Validierung existiert aber nicht [27]. Vielmehr wird empfohlen, die Validierungsmethode abhängig vom Modelltyp und vom Einsatzzweck des Modells zu wählen [27]. Im besten Fall sollen Modelle unter der Anwendung mehrerer Validierungsmethoden qualifiziert werden [27]. Außerdem sollen Modelle nach ihrem Einfluss auf den realen Prozess kategorisiert und entsprechend der Validierungsumfang für ein Modell mit hohem Einfluss auf den realen Prozess größer gewählt werden als der für ein Modell mit niedrigem Einfluss auf den realen Prozess [27, 37]. Die Qualität der zur Validierung verwendeten Prozessdaten muss vor der Verwendung geprüft sein und kontinuierliche Überprüfungen sollen die Validität der Modellvorhersagen auch während des Einsatzes weiter sicherstellen [27]. Für die Modellvalidierung stehen eine Vielzahl hier nicht im Detail dargestellter Metriken und Techniken zur Verfügung, die die Abweichung von Modellvorhersagen zu Verläufen von Realdaten quantifizieren, einen sinnvollen Umfang von Trainingsdaten und eine Bewertung der gewählten Modellparameterzahl für ein datengetriebenes Modell angeben sowie Modellausgaben in Abhängigkeit der Variation der Modelleingabe prüfen können [27].

### **2.2.2 Mechanistische Filtrationsmodellierung**

Mechanistische Modelle von Membranfiltrationsprozessen basieren üblicherweise auf Differentialgleichungen, deren Lösungen die zeitlichen Verläufe von Permeatflussrate, TMP und Filtrationswiderständen der Membran darstellen. Wenn die Differentialgleichungen nicht nur zeitlich, sondern auch örtlich über das Gebiet des Filtrationsmediums aufgelöst sind, spricht man von auf Membranfiltrationsprozesse angewandter numerischer Strömungssimulation (CFD) [38]. CFD-Methoden der konventionellen Membranfiltration umfassen die Lösung von Erhaltungsgleichungen für Masse und Impuls (Navier-Stokes-Gleichungen) im Falle einer laminaren Strömung, die Lösung von zusätzlichen Gleichungen für weitere Erhaltungsgrößen im Falle turbulenter Strömung und die Lösung von Gleichungen, die den Massentransfer zur Membranoberfläche bzw. von der Membranoberfläche weg abbilden, und von Gleichungen für das Membranfouling [38]. Im Bereich des Filtrationsmediums wird die Darcy-Gleichung gelöst, die den Zusammenhang zwischen TMP, Membrandurchfluss und Filtrationswiderstand angibt und letztlich eine Vereinfachung der Navier-Stokes-Gleichung ist [38]. Bei der CFD von Crossflowfiltrationsprozessen ist die numerische Verknüpfung von Navier-Stokes-Gleichungen und der Darcy-Gleichung lokal an der Membranoberfläche eine besondere Herausforderung und wurde bereits in Forschungsarbeiten untersucht [39].

## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

CFD wurde zur Untersuchung des Foulings bei der Crossflowultrafiltration von Sojaproteinextrakt [40] und Bovinserumalbumin [41] angewendet. Rajabzadeh und Mitarbeiter haben dazu ein zeit- und ortsabhängiges Foulingmodell entwickelt, das reversible, d. h. durch die Spülung mit Wasser entfernbare, und irreversible, d. h. nur durch chemische Reinigung entfernbare, Widerstände darstellt [40]. Die Fluidströmung und die Konzentration verblockungswirksamer Spezies auf der Retentatseite wurde durch die Lösung von Navier-Stokes-Gleichung und Konzentrations-Diffusions-Gleichung in einem mit einer zweidimensionalen, zylindrischen Netzstruktur diskretisiertem Gebiet abgebildet [40]. Das Foulingmodell wurde als Randbedingung an der Membranoberfläche mit der CFD-Rechnung verknüpft [40]. Die Viskosität der Proteinlösung wurde in Abhängigkeit der lokalen Proteinkonzentration modelliert und die Gleichung wurde mit Experimentaldaten kalibriert [40]. Der reversible Widerstand wurde abhängig von der lokalen Druckdifferenz an der Membranoberfläche, der Permeatflussgeschwindigkeit und der Proteinkonzentration beschrieben, der irreversible Widerstand wurde als konzentrationsabhängig und asymptotisch auf ein Maximum zulaufend modelliert [40]. Die Autoren konnten zeigen, dass eine Steigerung des Permeatflusses bei der Filtration in erster Linie durch Druckerhöhung und in zweiter Linie durch Erhöhung der Querströmungsgeschwindigkeit erreicht werden kann [40]. Schausberger und Mitarbeiter haben das CFD-Hydrodynamikmodell durch mechanistische Gleichungen für die Konzentrationsabhängigkeit der Viskosität, den Diffusionskoeffizienten und für die Kinetik der Bildung einer Proteindeckschicht auf der Membran ergänzt [41]. Rizki und Mitarbeiter haben ohne die Verwendung einer detaillierten Auflösung der Strömungsverhältnisse mittels CFD rein basierend auf mechanistischen Gleichungen Filtrationsmodellierung betrieben und einen mehrstufigen Ultra-/Diafiltrationsprozess unter Verwendung eines Darcy-Modells mit Widerstände-in-Serie-Ansatz optimiert [42]. Den Deckschichtwiderstand haben sie mit der Karman-Kozeny-Beziehung berechnet, die Verknüpfung der einzelnen Filtrationsstufen mit Massenbilanzen umgesetzt und einen genetischen Algorithmus zur Optimierung genutzt [42]. Die Unterscheidung zwischen Porenverblockung und Deckschichtbildung bei der Mikrofiltration von Proteinlösung wurde bei Ho und Zydny gemacht [43]; und Furukawa und Mitarbeiter haben die Deckschichtbildung als eine vorrangige Ursache für die Membranverblockung bei der Filtration von proteinhaltigen Lösungen in Bioprozessen ausgemacht [44]. Mechanistische Filtrationsmodellierung wurde auch als Teil der integrierten Simulation ganzer Prozessketten verwendet, etwa von Aufreinigungsprozessen in der biopharmazeutischen Herstellung [45, 46]. Die Verwendung der Darcy-Gleichung für den Membrandurchfluss in Kombination mit mechanistischen Gleichungen für die Filtrationswiderstände dominiert also die Modellierung von Filtrationsprozessen in der Literatur und dient als Ausgangspunkt für die Entwicklung des Foulingmodells in der vorliegenden Arbeit.

## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

Mechanistische Modellierung wurde angewandt für dynamische Filtrationsverfahren mit statischer Membran und rotierender, impermeabler Scheibe [47–50] sowie für solche mit rotierender Filtrationsscheibe [51–53]. Für Systeme mit statischer Membran und rotierender, impermeabler Scheibe wurden CFD-Modelle mit Turbulenzabbildung erstellt [47, 48, 50]. Die Scherrate an der Membranoberfläche und der Druck des Fluids an den Rand der Filterkammer aufgrund der rotierenden Scheibe wurden mithilfe des Modells quantifiziert [47, 48]. Es konnte gezeigt werden, dass Scherrate und Fluiaddruck mit der Scheibendrehzahl und über den Radius der Scheibe nach außen steigen und es konnten Zusammenhänge zu bereits in der Literatur beschriebenen empirischen Gleichungen der Scherrate in rotierenden Membransystemen festgestellt werden [47, 48]. Eine Vergleichsstudie zwischen einem System mit rotierender Membranscheibe und einem mit statischer Membran und rotierender, impermeabler Scheibe hat gezeigt, dass der Energiebedarf des Systems geringer ist, wenn eine undurchlässige Scheibe rotiert und die Membranscheibe fix ist [50]. Rotiert die Membran nicht selbst, wird außerdem eine Rückspülung von Permeat aus dem Innern der Membranscheibe, das durch die Zentrifugalkraft in radialer Richtung nach außen gedrückt wird, vermieden [50]. Die Autoren bewerten das System mit rotierender Membranscheibe dennoch als dem mit fixer Membranscheibe überlegen, denn die rotierende Membranscheibe weist höhere Scherraten direkt an der Membranoberfläche auf [50]. Weil die verlustbehaftete Impulsübertragung von der rotierenden, impermeablen Scheibe auf die Membranoberfläche bei dem System mit selbstrotierender Membranscheibe wegfällt, ist das Fouling bei letzterem System niedriger [50].

Für die DCF-Simulator-Maschine der Firma Andritz mit einer einzelnen, rotierenden Membranscheibe haben Marke und Mitarbeiter ein CFD-Modell aus Hydrodynamik und Konzentrationsfeld erstellt und für mehrere Versuchsreihen eingesetzt [51–53]. Die Membranpermeabilität wurde mit einer empirischen Gleichung auf Experimentaldaten basierend abgebildet und es wurde der Geschwindigkeitsfaktor zur Anpassung der Gleichung zur Berechnung des dem TMP entgegenwirkenden Rückdrucks durch die Membranrotation an die Geometrie des Maschinentyps bestimmt [51]. Es wurde herausgefunden, dass die Verschiebung des Feedeinlasses vom hinteren Rand der Prozesskammer zur Vorderseite und zum Zentrum der Prozesskammer eine bessere Vermischung des Retentats in der Prozesskammer bedingt, da sich der Retentatauslass auf der Rückseite der Membranscheibe befindet und sich vor der konstruktiven Anpassung ein Konzentrationsunterschied zwischen beiden Seiten der Membranscheibe gebildet hat [52]. Nach Aussage des Autors funktioniert das CFD-Modell aber nur für die Simulation druckkontrollierter Filtration [53]. Die Erkenntnisse aus dem CFD-Modell wurden auf ein als „technisches Modell“ bezeichnetes Metamodell übertragen, das auch experimentell ermittelte, empirische

## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

Zusammenhänge des Partikelfoulings beinhaltet und prospektiv dem Ziel des Scale-ups von Prozessen auf der Simulatormaschine zur Industriegröße der Anlage dienen soll [53, 54].

### **2.2.3 Hybride Filtrationsmodellierung**

Sowohl für die rein datengetriebene wie auch für die hybride Filtrationsmodellierung gibt es in der Literatur ein Spektrum verschiedener Anwendungsfälle. Bereits 1997 haben Piron et al. die hydraulischen Filtrationswiderstände bei der Crossflowmikrofiltration von Hefezellsuspensionen mit einem seriell hybriden Modell vorhergesagt und festgestellt, dass das hybride Modell einem rein datengetriebenen in der Genauigkeit überlegen ist [55]. Sie betonen aber auch, dass die für die mechanistischen Modellanteile getroffenen Annahmen und Vereinfachungen bei der Modellverwendung zu beachten sind [55]. Der mechanistische Modellteil wurde durch die Darcygleichung und eine Massenbilanz dargestellt, zwei ANNs dienen der Vorhersage von Anpassungsparametern des mechanistischen Modellteils [55]. Auch Krippl et al. haben mehrere Studien zu hybriden Modellen für die Crossflowfiltration durchgeführt [56–58]. In einer Studie haben die Autoren für die Ultrafiltration von Bovinserumalbumin- und Lysozymlösungen ein kombiniertes Modell aus einem ANN, das aus den Eingangsvariablen TMP, Querstromgeschwindigkeit und Proteinbulkonzentration den Flux berechnet, und Speziesmassenbilanzen, die aus dem Flux die Proteinbulkonzentration und die Erhöhung des Permeatvolumens im nächsten Zeitschritt vorhersagen, erstellt [56]. Die zeitschrittlich-inkrementelle Simulation des Modells resultiert in dem Verlauf von Proteinaufkonzentrierung und Permeatfluss über die gesamte Prozessdauer [56]. Die Autoren fassen zusammen, dass das Modell dank des mechanistischen Anteils nur wenige Trainingsdaten benötigt und unmittelbar auf eine Großanlage skalierbar ist, gleichzeitig das Modell dank des datengetriebenen Ansatzes schnell simulierbar und von hoher Interpolationsqualität ist [56]. Eine Studie im Nachlauf zeigt das Potenzial eines hybriden Modells in analoger Konfiguration für die Simulation einer mehrstufigen Crossflowfiltrationsanlage im stationären Betriebsfall [58]. Die Verknüpfung von Darcy-Gesetz und ANNs für die hybride Filtrationsmodellierung hat in vielen weiteren in der Literatur berichteten Studien Verwendung gefunden [59–61]. ANNs gelten aufgrund ihrer Flexibilität [62] und weil sie mechanistischen und anderen datengetriebenen Modellierungsmethoden in der Genauigkeit gleichwertig bis überlegen sind [63, 64] als beste Methode zur datengetriebenen Filtrationsmodellierung. Die Voraussetzung zum Training von performanten ANNs ist auch in der Filtrationsmodellierung die nötige umfangreiche Datenbasis, weshalb im Rahmen datengebener Filtrationsmodellierung auch empirische Modellansätze als Forschungsgegenstand betrachtet wurden [65, 66]. Empirische Modelle der Crossflowfiltration wurden beispielsweise zur Beschreibung des hydraulischen Deckschichtwiderstands in der Darcygleichung und

der Diffusion von Partikeln von bzw. zu der Membranoberfläche vorgeschlagen [65, 66]. Im Vergleich mit ANNs leisten empirische Modelle oft ebenfalls eine gute Vorhersage [67], zum Beispiel bei der Abbildung von Foulingverhalten mittels Kombination mehrerer empirischer Membranverblockungsgesetze [68]. Speziell für die datengetriebene Modellierung von DCF ist bisher nur die Arbeit von Krüger et al. bekannt, in der univariate Modelle zur Zeitreihenprädiktion des TMP verglichen werden [69], hybride Modelle von DCF sind nicht bekannt. In dieser Arbeit sollen empirische Ansätze das grundlegende, mechanistische Filtrationsmodell ergänzen, mit dem Ziel auf begrenzter Experimentaldatenbasis ein robustes Modell zur Optimierung aufbauen zu können.

### 2.2.4 Metamodelle

Um komplexe Modellkollektive zur Echtzeitoptimierung von Produktionsanlagen zu nutzen, sind Techniken nötig, um die Modellsimulation in nötiger Geschwindigkeit parallel zum realen Prozess zu gewährleisten. Eine solche Technik stellt die Erstellung von Metamodellen dar. Metamodelle werden auch Ersatzmodelle genannt, denn Metamodelle sind eine übergeordnete, vereinfachte Abbildung des zugrundeliegenden, ursprünglichen Modells. Durch die Reduktion von Komplexität geht zwar ein Teil der im ursprünglichen Modell vorhandenen Detailtiefe verloren, dafür ist aber die Simulationsgeschwindigkeit des Metamodells höher als die Simulationsgeschwindigkeit des ursprünglichen Modells.

Franzreb et al. haben beispielsweise mithilfe der als RSM bezeichneten quadratischen Regression ein Metamodell für einen komplexen Antikörperherstellungsprozess erstellt und mithilfe des Metamodells Aussagen über die Wirtschaftlichkeit des Prozesses getroffen [70]. Die Trainingsdaten für das Metamodell wurden von den Autoren aus dem zugrundeliegenden Modell mittels Simulation eines statistischen Versuchsplans der Modellparameter gewonnen [70]. Wang et al. haben ein Metamodell für Proteinchromatographie erstellt und gezeigt, dass mithilfe des Metamodells schnell die Modellparameter des zugrundeliegenden, mechanistischen Modells für die Anpassung an einen neuen Feedtyp vorhergesagt werden können [70]. Die Autoren wählten ein ANN als Metamodelltyp [70]. Michalopoulou und Papathanasiou haben ebenfalls ANNs als Ersatz für mechanistische Chromatographiemodelle untersucht und zeigen in ihrer Publikation, dass große Datensets für das Training nötig sind und dass eine geschickte Einstellung der Hyperparameter entscheidend für die Verlässlichkeit und Leistungsfähigkeit der ANNs als Metamodelle ist [71]. Einmal erstellt besitzen die berichteten Metamodelle im Vergleich zum mechanistischen Modell einen um 99 % reduzierten Rechenaufwand [71].

Ein Vergleich von Metamodellierungstechniken im Hinblick auf die Treffsicherheit und Robustheit wurde von Jin et al. vorgenommen [72]. Vier Metamodellierungstechniken, darunter

## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

radiale Basisfunktionen und polynomische Regression, wurden auf Datensets mit unterschiedlichen Graden an Nichtlinearität, Dimensionalität und Rauschen angewandt und die erhaltenen Modelle in ihrer Simulationsleistung bewertet [72]. ANNs haben die Autoren aber nicht in ihre Vergleichsstudie inkludiert, da die Modellleistung von der Feineinstellung der Hyperparameter abhängt, was nach Aussage der Autoren nach dem Prinzip von Versuch-und-Irrtum geschieht [72]. Ergebnis der Studie ist, dass radiale Basisfunktionen die allgemein performanteste der verglichenen Metamodellierungsmethoden sind [72]. Polynomische Regression ist speziell für Datensätze mit niedrigen Nichtlinearitätsgrad die empfohlene unter den untersuchten Methoden [72]. Bei polynomischer Regression wird die Transparenz des Modells durch die interpretierbare Bedeutung der Faktoren sowie die Einfachheit dieser Metamodellierungstechnik ohne eine notwendige Einstellung von Hyperparametern genannt [72]. Die polynomische Regression wird auch in dieser Arbeit als Metamodellierungstechnik angewandt.

### **2.2.5 Modelltransfer über Prozesse**

Die etablierte Vorgehensweise der Erstellung und des Einsatzes von mechanistischen oder datengetriebenen Modellen beinhaltet den Fokus auf einen konkreten Anwendungsfall, d. h. das Modell wird auf Basis vorhandener Daten für einen konkreten Prozess angefertigt und für genau diesen Prozess validiert und verwendet. Oft sind im Vorfeld des Einsatzes der Modelle für z. B. eine Prozessoptimierung aber nicht ausreichend historische Daten vorhanden, um ein robustes, genaues Modell erstellen zu können, oder ein bereits bestehendes Modell soll zur Abbildung eines artverwandten Prozesses, der sich z. B. im verwendeten Feedstrom oder der Skalierung (etwa Labor- vs. Technikumsmaßstab) vom ursprünglichen Prozess unterscheidet, modifiziert werden. Um Modelle für Bioprozesse auf marginaler Datenbasis erstellen und dabei Vorwissen aus artverwandten Prozessen für die Modellerstellung nutzen zu können, erleben deshalb aktuell die Techniken des Transferlernens und des inkrementellen Lernens eine Aufmerksamkeit in der wissenschaftlichen Diskussion und Forschung [36].

Das Transferlernen fasst Techniken zur Übertragung des mit Daten eines Prozesses angefertigten Modells auf einen artverwandten Prozess zusammen. Das Modell wird quasi mit historischen Daten eines artverwandten Prozesses vorgelernt. Hutter et al. haben hybride Modelle auf Basis von Gaußprozessen für Upstream-Bioprozesse erstellt und den Produktnamen als Vektor in die Prozessdaten eingebettet [73]. Somit konnten sie die historischen Prozessdaten mehrerer Produkte miteinander verbinden, was zu einer verbesserten Vorhersageleistung des Modells geführt hat [73]. Die Visualisierung der eingebetteten Produktnamen in einem abstrakten Raum zeigt Experten Zusammenhänge zwischen den Produkten und den Prozessen, die für eine effiziente Prozessmodellerstellung für neue, ähnliche Produkte genutzt

## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

werden können [73]. Kay et al. haben ein hybrides Modell, das aus Kinetikgleichungen und einem ANN besteht, zunächst für den Produktionsprozess von Lutein mit einem bekannten Mikroalgenstamm erstellt und anschließend die Übertragbarkeit auf den Produktionsprozess mit einem weniger bekannten Mikroalgenstamm geprüft [74]. Dazu haben die Autoren auf Basis von mechanistischem Prozesswissen einen Term in den Kinetikgleichungen geändert und das Transfermodell dann mit zwei experimentellen Datensätzen des weniger bekannten Mikroalgenstamms trainiert [74]. Strafterme dienen dazu, dass das Transfermodell beim Training nicht von Quellmodell divergiert [74]. Die Autoren bestätigten, dass durch das Transferlernen keine umfangreichen Datensätze des Zielprozesses für die Modellerstellung nötig sind, und zeigten, dass das hybride Modell einen besseren Wissenstransfer leisten kann als ein rein datengetriebenes Modell [74]. Hellekes et al. haben Transferlernen am Anwendungsfall von Säugetierzellkulturen für die Produktion von Biopharmazeutika untersucht und schlagen ein Kalibrierungskonzept zur Anwendung des Transfermodells auf einen neuen, unbekannten Prozess vor [75]. Das Kalibrierungskonzept baut auf eine Zielfunktion, die Unterschiede zwischen den mit historischen Daten dokumentierten Experimenten herausarbeitet und dann wenige, optimale Kalibrierungsexperimente für die Datengewinnung für das Training des Transfermodells vorschlägt [75].

Inkrementelles Lernen bezeichnet Vorgehensweisen zur Anpassung von grob vorab erstellten Modellen an konkrete Prozesse während der laufenden Prozesse unter Verwendung der laufend zeitlich, inkrementell neu anfallenden Daten. Bisherig vorhandene Literatur zu inkrementellem Lernen im Bereich des maschinellen Lernens in der Informatik unterscheidet zwischen Batch-inkrementellem und Instanz-inkrementellem Lernen [76, 77]. Beim Batch-inkrementellen Lernen wird ein Modell neu mit dem vollständigen Datensatz trainiert, sobald der Datensatz durch die Gewinnung neuer Daten erweitert wurde [77]. Das Batch-inkrementelle Lernen gilt deshalb als numerisch teuer [77]. Beim Instanz-inkrementellen Lernen wird nur der Anteil der neu gewonnenen Daten zum Retraining benutzt, durch die Nichtberücksichtigung des Restdatensatzes kann aber die Modellqualität herabgesetzt sein [77]. Für mechanistische Modelle mündet das inkrementelle Lernen letztendlich in einem sogenannten adaptiven System, d. h. die Modellparameter werden im Lernprozess verändert während die restliche Gleichungsstruktur unverändert bleibt [36]. Für datengetriebene Modelle kann auch die Modellstruktur im inkrementellen Lernprozess verändert werden, sodass man von einem sich selbst entwickelnden Modellsystem sprechen kann [36]. Zum Zeitpunkt des Verfassens dieser Abhandlung sind keine Studien zum inkrementellen Lernen bei Bioprozessen bekannt.

## 2.3 Digitale Zwillinge (DTs) in der (bio-)chemischen Industrie

DTs sind virtuelle Abbilder eines realen, physischen Systems und stehen mit ihm in informiellem Austausch. Eingeführt wurde der Begriff und das Konzept des DT im Jahr 2002 von Michael Grieves bei einem Vortrag über Produktlebenszyklusmanagement vor Industrievertretern an der Universität Michigan [78]. Bereits in den späten 1960er Jahren hat die NASA für das Apollo-Programm Raumschiffe in zweifacher, identischer Form gebaut, um das Verhalten des Raumschiffs während der Mission im All gleichzeitig auf der Erde nachstellen zu können [79]. Damals wurde demnach die Idee eines Zwillings zur Spiegelung des Verhaltens eines Vorbildsystems in einfacherer Ausführungsumgebung (digital vs. auf der Erde) bereits verwendet.

Handelt es sich bei dem physischen System um eine Produktionsanlage, so wird die informationelle Verknüpfung aus der realen Produktionsanlage und deren DT als cyberphysisches Produktionssystem (CPPS) bezeichnet. Die Errichtung von CPPSen gilt als zentrale Basistechnologie zur Erfüllung von Industrie 4.0 [80], der im Jahr 2011 auf der Hannovermesse erstmals vorgestellten Vision von vollständig digitalisierten, vernetzten und intelligenten industriellen Produktionsumgebungen.

In diesem Abschnitt sollen nachfolgend Architekturen und Konzepte für die Realisierung von DTs für Produktionsprozesse beschrieben und ein Überblick über in der Literatur berichtete Anwendungsfälle von DTs für (Bio-)Prozesse gegeben werden.

### 2.3.1 Konzepte und Anforderungen

Das Konzept eines DT innerhalb eines CPPS beeinhaltet den physischen Anlagengegenstand, der im selbstständigen, bidirektionalen Datenaustausch mit dem virtuellen Anlagengegenstand steht. Der physische Anlagengegenstand ist zum Zweck der Gewinnung von Betriebsdaten mit Sensoren ausgestattet und er enthält Aktoren, die auf den Empfang von Regelungsdaten hin aktiv eine Zustandsänderung herbeiführen. Der DT besteht aus einem einzelnen Modell bzw. aus einer Gesamtheit von mehreren Modellen, die simulationsfähig sind, er enthält intelligente Algorithmen, die Betriebsdaten der physischen Anlage mit Synthetikdaten der Modellsimulationen zur Generierung von Optimierungsstrategien kombinieren, sowie ein Datenbanksystem für Betriebsdaten und Metadaten.

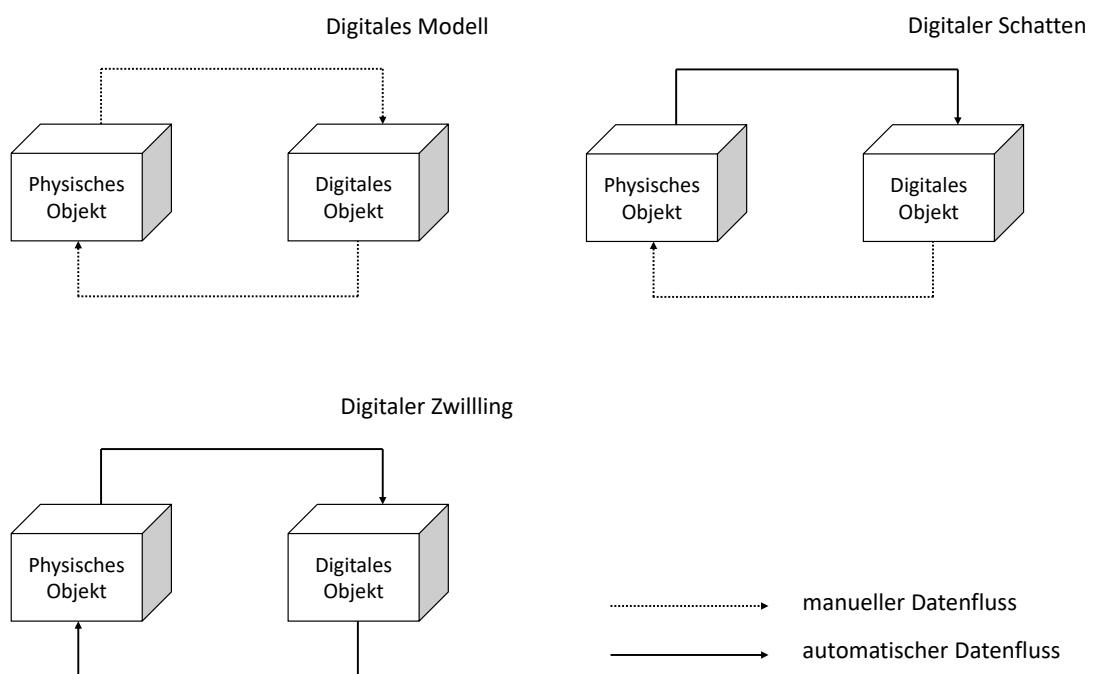
In der automatisierungstechnischen Fachliteratur werden die Synchronisation mit dem physischen Anlagengegenstand, die aktive Datenbeschaffung und die Fähigkeit zur Simulation als

## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

Erfordernisse eines DT genannt [81]. Das Ziel eines DT ist die Beeinflussung, Optimierung oder Regelung des physischen Anlagengegenstands [81]. Ein intelligenter DT weist außerdem Fähigkeiten von künstlicher Intelligenz auf, sodass die Datenauswertungen und die Modellsimulationen autonom, d. h. ohne Eingriff eines Menschen, geschehen [81]. Neben technischen Daten sollte ein DT nach der Meinung der Autoren organisatorische Daten enthalten, historische Daten sollen genauso wie Echtzeitdaten genutzt werden, sodass die im DT enthaltenen Modelle über den gesamten Lebenszyklus des physischen Anlagengegenstands hinweg aktuell gehalten werden [81, 82]. Auf technischer Seite sind für die Integration aller verfügbaren Daten einheitliche Austauschformate und Schnittstellen zwischen allen Bestandteilen sowie verfügbare Clouddatenbanken nötig [81, 82].

Für die Entwicklung von DTs für Bioprozesse haben Herwig et al. Anforderungen, Erwartungen der Industrie und Herausforderungen sowie Werkzeuge für die Implementierung gesammelt [83]. Darauf aufbauend haben die Autoren Beispiele für Anwendungen von DTs für die Bioprozesskontrolle im Labormaßstab zusammengetragen und Möglichkeiten für die Umsetzung von DTs in der Bioprozess- und Biopharmaindustrie abgeleitet [84]. Speziell für die Pharmabranche sind zwar die Bausteine für DTs in Form von Methoden der prozessanalytischen Technologie für die Datensammlung während eines Prozesses, mechanistischen, datengetriebenen und hybriden Prozessmodellen sowie Datenbanksystemen bekannt und eingesetzt, jedoch existiert bisher kein vollumfänglicher DT für die pharmazeutische Produktion [85].

Die Klassifizierung von teilweisen Umsetzungen von DTs kann über den Level der Datenintegration zwischen dem physischen und dem virtuellen Anlagengegenstand geschehen [86]. Ist der virtuelle Anlagengegenstand ein reines, digitales Replikat des physikalischen Anlagengegenstands ohne automatischen Datenaustausch, dann handelt es sich um ein digitales Modell. Sobald ein automatischer Datenaustausch vom physikalischen zum virtuellen Anlagengegenstand stattfindet, sodass eine Änderung im physischen Objekt eine Änderung im digitalen Objekt bewirkt, entsteht ein sogenannter digitaler Schatten. Erst wenn zusätzlich ein automatischer Datenaustausch von virtuellen Anlagengegenstand zurück zum realen Anlagengegenstand stattfindet, ist der Informationskreislauf geschlossen und das digitale Objekt funktioniert als Kontrollinstanz des physischen Objekts. Diese Stufe der Datenintegration kennzeichnet einen DT [86]. Die Abstufungen in den Umsetzungen eines DT sind in Abbildung 2.7 dargestellt. Um vom Prozessmodell zum DT zu kommen, schlagen Udagama et al. einen fünfschrittigen Arbeitsablauf vor [87]. Zunächst soll ein stationäres Prozessmodell erstellt werden, das zu einem dynamischen Prozessmodell ausgebaut wird. Unter Einbezug von Prozessdaten soll das Prozessmodell dann validiert werden. Die Verknüpfung des Prozessmodells mit dem physischen Prozess schafft die Echtzeitanpassung des Modellzustands auf Basis der Betriebsdaten,



**Abbildung 2.7:** Schematische Darstellung der Möglichkeiten von Datenflüssen zwischen dem physischen Prozessgegenstand und dem virtuellen Gegenstück. Nur in einem digitalen Zwilling läuft der Datenaustausch bidirektional. Bild modifiziert nach [86].

## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

bevor durch die Echtzeitausgabe von Regelungseinstellungen an den physischen Prozess die modellbasierte Prozesskontrolle realisiert wird. Die Autoren wenden ihren Arbeitsablauf auf das Fallbeispiel eines fermentativen Ethanolherstellungsprozesses an, jedoch ohne den DT real umzusetzen [87].

### **2.3.2 Anwendungsfälle**

Anforderungen und Konzepte für DTs sind in der Literatur vielfach beschrieben, Berichte von konkreten Umsetzungen für DTs in der Prozessindustrie sind dagegen erst vereinzelt vor der Verfassung der vorliegenden Abhandlung erschienen. Im Folgenden soll dem Leser ein kurzer Überblick über beispielhafte Umsetzungen von DTs für Bioprozesse gegeben werden.

Kannapinn et al. präsentieren erstmals einen DT mit Zwei-Wege-Datenfluss für die autonome, thermische Lebensmittelprozessierung [88]. Ein mechanistisches, hochpräzises Prozessmodell aus Massen- und Energieerhaltungssätzen bildet den Kern des beschriebenen DT, für die effiziente Simulation in Echtzeit wurde aus dem mechanistischen Modell ein datengetriebenes Metamodell mittels Reduktion der Modellfreiheitsgrade erstellt [88]. Mit dem DT kann die Ofentemperatur für die passende Bräune, Feuchtigkeit, Kerntemperatur und Inaktivierung von Mikroorganismen im Lebensmittel individuell geregelt werden [88]. Der DT wurde zwar nicht auf einer Prozessanlage im Großmaßstab implementiert, laut der Autoren erlaubt die Gestaltung des DT aber eine direkte Anwendung in der Industrie [88].

Für die industrielle DCF zeigen Tebbe et al., wie der Ansatz für eine Prozessregelung mittels eines DT aussehen kann [89]. Fokussiert auf den Anwendungsfall der Hefeabtrennung bei der Bierherstellung haben die Autoren ein datengetriebenes Gesamtmodell mit mechanistischen Modellbestandteilen erstellt und mit einem Optimierungs- und Regelungskonzept mit einer Zielfunktion aus dem Ertrag und den Kosten pro Filtrationsbatch verknüpft [89]. Eine Information über die Produktkonzentration erhalten die Autoren mit Nahinfrarotspektroskopie während des laufenden Prozesses [89]. Eine Besonderheit des Ansatzes ist, dass der Regelungsalgorithmus direkt auf der speicherprogrammierbaren Steuerung (PLC) implementiert wurde [89]. Es wurde bisher aber keine Prozessoptimierung mit dem DT erreicht und das Konzept bzw. die Modelle sind nach Aussage der Autoren bisher nicht umfänglich validiert [89].

Müller et al. präsentieren einen kognitiven DT eines Bioreaktorsystems, der selbstständig lernend einen Upstream-Prozess für die Produktion von monoklonalen Antikörpern entwickelt [90]. Die Autoren haben für ein kommerzielles Perfusionsbioreaktorsystem eine digitale Infrastruktur bestehend aus einer SQL-Datenbank für Prozessdaten, einer Kommunikationsmöglichkeit zum Austausch von Daten und Einstellwerten (Setpoints) zwischen der Bioreaktorsoftware und dem DT mittels einer Open Platform Communications-Klient/Server-Architektur und einer

## *2 Grundlagen und Stand der Forschung*

grafischen Benutzeroberfläche zum Überblick, zur Visualisierung und Auswertung der Daten aufgebaut [90]. Ein hybrides Modell aus Massenbilanzen und Gaußprozessen bildet den gesamten Fermentationsprozess ab und ein Bayesscher Algorithmus wurde für die Optimierung der Experimentalparameter eingesetzt [90]. Die Autoren fassen zusammen, dass ihre autonome Prozessentwicklungsmaschine durch die Verwendung von Gaußprozessen als Modelle historisches Prozesswissen genauso wie Wissen von artverwandten Prozessen (konkret von verschiedenen Zelllinien) in die Entscheidungsfindung einbeziehen kann [90]. Der dort erschaffene DT kann durch das Retraining der Modelle in Echtzeit aus den Ergebnissen der laufenden Experimente Schlüsse ziehen und zukünftige Ereignisse im Prozess vorhersagen [90]. Letztlich konnten die Autoren eine autonome Prozessführung der parallelen Bioreaktoren zur Verfolgung des Optimierungsziels von hohem Lebendzellvolumen und maximalem Lebendzellanteil am Ende des Kultivierungszeitraums zeigen [90].

Die Entwicklung eines DT, der aus in Echtzeit verfügbaren Prozessdaten Einstellwerte für eine optimale Prozessführung ableitet, dabei historische Prozessdaten in die Entscheidungsfindung einfließen lässt und sich selbstständig lernend an verschiedene Feedströme anpasst, ist der Kernpunkt der vorliegenden Arbeit. Dazu werden im folgenden Kapitel der Aufbau und die Funktionsweise der DCF-Anlage im Industriemaßstab, die Prozessdatenverarbeitung sowie weitere Aufbauten von Laborexperimenten zur Gewinnung relevanter Korrelationen für die Kalibrierung des hybriden, dynamischen Prozessmodells beschrieben.

# **3 Materialien und Methoden**

Im Rahmen dieser Arbeit wurden industrielle Produktionsläufe mit der industriellen Vierwellen-DCF-Maschine mit und ohne aktiven DT durchgeführt. Mit einem Einscheiben-DCF-Apparat wurden im Forschungslabor experimentelle Untersuchungen der Korrelation zwischen der Kammerkonzentration und dem Membrandrehmoment durchgeführt. Für die Experimente wurde ein teilautomatisierter Anlagenaufbau eingerichtet, mit dem die Überwachung und Speicherung von Prozessdaten des Drehmoments in gleicher Art wie bei der Industrieanlage möglich ist. Rheologische Charakterisierungen von Hefezellsuspensionen und Bentonitlösungen als komplexe Feedströme haben im Hinblick auf die Modellierung des Zusammenhangs zwischen Konzentration und Viskosität stattgefunden. Im Folgenden werden die verwendeten Methoden erläutert.

## **3.1 Industrielle Produktion mit Vierwellen-DCF**

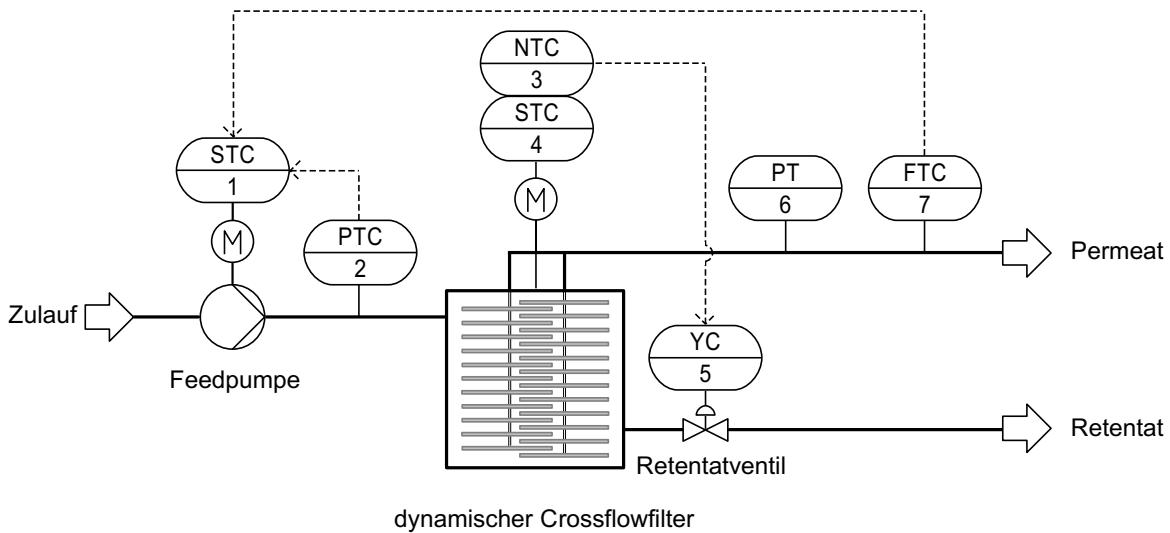
Die Durchführung der Produktionen im industriellen Maßstab sowie die Auswertung der Daten in Bezug auf die Filtrationsleistung pro Produktionslauf geschieht nach einheitlichem, im folgenden beschriebenen Schema.

### **3.1.1 Anlagenaufbau und Produktionsdurchführung**

Der Aufbau für die Produktion im Industriemaßstab ist in Abbildung 3.1 zu sehen. Bei der Produktionsanlage handelt es sich um die DCF-Maschine des Typs DCF 312/32 der Firma Andritz Separation GmbH (Vierkirchen), die auf vier Wellen insgesamt 256 keramische Filterscheiben mit einer totalen Membranoberfläche von  $32,8 \text{ m}^2$  besitzt. Die Mikrofiltrationsmembranen, deren Deckschicht eine mittlere Porengröße von 200 nm besitzt, sind ebenso wie die Wellen im Innern hohl, sodass das Permeat bei der Filtration in die Membranscheiben eindringt und weiter durch die Hohlwellen aus der Maschine abgeleitet wird. Das Retentat sammelt sich in der Prozesskammer, wird dort aufkonzentriert und kann durch Öffnung des Retentatventils entlassen werden. Je 64 Membranscheiben sind auf eine Hohlwelle übereinander montiert und

### 3 Materialien und Methoden

bilden einen Membranstapel. Der Abstand der Hohlwellen zueinander ist so gewählt, dass sich die benachbarten Membranstapel überlappen. In der Überlappungsregion der Membranscheiben herrscht deshalb durch den geringen Abstand der Membranscheiben zueinander eine erhöhte Scherrate, die eine intensive Abreinigung der Feststoffablagerungen von den Membranoberflächen bewirkt. Die Produktionsanlage ist mit Sensorik für die Rotationsgeschwindigkeit der Hohlwellen mit den Membranscheiben, den Druck in der Filtrationskammer sowie den Druck im Permeat, den Öffnungsanteil des Retentiventils, die prozentuale Förderrate der Feedpumpe und die volumetrische Permeatflussrate ausgestattet. Außerdem stehen Daten des Drehmoments der Membranscheiben zur Verfügung.



**Abbildung 3.1:** Rohrleitungs- und Instrumentenfließschema (P&ID) des Filtrationsaufbaus des industriellen Anwendungsfalls. Bei der DCF-Anlage handelt es sich um ein Vierwellenmodul mit insgesamt 256 Einzelkeramikscheiben und einer Gesamtfilterfläche von 32,8 m<sup>2</sup>. Die Steuerung der Feedzufuhr geschieht in Abhängigkeit der gemessenen Permeatflussrate (im flusskontrollierten Steuerungsmodus) bzw. in Abhängigkeit des TMP (im druckkontrollierten Steuerungsmodus). Die EMSR-Kennbuchstaben bezeichnen Rotationsgeschwindigkeit (S), Druck (P), Drehmoment aus der Motorleistung (N), Öffnungsanteil des Ventils (Y), volumetrische Flussrate (F), einen Messumformer (T) und eine selbsttätige Regelung (C).

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Produktionsläufe mit den Feedströmen Rotweinruba, Weißweinruba und Süßmostruba durchgeführt. Rotweinruba bezeichnet das Material, dass sich nach der Fermentation von roten Trauben bei der Rotweinherstellung am Boden des Gärungstanks absetzt. Dieser Bodensatz besteht neben Schalenbestandteilen, Kernen und anderen Feststoffen vorwiegend aus den Hefestrukturen. Der zu filtrierende Weißweinruba enthält neben Hefestrukturen vor allem Verbindungen aus dem Mineral Bentonit und Proteinen aus dem Rohwein, da bei

### 3 Materialien und Methoden

der Weißweinproduktion Bentonit als Schönungsmittel zur Entfernung geschmacklich unerwünschter Proteine zugesetzt wird. Der verwendete Süßmosttrub enthält Feststoffbestandteile wie Schalen, Kerne, Fruchtfleisch und Schwebstoffe, die nach der Pressung zunächst noch im Saft vorhanden sind. Die nach der Filtration aus dem Permeatstrom entstehenden Wertprodukte sind Rotwein, Weißwein bzw. ein geklärter Süßmost. Alle Produktionsläufe wurden bei einem Weinhersteller in Italien zwischen Oktober 2022 und Mai 2024 im Rahmen der regulären Verarbeitungskampagnen durchgeführt.

Während des Filtrationsprozesses fördert die als Feedpumpe bezeichnete Zentrifugalpumpe die Feedsuspension vom Lagertank in die Kammer der DCF-Maschine. Die Feedsuspension im Lagertank wird in unregelmäßigen Abständen während des Prozesses händisch durchmischt, dennoch kann kein konstanter Feststoffgehalt des Feedstroms in die Anlage während der Prozesslaufzeit sichergestellt werden. Der Feststoffgehalt der zugeführten Feedsuspensionen kann online während der laufenden Prozesse nicht bestimmt und nur indirekt über das Drehmoment in der Anlage abgeschätzt werden. Der DT muss deshalb auf wechselnde und unmittelbar nicht bekannte Feststoffgehalte der Feedsuspension während des Prozesses reagieren können. Die Förderrate der Feedpumpe wird von der PLC geregelt, wobei entweder der aus der Differenz zwischen Kammerdruck und Permeatdruck ermittelte Transmembrandruck (TMP) oder die Permeatflussrate als Referenzpunkt verwendet wird. Der den TMP reduzierende Rückdruck durch die Rotation der Membranscheiben wird bei der Ermittlung des TMP vernachlässigt. Die Regelung der Feedpumpe nach dem TMP markiert den druckkontrollierten Betriebsmodus, die Regelung nach der Permeatflussrate den flusskontrollierten Betriebsmodus der Anlage. Der Doppelmantel der Anlage wird während der Filtration auf 9 °C bis 11 °C gekühlt.

Dem eigentlichen Produktionsprozess steht eine Anfahrphase der Anlage zeitlich vor. In der Anfahrphase wird die gereinigte und mit Wasser gefüllte Anlage zunächst entleert und anschließend mit der Feedsuspension gefüllt. Nach dem Start der Rotation der Hohlwellen mit den Membranstapeln und dem Öffnen des Permeatventils wählt der Anlagenführer manuell eine niedrige Permeatflussrate von etwa  $500 \text{ Lh}^{-1}$  aus und prüft den sich tatsächlich einstellenden TMP. Darauf basierend wurde vor der Aktivierung des DT zum folgenden Beginn der eigentlichen Produktion der Einstellwert der Permeatflussrate mittels linearer Extrapolation so gewählt, dass der TMP 0,3 bar beträgt. Je nach Feststoffkonzentration im Feed und Membranpermeabilität zu Beginn des Prozesses unterscheidet sich folglich der initial für den Produktionsbatch gewählte Permeatflussrateneinstellwert. Nachdem der DT zum Start der Süßmostproduktionskampagne 2023 implementiert und aktiviert wurde, hat der Anlagenführer nach einer Sicherheitsprüfung die Permeatflusswertvorschläge des DT jeweils manuell an der Anlage eingestellt.

### 3 Materialien und Methoden

Die Produktion beginnt also im flusskontrollierten Betriebsmodus und der TMP steigt über die Zeit mit der Membranverblockung an. Sobald ein pro Feedtyp definierter TMP-Grenzwert erreicht wird, wechselt die Anlagensteuerung automatisch in den druckkontrollierten Betriebsmodus, sodass bei konstantem TMP mit steigender Membranverblockung nun die Permeatflussrate laufend herabgeregelt wird. Der TMP-Grenzwert beträgt 1,6 bar für die Feedtypen Rotweintrag und Weißweintrag und er beträgt 0,8 bar für Süßmosttrag. Die Membranrotationsdrehzahl beträgt für sämtliche Produktionsläufe konstant  $343 \text{ min}^{-1}$  und wird im Rahmen dieser Arbeit nicht verändert. Das Membrandrehmoment, das aus der elektrischen Leistungsaufnahme des Frequenzumrichters des Antriebsmotors der Membranwellen per linearer Korrelation ermittelt wird, hängt direkt von der Viskosität des Retentats in der DCF-Kammer ab und lässt eine quantitative, zeitliche Auswertung des Anstiegs der Feststoffkonzentration im Retentat während eines Filtrationslaufs zu. Die Daten des Membrandrehmoments werden zur Regelung der Öffnung des Retentatventils während des Produktionslaufs genutzt. Zu Beginn des Produktionslaufs ist das Retentatventil geschlossen, sodass eine Aufkonzentrierung der Feststoffe in der Prozesskammer stattfindet. Sobald das kritische Drehmoment von 300 Nm überschritten wird, öffnet das Retentatventil automatisch schrittweise solange bis das Drehmoment nicht weiter ansteigt. Eine Schließung des Retentatventils findet mit einer Drehmomenthysterese von 10 % statt, d. h. erst wenn das Drehmoment unter 270 Nm sinkt. Die Phase bis zur ersten Öffnung des Retentatventils wird als Aufkonzentrierungsphase, die Phase nach der ersten Öffnung des Retentatventils als Retentataustragsphase bezeichnet. Jeder Produktionsprozess endet mit der Entscheidung des Anlagenführers, das entweder der Fall ist, wenn die im Feedtank vorgelegte Suspension vollständig prozessiert ist, oder wenn der Permeatfluss unter einen kritischen Wert fällt.

Jedem Produktionslauf nachfolgend findet ein Reinigungsprozess statt, wobei der Anlagenführer je nach vermutetem Verschmutzungsgrad der Anlage eines aus vier automatisch durchgeführten, ortsgebundenen (Cleaning-in-place-, CIP-) Reinigungsprogrammen wählt. Die Produktionsläufe gliedern sich jeweils in eine Anfahrphase, eine Produktionsphase und eine Reinigungsphase. Der Reinigungserfolg wird nach jedem Reinigungszyklus mittels Wasserfluxtest gemessen. Die Anfahr-, Produktions- und Reinigungsphasen sind PLC-intern durch einen Indexwert codiert, der zusammen mit den Prozessdaten aufgezeichnet wird und dem DT eine Identifikation der Phasen im laufenden Betrieb erlaubt. Sämtliche verfügbaren Daten, d. h. Sensordaten, Einstellwerte und Metadaten wie Indexwerte für den prozessierten Feedtyp, den Anlagenzustand und die Prozessphase werden rund um die Uhr in 5 s-Intervallen registriert und als Zeitreihen in einer Structured Query Language (SQL)-Clouddatenbank gespeichert. Die Datenbank ist Teil einer firmeneigenen Datenverarbeitungsplattform (Metris All-in-One der Firma

### 3 Materialien und Methoden

Andritz), die über einen Gateway-Router mit der PLC der physischen Anlage verbunden ist. Über die Verbindung lassen sich nicht nur die Prozessdaten von der Anlage auslesen, sondern es lassen sich auch Einstellwerte in Variablen der PLC schreiben. Die Datenverarbeitungsplattform erlaubt die Integration und Ausführung von Programmskripten in der Sprache Python, deshalb wurde die Software des DT in Python erstellt und regelmäßig die aktuelle Softwareversion auf die Datenverarbeitungsplattform des Industriepartners deployt. Für retrospektive Datenanalysen wurden die historischen Prozessdaten von der Datenverarbeitungsplattform als kommaseparierte Werte (CSV) heruntergeladen.

#### 3.1.2 Produktionsvariation und Optimierungsrahmen

Industrielle Produktionsläufe dienen der kostengünstigen Herstellung von Produkten in großer Menge, in kurzer Zeit und in gleichbleibender Qualität. Die Produktionsläufe zur Verarbeitung von Rotweintrub, Weißweintrub und Süßmosttrub des Industriepartners wurden deshalb bis vor Projektbeginn nach definierten Standardrezepten durchgeführt. Eine Variation der zentralen Prozessparameter Permeatflussrate bzw. TMP, des Drehmoment des Retentataustrags und der Drehzahl der Membranscheiben hat nicht oder nur bei produktionstechnischer Notwendigkeit stattgefunden.

Zu Projektbeginn wurde ein Produktionsplan in gemeinsamer Arbeit mit den Industriepartnern erstellt, der die Variation von Prozessparametern in der nachfolgenden Produktionskampagne feststellt, und damit innerhalb der für die Sicherheit der Produktion gesetzten Parametergrenzen durch die systematische Variation der Prozessparameter eine breite Datenbasis für die Modellerstellung und den Erkenntnisgewinn aus den Daten der Produktionsläufe erzeugt. Es wurden Produktionsläufe mit allen drei Feedströmen durchgeführt, wobei die Permeatflussrate jeweils zwischen  $500 \text{ Lh}^{-1}$  und  $1000 \text{ Lh}^{-1}$  in Schritten von  $100 \text{ Lh}^{-1}$  variiert wurde. Weiterhin wurden Produktionsläufe durchgeführt, innerhalb derer die Permeatflussrate ständig in Stufen der Höhe von  $100 \text{ Lh}^{-1}$  entweder startend bei  $500 \text{ Lh}^{-1}$  angehoben oder startend bei  $1000 \text{ Lh}^{-1}$  abgesenkt wurde. Es wurde entschieden, auf die vor Projektbeginn bei der Verarbeitung von Süßmosttrub übliche periodische Rückspülung der Membranscheiben während eines Batches im Projektzeitraum zu verzichten. Auf eine Variation der Drehzahl der Membranscheiben wurde ebenfalls verzichtet, um eine Beschädigung der bruchanfälligen Scheiben zu vermeiden. Die Produktionen basierend auf den im Produktionsplan festgeschriebenen Variationen der Permeatflussrate wurden ab Beginn der Produktionskampagne im August 2022 mit den Süßmosttrubfiltrationen und bis Ende der Produktionskampagne vor Installation des DT im August 2023 durchgeführt.

### 3 Materialien und Methoden

Für die Optimierung der Produktion mittels des DT wurde ein Rahmen der Möglichkeiten von Seiten der Industriekooperationspartner festgelegt. Es wurde entschieden, dass der Einstellwert der Permeatflussrate als zentraler, zu Beginn und während des Prozesses zu optimierender Parameter gilt. Eine Änderung des Permeatflussrateneinstellwerts durch den DT wurde vor der Übertragung auf die PLC der Industrieanlage von einem Anlagenführer geprüft und quittiert. Eine Änderung der Drehzahl der Membranscheiben, des maximalen TMP zum Wechsel in den druckkontrollierten Betriebsmodus oder des maximalen Drehmoments zur Retentatabfuhr wurde nicht verfolgt.

#### 3.1.3 Datenvorverarbeitung und Produktionsauswertung

Industrielle Produktionen sind komplex und die aufgezeichneten Daten oft fehlerhaft, unvollständig oder sie bilden Prozessanomalien oder Produktionsstopps mit ab. Deshalb waren zur nachträglichen Nutzung der Daten für die Kalibrierung des hybriden, dynamischen Prozessmodells und zur Auswertung der Leistungsparameter der Produktionsläufe Vorverarbeitungsschritte und Prüfverfahren notwendig, die im Folgenden dargestellt werden.

