Prospektive Qualitätssicherung bei der technischen Saccharosegewinnung

von Diplom-Ingenieurin
Andrea Sixt
aus Berlin

von der Fakultät III – Prozesswissenschaften
der Technischen Universität Berlin
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktorin der Ingenieurwissenschaften
- Dr.-Ing. -

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuss:

Vorsitzender:	Prof. Dr. rer. nat. Frank Behrendt
Gutachter:	Prof. Dr. sc. techn. Lutz-Günther Fleischer
Gutachter:	Prof. Dr.-Ing. Werner Mauch

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 18.04.2005

Berlin 2005
D 83

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin an der Fakultät für Prozesswissenschaften, Fachgebiet Lebensmittelverfahrenstechnik, der Technischen Universität Berlin.

Mein besonderer Dank gilt Herrn *Prof. Dr. L.-G. Fleischer* für die stete Bereitschaft zu fachlicher Diskussion und für die grenzenlose Unterstützung. Herrn *Prof. Dr. W. Mauch* danke ich für die freundliche Übernahme des Koreferats und für die schnelle Durchsicht der Arbeit. Herrn *Prof. Dr. F. Behrendt* sei für die Übernahme des Vorsitzes der Prüfungskommission gedankt.

Den Kollegen im Berliner Zuckerinstitut möchte ich für die gute Zusammenarbeit und das angenehme Arbeitsklima danken. Insbesondere sei Herrn *PD Dr. R. Schick* für die zuverlässige Betreuung bei der Durchführung der Arbeit und für die permanente Bereitschaft zu fachlichen Diskussionen gedankt. Herrn *Dipl.-Ing. H. Rudolph* und Herrn *Dipl.-Ing. K. Ruprecht* sowie Herrn *Dr. M. Elahi* danke ich für die anregenden Diskussionen und für ihre Hilfsbereitschaft. Herrn *Prof. Dr. E. Manzke* und Herrn *PD Dr. P.-V. Schmidt* gilt mein Dank für die stete Unterstützung in fachlichen Fragen.

Ganz besonders herzlich bedanke ich mich bei Frau *Dipl.-Bibl. A. Scheuermann* und Frau *B. Perschmann* sowohl für die stets bereitwillige Hilfe in Literaturfragen als auch für die vielen schönen Stunden als Gegenpol zu meiner Arbeit sowie für die zuverlässige, unentbehrliche Beratung und Unterstützung in allen Situationen, die für mich unglaublich wichtig waren und mir großen Rückhalt gegeben haben.

Ermöglicht wurde diese Arbeit durch die finanzielle Unterstützung der *Südzucker AG*. Herrn *Dipl.-Ing. G. Witte* danke ich für die Überlassung des interessanten Themas und die hervorragende Betreuung während der gesamten Dissertationszeit. Ihm und seiner Frau *D. Witte* sei ebenfalls für die vielen ermutigenden Worte gedankt und ganz besonders für die stete Erinnerung, dass es auch noch zahlreiche andere wichtige Dinge im Leben gibt. Herrn *Dr. H. König* danke ich vielmals für die hilfreichen Anregungen zur Gestaltung der Arbeit. Besonders bedanke ich mich bei den Mitarbeitern der *Zuckerfabrik Brottewitz*, die mich während der großtechnischen Untersuchungen in den Kampagnen 2002 bis 2004 unterstützten, für eine allzeit hervorragende Zusammenarbeit. Insbesondere danke ich Herrn *Dipl.-Ing. H. Wiesner*, Herrn *Dipl.-Ing. B. Hübscher* und Frau *A. Mahler* für die große Unterstützung.

Ich danke meinen Freunden für den moralischen Beistand. Mein ganz besonderer Dank gilt meinen Eltern, die mich auf vielfältigste Weise unterstützt haben und mir somit diese Arbeit ermöglichten.

Abstract

Ziel dieser Arbeit ist es, die Schwankung der Zuckerqualität mit Hilfe technologischer Maßnahmen zu verringern. Dafür wurde ein **dynamisches Zuckerhaus-Prozessmodell** entwickelt und validiert, mit dem auf der Grundlage naturwissenschaftlich begründeter Gleichungen die Weißzuckerfarbe vorausberechnet werden kann. Die aus der Literatur bekannten Prozessmodelle für die Zuckerindustrie sind entweder statisch oder berücksichtigen lediglich einen einzigen Teilprozess bzw. arbeiten mit empirischen Ansätzen. Außerdem wurden bisher keine prospektiven Simulationen durchgeführt. Die Größen Wasser, gelöste und kristalline Saccharose, Nichtsaccharose und die Farbmasse werden in Differentialgleichungen bilanziert. Grundlage ist eine Massebilanz, an die eine Farbbilanz gekoppelt ist. Das Modell stimmt sehr gut mit dem realen Prozess überein.