Zunächst wurden die heruntergeladenen, historischen Prozesszeitreihendaten anhand des Produktionsphasenindex in die einzelnen Produktionsläufe segmentiert. Anhand einer Abfrage wurden fehlerhafte Daten zum Retentatventilöffnungsgrad von größer 100 % gefiltert und korrigiert sowie fehlende Angaben zum Feedtypindex in die Datensets imputiert. Die Zeitabschnitte in den Prozessdaten, während denen die Membrandrehzahl unter  $340 \text{ min}^{-1}$  fällt, die Permeatflussrate unter  $100 \text{ Lh}^{-1}$  liegt, ein Stopp der Feedpumpe stattgefunden hat, ein negativer TMP aufgezeichnet ist oder die Anlagensteuerung nicht den Kontrollindex für einen normalen Produktionsverlauf gewählt hat, markieren Prozessanomalien und wurden deshalb entfernt. Um Lücken in den Zeitreihen zu füllen und mehrfache Einträge zu entfernen, wurde eine Abtastratenkonvertierung auf 5 s mittels Interpolation der Prozesswerte durchgeführt.

Nach dem Reinigungsprozess wird das Referenzdrehmoment der Membranen bei wassergefüllter Anlage ausgelesen und es werden TMP und Permeatflussrate bei der Spülung der Anlage mit reinem Wasser für die Berechnung des intrinsischen Membranwiderstands registriert.

Die industriellen Produktionsläufe wurden anhand der folgenden Leistungsparameter bewertet. Die Produktivität  $P$  in  $\text{L}_{\text{per}} \text{ h}^{-1}$  wurde berechnet nach

$$P = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=0}^n Q_{\text{per}}(t_i) \quad (3.1)$$

wobei der Index  $i$  die Zeitschritte der Datenaufzeichnung während der Produktion bezeichnet, der mit null bei Produktionsbeginn startet und bis  $n$  bei Produktionsende läuft.  $Q_{\text{per}}(t_i)$  bezeichnet

### 3 Materialien und Methoden

die Permeatflussrate in  $\text{Lh}^{-1}$  beim Zeitschritt  $t_i$  nach Produktionsbeginn. Der Ertrag  $Y$  in  $\text{L}_{\text{per}} \text{L}_{\text{feed}}^{-1}$  wurde berechnet nach

$$Y = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=0}^n \left( \frac{Q_{\text{per}}(t_i)}{Q_{\text{feed}}(t_i)} \right) \quad (3.2)$$

wobei  $Q_{\text{feed}}(t_i)$  die Feedflussrate in  $\text{Lh}^{-1}$  beim  $i$ -ten Zeitschritt  $t_i$  nach Produktionsbeginn ist. Der Reinigungsaufwand  $C$  in  $\text{barhL}^{-1}$  wurde berechnet als der Quotient aus dem TMP und der Permeatflussrate am Ende des Prozesses

$$C = \frac{\text{TMP}(t_n)}{Q_{\text{per}}(t_n)} \quad (3.3)$$

und der Energiebedarf  $E$  für einen Produktionslauf in  $\text{kWh}$  wurde berechnet nach

$$E = \left( \sum_{i=0}^n 2\pi \cdot N(t_i) \cdot M(t_i) + Q_{\text{per}}(t_i) \cdot \text{TMP}(t_i) \right) \Delta t \quad (3.4)$$

wobei die Variable  $N$  die Membrandrehzahl in  $\text{min}^{-1}$ ,  $M$  das Membrandrehmoment in  $\text{Nm}$  und  $\Delta t$  die Zeitschrittweite der Datenaufzeichnung in  $\text{s}$  bezeichnet.

## 3.2 Laborversuche mit Einscheiben-DCF

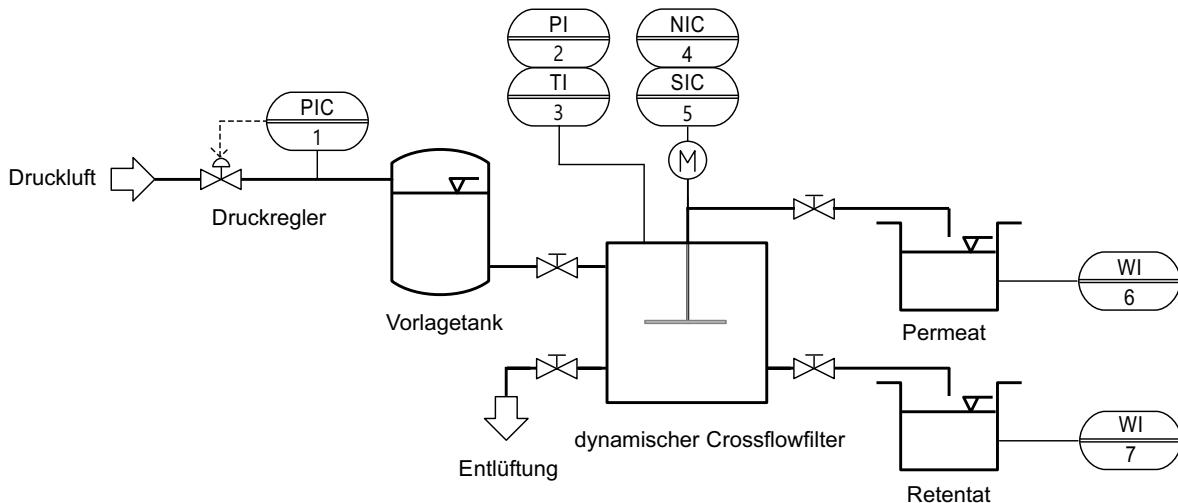
Um im Forschungslabor die Entwicklung des Membrandrehmoments bei hoher Kammerkonzentration untersuchen und perspektivisch zeigen zu können, wie auch eine DCF-Anlage im Labormaßstab für die autonome Steuerung mittels eines DT genutzt werden kann, wurde für die kommerziell erhältliche DCF-Anlage des Typs DCF 152/S (Andritz, Vierkirchen) eine digitale Infrastruktur mit automatisierter Datenaufzeichnung in Anlehnung an die Anlage im Industriemaßstab aufgebaut. Der Laboraufbau wurde für Filtrationsversuche mit den Feedströmen Hefezellsuspensionen und Bentonitsuspensionen genutzt.

### 3.2.1 Anlagenaufbau und Versuchsdurchführung

Der verfahrenstechnische Aufbau des Laborfiltrationssystems und die installierte, elektrische Mess-, Steuer- und Regeltechnik (EMSR) ist als Rohrleitungs- und Instrumentenfließschema in Abbildung 3.2 und als Foto in Abbildung 3.3 dargestellt. Die verwendete DCF-Anlage enthält eine Aluminiumoxidmembranscheibe mit einer mittleren Porengröße von 200 nm, einem Durchmesser von 152 mm und einer verfügbaren Filterfläche von  $0,034 \text{ m}^2$ . Um die Überlappung mehrerer Membranscheiben bei nur einer einzelnen, rotierenden Membranscheibe zu

### 3 Materialien und Methoden

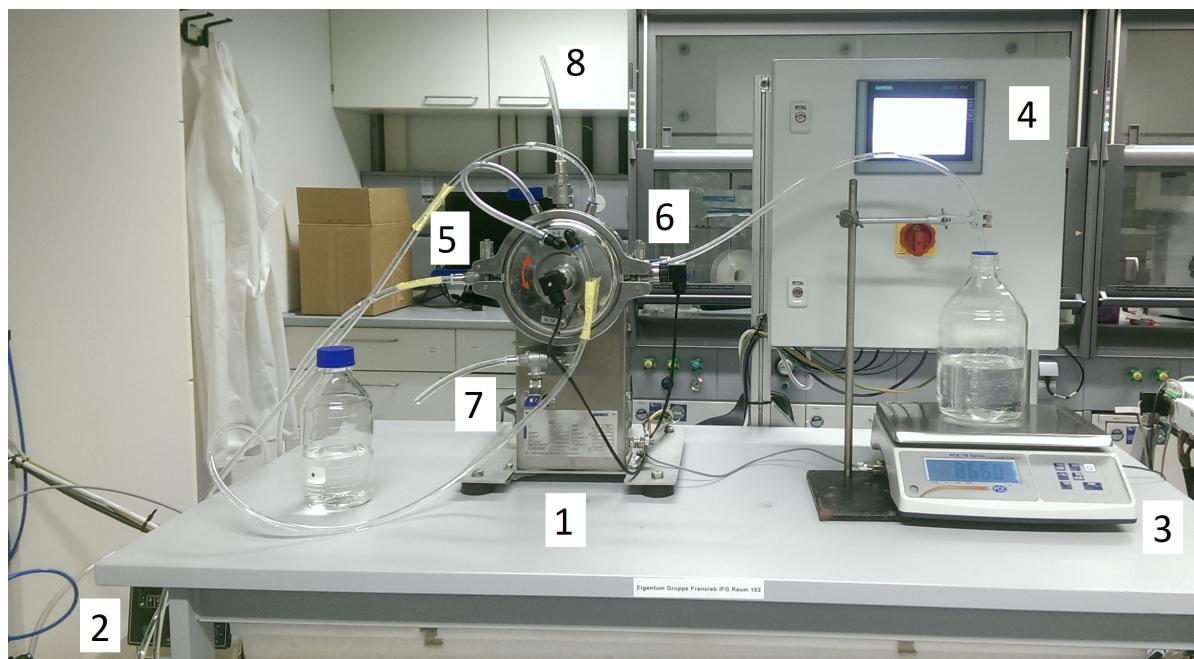
simulieren, sind im Apparat zwei konische, metallene Schersegmente des Winkels  $2,75^\circ$  eingebaut. Die in der Dicke radial zum Zentrum der Membranscheibe zunehmenden Schersegmente verursachen bei der Drehung der Membranscheibe mit Betriebsdrehzahl eine gleichmäßig erhöhte Scherrate im Bereich der Überlappung mit der Membranscheibe.



**Abbildung 3.2:** P&ID des Filtrationsaufbaus im Labor. Bei der DCF-Anlage handelt es sich um ein Einscheibenmodul mit einer Filterfläche von  $0,03 \text{ m}^2$ . Die Steuerung der Feedzufuhr geschieht in Abhängigkeit des TMP. Die EMSR-Kennbuchstaben bezeichnen Rotationsgeschwindigkeit (S), Druck (P), Temperatur (T), Drehmoment aus der Motorleistung (N), Masse (W), eine Anzeige (I) und eine selbsttätige Regelung (C).

Die Feedsuspension wird in einem 20 L-Druckbehälter (Sartorius, Göttingen) vorgelegt und mittels Druckluft in die Prozesskammer befördert. Für die Regelung des Feeddrucks wurde ein Proportionaldruckregelventil PQ1IC-06 (Aircom Pneumatic, Ratingen) installiert, eine Regelung nach Feedvolumenstrom ist in der verwendeten Ausbaustufe nicht vorgesehen. Die DCF-Anlage selbst wurde mit einem frontbündigen Druckmessumformer für viskose und feststoffhaltige Messstoffe des Typs S-11 (Wika, Klingenberg), einem Einstaubthermometer mit integriertem Transmitter des Typs TFT35 (Wika, Klingenberg) sowie mit handsteuerbaren Ventilen für Feed, Permeat, Retentat und der Belüftung ausgestattet. Die Masse von Permeat und Retentat wird mittels je einer Systemwaage PCE-TB15 mit Analogausgang (PCE Deutschland, Meschede) quantifiziert, wobei im Rahmen dieser Arbeit im Labormaßstab nur Aufkonzentrierungsversuche durchgeführt wurden, d. h. es wurde kein Retentat während eines Versuchslaufs abgeführt. Die Temperierung der Filtrationskammer wurde mit dem Kältethermostat RC20 (Lauda, Lauda-Königshofen) unter Beachtung der Vortemperierungszeit gewährleistet. Der automatisierungstechnische Aufbau der DCF-Anlage im Labormaßstab ist in Abbildung 3.4 zu sehen. Die Prozesssteuerung und die Zusammenführung der Prozessdaten wurde mit ei-

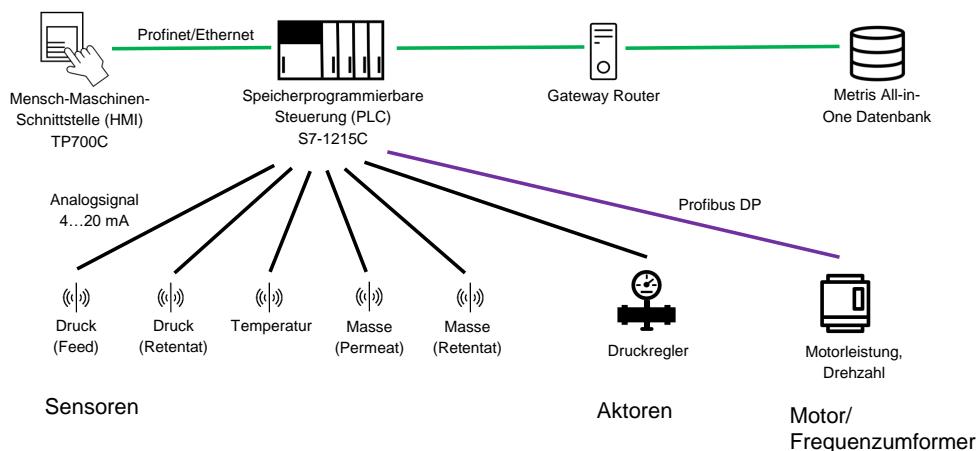
### 3 Materialien und Methoden



**Abbildung 3.3:** Lichtbildaufnahme des Laboraufbaus. Abgebildet ist das DCF-Einscheibenmodul (1), das Thermostat des Kühlkreislaufs (2), die Permeatwaage (3) und der Schaltschrank (4). Nicht abgebildet sind der Druckbehälter, die Retentatwaage und die Schlauchpumpe des Reinigungsprozesses. Das DCF-Einscheibenmodul verfügt über manuell verschließbare Anschlüsse zur Feedzuführung (5), Permeatabführung (6), Retentatausleitung (7) und Entlüftung (8).

### 3 Materialien und Methoden

ner Simatic S7-1200 CPU 1215C DC/DC/DC (Siemens, München) umgesetzt. Die Sensoren für Druck und Temperatur sowie die Waagen wurden mittels 4...20 mA-Analogsignal an das Analog/Digital-Wandler-Modul des Typs Simatic S7-1200 SM 1231 angebunden. Durch die 13 bit-Auflösung des Moduls ergibt sich im Messbereich der Waagen von 0 bis 15 kg eine detektierbare Messschrittweite von 4 g. Die bei Auslieferung der DCF-Anlage ab Werk vorhandene Handregelung der Drehzahl des Membranmotors via An/Aus-Schalter und Potentiometer wurde durch eine via PLC digital steuerbare Verbindung auf dem Profibus-Dezentrale Peripherie(DP)-Kommunikationsstandard ersetzt. Dazu wurde das im Frequenzumrichter eingebaute analoge Input/Output-Modul durch das Profibus-Funktionsmodul Nr. E82ZAFPC001 (Lenze, Extetal) ersetzt und via Profibuskabel an das Simatic S7-1200 Profibus-Modul CM 1243-5 (Siemens, München) der PLC angeschlossen. Die Stromversorgung der PLC geschieht mittels Sitop PSU100S/1AC/DC24V/10A Stromversorgung (Siemens, München). Alle Hardwaresteuerungskomponenten wurden in einem Schaltschrank AX mit Hutschiene, Kabelkanälen und Hauptschalter in der Tür im Maß 500x500x210 mm (Rittal, Herborn) untergebracht.



**Abbildung 3.4:** Automatisierungstechnischer Aufbau der Filtrationsanlage im Labor. Alle Sensoren und der Druckregler sind über ein 4...20 mA-Analogsignal an die zentrale Steuereinheit angebunden. Die Kommunikation mit dem Frequenzumformer des Motors erfolgt mittels Profibus-DP-Standard. Die Datenübertragung von der zentralen Steuereinheit in die Clouddatenbank geschieht über Ethernet.

Die Projektierung der PLC wurde im Siemens Totally Integrated Automation-Portal mit der STEP 7-Software nach IEC 61131-3 in der Programmiersprache FUP (Funktionsplan) vorgenommen. Durch die Definition von Variablen in der Variablenliste, die Auswahl von funktionalen Programmblöcken und die Verknüpfung der Programmblöcke miteinander wurde

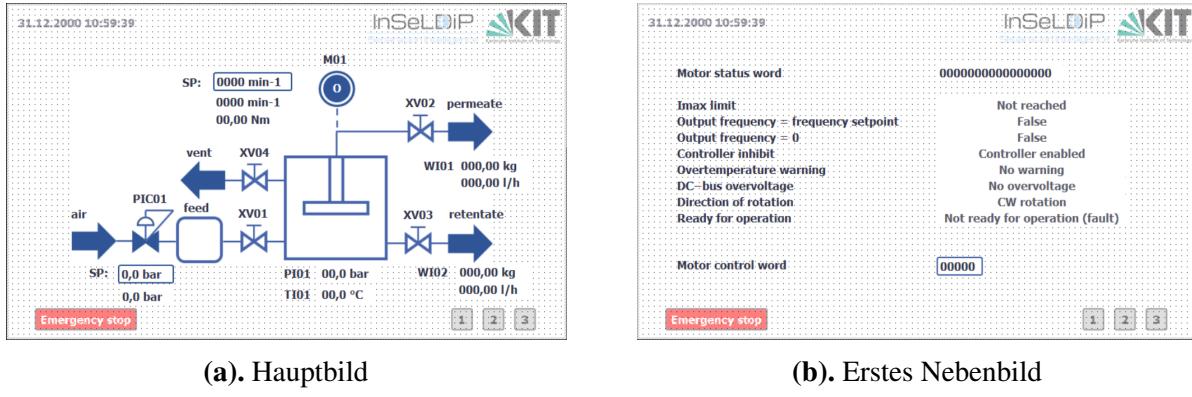
### 3 Materialien und Methoden

ein individuelles Programm zur Verarbeitung der Daten von den Sensoren und zur Sendung von Daten an die Aktoren gestaltet. Für die Verarbeitung der Analogsignale von Druck-, Temperatursensor und Waagen wurde eine Normierung und Skalierung auf den jeweiligen physikalischen Messwertbereich implementiert. Für die Datentransmission der Profibus-DP-Verbindung mit dem Frequenzumrichter des Membranmotors wurden die Adressen von Master und Slave einge tragen und die zu übermittelnden Daten definiert. Von der PLC zum Motor werden vereinfacht formuliert ein Kontrollwort und die Soll-Drehfrequenz des Motors übermittelt, vom Motor zur PLC werden ein Statuswort, die Ist-Drehfrequenz des Motors und die Geräteauslastung zurück gemeldet. Das Kontrollwort ist ein digitales Signal, das auf 16 bit binär codierte Informationen zum Start/Stopp, zur Drehrichtung und zu Betriebsarten des Motors enthält. Das Statuswort gibt Auskunft über den Betriebsstatus des Motors und eventuelle Fehler oder eine Überlastung des Motors. Die Auswertung des Drehmoments erfolgt im Frequenzumrichter auf Basis der Geräteauslastung bzw. des Stromverbrauchs ohne Berücksichtigung von Reibungsverlusten, deshalb kann eine Genauigkeit von  $\pm 10\%$  erreicht werden. Die Implementierung umfasst außerdem eine grobe Berechnung der spezifischen Flussraten von Permeat und Retentat aus den Masseangaben der Waagen mittels Differenzbildung im 30 s-Abstand für die grobe Abschätzung des Wasserfluxes vor Versuchsbeginn direkt an der Anlage sowie eine selbstständige Sommer- und Winterzeitumstellung. Eine Sicherheitsabfrage in der Software begrenzt den Feeddruck auf 2,5 bar und die Motordrehzahl auf  $2380 \text{ min}^{-1}$ . Nach Kompilierung und Laden des Programms auf die PLC wird es mit einer Zykluszeit von wenigen Millisekunden periodisch ausgeführt und folglich eine Echtzeitsteuerung der Anlage erreicht.

Die manuelle Eingabe von Feeddruck und Membrandrehzahl sowie die Überwachung der Sensor- und Motordaten während des Filtrationsprozesses vor Ort im Labor geschieht über das als Mensch-Maschine-Schnittstelle (HMI) eingesetzte Simatic TP700 Comfort Panel (Siemens, München), das an die Front des Schaltschranks montiert und mit der zentralen PLC-Einheit via Profinet/Ethernet verbunden wurde. Die gestalteten Visualisierungsbilder des HMI sind in Abbildung 3.5 gezeigt.

Die Prozessdaten der Laboranlage werden genau wie bei der DCF-Anlage im Industriemaßstab rund um die Uhr auf die SQL-Clouddatenbank der Metris All-in-One-Plattform des Herstellers (Andritz, Vierkirchen) übermittelt und archiviert. Um die Verbindung zur Remotedatenbank zu schaffen, wurde ein industrieller Router der mb-Connect-Reihe in Sonderkonfiguration (Andritz, Vierkirchen) mit statischer IP-Adresse konfiguriert und die zentrale PLC-Einheit über diesen Gateway-Router mit dem Internet verbunden. Über die Benutzeroberfläche der Cloudplattform wurden sogenannte Tags (Kennzeichnungen) definiert und die Tags wurden den Variablen der PLC-Variablenliste, deren Werte im 5 s-Takt in die Datenbank übermittelt werden sollen,

### 3 Materialien und Methoden



**Abbildung 3.5:** Bildschirmaufnahme der Mensch-Maschine-Schnittstelle (HMI) der Filtrationsanlage im Labor. Auf dem Hauptbild (a) lassen sich die Einstellwerte für TMP, Rotationsdrehzahl einstellen und der Motor lässt sich starten bzw. stoppen. Die Prozesswerte werden in Echtzeit während der Filtration angezeigt. Auf dem ersten Nebenbild (b) werden Statusinformationen zum Motor angezeigt. Das zweite Nebenbild ist nicht gezeigt, dort werden die Prozessdaten als Zeitreihe angezeigt.

zugeordnet. Eine Liste der Variablen ist in Tabelle 3.1 gegeben. Von der Cloudplattform konnten die Versuchsdaten anhand des Beginn- und Endzeitpunktes identifiziert und als CSV für nachfolgende Auswertungen lokal heruntergeladen werden.

Die praktische Durchführung der Laborversuche an der DCF und das Reinigungsprocedere der Anlage und der Membranscheibe im Anschluss an jeden Versuchsdurchgang geschieht nach einer eigens entwickelten, standardisierten, im Folgenden beschriebenen Vorgehensweise. Als Feedströme wurde entweder Hefezellsuspensionen aus *Saccharomyces cerevisiae* Trockenhefe (Biobäckerei Spiegelhauer, Pirna), die in 10 mM Phosphatpuffer bei pH 7 gelöst wurde, oder Bentonitsuspensionen aus Mastervin Compact Bentonit (Enologica Vason, S. Pietro in Cariano, Italien), einer aus aktiviertem Natriumbentonit und aus Kieselgel bzw. aktiviertem Siliziumdioxid bestehenden Formulierung für die Weinindustrie, in Wasser verwendet. Die Suspensionen wurden in Konzentrationen zu  $20 \text{ g L}^{-1}$ ,  $40 \text{ g L}^{-1}$  und  $80 \text{ g L}^{-1}$  unmittelbar vor Verwendung hergestellt und homogen durchmischt. Vor Versuchsbeginn wurden der Feedtank und die Anlagenkammer mit der Feedsuspension befüllt und die Prozesskammer auf  $20^\circ\text{C}$  vortemperiert. Der Filtrationsversuch wurde nach Aktivierung der Membranrotation durch Öffnung des Permeatventils gestartet. Über die Versuchsreihen hinweg wurden die Membranrotation zwischen  $400 \text{ min}^{-1}$ ,  $800 \text{ min}^{-1}$  und  $1200 \text{ min}^{-1}$ , sowie der Feeddruck zwischen 0,4 bar, 0,8 bar und 1,2 bar variiert. Während eines Versuchs wurden die Membranrotation und der Feeddruck stets konstant geregelt. Das Retentatventil wurde während aller Versuche geschlossen gehalten, es wurden also reine Aufkonzentrierungsversuche durchgeführt. Die Versuchsdauer ist auf 2 h festgelegt.

### 3 Materialien und Methoden

**Tabelle 3.1:** In der speicherprogrammierbaren Steuerung projektierte Variablen des Messwerterfassungssystems der DCF-Anlage im Labor.

Kennzeichnung (Tag)	Beschreibung	Datentyp	Minimalwert	Maximalwert	Einheit
<i>MotorControl</i>	Motorkontrollwort	Int	-32768	32767	1
<i>MotorStatus</i>	Motorstatuswort	Int	-32768	32767	1
<i>RotSpeed_SetVal</i>	Einstellwert Membrandrehzahl	Real	0	2380	min <sup>-1</sup>
<i>RotSpeed_ActVal</i>	Messwert Membrandrehzahl	Real	0	2380	min <sup>-1</sup>
<i>MotorTorque_ActVal</i>	Drehmoment	Real	0	10	N m
<i>PressureReg_OnOff</i>	Druckregulator An/Aus	Bool	0	1	1
<i>PressureReg_SetVal</i>	Einstellwert Druckregulator	Real	0	6	bar <sub>g</sub>
<i>PressureReg_ActVal</i>	Messwert Druckregulator	Real	0	6	bar <sub>g</sub>
<i>DCFPressure_ActVal</i>	Kammerdruck	Real	0	6	bar <sub>g</sub>
<i>DCFTemperature_ActVal</i>	Kammertemperatur	Real	0	100	°C
<i>PerWeight_ActVal</i>	Permeatmasse	Real	0	15	kg
<i>RetWeight_ActVal</i>	Retentatmasse	Real	0	15	kg
<i>PerFlowRate_ActVal</i>	Permeatflussrate	Real	0	100	kg h <sup>-1</sup>
<i>RetFlowRate_ActVal</i>	Retentatflussrate	Real	0	100	kg h <sup>-1</sup>

### 3 Materialien und Methoden

Die Reinigung der Laboranlage beginnt mit der Entleerung der Anlage und der Temperierung auf 50 °C. Während der Feedtank geöffnet und manuell gereinigt wird, geschieht die Reinigung der DCF mit der eingebauten Membranscheibe ohne Öffnung der Anlage mithilfe der temporär angeschlossenen Masterflex L/S Peristaltikpumpe (VWR, USA). Zunächst wurde die Prozesskammer vom Feed ins Retentat mit Wasser gespült bis die abgehende Flüssigkeit klar wurde. Zweitens wurde die Rückspülung von Membranscheibe und Prozesskammer vom Permeat in den Feed bei einer Membrandrehung von 400 min<sup>-1</sup> durchgeführt bis die abgehende Flüssigkeit sich geklärt hatte. Drittens wurde eine Reinigung mit Reinigungsmittel durchgeführt. Es wurden P3-Ultrasil 73 (Ecolab Deutschland, Monheim), das auf 1,5 %ige Volumenkonzentration mit Reinstwasser verdünnt wurde, als saures Reinigungsmittel und P3-Ultrasil 132 (Ecolab Deutschland, Monheim), das auf 0,3 %ige Volumenkonzentration mit Reinstwasser verdünnt wurde, als alkalisches Reinigungsmittel verwendet. Die Reinigung mit Reinigungsmittel beinhaltet zunächst die Zirkulation von saurem Reinigungsmittel vom Vorlagebehälter über den Feed, die Prozesskammer, das Permeat zurück in den Vorlagebehälter während der Membranrotation von 400 min<sup>-1</sup> für 10 min. Anschließend folgte eine Spülung mit Wasser. Dann wurde eine Zirkulation von alkalischem Reinigungsmittel vom Vorlagebehälter über den Feed, die Prozesskammer, das Permeat zurück in den Vorlagebehälter während der Membranrotation von 400 min<sup>-1</sup> für 10 min durchgeführt, wieder gefolgt von einer Spülung mit Wasser. Abschließend wurde ein Wasserfluxtest für 10 min bei einem Druck von 1 bar mit Wasser aus dem Feedbehälter durchgeführt, und die Permeatflussrate währenddessen beobachtet. Ein Mindestwert von 530 L m<sup>-2</sup> h<sup>-1</sup> markierte die Reinigung als bestanden, bei darunterliegendem Wert wurde der Reinigungsprozess wiederholt.

#### 3.2.2 Datenauswertung

Die Prozessdaten der Laboranlage wurden im Nachgang der Versuche lokal ausgewertet. Zunächst wurden die von der Clouddatenbank als Zeitreihen heruntergeladenen Prozessdaten im CSV-Format anhand des Motorstatusworts in die Einzelversuche segmentiert. Die Permeatflussrate wurde aus der Permeatmasse für jeden Zeitschritt mittels Differenzbildung berechnet,

$$Q_{\text{per}}(t_i) = \frac{M_{\text{per}}(t_i) - M_{\text{per}}(t_{i-1})}{(t_i - t_{i-1})} \quad (3.5)$$

wobei  $Q_{\text{per}}$  die Permeatflussrate in L h<sup>-1</sup>,  $M_{\text{per}}$  die Permeatmasse in L h<sup>-1</sup> ist und  $t_i$  den jeweiligen Zeitschritt in s bezeichnet. Die berechneten Permeatflussratendaten wurden anschließend mittels Savitzky-Golay-Filter mit der Fensterlänge von 11 Punkten und einem Polynom ersten Grades für die weitere Verwendung geglättet.

### 3 Materialien und Methoden

Die Kammerkonzentration wurde aus der zeitabhängigen Speziesmassenbilanz um die DCF-Kammer zusammen mit der stationären Flüssigkeitsmassenbilanz um die DCF-Kammer berechnet. Zu Beginn ist die Kammer mit Feedlösung gefüllt. Weil kein Retentatabsatz während der Prozesse stattfindet, ist das Permeatvolumen gleich dem Feedvolumen. Es wird außerdem eine vollständige Feststoffabtrennung bei der Filtration angenommen, sodass die Dichte des Permeats gleich der Dichte mit Wasser gesetzt ist.

$$c_{\text{chamber}} = c_{\text{feed}} + \frac{c_{\text{feed}} \cdot M_{\text{per}}(t_i)}{\rho_{\text{per}} \cdot V_{\text{chamber}}} \quad (3.6)$$

In der Gleichung ist  $c_{\text{chamber}}$  die Kammerkonzentration in  $\text{gL}^{-1}$ ,  $c_{\text{feed}}$  die Feedkonzentration in  $\text{gL}^{-1}$ ,  $\rho_{\text{per}}$  die Dichte des Permeats in  $\text{gL}^{-1}$  und  $V_{\text{chamber}}$  das Kamervolumen, das  $0,4 \text{ L}$  beträgt.

## 3.3 Rheologische Feedcharakterisierung

Dann wurden die Feedströme, die in den Laborversuchen der Filtration prozessiert wurden, d. h. die Hefezell- und Bentonitsuspensionen in Konzentrationen von  $50 \text{ gL}^{-1}$  bis  $300 \text{ gL}^{-1}$  (Bentonitsuspensionen) bzw. von  $100 \text{ gL}^{-1}$  bis  $400 \text{ gL}^{-1}$  (Hefezellsuspensionen), auch rheometrisch charakterisiert.

Dazu wurde ein Rotationsrheometer des Typs MCR 301 (Anton Paar, Ostfildern) mit einem 25 mm Kegel-Platte-Aufbau eingesetzt. Die Proben wurden analog der Beschreibung im vorhergehenden Abschnitt hergestellt. Da die Viskosität temperaturabhängig ist, geschahen die Messungen unter Temperierung des Rheometers auf konstante  $20^\circ\text{C}$ . Nach Beladung der Messeinheit mit der Probe und dem Trimmen der seitlichen Überstände wurden Spannversuche, d. h. Versuche unter Vorgabe der Scherrate und Messung der Schubspannung durchgeführt. Die Scherratensweeps wurden von konkret von  $1 \text{ s}^{-1}$  nach  $3500 \text{ s}^{-1}$  abgearbeitet und als Ergebnis wurde die dynamische Viskosität über die Scherrate aufgetragen. Die Messungen wurden in vollständiger Dreifachbestimmung, d. h. mit jeweils neu hergestellten Proben durchgeführt.

# **4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell<sup>1</sup>**

Digitale Prozessmodelle, die umfänglich und präzise die reale Produktion abbilden und in Echtzeit simulationsfähig sind, sind der Kern eines DT für einen Bioprozess. In dieser Arbeit wurde ein Metamodellansatz gewählt, um ein umfangreiches und detailliertes Prozessmodell für einen DT nutzbar zu machen. Das Grundmodell besteht aus mechanistischen und empirischen bzw. datengetriebenen Elementen und wurde auf Basis allgemein bekannten Wissens zur Filtration aus der Literatur sowie von Wissen der Prozessexperten der DCF erstellt. Erkenntnisse aus der laufenden In-House-Analyse der Prozessdaten während der Produktionskampagnen wurden in die Modellentwicklung und Modellkalibrierung mit aufgenommen, sodass der DT ab der Implementierung im Jahr 2023 regelmäßig über Modellupdates aktualisiert wurde. In diesem Ergebniskapitel ist der Endstand des hybriden, dynamischen Prozessmodells, so wie er zu Projektende im Jahr 2024 final deployt wurde, dargestellt. Nach der Beschreibung der abzubildenden Prozessdaten werden der Aufbau und die Funktionen des hybriden Prozessmodells dargestellt. Anschließend wird die Modellparameteridentifikation und die Modellvalidierung berichtet und es folgt eine abschließende Diskussion über die Qualität der Modellvorhersagen.

## **4.1 Datenbeschreibung**

Die Daten der industriellen Prozesse stammen von den zwei regulären Filtrationskampagnen des Industriepartners von August 2022 bis Juli 2023 und von August 2023 bis Mai 2024. Während einer Filtrationskampagne wurden einzelne Batches aus einer von drei Feedlösungen prozessiert und die Anlage im Anschluss jeweils gereinigt. Es stehen Daten von den prozessierten Feedtypen Rotweintrub, Weißweintrub und Süßmosttrub zur Verfügung. Die drei Feedtypen

---

<sup>1</sup>Inhalte dieses Kapitels sind unter folgender Referenz veröffentlicht und wurden für diese Abhandlung angepasst:  
Heusel, M.; Grim, G.; Rauhut, J.; Franzreb, M. Regression Metamodel-Based Digital Twin for an Industrial Dynamic Crossflow Filtration Process. Bioengineering 2024, 11, 212.

#### *4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell*

unterscheiden sich im Filtrationsverhalten, sodass die Prozessdaten zusammen eine Basis für ein feedtypunabhängiges Prozessmodell bilden. Die Filtrationsbatches von Süßmosttrub wurden in zeitlich kurzer Abfolge hintereinander im August, September und Oktober des Erntejahres jeweils wenige Tage nach der Ernte filtriert. Die Feedströme von Rotweintrub und Weißweintrub wurden nach der Gärung kühl über Wochen gelagert und während des ganzen folgenden Jahrs in unregelmäßigen Zeitabständen und in mehreren Tagen aufeinanderfolgenden Produktionsbatches verarbeitet.

Jeder aus der Cloudplattform extrahierte, historische Produktionsdatensatz enthält die Zeitreihen von 30 ausgewählten Variablen, d. h. eine chronologische Liste von Werten zugeordnet zu einer Liste von Zeitstempeln. Die Zeitstempel haben, von vereinzelt fehlenden oder doppelt auftretenden Einträgen abgesehen, einen Abstand von 5 s. Die Variablen lassen sich grundsätzlich unterteilen in eingestellte Prozess- und Anfangsbedingungen ( $Z$ ), dynamisch sich ändernde Prozessvariablen ( $X$ ) und dynamisch angepasste Regelungsvariablen ( $W$ ). Prozess- und Anfangsbedingungen sind während eines Produktionsbatches unveränderlich und werden mit  $Z$  bezeichnet. Die wichtigsten Prozess- und Anfangsbedingungen sind der Produktionsphasenindex, der Feedtypindex, die CIP-Effizienz, die die industriell verwendete Bezeichnung für den Wasserfluxwert ist, der TMP-Maximalwert, der den Wechsel von dem fluss- in den druckkontrollierten Betriebsmodus festlegt, und der Drehmomentmaximalwert, der den Zeitpunkt der Retentatventilöffnung markiert. Weitere Prozess- und Anfangsbedingungen sind (ohne Anspruch auf Vollständigkeit) der Aktivschalter für die Retentatabfuhr, der Minimalöffnungsprozentsatz des Retentatventils, der Öffnungsprozentsatz des Retentatventils pro Öffnungsschritt, das Zeitintervall pro Öffnungsschritt des Retentatventils, der Aktivschalter für die automatische Rückspülung, die Intervallzeit zwischen zwei Rückspülvorgängen und die Pulszeit eines Rückspülvorgangs. Obwohl die Prozess- und Anfangsbedingungen während eines Produktionsbatches konstant sind, sind sie zwecks einheitlicher Datensystematik auf der Cloudplattform als Zeitreihe hinterlegt.

Die dynamischen Prozessvariablen sind alle Variablen, die sich als Folge des Filtrationsprozesses verändern und deren Werte von Hardware- oder Software-Sensoren aufgezeichnet werden. Sie werden mit  $X$  bezeichnet und umfassen (wieder ohne Anspruch auf Vollständigkeit) die Motordrehzahl, das Motordrehmoment, die Feedpumpenprozentdrehzahl, die Permeatflussrate, den TMP sowie die Werte von weiteren Druck-, Flussratenmessstellen, die Prozentdrehzahlen der CIP-Medienpumpen und das bis zum Zeitpunkt akkumulierte, prozessierte Produktionsvolumen. Die Variablen, die während des Prozesses von der PLC oder vom Operator modifiziert werden, nennt man dynamische Regelungsvariablen und sie werden mit  $W$  bezeichnet. Zu den zu nennenden dynamischen Regelungsvariablen gehören der TMP während des druckkontrol-

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell

lierten Betriebsmodus, die Permeatflussrate während des flusskontrollierten Betriebsmodus, die Soll-Drehzahl des Membranmotors und die Soll-Prozentdrehzahl der Feedpumpe. Für die Validierung des hybriden, dynamischen Prozessmodells werden die zeitlichen Verläufe von TMP und Membrandrehmoment mit der zum jeweiligen Zeitpunkt gültigen Permeatflussrate betrachtet. Für die Kalibrierung des hybriden, dynamischen Prozessmodells werden zusätzlich der Retentatprozentsatz und die Feedpumpenprozentdrehzahl verwendet.

Während der ersten Kampagne des Promotionsprojekts sind von August bis Oktober 2022 insgesamt elf Produktionsläufe mit dem Feedtyp Süßmosttrub dokumentiert. Sechs der Produktionsläufe beinhalten keine automatische Rückspülung während des Prozesses und sind deshalb als gültig für die Modellentwicklung und die Auswertung des Produktivität ausgewählt. Der mittlere Permeatflusseinstellwert der gültigen Produktionsläufe von Süßmosttrub aus der Kampagne 2022 beträgt  $480 \text{ L h}^{-1} \pm 85 \text{ L h}^{-1}$ . Die Dauer der Produktionsläufe weist mit  $15 \text{ h} \pm 11 \text{ h}$  eine relevante Schwankung auf. Die gültigen Produktionsläufe von Süßmosttrub aus der Kampagne 2022 sind im flusskontrollierten Modus gefahren, der maximale TMP während der Prozesse liegt im Mittel bei 0,49 bar und übersteigt in keinem der Produktionsläufe 0,55 bar. Bei allen Produktionsläufen findet Retentataustrag im Laufe des Prozesses statt. Der konkrete Verlauf der wichtigen Prozessvariablen während der Produktionsläufe von Süßmosttrub wird anhand eines typischen Beispiels weiter unten in diesem Abschnitt beschrieben. Alle gültigen Produktionsläufe von Süßmosttrub in der Kampagne 2022 folgen diesem typischen Verlauf. Für den Feedtyp Rotweintrub sind während der ersten Kampagne des Promotionsprojekts zwischen November 2022 und Juli 2023 elf Produktionsläufe durchgeführt. Zwei der Produktionsläufe sind mit automatischer Rückspülung während des Prozesses gefahren und deshalb für die Modellentwicklung nicht berücksichtigt, sodass neun gültige Produktionsläufe verbleiben. Die gültigen Produktionsläufe dauerten im Mittel  $8,5 \text{ h} \pm 3,5 \text{ h}$ . Während die Produktionsläufe von Süßmosttrub oft über mehrere Tage stattfinden, werden die Produktionsläufe von Rotweintrub innerhalb eines Tages abgeschlossen und die Schwankungsbreite der Dauer der Produktionsläufe ist geringer als bei Süßmosttrub. Die Produktionsläufe, die mit konstantem Permeatflussrateneinstellwert gefahren sind, ergeben TMP-Maxima von 0,5 bar bei  $600 \text{ L h}^{-1}$  bis zu TMP-Maxima von 1,0 bar im Falle eines Permeatflussrateneinstellwerts von  $900 \text{ L h}^{-1}$ . Die Variabilität der Einzelbatches der Feedsuspension Rotweintrub zeigt sich im Vergleich der Produktionsläufe, so weisen die Produktionsläufe vom 16.02.2023 und vom 25.07.2023 bei jeweils einem mittleren Permeatflussrateneinstellwert von  $800 \text{ L h}^{-1}$  mit 1,6 bar beide im Vergleich der Produktionsläufe 60 % höhere TMP-Maxima auf. Bei den Produktionsläufen mit stufenweise verändertem Permeatflussrateneinstellwert während des Prozesses zeigt sich, dass sich der TMP analog stufenweise ändert. Ein wesentlicher Einfluss der Stufenwech-

sel des Permeatflusseinstellwerts beim Feedtyp Rotweinrhub auf den TMP-Verlauf oder den Drehmomentverlauf im Vergleich zu den Produktionsläufen mit konstantem Permeatflussrateneinstellwert, z. B. im Vergleich des Produktionslaufs vom 18.11.2022 mit dem Produktionslauf vom 12.01.2023, kann nicht festgestellt werden. Allerdings geben die Ergebnisse der Produktionsläufe das Indiz, dass ein hoher Permeatflussrateneinstellwert beim Anfahren des Prozesses oder die inkrementelle Steigerung des Permeatflussrateneinstellwerts den TMP-Anstieg eher befördern als ein konstanter oder inkrementell verminderter Permeatflussrateneinstellwert während des Prozessverlaufs dies tut. Ein Retentataustrag findet bei den Produktionsläufen mit Rotweinrhub nicht statt, das Membrandrehmoment bleibt bei allen Produktionsläufen unabhängig vom TMP-Niveau unter 280 Nm. Der Produktionslauf mit Rotweinrhub vom 17.05.2023 aus der Kampagne von 2022/2023 besitzt eine Lücke von etwa 30 min in der Datenaufzeichnung und ist deshalb bei der Erprobung des Lernverfahrens später in dieser Arbeit aus dem Datenkollektiv exkludiert.

Insgesamt neun Produktionsläufe mit dem Feedtyp Weißweinrhub haben im Rahmen der Kampagne 2022/2023 stattgefunden. Mit  $7,9 \text{ h} \pm 2,6 \text{ h}$  ist die mittlere Dauer der Produktionsbatches von Weißweinrhub so lang wie die der Produktionsbatches von Rotweinrhub. Die mit konstantem Permeatflusseinstellwert gefahrenen Produktionsläufe weisen mit einem TMP-Maximum von im Mittel 0,7 bar bei  $800 \text{ Lh}^{-1}$  einen niedrigeren TMP-Anstieg im Vergleich zu den Produktionsläufen mit Rotweinrhub, aber einen höheren TMP-Anstieg im Vergleich zu den Produktionsläufen mit Süßmostrhub, auf. Die Produktionsläufe mit Weißweinrhub weisen wie auch die Produktionsläufe mit Rotweinrhub eine Varianz im TMP-Anstieg zwischen den einzelnen Batches auf, die auf eine unterschiedliche Zusammensetzung der Feedsuspension Weißweinrhub der jeweiligen Batches zurückzuführen sein muss. Im konkreten Fall steigt der TMP beispielsweise bei den Produktionsläufen vom 03.02.2023 und 06.02.2023 beim Anfahren mit dem Permeatflussrateneinstellwert von  $1000 \text{ Lh}^{-1}$  bzw.  $900 \text{ Lh}^{-1}$  innerhalb 1 h bzw. 1,5 h auf 1,5 bar während bei dem Produktionslauf vom 16.11.2022 mit dem Permeatflussrateneinstellwert von  $800 \text{ Lh}^{-1}$  der TMP binnen 8 h 0,4 bar nicht übersteigt. Es liegen keine vollständigen Informationen über die Feed- und Retentatkonzentrationen von Feststoffen für die Produktionsläufe vor, jedoch ist laut Aussage des Industriepartners eine Feststoffkonzentration von 10 % im Feed und 50 % im Retentat für die Produktionsläufe von Weißweinrhub typisch. Für den Produktionslauf vom 03.02.2023 sind die Feed- und Retentatkonzentration explizit bestimmt und liegen bei 58 % im Feed und 72 % im Retentat, was für eine überdurchschnittliche Feststoffbeladung des Feeds und eine überdurchschnittliche Aufkonzentrierung des Retentats spricht und den im Vergleich zu den anderen Produktionsläufen höheren TMP-Anstieg erklärt. Die zwei genannten Produktionsläufe mit überdurchschnittlich hohem TMP-Anstieg sowie

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell

der Produktionslauf vom 07.02.2023, die Testproduktionen für die Erprobung des Prototyps des DT waren, wurden bei der Erprobung des Lernverfahrens nicht für das Datenkollektiv berücksichtigt.

Zum Vergleich des Filtrationsverhaltens der drei Feedtypen Rotweinrhub, Weißweinrhub und Süßmostrhub unter gleichen Prozessbedingungen sind in den Abbildungen 4.1, 4.2 und 4.3 repräsentativ ausgewählte Verläufe der Prozessparameter Permeatflussrate, TMP, Membrandrehmoment, Feedpumpengeschwindigkeit, Ventilöffnung und Membrandrehzahl von jeweils einem Einzelprozess der Feedtypen dargestellt. Die Prozesse wurden mit einem jeweils quasi konstantem Permeatflussrateneinstellwert von  $800 \text{ Lh}^{-1}$  (für Rotweinrhub, Weißweinrhub) bzw.  $550 \text{ Lh}^{-1}$  (für Süßmostrhub) gefahren. Bei dem Produktionslauf von Rotweinrhub steigt der TMP vom Beginn nahezu linear von 0,6 bar auf 1,3 bar am Ende des Produktionslaufs an, was im Vergleich mit den Produktionsläufen von Weißweinrhub und Süßmostrhub einem deutlichen TMP-Anstieg entspricht. Das Membrandrehmoment ist während des Produktionslaufs mit  $210 \text{ Nm}$  über 6,5 h gleichbleibend. Das Retentatventil öffnet während des Produktionslaufs nicht, weil zu keiner Zeit das kritische Drehmoment von  $300 \text{ Nm}$  überschritten wird. Weil auch der kritische TMP von 1,6 bar während des Produktionslaufs nicht erreicht wird, wird der gesamte Produktionslauf im flusskontrollierten Betriebsmodus geführt. Die Feedpumpengeschwindigkeit steigt während des Produktionslaufs an, um den erhöhten TMP für die gleichbleibende Permeatflussrate zu gewährleisten.

Der Produktionslauf von Weißweinrhub zeigt einen niedrigeren TMP-Anstieg als der Produktionslauf von Rotweinrhub und der Produktionslauf von Süßmostrhub. Der TMP bleibt unter 0,6 bar während der ersten 3 h des Produktionslaufs, obwohl eine Permeatflussrate von  $800 \text{ Lh}^{-1}$  eingestellt ist. Der Anstieg des Drehmoments ist höher als im Produktionslauf von Rotweinrhub und niedriger als im Produktionslauf von Süßmostrhub. Bei Überschreitung des kritischen Drehmoments von  $300 \text{ Nm}$  öffnet das Retentatventil zunächst auf 20 %, bei andauernder Überschreitung schrittweise weiter. Durch die Hysterese bei der Schließung des Retentatventils ergibt sich während der Retentataustragsphase ein periodischer Abfall und Wiederanstieg des Drehmoments. Die Feedpendrehzahl steigt proportional mit der Ventilöffnung, da die Feedpumpe den durch den Retentataustrag zusätzlichen Feedvolumenstrombedarf ausgleicht. Der Feedtyp Süßmostrhub zeigt im repräsentativ ausgewählten Produktionslauf einen TMP-Anstieg von 0,2 bar innerhalb der ersten Stunde des Produktionslaufs und damit ein mit dem Feedtyp Rotweinrhub vergleichbares Membranverblockungsverhalten. Der Drehmomentanstieg von Süßmostrhub ist mit  $50 \text{ Nm}$  innerhalb der ersten 2 h des Produktionslaufs höher als bei den beiden anderen Feedtypen und bewirkt die Öffnung des Retentatventils. Die aus der Retentatabfuhr folgende Senkung der Feststoffkonzentration in der DCF-Kammer verursacht

den Abfall des Drehmoments und verzögert den weiteren TMP-Anstieg. Jede neue Öffnung des Retentatventils während der Retentataustragsphase führt zu einem kurzzeitigen Abfall des TMP, der Permeatflussrate und einer daraus folgenden Anpassung der Feedpendrehzahl. Die Membrandrehzahl ist bei allen Produktionsläufen unverändert und liegt regulär bei  $343 \text{ min}^{-1}$ . Die Prozessdaten aus der Produktionskampagne 2022/2023 dienen der Erstellung des hybriden, dynamischen Prozessmodells.

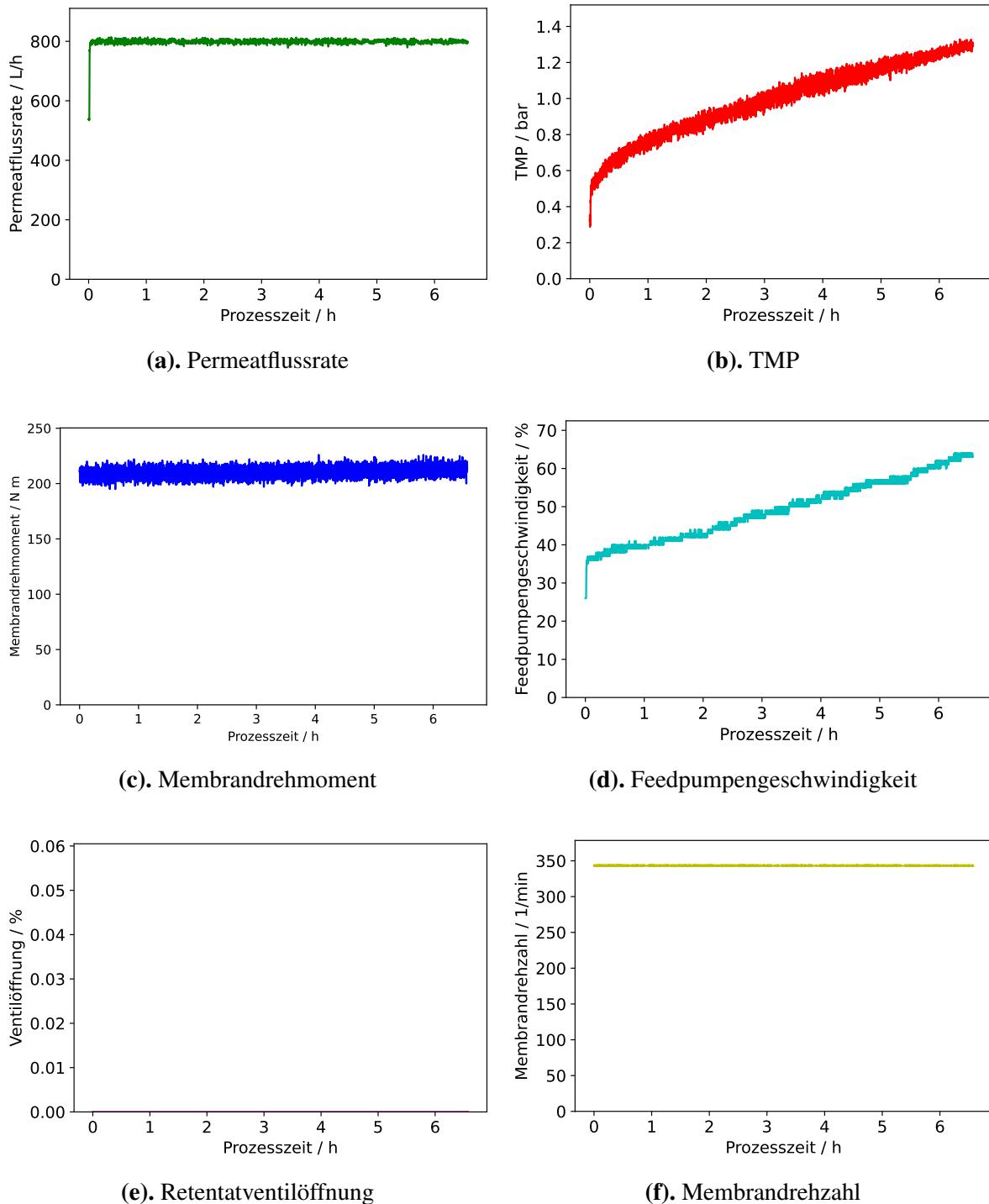
## **4.2 Modellbildung**

In diesem Abschnitt wird nun zunächst beschrieben, wie auf Basis der qualitativen Betrachtung der Prozessdaten aus der Kampagne 2022/2023 und auf Basis von bekanntem Wissen über Crossflowfiltrationsprozesse aus der Literatur und von den DCF-Prozessexperten, die in die Versuchsreihen im Rahmen des Projektes dieser Doktorarbeit involviert waren, die Grundstruktur des Modells erstellt wurde. Das hybride, dynamische Prozessmodell der DCF in dieser Arbeit ist ein mathematisches Modell, das aus algebraischen und differenziellen Gleichungen besteht. Die Gleichungen enthalten Modellparameter, die später in dieser Arbeit aus historischen Prozessdaten und aus den Daten weiterführender Laborexperimente identifiziert werden. Nach der Darstellung der Modellstruktur zeigt dieser Abschnitt die Funktionen des Prozessmodells anhand einer beispielhaften Modellsimulation.