Im Zuge der Prozessmodellierung wurden **drei Zentrifugenmodelle** vorgestellt und diskutiert: ein (dynamisches) deterministisches Modell, bei dem eine Zentrifugalfiltration berechnet wird, ein (statischer) empirischer Ansatz und ein künstliches neuronales Netz. Bei der Zentrifugation handelt es sich um einen besonders wichtigen Verfahrensschritt, der die Zuckerqualität vielfältig beeinflusst. Die zahlreichen Einflussgrößen sind bisher noch in keinen mathematischen Zusammenhang gebracht worden. Die Modellierung der Zentrifuge als neuronales Netz führte zum besten Ergebnis.

Beim **Simulationsstart** liest das Modell aus dem Management Information System (MIS) die erforderlichen Informationen aus. Somit kann die Simulation zu jedem beliebigen Zeitpunkt gestartet werden. Nach der **Validierung** wurden die Simulationen im Zeitraffer durchgeführt. Auf diese Weise ist es möglich, die Weißzuckerqualität kontinuierlich vorauszuberechnen und die Prozesse vorausschauend zu steuern. Die Auswirkungen von Störungen werden sofort sichtbar und eine Korrektur kann rechtzeitig erfolgen. Die Qualitätsschwankung kann somit verringert werden. Die Simulation wird alle 2 min neu gestartet. Bei jedem Neustart wird das Modell zunächst anhand der Informationen aus dem MIS initialisiert, so dass Änderungen der Prozessdaten spätestens 2 min danach vom Modell erkannt und für die Vorausberechnung berücksichtigt werden. Die **prospektiv berechnete Weißzuckerfarbe** wird **an das MIS übergeben**, so dass dort ein Trend entsteht, der dem Bedienpersonal als Entscheidungshilfe dient. Darüber hinaus wird der Merkmalsverlauf mit Hilfe **Statistischer Prozessführung** (SPC) ausgewertet. Es wurden geeignete statistische Regeln gewählt.

Abstract

The objective of this thesis is to reduce the variability of white sugar quality by technological measures. Therefore a **dynamic sugar house process model** has been developed and validated. The quality of white sugar can be precalculated with the help of scientifically based equations. The process models for the sugar industry found in the literature are either static, only valid for a single part of the process, or involve empirical approaches. Furthermore, prospective simulations have not yet been carried out. The variables water, soluted and crystalline sucrose, non-sucrose and "colour mass" (= the product from the dry substance mass and the colour index) are balanced in differential equations. This calculation is based on a mass balance that is combined with a colour balance. The model corresponds very well to the real process.

In the course of process modelling, **three centrifugal models** have been presented and discussed: a (dynamic) deterministic one, calculating a centrifugal filtration, a (static) empirical one, and an artificial neural network. Centrifugation is an especially important process step that influences the sugar quality in many various ways. The numerous influences have not previously been expressed in a mathematical relation. Modeling by a neural network brought the best result. The white sugar colour can be calculated by the centrifugal model from the amount of wash water and wash syrup, the magma colour, the crystal content, and the filling degree of the centrifuge.

When the **simulation** is **started**, the necessary data are read from the Management Information System (MIS) of the factory. This way the simulation can be started at any moment. After the **validation**, the simulation was run faster than in real-time. This way it is possible to precalculate the white sugar colour continuously and to keep prospective problems from occurring. The effects of technical defects are recognized immediately and a correction can be made in time, so the variability of the quality can be reduced. The simulation is started every two minutes. At every new start, the model is initialized by the data from the MIS so that changes in the process data are recognized by the model at least two minutes afterwards and are considered for the precalculation. The **prospectively calculated white sugar colour is led to the MIS** so that a trend exists that helps the user decide when and how to change the process. Moreover the trend of the precalculated white sugar colour is evaluated by **Statistical Process Control** (SPC). In this work useful statistical rules have been chosen.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung und Aufgabenstellung 1