### **4.2.1 Struktur**

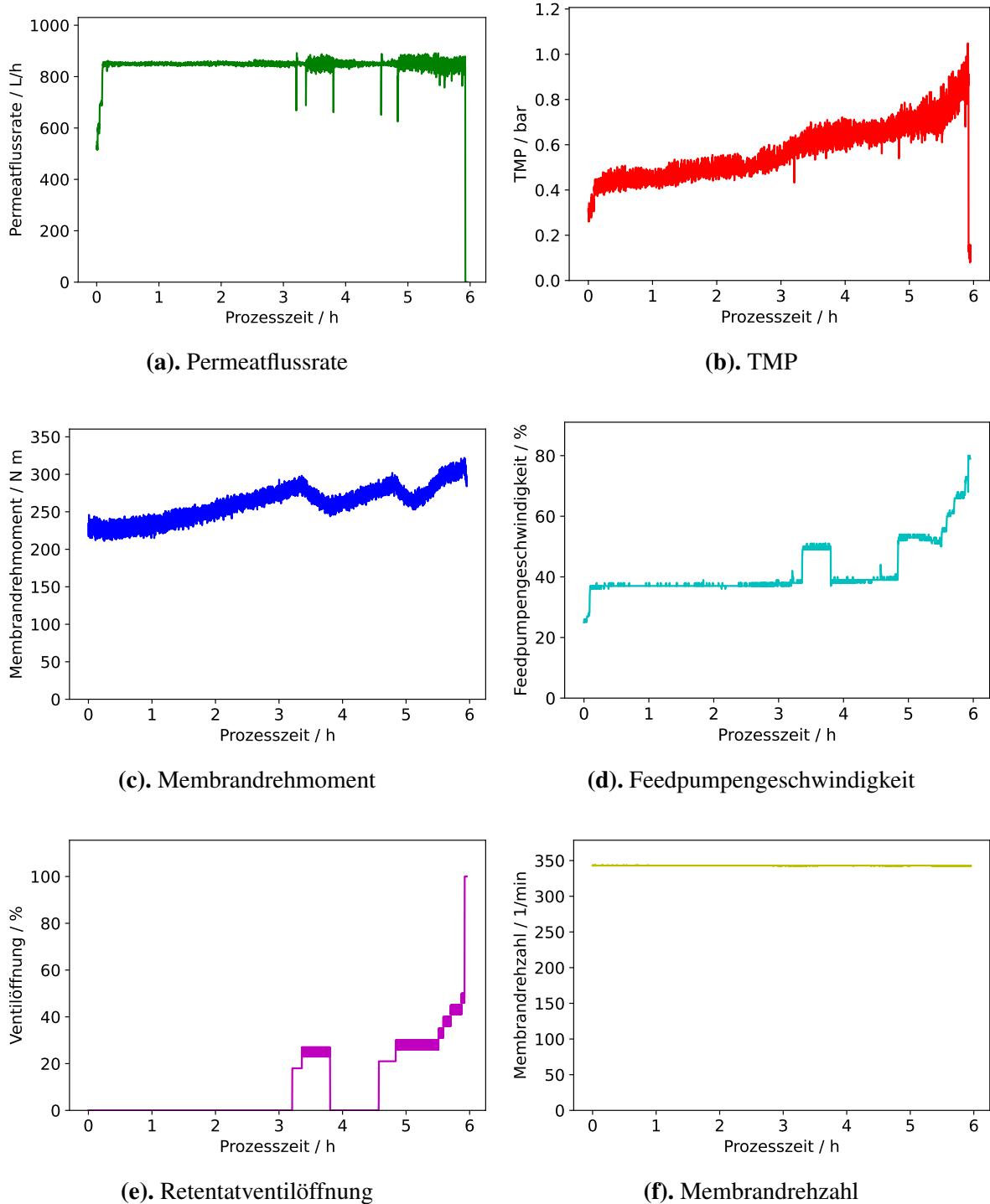
Der Aufbau des hybriden, dynamischen Prozessmodells wird auf drei Ebenen dargestellt. Die erste, oberste Ebene beschreibt die grundsätzliche Struktur der Software. Der in Abbildung 4.4 gezeigte Flussplan wird bei einem Modellauftrag chronologisch durchlaufen und dient der Berechnung eines vollständigen oder teilweisen Filtrationsprozesses. Zu Beginn der Software steht die Definition der Betriebsparameter und der Modellparameter. Zu den Betriebsparametern des Modells zählen der Permeatflussrateneinstellwert, der TMP-Maximalwert und andere Betriebsparameter der realen Anlage. Außerdem zählen zu den Betriebsparametern des Modells die Laufzeit der Simulation des Modells, die Zeitschrittweite der Ausgabedaten und die Anzahl der Anlagensegmente, für die eine eigenen Prozessdynamik berechnet werden soll. Die Modellparameter umfassen alle Parameter, die aus aktuellen oder historischen Prozessdaten vor Beginn der Simulation bestimmt wurden und der Anpassung des Modells an den zu simulierenden Feedtyp dienen. Zu den Modellparametern zählen das Dichtungsdrehmoment, der Geometriefaktor, der Viskositätskoeffizient, die Referenzviskosität und die Filtrationswiderstände.

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell



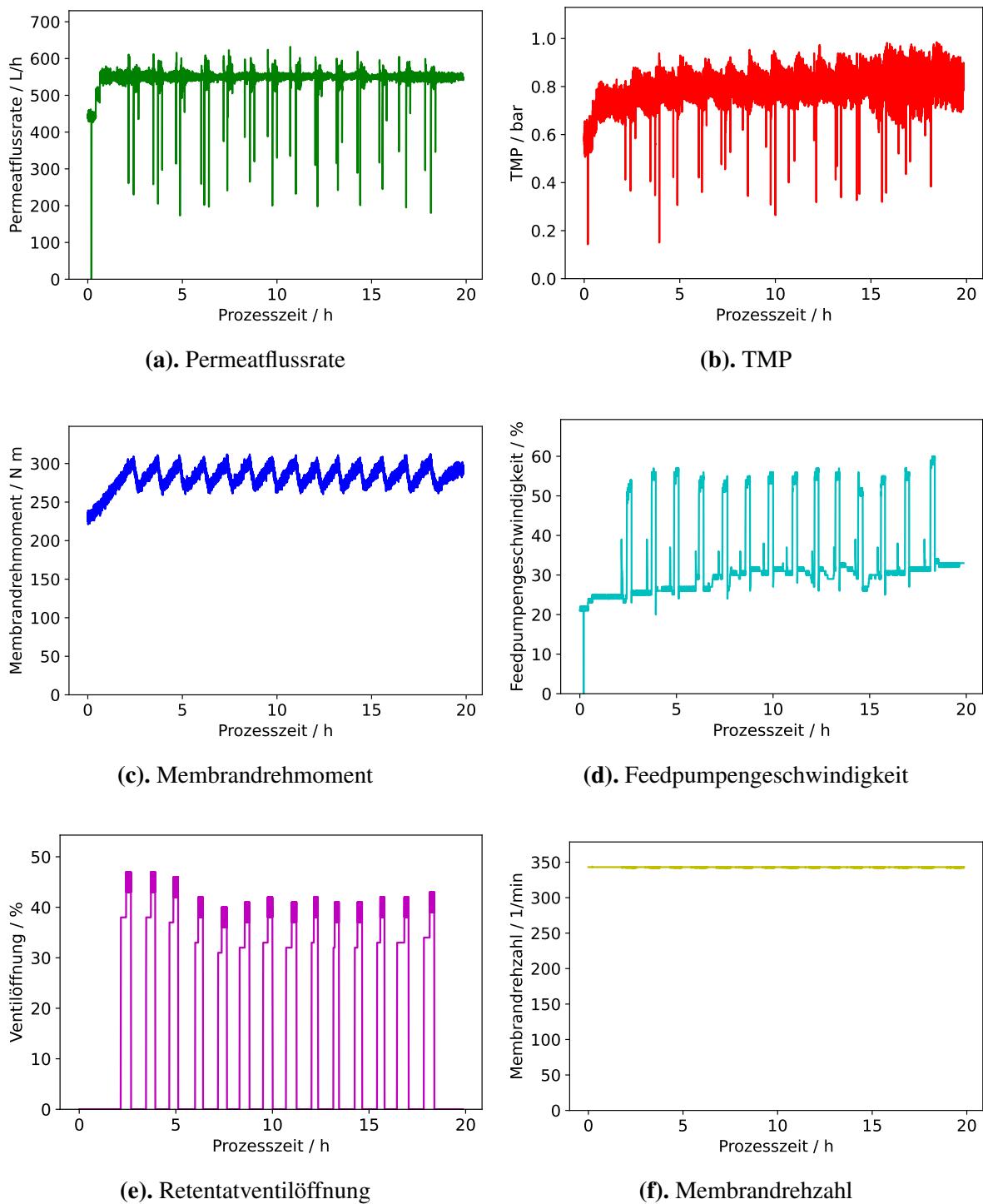
**Abbildung 4.1:** Verlauf der Prozessvariablen eines typischen Rotweintrubfiltrationsprozesses (Produktionsdaten 2022-11-18). Rotweintrub ist charakterisiert durch einen deutlichen TMP-Anstieg bei gleichzeitig geringem Drehmomentanstieg. Daher öffnet das Retentatventil während der Prozesszeit üblicherweise nicht.

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell



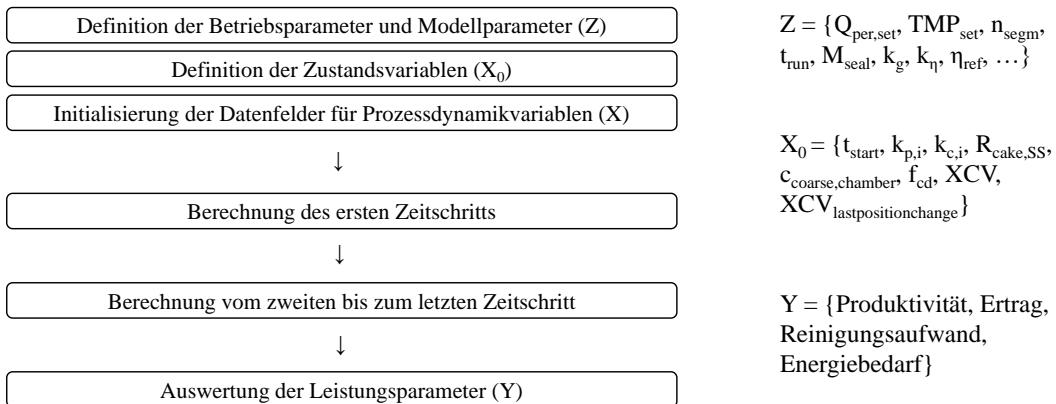
**Abbildung 4.2:** Verlauf der Prozessvariablen bei einem typischen Weißweinleesfiltrationsprozess (Produktionsdaten 2022-02-07). Weißweinlees ist durch einen moderaten TMP- und Drehmomentanstieg im Prozessverlauf gekennzeichnet. Der Prozess wird üblicherweise in der flusskontrollierten Betriebsweise geführt.

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell



**Abbildung 4.3:** Verlauf der Prozessvariablen bei einer typischen Süßmosttrubfiltration (Produktionsdaten 2023-09-15). Süßmosttrub wird meist in druckkontrollierter Betriebsweise filtriert, weil er durch einen niedrigen TMP-Anstieg gekennzeichnet ist. Das Drehmoment steigt während eines Prozesses deutlich, daher findet größtenteils durchgängig der Retentataustrag statt.

## 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell



**Abbildung 4.4:** Level-1-Struktur des hybriden Prozessdynamikmodells. Der Ablaufplan gibt die aufeinanderfolgenden Berechnungsschritte bei einmaligem Modellaufgruf an. Die Betriebs- und Modellparameter ( $Z$ ) und die Zustandsvariablen des Prozesses zum Anfangszeitpunkt ( $X_0$ ) müssen für den Modellaufgruf definiert sein. Die Modellsimulation resultiert in den Zeitreihen der Prozessdynamikvariablen ( $X$ ) und den Leistungsparametern des gesamten Prozesses ( $Y$ ).

Die Software des Modells ist in der Art konzipiert, dass die Modellsimulation eines Filtrationsprozesses unterbrochen, später fortgesetzt oder auch inmitten eines laufenden Filtrationsprozesses angesetzt werden kann. Um diese Funktionalität zu gewährleisten, wurden Zustandsvariablen des Modells identifiziert, deren Werte gemeinsam wie ein digitaler Schlüssel den Zustand des Filtrationsprozesses eindeutig beschreiben. Die acht Zustandsvariablen sind eine Prozesszeit, ein softwareinterner Wert zur Beschreibung des aktuellen Porenwiderstands, ein softwareinterner Wert zur Beschreibung des aktuellen Deckschichtwiderstands, der Gleichgewichtswert der Deckschichtverblockung, die Kammerkonzentration, eine Verteilungsvariable der Feststoffe in der Anlage, der aktuelle Öffnungsgrad des Retentatventils und der Zeitpunkt der letzten Änderung der Ventilöffnung. Die Werte der Zustandsvariablen müssen zu Beginn einer Modellsimulation entweder einzeln der Software übergeben werden oder es muss die Information übergeben werden, dass ein Standard für die Simulation verwendet werden soll. Wird der Standard der Zustandsvariablen gewählt, werden die Werte der Zustandsvariablen auf die Werte für den Prozessbeginn der Filtration gesetzt, d. h. auf null, die Referenzgleichgewichtsverblockung, die Feedkonzentration und eine homogene Feststoffverteilung in der Kammer.

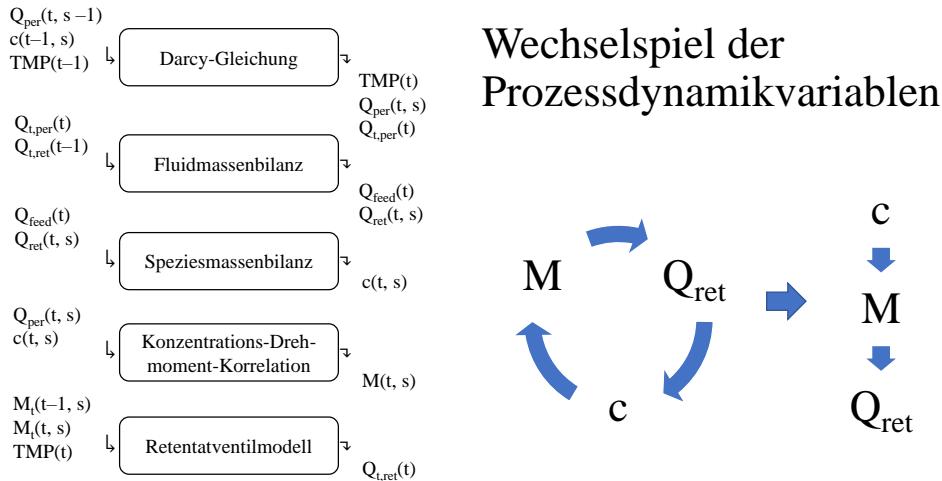
#### *4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell*

Die Modellsimulation beinhaltet die Berechnung der chronologischen Entwicklung der Prozessdynamikvariablen im Abstand der gewählten Zeitschrittweite für die Dauer der gewählten Simulationslaufzeit des Filtrationsprozesses. Die Prozessdynamikvariablen umfassen nebst Zeitstempel den TMP, die Feedflussrate, die Permeatflussrate, die Retentatflussrate, das Drehmoment, den Porenwiderstand, den Deckschichtwiderstand, die Grobkonzentration in der Kammer, die Verteilung der Feststoffe in der Kammer, den aktuellen Gleichgewichtswert des Deckschichtwiderstands, den Ventilöffnungsgrad und die Drehzahl der Membran. Softwareintern werden einige der Prozessdynamikvariablen zusätzlich zur zeitlichen Entwicklung auch lokal aufgelöst berechnet, konkret werden das Membrandrehmoment, die Filtrationswiderstände, die Feststoffgrobkonzentration, das Deckschichtverblockungsgleichgewicht und die Feststoffverteilung in der Kammer für einzelne Segmente entlang der Membrandrehachse individuell berechnet. Nach der Initialisierung der Datenfelder der Prozessdynamikvariablen mit den Zustandsvariablen werden die simulierten Zeitreihen der Prozessdynamikvariablen sukzessive für jeden Zeitschritt berechnet. Die Software enthält abschließend die Funktionalität die Leistungsparameter Produktivität, Permeatertrag, prognostizierter Reinigungsaufwand und Energiebedarf für den simulierten Prozess analog zu den historischen Prozessdaten auszugeben und dem Benutzer eine grafische Auswertung der Prozessdynamikvariablen zur Verfügung zu stellen. Durch die objektorientierte Architektur der Software ist das hybride, dynamische Prozessmodell für die Einbindung als Dienst in die Systemplattform des DT vorbereitet.

Die zweite Ebene des Aufbaus des hybriden, dynamischen Prozessmodells der Filtration beschreibt die Abfolge der inhaltlichen Berechnungsschritte, die für jeden Zeitschritt der Simulation abgearbeitet werden. In Abbildung 4.5 ist die zweite Strukturebene des Modells dargestellt, wobei auf der linken Seite der Abbildung die Berechnungsschritte als Blöcke mit den jeweiligen Eingangs- und Ausgangsvariablen aufgeführt sind. Die Variablen des Prozessdynamikmodells stehen miteinander in wechselseitigen Zusammenhängen, sodass zunächst die Werte aller Prozessdynamikvariablen eines Zeitschritts nur indirekt bestimmt werden können. Im Konkreten werden im Block „Darcy-Gleichung“ die Permeatflussrate und der TMP des Prozessschritts berechnet, aber die in die Berechnung einfließenden Filtrationswiderstände sind vom TMP abhängig. Der Block „Speziesmassenbilanz“ beinhaltet die Berechnung der Kammerkonzentrationen, aus denen im Block „Konzentrations-Drehmoment-Korrelation“ die lokal aufgelösten Drehmomente der Membranscheiben bestimmt werden. Die Werte des Drehmoments der Membranscheiben wirken sich auf die Retentatflussrate im Block „Retentatventilmmodell“ aus, denn die Öffnung des Retentatventils ist in Abhängigkeit des Membrandrehmoments geregelt. Die Werte der Retentatflussrate werden aber bereits für die Kammerkonzentration im Block „Speziesmassenbilanz“ benötigt. Dieser zirkuläre Zusammenhang und die Strategie zur Linea-

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell

risierung des Zusammenhangs ist auf der rechten Seite der Abbildung als simples Schema dargestellt. Zur Auflösung des wechselseitigen Zusammenhangs für die explizite Lösung der Gleichungen wurden im Block „Darcy-Gleichung“ der TMP und im Block „Fluidmassenbilanz“ die Retentatflussrate des vorherigen Zeitschritts mit in die Berechnung einbezogen.



**Abbildung 4.5:** Level-2-Struktur des hybriden Prozessdynamikmodells. Der Ablaufplan gibt die Gleichungen an, die nacheinander innerhalb eines Zeitschritts  $t$  berechnet werden, und deren Eingangs- und Ausgangsparameter. Die Prozessdynamikvariablen Drehmoment  $M$ , Retentatflussrate  $Q_{\text{ret}}$  und Kammerkonzentration  $c$  stehen in einem wechselseitigen Zusammenhang miteinander, der für die Modellsimulation durch Verwendung von Ergebnissen aus dem vorhergehenden Zeitschritt aufgelöst wurde.

Die dritte Strukturebene des hybriden, dynamischen Prozessmodells beschreibt die inhaltlichen Berechnungsschritte in Form von mechanistischen und empirischen Gleichungen. Der Aufbau des Modells basierend auf mechanistischem Prozesswissen aus der Literatur bietet den Vorteil, trotz in Umfang und Varianz begrenzt aus der industriellen Produktion vorliegenden Prozessdaten ein vollumfängliches, detailliertes Prozessmodell zu erhalten. Zum Berechnungsblock „Darcy-Gleichung“ gehört die Bestimmung von Permeatflussrate und TMP aus den Filtrationswiderständen. Der totale Filtrationswiderstand  $R_{\text{tot}}$  ist mittels des Resistance-in-series-Ansatz aus der Summation der gedanklich in Reihe geschalteten Einzelwiderstände berechnet,

$$R_{\text{tot}}(t_i, s) = R_m + R_{\text{pore}}(t_i, s) + R_{\text{cake}}(t_i, s) \quad (4.1)$$

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell

wobei  $R_m$  für den intrinsischen Membranwiderstand in  $\text{m}^{-1}$ ,  $R_{\text{pore}}$  für den Porenwiderstand in  $\text{m}^{-1}$  und  $R_{\text{cake}}$  für den Deckschichtwiderstand in  $\text{m}^{-1}$  steht. Mit  $t_i$  und  $s$  sind die Abhängigkeiten der Variablen von der Zeit und der Segmentzahl bezeichnet. Der Porenwiderstand  $R_{\text{pore}}$  folgt nach Aussage der Prozessexperten einem exponentiellen Zusammenhang und ist deshalb mit einer auf den Startwert null definierten Exponentialfunktion modelliert,

$$R_{\text{pore}}(t_i, s) = R_{\text{pore,ref}} \cdot (\exp(k_{\text{pore}} \cdot k_{p,i}(t_i, s)) - 1) \quad (4.2)$$

wobei  $R_{\text{pore,ref}}$  den Referenzporenwiderstand in  $\text{m}^{-1}$ ,  $k_{\text{pore}}$  die charakteristische Porenwiderstandslast (einen Modellanpassungsparameter) in  $\text{Lg}^{-1} \text{m}^{-1}$  und  $k_{p,i}$  die Laufvariable der Porenverblockung in  $\text{gL}^{-1}$  bezeichnet. Diese Laufvariable  $k_{p,i}$  gibt die Geschwindigkeit der Porenverblockung an und wird daher differentiell aus den die Porenverblockung verursachenden Einflussfaktoren berechnet,

$$\frac{dk_{p,i}(t_i, s)}{dt_i} = c_{\text{fine}} \cdot \frac{Q_{\text{per}}(t_i, s)}{A_{\text{segm}}} \quad (4.3)$$

das sind die Feinkonzentration der Partikel  $c_{\text{fine}}$  in der Prozesskammer in  $\text{gL}^{-1}$ , die Permeatflussrate  $Q_{\text{per}}$  in  $\text{Lh}^{-1}$  und die Membranoberfläche des Segments  $A_{\text{segm}}$  in  $\text{m}^2$ . Die feinen Partikel werden als durch die Membran durchgängig angenommen, deshalb ist die Feinkonzentration der Partikel zu 20 % der Feedkonzentration definiert.

Der Deckschichtwiderstand läuft nach Aussage der Prozessexperten asymptotisch auf ein Maximum zu, deshalb wurde eine Funktion nach Art einer Langmuir-Isotherme für die Modellierung gewählt,

$$R_{\text{cake}}(t_i, s) = R_{\text{cake,SS}}(t_i, s) \cdot \frac{k_{c,i}(t_i, s)}{k_{c,i}(t_i, s) + k_{\text{cake}}} \quad (4.4)$$

in der  $R_{\text{cake,SS}}$  den Gleichgewichtsdeckschichtwiderstand in  $\text{m}^{-1}$ ,  $k_{\text{cake}}$  die charakteristische Deckschichtbeladung (einen Modellanpassungsparameter) in  $\text{ghL}^{-1}$  und  $k_{c,i}$  die Laufvariable der Deckschichtbildung in  $\text{ghL}^{-1}$  bezeichnet. Der zeitliche Anstieg der Laufvariable  $k_{c,i}$  hängt allein von der Kammerkonzentration ab,

$$\frac{dk_{c,i}(t_i, s)}{dt_i} = c(t_i, s) \quad (4.5)$$

und der Modellanpassungsparameter  $k_{\text{cake}}$  ist als abhängig von der Membrandrehzahl definiert,

$$k_{\text{cake}} = k_{\text{cake,ref}} \cdot \left( \frac{N}{N_{\text{ref}}} \right)^{n_N} \quad (4.6)$$

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell

wobei die Referenzdrehzahl  $N_{\text{ref}}$  als  $343 \text{ min}^{-1}$  und der Exponent  $n_N$  als 0,5 gesetzt sind. Der Gleichgewichtsdeckschichtwiderstand  $R_{\text{cake,SS}}$  ist dem mechanistischen Wissen über Deckschichtbildung, Deckschichtkompressibilität und Deckschichtabscherung folgend als abhängig von der gesamten Permeatflussrate  $Q_{\text{t,per}}$ , dem TMP und der Kammergrobkonzentration  $c$  definiert,

$$R_{\text{cake,SS}}(t_i, s) = R_{\text{cake,SS,ref}} \cdot \left( \frac{Q_{\text{t,per}}(t_{i-1})}{Q_{\text{t,per,ref}}} \right)^{n_Q} \cdot \exp \left( \frac{\text{TMP}(t_{i-1})}{\text{TMP}_{\text{compress}}} \right) \cdot \left( \frac{c(t_{i-1}, s)}{c_{\text{ref}}} \right)^{n_c} \quad (4.7)$$

mit dem Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand  $R_{\text{cake,SS,ref}}$  in  $\text{m}^{-1}$ , dem Kompressivitätsdruck  $\text{TMP}_{\text{compress}}$  in bar, der Referenzkammerkonzentration  $c_{\text{ref}}$  in  $\text{gL}^{-1}$  und den dimensionslosen Exponenten  $n_Q$  und  $n_c$  als Modellparametern. Die Durchlässigkeit der Deckschicht bei der Filtration hat ihr Gleichgewicht erreicht, wenn die Abtragung der Deckschicht durch die Rotation der Membranscheibe und der Aufbau der Deckschicht durch die Durchströmung der Membran sich im Einfluss auf die Filtration aufheben. Wie oben erwähnt werden für die explizite Lösung der Gleichungen eines Zeitschritts manche Variablenwerte aus dem vorhergehenden Zeitschritt in der Berechnung verwendet, diese sind mit dem Index  $i - 1$  gekennzeichnet.

Der erhaltene totale Filtrationswiderstand  $R_{\text{tot}}$  in  $\text{m}^{-1}$  dient schließlich der Berechnung der Permeatflussraten im druckkontrollierten Betriebsmodus und des TMP im flusskontrollierten Betriebsmodus nach der Darcy-Gleichung der Filtration,

$$\text{TMP}(t_i) = \frac{\eta \cdot Q_{\text{per}}(t_i, s) \cdot R_{\text{tot}}(t_i, s)}{A_{\text{segm}}} \quad (4.8)$$

in der  $\eta$  die dynamische Viskosität von Wasser in Pa s,  $Q_{\text{per}}$  die Permeatflussrate in  $\text{Lh}^{-1}$  und  $A_{\text{segm}}$  die Filteroberfläche in einem Berechnungssegment ist. In der Software ist ein Zwischenberechnungsschritt eingeführt, in dem für jedes Berechnungssegment aus einem Referenz-TMP eine Referenzpermeatflussrate berechnet wird. Die Summe der Referenzpermeatflussraten ist mit der eingestellten totalen Permeatflussrate ins Verhältnis gesetzt, sodass der resultierende TMP bestimmt werden kann. Anschließend werden die einzelnen Permeatflussraten für die Berechnungssegmente aus der Darcy-Gleichung berechnet. Der Grund für die Berechnungsweise über eine Referenzgröße ist, dass die Verteilung der Permeatflussraten über die Berechnungssegmente zu Beginn nicht bekannt sind, weil nur die totale Permeatflussrate als Betriebsparameter definiert wird.

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell

Aufgrund der Größe der DCF-Anlage im Industriemaßstab ergibt sich entlang der Membranwellenachse ein Gradient der Feststoffkonzentration, der Einfluss auf die Filtrationswiderstände der einzelnen Membranscheiben und die Permeatflussraten hat. Um den Konzentrationsverlauf entlang der Membranwellenachse präzise abzubilden, ist das System gedanklich in Segmente eingeteilt, für die die Kammerkonzentration jeweils einzeln berechnet wird. Eine schematische Darstellung des Segmentierungsmodells ist in Abbildung 4.6 zu finden. Die Segmente sind der Reihe nach durchnummeriert ( $s = 1 \dots n$ ). Jedes Segment  $s$  besitzt einen eingehenden Feedstrom  $Q_{\text{feed}}(t_i, s)$ , einen ausgehenden Permeatstrom  $Q_{\text{per}}(t_i, s)$  und einen ausgehenden Retentatstrom  $Q_{\text{ret}}(t_i, s)$ . Der Feedstrom eines Segments ist gleich dem Retentatstrom des vorhergehenden Segments,

$$Q_{\text{feed}}(t_i, s) = Q_{\text{ret}}(t_i, s - 1) \quad (4.9)$$

der Feedstrom des ersten Segments ist der Feedstrom des Gesamtsystems und der Retentatstrom des letzten Segments ist der Retentatstrom des Gesamtsystems.

$$Q_{\text{feed}}(t_i, 1) = Q_{\text{t,feed}}(t_i) \quad (4.10)$$

$$Q_{\text{ret}}(t_i, n) = Q_{\text{t,ret}}(t_i) \quad (4.11)$$

Die Summe der Permeatströme der Segmente ist der Permeatstrom des Gesamtsystems.

$$\sum_{s=1}^n Q_{\text{per}}(t_i, s) = Q_{\text{t,per}}(t_i) \quad (4.12)$$

In Abwägung von Genauigkeit und Schnelligkeit der Modellsimulation wurde die Zahl der Segmente auf  $n = 4$  festgelegt.

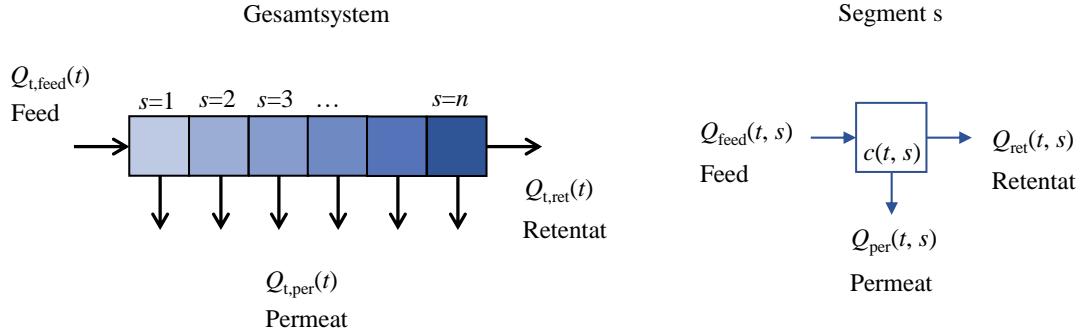
Aus der Fluidmassenbilanz um ein Segment ergibt sich dann die Retentatflussrate,

$$Q_{\text{ret}}(t_i, s) = Q_{\text{ret}}(t_i, s - 1) - Q_{\text{per}}(t_i, s) \quad (4.13)$$

und aus den instationären Speziesmassenbilanzen für jedes Segment folgen mit der Randbedingung die Kammerkonzentrationen,

$$V_{\text{segm}} \cdot \frac{dc(t_i, s)}{dt_i} = Q_{\text{ret}}(t_i, s - 1) \cdot c(t_i, s - 1) - Q_{\text{ret}}(t_i, s) \cdot c(t_i, s) \quad (4.14)$$

$$c(t_i, 0) = c_{\text{feed}} \quad (4.15)$$



**Abbildung 4.6:** Allgemeines Segmentierungsmodell, das zur Abbildung des Kammerkonzentrationsgradienten entlang der Membranwellenachsen in dem industriellen Filtrationsapparat dient. Das Retentat eines Segments wird als Feed des nächsten Segments betrachtet. Der Feed des ersten Segments entspricht dem Gesamtfeed der Anlage, das Retentat des letzten Segments ist das Gesamtretentat der Anlage und das Gesamtpermeat der Anlage ergibt sich aus der Summe der Permeate aller Segmente. Für diese Arbeit wurde die Zahl der Segmente auf  $n = 4$  festgelegt.

in der  $c$  die Feststoffgrobkonzentration in der Kammer in  $\text{gL}^{-1}$ , d. h. die Konzentration von Partikeln und Kolloiden, die von der Membran zurückgehalten wird, ist.

Im Berechnungsblock „Konzentrations-Drehmoment-Korrelation“ wird das Membrandrehmoment in zwei Schritten aus der Feststoffkonzentration berechnet. Der erste Schritt beinhaltet eine empirische Gleichung, die die Viskosität exponentiell mit der Konzentration verknüpft,

$$\eta(t_i, s) = \eta_{\text{ref}} \cdot \left( \frac{\omega_{\text{ref}}}{\omega} \right)^{n_\omega} \cdot \exp(k_\eta \cdot f_c(t_i) \cdot c(t_i)) \quad (4.16)$$

wobei  $\eta$  die dynamische Viskosität in Pas und  $\omega$  die Drehfrequenz der Membran in  $\text{s}^{-1}$  ist und die Referenzviskosität  $\eta_{\text{ref}}$ , die Referenzdrehfrequenz  $\omega_{\text{ref}}$ , der Exponent  $n_\omega$  und der Viskositätskoeffizient  $k_\eta$  Modellparameter sind. Die Wahl des Exponenten  $n_\omega$  gibt an, ob es sich um ein newtonsches ( $n_\omega = 0$ ) oder scherverdünnendes ( $n_\omega > 0$ ) Fluid handelt. Für diese Arbeit ist  $n_\omega = 1$  gewählt, auch wenn die Membrandrehzahl nicht verändert wird. Die Funktion  $f_c$  ist ein empirisches Modell der Konzentrationsverteilung, das berücksichtigt, dass die Feststoffkonzentration in der Kammer nicht exakt der Gleichung 4.14 folgt, vermutlich weil ein Feststoffanteil in der Deckschicht fixiert ist oder an den Kammerwänden adhärent ist. Während der Aufkonzentrierungsphase des Filtrationprozesses nimmt die Funktion  $f_c$  Werte ungleich eins an, während der Retentataustragsphase ist sie gleich eins, da dann ein Quasi-Gleichgewichtszustand des DCF-Prozesses angenommen wird. Die genaue Herleitung und Formulierung der Funktion folgt später im Abschnitt der Modellparameteridentifikation.

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell

Die grundlegende, mechanistische Gleichung, die Viskosität und Drehmoment verknüpft, bildet den zweiten Schritt,

$$M(t_i, s) = M_{\text{seal}} + k_g \cdot \omega \cdot \eta(t_i, s) \quad (4.17)$$

wobei  $M_{\text{seal}}$  das Basisdrehmoment, das allein von den Dichtungen der rotierenden Wellen verursacht wird, und  $k_g$  der Geometriefaktor des DCF-Apparats, der sich aus der gesamten Filtrationsoberfläche und den Abständen zwischen den Filterscheiben ergibt, ist.

Im Berechnungsblock „Retentatventilmödell“ wird zunächst der Ventilöffnungsgrad bestimmt. Dazu werden das totale Membrandrehmoment und die Änderung des Membrandrehmoments vom letzten zum aktuellen Zeitschritt in eine Fallunterscheidung einbezogen. Ist das Membrandrehmoment höher als das eingestellte, obere Drehmomentmaximum von 300 Nm, wird im Falle des bisher geschlossenen Retentatventils dieses nun auf den Minimalöffnungsgrad von 10 % geöffnet. Ist das Retentatventil bereits geöffnet, wird im Falle eines aktuell steigenden Membrandrehmoments das Retentatventil um den Öffnungsschrittpunkt von 1 % weiter geöffnet. Ist das Retentatventil geöffnet und das Membrandrehmoment dagegen aktuell konstant oder sinkt es, wird die Ventilöffnungsposition beibehalten. Wenn das Membrandrehmoment im Hysteresebereich, d. h. niedriger als das obere Drehmomentmaximum, aber innerhalb des 10 %-Korridors unterhalb des Drehmomentmaximums, ist, so wird ebenfalls die Ventilöffnungsposition beibehalten. Erst wenn das Drehmoment unterhalb des 10 %-Korridors des Drehmomentmaximums gefallen ist, wird der Ventilöffnungsgrad auf null zurückgesetzt. Aus dem Ventilöffnungsgrad wird die Retentatflussrate des Gesamtsystems berechnet,

$$Q_{\text{t,ret}}(t_i) = k_{\text{valve}} \cdot (\text{TMP}(t_i) \cdot X_v(t_i) - \sigma_f) \quad (4.18)$$

worin  $Q_{\text{t,ret}}$  die gesamte Retentatflussrate in  $\text{Lh}^{-1}$ ,  $k_{\text{valve}}$  der Ventilquerschnittskoeffizient in  $\text{Lbar}^{-1} \text{h}^{-1}$ ,  $X_v$  der Ventilöffnungsgrad in % und  $\sigma_f$  die Durchflussgrenze in bar ist.

Das hybride, dynamische Prozessmodell enthält die Funktionalität zur Simulation einer periodischen Rückspülung während des Filtrationsprozesses. Dazu wird zeitintervallgesteuert ein negativer TMP angesetzt, die Feedflussrate gleich null eingestellt und der Deckschichtwiderstand um 90 % reduziert. Zur Nutzung der Rückspülsimulation müssen die Intervallzeit, die Pulszeit und der Start-TMP in den Betriebsparametern des Modells definiert werden. Die Details der Umsetzung werden hier nicht weiter thematisiert, weil die Rückspülfunktionalität des Modells für die in dieser Arbeit präsentierten Ergebnisse nicht verwendet wurde.

## 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell

Die Leistungsparameter der Modellsimulation bestehend aus der mittleren Produktivität  $P$ , dem Permeatertrag  $Y$ , dem Reinigungsaufwand  $C$  und dem Energiebedarf  $E$  eines Filtrationsprozesses werden wie folgt berechnet,

$$P = \frac{1}{t_{\text{end}}} \cdot \int_{t=t_0}^{t_{\text{end}}} Q_{\text{t,per}}(t_i) \, dt_i \quad (4.19)$$

$$Y = \frac{\int_{t=t_0}^{t_{\text{end}}} Q_{\text{t,per}}(t_i) \, dt_i - V_{\text{chamber}}}{\int_{t=t_0}^{t_{\text{end}}} Q_{\text{t,feed}}(t_i) \, dt_i} \quad (4.20)$$

$$C = \frac{\text{TMP}(t_{\text{end}})}{Q_{\text{t,per}}(t_{\text{end}})} \quad (4.21)$$

$$E = \int_{t=t_0}^{t_{\text{end}}} (2\pi \cdot N(t_i) \cdot M_t(t_i) + Q_{\text{t,per}}(t_i) \cdot \text{TMP}(t_i)) \, dt_i \quad (4.22)$$

worin  $N$  die Drehzahl der Membranen,  $M_t$  das Drehmoment des Gesamtsystems und  $V_{\text{chamber}}$  das Volumen der Prozesskammer der DCF zu 420 L ist.

### 4.2.2 Funktionen

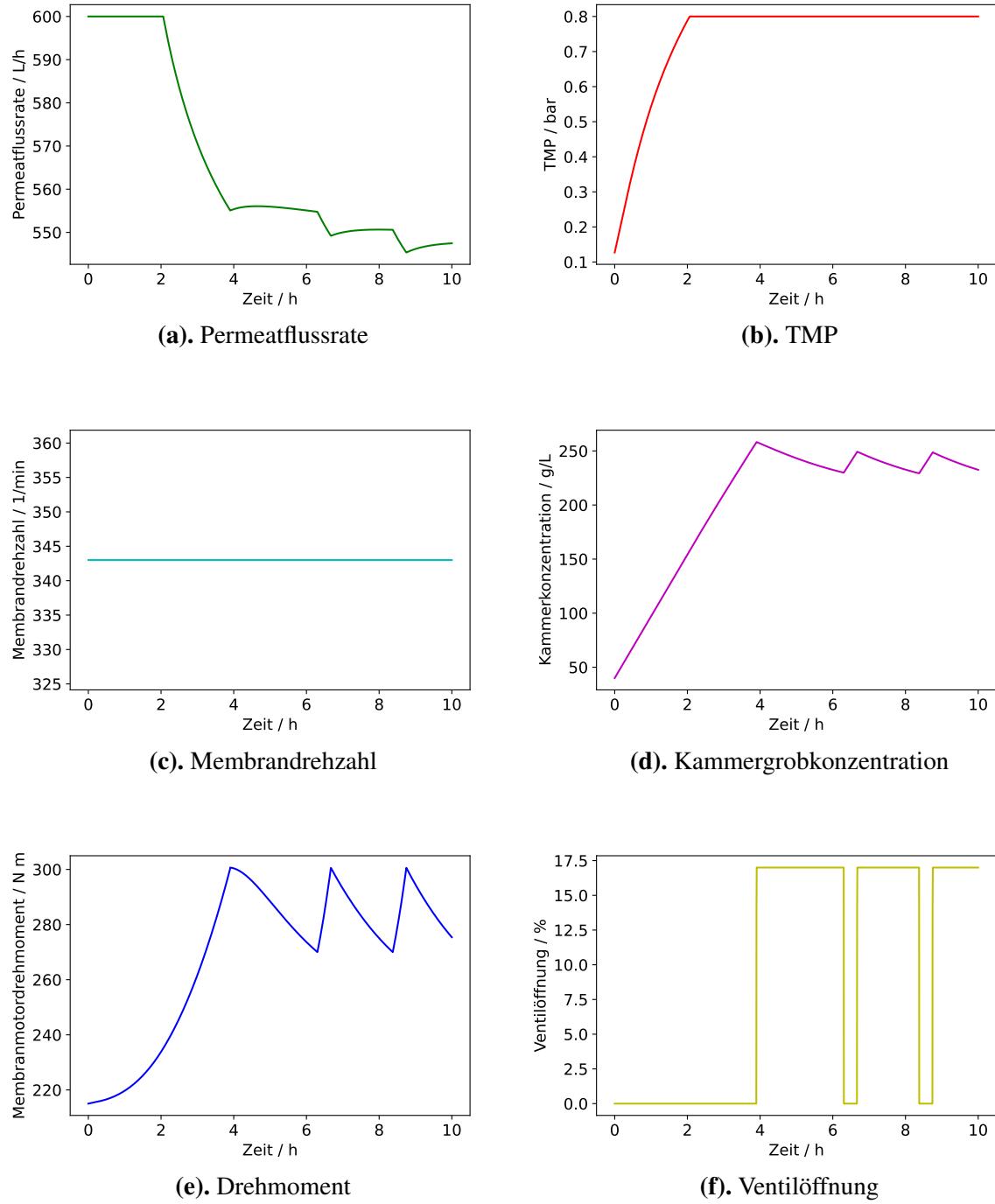
Zur Demonstration der Funktionen des hybriden, dynamischen Prozessmodells werden in diesem Abschnitt die Ergebnisse einer Modellsimulation zunächst vor der Identifikation der Modellparameter und der Modellvalidierung mit den realen, industriellen Prozessdaten gezeigt. Es wurde ein vollständiger Filtrationsprozess simuliert, d. h. die Statusvariablen des Modells wurden zu Beginn auf die Anfangswerte gesetzt. In Abbildung 4.7 sind die zeitlichen Verläufe der Prozessparameter Permeatflussrate, TMP, Membrandrehmoment, Kammerkonzentration, Drehmoment und Ventilöffnungsgrad aus der Modellsimulation gezeigt. Für die Modellsimulation ist eine anfängliche Permeatflussrate von  $600 \text{ L h}^{-1}$  eingestellt, die für mehr als 2 h ab Simulationsbeginn gehalten werden kann. In dieser Zeit steigt die Kammerkonzentration linear, da wegen des geschlossenen Retentatventils eine Aufkonzentrierung ohne Abfuhr des Retentats in der Kammer stattfindet. Der TMP steigt in dieser Zeit ebenfalls, wobei die Steigung des TMP mit der Zeit abnimmt. Der Grund dafür ist der Einfluss des Deckschichtwiderstandes, der mit der Filtrationszeit asymptotisch auf sein Maximum zuläuft, auf den Verlauf des TMP. Mit Erreichen des als Betriebsparameter im Modell hinterlegten, kritischen TMP von 0,8 bar wechselt auch die Modellsimulation vom fluss- in den druckkontrollierten Modus, sodass ab diesem Zeitpunkt der TMP konstant gehalten wird und folglich die Permeatflussrate sinkt. Ab dem Erreichen des Umschaltpunktes vom fluss- in den druckkontrollierten Betriebsmodus sinkt auch die bis zu diesem Zeitpunkt mittlere Produktivität des Prozesses, weswegen sich für eine

**Tabelle 4.1:** Auswertung der Leistungsparameter für die ausgeführte Simulation des hybriden, dynamischen Prozessmodells. Die Produktivität eines Produktionsbatches wird durch den Zeitpunkt des Beginns der druckkontrollierten Prozessphase und den Zeitpunkt des Beginns der Retentatabfuhr beeinflusst.

Leistungsparameter	Wert	Einheit
Produktmenge	5655,4	L <sub>per</sub>
Produktivität	565,5	L <sub>per h</sub>
Ertrag	0,9	L <sub>per L<sub>feed</sub><sup>-1</sup></sub>
Reinigungsaufwand	1,5 · 10 <sup>-3</sup>	bar h L <sup>-1</sup>
Energiebedarf	96,5	kWh

hohe mittlere Produktivität des gesamten Prozesses ein später Umschaltpunkt bzw. eine möglichst kurze Restfiltrationszeit nach dem Umschaltpunkt vom fluss- in den druckkontrollierten Betriebsmodus positiv auswirkt. Das Membrandrehmoment steigt in der Simulation durch die Aufkonzentrierung der Feststoffkonzentration in der Filtrationskammer zunächst, der mathematischen Formulierung folgend exponentiell, an. Bei Erreichen des kritischen Drehmoments von 300 N m nach 4 h der Simulation beginnt die Ventilöffnung und der periodische Retentataustrag, der sich natürlich auf die Kammerkonzentration und das Membrandrehmoment, aber auch auf die nötige Permeatflussrate zum Halten des TMP bei den zu den Zeitpunkten der Simulation gültigen Filtrationswiderständen, auswirkt. Das Ende dieser Simulation ist auf 10 h definiert. Die Auswertung der Leistungsparameter für die Beispielsimulation sind in Tabelle 4.1 zusammengefasst. Wegen des Wechsels vom fluss- in den druckkontrollierten Filtrationsmodus beträgt die Produktivität ausgehend von der eingestellten Permeatflussrate von 600 L h<sup>-1</sup> im Mittel des simulierten Prozesses nur 566 L h<sup>-1</sup>. Durch die Retentatventilöffnung im Laufe des simulierten Prozesses ist ein Teil des Feedvolumenstroms dem Permeatvolumenstrom entzogen, weswegen der Ertrag am Ende des Prozesses 90 % des eingesetzten Volumenstroms beträgt. Der TMP ist am Ende des simulierten Prozesses am möglichen Maximum von 0,8 bar, die Permeatflussrate sinkt im druckkontrollierten Filtrationsmodus mit der Prozesszeit, sodass mit der Dauer der Prozessführung im druckkontrollierten Filtrationsmodus der Reinigungsaufwand der Anlage steigt. Da sich die Permeatflussrate und der TMP aufgrund der Darcy-Beziehung gegenläufig entwickeln, spielt in die Größe des Energiebedarfs des Prozesses hauptsächlich das Membrandrehmoment und die Membrandrehzahl mit hinein. Die Beispielsimulation befindet sich zu 60 % der Prozesszeit in der Retentatabfuhrphase, d. h. das Membrandrehmoment schwingt im Bereich des Maximums, und die Drehzahl ist konstant bei 343 min<sup>-1</sup>, sodass der Energiebedarf für die Prozesszeit auf 97 kWh berechnet wurde. Für die spätere Prozessoptimierung des DT wird der Fokus auf die Produktivität der Filtrationsprozesse gelegt werden.

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell

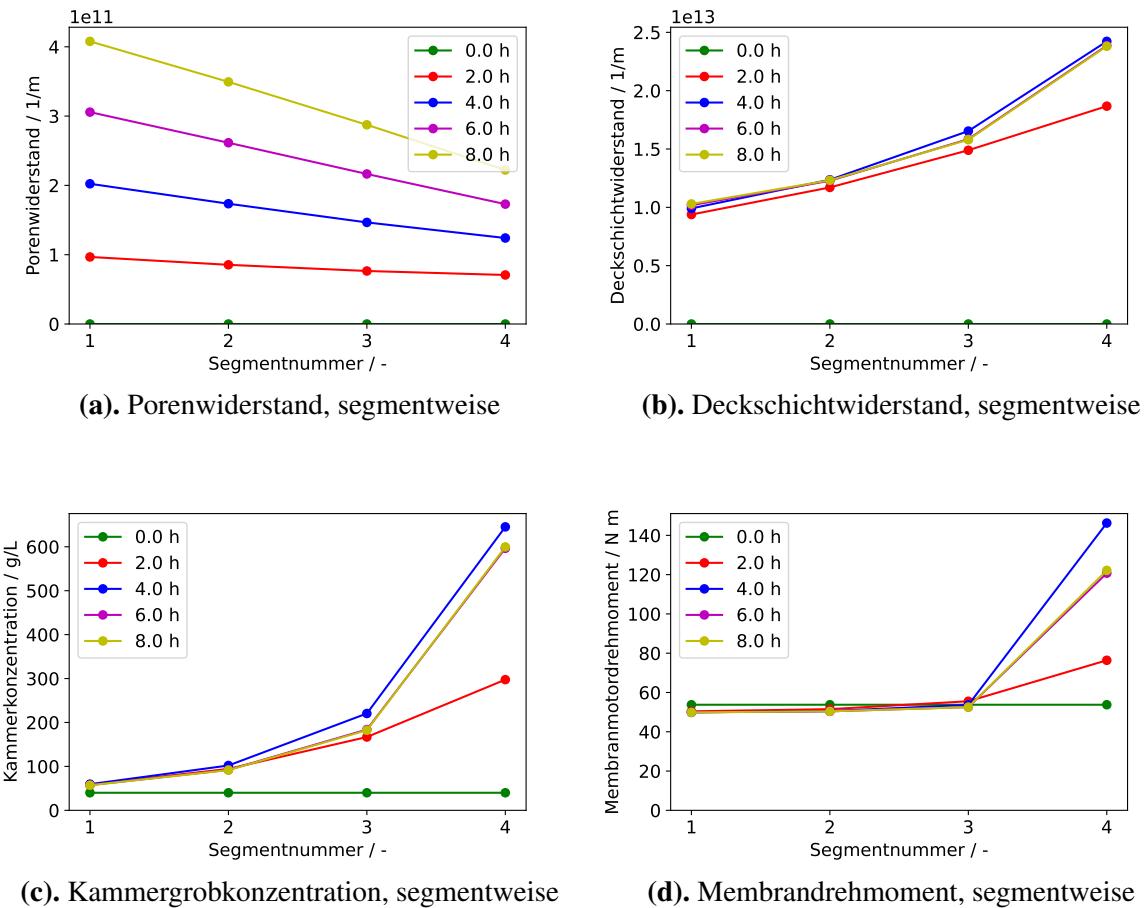


**Abbildung 4.7:** Zeitlicher Verlauf der Prozessparameter Permeatflussrate, TMP, Membrandrehzahl, Kammerkonzentration, Drehmoment und Ventilöffnungsgrad des hybriden, dynamischen Prozessmodells. Der Permeatflussrate wurde zu Prozessbeginn auf  $600 \text{ L h}^{-1}$  eingestellt. Mit Erreichen des TMP-Einstellwerts von 0,8 bar wechselt der Prozess vom fluss- in den druckkontrollierten Betriebsmodus. Mit erstmaligem Erreichen des Drehmomenteinstellwerts von  $300 \text{ N m}$  beginnt der periodische Retentataustrag aus der Prozesskammer.

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell

Die Parameter Porenwiderstand, Deckschichtwiderstand, Kammergrobkonzentration und Membrandrehmoment werden im Modell ortsaufgelöst über vier gedankliche Segmente entlang der Hohlwellenachse mit den Membranscheiben abgebildet. In Abbildung 4.8 sind die örtlich und zeitlich diskreten Verläufe der Parameter der Beispielsimulation dargestellt. Man sieht zunächst im Diagramm oben rechts, dass der Porenwiderstand in jedem Segment über die Prozesszeit ansteigt. Das ist nicht verwunderlich, denn während der Filtration durchströmt Permeat durchgehend die Filterscheiben und jedes die Filterscheiben durchströmende Volumenelement erhöht den Porenwiderstand der Filterscheibe an der jeweiligen Stelle. Ebenfalls ist ersichtlich, dass der Porenwiderstand mit steigender Segmentnummer abnimmt. Die Nummerierung der Segmente gilt von der Feedeintragsseite zur Retentataustragsseite. Der Porenwiderstand ist demnach auf der Feedeintragsseite am höchsten, was Sinn ergibt, denn der Porenwiderstand hängt von der Permeatflussrate und von der Feinpartikelkonzentration ab. Die Feinpartikel sind als membrandurchgängig definiert und betragen einen fixen Anteil der Gesamtpartikelbeladung des Feedstroms, sodass die stärker durchströmten, vorderen Filterscheiben des Apparats einen größeren Porenwiderstand aufweisen.