2. Erkenntnisstand 3

2.1 Farbstoffe im Prozess der Zuckergewinnung und deren Einfluss auf die Zuckerqualität 3

2.1.1 Farbbildung während der Zuckergewinnung 3

2.1.2 Farbe der Zuckerkristalle 5

2.1.3 Zentrifugation 10

2.1.3.1 Einsatz der Wasserdecke 14

2.1.3.2 Einsatz der Kläredecke 18

2.1.4 Automatisierte Farbmessung 19

2.1.5 Farbbilanzen 21

2.2 Modellbildung 23

2.2.1 Lebensmittelspezifische Beispiele zur Anwendung von Prozessmodellen 27

2.2.2 Modelle für die Zuckerindustrie 29

2.2.2.1 Statische Modelle 29

2.2.2.2 Dynamische Modelle 35

2.3 Statistische Prozessführung (SPC) 37

2.3.1 Regelkartentechnik 38

2.3.2 SPC zur Prozesssteuerung 42

2.3.3 Besonderheiten der chemischen und artverwandten Industrie 45

3. Dynamisches Zuckerhaus-Prozessmodell 47

3.1 Massebilanzen 48

3.2 Farbbilanz 50

3.3 Stoffübergang 51

3.4 Zusammenfassung: Dynamisches Zuckerhaus-Prozessmodell 58

4. Teilmodelle des Zuckerhaus-Prozessmodells 59
4.1 Einzugsbehälter 59
4.2 Kristallisatoren 60
4.2.1 Verdampfungskristallisatoren 61
4.2.2 Kühlungskristallisatoren 65
4.2.2.1 Diskontinuierlicher Vorlagekristallisat-Kristallisator 65
4.2.2.2 Kühlmaischen 66
4.3 Ausfüllmaischen 68
4.4 Zentrifugen 68
4.5 Zuckerauflösebehälter zur Kläreherstellung 69
4.6 Zusammenfassung: Teilmodelle des Zuckerhaus-Prozessmodells 70

5. Modellierung der Zentrifugen 73
5.1 Verfahrenstechnisches Modell 73
5.1.1 Zentrifugalfiltration 74
5.1.1.1 Sauter-Durchmesser 77
5.1.1.2 Porosität 78
5.1.2 Zentrifugensteuerung 80
5.1.3 Vollständiges Zentrifugenmodell 83
5.2 Empirisches Modell 84
5.2.1 Herleitung 84
5.2.2 Simulationen mit dem empirischen Zentrifugenmodell 95
5.2.2.1 Einfluss des Deckwassers und des Füllgrads 95
5.2.2.2 Einfluss der Magmafarbe 97
5.2.2.3 Einfluss der Deckkläre 97
5.3 Neuronales Netz 101
5.3.1 Grundlagen 102
5.3.2 Netzwerkstruktur 103
5.3.3 Lernalgorithmus 107
5.3.4 Modellierung der Zentrifuge als neuronales Netz 108
5.4 Zusammenfassung: Modellierung der Zentrifugen 110

6. Simulation mit dem Prozessmodell 113
6.1 Initialisierung 113
6.2 Validierung 114
6.3 Simulation 124
6.3.1 Zuckerhaussteuerung 124
6.3.2 Funktionsweise 125
6.3.3 Anpassung an das Werk A 126
6.4 Vorausberechnung der WZ-2-Farbe 129
6.5 Statistische Prozessführung (SPC) im Werk A 138
6.6 Zusammenfassung: Simulation mit dem Prozessmodell 141

7. Zusammenfassung 143

8. Anhang 147

9. Zuckertechnisches Glossar 153

10. Formelzeichen und Indizes 155

11. Abbildungen und Tabellen 159

12. Literaturverzeichnis 165

1. Einleitung und Aufgabenstellung

Nach der EU-Zuckermarktordnung für weißen Kristallzucker gilt die Farbe des Weißzuckers in Lösung neben der Farbtype und dem Aschegehalt als einer der drei wichtigsten Parameter zur Beurteilung der **Weißzuckerqualität**, der gleichzeitig am schwierigsten einzuhalten ist. Im Sinne einer angestrebten Qualitätsstabilisierung muss der Einhaltung der Spezifikationsgrenzen der Farbe in Lösung während der Zuckergewinnung daher besondere Aufmerksamkeit geschenkt werden. Um einen ausreichenden Sicherheitsabstand zum gesetzlich bzw. vom Kunden vorgeschriebenen Grenzwert zu gewährleisten, wird ein bestimmter, werkspezifischer Vorgabewert definiert, dessen Höhe abhängig von der Schwankungsbreite der Zuckerqualität ist. Ist sie geringer, kann der angestrebte Vorgabewert entsprechend erhöht werden, was insbesondere aus wirtschaftlicher Sicht von Interesse ist.