Der Feedstrom wird entlang der Membranachse aufkonzentriert, wobei die Aufkonzentrierung am stärksten zu Beginn des Filtrationsprozesses stattfindet, siehe die Auftragung der Kammerkonzentration im Diagramm unten links. Das Membrandrehmoment nimmt lokal zur Retentataustragsseite zu, wobei aufgrund der exponentiellen Beziehung zwischen der Kammerkonzentration und dem Membrandrehmoment im letzten Segment nach der halben Zeit der Prozesssimulation ein doppelt so hohes Drehmoment errechnet wurde wie im ersten bis dritten Segment, was das Diagramm unten links zeigt. Die zeitliche Entwicklung des Deckschichtwiderstands hängt von der Kammergrobkonzentration ab, folglich steigt, wie im Diagramm oben rechts ersichtlich, der Deckschichtwiderstand mit der Segmentzahl zum Retentataustritt hin an. Interessant wäre es, die Zahl der Segmente in einer Studie zu variieren und den Einfluss auf die Simulationsergebnisse auszuwerten und zu validieren. Aufgrund der begrenzten Bearbeitungszeit ist dies im Rahmen dieser Abhandlung leider nicht möglich. Absolut gesehen ist der Deckschichtwiderstand in der Beispielsimulation um zwei Größenordnungen größer als der Porenwiderstand, was an der Wahl der Modellparameter der Poren- und Deckschichtwiderstandsgleichungen liegt. Wie die Modellparameter des hybriden, dynamischen Prozessmodells aus historischen Daten bestimmt wurden, wird im nächsten Unterkapitel dargelegt.



**Abbildung 4.8:** Örtlicher und zeitlicher Verlauf von Poren- und Deckschichtwiderstand, der Kammerkonzentration und des Membrandrehmoments über die in vier gedankliche Segmente eingeteilte Membranwellenachse. Die Segmentnummer  $s = 1$  bezeichnet die Feedeintragsseite, die Segmentnummer  $s = 4$  die Retentataustragsseite der Prozesskammer. Der Porenwiderstand hängt vorwiegend von der durchgesetzten Permeatflussrate ab und ist deshalb an der Feedeintragsseite am höchsten, während der Deckschichtwiderstand in erster Linie mit der Kammerkonzentration steigt und daher an der Retentataustragsseite sein Maximum erreicht.

## 4.3 Modellparameteridentifikation

Nachdem die Struktur des Prozessmodells steht und aus einer Beispielsimulation der gewünschte Funktionsumfang der Prozesssimulation qualitativ hervorgeht, müssen nun vor der Validierung des Prozessmodells und dem Einsatz des Prozessmodells im DT zunächst die Modellparameter identifiziert werden. Modellparameter sind Anpassungsparameter, die der Maßschneiderung des Prozessmodells an die prozessierten Feedströme und an die appartechnischen Besonderheiten der eingesetzten Prozessanlage dienen. Entweder werden die Modellparameter aus historischen Daten des modellierten Prozesses bestimmt, oder sie werden aus Daten von anderweitig bzw. separat durchgeführten Kalibrierungsexperimenten gezogen. Die einen Modellparameter, wie der Anlagengeometriefaktor und der Ventilquerschnittskoeffizient, sind einmalig für alle Einsätze des Prozessmodells fix bestimmt, während die anderen Modellparameter, wie das Dichtungsdrehmoment und der intrinsische Membranwiderstand, individuell vor jedem DCF-Prozess aus den Echtzeitdaten identifiziert werden. Für den ersten Fall sind im Folgenden die resultierenden Werte der Modellparameter dargestellt, für den letzteren Fall sind die Mittelwerte aus den Prozessläufen gezeigt. Die feedtypspezifischen Parameter des Filtrationswiderstandsmodells sind im Folgenden in Form der aus den Prozessläufen resultierenden Optimalwerte präsentiert. Drei feedtypspezifische Modellparameter wurden als lernende Parameter des DT definiert und während der Prozessläufe aus den Echtzeitdaten sukzessive angepasst, was im Späteren dieser Abhandlung besprochen wird.

### 4.3.1 Konzentrations-Drehmoment-Korrelation

Die Konzentrations-Drehmoment-Korrelation ist der Baustein des hybriden, dynamischen Prozessmodells, der den Zusammenhang zwischen der Speziesgrobkonzentration in der Prozesskammer der DCF und dem Drehmoment der Membranscheiben abbildet. Im Rahmen der Konzentrations-Drehmoment-Korrelation sind das Dichtungsdrehmoment, der Viskositätskoeffizient, der Geometriefaktor, die initiale Feedkonzentration und der Konzentrationsverteilungsfaktor zu identifizieren.

#### Dichtungsdrehmoment

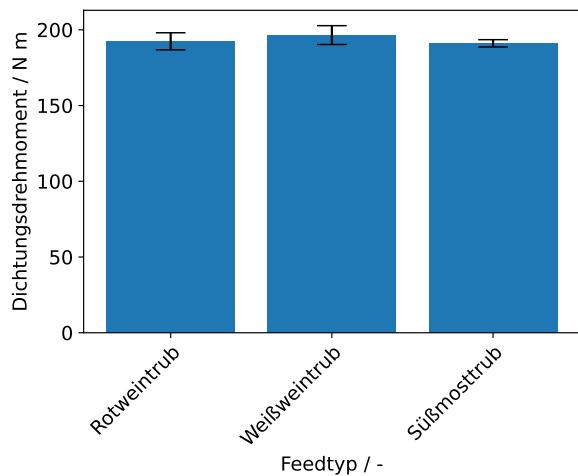
Das Dichtungsdrehmoment  $M_{\text{seal}}$  im hybriden, dynamischen Prozessmodell wird durch den DT vor jedem Prozesslauf neu identifiziert. Das Drehmoment der Membranscheiben während des Reinigungsprozesses wird, wenn die Membranen auf der Betriebsdrehzahl größer  $340 \text{ min}^{-1}$  sind und die Anlage gerade mit Wasser gefüllt ist (diese Phase des Reinigungsprozesses ist

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell

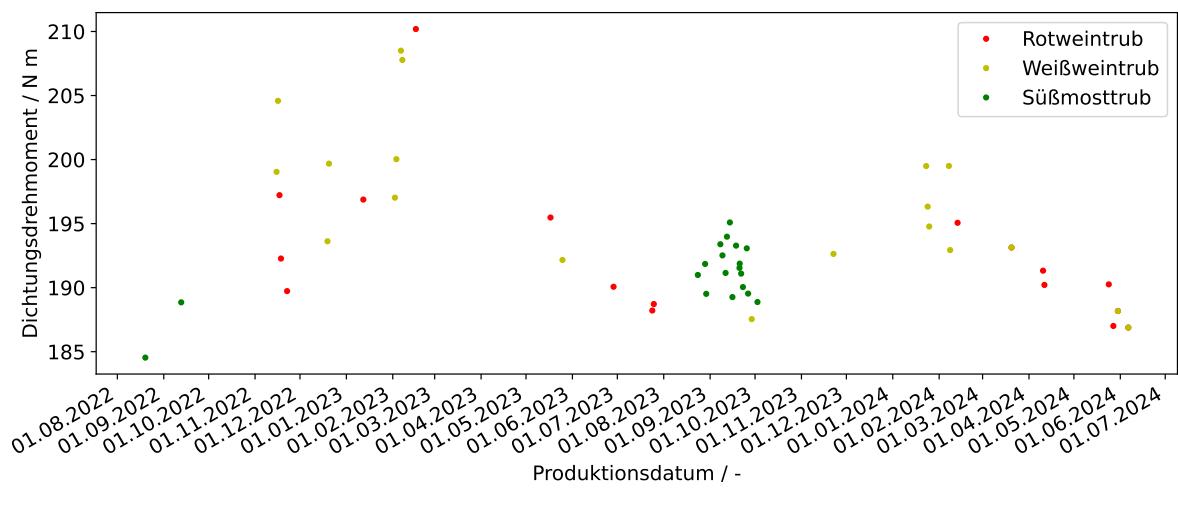
durch den Index 31 gekennzeichnet), ausgelesen und gemittelt. Der ermittelte Wert des Dichtungsdrehmoments entspricht dem Membrandrehmoment, das allein durch die Reibung der Gleitringdichtung der Drehdurchführung der Membranhohlwellen entsteht. In Abbildung 4.9 sind die Ergebnisse der Dichtungsdrehmomente einmal retrospektiv über alle Prozessläufe für jeden Feedtyp separat gemittelt und einmal über das Produktionsdatum zeitlich aufgetragen dargestellt. Das über alle Prozessläufe gemittelte Dichtungsdrehmoment beträgt  $192 \text{ Nm} \pm 6 \text{ Nm}$  für Rotweintrub,  $197 \text{ Nm} \pm 6 \text{ Nm}$  für Weißweintrub und  $191 \text{ Nm} \pm 2 \text{ Nm}$  für Süßmosttrub. Der ungepaarte *t*-Test für Grundgesamtheiten mit ungleichen Varianzen (Welch-Test) ergibt einen signifikanten Unterschied der mittleren Dichtungsdrehmomente von Rotweintrub und Weißweintrub ( $p < 0.05$ ). Das mittlere Dichtungsdrehmoment von Süßmosttrub unterscheidet sich nicht signifikant von den mittleren Dichtungsdrehmomenten von Rot- und Weißweintrub. Das anfängliche Membrandrehmoment, das aus den ersten vier Datenpunkten des Membrandrehmoments direkt ab Beginn jedes Produktionslaufs gemittelt wurde, beträgt zum Vergleich  $212 \text{ Nm} \pm 9 \text{ Nm}$  für Rotweintrub,  $234 \text{ Nm} \pm 15 \text{ Nm}$  für Weißweintrub und  $233 \text{ Nm} \pm 10 \text{ Nm}$  für Süßmosttrub. Auffällig ist die unerwartet geringe Differenz zwischen dem Dichtungsdrehmoment und dem Membrandrehmoment zu Beginn der Prozessläufe, währenddessen die Prozesskammer bereits mit Feedsuspension gefüllt ist. Die Drehmomentdifferenz beträgt für alle Feedtypen nicht mehr als  $40 \text{ Nm}$  und damit 20 % des Absolutwerts. Schlussgefolgert hat demnach der Reibungsverlust der Gleitringdichtungen einen bedeutenden Anteil am Gesamtdrehmoment der Membranscheiben und am Energieverbrauch des Membranmotors. Im Hinblick auf die Prozessintensivierung könnte die Verringerung der Reibungsverluste der Gleitringdichtungen einen Ansatz für Energieeinsparungen darstellen.

Die Auftragung der Dichtungsdrehmomente der einzelnen Prozessläufe in chronologischer Art deutet eine jahreszeitliche Abhängigkeit des Dichtungsdrehmoment an. Es fällt auf, dass unabhängig von dem Feedtyp die Dichtungsdrehmomente in der Winterzeit zwischen November und März höher liegen als in der Sommerzeit zwischen Mai und September. Diese Beobachtung ist plausibel, denn die Prozessläufe werden in einer nicht-temperierten Produktionshalle durchgeführt und es wird lediglich die Prozesskammer der Anlage über einen Heiz- bzw. Kühlmantel temperiert, nicht aber speziell die Drehdurchführungen der Membranhohlwellen aus der Prozesskammer heraus. Die Temperatur der Umgebung beeinflusst die Flexibilität der Kunststoffe und die Festigkeit der Oberflächen der Dichtungen, sodass bei Kälte eine leicht erhöhte Kraft zur Überwindung des Drehwiderstands benötigt wird. Das Ergebnis spricht für die Umsetzung der batchindividuellen Identifikation des Dichtungsdrehmoments aus aktuellen Daten im DT.

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell



(a)



(b)

**Abbildung 4.9:** Auswertung des Dichtungsdrehmoments der Produktionsläufe. Das Dichtungsdrehmoment macht einen bedeutenden Anteil am Gesamtdrehmoment während des Prozesses aus. Es ist eine Temperaturabhängigkeit des Dichtungsdrehmoments anzunehmen, denn das Dichtungsdrehmoment ist in den warmen Sommermonaten niedriger als in den kalten Wintermonaten.

### Viskositätskoeffizient

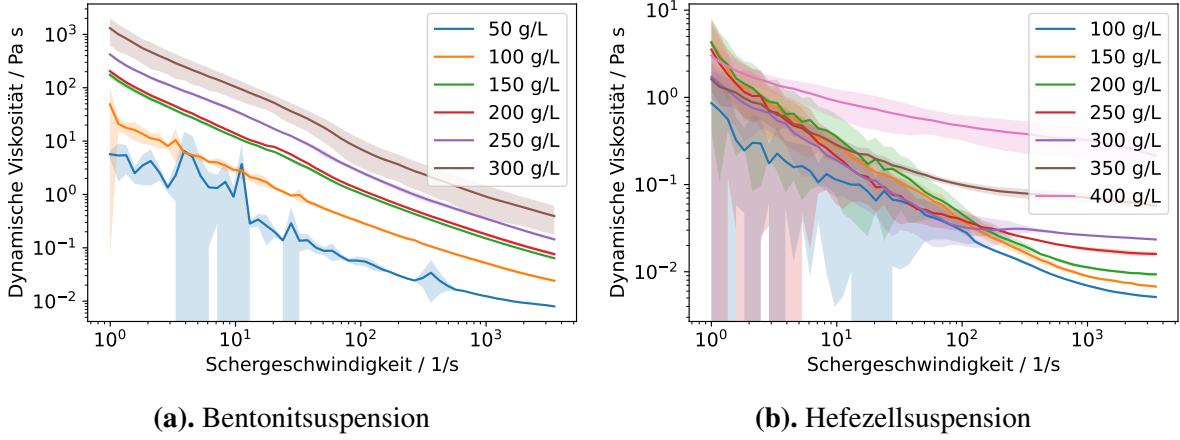
Der Viskositätskoeffizient  $k_\eta$  kalibriert den exponentiell-mechanistischen Zusammenhang zwischen der Kammergrobkonzentration und der Viskosität und wurde einmalig aus experimentellen Daten der rheometrischen Messungen für jeden Feedtyp bestimmt. Die Ergebnisse der rheometrischen Messungen sind in Abbildung 4.10 dargestellt. Aus den rheometrischen Spannversuchen resultieren Verläufe der dynamischen Viskosität über die Scherrate mit der Probenkonzentration als Scharparameter. Sowohl die Bentonitsuspensionen als auch die Hefezellsuspensionen sind scherverdünnend, denn die Viskosität nimmt für alle Probenkonzentrationen mit steigender Scherrate ab. Aufgrund der Verformung der Hefezellen bei hoher Scherrate in Lösung wird die Scherratenabhängigkeit der Viskosität der Hefezellsuspensionen bei hohen Scherraten, insbesondere ab  $1 \cdot 10^2 \text{ s}^{-1}$ , geringer. Die Bentonit- und Hefezellsuspensionen besitzen außerdem eine Fließgrenze (Daten in dieser Arbeit nicht dargestellt). Das rheologische Verhalten der Feedsuspensionen Rotweintrub und Weißweintrub hat einen Einfluss auf die Dynamik der Retentatabfuhr bei Ventilöffnung während des Prozesses. Die Scherratenabhängigkeit der Viskosität der untersuchten Feedsuspensionen weist weiterhin darauf hin, dass eine Absenkung der Membrandrehzahl während des Filtrationsprozesses zu einer Verfestigung der in der Kammer befindlichen Suspension führen kann und dass beim Anfahren des Prozesses ein unerwartet hohes Anfangsdrehmoment auftreten kann. Die Füllung der Prozesskammer mit der Feedsuspension vor Prozessbeginn wird daher unter drehender Membran aus einer Wasserfüllung heraus durchgeführt und von einer Variation der Membrandrehzahl während der Prozessläufe wird in dieser Arbeit abgesehen. Prinzipiell ist eine Variation oder Optimierung der Membrandrehzahl über mehrere Prozessläufe hinweg aber denkbar.

Die Bestimmung der Viskositätskoeffizienten für Rotwein-, Weißwein- und Süßmosttrub aus den rheometrischen Ergebnissen wurde mittels Gleichung 4.16 durchgeführt, indem die laborexperimentell bestimmten Korrelationen aus dynamischer Viskosität und Suspensionskonzentration eingesetzt wurden. Für die Zuordnung der Viskosität zur Konzentration muss zunächst die auf das Fluid einwirkende, mittlere Schergeschwindigkeit im Apparat bei der Betriebsdrehzahl bestimmt werden. Die mittlere Schergeschwindigkeit  $\dot{\gamma}_m$  des industriellen DCF-Apparats ist wie folgt berechnet,

$$\dot{\gamma}_m = \frac{1}{r_2 - r_1} \int_{r_1}^{r_2} \dot{\gamma}(r) dr \quad (4.23)$$

mit dem Scheibendurchmesser  $r_2 = 312 \text{ mm}$  und dem Radius der metallenen Hohlwelle  $r_1 = 68 \text{ mm}$ . Alle rotierenden Metallteile werden als nichthaftende Wände ohne Einfluss auf die auf

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell



**Abbildung 4.10:** Ergebnisse der rheometrischen Messungen, aus denen mittels exponentieller Anpassung die Viskositätskoeffizienten ermittelt werden. Sowohl die Bentonitsuspension (a) als auch die Hefezellsuspension (b) zeigen scherverdünnendes Verhalten im Bereich aller gemessenen Konzentrationen, wobei das scherverdünnende Verhalten der Hefezellsuspension mit steigender Konzentration abnimmt. Der Viskositätskoeffizient nimmt folglich unterschiedliche Werte für den Feedtyp Bentonitsuspension und Hefezellsuspension an.

das Fluid wirkende Schergeschwindigkeit betrachtet. Die lokale Schergeschwindigkeit  $\dot{\gamma}(r)$  wird berechnet zu

$$\dot{\gamma}(r) = \frac{r \cdot \omega}{h} \quad (4.24)$$

mit der radialen Laufvariable  $r$ , dem Abstand zweier Membranscheiben  $2h = 2,8 \text{ mm}$  und der Drehfrequenz der Membranscheiben  $\omega$ , die sich wiederum berechnet nach

$$\omega = 2\pi \cdot N \quad (4.25)$$

worin die Drehzahl der Membranscheiben  $N = 340 \text{ min}^{-1}$  beträgt. Nach Integration ergibt sich aus

$$\dot{\gamma}_m = \frac{\omega}{2h \cdot (r_2 - r_1)} \cdot (r_2^2 - r_1^2) \quad (4.26)$$

die mittlere Schergeschwindigkeit zu  $\dot{\gamma}_m = 2850 \text{ s}^{-1}$ . Die Fluidbereiche außerhalb des Außen-durchmessers der Membranscheiben wurden bei der Berechnung der mittleren auf das Fluid wirkenden Schergeschwindigkeit nicht berücksichtigt.

Die nun bekannte, mittlere Scherrate erlaubt die Zuordnung der Viskositäten und der Konzentrationen für die Feedtypen mithilfe der rheometrischen Daten aus Abbildung 4.10. Für jede

## 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell

experimentell untersuchte Suspensionskonzentration wurde der Viskositätskoeffizient mit der Gleichung 4.16 berechnet, wobei die Wasserviskosität als Referenzviskosität  $\eta_{\text{ref}} = 1 \text{ mPas}$ , die Referenzdrehfrequenz  $\omega = \omega_{\text{ref}}$  und eine homogene Konzentrationsverteilung  $f_c = 1$  gewählt wurde. Das Ergebnis ist ein Viskositätskoeffizient der Hefezellsuspension von  $0,015 \text{ L g}^{-1} \pm 0,006 \text{ L g}^{-1}$  und der Bentonitsuspension von  $0,028 \text{ L g}^{-1} \pm 0,008 \text{ L g}^{-1}$ .

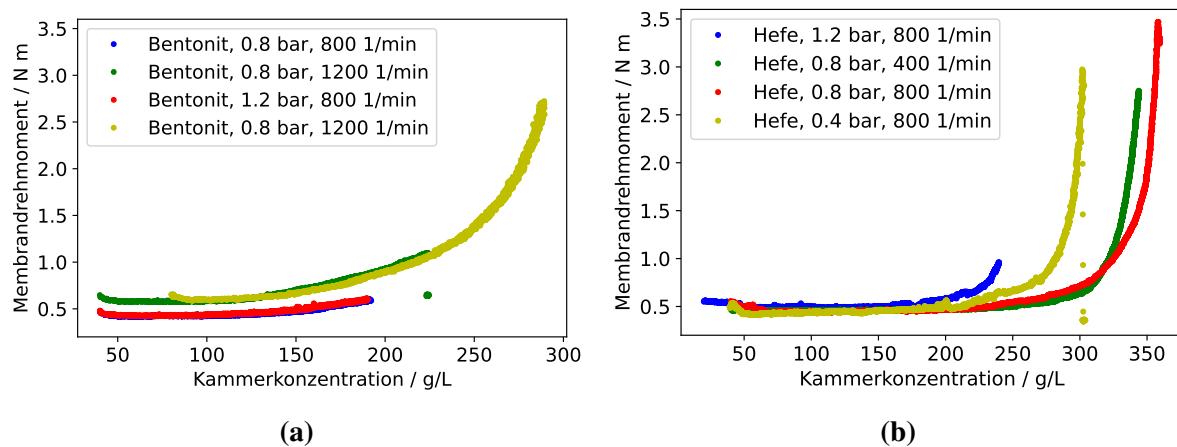
Weil Hefezellen bzw. Bentonit den Einfluss auf die Viskosität bei den industriellen Feedtypen dominieren, sind die Viskositätskoeffizienten von der laborexperimentellen Hefezellsuspension bzw. der Bentonitsuspension für die Kalibrierung des hybriden, dynamischen Prozessmodells für die industriellen Feedtypen Rotweintrub bzw. Weißweintrub übernommen. Für den industriellen Feedtyp Süßmosttrub ist ein Viskositätskoeffizient von  $0,04 \text{ L g}^{-1}$  gewählt, da eine stärkere Strukturviskosität von Süßmosttrub im Vergleich zu Rotweintrub und Weißweintrub anzunehmen ist. Zusammengefasst ist der Viskositätskoeffizient des hybriden, dynamischen Prozessmodells feedtypabhängig identifiziert zu:

$$k_\eta = \begin{cases} 0,02 \text{ L g}^{-1} & \text{Rotweintrub} \\ 0,03 \text{ L g}^{-1} & \text{Weißweintrub} \\ 0,04 \text{ L g}^{-1} & \text{Süßmosttrub} \end{cases} \quad (4.27)$$

### Geometriefaktor und initiale Feedkonzentration

Der Geometriefaktor  $k_g$  verknüpft die Viskosität des Fluids in der DCF-Kammer mit dem Membrandrehmoment und wird für die Anlage im Industriemaßstab einmalig aus laborexperimentellen Daten abgeleitet. Die Ergebnisse der Filtrationsversuche im Labor mit der DCF 152/S sind in Abbildung 4.11 dargestellt. Es sind das Membrandrehmoment über die Kammerkonzentration während der Aufkonzentrierungsphase für die Feedtypen Hefezellsuspension und Bentonitsuspension aufgetragen. Das Anfangsniveau des Membrandrehmoments ergibt sich für die Bentonitsuspensionen aus der Membrandrehzahl, so beträgt das initiale Membrandrehmoment bei  $800 \text{ min}^{-1}$   $0,45 \text{ Nm}$  und bei  $1200 \text{ min}^{-1}$   $0,6 \text{ Nm}$ . Aufgrund der scherverdünnenden Eigenschaft der Bentonitsuspension wird bei höherer Membrandrehzahl ein geringeres Membrandrehmoment erwartet, aufgrund des dominierenden Einflusses der Reibung der Dichtungen wird bei höherer Membrandrehzahl aber ein höheres Drehmoment beobachtet. Der Effekt des Einflusses der Reibung der Dichtungen auf das Membrandrehmoment scheint bei niedrigeren Drehzahlen geringer zu sein, zudem befinden sich die Laborexperimente mit den gewählten Drehzahlen in dem erhöhten Scherratenbereich, bei dem die Scherverdünnung der Hefezellsuspensionen geringer ausgeprägt ist als in niedrigeren Scherratenbereichen. Deshalb ist für den Feedtyp Hefezellsuspension zwischen  $400 \text{ min}^{-1}$  und  $800 \text{ min}^{-1}$  kein mit der Drehzahl

korrelierter Unterschied in dem initialen Drehmoment zu erkennen. Die mittleren auf das Fluid in der Prozesskammer wirkenden Scherraten für den DCF-Laborapparat wurden zu  $850 \text{ s}^{-1}$  (für  $400 \text{ min}^{-1}$ ),  $1700 \text{ s}^{-1}$  (für  $800 \text{ min}^{-1}$ ) und  $2600 \text{ s}^{-1}$  (für  $1200 \text{ min}^{-1}$ ) berechnet.



**Abbildung 4.11:** Drehmomenteskalationsversuche mit der Einscheiben-DCF im Laboraufbau. Bis zu einer Kammerkonzentration von  $200 \text{ g L}^{-1}$  steigt das Drehmoment um maximal 50 % an, daher wurde diese als kritische Kammerkonzentration bei Ventilöffnung der Vierwellen-DCF im Industriebetrieb angesetzt.

Die für die Laborversuche gewählte Feedkonzentration kann an dem Anfangspunkt der Drehmomentkurven an der Konzentrationsachse abgelesen werden. Bei den Versuchen mit Feedtyp Bentonitsuspension steigt das Drehmoment bei gleicher Kammerkonzentration, sichtbar exponentiell über die Kammerkonzentration an, wobei ab der Konzentration  $200 \text{ g L}^{-1}$  der Drehmomentanstieg 50 % des jeweils anfänglichen Werts übersteigt. Bei den Versuchen mit Feedtyp Hefezellsuspension steigt das Drehmoment ebenfalls frühestens ab einer Kammerkonzentration von  $200 \text{ g L}^{-1}$  deutlich sichtbar exponentiell an, aber die kritische Kammerkonzentration des explosiv exponentiellen Anstiegs variiert zwischen den einzelnen Versuchen. Der beobachtete Effekt könnte ein Beleg für die Kompressibilität von Hefezellsuspensionen bei der Filtration sein, in jedem Fall beweist es das komplexere Filtrationsverhalten von Hefezellsuspensionen im Vergleich zu Bentonitsuspensionen. Der ersten Theorie folgend scheint es nämlich, dass bei von 0,4 bar auf 0,8 bar steigendem Filtrationsdruck der Drehmomentanstieg bei Hefezellsuspensionen erst bei höherer Kammerkonzentration stattfindet, bei 1,2 bar Filtrationsdruck der Drehmomentanstieg aber am frühesten im Vergleich der Versuche geschieht. Zusätzlich scheint die Drehzahl eine Rolle für den Zeitpunkt des explosiv exponentiellen Drehmomentanstiegs bei der Filtration von Hefezellsuspensionen im Labormaßstab zu spielen, weitere Versuche könnten hier ein Forschungsansatz für detailliertere Erkenntnisse sein.

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell

Aus der Auswertung der Laborversuche wird die kritische Kammerkonzentration  $c_{\text{ret,max}} = 200 \text{ g L}^{-1}$  festgelegt, ab welcher der explosiv exponentielle Drehmomentanstieg auch bei den Produktionsläufen auf der Industrieanlage und damit das Ende der Aufkonzentrierungsphase angenommen wird. Während der Aufkonzentrierungsphase bei geschlossenem Retentatventil lautet die Fluidmassenbilanz für die Industrieanlage

$$Q_{\text{feed}}(t) = Q_{\text{per}}(t) \quad (4.28)$$

und die Speziesmassenbilanz bei geschlossenem Retentatventil lautet

$$V_{\text{Kammer}} \cdot \frac{dc_{\text{ret}}(t)}{dt} = Q_{\text{feed}}(t) \cdot c_{\text{feed}}(t) \quad (4.29)$$

Mit der Annahme einer zeitkonstanten Feedkonzentration  $c_{\text{feed}} \neq f(t)$  folgt daraus die Abschätzung der Feedkonzentration für die Produktionsläufe im Industriemaßstab

$$c_{\text{feed,geschätzt}} = \frac{c_{\text{ret,max}} \cdot V_{\text{Kammer}}}{\frac{1}{n} \cdot \sum_{t=0}^n Q_{\text{per}}(t) + V_{\text{Kammer}}} \quad (4.30)$$

Schlussendlich kann mit der abgeschätzten Feedkonzentration aus der Kombination von Gleichung 4.16 und Gleichung 4.17 für den Zeitpunkt  $t_0$ , bei dem  $f_c = 1$  gilt, mit  $\eta_{\text{ref}} = 1 \text{ mPas}$  und  $\omega = \omega_{\text{ref}}$  der Geometriefaktor zu  $k_g = 218 \text{ m}^3 \pm 132 \text{ m}^3$  identifiziert werden. Es wird physikalisch begründet ein einheitlicher Geometriefaktor für die Industrieanlage angenommen, die Varianz des berechneten Ergebnisses entspringt der groben Abschätzung der kritischen Kammerkonzentration und der angenommenen konstanten Feedkonzentration. Für das hybride, dynamische Prozessmodell wurde folglich der Geometriefaktor gesetzt zu

$$k_g = 220 \text{ m}^3 \quad (4.31)$$

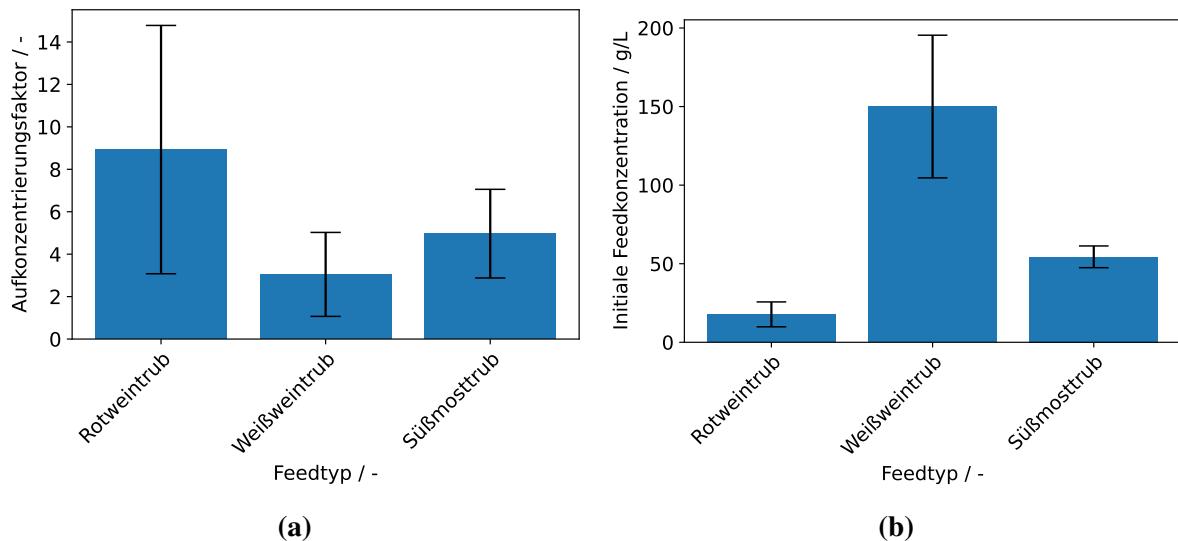
Die Feedkonzentration  $c_{\text{feed}}$  wird zu Beginn jedes Prozesslaufs vom DT individuell berechnet und im Laufe der Prozessläufe wird die Berechnung der Feedkonzentration periodisch erneuert. Die Berechnung der initialen Feedkonzentration geschieht mittels der nach der Konzentration umgeformten, mechanistisch-empirischen Konzentrations-Drehmoment-Korrelation. Aus der geschätzten, initialen Feedkonzentration und der oben abgeleiteten, kritischen Kammerkonzentration lassen sich außerdem retrospektiv die Aufkonzentrierungsfaktoren  $f_{\text{concentration}}$  für die industriellen Produktionsläufe, die Aufschluss über die operative Führung der Produktionsläufe geben, nach folgender Formel berechnen.

$$f_{\text{concentration}} = \frac{c_{\text{ret,max}}}{c_{\text{feed,est}}} \quad (4.32)$$

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell

Die über die Feedtypen gemittelten Aufkonzentrierungsfaktoren und die initialen Feedkonzentrationen sind in Abbildung 4.12 dargestellt. Erkennbar ist, dass die Filtrationsläufe für jeden Feedtyp auf ein unterschiedliches Auskonzentrierungsniveau gefahren werden, was natürlich in der chemisch-biologischen Feedtypzusammensetzung und der verbundenen Auswirkung der Feststoffaufkonzentrierung auf den absoluten Drehmomentanstieg begründet ist. Folglich ergibt sich auch für jeden Feedtyp eine eigene, charakteristische Anfangsfeedkonzentration, deren Höhe sich gegenläufig zu der des Aufkonzentrierungsfaktors verhält. Diese Anfangsfeedkonzentrationen werden als Standardparameter in das hybride, dynamische Prozessmodell übergeben und für die im nächsten Abschnitt der Modellvalidierung als Konzentrationen verwendet. Zusammengefasst sind diese initialen Feedkonzentrationen festgelegt zu

$$c_{\text{feed,init}} = \begin{cases} 10 \text{ g L}^{-1} & \text{Rotweintrub} \\ 120 \text{ g L}^{-1} & \text{Weißweintrub} \\ 60 \text{ g L}^{-1} & \text{Süßmosttrub} \end{cases} \quad (4.33)$$



**Abbildung 4.12:** Aus der Fluidmassenbilanz bestimmte Aufkonzentrierungsfaktoren zum Zeitpunkt der ersten Retentatventilöffnung (a) und nach Kalibrierung des Geometriefaktors mittels Konzentrations-Drehmoments-Korrelation bestimmte Feedkonzentrationen zu Produktionsbatchbeginn (b). Da die virtuelle Kammerkonzentration für alle Feedtypen konstant angesetzt wurde, ergibt sich aus einem höheren Aufkonzentrierungsgrad eine niedrigere initiale Feedkonzentration und umgekehrt.

### Konzentrationsverteilungsfaktor

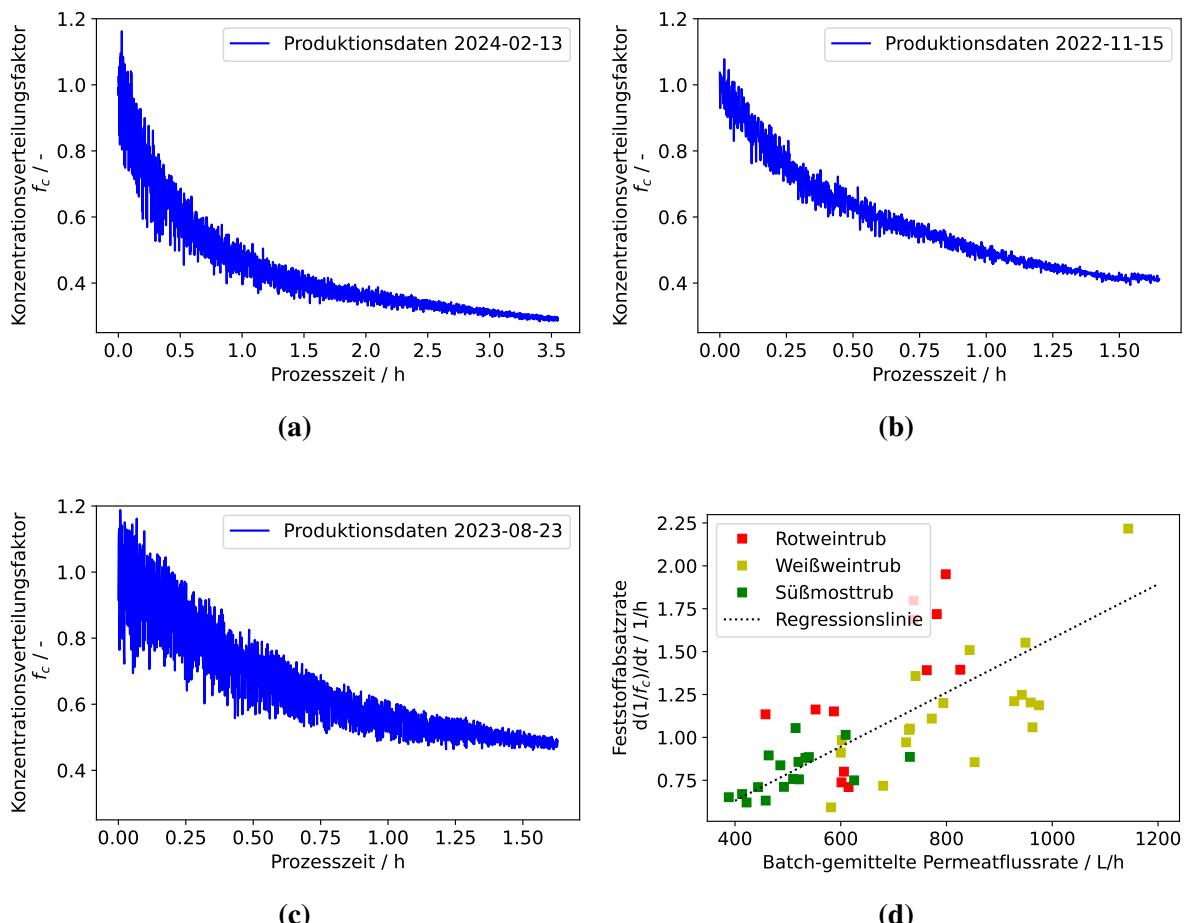
Die Definition des Konzentrationsverteilungsfaktors  $f_c(t_i)$  wurde einmalig aus historischen Daten hergeleitet und in den Konzentrations-Drehmoment-Abschnitt des hybriden, dynamischen Prozessmodells als prozesszeitabhängiger Parameter implementiert. Der Konzentrationsverteilungsfaktor ist der dimensionslose Quotient aus effektiver und absoluter Kammerkonzentration,

$$f_c(t) = \frac{c_{\text{eff}}}{c_{\text{abs}}} \quad (4.34)$$

wobei die effektive Kammerkonzentration  $c_{\text{eff}}$  aus der Drehmoment-Konzentrations-Korrelation (ohne den Konzentrationsverteilungsfaktor bzw. mit  $f_c = 1$ ) und die absolute Kammerkonzentration  $c_{\text{abs}}$  aus der Fluid- und Speziesmassenbilanz um die DCF-Kammer berechnet wird. Die Definition des Konzentrationsverteilungsfaktors entspringt der Beobachtung, dass die mit der Drehmoment-Konzentrations-Korrelation und die aus der Fluid- und Speziesmassenbilanz berechneten Konzentrationswerte nicht gleich sind. Im Hinblick auf die physikalisch angenommene Erklärung des Konzentrationsverteilungsfaktor gilt per Definition bei vollkommen idealer Gleichverteilung der drehmomentwirksame Spezies in der DCF-Kammer  $f_c(t) = 1$ , während für  $f_c(t) = 0$  eine vollkommene Ungleichverteilung gilt, d. h. sämtliche drehmomentwirksame Spezies sind entweder an den Wänden der DCF-Kammer oder an der rotierenden Membranoberfläche fest angeheftet.

In Abbildung 4.13 sind zunächst die Verläufe des Konzentrationsverteilungsfaktors über die Prozesszeit während der Aufkonzentrierungsphase für drei beispielhaft ausgewählte Prozessläufe jeweils eines Feedtyps gezeigt. Beginnend bei einem Wert von eins sinkt der Konzentrationsverteilungsfaktor in allen abgebildeten Fällen monoton bis zum Beginn der Retentataustragsphase. Nach 1,5 h Prozesszeit beträgt er weniger als 50 % des Anfangswerts, d. h. die Hälfte des in der DCF-Kammer befindlichen Feststoffgehalts wirkt sich nach dieser Zeitspanne nicht mehr aus das Drehmoment aus. Die reziproke Auftragung des Konzentrationsverteilungsfaktors über die Prozesszeit ergibt einen linearen Zusammenhang, dessen Verlauf mittels einer angepassten linearen Gerade durch den Ursprung in einen charakteristischen Steigungswert kondensiert werden konnte. Dieser als Feststoffabsatzrate bezeichnete Steigungswert wurde wiederum gegen die über die Prozesszeit gemittelte Permeatflussrate aufgetragen, das Ergebnis ist im Teilplot (d) der Abbildung 4.13 zu sehen.

Die Feststoffabsatzrate korreliert unabhängig vom prozessierten Feedtyp linear mit der mittleren Permeatflussrate. Je größer die Permeatflussrate für einen Prozesslauf eingestellt wurde, desto größer hat sich im Prozessverlauf demnach der Feststoffanteil im System, der keinen Einfluss auf den Anstieg des Drehmoments hat, entwickelt. Folglich scheint eine Prozessführung mit



**Abbildung 4.13:** Identifikation des zeitabhängigen Konzentrationsverteilungsfaktors in der Konzentrations-Drehmoment-Korrelation des hybriden, dynamischen Prozessmodells. Die zeitliche Abnahme des Konzentrationsprofilfaktors, hier beispielhaft für jeweils einen Produktionslauf mit Rotweintrub (a), Weißweintrub (b) und Süßmosstrub (c) dargestellt, verläuft reziprok proportional. Der als Feststoffabsatzrate bezeichnete Proportionalitätsfaktor hängt linear von der Permeatflussrate ab und ist von dem prozessierten Feedtyp unabhängig.

niedriger eingestellter Permeatflussrate zu einer besseren Durchmischung der Feststoffe in der DCF-Kammer beizutragen, zumindest aber zu einem geringeren Unterschied zwischen den über die Drehmoment-Konzentrations-Korrelation und den über die Speziesmassenbilanz berechneten Konzentrationen in der Prozesskammer. Basierend auf dem Ergebnis ist der Konzentrationsverteilungsfaktor nach folgender Beziehung zeitabhängig definiert,

$$\frac{d \left( \frac{1}{f_c(t)} \right)}{dt} = k_c \cdot Q_{\text{per}}(t) \quad (4.35)$$

wobei  $k_c$  der Feststoffabsatzkoeffizient in  $L^{-1}$  ist. Der Feststoffabsatzkoeffizient entspricht der feedtypunabhängigen Steigung der Feststoffabsatzrate über die mittlere Permeatflussrate und wurde anhand der historischen Prozessdaten identifiziert zu

$$k_c = 0,0016 L^{-1} \quad (4.36)$$

### 4.3.2 Retentatventilmodell

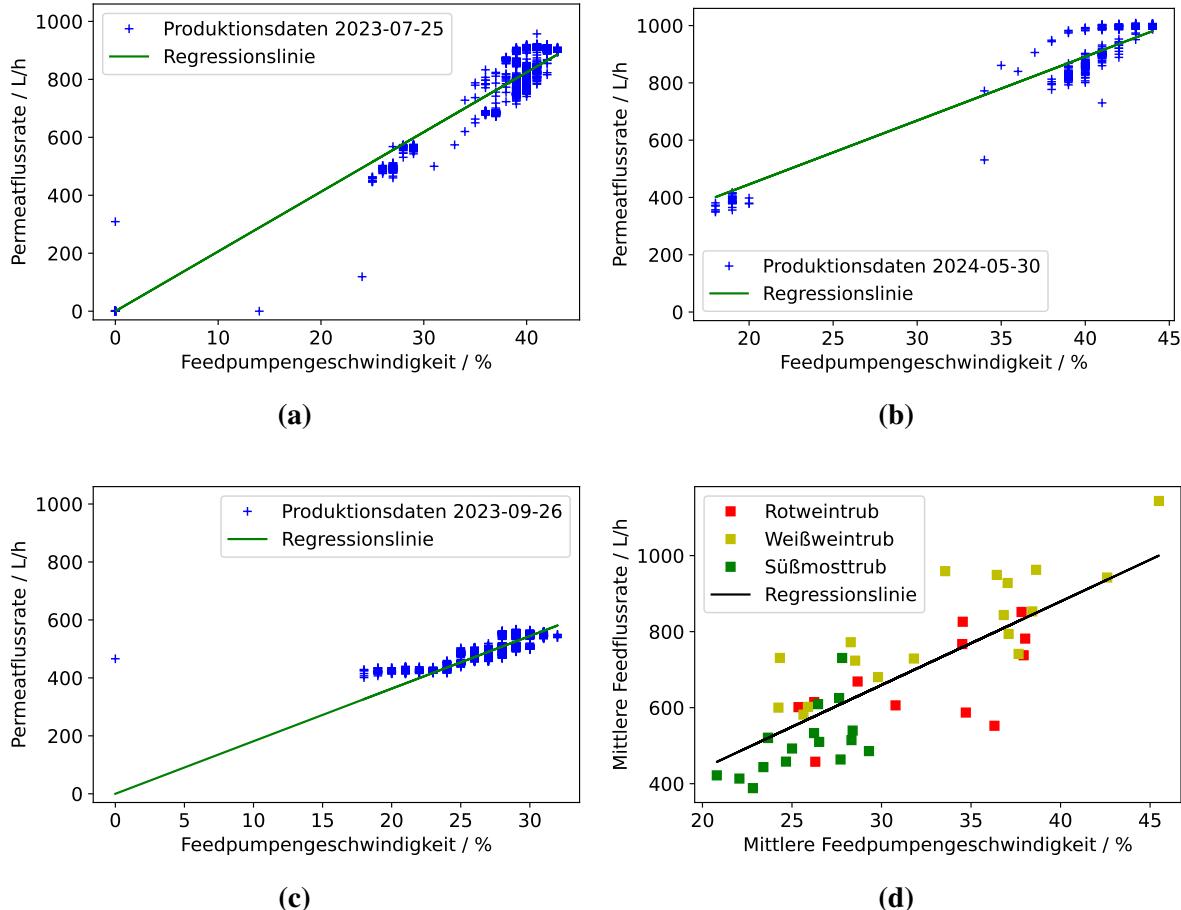
Das Retentatventilmodell bildet als Baustein des hybriden, dynamischen Prozessmodells den Zusammenhang vom Membrandrehmoment, dem Öffnungsgrad des Retentatventils und der Retentatflussrate ab. Im Rahmen des Retentatventilmodells müssen der Feedpumpenkoeffizient, der Ventilquerschnittskoeffizient und die Durchflussgrenze identifiziert werden. Alle drei Modellparameter werden aus historischen Prozessdaten einmalig ermittelt und folglich für alle Prozessläufe feedtypunabhängig verwendet.

Zunächst wird die vereinfachte Korrelation zwischen der Feedpumpendrehzahl und der Feedflussrate hergeleitet. Die Auftragung von der Permeatflussrate über die Feedpumpendrehzahl während der Aufkonztrierungsphase resultiert in einem angenähert linearen Zusammenhang, wie in Abbildung 4.14 für jeweils einen Prozesslauf jedes Feedtyps dargestellt ist. Während der Aufkonztrierungsphase ist das Retentatventil geschlossen, sodass aus einer Fluidmassenbilanz folgt, dass die Permeatflussrate gleich der Feedflussrate ist. Die Auftragung der über die Prozessläufe gemittelte Feedpumpendrehzahl über die gemittelte Feedflussrate folgt für alle Feedtypen demselben linearen Zusammenhang, wie Teilplot (d) der Abbildung 4.14 zeigt. Folglich ergibt sich der feedtypunabhängige Zusammenhang zwischen Feedflussrate und Feedpumpendrehzahl

$$Q_{\text{feed}} = k_{\text{pump}} \cdot v_{\text{pump}} \quad (4.37)$$

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell

wobei  $v_{\text{pump}}$  die Feedpumpendrehzahl in % und  $k_{\text{pump}}$  der Feedpumpenkoeffizient in  $\text{Lh}^{-1} \%^{-1}$  ist. Der Feedpumpenkoeffizient ist aus den Prozessdaten zu  $k_{\text{pump}} = 22,5 \text{ Lh}^{-1} \%^{-1}$  identifiziert. Diese Feedpumpenkorrelation soll als Modellierungsgrundlage dienen, weil angenommen wird, dass die Feedpumpe während der Filtrationsprozesse in einem stabilen Arbeitsbereich fördert und keine wesentlichen Druckunterschiede im Nachlauf der Pumpe auftreten, die Einfluss auf die geförderte Flussrate hätten.



**Abbildung 4.14:** Ermittlung einer vereinfachten Korrelation zwischen Drehgeschwindigkeit und Flussrate der Feedpumpe aus den Produktionsdaten. Die Auftragung der Permeatflussrate über die Feedpumpengeschwindigkeit vor Beginn der Retentataustragsphase ergibt einen linearen Zusammenhang, wie hier beispielhaft für jeweils einen Produktionsbatch des Feedtyps Rotweintrub (a), Weißweintrub (b) und Süßmosttrub (c) gezeigt ist. Aus der Fluidmassenbilanz bei geschlossenem Retentatventil und gemeinsamer Auftragung der Produktionsbatches in (d) folgt die quantifizierte Korrelation.

Als nächstes wird die aus der Aufkonzentrierungsphase des Prozesses gewonnene Feedpumpenkorrelation verwendet, um für die Retentataustragsphase des Prozesses aus den bekannten Messgrößen Feedpumpendrehzahl und Permeatflussrate mittels der Fluidmassenbilanz die

Retentatflussrate über den Prozessverlauf zu berechnen. Da die Retentataustragsphase bei Prozessläufen mit Weißweinrückstand in auswertbarer Länge existiert, wurden für diesen Modellierungsschritt ausschließlich die Daten von Weißweinrückstand berücksichtigt. Es konnte erkannt werden, dass sich die Retentatflussrate linear zum Produkt aus dem Ventilöffnungsgrad und dem TMP verhält. In Abbildung 4.15, Teilplots (a–c), sind für drei beispielhafte, vollständige Prozessläufe diese Ergebnisse dargestellt. Werden nach linearer Regression der Prozessdaten die Ordinatenabschnitte aller Weißweinrückstoffsamples über die Steigung der Regressionsgeraden aufgetragen, liegen alle Ergebnisse innerhalb eines Konfidenzintervalls, wie Teilplot (d) der Abbildung 4.15 zeigt. Der Mittelwert der Ordinatenabschnitte ist negativ, was die Beobachtung einer Durchflussgrenze im Betrieb, d. h. einer unteren Grenze der Ventilöffnung, ab der der Retentataustrag erst beginnt, nun auch quantitativ nachweist.

Zusammengefasst wurden der Ventilquerschnittskoeffizient  $k_{\text{valve}}$  und die Durchflussgrenze  $\sigma_f$  identifiziert zu

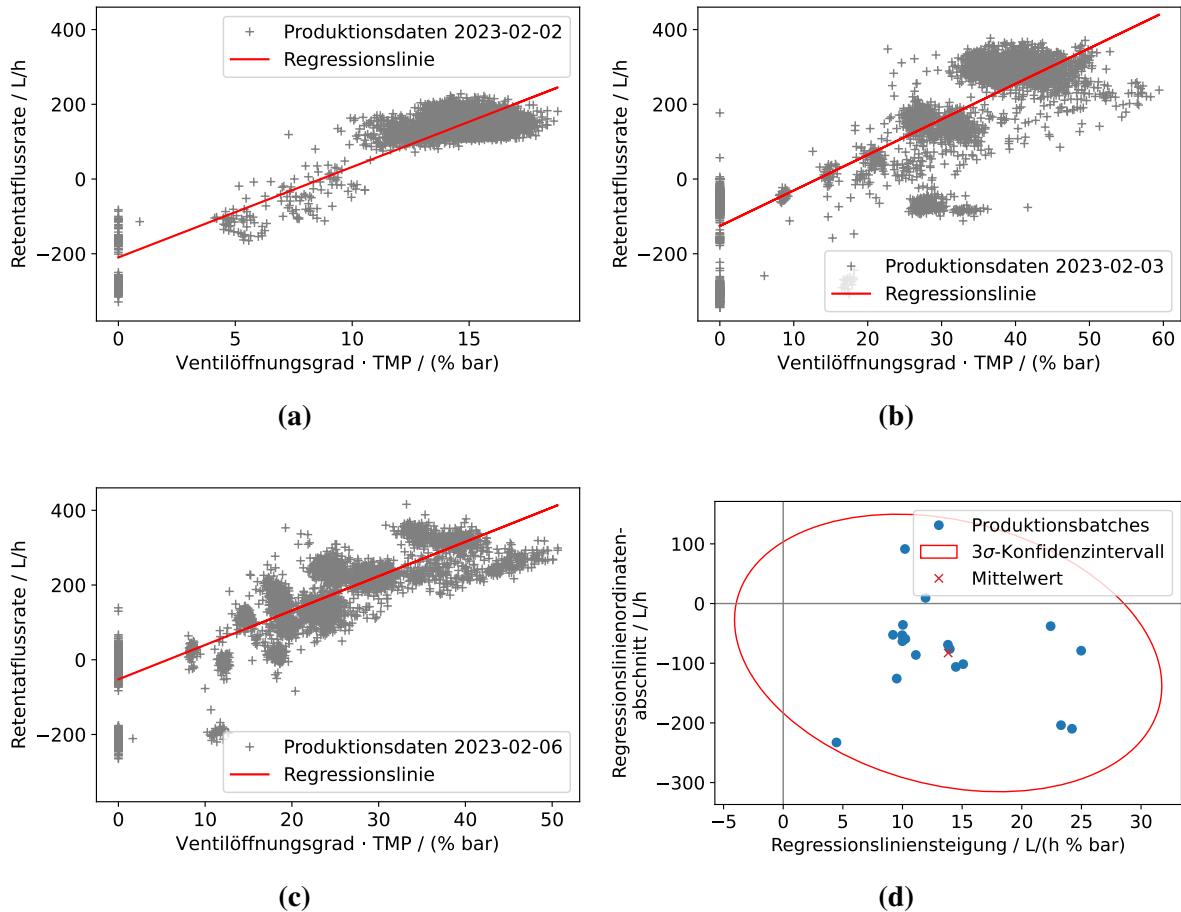
$$\begin{aligned} k_{\text{valve}} &= 14 \text{ L h}^{-1} \%^{-1} \text{ bar}^{-1} \\ \sigma_f &= 6,4 \% \text{ bar} \end{aligned} \quad (4.38)$$

### 4.3.3 Filtrationswiderstände

Die Filtrationswiderstände bilden den Baustein des hybriden, dynamischen Prozessmodells, der den zentralen Zusammenhang zwischen TMP und Permeatflussrate bei der Filtration abbildet. Als Modellparameter sind hier der intrinsische Membranwiderstand und die feedtypspezifischen Filtrationsparameter zu identifizieren.

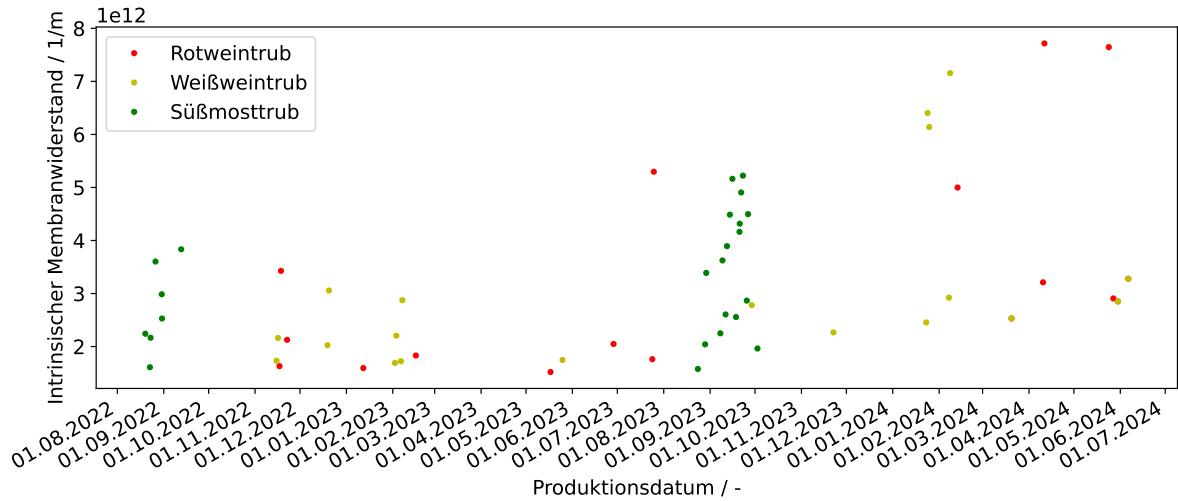
#### Intrinsischer Membranwiderstand

Der intrinsische Membranwiderstand  $R_m$  im Prozessmodell wird für jeden Prozesslauf des DT individuell neu aus den aktuellen Prozessdaten bestimmt. In Abbildung 4.16 sind retrospektiv die Werte des intrinsischen Membranwiderstands jedes Prozesslaufs über das Produktionsdatum aufgetragen. Die Werte des intrinsischen Membranwiderstands variieren zwischen  $1 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-1}$  und  $8 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-1}$ , wobei keine signifikante Feedtypabhängigkeit festzustellen ist. Der Mittelwert des intrinsischen Membranwiderstands liegt für alle Feedtypen bei  $3,2 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-1} \pm 1,6 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-1}$ . Je näher zeitlich aufeinanderfolgend die Produktionsläufe stattfinden, desto höher ist aber der intrinsische Membranwiderstand der folgenden Produktionsläufe. Ist ein zeitlicher Mindestabstand von zwei Wochen zwischen zwei Produktionsläufen gegeben, liegt der intrinsische Membranwiderstand in Folge unterhalb  $4 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-1}$ . Der intrinsische Membranwiderstand eines Produktionslaufs ergibt sich aus dem Wasserflux vor Produktionsbeginn



**Abbildung 4.15:** Kalibrierung des Retentatventilmodells aus den Produktionsdaten. Trägt man die aus der Fluidmassenbilanz errechnete Retentatflussrate über das Produkt von Ventilöffnungsgrad und TMP auf, erhält man eine lineare Korrelation, wie in (a–c) beispielhaft für drei Weißweintrub-Produktionsbatches gezeigt ist. Der Mittelwert der Ordinatenabschnitte der Regressionslinien aller Weißweintrub-Produktionsbatches ist negativ, was auf eine Fließgrenze des Retentats, d. h. einen Mindestventilöffnungsgrad bzw. einen Mindest-TMP für einen Retentataustrag, hinweist.

bzw. dem Erfolg der vorangegangenen Reinigung. Bei im Tagesrhythmus aufeinanderfolgenden Produktionsläufen findet zwischen den Batches nur eine verkürzte Reinigung statt, sodass der intrinsische Membranwiderstand bei dem darauffolgenden Produktionslauf höher ist. In größeren Produktionspausen findet eine umfängliche Reinigung statt, sodass der intrinsische Membranwiderstand bei dem anschließenden Produktionslauf vergleichsweise niedrig ist. Das Ergebnis bestätigt den Sinn der Identifikation des intrinsischen Membranwiderstands individuell für jeden Versuchslauf.



**Abbildung 4.16:** Auswertung des intrinsischen Membranwiderstands. Der intrinsische Membranwiderstand ist feedtypunabhängig und variiert je nach Reinigungserfolg vor dem jeweiligen Produktionslauf. Erfolgt die Filtration mehrerer Batches in kurzer zeitlicher Abfolge hintereinander, wird dazwischen nur eine abgekürzte Reinigung durchgeführt, daher liegt der intrinsische Membranwiderstand für diese Produktionsläufe höher.

### Feedtypspezifische Parameter

Die feedtypspezifischen Parameter legen das Filtrationsverhalten in Bezug auf den dynamischen Deckschichtaufbau und die Porenverblockung der prozessierten Feedtypen fest. Die feedtypspezifischen Parameter sind die charakteristische Deckschichtbeladung  $k_{cake,ref}$ , der Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand  $R_{cake,SS,ref}$ , die charakteristische Porenwiderstandslast  $k_{pore}$ , der Referenzporenwiderstand  $R_{pore,ref}$  und der Kompressibilitätsdruck  $TMP_{compress}$ . In Tabelle 4.2 sind die Werte der feedtypspezifischen Filtrationsparameter zusammengefasst, so wie sie sich zum Ende dieses Promotionsprojektes dargestellt haben und für den zukünftigen Einsatz des DT und des hybriden, dynamischen Prozessmodells zur Verfügung stehen. Die charakteristische Porenwiderstandslast und der Referenzporenwiderstand wurden im Laufe der Entwicklung des

**Tabelle 4.2:** Werte der feedtypspezifisch gewählten Modellparameter der Filtrationswiderstandsgleichungen.

Parameterbezeichnung	Einheit	Wert für Rotweintrub	Wert für Weißweintrub	Wert für Süßmosttrub
Charakteristische Deckschichtbeladung $k_{cake,ref}$	$\text{g h L}^{-1}$	30	120	30
Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand $R_{cake,SS,ref}$	$\text{m}^{-1}$	$9,0 \cdot 10^{12}$	$5,0 \cdot 10^{12}$	$1,4 \cdot 10^{13}$
Charakteristische Porenwiderstandslast $k_{pore,ref}$	$\text{L g}^{-1} \text{m}^{-1}$	$2,8 \cdot 10^{-4}$	$1,0 \cdot 10^{-5}$	$2,8 \cdot 10^{-4}$
Referenzporenwiderstand $R_{pore,ref}$	$\text{m}^{-1}$	$5,00 \cdot 10^{13}$	$2,00 \cdot 10^{13}$	$1,00 \cdot 10^{13}$
Kompressibilitätsdruck $\text{TMP}_{\text{compress}}$	bar	1,6	3,0	2,3

Modells mithilfe von Expertenwissen in ihren finalen Werten festgelegt, während die charakteristische Deckschichtbeladung, der Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand und der Kompressibilitätsdruck mittels des im Kapitel 6 beschriebenen Lernalgorithmus selbstständig über die Produktionsläufe vom DT gelernt wurden. Zusammengefasst spiegeln sich die von den DCF-Betriebsführern beschriebenen, praktischen Unterschiede im Filtrationsverhalten in den Werten der Modellparameter wider, z. B. ist die Porenverblockung beim Feedtyp Rotweintrub am stärksten und beim Feedtyp Weißweintrub am schwächsten ausgeprägt. Die Porenverblockung hängt vermutlich primär von den Protein- und Kolloidbestandteilen im Rohwein ab, diese sind im Rotweintrub und Süßmosttrub frei vorhanden, im Weißweintrub durch die Bentonitzugabe im Mineralkomplex gebunden. Die Deckschichtverblockung erreicht bei der Filtration von Rotweintrub in erster Linie und Süßmosttrub in zweiter Linie die höchsten Gleichgewichtswerte, was auf die Feststoffbestandteile in beiden Feedtypen zurückzuführen ist. Die Kinetik der Deckschichtbildung und die Kompressibilität der Deckschicht sind beim Feedtyp Weißweintrub am niedrigsten, was an einer niedrigen charakteristischen Deckschichtbeladung und einem hohem Kompressibilitätsdruck erkennbar ist, denn dieser Feedtyp enthält das Mineral Bentonit, das wenig membranadhäsiv und nicht kompressibel ist.

## 4.4 Modellvalidierung

Die Modellvalidierung ist der entscheidende Schritt, um vor der Verwendung des Modells im DT die Fähigkeit des Modells, die Prozessdaten erfolgreich abzubilden, nachzuweisen. Für die Validierung des hybriden, dynamischen Prozessmodells wurde ein eigenes Programmskript verwendet, das auf das hybride, dynamische Prozessmodell und die historischen Prozessdaten zugreift. Die Struktur des Programmskripts wird im folgenden Unterabschnitt erklärt, daran anschließend werden die Ergebnisse der Validierung präsentiert und beurteilt.

### 4.4.1 Softwarestruktur

Die Software zur Modellvalidierung ist in vier zentrale Funktionsabschnitte unterteilt, die der Reihe nach durchlaufen werden und in Abbildung 4.17 schematisch dargestellt sind. Die Funktionsabschnitte sind als Methoden in der Programmklasse „Modellvalidierer“ umgesetzt. Der erste Funktionsabschnitt beinhaltet die Vorbereitung des Prozessdatensatzes. Dazu wird das Datenset des zu validierenden Prozesslaufs geladen, Reinigungsschritte vor und nach dem eigentlichen Filtrationsprozess werden gestrichen, der Datensatz wird in Bezug auf Datenpunkte, die Betriebsstörungen markieren, bereinigt und eine Korrektur der Abtastrate durchgeführt. Die Details sind in Abschnitt 3.1.3 beschrieben. Der zweite Funktionsabschnitt umfasst die Initialisierung der Prozessparameter des Modells aus den Prozessdaten. Dazu zählt die Bestimmung des intrinsischen Membranwiderstands, der exakten Prozessdauer, des Feedtyps, des Status der Deckschichtverblockung zu Beginn des Filtrationsprozesses und der Permeatflussrateneinstellwerte. Die Feedkonzentration ist aus den Prozessdaten nicht bestimmbar, deshalb wird für die Validierung auf die oben hergeleiteten Standardwerte zurückgegriffen und die Varianz der Feedkonzentration über die Prozesszeit für die Validierung vernachlässigt. Die Permeatflussrateneinstellwerte sind in den meisten Produktionsläufen während der Prozessdauer verändert und werden für die Validierung realitätsgetreu nachgebildet. Dazu wird die Prozessdatenzeitreihen in Abschnitte mit konstantem Permeatflussrateneinstellwert zerlegt. Die Segmentierung der Prozessdatenzeitreihen nach Änderung der Permeatflussrate wurde mit der *Bottom-up*-Segmentierungsmethode der Python-Bibliothek *ruptures* [91] mit dem Segmentierungsmodell *L2*, einer minimalen Segmentlänge von 30 s und einer Strafsumme von  $\log(n) \cdot \sigma^2$  durchgeführt.

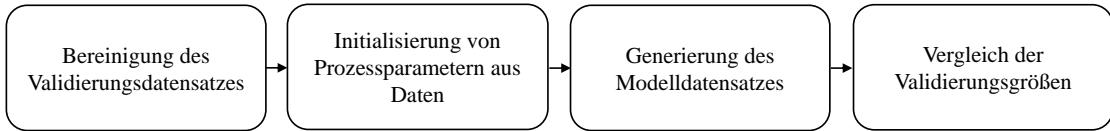
Das Modell wird dann für die jeweiligen Zeitabschnitte aufeinanderfolgend, d. h. unter Übergabe des Prozessstatus von einem zum nächsten Simulationsschritt, simuliert und die Ergebnisse aneinandergefügt. Nachdem der Modelldatensatz generiert ist, findet im vierten Funktionsabschnitt der Software der Vergleich der Validierungsgrößen statt. Zum einen umfasst das eine

## 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell

grafische Ausgabe von Modell- und Realdaten der Prozessgrößen gemeinsam in einem Plot, zum anderen werden die mittleren absoluten Fehler MAE für die Prozessgrößen TMP und Drehmoment berechnet,

$$\text{MAE} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n |x(t_j) - \hat{x}(t_j)| \quad (4.39)$$

wobei  $n$  die Zahl der Zeitschritte ist,  $x$  der Platzhalter für die jeweilige beobachtete Prozessgröße und  $\hat{x}$  der Platzhalter für die via Modellsimulation vorhergesagte Prozessgröße ist.

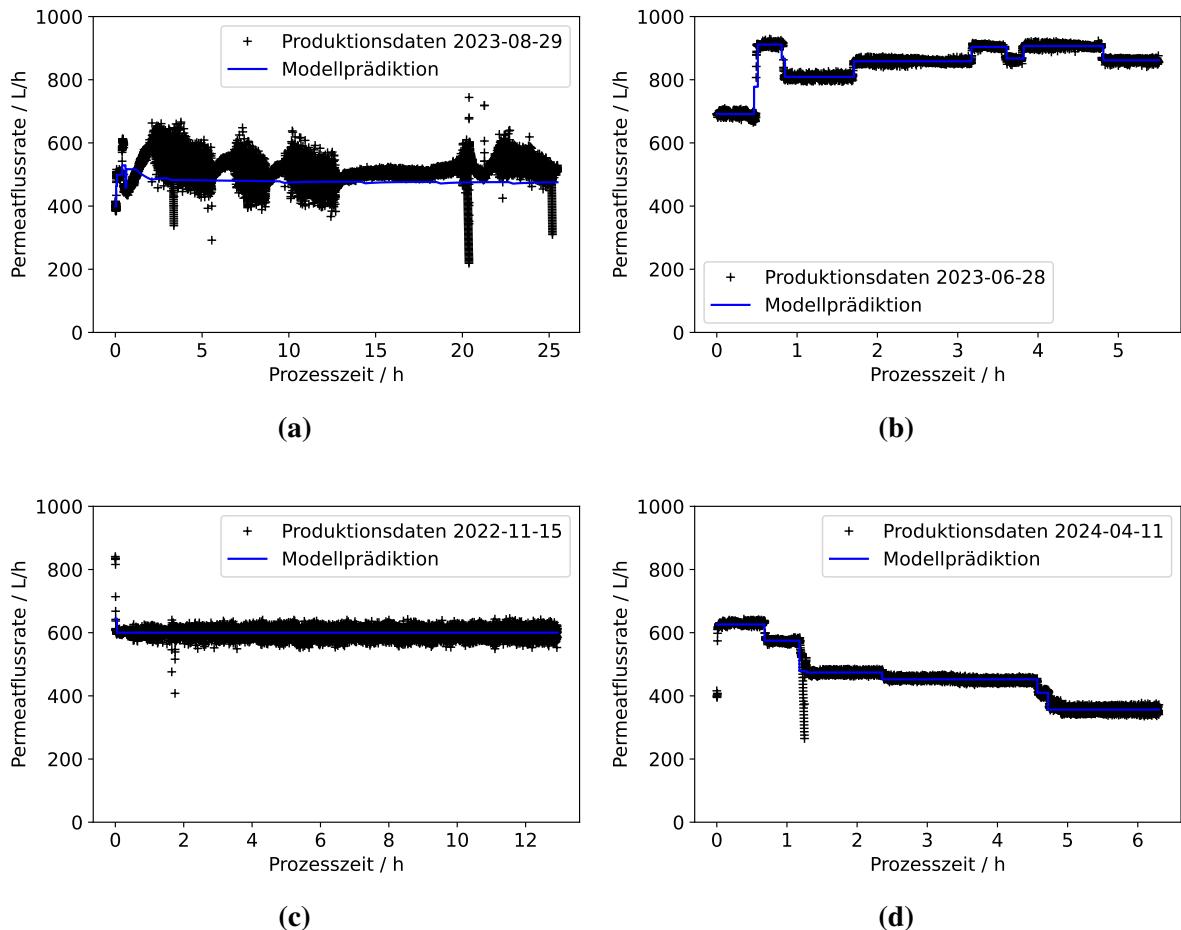


**Abbildung 4.17:** Pipeline zur Validierung des hybriden, dynamischen Prozessmodells. Das in Python umgesetzte Verfahren umfasst die Bereinigung der industriellen Prozessdatensätze, die Initialisierung relevanter Prozessparameter für das Modell aus den Datensätzen, die Simulation des Modells und die Bestimmung der Qualitätsparameter zur Beurteilung der Validierung.

### 4.4.2 Validierungsergebnisse

Zunächst wird die Methode der Permeatflussratendetektion mittels Zeitreihensegmentierung, auf der die Prozessmodellvalidierung aufbaut, selbst validiert. In Abbildung 4.18 sind die mit dem Algorithmus erkannten Permeatflussraten gegen die Prozessdaten von vier repräsentativ ausgewählten Produktionsläufen aufgetragen. Erkennbar ist, dass die Detektion von durch den Anlagenführer herbeigeführten Wechseln der Permeatflussrateneinstellwerte in exzellenter Weise gelingt. Alle, auch geringe, Wechsel werden einwandfrei vom Algorithmus erkannt. Prozessbedingte, schnelle Schwankungen berücksichtigt der Algorithmus in der Erkennung von Änderungspunkten nicht, sodass insgesamt eine verlässliche Datengrundlage für die Initialisierung der Permeatflussraten für die abschnittsweise Modellsimulation besteht.

In Abbildung 4.19 sind die aus den Modellsimulationen resultierenden Verläufe von TMP und Drehmoment den Produktionsdaten derselben vier repräsentativ ausgewählten Produktionsläufe gegenübergestellt. Aus einer visuellen Auswertung geht hervor, dass die TMP- und Drehmomentverläufe zufriedenstellend modelliert werden können. Konstante, ansteigende Phasen und Wechsel im TMP-Verlauf werden abgebildet, die Absolutwerte des TMP teilweise aber um bis



**Abbildung 4.18:** Validierung der Methode der Permeatflussdetektion mittels Zeitreihensegmentierung anhand vierer ausgewählter Produktionsbatches. Der Algorithmus erkennt schnelle Wechsel in der Permeatflussrate fehlerfrei, ist gleichzeitig aber auch robust gegenüber prozessbedingten Schwankungen in den aufgezeichneten Daten.

zu 0,3 bar systematisch vom Modell fehlvorhergesagt. Die Ursache liegt in der Feedkonzentration, die für die Modellvalidierung pro Feedtyp als konstant festgelegt ist, obwohl aus der realen Produktionsumgebung wechselnde Feedkonzentrationen bekannt sind. Bei demselben Feedtyp Weißweintrub kommt es bei der Validierung daher sowohl zu einer Überschätzung (Teilplot e) als auch zu einer Unterschätzung (Teilplot g) des realen TMP. Das Ergebnis empfiehlt deshalb eine individuelle Berechnung der Feedkonzentration für jeden Produktionslauf, auch innerhalb der Kampagnenverarbeitung desselben Feedtyps.

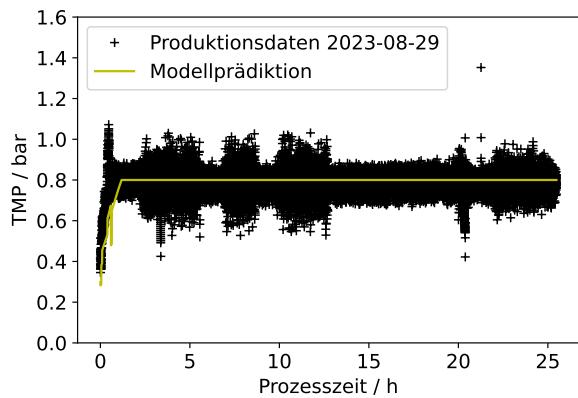
Die modellbasierte Vorhersage der konstanten und exponentiellen Drehmomentverläufe während der Aufkonzentrierungsphase gelingt. Das Hystereseverhalten des Drehmoments während der Retentataustragsphase wird vom Modell abgebildet, die Schwankungsfrequenz des Drehmoments aber nicht exakt wiedergegeben. Da die Prozessentscheidungen des DT in dieser Arbeit auf der Entwicklung des TMP-Verlaufs basieren, ist die simulative Abbildung des Drehmomentverlaufs hinreichend akzeptabel.

Die mittleren absoluten Fehler des TMP und des Drehmoments aller Produktionsläufe sind in Abbildung 4.20 gezeigt. Man sieht, dass beim Feedtyp Süßmosttrub alle TMP-Fehler unter 0,2 bar liegen und damit im Vergleich der Feedtypen am niedrigsten. Die Ursache dafür ist, dass die Produktionsläufe mit Süßmosttrub mit kaum Variation in der Permeatflussrate gefahren wurden, der TMP quasi durchgängig am TMP-Maximum von 0,8 bar ist und dadurch die Modellvorhersage unabhängig von der Feedkonzentration am einfachsten gelingt. Auch der Fehler im Drehmoment beim Feedtyp Süßweintrub liegt mit weniger als 5 % der absoluten Drehmomentwerte niedrig. Bei den Feedtypen Rotweintrub und Weißweintrub liegen die Vorhersagefehler im Schnitt bei etwa 0,4 bar bzw. 20 Nm. Außerdem gibt es einzelne Produktionsläufe, bei denen Vorhersagefehler des Modells von über 0,8 bar bzw. 50 Nm zu verzeichnen sind. Zum einen liegt das an den bereits angesprochenen Variationen der Feedkonzentration, die bei der Validierung nicht berücksichtigt sind, zum anderen kommen in den realen Produktionsläufen immer mal wieder unvorhergesehene, physikalisch nicht abschließend geklärte Ereignisse vor, die sich im TMP- und Drehmomentverlauf darstellen und mit dem vorgeschlagenen Prozessmodell nicht abgebildet werden. Daher wird ausgehend von diesen Ergebnissen im DT eine Modellkorrektur verfolgt, die unvorhersehbare, nicht im Modell abgebildete Phänomene kompensiert.

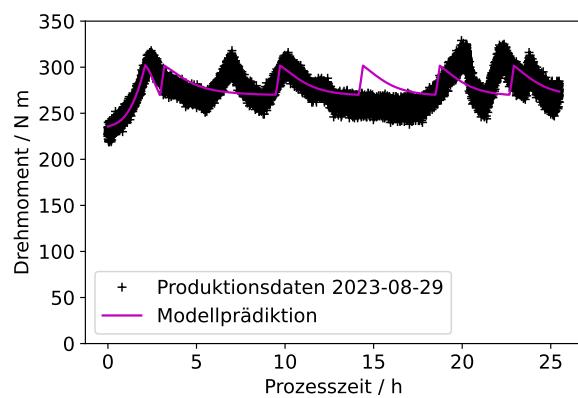
## 4.5 Modellqualität

Zusammengefasst stellt das entwickelte hybride, dynamische Prozessmodell eine rigorose Basis des DT dar, die eine gute dynamische Abbildung der Prozessvariablen TMP und Drehmoment

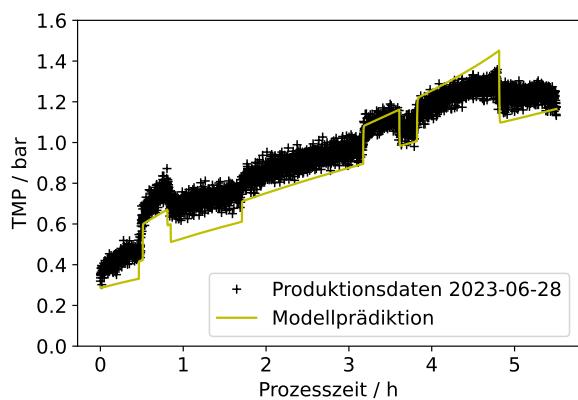
#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell



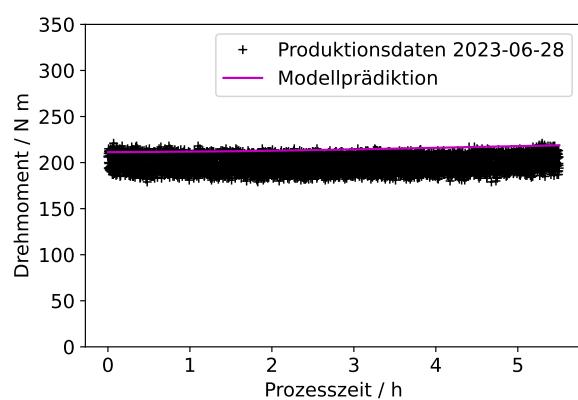
(a). Süßmosttrub



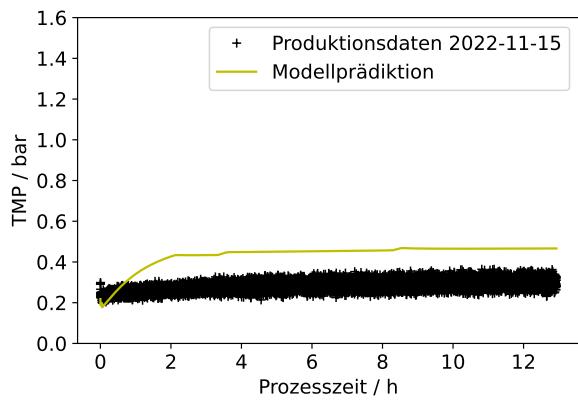
(b). Süßmosttrub



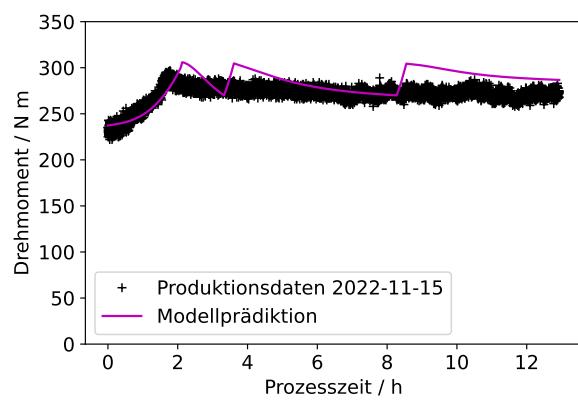
(c). Rotweintrub



(d). Rotweintrub

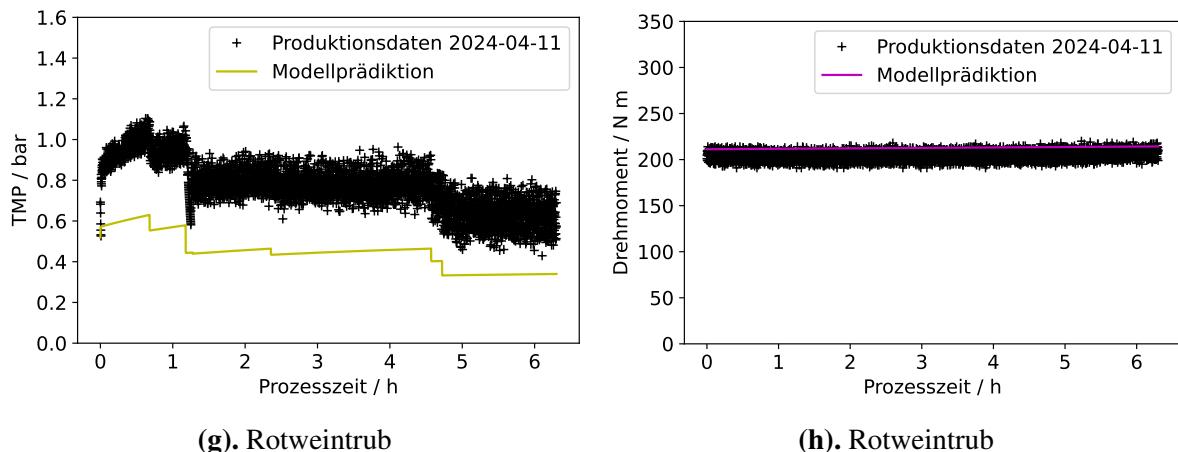


(e). Weißweintrub



(f). Weißweintrub

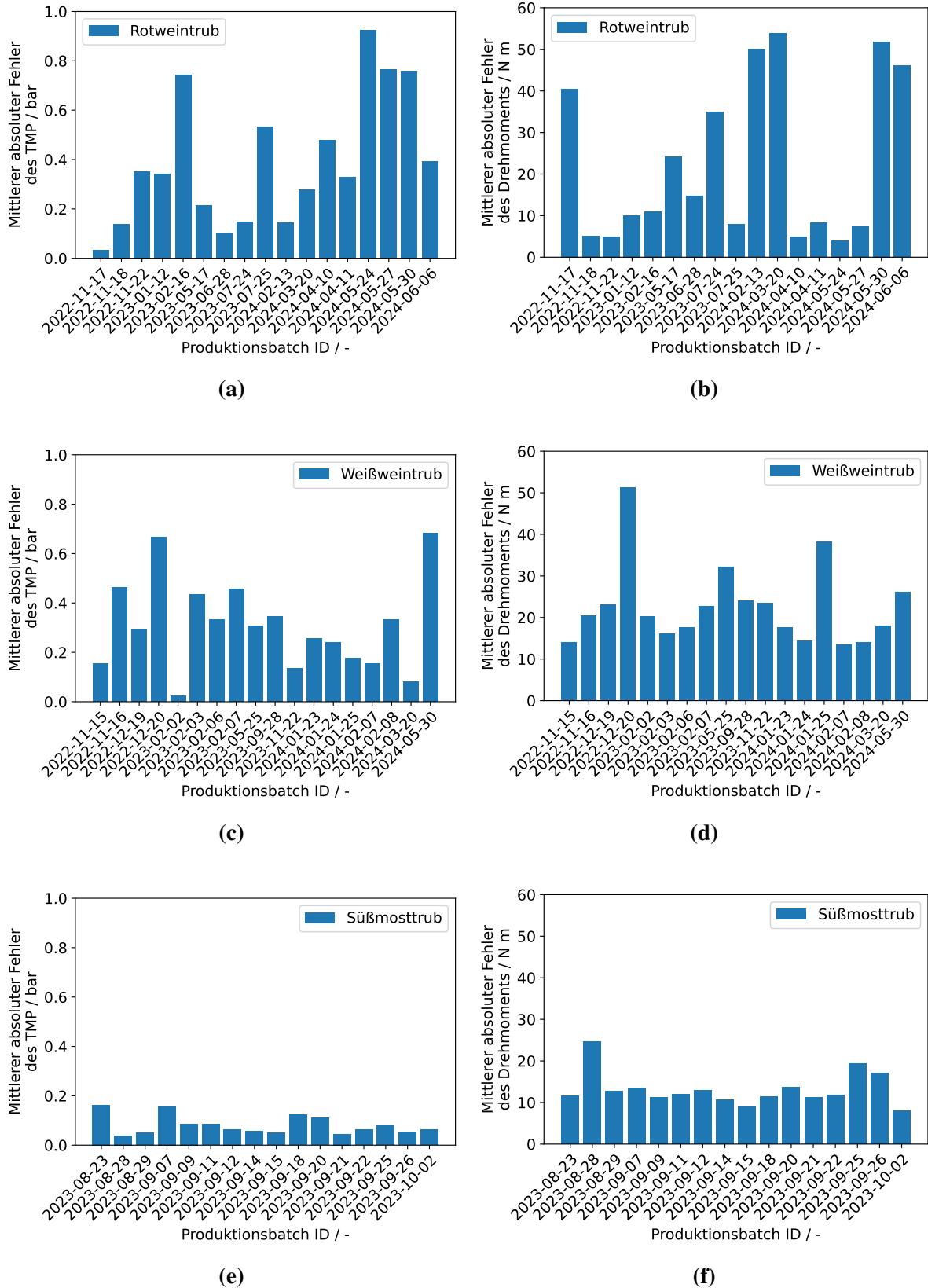
#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell



**Abbildung 4.19:** Validierung der Modellvorhersagen von TMP und Membrandrehmoment der vier ausgewählten Produktionsbatches. Die Vorhersage der Änderungen im TMP-Verlauf sind zufriedenstellend, die teils systematische Über- bzw. Untervorhersage unterstreicht die Bedeutung einer Feedkonzentrationsbestimmung individuell für jeden Produktionsbatch. Die Vorhersage der Membrandrehmoments gelingt zuverlässig, auch wenn die Frequenz der Permeatabfuhr nicht immer exakt abgebildet wird.

ermöglicht. Wechsel in der Permeatflussrate können durch die Möglichkeit des Modellkonzepts, die Simulation zu pausieren, den Status der Modellsimulation im Schlüsselprinzip zu merken und zur Fortsetzung der Simulation zu nutzen, erfolgreich durchgeführt werden. Nötig für die allseits korrekte Vorhersage der Prozessvariablen ist aber das Wissen über die Feedkonzentration zu Beginn und während des Prozesslaufs, die dem Modell als Parameter bekannt gegeben werden muss. Außerdem gibt es Anomalien, die während der realen Produktionsläufe auftreten können und nicht im Modell implementierte physikalische Phänomene, die eine Korrektur des Modells erforderlich machen, können auftreten. Aufgrund der begrenzt verfügbaren Prozessdaten aus den industriellen Produktionsläufen, die zudem wiederum begrenzt in der Variation der Prozessparameter sind, ist das Modell vorrangig aus mechanistischem Wissen und einigen empirisch gewonnenen Korrelationen aufgebaut. Die umfangreichere Erhebung von Prozessdaten mit größerer Variation von Prozesszuständen, z. B. durch Variation des TMP-Maximums, des Drehmomentmaximums oder der Membrandrehzahl, kann ausblickend die Erstellung eines umfänglicheren Prozessmodells mittels der Integration von datengetriebenen Modellbestandteilen möglich machen.

#### 4 Hybrides, dynamisches Prozessmodell



**Abbildung 4.20:** Validierung der Modellvorhersagen von TMP und Membrandrehmoment im Fehlervergleich aller historischen Produktionsbatches. Der Fehler im TMP liegt beim Rot- und Weißweintrub im Mittel bei über 20 % der Prozesswerte, was sich durch die für die Validierung nicht berücksichtigte Variabilität der Feedkonzentration über die Produktionsbatches erklärt. Der Fehler im Membrandrehmoment liegt im Mittel unterhalb 10 % der Prozesswerte.

# 5 Digitaler Zwilling (DT) zur Prozessoptimierung<sup>1</sup>

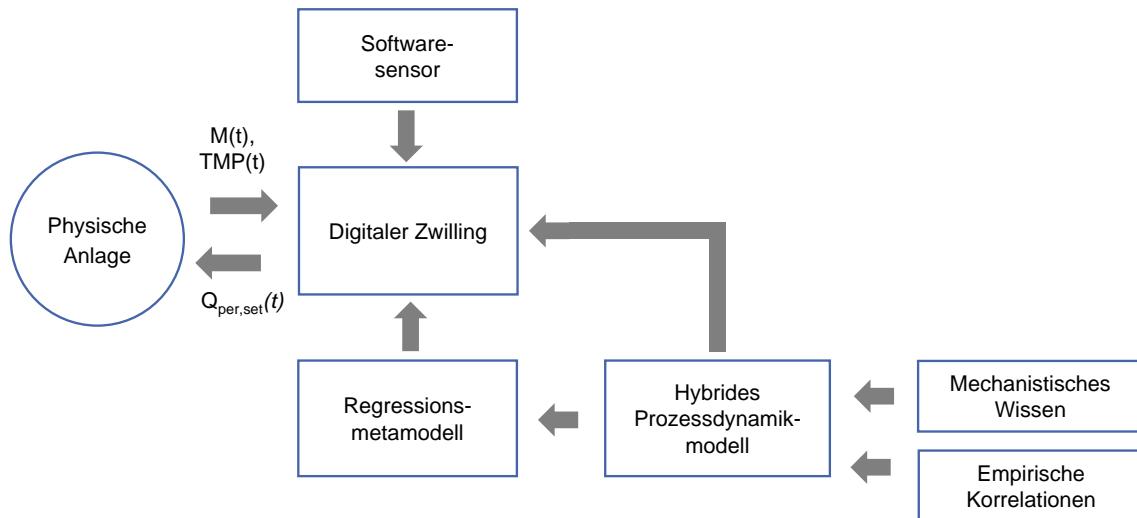
Das Kapitel stellt den DT zur Prozessoptimierung der industriellen DCF vor. Zunächst wird ein Überblick über das Konzept und die Struktur gegeben. Dann wird der Softsensor zur Schätzung der Feedkonzentration vorgestellt, gefolgt von der Erklärung des Regressionsmetamodells, das der Nutzung des hybriden, dynamischen Prozessmodells in Echtzeit während des Einsatzes des DT dient. Dann werden die Ergebnisse des Laufes des DT bei der Süßmosttrubfiltrationskampagne 2023 gezeigt und abschließend die Anwendbarkeit des DT über den Anwendungsfall dieser Arbeit hinaus diskutiert.

## 5.1 Überblick

In Abbildung 5.1 ist die Struktur des DT der DCF gegeben. Der DT kommuniziert bidirektional mit der physikalischen Anlage der DCF, das aktuelle Membrandrehmoment und der aktuelle TMP werden ausgelesen und ein Permeatflussrateneinstellwert wird vom DT an die Anlage übergeben. Die Schätzung der Feedkonzentration zu Beginn und während der Produktionsläufe geschieht mittels eines Softwaresensors, der den DT mit der Information versorgt. Das bekannte Prozessdynamikmodell, das mechanistisches Wissen und empirische Korrelationen zur Simulation des Prozessverhaltens nutzt, geht im Regressionsmetamodell auf, welches vom DT während des Produktionsprozesses regelmäßig zur Vorhersage des Anlagenverhaltens aufgerufen wird.

---

<sup>1</sup>Inhalte dieses Kapitels sind unter folgender Referenz veröffentlicht und wurden für diese Abhandlung angepasst:  
Heusel, M.; Grim, G.; Rauhut, J.; Franzreb, M. Regression Metamodel-Based Digital Twin for an Industrial Dynamic Crossflow Filtration Process. Bioengineering 2024, 11, 212.



**Abbildung 5.1:** Konzeptioneller Überblick über die Struktur des digitalen Zwillinges (DT) der DCF. Der DT vereint den Softwaresensor der Feedkonzentration und das Regressionsmetamodell und nutzt das hybride Prozessdynamikmodell zur Prozesssimulation. Der Informationsaustausch zwischen dem virtuellen Teil des cyberphysischen Produktionssystems (CPPS) und der realen Anlage geschieht bidirektional.

## 5.2 Softwaresensor

Der Softwaresensor dient der Abschätzung der Feedkonzentration laufend während des Produktionsprozesses und ist ein wesentlicher Bestandteil des DT, da die Modellsimulation auf einer validen Konzentrationsangabe basiert. Der Softsensor nutzt die aktuellen Werte des Drehmoments und der Permeatflussrate und berechnet die Feedkonzentration mittels der nach der Feedkonzentration umgeformten Drehmoment-Konzentrations-Korrelation aus Gleichung 4.16 und Gleichung 4.17. Die Ergebnisse der Feedkonzentrationsschätzung mittels des Softwaresensors sind gemeinsam mit den Ergebnissen der Anwendung des DT in Abschnitt 5.5 gezeigt.

## 5.3 Regressionsmetamodell

Das Regressionsmetamodell ist ein Ersatzmodell, das die Nutzung des hybriden, dynamischen Prozessmodells im DT in Echtzeit möglich macht. Im Prinzip handelt es sich um ein datengetriebenes Modell, das mit synthetisch generierten Daten aus dem hybriden, dynamischen Prozessmodell trainiert wird. Somit kann das Regressionsmetamodell zwar innerhalb des

Trainingsbereichs schnelle Vorhersagen machen, dafür ist eine Extrapolation außerhalb des trainierten Parameterbereichs, wie es mit dem zugrundeliegenden mechanistisch-empirischen Prozessmodell gelingt, nicht möglich. Der in dieser Arbeit verwendete Metamodelltyp ist ein polynomisches Modell basierend auf multipler linearer Regression, das auch als RSM bekannt ist.

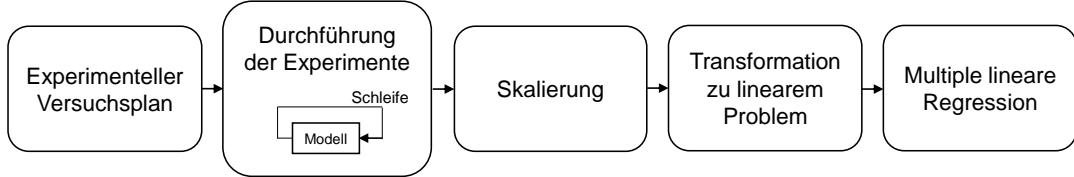
### 5.3.1 Methode

Das Metamodell wird vor Implementierung in den DT in einem eigenen Schritt der Vorbereitung trainiert, d. h. die Struktur der Anpassungsgleichung und die Parameter werden bestimmt. Die Vorgehensweise, die in einem Python-Skript umgesetzt wurde, ist in Abbildung 5.2 dargestellt. Auf Basis vorab definierter Parameterrandwerte und einer definierten Intervallanzahl jedes Parameters wird ein experimenteller Versuchsplan erstellt. Der experimentelle Versuchsplan wird vollfaktoriell erstellt. Die Durchführung der *in silico*-Experimente geschieht durch wiederholte Modellsimulationen mit den jeweils abzuarbeitenden Parameterkombinationen. Für den Einsatz des Regressionsmetamodells bei der Optimierung der Süßmosttrubproduktionskampagne 2023 wurden drei Parameter variiert, die Permeatflussrate, die Feedkonzentration und der Gleichgewichtsdeckschichtwiderstand. Es wurden fünf Level pro Faktor in den Parametergrenzen  $[400 \text{ Lh}^{-1}, 1200 \text{ Lh}^{-1}]$ ,  $[20 \text{ gL}^{-1}, 100 \text{ gL}^{-1}]$  und  $[6 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-1}, 2,2 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-1}]$  berechnet. Die Experimente wurden über 10 h simuliert. Als Simulationsresultat wird die Produktivität für die Metamodellerstellung herangezogen. Nach der Skalierung der Variationsparameter auf das Intervall  $[0, 1]$  wegen der deutlich unterschiedlichen Größenordnungen der Faktoren wird das polynomische Problem zu einem linearen Problem transformiert und die Metamodellparameter werden mittels multipler linearer Regression bestimmt. Die Berechnungen wurden mit dem *preprocessing.PolynomialFeature*- und dem *linear\_model.LinearRegression*-Paket aus der scikit-learn-Bibliothek durchgeführt.

Die resultierende Anpassungsgleichung sieht dann wie folgt aus,

$$P = w_0 + w_1 c_{\text{feed}} + w_2 Q_{t,\text{per},\text{set}} + w_3 R_{\text{cake,SS,ref}} + w_4 c_{\text{feed}}^2 + w_5 c_{\text{feed}} Q_{t,\text{per},\text{set}} \\ + w_6 c_{\text{feed}} R_{\text{cake,SS,ref}} + w_7 Q_{t,\text{per},\text{set}}^2 + w_8 Q_{t,\text{per},\text{set}} R_{\text{cake,SS,ref}} + w_9 R_{\text{cake,SS,ref}}^2 \quad (5.1)$$

wobei  $w_i$ ,  $i \in [0, 9]$ , die Parameter der Reaktionsoberfläche sind, die mit polynomischer Regression bestimmt wurden. Mit dem DT soll die Produktivität optimiert werden, deshalb werden die Extrema der vorhergesagten Produktivität des Metamodells mithilfe der Ableitung ersten Grades nach der Permatflussrate gleich null bestimmt:



**Abbildung 5.2:** Pipeline zur Erstellung des datengetriebenen Metamodells. Das in Python umgesetzte Verfahren beinhaltet die Erstellung des Experimentalplans auf Basis der zu variierenden Prozess- und Modellparameter, die Durchführung der *in silico*-Experimente mittels Aufruf des dynamischen Prozessmodells und die Bildung des Metamodells mittels polynomischer Regression.

$$\frac{dP}{dQ_{t,per,set}} = w_2 + 2w_7 Q_{t,per,set} + w_5 c_{feed} + w_8 R_{cake,SS,ref} \stackrel{!}{=} 0 \quad (5.2)$$

Damit das gefundene Extremum auch wirklich ein Maximum der Produktivität ist, wird die zweite Ableitung überprüft:

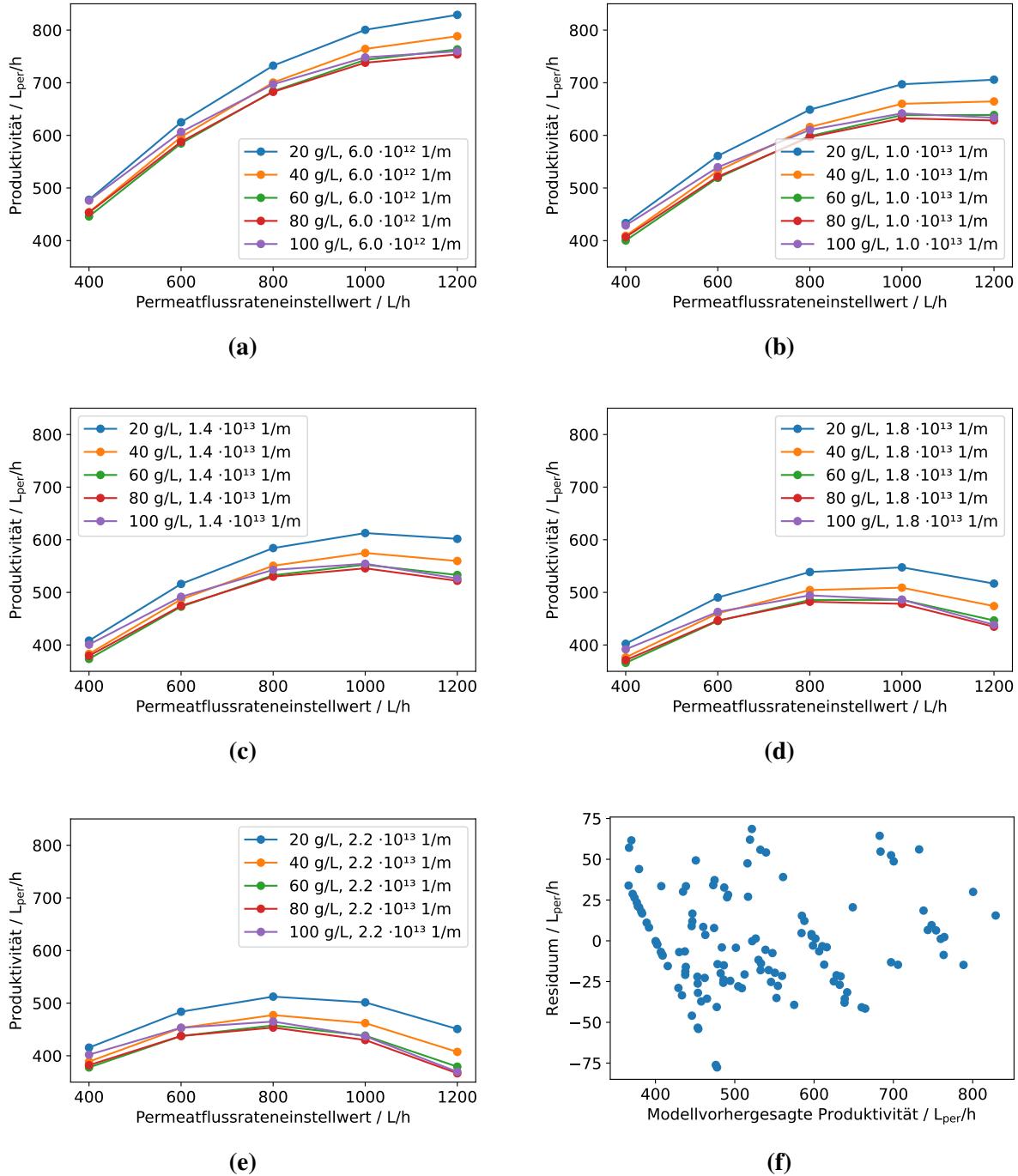
$$\frac{d^2P}{dQ_{t,per,set}^2} = 2w_7 \stackrel{!}{<} 0 \quad (5.3)$$

Mit der Gleichung 5.2 kann nun die Permeatflussrate für die maximale Produktivität im Prozess in Echtzeit berechnet werden. Wenn sich die Feedkonzentration ändert oder das Prozessmodell mittels des Gleichgewichtsdeckschichtwiderstands angepasst werden muss, bedarf das Metamodell keiner Anpassung und kann ohne Retraining weitergenutzt werden. Generell bietet die in dieser Arbeit vorgeschlagene Metamodellierungstechnik auch den Vorteil, dass grundsätzlich beliebig viele Prozessparameter in die Modellerstellung als Variationsparameter einbezogen werden können, d. h. die Metamodellierungstechnik besitzt eine hohe Flexibilität. Außerdem können weitere Modellparameter als Variationsparameter in die Metamodellerstellung mit aufgenommen werden, eine Modellanpassung während des Produktionslaufs ist dann schon mitgedacht und ein Retraining des Metamodells während des Einsatzes im DT entfällt.

### 5.3.2 Ergebnisse

Die Ergebnisse des Metamodelltrainings sind in Abbildung 5.3 dargestellt. Insgesamt wurden 125 Prozesssimulationen durchgeführt. Die Residuen der polynomischen Regression liegen im Wesentlichen unter  $60 \text{ Lh}^{-1}$ , was einer guten Passung zwischen Metamodell und zugrundeliegendem mechanistisch-empirischen Prozessmodell entspricht.

## 5 Digitaler Zwilling (DT) zur Prozessoptimierung



**Abbildung 5.3:** Ergebnisse des Metamodelltrainings. Die Diagramme (a–e) zeigen die Abhängigkeit der Batchproduktivität auf den anfänglich gewählten Permeatflussrateneinstellwert, wobei der Referenzgleichgewichtswiderstand in jedem Diagramm konstant ist und die Feedkonzentration innerhalb der Kurvenscharen variiert. Die Residuen der polynomischen Regression sind in Diagramm (f) dargestellt.

## 5 Digitaler Zwilling (DT) zur Prozessoptimierung

Bei einem Permeatflussrateneinstellwert von  $400 \text{ Lh}^{-1}$  und  $600 \text{ Lh}^{-1}$  und einem Gleichgewichtsdeckschichtwiderstand von  $6 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-1}$  wird der kritische TMP von 0,8 bar während einer 10 h-Prozesssimulation nicht erreicht, deshalb kann der Permeatflussrateneinstellwert während der gesamten simulierten Prozessdauer beibehalten werden und die mittlere Produktivität der Prozesse beträgt, im Rahmen der Genauigkeit des Metamodells,  $400 \text{ Lh}^{-1}$  bzw.  $600 \text{ Lh}^{-1}$ . Ab einem Permeatflussrateneinstellwert von  $800 \text{ Lh}^{-1}$  ist diese 1 : 1-Abhängigkeit zwischen Permeatflussrateneinstellwert und Produktivität selbst bei der kleinsten untersuchten Zulaufkonzentration und dem kleinsten untersuchten Gleichgewichtsdeckschichtwiderstand nicht mehr gegeben, denn der kritische TMP von 0,8 bar wird nun vor Ablauf der simulierten Prozessdauer von 10 h erreicht. Infolgedessen schaltet der Prozess in den druckgesteuerten Betriebsmodus, ab diesem Zeitpunkt sinkt die Permeatflussrate und die mittlere Produktivität des Prozesses liegt am Ende unterhalb des Permeatflussrateneinstellwerts.

In den Grafiken der Abbildung 5.3 ist der Effekt des Zeitpunkts des Umschaltens der Prozesssteuerung vom fluss- in den druckkontrollierten Betriebsmodus innerhalb der simulierten Prozesszeit durch die steigende Abweichung der Kurvenverläufe von einer linearen Korrelation zwischen Produktivität und Permeatflussrateneinstellwert ersichtlich. Steigt der angenommene Gleichgewichtsdeckschichtwiderstand auf  $1 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-1}$  und  $1,4 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-1}$ , verkürzt sich die Prozesszeit bis zum Erreichen des kritischen TMP und dem Wechsel des Betriebsmodus, sodass die mittlere Produktivität im Verhältnis zum Permeatflussrateneinstellwert weiter sinkt. Bei höheren Filtrationswiderständen zeigt außerdem die Kompressibilität der Filterdeckschicht einen nicht vernachlässigbaren, negativen Einfluss auf die Produktivität. In Kombination mit dem Effekt des früheren Umschaltens des Betriebsmodus bei steigendem Gleichgewichtsdeckschichtwiderstand ergibt sich das Ergebnis, dass die Wahl eines (zu) hohen Permeatflussrateneinstellwerts zu einer letztendlich niedrigeren Produktivität des Prozesses führt, als sie mit einem niedrigen Permeatflussrateneinstellwert hätte erreicht werden können. Der Effekt ist durch die Herausbildung eines optimalen Permeatflussrateneinstellwerts für die bestmögliche, maximale Produktivität in den Grafiken mit den Gleichgewichtsdeckschichtwiderständen  $1,4 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-1}$  bis  $2,2 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-1}$  ersichtlich.

Höhere Feststoffkonzentrationen beschleunigen den Anstieg des Filtrationswiderstands über die Prozesszeit, sodass der TMP schneller ansteigt und der Wechsel des Betriebsmodus früher im Prozessverlauf geschieht. Deshalb geht die Produktivität auch bei Erhöhung der Zulaufkonzentration, wenn auch im Vergleich zur Erhöhung von Permeatflussrateneinstellwert oder Gleichgewichtsdeckschichtwiderstand wenig, zurück.

Zusammengefasst zeigen die Ergebnisse des Metamodelltrainings die Bedeutsamkeit der Neuberechnung des Permeatflussrateneinstellwerts während des Filtrationsprozesses in einem DT

bei Änderung der Parameter Zulaufkonzentration oder Gleichgewichtsdeckschichtwiderstand und dass das Optimum des Permeatflussrateneinstellwerts für die maximale Produktivität je nach Parametereinstellung nicht zwangsläufig beim maximalen Permeatflussrateneinstellwert liegt. Die Neuberechnung des Permeatflussrateneinstellwerts praktisch in Echtzeit während des Filtrationsprozesses wäre bei direkter Verwendung des hybriden, dynamischen Prozessmodells nicht möglich, weil mehrere Berechnungsdurchläufe des Modells für das Finden des Optimums notwendig wären, was die Optimierungsschleifen des DT zeitlich übersteigen würde. Demnach ist der Einsatz des Metamodells im DT notwendig.

### 5.4 Algorithmus des DT

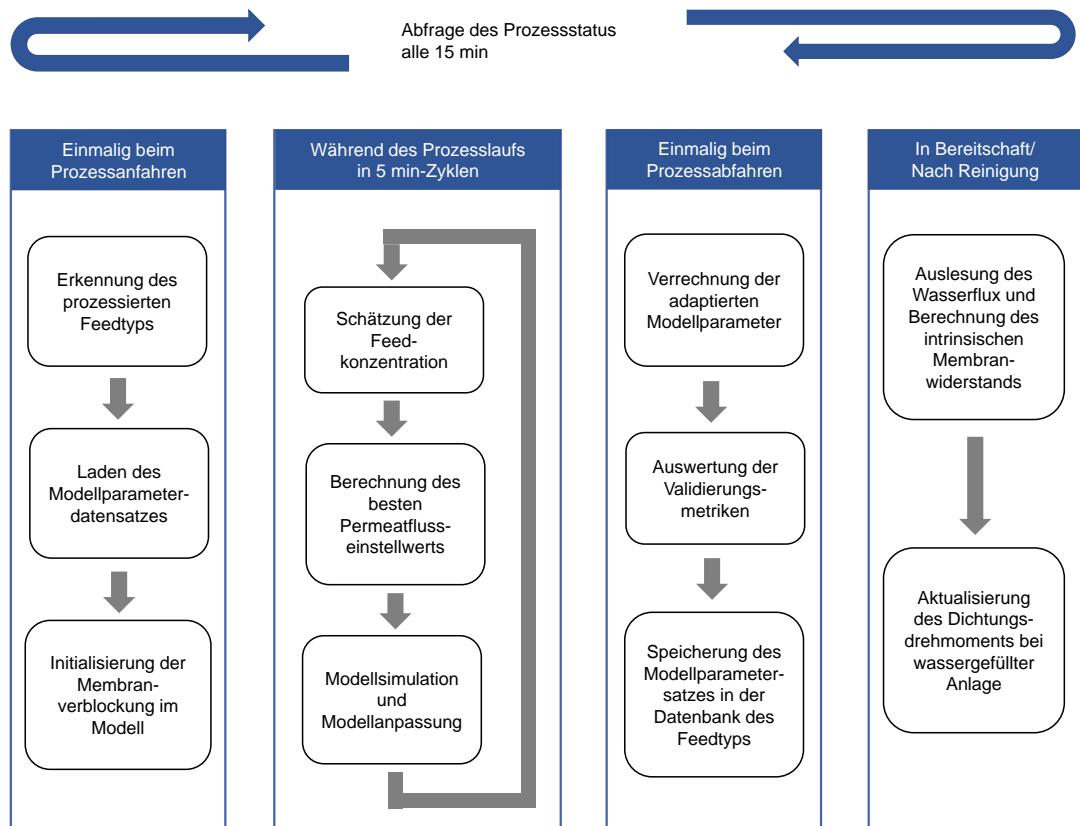
Der folgende Abschnitt stellt den Algorithmus des DT im Detail vor. Anhand eines Ablaufplans werden die Funktionen des DT beschrieben, anschließend wird auf die softwarearchitektonische Umsetzung des DT eingegangen.

#### 5.4.1 Ablaufplan

Der Ablaufplan des DT ist in Abbildung 5.4 gegeben. Im Kern besteht der DT aus einer Programmschleife, die ohne zeitliche Begrenzung zyklisch durchlaufen wird. Anhand der Indexvariable der PLC der physischen Anlage wird in Zeitabständen von 15 min der Prozessstatus abgefragt. Der jeweils abgefragte Prozessstatus wird über einen Abfragezyklus gemerkt, sodass anhand der Änderung des Prozessstatus letztlich vier Prozesszustände identifiziert werden können: das Anfahren des Prozesses, der laufende Filtrationsprozess, das Abfahren des Prozesses und der Bereitschaftszustand der Anlage. Zum Bereitschaftszustand der Anlage zählt dabei auch der Reinigungsprozess und sonstige Zustände der Anlage, die nicht den drei anderen Prozesszuständen zugeordnet werden können. Je nach identifiziertem Prozesszustand wird eine definierte Aufgabenliste vom DT abgearbeitet.

Im Anfahrzustand des Filtrationsprozesses wird einmalig der prozessierte Feedtyp vom DT aus der Produktvariable der PLC übersetzt und gemerkt. Auf Basis des erkannten Feedtyps wird der passende Modellparametersatz des Feedtyps für den weiteren Zugriff geladen. Der DT bietet die Möglichkeit, ohne Experteneingriff für bisher unbekannte Feedtypen neue Modellparametersatzdatenbanken zu erstellen, zu speichern und über durchgeführte Produktionsläufe die Modellparameter inkrementell zu verbessern, mehr dazu in Kapitel 6. Dazu ist nur die Wahl einer anderen Produktvariable für den neuen Feedtyp am HMI durch den Prozessführer notwendig. Da bereits beim Füllen der Anlage eine Vorverblockung der Membranen stattfindet,

## 5 Digitaler Zwilling (DT) zur Prozessoptimierung



**Abbildung 5.4:** Ablaufplan des DT der DCF. Der DT besteht im Kern aus einer Programmschleife, die mit einer Zykluszeit von 15 min permanent den Status des Filtrationsprozesses anhand einer Statusvariable registriert. Je nachdem, welcher aktuelle Prozessstatus identifiziert wurde, wird eine von vier möglichen Aufgabenlisten ausgeführt.

## 5 Digitaler Zwilling (DT) zur Prozessoptimierung

initialisiert der DT außerdem den Status der Membranverblockung im hybriden, dynamischen Prozessmodells anhand des TMP zum Anfahren des Filtrationsprozesses.

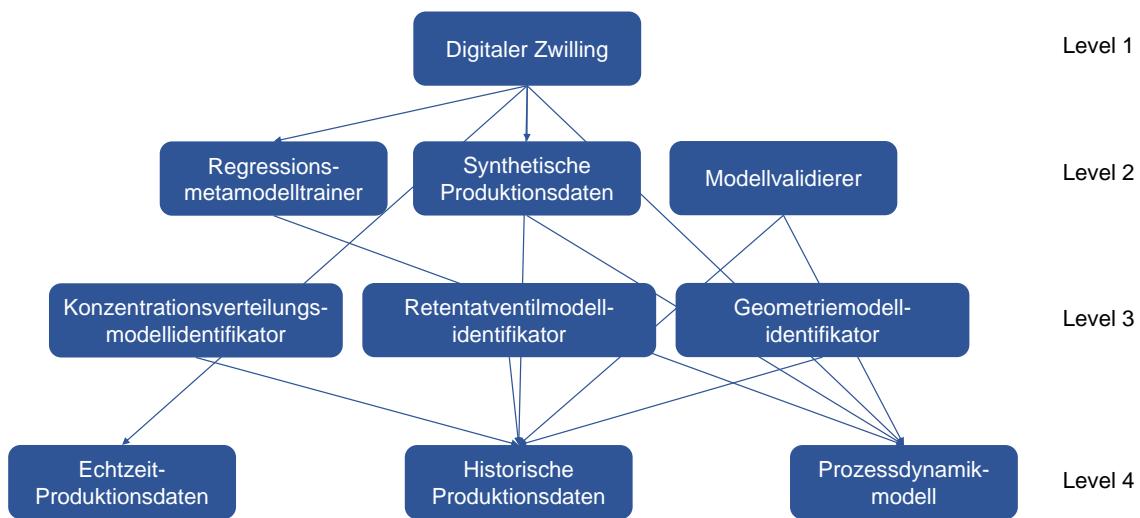
Während des Filtrationsprozesses werden in einem 5 min-Zyklus die Zulaufkonzentration mittels Softwaresensor geschätzt, der optimale Permeatflussrateneinstellwert mittels Metamodell berechnet, dieser an die Anlage übermittelt und eine Simulation des hybriden, dynamischen Prozessmodells für den aktuellen Prozessabschnitt von 5 min mit der aktuellen Permeatflussrate durchgeführt. Die parallel zum realen Filtrationsprozess erfolgende Prozesssimulation dient der fortlaufenden Validierung des Prozessmodells und damit der Permeatflussratenempfehlung. Deshalb wird jeweils die Abweichung zwischen realem und simuliertem TMP berechnet und bei der Überschreitung einer definierten Grenze der zulässigen Abweichung die Anpassung von Modellparametern durchgeführt. Bei den in diesem Kapitel gezeigten Ergebnissen der Süßmosttrubkampagnen wird allein der Gleichgewichtsdeckschichtwiderstand angepasst, sofern eine Abweichung des TMP von größer 0,1 bar vorliegt.

Sobald der DT das Abfahren des Filtrationsprozesses erkennt, werden die adaptierten Modellparameter mit den Datenbankeinträgen des Feedtyps verrechnet, Validierungsmetriken werden berechnet, ausgegeben und die Modellparametersätze werden dauerhaft abgespeichert. Für die Details der Verrechnungen sei auch hier auf das Kapitel 6 verwiesen. Im Bereitschaftszustand der Anlage werden nach erfolgter Reinigung der Wasserfluxwert aus der PLC ausgelesen, der intrinsische Membranwiderstand und das Dichtungsdrehmoment berechnet.

### 5.4.2 Softwaretechnische Umsetzung

Der gesamte DT ist in Python in objektorientierter Programmierweise umgesetzt. Unabhängig ausführbare Bestandteile des DT sind in Klassen thematisch voneinander abgegrenzt. Die Softwarearchitektur der Programmklassen des DT ist in Abbildung 5.5 gezeigt. Die Klassen der höheren hierarchischen Stufen greifen ganz oder teilweise auf die Klassen untergeordneter Stufen zu. Die Klasse des DT steht an der Spitze der Architektur und benötigt während der Ausführung auf der Cloudplattform der Industrieanlage den Zugriff auf die Klasse des Prozessdynamikmodells und die Klasse der Echtzeitproduktionsdaten. Lokal bzw. unabhängig von der Cloudplattform der Industrieanlage lässt sich der DT wahlweise auf Basis historischer Produktionsdaten oder synthetisch mithilfe des Prozessdynamikmodells erzeugter Produktionsdaten ausführen und prüfen. Da eine Scheinzeit bei lokaler Ausführung des DT die reale Zeitskala des Filtrationsprozesses ersetzt, ist eine schnelle und effiziente Prüfung, Wartung und Optimierung des DT möglich. Die anderen Programmklassen der mittleren Hierarchieebenen sind für die Identifikation, die Validierung und das Training der Modelle nötig.

## 5 Digitaler Zwilling (DT) zur Prozessoptimierung



**Abbildung 5.5:** Softwarearchitektonische Umsetzung des DT der DCF. Die dargestellten Blöcke bezeichnen Programmklassen, die die Methoden zur Ausführung der Funktionen des DT enthalten. Eine Klasse greift auf eine oder mehrere untergeordnete Klassen zu (Pfeile). Der DT kann auf Basis der Echtzeit-Produktionsdaten der Industrieanlage, historischen Daten der Industrieanlage im CSV-Format oder synthetischen, mithilfe des Prozessdynamikmodells erzeugten Daten wahlweise ausgeführt werden.

## 5.5 Anwendung bei Süßmosttrubfiltrationskampagnen 2022 und 2023

Die Funktionsweise des DT wird anhand der Ergebnisse aus den Süßmosttrubfiltrationskampagnen 2022 und 2023 präsentiert. Zunächst werden die Parameterverläufe von ausgewählten Produktionsläufen vorgestellt, dann die mittleren Produktivitäten der Produktionsläufe von 2022 und 2023 verglichen. Einen aktiven Einfluss auf die Produktionsläufe hat der DT ab der Produktionskampagne 2023, zu dieser Zeit wurden die Permeatflussratenvorschläge des Algorithmus nach einer Prüfung durch den Anlagenführer teilweise in den realen Produktionsprozess übernommen.

### 5.5.1 Auswertung ausgewählter Einzelversuche

Für drei Produktionsläufe aus den Süßmosttrubfiltrationskampagnen mit verschiedenen Charakteristika in den TMP-Verläufen werden im Folgenden die Ausgaben des DT dargestellt. Zu den Ausgaben des DT zählen der reale und simulierte TMP-Verlauf, das reale und simulierte Drehmoment, die geschätzte Feedkonzentration, der Gleichgewichtsdeckschichtwiderstand und der reale und vorgeschlagene Permeatflussrateneinstellwert. Der zeitliche Abstand zwischen den aufgezeichneten Messpunkten beträgt genau die Optimierungszykluszeit des DT, das sind 5 min.

In Abbildung 5.6 ist die Ausgabe des DT für einen Produktionslauf mit verhältnismäßig niedriger Membranverblockung gezeigt. Die simulierten Verläufe von TMP und Drehmoment zeigen im visuellen Vergleich gute Übereinstimmung mit den realen Verläufen, was die Validität des Prozessmodells und die Funktionalität des Modellanpassungsalgorithmus bestätigt. Die Unterschiede zwischen simuliertem und realem TMP sind kleiner als die Messungenauigkeit. Der TMP zu Prozessbeginn, der Anstieg des TMP innerhalb der ersten 2 h des Prozesslaufs und die anschließende Stabilisierung des TMP wurden vom DT erkannt. Die Höhe des TMP nach den ersten 2 h des Prozesslaufs wurde vom Prozessmodell selbst überschätzt, deshalb musste der Gleichgewichtsdeckschichtwiderstand vom DT um etwa 40 % nach unten korrigiert werden, um die Passung des simulierten TMP weiterhin zu gewährleisten. Die Zulaufkonzentration ist über die Aufkonzentrierungsphase des Prozesses als von  $50 \text{ g L}^{-1}$  ansteigend berechnet, gleichfalls ist das ansteigende Drehmoment in dieser Zeit simuliert. Ausblickend ist eine Überprüfung des Verlaufs der Zulaufkonzentration über die Prozesszeit anhand experimenteller Proben sinnvoll, um den Softwaresensor im Umfang zu validieren. Für den Produktionslauf empfiehlt der DT durchgehend einen Permeatflussrateneinstellwert von  $1000 \text{ L h}^{-1}$ , da das TMP-Maximum

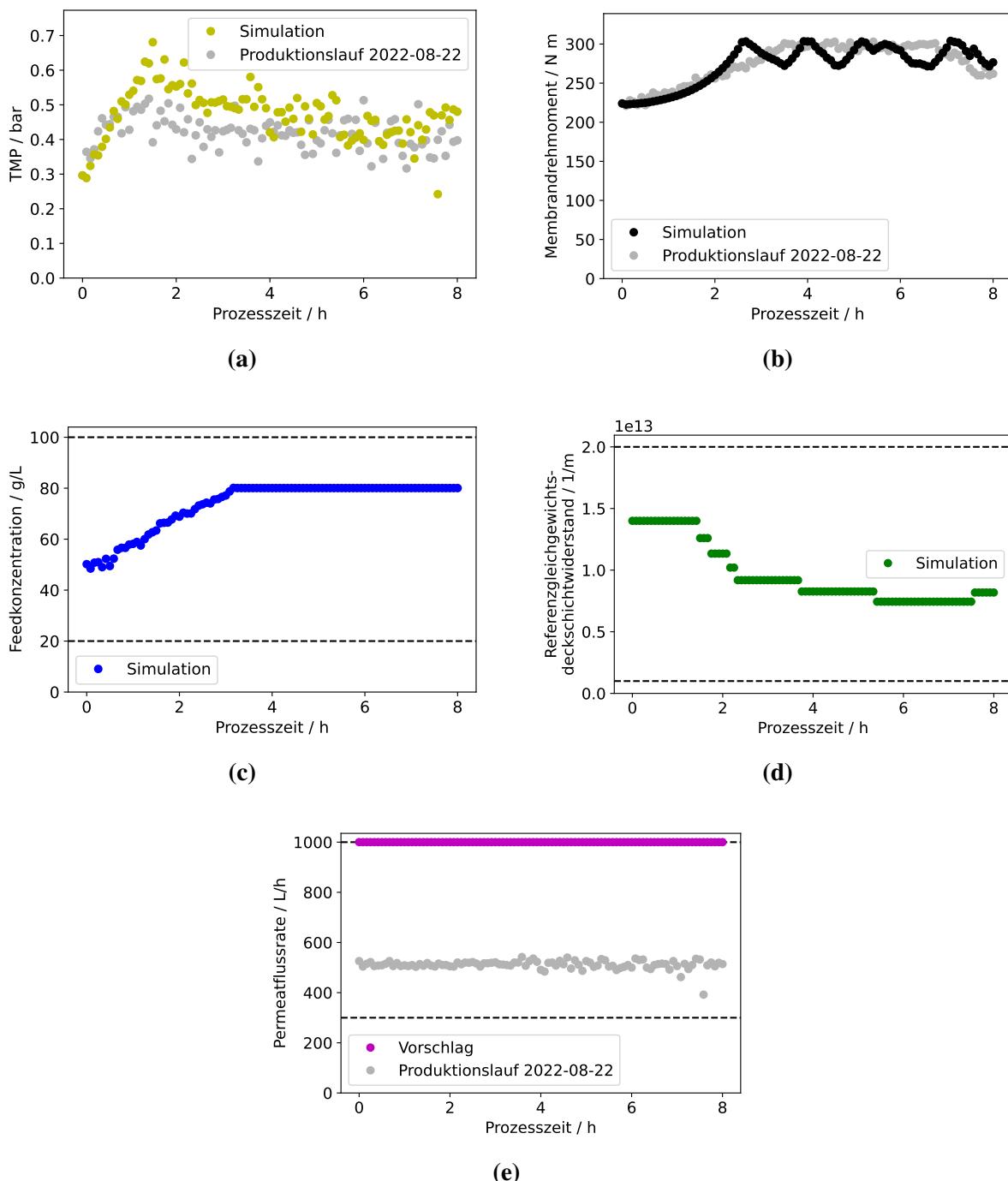
## 5 Digitaler Zwilling (DT) zur Prozessoptimierung

von 0,8 bar nicht erreicht ist und die Simulation für das Fahren des Prozesses bei 0,8 bar keinen derartig hohen Anstieg der Filtrationswiderstände vorhersagt, dass die Permeatflussrate nennenswert abgesenkt würde. Der Retentataustrag während des Prozesses beeinflusst zwar den Permeatertrag negativ, nicht aber die Produktivität.

In Abbildung 5.7 ist die Ausgabe des DT für einen Produktionslauf mit einer durch den Prozessoperator induzierten Diskontinuität in der Permeatflussrate gezeigt. Zum Zeitpunkt der Anhebung des Permeatflussrateneinstellwerts von  $400 \text{ Lh}^{-1}$  auf  $500 \text{ Lh}^{-1}$  4 h nach Beginn des Produktionslaufs erfolgt aufgrund des Darcy-Zusammenhangs zwischen TMP und Permeatflussrate bei der Filtration der unstetige Anstieg des TMP von 0,6 bar auf 0,8 bar. Die Sprungstelle des TMP wird passend durch das Prozessmodell abgebildet, ohne dass es einer Anpassung des Gleichgewichtsdeckschichtwiderstands durch den DT bedarf. Die Änderungen im Gleichgewichtsdeckschichtwiderstand ab dem Beginn und vor der Sprungstelle im Prozessverlauf röhren von dem unerwartet konstanten Verlauf des realen TMP her, das Prozessmodell hat einen niedrigeren Anfangs-TMP von 0,4 bar und einen anschließend kontinuierlichen Anstieg des TMP vorhergesagt. Dieses Verhalten des realen Prozesses innerhalb der ersten 4 h des Produktionslaufs ist deshalb ein Beispiel für ein physikalisch mit dem Prozessmodell nicht erkläbares Phänomen, das die Notwendigkeit der laufenden Modellvalidierung im DT beweist. Nur während des temporären Erreichens der definierten Grenze des Gleichgewichtsdeckschichtwiderstands von  $2 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-1}$  weicht der DT kurzzeitig von seiner Empfehlung der maximalen Permeatflussrate von  $1000 \text{ Lh}^{-1}$  nach unten ab.

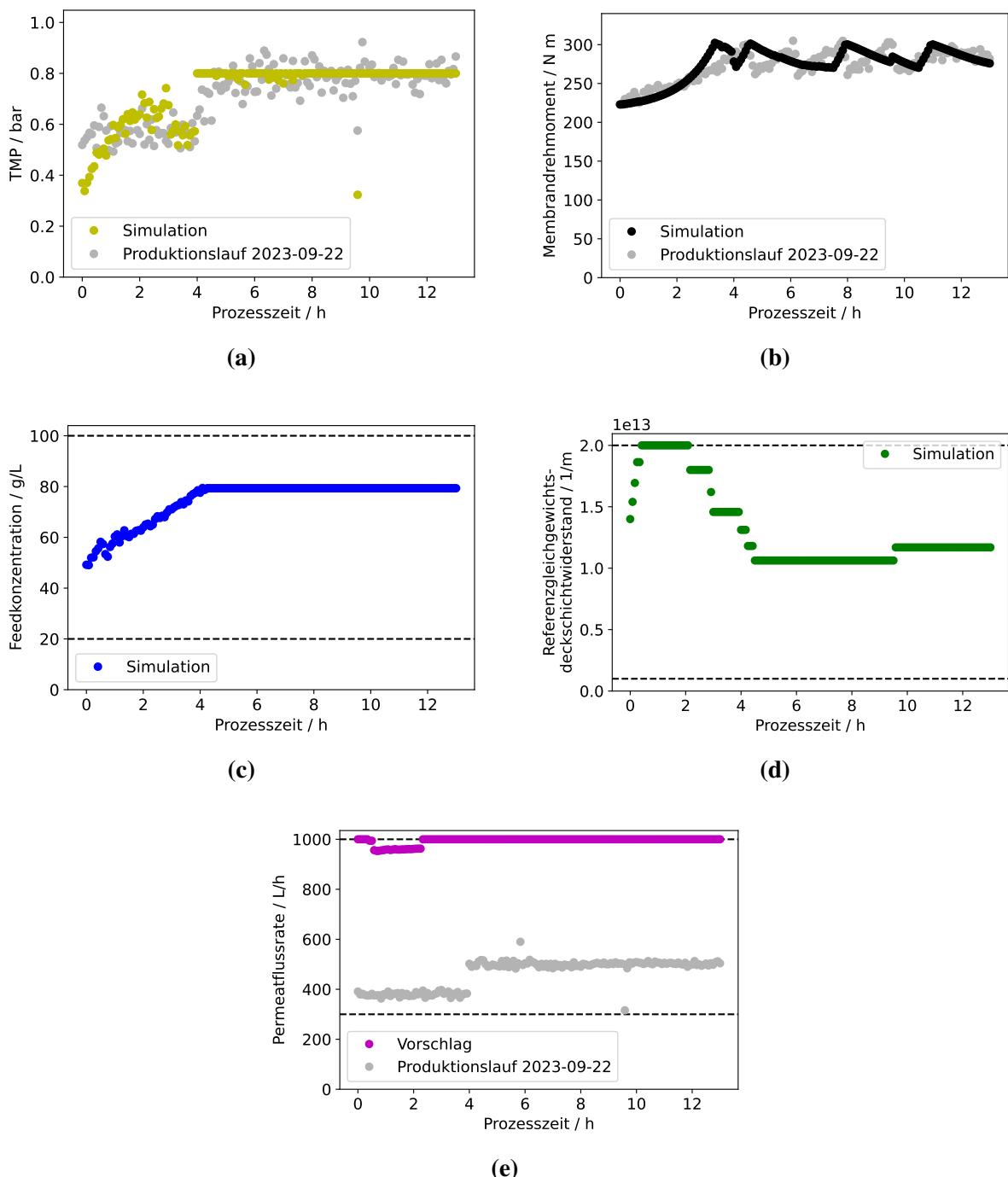
Drittens ist in Abbildung 5.8 die Ausgabe des DT für einen Produktionslauf mit niedrigem Drehmomentanstieg gezeigt. Bei diesem Produktionslauf ist die Zulaufkonzentration nahezu gleichbleibend und wird vom Softwaresensor im DT auf  $75 \text{ gL}^{-1}$  angegeben. Das Drehmoment des realen Prozesses liegt entsprechend gleichbleibend bei  $270 \text{ Nm}$ , was durch das Modell im Verlauf des Produktionslauf mit steigender Genauigkeit und insgesamt mit guter Genauigkeit vorhergesagt wird. Der Prozess wird ab 3 h nach Beginn im druckkontrollierten Betriebsmodus gefahren, d. h. der TMP ist konstant. Letztlich ist deshalb keine Modellanpassung im Prozessverlauf nötig, der Gleichgewichtsdeckschichtwiderstand bleibt im Bereich  $1,2 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-1}$  mit der Ungenauigkeit einer Anpassungsstufe. Der DT schlägt auch für diesen Produktionslauf zur Steigerung der Produktivität die Anhebung des Permeatflussrateneinstellwerts vor und empfiehlt den in den definierten Grenzen maximalen Wert von  $1000 \text{ Lh}^{-1}$ . Deshalb wurden während der Produktionskampagne des Jahrs 2023, wann immer von den Anlagenführern unter Berücksichtigung der Prozess- und Anlagensicherheit möglich, die Permeatflussrateneinstellwerte angehoben.

## 5 Digitaler Zwilling (DT) zur Prozessoptimierung



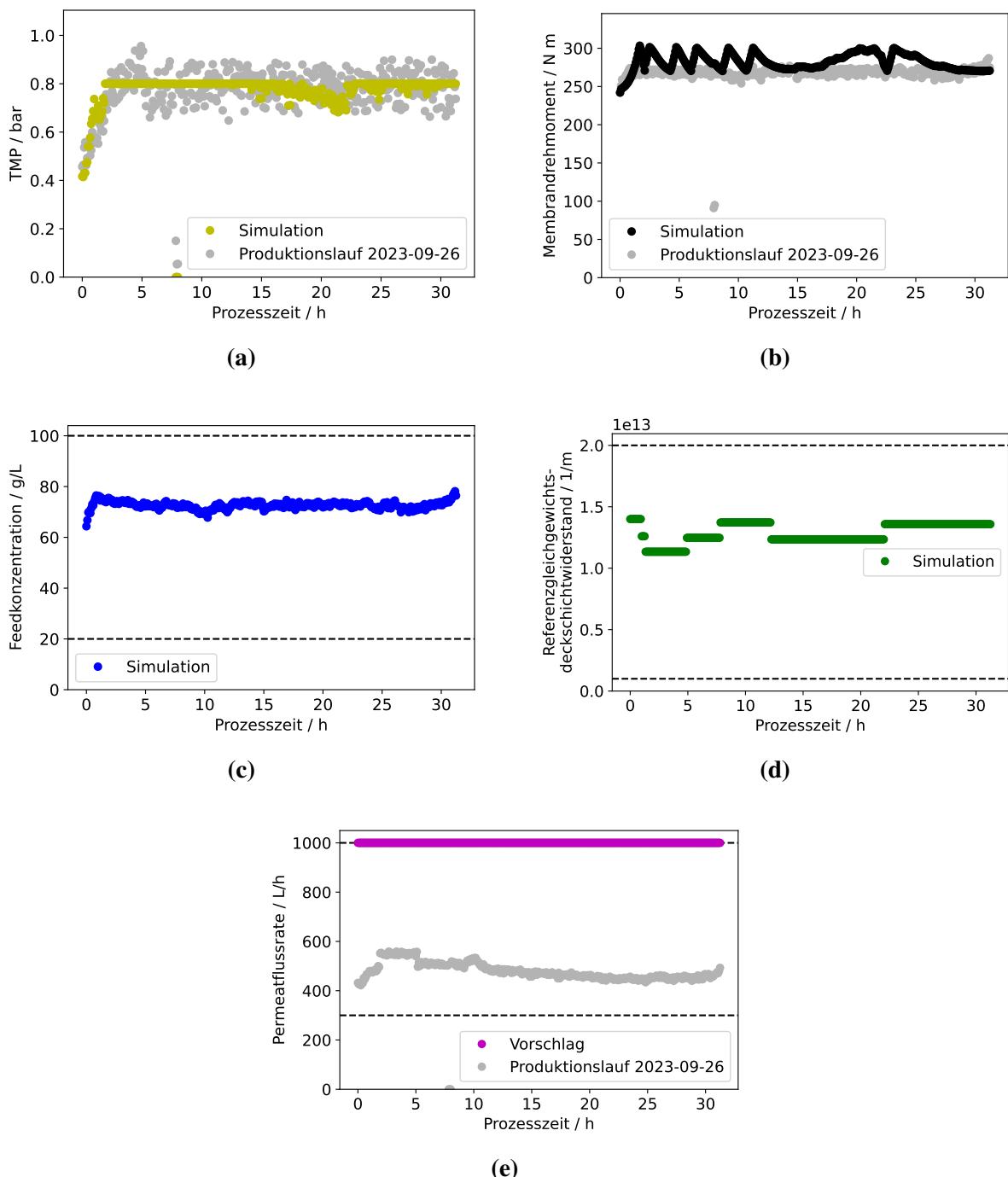
**Abbildung 5.6:** Ausgabe des DT nach einem Süßmosttrub-Produktionslauf mit niedriger Membranverblockung. Der DT hat als Reaktion auf den moderaten TMP-Anstieg den Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand reduziert.

## 5 Digitaler Zwilling (DT) zur Prozessoptimierung



**Abbildung 5.7:** Ausgabe des DT nach einem Süßmosttrub-Produktionslauf mit Permeatflussanhebung während des Prozesses. Die aus der Permeatflussanhebung resultierte Sprungstelle im TMP-Verlauf wurde von DT adäquat abgebildet.

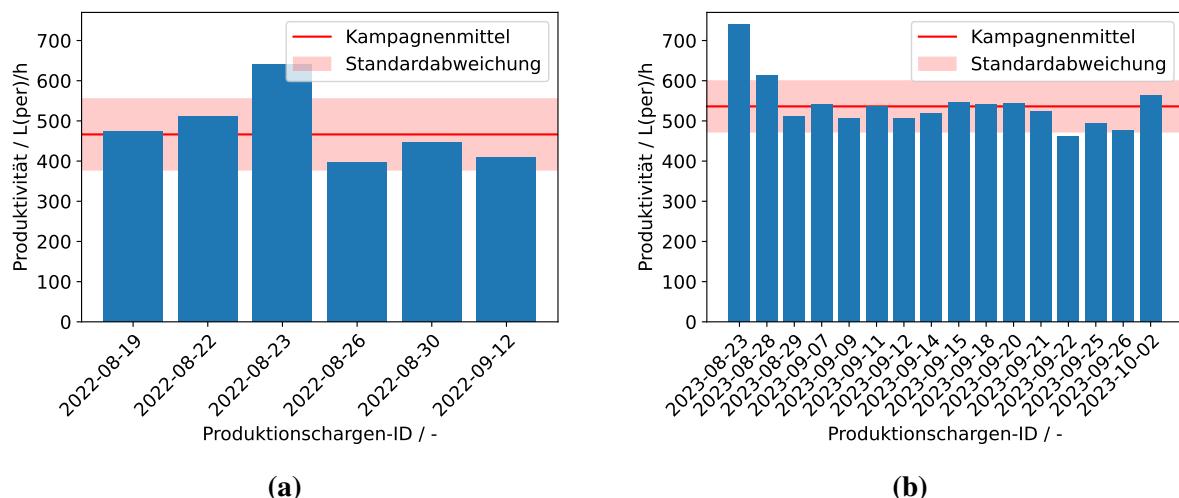
## 5 Digitaler Zwilling (DT) zur Prozessoptimierung



**Abbildung 5.8:** Ausgabe des DT nach einem Süßmostrühr-Produktionslauf mit niedrigem Drehmomentanstieg. Wird die Feedkonzentration beim Prozess konstant gehalten und der Prozess im druckkontrollierten Modus gefahren, bedarf das Modell im DT keiner Anpassung.

### 5.5.2 Auswertung der Produktivität über die Filtrationskampagnen

Nach Abschluss der Filtrationskampagne von Süßmosttrub 2023 wurden die mittleren Produktivitäten der Produktionsläufe ausgewertet und nach Produktionskampagne getrennt aufgetragen. Die Resultate sind in Abbildung 5.9 zu sehen. Die mittlere Produktivität der Kampagne des Jahres 2022 liegt bei  $466 \text{ Lh}^{-1} \pm 88 \text{ Lh}^{-1}$ , im Jahr 2023 liegt sie bei  $536 \text{ Lh}^{-1} \pm 63 \text{ Lh}^{-1}$ . Demnach ist eine Produktivitätssteigerung um 15 % im Jahresvergleich zu verzeichnen. Außerdem konnte eine Verringerung der Schwankungen in der Produktivität zwischen den Versuchsläufen von einem Viertel erreicht werden. Die Produktivitätssteigerung ist signifikant, wie die statistische Untersuchung mittels eines *t*-Tests für ungepaarte Proben beweist ( $p < 0.05$ ). Die Schwankungen der Produktivität zwischen den Versuchsläufen wird den Variationen der Feedbatches von Süßmosttrub zugeschrieben, seien es z. B. Feststoffkonzentration, Partikelkompressibilität oder Verarbeitungstemperatur, die Einfluss auf die für den Anlagenführer maximal einstellbare Permeatflussrate nehmen. Zusammengefasst ist die Steigerung der Produktivität im Jahresvergleich in der konsequenten Fahrweise der Produktionsläufe im druckkontrollierten Betriebsmodus begründet. Die Implementierung des DT hat auf Basis des Prozessmodells gezeigt, dass der Feedtyp Süßmosttrub lediglich einen moderaten Filtrationswiderstand erzeugt, der bei auch höheren Permeatflussrateneinstellwerten keinen nachteiligen Einfluss auf die Produktivität besitzt.



**Abbildung 5.9:** Vergleich der Kampagnenproduktivität von (a) 2022 und (b) 2023. Mit Beginn der Produktionskampagne 2023 wurde der DT aktiviert. Danach ist die mittlere Produktivität um 15 % angestiegen.

## 5.6 Diskussion der allgemeinen Anwendbarkeit des DT

Die Fähigkeit des DT zur Prozessoptimierung hängt maßgeblich von der Genauigkeit des Metamodells ab. Für den gezeigten Anwendungsfall wurden für das Training des Metamodells synthetische Prozessdaten mithilfe des Prozessmodells erzeugt, wobei die Dauer der simulierten Prozesse auf 10 h festgelegt war. Es war geplant, dass auch die industriellen Produktionsläufe auf diese Prozessdauer von 10 h normiert werden, tatsächlich hängt die Dauer der industriellen Produktionsläufe aber vielmehr von der Menge des zum Zeitpunkt verfügbaren Feedvolumens ab, als dass die Produktionsdauer vom Operator festgelegt werden könnte. Ausblickend bietet sich daher an, den Entwurfsraum des Metamodells um die Produktionsdauer als weiteren Faktor zu erweitern, damit auch die Variabilität der Produktionsdauer für die Vorhersage der Permeatflussrate für eine optimale Produktivität berücksichtigt wird.

Der gezeigte Regressionsmetamodellansatz bietet ganz generell die Möglichkeit, beliebige weitere Betriebs-, Modell- oder Geometrieparameter des zugrundeliegenden Prozessmodells in das Metamodell zu integrieren und dafür allein eines Retrainings des Metamodells und keiner Durchführung realer Produktionsläufe zu bedürfen. Beispielsweise könnte die Integration einer Permeatflussratenrampe oder die zusätzliche Auswertung von Permeatertrag, Energiebedarf oder Reinigungsaufwand neue Möglichkeiten der Prozessoptimierung bieten. Gleichzeitig ist die Grenze für die Genauigkeit des erstellten Metamodells bei der Integration weiterer Parameter in das Regressionsverfahren zu beachten. Weiterhin erreicht der Metamodellansatz eine Grenze der Flexibilität der Permeatflussratenempfehlung, wenn es darum geht, die Prozessführung über standardmäßige Wechsel der Permeatflussrate im Prozessverlauf zu optimieren. Der Metamodellansatz empfiehlt, vorausgesetzt konstanter Zulaufkonzentration und korrekter Modellvorhersage, immer einen konstanten Permeatflussratenvorschlag für die gesamte Prozesslaufzeit. Für die Integration der Lernfunktionalität in den DT ist deshalb der Metamodellansatz im folgenden, dritten Ergebniskapitel durch eine flexible, Darcy-basierte Optimierungsstrategie ersetzt.

Die allgemeinen Prinzipien des mechanistisch-empirischen Prozessmodells, d. h. die Deckschichtbildung, die Porenverblockung, der Einfluss der Membranrotation und die Regelungseingriffe der PLC, gelten für alle DCF-Systeme unabhängig von der Größe. Mit Anpassung der anlagenspezifischen Parameter, d. h. des Membrandurchmessers, der Segmentanzahl und des Geometriefaktors, ist eine Skalierung des DT über die DCF-Systeme möglich. Für die Anwendung des DT für andere, neue Feedtypen ist eine Anpassung der feedtypspezifischen Modellparameter nötig. Dazu wird im folgenden, dritten Ergebniskapitel ein selbstlaufender Algorithmus beschrieben, der die Modellparameteridentifikation für neue Feedtypen über mehr

## *5 Digitaler Zwilling (DT) zur Prozessoptimierung*

rere Prozessläufe hinweg ermöglicht. Der Metamodellansatz des DT zur Berechnung eines optimalen Prozesssteuerungsparameters ist durch seine universelle Konzeption auf andere (bio-)chemische Prozesse in Labor und Industrie übertragbar. Der datengetriebene Charakter des Regressionsmetamodells bedingt aber keine Extrapolationsfähigkeit, die Grenzen der Modell- und Prozessparameter müssen demnach vor dem Training des Metamodells festgelegt werden und können anschließend nur durch erneutes Training des Modells verändert werden. Beim Transfer des DT auf andere Prozesse ist außerdem zu beachten, dass immer ein rigoroses und robustes Prozessmodell, das auf mechanistischem Prozesswissen und/oder auf einem ausreichend variablen und umfangreichen Prozessdatensatz aufgebaut ist, als Trainingsbasis für das Metamodell vorhanden sein muss.

# **6 Inkrementeller Lernalgorithmus<sup>1</sup>**

In der Anwendungsphase des DT während der industriellen Produktionsläufe fallen kontinuierlich neue Prozessdaten an, die zunächst nur für die Online-Modellvalidierung und gegebenenfalls für eine im konkreten Prozesslauf wirksame Modellkorrektur verwendet wurden. Die anfallenden Echtzeitdaten beinhalten aber vielfach weitere Informationen, die zur dauerhaften, plastischen Veränderung der Prozessmodelle des DT genutzt und damit zu einer laufenden Verbesserung und autonomen Entwicklung des DT während seines Einsatzes beitragen sollen. Der DT der industriellen DCF wurde daher im Rahmen dieser Arbeit um einen inkrementellen Lernalgorithmus ergänzt, der anhand der Beobachtung des Filtrationsverlaufs systematisch Anpassungen von Modellparametern vornimmt, um das Prozessmodell an neue, bisher unbekannte Feedströme anzupassen.

In diesem Kapitel wird zuerst das Konzept des inkrementellen Lernalgorithmus erklärt, der Lernprozess wird dann anhand mithilfe des Prozessmodells erzeugter synthetischer Prozessdaten bewertet und abschließend auf die realen Produktionsdaten der drei Feedtypen aus der Weinproduktion angewendet.

## **6.1 Konzept des inkrementellen Lernens**

Das methodische Konzept des inkrementellen Lernverfahrens dieser Arbeit beinhaltet die Aufwertung des Optimierungsalgorithmus im DT, die Erweiterung der Modelladaption innerhalb eines Produktionslaufs auf drei Modellparameter, die Einführung einer Parameterdatenbankhierarchie und eine Validierungsstrategie für den Lernerfolg.

### **6.1.1 Optimierungsalgorithmus aus Darcy**

Anstatt der Optimierungsgleichung aus dem Metamodellansatz wird für die inkrementell lernende Version des DT ein auf der Darcy-Gleichung basierender Optimierungsalgorithmus

---

<sup>1</sup>Inhalte dieses Kapitels sind zur Veröffentlichung als Artikel bei einem Wissenschaftsverlag eingereicht und wurden für diese Abhandlung angepasst.

## 6 Inkrementeller Lernalgorithmus

verwendet. Die Gründe für die Weiterentwicklung sind die Vermeidung von einer erhöhten Ungenauigkeit des Metamodells bei der Hinzunahme zwei weiterer, variabler Modellparameter in den Trainingsprozess des Metamodells sowie die mit dem Darcy-Optimierungsalgorithmus mögliche zeitvariable Permeatflussratenempfehlung bei TMP-Änderungen während des Produktionsprozesses.

Für den Optimierungsalgorithmus wurde durch Umformung von Gleichung 4.8 die Darcy-Funktion  $D(\text{TMP}, Q_{t,\text{per}})$  definiert,

$$D(\text{TMP}, Q_{t,\text{per}}) = \text{TMP} - \frac{\eta \cdot Q_{t,\text{per}} \cdot R_{\text{tot}}}{A_{\text{segm}}} = 0 \quad (6.1)$$

und in diese Darcy-Funktion wurden die Gleichung 4.1, die Gleichung 4.4 und die Gleichung 4.7 eingesetzt, sodass letztlich eine Abhängigkeit von TMP und  $Q_{t,\text{per}}$  für ein gegebenes  $k_{c,i}$  besteht. Der Porenwiderstand wurde vernachlässigt, d. h. es gilt  $R_{\text{pore}} = 0$ . Die Formulierung des Optimierungsproblems im ersten Schritt lautet dann

$$Q_{t,\text{per}}(\text{TMP}) = \arg \min_{Q_{t,\text{per}} \in \mathbb{R}} |D(\text{TMP}, Q_{t,\text{per}})| \quad \text{s. t. } \text{TMP} \in [0,3 \text{ bar}, 1,6 \text{ bar}] \quad (6.2)$$

wobei der Betrag der Darcy-Funktion die Zielfunktion,  $Q_{t,\text{per}}$  das Entscheidungskriterium ist und die Nebenbedingungsvariable TMP wie angegeben beschränkt ist. Während jedes Optimierungszyklus des DT wird diese implizite Gleichung mithilfe der *minimize\_scalar*-Funktion aus der *scipy.optimize*-Bibliothek in Python für die aktuell gültigen Modellparameter, die aktuelle Zulaufkonzentration und den aktuellen Deckschichtverblockungsstatus gelöst.

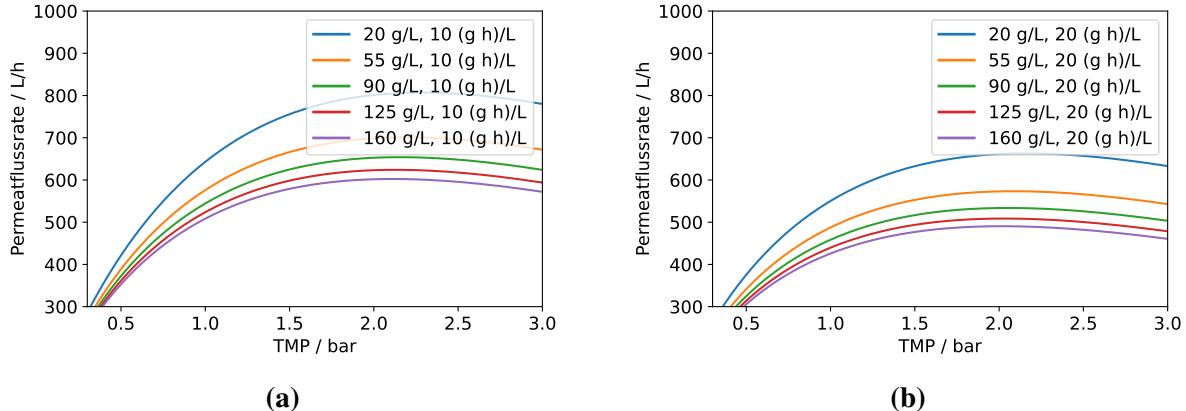
In Abbildung 6.1 sind die Lösungen des Darcy-Optimierungsproblems in zwei Diagrammen dargestellt, wobei die Zulaufkonzentration der Scharparameter in den Diagrammen ist und der Verblockungszustand ( $k_{c,i}$ -Wert) zwischen den Diagrammen variiert. Für die Generierung dieser Ergebnisse wurden die Standardmodellparameter und die Standardkonzentration für den Feedtyp Rotweintrub verwendet. Wie aus den Ergebnissen des Metamodelltrainings bekannt, gibt es ein Maximum bzw. Optimum der Permeatflussrate, das aus der kompressiblen Eigenschaft des Filtrationsfluids, wegen der bei hohen TMPs die Permeatflussrate sinkt, folgt. Die optimale Permeatflussrate liegt beispielsweise für eine Zulaufkonzentration von  $20 \text{ g L}^{-1}$  und einer Größe der Verblockungsstatusvariable von  $20 \text{ g h L}^{-1}$  für Rotweintrub bei  $800 \text{ L h}^{-1}$ , was zu einem TMP zwischen 1,5 bar und 2,5 bar führt. Eine höhere Zulaufkonzentration führt wie auch eine höhere Deckschichtverblockung zu einer niedrigeren optimalen Permeatflussrate.

## 6 Inkrementeller Lernalgorithmus

Mittels der Lösung des folgenden Optimierungsproblems kann im zweiten Schritt die einzustellende Permeatflussrate für die maximale Produktivität zur Übergabe an die physische Anlage berechnet werden,

$$Q_{t,\text{per,set}} = \max_{\text{TMP}} Q_{t,\text{per}}(\text{TMP}) \quad \text{s. t.} \quad \text{TMP} \in [0,3 \text{ bar}, 1,6 \text{ bar}] \quad (6.3)$$

worin das Ergebnis des Optimierungsproblems aus Gleichung 6.2 hier die Zielfunktion darstellt und der TMP das Entscheidungskriterium innerhalb der gesetzten Grenzen ist.



**Abbildung 6.1:** Lösungen der impliziten Optimierungsgleichung nach der unbekannten Permeatflussrate und dem TMP für fünf Feedkonzentrationen und zwei Verblockungszustände ( $k_{c,i}$ -Werte). Die Gleichung lässt sich für einen TMP, für den die Permeatflussrate maximal wird, lösen.

### 6.1.2 Drei-Parameter-Adaption

Aus der Liste der feedtypspezifischen Modellparameter des hybriden, dynamischen Prozessmodells wurden zu dem Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand  $R_{\text{cake,SS,ref}}$  die charakteristische Deckschichtbeladung  $k_{\text{cake,ref}}$  und der Kompressibilitätsdruck  $\text{TMP}_{\text{compress}}$  für die Verwendung in der Modelladaption ausgewählt. Der Satz der während eines Produktionslaufs sich ändernden Modellparametern  $Z^*$  formuliert sich also zu

$$Z^* = \{k_{\text{cake}}, R_{\text{cake,SS,ref}}, \text{TMP}_{\text{compress}}\} \quad (6.4)$$

Während des Produktionslaufs prüft der DT in jedem Optimierungszyklus die Abweichung zwischen simuliertem und realem TMP. Eine Modellanpassung geschieht nun, wenn die relative TMP-Differenz größer 2 % liegt,

**Tabelle 6.1:** Übersicht über die angepassten Modellparameter nach Filtrationsphase.

Adoptions- level	Filtrationsphase	Bereich der Lauf- variable $k_{c,i}$	Adoptionspara- meter $Z^*_{\text{batch}}$	Korrekturfaktor $q$
1	Deckschichtaufbau	$k_{c,i} < 2,5 k_{\text{cake}}$	$k_{\text{cake}}$	+10 %
2	Deckschicht- konsolidierung	$2,5 k_{\text{cake}} < k_{c,i} <$ $5 k_{\text{cake}}$	$R_{\text{cake,SS,ref}}$	-10 %
3	Deckschicht- kompaktierung	$k_{c,i} > 5 k_{\text{cake}}$	$\text{TMP}_{\text{compress}}$	+5 %

$$\Delta \text{TMP}_{\text{crit}} = \text{TMP}_{\text{sim}} - \text{TMP}_{\text{real}} < 2 \% \cdot \text{TMP}_{\text{real}} \quad (6.5)$$

Die Modellanpassung geschieht abhängig von der Filtrationsphase in drei Schritten, wobei jeweils nur einer der drei Modellparameter verändert wird. Die Filtrationsphasen unterteilen die typischen Veränderungen der Deckschicht während eines DCF-Prozesses anhand der Größe der modellinternen Variable  $k_{c,i}$ . Die Richtung der Änderung der Modellparameter ist so gewählt, dass die Abweichung zwischen dem simulierten TMP und dem realen TMP durch die Anpassung des Modellparameters geringer wird. Die Filtrationsphasen und die jeweiligen Parameteranpassungen sind in Tabelle 6.1 zusammengefasst. Insgesamt kann die Modellanpassung innerhalb eines Produktionslaufs dann folgendermaßen formuliert werden:

$$Z^*_{\text{batch}}(t_{j+1}) = \begin{cases} Z^*_{\text{batch}}(t_j) \cdot (1 + q(Z^*)) & \text{TMP}_{\text{sim}} > \text{TMP}_{\text{real}} \\ Z^*_{\text{batch}}(t_j) \cdot (1 - q(Z^*)) & \text{TMP}_{\text{sim}} < \text{TMP}_{\text{real}} \end{cases} \quad (6.6)$$

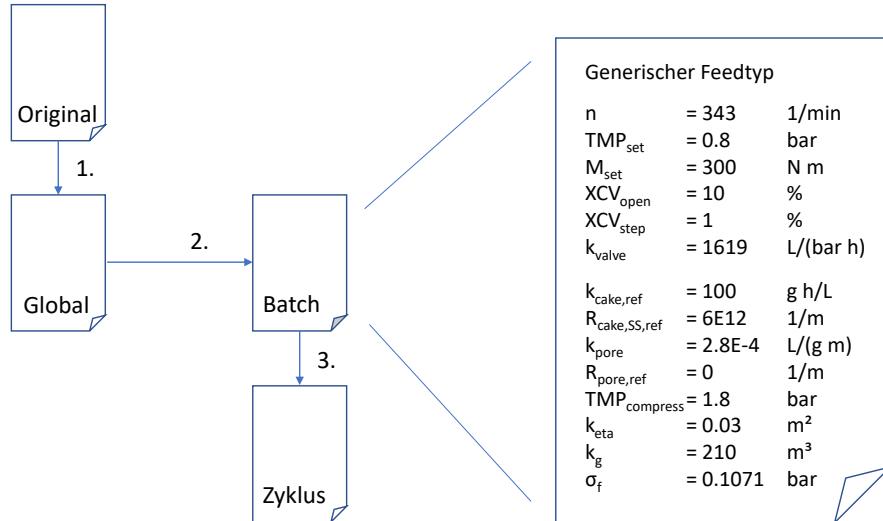
wobei  $Z^*_{\text{batch}}$  den Modellparametersatz eines Produktionslaufs,  $t_j$  den Zeitschritt eines Optimierungszyklus und  $q(Z^*)$  den Korrekturfaktor des jeweiligen Modellparameters bezeichnet.

### 6.1.3 Lernalgorithmus

Die Umsetzung des Lernalgorithmus, der über einen einzelnen Produktionslauf hinaus Anpassungen der Modellparameter vornimmt, erfordert die Einführung einer eigenen, globalen Parameterdatenbank im DT. Diese globale Parameterdatenbank wird bei Inbetriebnahme des DT mit Ursprungswerten der Modellparameter initialisiert und nach einem Produktionslauf werden ihre Werte anteilig mit den in diesem Produktionslauf angepassten Werten verrechnet. Die Hierarchie der Modellparameterdatenbanken im DT ist vollständig in Abbildung 6.2 dargestellt. Dort sind auch die Werte eines generischen Modellparameterdatensatzes genannt, die zur Initialisierung der globalen Datenbank bei Inbetriebnahme des DT sowie für die Neuerstellung

## 6 Inkrementeller Lernalgorithmus

einer Modellparameterdatenbank im Falle eines Produktionslaufs mit einem neuen, dem DT bisher unbekannten Feedtyp verwendet wird.



**Abbildung 6.2:** Darstellung der Hierarchie der Parameterdatenbanken im DT mit inkrementeller Lernfunktionalität und Detailansicht des Parameterdatensatzes für einen neuen Feedtyp. Ein Abbild der jeweils übergeordneten Datenbank wird erstellt (1.) bei Inbetriebnahme des DT bzw. bei Erkennung eines neuen Feedtyps, (2.) zu Beginn eines Produktionslaufs, oder (3.) zu Beginn eines Optimierungsschritts.

Für das Lernen der globalen Modellparameter am Ende eines Produktionslaufs wird der zeitliche Mittelwert jedes Modellparameters  $Z^*$  über den Produktionsbatch berechnet und nach folgender Formel proportional mit den bestehenden globalen Modellparametern verrechnet

$$Z^*_{\text{global}}(f, b_{k+1}) = (1 - \alpha) \cdot Z^*_{\text{global}}(f, b_k) + \alpha \cdot \frac{1}{n} \sum_{j=0}^n Z^*_{\text{batch}}(t_j) \quad (6.7)$$

in der  $Z^*_{\text{global}}(f, b_{k+1})$  der gelernte Modellparameter aus der globalen Datenbank für den Feedtyp  $f$  nach dem  $k$ -ten Produktionsbatch  $b_k$ ,  $Z^*_{\text{batch}}(t_j)$  der angepasste Modellparameter nach dem  $j$ -ten Optimierungszeitschritt  $t_j$ ,  $n$  die Gesamtzahl der Optimierungszeitschritte des Produktionslaufs und  $\alpha$  die Lernrate ist. Sowohl für die Lerndemonstration in silico als auch für die Lernvorgänge während der realen Produktionsläufe wurde eine Lernrate von  $\alpha = 0,5$  angewendet.

### 6.1.4 Lernvalidierung

Zur Validierung des Lernalgorithmus und zur Veranschaulichung des Lernerfolgs über die Produktionsläufe wurde in den DT eine Methode zum Vergleich des TMP-Verlaufs des letzten Produktionslaufs mit der Modellsimulation implementiert. Je nachdem, welcher Modellparameterdatensatz für diese Validierung verwendet wird, ergeben sich verschiedene Validierungsmetriken, die in Abbildung 6.3 schematisch dargestellt sind. Die Modellkalkulation findet im Anschluss an einen Produktionslauf Optimierungsschritt-für-Optimierungsschritt unter Verwendung der realen Permeatflussraten und des fixen Modellparametersets statt. Die Zulaufkonzentration und der intrinsische Membranwiderstand werden aus dem Prozessdatensatz gemittelt für die Modellsimulation verwendet. Der Fehler des simulierten TMP wird nach Gleichung 4.39 berechnet. Der Vorhersagefehler gibt an, wie gut das Prozessmodell mit dem bisherigen, globalen Modellparametersatz den aktuellen Produktionslauf beschreibt. Für die Berechnung des Rückblickfehlers wird der nach dem Produktionslauf aktualisierte, globale Modellparametersatz verwendet. Der Anpassungsfehler gibt an, wie gut die innerhalb des Produktionslaufs angepassten, batch-internen Modellparameter den Produktionslauf in der Simulation abbilden.

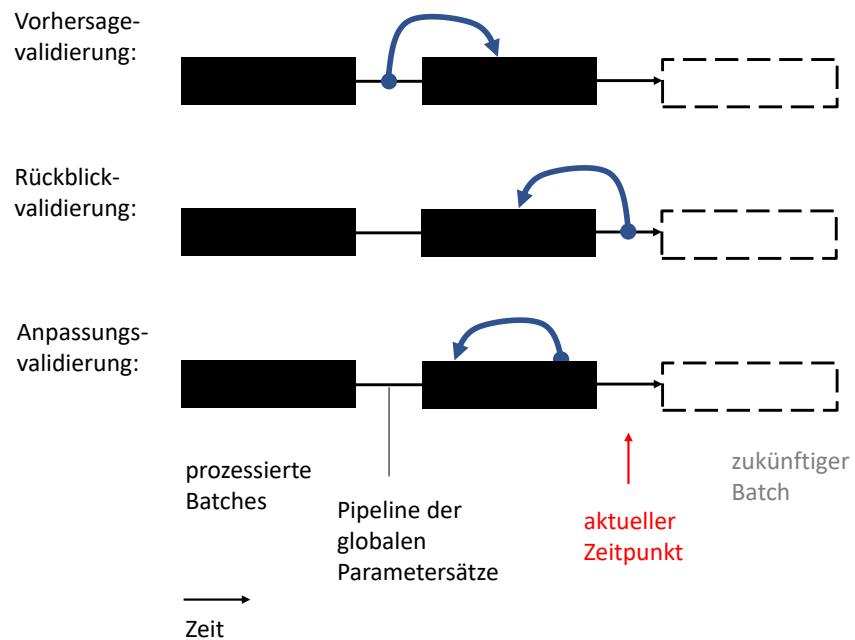
## 6.2 Parameteradaption während der Produktionsläufe

Sobald der DT während eines Produktionslaufs eine signifikante Abweichung zwischen dem realen und dem simulierten TMP feststellt, wird einer von drei Modellparametern angepasst. Ob die charakteristische Deckschichtbeladung, der Gleichgewichtsdeckschichtwiderstand oder der Kompressibilitätsdruck angepasst wird, hängt von der aktuellen Filtrationsphase, definiert durch die Größe der Laufvariable der Deckschichtbildung  $k_{c,i}$ , ab. Die über den Produktionslauf gemittelten, angepassten Modellparameter dienen am Ende des Produktionslaufs der Verrechnung mit den globalen Modellparametern.

### 6.2.1 Einzelbatch von Rotweintrub 2024

In Abbildung 6.4 sind die Prozess- und Modellparameter eines Produktionslaufs von Rotweintrub mit Drei-Parameter-Adaption dargestellt. Die Anpassung der Modellparameter und des Permeatflussrateneinstellwerts geschieht praktisch dreimal während des Produktionslaufs. Die erste Anpassung passiert in der ersten Stunde des Filtrationslaufs. Der reale TMP steigt hier in kurzer Zeit von 0,3 bar auf 0,7 bar und damit stärker als in der Simulation vorhergesagt an. Der DT inkrementiert deshalb den Gleichgewichtsdeckschichtwiderstand von  $1,0 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-1}$  auf

## 6 Inkrementeller Lernalgorithmus



**Abbildung 6.3:** Schematische Darstellung der implementierten Validierungsmetriken für den Lernalgorithmus. Die Vorhersagevalidierung misst, wie gut das Modell mit dem bisherigen, globalen Parametersatz den kürzlich prozessierten Batch abbildet. Die Rückblickvalidierung misst, mit welcher Abweichung das Modell mit dem gerade aktualisierten, globalen Parametersatz den kürzlich prozessierten Batch abbildet. Die Anpassungsvalidierung misst, mit welchem Fehler das Modell mit den gemittelten Batch-Parametern nach der Batchprozessierung genau diesen Batch abbildet.

## 6 Inkrementeller Lernalgorithmus

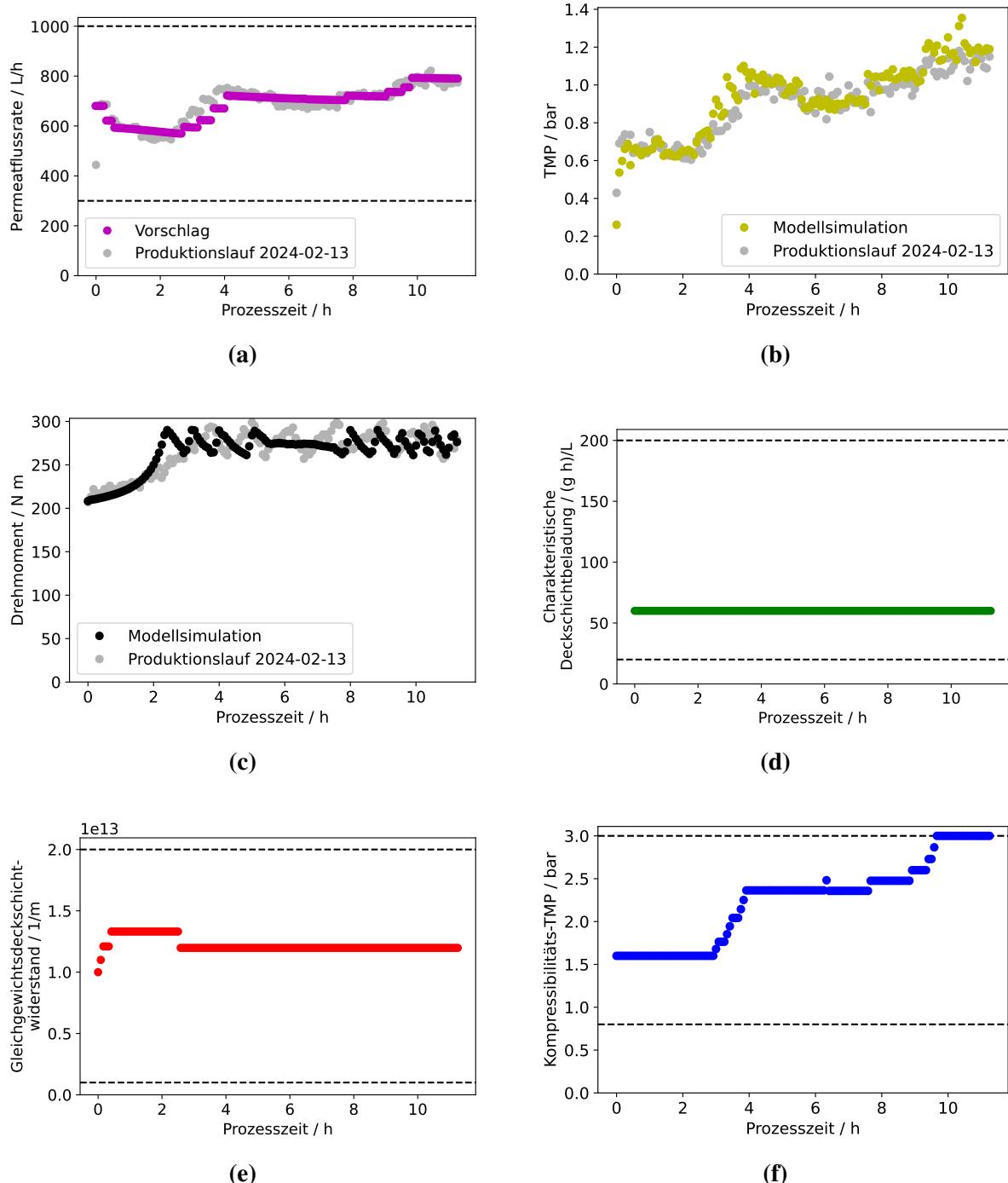
$1,3 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-1}$ , sodass der Anstieg des Deckschichtwiderstands in der Simulation beschleunigt wird. Die charakteristische Deckschichtbeladung wird nicht korrigiert, denn die Entwicklung der Filterdeckschicht befindet sich bereits in der Konsolidierungsphase. Der Permeatflussrateneinstellwert wird in derselben Zeit nach unten verändert, denn ein unerwartet hoher, nicht korrigierter TMP-Anstieg würde die Filtrationsleistung, folglich die mittlere Produktivität des Produktionslaufs, herabsetzen.

Die zweite Modellanpassung passiert zwischen 3 h und 4 h nach Beginn des Produktionslaufs. Die modellinterne Variable  $k_{c,i}$  zeigt, dass aufgrund der beginnenden, simulierten Deckschichtkomprimierung der vorhergesagte TMP ansteigt und den realen TMP übersteigt. Die Produktionsdaten geben den simulierten Komprimierungseffekt an dieser Stelle nicht wieder, deshalb inkrementiert der DT den Kompressibilitätsdruck  $\text{TMP}_{\text{compress}}$ . Der Permeatflussrateneinstellwert wird gleichzeitig auf  $700 \text{ L h}^{-1}$  angehoben. Zwischen 8 h und 10 h der Prozesszeit findet dann die dritte Modellanpassung statt. Der Kompressibilitätsdruck wird weiter angehoben, weil der reale TMP weniger stark steigt als in der Modellsimulation vorhergesagt. Der Permeatflussrateneinstellwert steigt, um eine maximale Produktivität für den Prozesslauf zu erreichen.

### 6.2.2 Vergleich der Produktionsläufe

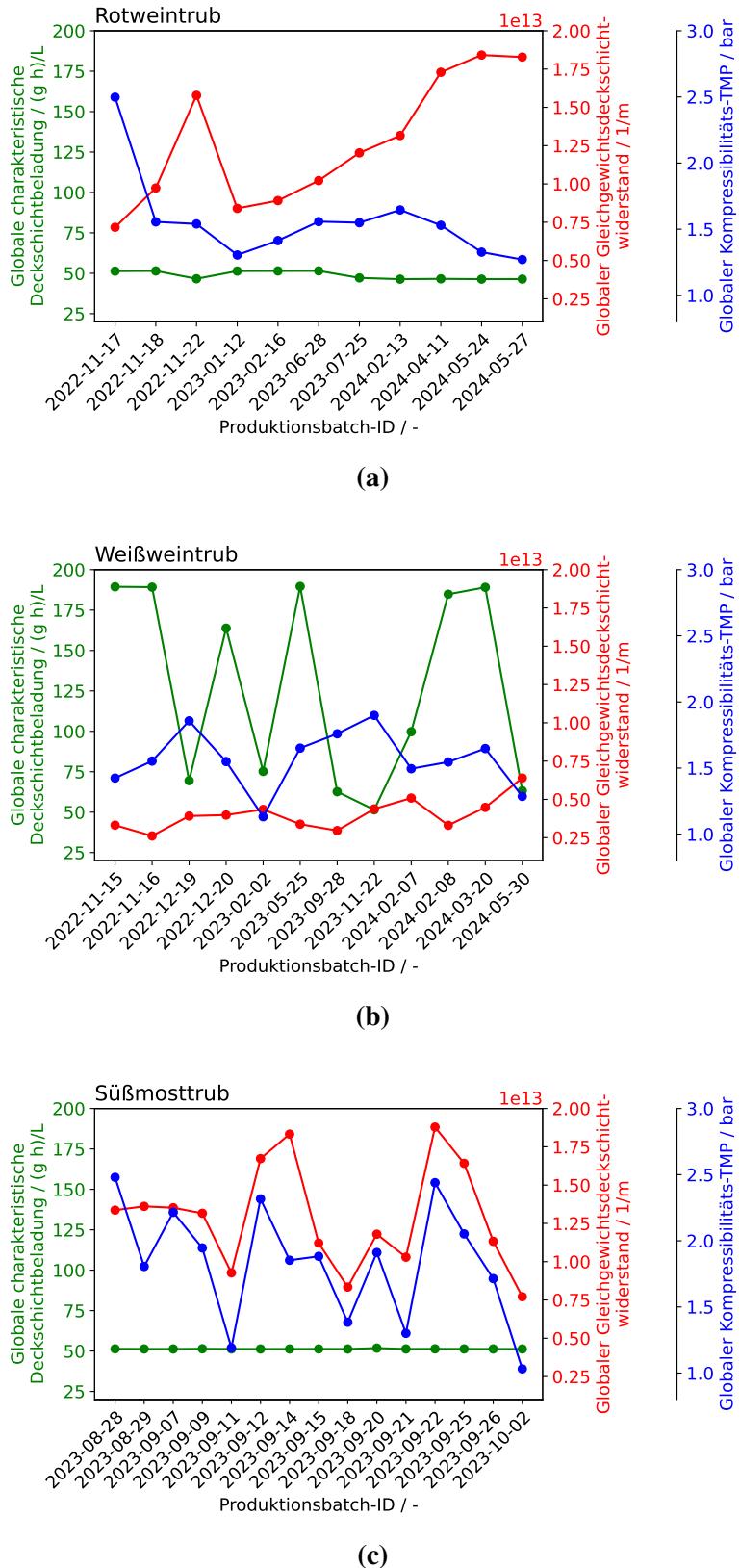
In Abbildung 6.5 sind die im Anschluss an jeden einzelnen Produktionslauf gemittelten Anpassungsparameter über die Produktionsbatchbezeichnungen aufgetragen. Die Darstellung lässt einen Vergleich der einzelnen Produktionsläufe in Bezug auf die Unterschiede der angepassten Modellparameter zu, beinhaltet aber keinen Lernvorgang über die Produktionsläufe hinweg. Bei Betrachtung der Mittelwerte der jeweiligen Modellparameter eines Feedtyps, lassen sich die bekannten Unterschiede im Filtrationsverhalten der Feedtypen erkennen. Der Feedtyp Rotweintrub zeichnet sich durch den im Vergleich der drei Feedtypen höchsten und schnellsten TMP-Anstieg über die Produktionszeit aus, deshalb wählt der DT für die einzelnen Produktionsläufe im Mittel einen hohen Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand von  $1,3 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-1}$  und eine im Vergleich der Feedtypen niedrige charakteristische Deckschichtbeladung von  $50 \text{ g h L}^{-1}$ . Beim Feedtyp Weißweintrub liegt der Mittelwert der charakteristischen Deckschichtbeladung mit  $125 \text{ g h L}^{-1}$  höher und der Mittelwert des Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand mit  $0,3 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-1}$  niedriger als bei Rotweintrub, was mit dem langsameren TMP-Anstieg und dem niedrigeren TMP-Niveau, das während der Produktionsläufe erreicht wird, korreliert. Auf physikalischer Basis lässt sich das unterschiedliche Filtrationsverhalten der Feedtypen mit den Bestandteilen in den Feedströmen erklären. Rotweintrub enthält viele feste Bestandteile wie Hefezellen, Kern- und Schalenfragmente der Weinbeeren, die eine undurchlässige Deckschicht

## 6 Inkrementeller Lernalgorithmus



**Abbildung 6.4:** Beispielhafte Anzeige der Dreiparameteradaption während eines Produktionslaufs mit Rotweinrühr. Die modellbasierte Beschreibung von TMP- und Drehmomentverlauf gelingt einwandfrei. Die Permeatflussrate wurde vom Anlagenführer während dieses Prozesses akkurat nach Vorgabe des DT eingestellt.

## 6 Inkrementeller Lernalgorithmus



**Abbildung 6.5:** Auftragung der über den jeweiligen Produktionslauf gemittelten Anpassungsparameter. Die Parameter variieren teilweise nicht nur im Vergleich der Feedtypen, sondern auch für die einzelnen Feedtypen deutlich, was auf eine Variabilität des Filtrationsverhaltens auch zwischen den Batches desselben Feedtyps hinweist und damit die Strategie der Drei-Parameter-Anpassung <sup>120</sup> bekräftigt.

## *6 Inkrementeller Lernalgorithmus*

auf der Filtermembran bilden. Weißweinruba enthält dagegen vor allem Bentonit und Eiweiße, die eine dünne Deckschicht bilden, dafür aber die Viskosität der Retentatsuspension mehr erhöhen als die Bestandteile von Rotweinruba es tun.

Der Feedtyp Rotweinruba besitzt im Vergleich der Feedtypen außerdem die höchste Kompressibilität, was vor allem an den enthaltenen Hefezellen liegt. Deshalb ist der Kompressibilitätsdruck im Mittel der Produktionsläufe mit 1,4 bar tendenziell niedrig. Bei Weißweinruba ist die Verdichtung der Filterfeststoffe niedrig, der Kompressibilitätsdruck deshalb mit 1,6 bar im Mittel etwas höher. Insgesamt ist die Kompressibilität der Feedtypen Rotweinruba und Weißweinruba aus den Daten aber kaum bestimmbar, da die Produktionsläufe zu kurz sind, um den TMP-Anstieg durch Kompressibilität ausführlich zu beobachten.

Für den Feedtyp Süßmostruba zeigt sich eine im Vergleich der drei Feedtypen niedrige charakteristische Deckschichtbeladung von  $50 \text{ g h L}^{-1}$  und ein hoher Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand von  $1,3 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-1}$  im Mittel der Produktionsläufe, was für einen schnellen TMP-Anstieg auf ein hohes TMP-Niveau spricht. Der Feedtyp Süßmostruba ist gleichzeitig durch den höchsten Anstieg des Drehmoments über die Produktionsdauer im Vergleich der drei Feedtypen gekennzeichnet. Süßmostruba enthält aus physikalischer Sicht Fruchtfleisch und Pektine, die eine dichte Deckschicht auf der Filtermembran bilden und die Viskosität der Retentatsuspension stark erhöhen. Die Kompressibilität der Filterfeststoffe von Süßmostruba ist wie bei Weißweinruba niedrig, der Kompressibilitätsdruck im Mittel der Produktionsläufe deshalb mit 1,8 bar etwas höher als bei Rotweinruba.

Der Vergleich der Modellparameter der einzelnen Produktionsläufe innerhalb jedes Feedtyps zeigt deutliche Variationen, die vermutlich auf die natürliche, variable Zusammensetzung jedes einzelnen Produktionsbatches zurückzuführen ist. Die Variabilität der angepassten Modellparameter unter den einzelnen Produktionsbatches desselben Feedtyps bestätigt, dass das Konzept des jeden Produktionslauf einschließenden, durch drei anzupassende Modellparameter differenzierten, aber auch durch die prozentuale Verrechnung mit den globalen Modelparametern vorsichtigen Lernverfahrens richtig ist.

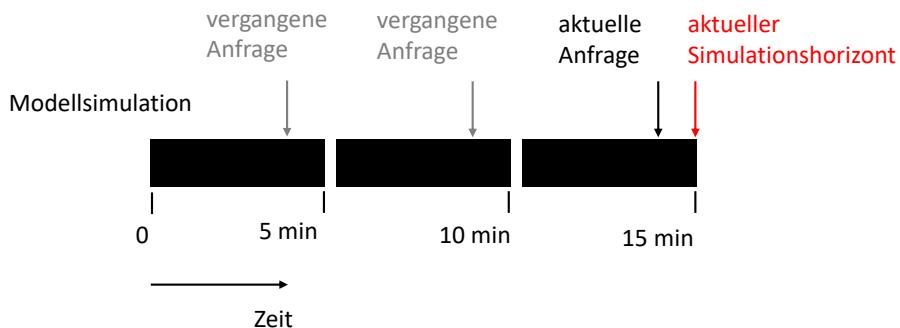
### **6.3 Lerndemonstration mit synthetischen Daten**

Die Funktionalität des Lernalgorithmus wird zunächst anhand synthetischer Prozessdaten demonstriert. Dazu wurde ein komplementäres Modul für den DT entwickelt, das das hybride, dynamische Prozessmodell zusätzlich zur Simulation des realen Filtrationsprozesses nutzt. Nach der Erklärung dieses *in silico*-Moduls werden die Effizienz des sequentiellen Lernens

von Einzelexperimenten und die Lernkonvergenz in Abhängigkeit der Startmodellparameter untersucht.

### 6.3.1 Methode/Aufbau des in silico-Prozessdatenmoduls

Das in silico-Prozessdatenmodul des DT initialisiert das Prozessdynamikmodell einmalig mit den arithmetischen Mittelwerten der Modellparameter, also mit  $k_{\text{cake}} = 110 \text{ g h L}^{-1}$ ,  $R_{\text{cake,SS,ref}} = 1,0 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-1}$  und  $\text{TMP}_{\text{compress}} = 1,9 \text{ bar}$ . Während des Laufs des DT werden die synthetischen Prozessdaten abschnittsweise für die Optimierungszyklen des DT vom in silico-Modul berechnet und dem DT zur Verfügung gestellt, indem das Prozessmodell nach dem Prinzip des rollierenden Horizonts simuliert wird. Das Prinzip ist in Abbildung 6.6 dargestellt. Das in silico-Prozessdatenmodul berücksichtigt Änderungen in der Permeatflussrate durch den DT und der DT kann die aktuellen Werte des TMP und des Drehmoments vom in silico-Prozessdatenmodul abfragen. Für das in silico-Lernen wurden eine Permeatflussrate von  $800 \text{ L h}^{-1}$  und eine Zulaufkonzentration von  $20 \text{ g L}^{-1}$  angenommen.



**Abbildung 6.6:** Darstellung des Prinzips des rollierenden Horizonts bei der Erzeugung der synthetischen Produktionsdaten in der in silico-Produktionsdatenklasse. Die Modellsimulation wird erst um die Zeitlänge eines Optimierungszyklus des DT fortgesetzt, wenn der DT eine Parameterwerteanfrage für diesen Zeitraum stellt. Damit könnte auch der Einfluss von durch den DT angepassten Permeatflusseinstellwerten auf den Produktionsverlauf simuliert werden.

Für die Untersuchung der Lernkonvergenz wurde der Lernalgorithmus mit fünf verschiedenen Anfangs-Modellparameterkombinationen ausgeführt, die mittels Lateinischer Hyperwürfel-Stichprobenahme innerhalb der Parametergrenzen  $k_{\text{cake}} \in [20 \text{ g h L}^{-1}, 200 \text{ g h L}^{-1}]$ ,  $R_{\text{cake,SS,ref}} \in [1 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-1}, 2 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-1}]$  und  $\text{TMP}_{\text{compress}} \in [0,8 \text{ bar}, 3,0 \text{ bar}]$  erzeugt wurden. 30 aneinander anschließende simulierte Prozessläufe und damit 30 Lerniterationsschritte wurden pro An-

fangsparameterdatensatz durchgeführt und die Werte der Modellparameter in der globalen Parameterdatenbank wurden nach jedem Iterationsschritt für die Auftragung notiert.

### 6.3.2 Konvergenz im Einzelversuch

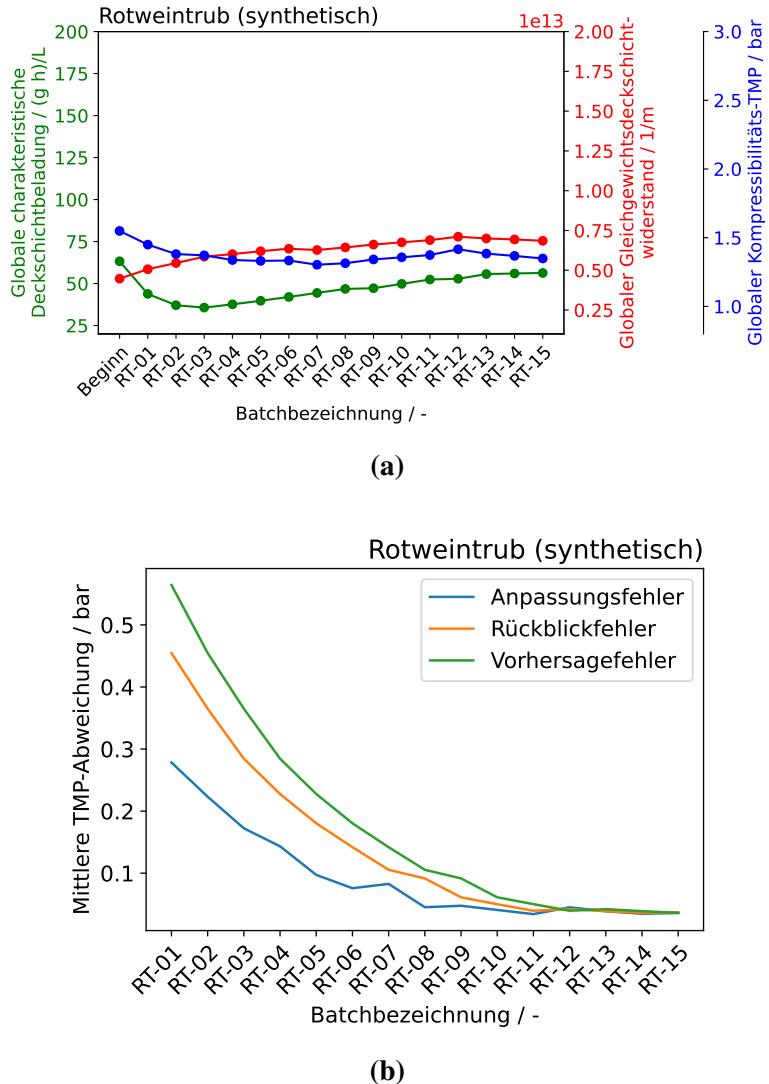
Die Ergebnisse eines auf synthetischen Prozessdaten basierenden Lernprozesses sind in Abbildung 6.7 gezeigt. Die Differenzen zwischen den arithmetisch gemittelt gewählten Anfangswerten der Modellparameter und der nach 15 Iterationsschritten gefundenen Zielwerte sind im Bereich der erlaubten Parametergrenzen klein, dennoch erkennt der Lernalgorithmus zuverlässig die TMP-Abweichungen und korrigiert die Modellparameter kontinuierlich, sodass die Fehler über die Iterationsschritte monoton sinken. Der Einfluss der angepassten Modellparameter einzelner Experimente auf die globalen Modellparameter eines Feedtyps ist durch die prozentuale Verrechnung begrenzt, sodass einzelne Fehlanpassungen des Modells an Experimente keinen negativen Einfluss auf die Entwicklung der globalen Modellparameter hat.

In Abbildung 6.8 sind die simulierten und realen TMP-Verläufe ausgewählter Iterationsschritte während des Lernprozesses einzeln gezeigt. Man sieht, dass sich der simulierte TMP-Verlauf durch das Lernen der Modellparameter laufend an den realen TMP-Verlauf annähert. Die Anpassung des simulierten TMP-Verlaufs gelingt jedoch trotz der Verwendung ebenfalls auf dem Prozessmodell basierenden, synthetischen Produktionsdaten nicht vollständig, ein Fehler von 0,05 bar bleibt nach 15 Iterationsschritten bestehen. Vermutlich spielen Überanpassungseffekte des Modells eine Rolle, denn bei der Konzeption des Lernalgorithmus muss zwischen Schnelligkeit der Anpassung am Anfang und Genauigkeit der Anpassung am Ende des Lernprozesses abgewogen werden und bei dem in dieser Abhandlung vorgestellten Lernalgorithmus wurde der Fokus der Entwicklung auf eine flexible, schnelle und grobe Anpassung der Modellparameter an in der Realität variierende Produktionsläufe gelegt.

### 6.3.3 Konvergenz bei Variation der Startparameter

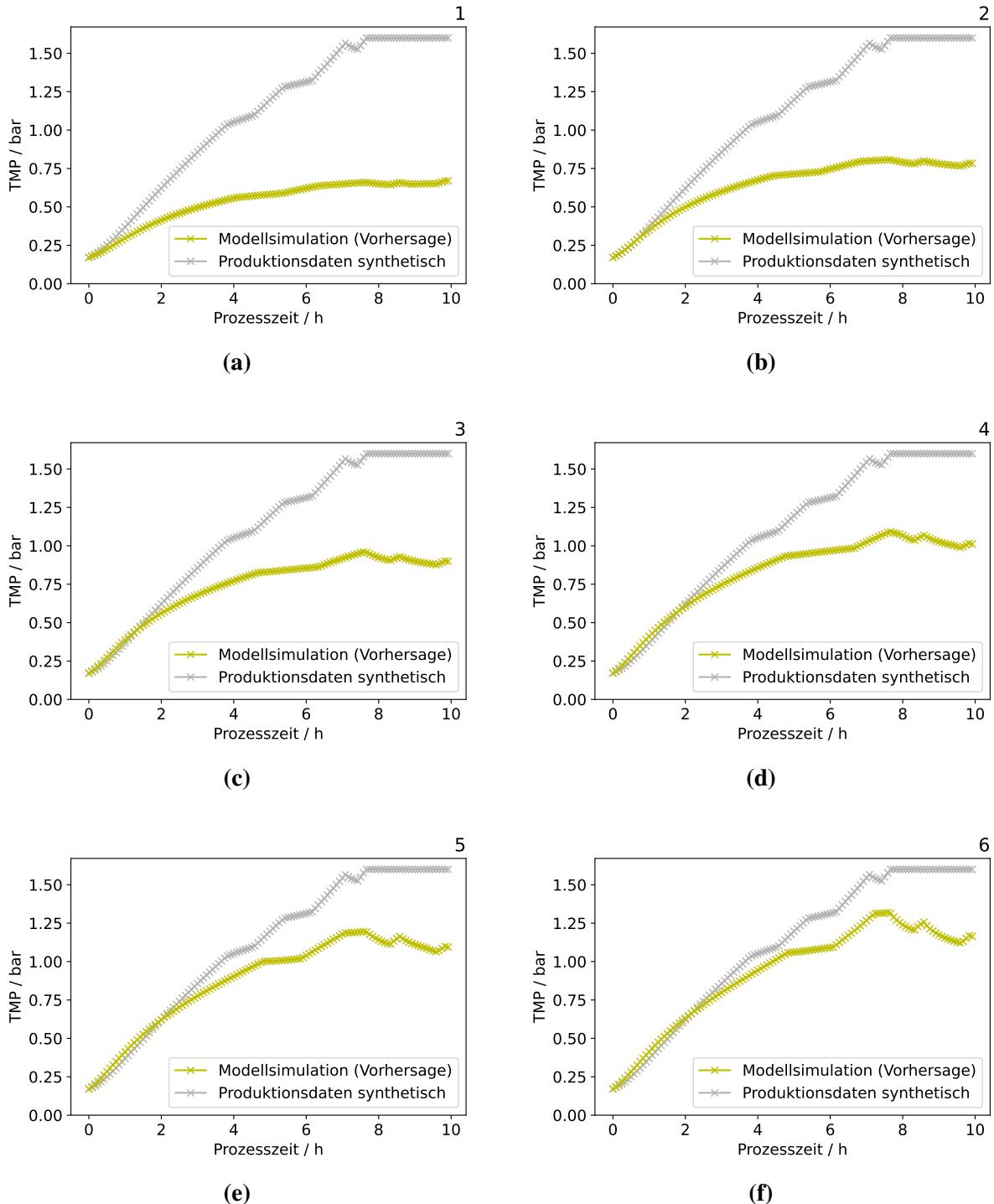
Die unter zufälliger Variation der Startparameter, mit synthetischen Prozessdaten durchgeführten Lernexperimente resultieren in dem in Abbildung 6.9 dargestellten Konvergenzverhalten. Auf den ersten Blick ist erkennbar, dass alle Iterationskurven eines Modellparameters in einen gemeinsamen Wert konvergieren, der dem vom Lernalgorithmus erkannten, optimalen Parameterwert entspricht. In den ersten Iterationsschritten ist die Konvergenzrate aller drei Modellparameter am höchsten und sie sinkt im Verlauf der Iterationsschritte kontinuierlich ab, was auf einen effizienten Lernprozess schließen lässt. Die Lernkurven der Modellparameter konvergieren mindestens ab dem fünften Iterationsschritt, sodass nach 15 Iterationen die

## 6 Inkrementeller Lernalgorithmus



**Abbildung 6.7:** Verlauf der Modellanpassungsparameter und Verlauf von Anpassungs-, Rückblick- und Vorhersagefehler für einen beispielhaften, inkrementellen Lernvorgang des DT auf Basis synthetisch erzeugter Rotweinleerb-Produktionsdaten. Die Anpassung der Modellparameter durch den Lernalgorithmus erfolgt zielgerichtet, sodass die TMP-Abweichungsmetriken nahezu kontinuierlich sinken. Eine Zunahme des Anpassungsfehlers für einen Einzelbatch hat durch die prozentuale Verrechnung der Modellparameter keinen Einfluss auf Vorhersagefähigkeit des DT insgesamt.

## 6 Inkrementeller Lernalgorithmus



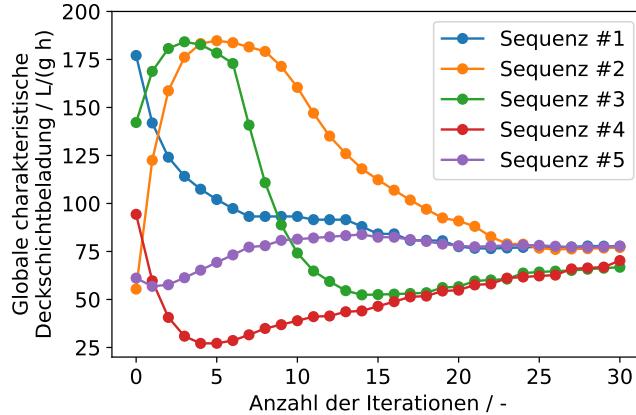
**Abbildung 6.8:** Zeitliche TMP-Verläufe von sechs Epochen des inkrementellen Lernens der DT auf Basis synthetischer Prozessdaten eines Rotweinrühr-Produktionslaufs. Der mittels Prozessmodell mit aktuellen globalen Modellparametern vorhergesagte TMP-Verlauf nähert sich mit jeder Lernepoche an den mit den Zielmodellparametern erzeugten TMP-Verlauf an.

## *6 Inkrementeller Lernalgorithmus*

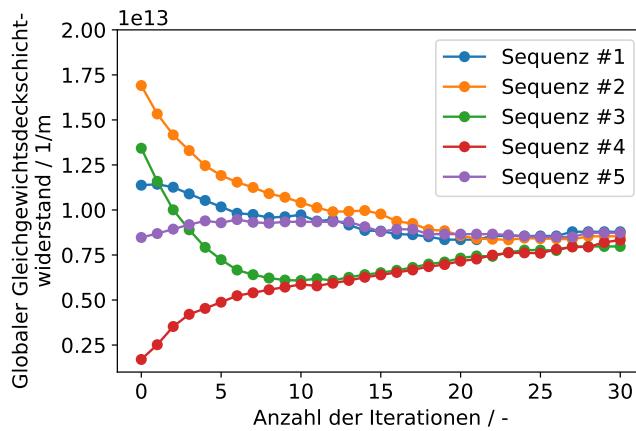
Optimalwerte von Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand und Kompressibilitätsdruck auf 20 % der Größe des anfänglichen Parameterintervalls eingegrenzt sind. Der Optimalwert der charakteristischen Deckschichtbeladung konnte innerhalb von 15 Iterationen auf 50 % der Größe des anfänglichen Parameterintervalls eingegrenzt werden, nach 30 Iterationen sind alle drei Modellparameter auf 10 % der Größe des anfänglichen Parameterintervalls eingegrenzt. Mit  $70 \text{ gL}^{-1}$ ,  $8 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-1}$  und 1,6 bar sind die gefundenen, optimalen Modellparameter aber etwas kleiner als die für die in silico-Prozesssimulation gesetzten Modellparameterwerte von  $110 \text{ gL}^{-1}$ ,  $1 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-1}$  und 1,9 bar. Der Grund für die Abweichung ist durch die Tatsache gegeben, dass sich die Modellparameter in ihrem Einfluss auf den vorhergesagten TMP-Verlauf ein Stück weit gegenseitig ausgleichen können, sodass zwei Modellparameterkombinationen den TMP-Verlauf gleich gut beschreiben können. Beispielsweise kann in einem Filtrationsabschnitt ein höherer Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand einen gleichen Effekt auf den TMP-Verlauf wie ein höherer Kompressibilitätsdruck haben.

Der Lernalgorithmus funktioniert generell robust innerhalb der gesetzten Parametergrenzen, denn die Lernkurven konvergieren unabhängig der gewählten Anfangsparameterkombinationen. Innerhalb der ersten fünf Iterationsschritte laufen manche Lernkurven der charakteristischen Deckschichtbeladung aber zunächst entgegen der Richtung des Zielwerts, bevor sie einen Wendepunkt durchlaufen und schließlich hin zum Zielwert konvergieren. Die Lernsequenzen #2 und #3 steigen anfänglich an während die Lernsequenzen #4 und #5 zunächst abfallen, obwohl die gegensätzliche Richtung direkt zum Zielwert führen würde. Der Grund für das anfängliche Verhalten der Lernkurven der charakteristischen Deckschichtbeladung liegt darin, dass die drei Modellparameter charakteristische Deckschichtbeladung, Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand und Kompressibilitätsdruck einzeln in drei Filtrationsphasen nacheinander angepasst werden. Weicht der simulierte TMP zu Beginn des Filtrationslaufs nun deutlich vom realen TMP ab, wird zunächst die charakteristische Deckschichtbeladung bis zur definierten Parametergrenze angepasst. Das führt zu einer Überanpassung der charakteristischen Deckschichtbeladung in den ersten Filtrationsläufen, die über die weiteren Filtrationsläufe korrigiert wird. Der Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand bestimmt das TMP-Niveau der Modellsimulation insgesamt, deshalb führt ein anfänglich zu hoch angenommener Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand zu einer anfänglichen Überschätzung der charakteristischen Deckschichtbeladung (vgl. Sequenzen #2 und #3), während ein anfänglich zu niedrig angenommener Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand eine anfängliche Unterschätzung der charakteristischen Deckschichtbeladung zur Folge hat (vgl. Sequenzen #4 und #5).

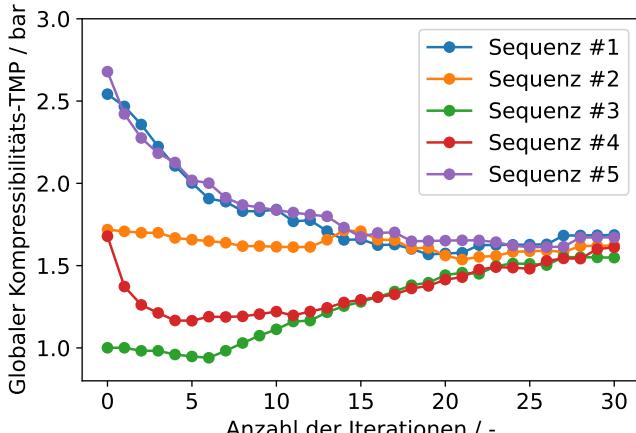
## 6 Inkrementeller Lernalgorithmus



(a)



(b)



(c)

**Abbildung 6.9:** Studienergebnisse zum inkrementellen Lernen des DT auf Basis synthetisch erzeugter Prozessdaten mit zufälligen Anfangsparameterkombinationen. Unabhängig von den Anfangsparametern beginnt der Lernalgorithmus binnen fünf Iterationen auf einen Endwert hin zu konvergieren.

Insgesamt zeigt der Test des Lernalgorithmus mit synthetischen Prozessdaten aber eine effektive Konvergenz zu einem Zielparameter unabhängig von dem gewählten Anfangsparametersatz und ist damit bereit für die Anwendung im DT bei realen, industriellen Produktionsläufen.

### 6.4 Lernen von Realdaten der drei Feedtypen von 2022 bis 2024

Abschließend wird der DT mit dem Lernalgorithmus in der realen, industriellen Produktion angewendet. Nach kurzer Darstellung der methodischen Vorgehensweise werden die Ergebnisse aus der inkrementellen Lernstudie während der Produktionsläufe mit Rotweintrub, Weißweintrub und Süßmosttrub präsentiert. Das Kapitel endet mit einer rückblickenden Untersuchung des inkrementellen Lernvorgangs anhand der realen, historischen Daten unter Variation der Anfangsparameterkombinationen und der Diskussion der letztlich gefundenen Modellparameterkombinationen.

#### 6.4.1 Methoden

Der DT mit Lernalgorithmus wurde ab November 2022 bis Mai 2024 für die inkrementelle Lernstudie mit realen Produktionsdaten eingesetzt. Zu Beginn wurden die variablen, globalen Modellparameter mit den geometrischen Mittelwerten  $k_{\text{cake}} = 63 \text{ g h L}^{-1}$ ,  $R_{\text{cake,SS,ref}} = 4,5 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-1}$  und  $\text{TMP}_{\text{compress}} = 1,5 \text{ bar}$  für alle Feedtypen einheitlich initialisiert. Der Lernverlauf wurde analog zur Lernstudie auf synthetischen Produktionsdaten anhand der nach jedem Produktionslauf aufgezeichneten, globalen Modellparametersätze ausgewertet.

Zusätzlich wurde nach jeden Produktionslauf das Prozessmodell einmal mit dem aktuellen, globalen Modellparametersatz und einmal mit dem anfänglichen, die geometrischen Mittelwerte beinhaltenden Modellparametersatz jeweils unter Berücksichtigung der während des Prozesslaufs gültigen Permeatflussraten simuliert. Die mittleren absoluten Fehler des TMP zum realen Prozesslauf wurden für die Simulation mit gelernten und die mit anfänglichen Modellparametern des Produktionslaufs nach Gleichung 4.39 berechnet. Die Modellfehlerreduktion  $\delta$  des TMP wurde schließlich als relative Differenz der beiden Fehler berechnet,

$$\delta = \frac{\text{MAE}_{\text{ref}} - \text{MAE}_{\text{best}}}{\text{MAE}_{\text{ref}}} \quad (6.8)$$

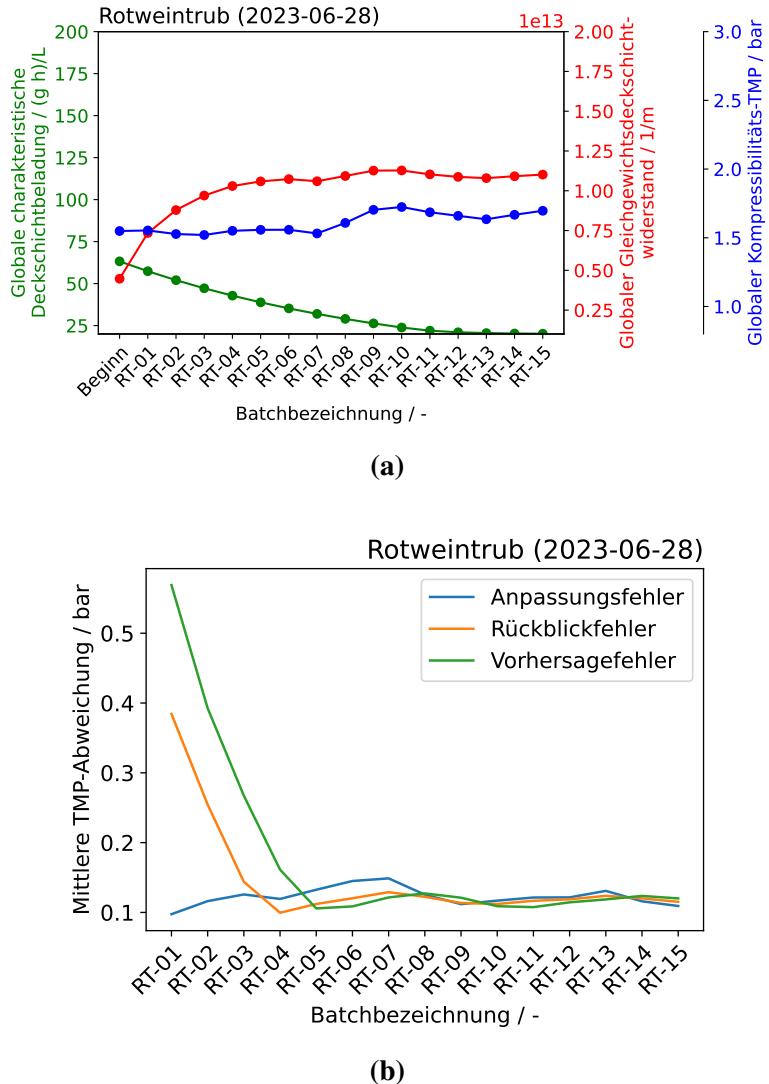
worin  $MAE_{best}$  der aus der Modellsimulation mit den jeweils aktuellen, globalen Modellparametern und  $MAE_{ref}$  der aus der Modellsimulation mit den anfänglichen, globalen Modellparametern resultierende Fehler ist.

### 6.4.2 Epochenstudie auf historischen Daten eines Produktionslaufs

Das inkrementelle Lernen soll vorab auf Basis eines einzelnen Produktionslaufs, der in mehreren Lernepochen hintereinander durchlaufen wird, validiert werden. Die Verläufe der Modellparameter über 15 Lerndurchläufe und die Verläufe der TMP-Fehler sind in Abbildung 6.10 gezeigt. Bei der Betrachtung der Verläufe der Modellparameter ist zu erkennen, dass die drei Modellparameter zielgerichtet auf einen Endwert zulaufen, und dass die Anpassungsrate zu Beginn der Iterationen am höchsten und bei Erreichen der Zielwerte am niedrigsten ist. Das Ergebnis weist auf eine gute Konvergenz des Lernalgorithmus beim Lernen von realen, historischen Daten hin. Die Endwerte der Modellparameter nach 15 Iterationen entsprechen relativ genau den Anpassungsparametern aus Abbildung 6.5, die innerhalb des Einzelversuchs berechnet wurden. Auch der bereits nach der ersten Lerniteration unter 0,15 bar liegende Anpassungsfehler des TMP weist darauf hin, dass die batch-interne Modellparameteranpassung bereits zu Beginn mit geringem Fehler gelingt. Obwohl die Endwerte der Modellparameter im Batchparametersatz nach dem ersten Produktionslauf bereits erkannt werden, werden die Endwerte der Modellparameter beim inkrementellen Lernen aber erst nach ca. 10 Iterationen im globalen Parametersatz erreicht. Der Grund dafür ist, dass nach jedem Produktionslauf die (batch-intern) angepassten Modellparameter mit den globalen Modellparametern prozentual verrechnet werden. Dieser Verrechnungsvorgang soll sicherstellen, dass ein einzelner Produktionslauf einen begrenzten Einfluss auf die Modellparameterwerte in der globalen Datenbank hat und der inkrementelle Lernvorgang damit robust gegenüber einzelnen, abweichenden Produktionsläufen ist. Ein einzelner Produktionslauf beeinflusst demnach die Richtung des Lernvorgangs, bestimmt aber nicht die globalen Zielwerte der Modellparameter.

In Abbildung 6.11 sind simulierter und realer TMP der ersten sechs Lerniterationen dargestellt. Die Anpassung des simulierten TMP-Verlaufs an den realen TMP-Verlauf über die Iterationen ist erkennbar. Ein TMP-Fehler von 0,12 bar bleibt aber bei dem Lernexperiment mit realen Prozessdaten bestehen, da keine perfekte Anpassung des Prozessmodells an den Datensatz gelingt. Dass die charakteristische Deckschichtbeladung nach dem sechsten Iterationsschritt weiter bis zur Parametergrenze sinkt, obwohl keine Verbesserung der Anpassung des TMP-Verlaufs mehr geschieht, ist vermutlich auf einen Überanpassungseffekt des Modells zurückzuführen. Deshalb wird ausblickend vorgeschlagen, den Lernprozess ab einer bestimmten, erreichten Anpassungsgüte zu stoppen oder die Lernrate anzupassen, sodass ein optimales Lernergebnis

## 6 Inkrementeller Lernalgorithmus



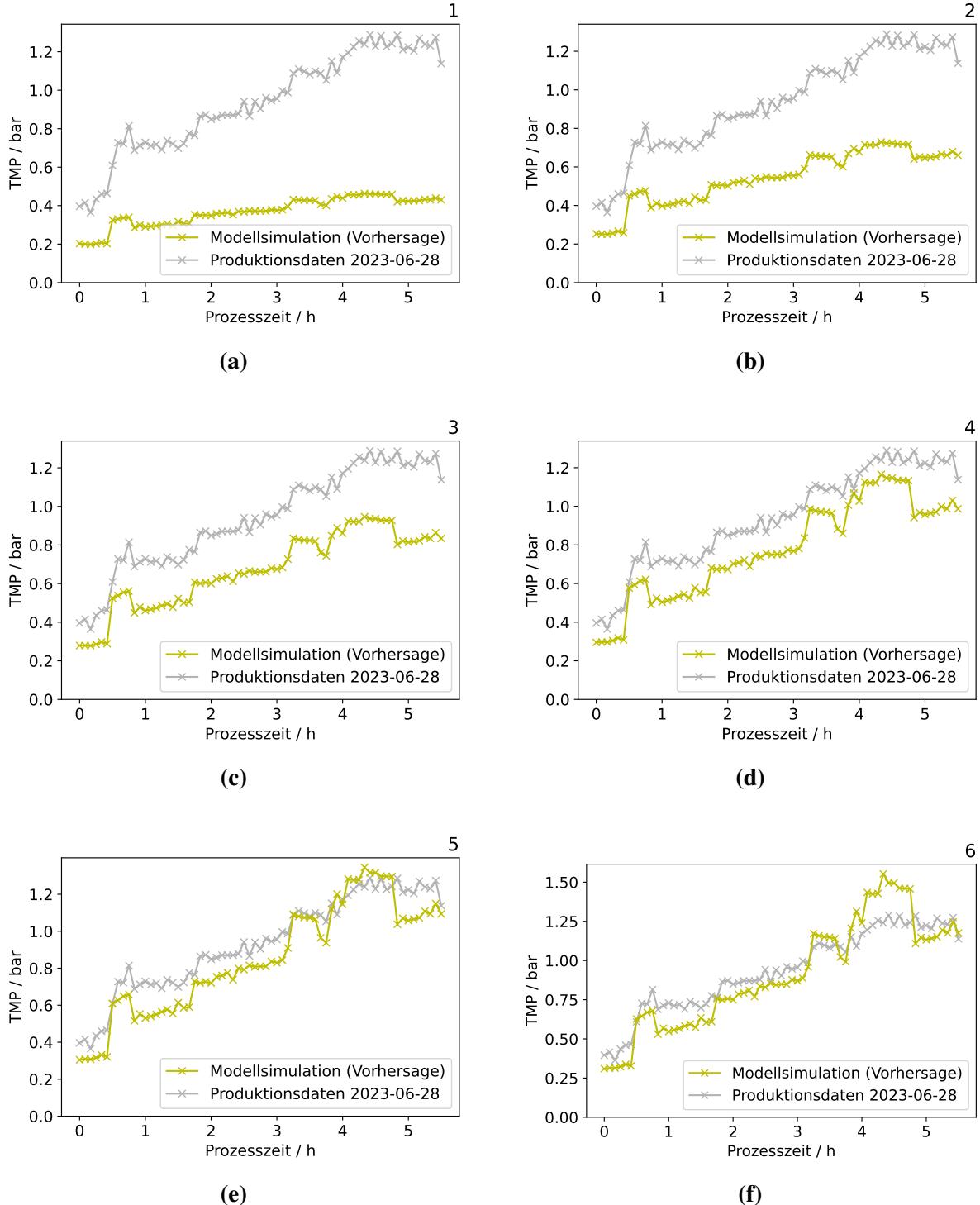
**Abbildung 6.10:** Verlauf der Modellanpassungsparameter (a) und Verlauf von Anpassungs-, Rückblick- und Vorhersagefehlern (b) für einen inkrementellen Lernvorgang des DT auf Basis der historischen Daten eines ausgewählten Rotweinlebungs-Produktionslaufs. Die Anpassung der Modellparameter an die Produktionsdaten geschieht auch bei den Realdaten zielgerichtet, sodass bereits nach drei Lernepochen die TMP-Abweichung zwischen Modell und Datensatz wesentlich reduziert ist.

erreicht wird und eine Anpassung der globalen Prozessmodellparameter nach Prozessläufen nur bei erwarteter längerfristiger Modellverbesserung stattfindet.

### **6.4.3 Lernen während der realen Produktionskampagnen**

Die Ergebnisse der kontinuierlichen Modellparameterentwicklung während der realen, industriellen Produktionsläufe und die Fehlerreduktion des Prozessmodells jedes Produktionslaufs im Vergleich zum Anfangsparametersatz sind in Abbildung 6.12 dargestellt. Die Modellparameter für die drei Feedtypen entwickeln sich von gemeinsamen Anfangswerten ausgehend in unterschiedliche Richtungen, was das unterschiedliche Filtrationsverhalten der Feedtypen bestätigt und die Wichtigkeit der individuellen Anpassung der Modellparameter für Rotweintrub, Weißweintrub und Süßmosttrub unterstreicht. Der globale Wert der charakteristischen Deckschichtbeladung steigt beispielsweise ausgehend von  $63 \text{ g h L}^{-1}$  über die Produktionsläufe von Weißweintrub an, während er für die von Rotweintrub und Süßmosttrub sinkt. Niedrige Werte der charakteristischen Deckschichtbeladung stehen für einen schnellen TMP-Anstieg zu Beginn des Filtrationslaufs. Die Werte des Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstands sinken für Weißweintrub ausgehend von  $4,5 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-1}$ , was die gute Filtrierbarkeit des bentonitdominierten Feedstroms abbildet. Ein Anstieg des Kompressibilitätsdrucks konnte über die Produktionsläufe von Weißweintrub und Süßmosttrub festgestellt werden, der Kompressibilitätsdruck von Rotweintrub ist dagegen um 1,75 bar konstant geblieben. Je niedriger der Kompressibilitätsdruck eingestellt ist, desto früher beginnt generell der TMP-Anstieg aufgrund der Deckschichtkomprimierung in der Modellsimulation.

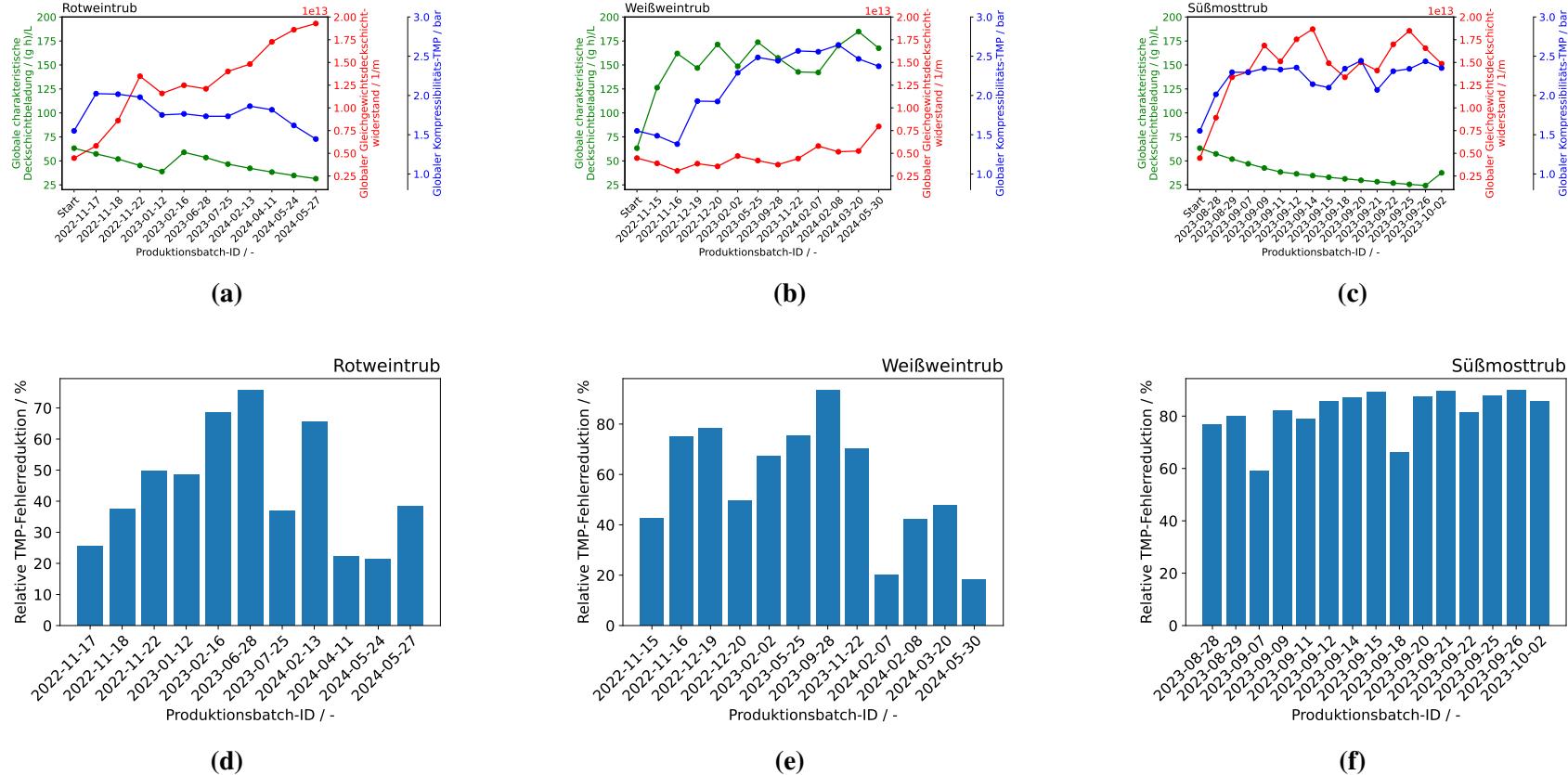
## 6 Inkrementeller Lernalgorithmus



**Abbildung 6.11:** Zeitliche TMP-Verläufe der ersten sechs Epochen des inkrementellen Lernens des DT auf Basis der historischen Daten eines ausgewählten Produktionslaufs. Der mittels Prozessmodell vorhergesagte TMP-Verlauf nähert sich mit jeder Lernepoche an den realen TMP-Verlauf an.

## 6 Inkrementeller Lernalgorithmus

133



**Abbildung 6.12:** Verlauf der globalen Modellparameter (a–c) und Verlauf der relativen TMP-Fehlerreduktion (d–f) für die chronologisch vom DT prozessierten Prozessläufe separat für die Feedtypen Rotweinruba, Weißweinruba und Süßmostruba. Der DT adaptiert das zu Beginn generische Prozessmodell individuell und unter fortlaufender, positiver Fehlerreduktion an die Feedtypen, wobei der DT die Änderungen in den Feedstromeigenschaften innerhalb eines Feedtyps flexibel in der Parameteranpassung berücksichtigt.

## *6 Inkrementeller Lernalgorithmus*

Die Sequenzen der Modellparameter aller Feedtypen verlaufen fast ausschließlich monoton auf ihre Endwerte zu, obwohl mit der gewählten Lernrate von 0,5 nur zwei dem Trend entgegenstehende Produktionsläufe für eine Richtungsänderung der globalen Modellparameterwerte ausreichen würde. Die wenigen, dem Trend der Entwicklung der globalen Modellparameter entgegenstehenden Produktionsläufe zeigen die natürliche Variation in den Feedeigenschaften desselben Feedtyps. Der DT mit Lernalgorithmus erkennt zusammengefasst die strukturellen Unterschiede im Filtrationsverhalten der Feedtypen und benutzt die drei Modellparameter charakteristische Deckschichtbeladung, Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand und Kompressibilitätsdruck zur Anpassung des Prozessmodells an den Feedtyp im Laufe der Produktionsläufe.

Die Darstellung der relativen TMP-Fehlerreduktion über die Produktionsläufe zeigt, dass die Anpassung der globalen Modellparameter die Vorhersagegenauigkeit des Modells über die Produktionsläufe durchgehend verbessert und das Modell damit für die Feedtypen jeweils maßschneidert. Da alle Fehlerreduktionsbalken positive Werte abbilden, ist das Modell nach jedem Produktionslauf präziser in der Abbildung der Produktionsläufe, als es bei Initialisierung mit den anfänglichen, generischen Modellparametern war. Bei den Produktionsläufen mit Rotweintrub steigt die Fehlerreduktion von 25 % nach dem ersten Produktionslauf auf 75 % nach dem sechsten Produktionslauf an, was die sukzessive Anpassung der Modellparameter an die Filtrationseigenschaften von Rotweintrub zeigt. Mit dem Batch „2023-07-25“ folgt ein Produktionslauf mit abweichenden Filtrationseigenschaften, daher sinkt die Fehlerreduktion zunächst, bevor sie durch den Einbezug des neu gewonnenen Wissens über die Variation des Feedtyps Rotweintrub in das Modell wieder zu steigen beginnt. Für den Feedtyp Weinweintrub ist diese sukzessive Modellanpassung startend ab dem ersten, vierten und neunten Produktionslauf sichtbar. Am Ende der industriellen Produktionskampagne konnte letztlich durch den Einsatz des selbstlernenden DT eine mittlere Modellverbesserung von  $44,5\% \pm 18,9\%$  für Rotweintrub,  $56,7\% \pm 23,7\%$  für Weißweintrub und  $80,7\% \pm 9,4\%$  für Süßmosttrub erreicht werden.

### **6.4.4 Nachbereitung mit historischen Daten unter Variation der Startparameter**

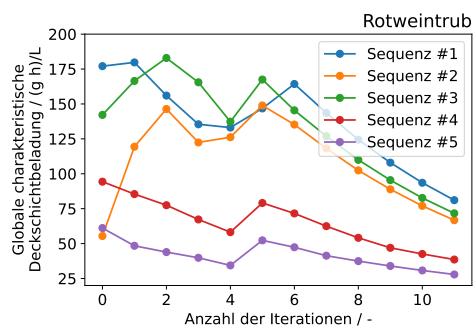
Nach Abschluss der industriellen Produktionskampagnen wurden die inkrementellen Lernsequenzen mit zufällig gewählten Anfangsmodellparameterkombinationen nachgerechnet, um einen möglichen Einfluss der Anfangsparameterkombinationen auf das Lernergebnis zu überprüfen. Die Ergebnisse dieser Lernsequenzen sind in Abbildung 6.13 dargestellt. Die

## *6 Inkrementeller Lernalgorithmus*

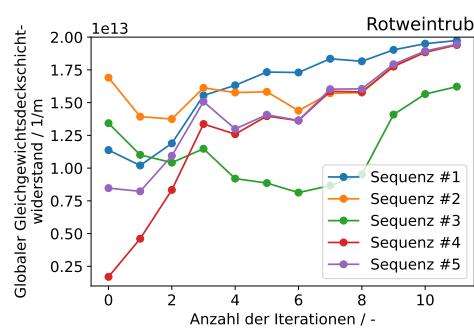
Lernkurven der globalen Modellparameterwerte von charakteristischer Deckschichtbeladung und Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand konvergieren in Richtung der aus den Produktionskampagnen gelernten Werte und validieren damit das inkrementelle Lernergebnis. Im Falle des Feedtyps Süßmosttrub konvergieren auch die Lernkurven der globalen Modellparameterwerte des Kompressibilitätsdrucks auf den während der realen Produktionskampagne inkrementell gelernten Wert. Für die Feedtypen Rotweintrub und Weißweintrub entwickeln sich die Lernkurven dagegen abhängig von der gewählten Startkombination der Modellparameter bzw. es ist kein allgemeiner Konvergenztrend festzustellen. Der Grund dürfte darin liegen, dass die Produktionsläufe von Rotweintrub und Weißweintrub mit  $8 \text{ h} \pm 3 \text{ h}$  im Mittel wesentlich kürzer sind als die Produktionsläufe von Süßmosttrub mit  $25 \text{ h} \pm 12 \text{ h}$  es sind. Durch die kürzere Produktionsbatchdauer wird die Filtrationsphase der Deckschichtkomprimierung seltener während eines Produktionslaufs erreicht, es liegen folglich weniger Informationen über das Komprimierungsverhalten von Rotweintrub und Weißweintrub vor und der DT kann keine genaue Anpassung des Kompressibilitätsdrucks vornehmen. Letztlich ist für eine robuste Anpassung aller drei Modellparameter eine ausreichende Variation in den Daten nötig.

## 6 Inkrementeller Lernalgorithmus

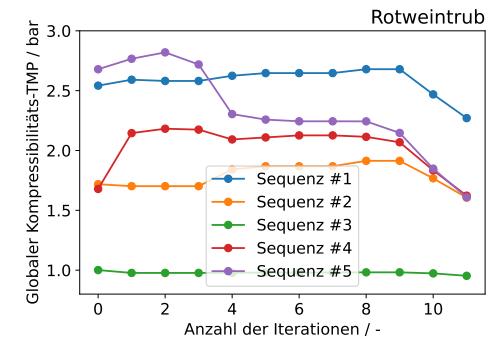
136



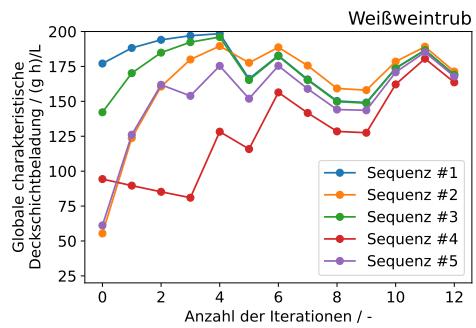
(a)



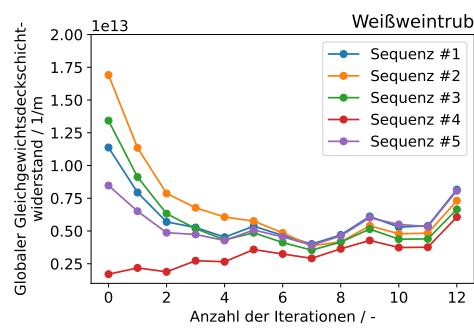
(b)



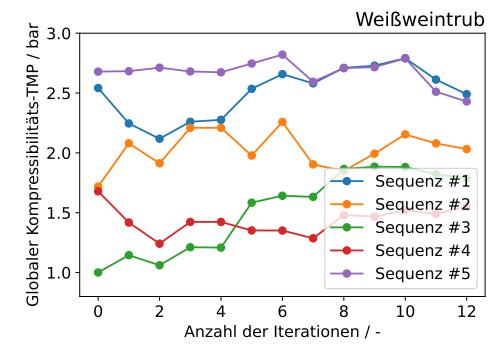
(c)



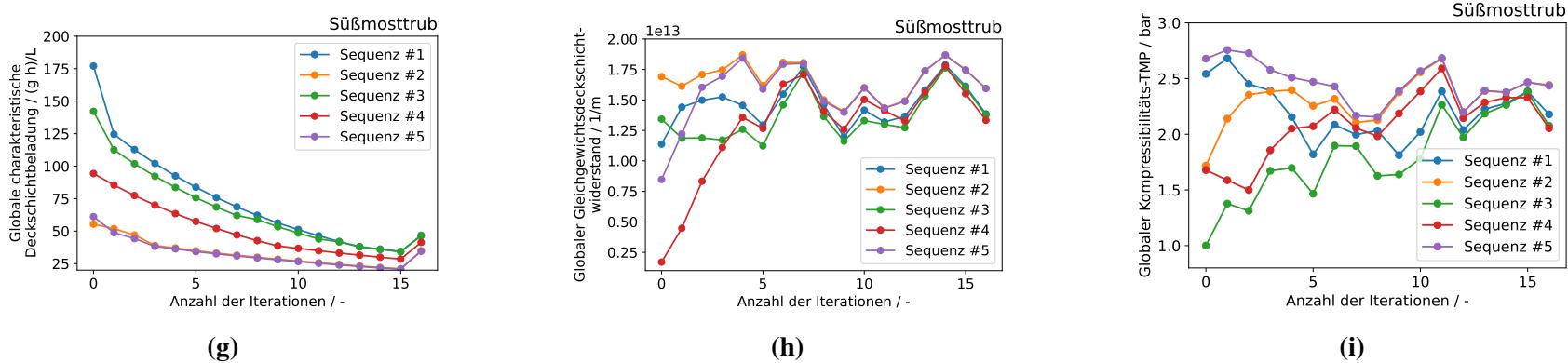
(d)



(e)



(f)



**Abbildung 6.13:** Verlauf der globalen Modellparameter beim Lernen des DT von historischen Produktionsdaten der drei Feedtypen in chronologischer Reihenfolge unter Variation der Anfangsparameterwerte. Der Deckschichtwiderstands koeffizient und der Gleichgewichtsdeckschichtwiderstand konvergieren auf einen feedtypabhangigen Zielwert. Der Kompressibilitäts-TMP konvergiert für Rotweintrub und Weißweintrub weniger deutlich innerhalb der iterierten Prozessdatenbatches, weil diese beiden Feedtypen ein weniger eindeutiges Verhalten bezüglich der Kompressibilität aufweisen.

### 6.4.5 Diskussion der Fähigkeit des Lernalgorithmus

Während der industriellen Produktionsläufe entstehen kontinuierlich neue Prozessdaten, aus denen der Lernalgorithmus Erkenntnisse über das Filtrationsverhalten des gerade prozessierten Feedstroms gewinnt und sie für die inkrementelle Verbesserung des hybriden, dynamischen Prozessmodells nutzt. Durch die inkrementelle Lerneigenschaft des Algorithmus ist kein Vorlernen des DT nötig, sodass die Möglichkeit besteht, den selbstlernenden DT auf einer neuen Prozessanlage oder mit neuen Feedströmen ohne die Durchführung von Vorversuchen zu nutzen und ab dem ersten Produktionslauf auf Basis des im DT implementierten, mechanistischen Prozesswissens eine Empfehlung für eine optimale Permeatflussrate zu bekommen, die durch die prozessdatenbasierte, inkrementelle Anpassung des Prozessmodells im Laufe des Einsatzes des DT verbessert wird.

Die mechanistische Konzeption des Algorithmus mit physikalisch erklärbaren Anpassungsparametern stellt eine hohe Transparenz des Algorithmus her und erzeugt eine effiziente, schnelle Berechnungsweise. Entsprechend passen die gelernten höheren Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstände und niedrigen charakteristischen Deckschichtbeladungen von Rotweintrub und Süßmosttrub im Vergleich zu Weißweintrub zu dem von den Prozessexpererten bekannten Filtrationsverhalten mit schneller Bildung einer undurchlässigen Deckschicht während der Produktionsläufe. Auch die geringe Kompressibilität von Süßmosttrub konnte der Algorithmus in Übereinstimmung mit dem Prozessverständnis der Anlagenbetreiber erkennen. Während der inkrementell durchgeführten Lernvorgänge ist der Vorhersagefehler über die Produktionsläufe stets gesunken bzw. die Fehlerreduktion war durchgehend positiv, sodass die Generalisierungsfähigkeit des Algorithmus auf unbekannte Daten gezeigt werden konnte. Der Lernalgorithmus ist robust und flexibel, denn nach einem Produktionslauf wird die Richtung der Anpassung der Modellparameter bestimmt anstatt eine exakte Anpassung an jeden einzelnen Produktionsprozess vorzunehmen.

Die Grenzen des Lernalgorithmus liegen bei der Verfügbarkeit von Prozessdaten. Der DT liefert zwar direkt ab seiner Implementierung Permeatflussratenvorschläge, eine belastbare Anpassung an einen neuen Feedtyp benötigt aber schätzungsweise mindestens fünf Produktionsläufe, die möglichst eine Variation der Prozessparameter und eine Variation der Feedzusammensetzung innerhalb eines Feedtyps aufweisen. Eine große Zahl von schätzungsweise über zehn Produktionsläufen kann eine Überanpassung von Modellparametern oder eine Schwankung der Anpassung von Modellparametern zufolge haben. Ausblickend wird deshalb vorgeschlagen, eine Variation der Lernrate in Abhängigkeit der prozessierten Produktionsläufe einzuführen oder eine automatische Auswahl von Produktionsläufen durch den DT zu ermöglichen, sodass cha-

## *6 Inkrementeller Lernalgorithmus*

rakteristische Produktionsläufe mit hohem Informationsgehalt für die Modellweiterentwicklung einzeln identifiziert und gezielt für das Lernen verwendet werden können.

Abschließend bleibt zu sagen, dass die spezifische Auswahl der anzupassenden Modellparameter die Verwendbarkeit des Lernalgorithmus aktuell auf den Prozess der Filtration begrenzt, für die Anwendung eines auf mechanistischem Wissen basierten, inkrementellen Lernalgorithmus in anderen verfahrenstechnischen Disziplinen ist eine Neuausrichtung des Lernalgorithmus mit Expertenwissen nötig.

# 7 Zusammenfassung und Ausblick<sup>1</sup>

Die vorliegende Abhandlung berichtet von der Einführung eines kognitiven, hybriden DT in die industrielle Anwendung zur Optimierung eines DCF-Prozesses im Weinbaubetrieb.

Den Kern des hybriden DT bildet ein mechanistisch-empirisches Prozessdynamikmodell, das aus grundlegenden Filtrationsgleichungen, Prozessexpertenvissen, historischen Prozessdaten und in Laborversuchen gewonnenen Korrelationen erstellt ist. Das Modell bildet die Steuerungstechnik des bestehenden DCF-Systems grundlegend ab und enthält die Mechanistik zur Simulation der Membranverblockung im Laufe des Filtrationsprozesses. Das Rahmenprogramm des DT wurde mit einem zyklisch durchlaufenden Algorithmus umgesetzt. Der Anlagenzustand wird beobachtet und bei Start eines Filtrationsprozesses wird der Optimierungszyklus des DT ausgeführt. Der Optimierungszyklus des DT beinhaltet die Bestimmung der aktuellen Feedkonzentration aus dem Membrandrehmoment, die Rechnung des optimalen Permeatflusssetpoints und die Anpassung des Modells im Falle einer detektierten Abweichung zum Realprozess. Die Feedkonzentration wurde durch einen Softwaresensor im Prozess ermittelt, der den Zusammenhang zwischen Drehmoment, Viskosität und Kammerkonzentration mittels mechanistisch-empirischer Korrelationen und Massenbilanzen herstellt.

Zur Berechnung des optimalen Permeatflussrateneinstellwerts im zweiten Schritt des Optimierungszyklus des DT wurden Simulationen des umfangreichen Prozessmodells unter Variation der Prozessparameter Zulaufkonzentration, Permeatflussrate und des Modellparameters Gleichgewichtsdeckschichtwiderstand durchgeführt. Die mittlere Produktivität des Gesamtprozesses wurde pro Simulation ausgewertet. Die Ergebnisse haben gezeigt, dass die Wahl von Feedkonzentration, Permeatflussrateneinstellwert und Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand letztlich bestimmt, zu welchem Zeitpunkt das Filtrationssystem den als maximal zulässig definierten TMP-Grenzwert erreicht und in den TMP-kontrollierten Betriebsmodus wechselt. Je früher der Wechsel in den TMP-kontrollierten Betriebsmodus, der durch eine stetig abnehmende Permeatflussrate gekennzeichnet ist, im Laufe des Filtrationsprozesses geschieht, desto geringer fällt die mittlere Produktivität des Gesamtprozesses aus. Die mit dem Prozessmodell

---

<sup>1</sup>Teile dieses Kapitels sind aus dem vom Autor verfassten Bericht zum Projekt „Intensivierung von Separationsprozessen in der Lebensmittelindustrie durch Digitale Zwillinge und intelligente Prozesskontrolle“ entnommen und wurden für diese Abhandlung mit Anpassungen verwendet.

## 7 Zusammenfassung und Ausblick

erzeugten, synthetischen Prozessdaten wurden zur Erstellung eines Regressionsmetamodells genutzt. Durch Ableitung der Regressionsgleichung nach der Permeatflussrate lässt sich die für eine maximale Produktivität einzustellende Permeatflussrate direkt berechnen. Die Optimierungsgleichung wurde in das Rahmenprogramm des DT implementiert.

Der dritte Schritt des Optimierungszyklus des DT ist die Modellvalidierung und -korrektur bei Bedarf während des Filtrationsprozesses. Das entwickelte Pausierungsprinzip der Prozesssimulation mit den als digitaler Schlüssel ausgewählten Prozessparametern zur eindeutigen Identifikation des Prozesszustands erlaubt das Mitrechnen des Prozessverlaufs während der realen Filtration, d. h. für die Länge jedes Optimierungsschritts des DT-Rahmenprogramms. Der mit der Simulation errechnete TMP wurde für den Vergleich mit dem TMP des laufenden Filtrationsprozesses benutzt. Im Falle einer Abweichung erfolgt eine Anpassung der Modellparameter zur Korrektur des Modells für die fortgeführte Simulation des Prozesses im nächsten Optimierungszyklus. Der Modellparameter Referenzgleichgewichtsdeckschichtwiderstand wurde bereits beim Training des Regressionsmetamodells berücksichtigt, sodass die Empfehlung des optimalen Permeatflussrateneinstellwerts auch nach Modelladaption stets auf Basis der am besten an die aktuellen Versuchsdaten angepassten Modellvariante ausgesprochen wird. Im Jahresvergleich der Filtrationskampagnen von Süßmosttrub konnte mit dem Einsatz des DT eine Produktivitätssteigerung von 15 % erzielt werden.

Nach dem Ende eines Filtrationsprozesses lernt der DT auf Basis des gerade beendeten Versuchs für zukünftige Versuche. Das Lernen geschieht durch prozentuale Verrechnung der mittleren Modellparameter, die während des Versuchs angepasst wurden. Durch das implementierte Lernverfahren kann der DT Veränderungen in den Feedmaterialien detektieren, den Filtrationsprozess versuchsübergreifend verbessern und durch die schrittweise Optimierung eines generischen Modellparametersatzes selbstständig ein Modell des individuellen Filtrationsverhaltens für neue, bisher unbekannte Feedströme entwickeln. Da der Einfluss des individuell-experimentellen Modellparametersatzes auf den global-experimentübergreifenden Modellparametersatz am Ende eines Filtrationsprozesses nur mit einem definierten Prozentsatz geschieht, ist das Lernverhalten des DT robust genug, um temporäre Anomalien bzw. Abweichungen einzelner Filtrationsbatches zu tolerieren. Der Lernalgorithmus hat während der Anwendung in den industriellen Verarbeitungskampagnen von Rotweintrub, Weißweintrub und Süßmosttrub zu einer Verbesserung der Vorhersagefähigkeit des TMP durch das Prozessmodell von über 50 % nach drei Produktionsläufen geführt.

Ausblickend auf den dargestellten Anwendungsprozess des DT wird die genauere Betrachtung der Anfiltrationsphase vor Beginn des Prozesslaufs, die aktuell durch die anfängliche Kalibrierung des Prozessmodells übergangen wird, empfohlen. Außerdem kann eine Messung

## *7 Zusammenfassung und Ausblick*

der Zulaufkonzentration im Prozess die Datenbasis des Softwaresensors erweitern. In Bezug auf den DT an sich könnte die Optimierungszielfunktion z. B. auf Ertrag und Energiebedarf erweitert werden. Ökonomische Aspekte des Einsatzes des DT könnten beleuchtet werden und die Übertragung auf andere DCF-Skalen und (Bio-)Prozesse durchgeführt werden. Der Lernalgorithmus könnte durch die Variation bzw. Optimierung der Lernrate dynamisch über die Prozessläufe verfeinert werden und die Lerneignung der einzelnen Produktionsläufe sollte prospektiv durch den DT, z. B. in Bezug auf die Erkennung von Anomalien, individuell bewertet werden.

# Literaturverzeichnis

- [1] W. S. W. Ho und K. K. Sirkar, Hrsg. *Membrane Handbook*. 1. Aufl. Springer New York, NY, 1992. ISBN: 978-0-412-98871-4. DOI: 10.1007/978-1-4615-3548-5.
- [2] J. Liderfelt und J. Royce. „Chapter 14 - Filtration Principles“. In: *Biopharmaceutical Processing*. Hrsg. von G. Jagschies, E. Lindskog, K. Łącki und P. Galliher. Elsevier, 2018, S. 279–293. DOI: 10.1016/b978-0-08-100623-8.00014-1.
- [3] A. Ibarz und G. V. Barbosa-Canovas. *Unit Operations in Food Engineering*. CRC Press, 2002. ISBN: 9780429134951. DOI: 10.1201/9781420012620.
- [4] M. Y. Jaffrin. „Dynamic Crossflow Filtration“. In: *Encyclopedia of Membrane Science and Technology*. John Wiley Sons, Ltd., 2013, S. 1–29. ISBN: 9781118522318. DOI: 10.1002/9781118522318.emst074.
- [5] M. Y. Jaffrin. „Dynamic shear-enhanced membrane filtration: A review of rotating disks, rotating membranes and vibrating systems“. In: *Journal of Membrane Science* 324.1-2 (2008), S. 7–25. DOI: 10.1016/j.memsci.2008.06.050.
- [6] M. Cheng. „Investigation of local and instantaneous pressure in a dynamic filtration module (RVF technology) to intensify industrial membrane bio-reactor (MBR)“. Diss. Université de Toulouse, 2022.
- [7] New Logic Research. *VSEP Products*. Hrsg. von New Logic Research. URL: <https://www.vsep.com/products/> (besucht am 16.10.2024).
- [8] B. Culkin. „Device and method for filtering a colloidal suspension“. US4952317A. 1989.
- [9] A. Subramani, J. DeCarolis, W. Pearce und J. G. Jacangelo. „Vibratory shear enhanced process (VSEP) for treating brackish water reverse osmosis concentrate with high silica content“. In: *Desalination* 291 (2012), S. 15–22. ISSN: 0011-9164. DOI: 10.1016/j.desal.2012.01.020.
- [10] G. Rock, P. Tittley und N. McCombie. „Plasma collection using an automated membrane device“. In: *Transfusion* 26.3 (1986), S. 269–271. ISSN: 1537-2995. DOI: 10.1046/j.1537-2995.1986.26386209385.x.

## Literaturverzeichnis

- [11] P. Ji et al. „Dynamic crossflow filtration with a rotating tubular membrane: Using centripetal force to decrease fouling by buoyant particles“. In: *Chemical Engineering Research and Design* 106 (2016), S. 101–114. DOI: 10.1016/j.cherd.2015.11.007.
- [12] Bokela GmbH. *Crossflow-Filter: konkurrenzlose Aufkonzentrierung*. Hrsg. von Bokela GmbH. URL: <https://www.bokela.com/de/bocross-dynamic> (besucht am 17.10.2024).
- [13] J. Gursch et al. „Dynamic cross-flow filtration: enhanced continuous small-scale solid-liquid separation“. In: *Drug Development and Industrial Pharmacy* 42.6 (2015), S. 977–984. DOI: 10.3109/03639045.2015.1100200.
- [14] A. Brou, L. Ding, P. Boulnois und M. Y. Jaffrin. „Dynamic microfiltration of yeast suspensions using rotating disks equipped with vanes“. In: *Journal of Membrane Science* 197.1-2 (2002), S. 269–282. DOI: 10.1016/s0376-7388(01)00642-1.
- [15] M. Cheng, C. L. Men, A. Line, P. Schmitz und L. Fillaudeau. „Investigation of instantaneous and local transmembrane pressure in rotating and vibrating filtration (RVF) module: Comparison of three impellers“. In: *Separation and Purification Technology* 280 (2022), S. 119827. DOI: 10.1016/j.seppur.2021.119827.
- [16] novoflow GmbH. *novoflow® Dynamische Cross Flow Filtrationsanlagen*. Hrsg. von novoflow GmbH. URL: <https://novoflow.de/cross-flow-filtration/mas-sgeschneiderte-filtrationsanlagen/novoflow-dynamische-cross-flow-filtrationsanlagen> (besucht am 18.10.2024).
- [17] Andritz AG. *Dynamic crossflow filter DCF*. URL: <https://www.andritz.com/products-en/separation/disc-drum-filters/kraus-maffei-dcf-dynamic-crossflow-filter> (besucht am 03.10.2024).
- [18] J. Schäfer et al. „Concentration of skim milk by means of dynamic filtration using overlapping rotating ceramic membrane disks“. In: *International Dairy Journal* 78 (2018), S. 11–19. DOI: 10.1016/j.idairyj.2017.10.004.
- [19] J. Schäfer et al. „Calcium reduced skim milk retentates obtained by means of microfiltration“. In: *Journal of Food Engineering* 247 (2019), S. 168–177. DOI: 10.1016/j.jfoodeng.2018.11.016.
- [20] Y. El Rayess et al. „Cross-flow microfiltration applied to oenology: A review“. In: *Journal of Membrane Science* 382.1-2 (2011), S. 1–19. DOI: 10.1016/j.memsci.2011.08.008.

## Literaturverzeichnis

- [21] A. Mierczynska-Vasilev und P. A. Smith. „Current state of knowledge and challenges in wine clarification. Knowledge and challenges in wine clarification“. In: *Australian Journal of Grape and Wine Research* 21 (2015), S. 615–626. ISSN: 1322-7130. DOI: 10.1111/ajgw.12198.
- [22] B. Boissier, F. Lutin, M. Moutounet und A. Vernhet. „Particles deposition during the cross-flow microfiltration of red wines—incidence of the hydrodynamic conditions and of the yeast to fines ratio“. In: *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 47.3 (2008), S. 276–286. DOI: 10.1016/j.cep.2007.01.027.
- [23] Y. El Rayess et al. „Analysis of membrane fouling during cross-flow microfiltration of wine“. In: *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 16 (2012), S. 398–408. DOI: 10.1016/j.ifset.2012.09.002.
- [24] L. Guerrini et al. „Cross-flow filtration of lees grape juice for non-aromatic white wine production: a case study on an Italian PDO“. In: *European Food Research and Technology* 245.12 (2019), S. 2697–2703. ISSN: 1438-2385. DOI: 10.1007/s00217-019-03382-1.
- [25] K. Matsumoto, S. Katsuyama und H. Ohya. „Separation of yeast by cross-flow filtration with backwashing“. In: *Journal of Fermentation Technology* 65.1 (1987), S. 77–83. DOI: 10.1016/0385-6380(87)90068-9.
- [26] Y. El Rayess et al. „Wine clarification with Rotating and Vibrating Filtration (RVF): Investigation of the impact of membrane material, wine composition and operating conditions“. In: *Journal of Membrane Science* 513 (2016), S. 47–57. DOI: 10.1016/j.memsci.2016.03.058.
- [27] V. Rajamanickam et al. „About Model Validation in Bioprocessing“. In: *Processes* 9.6 (2021), S. 961. ISSN: 2227-9717. DOI: 10.3390/pr9060961.
- [28] W. Sommeregger et al. „Quality by control: Towards model predictive control of mammalian cell culture bioprocesses“. In: *Biotechnology Journal* 12.7 (2017), S. 1600546. DOI: 10.1002/biot.201600546.
- [29] H. Narayanan et al. „Bioprocessing in the Digital Age: The Role of Process Models“. In: *Biotechnology Journal* 15.1 (2019), S. 1900172. DOI: 10.1002/biot.201900172.
- [30] J. Sansana et al. „Recent trends on hybrid modeling for Industry 4.0“. In: *Computers & Chemical Engineering* 151 (2021), S. 107365. ISSN: 0098-1354. DOI: 10.1016/j.compchemeng.2021.107365.
- [31] R. B. Bird, W. E. Stewart und E. N. Lightfoot. *Transport phenomena*. Repr. New York [u.a.]: Wiley, 1976. 780 S. ISBN: 047107392X.

## Literaturverzeichnis

- [32] J. Schubert, R. Simutis, M. Dors, I. Havlik und A. Lübbert. „Bioprocess optimization and control: Application of hybrid modelling“. In: 35 (1994), S. 51–68. ISSN: 0168-1656. DOI: 10.1016/0168-1656(94)90189-9.
- [33] M. L. Thompson und M. A. Kramer. „Modeling chemical processes using prior knowledge and neural networks“. In: *AICHE Journal* 40.8 (1994), S. 1328–1340. DOI: 10.1002/aic.690400806.
- [34] H. J. L. van Can, C. Hellinga, K. C. A. M. Luyben, J. J. Heijnen und H. A. B. T. Braake. „Strategy for dynamic process modeling based on neural networks in macroscopic balances“. In: *AICHE Journal* 42.12 (1996), S. 3403–3418. DOI: 10.1002/aic.690421211.
- [35] M. von Stosch, R. Oliveira, J. Peres und S. F. de Azevedo. „Hybrid semi-parametric modeling in process systems engineering: Past, present and future“. In: *Computers & Chemical Engineering* 60 (2014), S. 86–101. DOI: 10.1016/j.compchemeng.2013.08.008.
- [36] A. M. Schweidtmann, D. Zhang und M. von Stosch. „A review and perspective on hybrid modeling methodologies“. In: *Digital Chemical Engineering* 10 (2024), S. 100136. ISSN: 2772-5081. DOI: 10.1016/j.dche.2023.100136.
- [37] F. Wittkopp et al. „Current state of implementation of in silico tools in the biopharmaceutical industry—Proceedings of the 5th modeling workshop“. In: *Biotechnology and Bioengineering* (2024). ISSN: 1097-0290. DOI: 10.1002/bit.28768.
- [38] R. Ghidossi, D. Veyret und P. Moulin. „Computational fluid dynamics applied to membranes: State of the art and opportunities“. In: *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 45.6 (2006), S. 437–454. DOI: 10.1016/j.cep.2005.11.002.
- [39] V. Nassehi. „Modelling of combined Navier–Stokes and Darcy flows in crossflow membrane filtration“. In: *Chemical Engineering Science* 53.6 (1998), S. 1253–1265. ISSN: 0009-2509. DOI: 10.1016/s0009-2509(97)00443-0.
- [40] A. R. Rajabzadeh, C. Moresoli und B. Marcos. „Fouling behavior of electroacidified soy protein extracts during cross-flow ultrafiltration using dynamic reversible–irreversible fouling resistances and CFD modeling“. In: 361 (2010), S. 191–205. ISSN: 0376-7388. DOI: 10.1016/j.memsci.2010.05.057.
- [41] P. Schausberger, N. Norazman, H. Li, V. Chen und A. Friedl. „Simulation of protein ultrafiltration using CFD: Comparison of concentration polarisation and fouling effects with filtration and protein adsorption experiments“. In: 337 (2009), S. 1–8. ISSN: 0376-7388. DOI: 10.1016/j.memsci.2009.03.022.

## Literaturverzeichnis

- [42] Z. Rizki, R. Ravesloot, R. van Beckhoven und M. Ottens. „Model-based optimization of multistage ultrafiltration/diafiltration for recovery of canola protein“. In: *Food and Bioproducts Processing* 140 (2023), S. 212–229. DOI: 10.1016/j.fbp.2023.06.007.
- [43] C.-C. Ho und A. L. Zydny. „A Combined Pore Blockage and Cake Filtration Model for Protein Fouling during Microfiltration“. In: *Journal of Colloid and Interface Science* 232.2 (2000), S. 389–399. ISSN: 0021-9797. DOI: 10.1006/jcis.2000.7231.
- [44] T. Furukawa, K. Kokubo, K. Nakamura und K. Matsumoto. „Modeling of the permeate flux decline during MF and UF cross-flow filtration of soy sauce lees“. In: *Journal of Membrane Science* 322.2 (2008), S. 491–502. DOI: 10.1016/j.memsci.2008.05.068.
- [45] S. M. Pirrung et al. „Model-based optimization of integrated purification sequences for biopharmaceuticals“. In: *Chemical Engineering Science: X* 3 (2019), S. 100025. DOI: 10.1016/j.cesx.2019.100025.
- [46] F. Rischawy et al. „Connected mechanistic process modeling to predict a commercial biopharmaceutical downstream process“. In: *Computers & Chemical Engineering* 176 (2023), S. 108292. ISSN: 0098-1354. DOI: 10.1016/j.compchemeng.2023.108292.
- [47] C. Torras, J. Pallarès, R. Garcia-Valls und M. Y. Jaffrin. „CFD simulation of a rotating disk flat membrane module“. In: *Desalination* 200.1-3 (2006), S. 453–455. DOI: 10.1016/j.desal.2006.03.365.
- [48] C. Torras, J. Pallares, R. Garcia-Valls und M. Y. Jaffrin. „Numerical simulation of the flow in a rotating disk filtration module“. In: *Desalination* 235.1-3 (2009), S. 122–138. DOI: 10.1016/j.desal.2008.02.006.
- [49] D. Sarkar und C. Bhattacharjee. „Modeling and analytical simulation of rotating disk ultrafiltration module“. In: *Journal of Membrane Science* 320.1-2 (2008), S. 344–355. DOI: 10.1016/j.memsci.2008.04.015.
- [50] C. A. Serra und M. R. Wiesner. „A comparison of rotating and stationary membrane disk filters using computational fluid dynamics“. In: *Journal of Membrane Science* 165.1 (2000), S. 19–29. DOI: 10.1016/s0376-7388(99)00219-7.
- [51] H. S. Marke, M. P. Breil, E. B. Hansen, M. Pinelo und U. Krühne. „Investigation of the velocity factor in a rotational dynamic microfiltration system“. In: *Separation and Purification Technology* 220 (2019), S. 69–77. ISSN: 1383-5866. DOI: 10.1016/j.seppur.2019.03.012.
- [52] H. S. Marke, E. B. Hansen, M. P. Breil, M. Pinelo und U. Krühne. „Forsøgsdesign til dynamisk roterende filtrering optimeret med CFD“. In: *Dansk Kemi* 100.1 (2019).

## Literaturverzeichnis

- [53] H. S. Marke. „Modelling of Dynamic Microfiltration for Application in Biotechnology“. Diss. Technical University of Denmark, 2020.
- [54] H. S. Marke, M. P. Breil, E. B. Hansen, M. Pinelo und U. Krühne. „Cake resistance in rotational dynamic filtration: Determination and modeling“. In: *Separation and Purification Technology* 250 (2020), S. 117100. DOI: 10.1016/j.seppur.2020.117100.
- [55] E. Piron, E. Latrille und F. René. „Application of artificial neural networks for crossflow microfiltration modelling: ‘black-box’ and semi-physical approaches“. In: *Computers & Chemical Engineering* 21.9 (1997), S. 1021–1030. DOI: 10.1016/s0098-1354(96)00332-8.
- [56] M. Krippl, A. Dürauer und M. Duerkop. „Hybrid modeling of cross-flow filtration: Predicting the flux evolution and duration of ultrafiltration processes“. In: *Separation and Purification Technology* 248 (2020), S. 117064. DOI: 10.1016/j.seppur.2020.117064.
- [57] M. Krippl, I. Bofarull-Manzano, M. Duerkop und A. Dürauer. „Hybrid Modeling for Simultaneous Prediction of Flux, Rejection Factor and Concentration in Two-Component Crossflow Ultrafiltration“. In: *Processes* 8.12 (2020), S. 1625. DOI: 10.3390/pr8121625.
- [58] M. Krippl, T. Kargl, M. Duerkop und A. Dürauer. „Hybrid modeling reduces experimental effort to predict performance of serial and parallel single-pass tangential flow filtration“. In: *Separation and Purification Technology* 276 (2021), S. 119277. DOI: 10.1016/j.seppur.2021.119277.
- [59] C. M. Chew, M. K. Aroua und M. A. Hussain. „A practical hybrid modelling approach for the prediction of potential fouling parameters in ultrafiltration membrane water treatment plant“. In: *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 45 (2017), S. 145–155. DOI: 10.1016/j.jiec.2016.09.017.
- [60] V. H. G. Díaz, O. A. Prado-Rubio, M. J. Willis und M. von Stosch. „Dynamic hybrid model for ultrafiltration membrane processes“. In: *Computer Aided Chemical Engineering*. Elsevier, 2017, S. 193–198. DOI: 10.1016/b978-0-444-63965-3.50034-9.
- [61] M. Cabassud, N. Delgrange-Vincent, C. Cabassud, L. Durand-Bourlier und J. M. Lainé. „Neural networks: a tool to improve UF plant productivity“. In: *Desalination* 145.1-3 (2002), S. 223–231. DOI: 10.1016/s0011-9164(02)00416-2.

## Literaturverzeichnis

- [62] C. Niu, X. Li, R. Dai und Z. Wang. „Artificial intelligence-incorporated membrane fouling prediction for membrane-based processes in the past 20 years: A critical review“. In: *Water Research* 216 (2022), S. 118299. ISSN: 0043-1354. DOI: 10.1016/j.watres.2022.118299.
- [63] M. Asghari, A. Dashti, M. Rezakazemi, E. Jokar und H. Halakoei. „Application of neural networks in membrane separation“. In: *Reviews in Chemical Engineering* 36.2 (2020), S. 265–310. DOI: 10.1515/revce-2018-0011.
- [64] M. Bagheri, A. Akbari und S. A. Mirbagheri. „Advanced control of membrane fouling in filtration systems using artificial intelligence and machine learning techniques: A critical review“. In: *Process Safety and Environmental Protection* 123 (2019), S. 229–252. DOI: 10.1016/j.psep.2019.01.013.
- [65] S. Ripperger. „Berechnungsansätze zur Crossflow-Filtration“. In: *Chemie Ingenieur Technik* 65.5 (1993), S. 533–540. DOI: 10.1002/cite.330650506.
- [66] R. H. Davis. „Modeling of Fouling of Crossflow Microfiltration Membranes“. In: *Separation and Purification Methods* 21.2 (1992), S. 75–126. DOI: 10.1080/03602549208021420.
- [67] S. Ghandehari, M. M. Montazer-Rahmati und M. Asghari. „A comparison between semi-theoretical and empirical modeling of cross-flow microfiltration using ANN“. In: *Desalination* 277.1-3 (2011), S. 348–355. DOI: 10.1016/j.desal.2011.04.057.
- [68] Q.-F. Liu und S.-H. Kim. „Evaluation of membrane fouling models based on bench-scale experiments: A comparison between constant flowrate blocking laws and artificial neural network (ANNs) model“. In: 310 (2008), S. 393–401. ISSN: 0376-7388. DOI: 10.1016/j.memsci.2007.11.020.
- [69] M. Krüger et al. „Forecasting Membrane Fouling in Filtration Processes using Univariate Data-Driven Models“. In: *2023 IEEE 19th International Conference on Automation Science and Engineering (CASE)*. IEEE, 2023. DOI: 10.1109/case56687.2023.10260505.
- [70] M. Franzreb, E. Muller und J. Vajda. „Cost estimation for protein a chromatography: An in silico approach to mab purification strategy“. In: *BioProcess International* 12.9 (2014). ISSN: 15426319.
- [71] F. Michalopoulou und M. M. Papathanasiou. „Assessment of data-driven modeling approaches for chromatographic separation processes“. In: *AICHE Journal* (2024). ISSN: 1547-5905. DOI: 10.1002/aic.18600.

## Literaturverzeichnis

- [72] R. Jin, W. Chen und T. Simpson. „Comparative studies of metamodeling techniques under multiple modelling criteria“. In: *Structural and Multidisciplinary Optimization* 23.1 (2001), S. 1–13. ISSN: 1615-1488. DOI: 10.1007/s00158-001-0160-4.
- [73] C. Hutter, M. von Stosch, M. N. Cruz Bournazou und A. Butté. „Knowledge transfer across cell lines using hybrid Gaussian process models with entity embedding vectors“. In: *Biotechnology and Bioengineering* 118.11 (2021), S. 4389–4401. ISSN: 1097-0290. DOI: 10.1002/bit.27907.
- [74] S. Kay, H. Kay, A. W. Rogers und D. Zhang. „Integrating hybrid modelling and transfer learning for new bioprocess predictive modelling“. In: *33rd European Symposium on Computer Aided Process Engineering*. Elsevier, 2023, S. 2595–2600. ISBN: 9780443152740. DOI: 10.1016/b978-0-443-15274-0.50412-1.
- [75] L. M. Helleckes et al. „Novel calibration design improves knowledge transfer across products for the characterization of pharmaceutical bioprocesses“. In: *Biotechnology Journal* 19.7 (2024). ISSN: 1860-7314. DOI: 10.1002/biot.202400080.
- [76] A. Chefrour. „Incremental supervised learning: algorithms and applications in pattern recognition“. In: *Evolutionary Intelligence* 12.2 (2019), S. 97–112. ISSN: 1864-5917. DOI: 10.1007/s12065-019-00203-y.
- [77] J. Read, A. Bifet, B. Pfahringer und G. Holmes. „Batch-Incremental versus Instance-Incremental Learning in Dynamic and Evolving Data“. In: *Lecture Notes in Computer Science*. Springer Berlin Heidelberg, 2012, S. 313–323. ISBN: 9783642341564. DOI: 10.1007/978-3-642-34156-4\_29.
- [78] M. Grieves. „Completing the cycle: Using plm information in the sales and service functions [slides]“. In: *SME Management Forum*. SME Forum, 2002.
- [79] R. Rosen, G. von Wichert, G. Lo und K. D. Bettenhausen. „About The Importance of Autonomy and Digital Twins for the Future of Manufacturing“. In: *IFAC-PapersOnLine* 48.3 (2015), S. 567–572. ISSN: 2405-8963. DOI: 10.1016/j.ifacol.2015.06.141.
- [80] B. Vogel-Heuser und D. Hess. „Guest Editorial Industry 4.0–Prerequisites and Visions“. In: *IEEE Transactions on Automation Science and Engineering* 13.2 (2016), S. 411–413. DOI: 10.1109/tase.2016.2523639.
- [81] B. Ashtari Talkhestani et al. „An architecture of an Intelligent Digital Twin in a Cyber-Physical Production System“. In: *at - Automatisierungstechnik* 67.9 (2019), S. 762–782. DOI: 10.1515/auto-2019-0039.

## Literaturverzeichnis

- [82] M. Klein et al. „Architektur und Technologiekomponenten eines digitalen Zwillings“. In: *Automation 2019*. VDI Verlag, 2019, S. 89–102. DOI: 10.51202/9783181023518-89.
- [83] C. Herwig, R. Pörtner und J. Möller, Hrsg. *Digital Twins*. Springer International Publishing, 2021. DOI: 10.1007/978-3-030-71660-8.
- [84] C. Herwig, R. Pörtner und J. Möller, Hrsg. *Digital Twins: Applications to the Design and Optimization of Bioprocesses*. Springer International Publishing, 2021. ISBN: 9783030716561. DOI: 10.1007/978-3-030-71656-1.
- [85] Y. Chen et al. „Digital Twins in Pharmaceutical and Biopharmaceutical Manufacturing: A Literature Review“. In: *Processes* 8.9 (2020), S. 1088. DOI: 10.3390/pr8091088.
- [86] W. Kritzinger, M. Karner, G. Traar, J. Henjes und W. Sihn. „Digital Twin in manufacturing: A categorical literature review and classification“. In: *IFAC-PapersOnLine* 51.11 (2018), S. 1016–1022. DOI: 10.1016/j.ifacol.2018.08.474.
- [87] I. A. Udugama et al. „Digital Twin in biomanufacturing: challenges and opportunities towards its implementation“. In: *Systems Microbiology and Biomanufacturing* 1.3 (2021), S. 257–274. ISSN: 2662-7663. DOI: 10.1007/s43393-021-00024-0.
- [88] M. Kannapinn, M. K. Pham und M. Schäfer. „Physics-based digital twins for autonomous thermal food processing: Efficient, non-intrusive reduced-order modeling“. In: *Innovative Food Science Emerging Technologies* 81 (2022), S. 103143. ISSN: 1466-8564. DOI: 10.1016/j.ifset.2022.103143.
- [89] J. Tebbe et al. „Holistic optimization of a dynamic cross-flow filtration process towards a cyber-physical system“. In: *2023 IEEE 21st International Conference on Industrial Informatics (INDIN)*. IEEE, 2023. DOI: 10.1109/indin51400.2023.10217913.
- [90] C. Müller et al. „Self-driving development of perfusion processes for monoclonal antibody production“. In: *bioRxiv* (2024). DOI: 10.1101/2024.09.03.610922.
- [91] C. Truong, L. Oudre und N. Vayatis. „Selective review of offline change point detection methods“. In: *Signal Processing* 167 (2020), S. 107299. ISSN: 0165-1684. DOI: 10.1016/j.sigpro.2019.107299.