Die Kristallisation ist für Zucker ein effektives Reinigungsverfahren. Die Gesetzmäßigkeiten sind jedoch kompliziert, besonders in unreinen Lösungen. Die Geschwindigkeit, mit der heutzutage produziert werden muss, kann die Qualität beeinträchtigen. Bisher erfolgt die **Prozesskontrolle** während der Zuckergewinnung anhand von Labormessungen. Diese sind zeitaufwendig und meist erst verfügbar, wenn der Zucker bereits zum Silo transportiert wird. Die Prozesskontrolle mittels Labormessungen beruht nicht auf den aktuellen Messwerten des momentanen Produktstatus. Als Konsequenz muss der Zucker mit Farbwerten oberhalb der Spezifikationsgrenzen wieder aufgelöst und erneut kristallisiert werden, was erhebliche Kosten verursacht. Wünschenswert wäre eine prospektive Methode der Endprodukt-Qualitätskontrolle, die es erlaubt, die Zuckerqualität vorausschauend zu beurteilen. Anstelle nachträglich in den Prozess einzugreifen, sollte dieser rechtzeitig über geeignete technologische Maßnahmen korrigiert werden. Einzelnen Teilprozessen kommt wegen ihrer Komplexität und zum Teil auch der fehlenden Kenntnisse der Zusammenhänge eine besonders große Aufmerksamkeit zu. So sind der Kristallisationsprozess und die Zentrifugation die wichtigsten Prozesse, da sie gleichzeitig auch den größten Einfluss auf die Weißzuckerfarbe besitzen. Automatische Eingriffe in den Prozess sind aufgrund der Fülle der

dabei berücksichtigten Informationen zuverlässiger als manuelle. Sie setzen jedoch online verfügbare Entscheidungskriterien voraus.

Zur Verringerung der Schwankung der Zuckerqualität über vorausschauende technologische Maßnahmen sind daher folgende Aufgaben zu erfüllen:

- Es ist ein Zuckerhaus-Prozessmodell am konkreten Beispiel des Werks A zu erstellen, in dem insbesondere eine Farbbilanzierung auf naturwissenschaftlicher Grundlage zu erfolgen hat.
- Steuerungen und Regelungen sind analog dem realen Prozess zu gestalten bzw. gegebenenfalls in das Modell zu implementieren.
- Soweit technologisch erforderlich, können bewährte Steuerungskonzepte aus anderen Werken in das Werk A übertragen werden.
- Nach der Validierung des Prozessmodells ist ein geeignetes Verfahren zur vorausschauenden Qualitätsbeurteilung zu entwickeln.
- Dabei ist die Bereitstellung einer kontinuierlichen, am besten online verfügbaren Information über die Zuckerqualität anzustreben.
- Die Auswertung der berechneten Zuckerqualität soll über Statistische Prozessführung erfolgen.

2. Erkenntnisstand

2.1 Farbstoffe im Prozess der Zuckergewinnung und deren Einfluss auf die Zuckerqualität

Der Verbraucher beurteilt Weißzucker hauptsächlich nach seiner **Farbe** (Farbtype und Farbe in Lösung), was die Wichtigkeit dieses Qualitätsparameters verdeutlicht. Schneider et al. (1964), Schneider und Emmerich (1965), Schneider und Rossi (1965) sowie Mauch (2000) erläutern die Messung dieses Parameters. Die Kristalleigenschaften (Kristallgrößenverteilung, Gleichmäßigkeit der Kristallform, Oberflächenbeschaffenheit) beeinflussen die Farbtype, was Schneider und Emmerich (1965) sowie Broughton et al. (1986) bestätigen. Beispielsweise erscheinen größere Kristalle dunkler als kleinere. Farbsubstanzen sind in allen Zuckerkristallschichten nachweisbar. Insbesondere hochmolekulare Farbstoffe sind in den Kristallen vorhanden, da sie während der Kristallisation adsorptiv von den wachsenden Kristalloberflächen gebunden werden (Clarke et al. 1989, Clarke und Godshall 1990). Farbstoffe verursachen – genau wie andere Nichtsaccharosestoffe – eine Trübung wässriger Zuckerlösungen und beeinflussen deren Aussehen somit negativ. Weißzucker guter Qualität ergeben farblose, klare Lösungen, Weißzucker schlechter Qualität dagegen hellgelbe, leicht getrübte.

2.1.1 Farbbildung während der Zuckergewinnung

Um die Farbstoffbildung über geeignete technologische Maßnahmen minimieren zu können, ist es notwendig, deren genaue Ursachen zu kennen. In der Literatur lassen sich zahlreiche Arbeiten zur Aufklärung dieser Zusammenhänge finden. Vollständig geklärt sind die Farbbildungsmechanismen jedoch bis heute nicht.

Man unterscheidet bei der Zuckergewinnung zwischen drei Gruppen von Farbstoffen:

Melanoidine: bei der (Maillard-)Reaktion von reduzierenden Sacchariden mit Aminosäuren bzw. Proteinen gebildete Farbstoffe

Karamellstoffe: bei der thermischen Zersetzung von Monosacchariden entstehende Produkte

Melanine: Oxidationsprodukte von phenolischen Substanzen durch Phenoloxidasen

Die wichtigste Farbbildungsreaktion im Prozess der Zuckergewinnung ist die **Maillard-Reaktion**, während der reduzierende Saccharide (Fructose, Glucose bzw. Invertzucker) mit Aminoverbindungen zu meist braun bis schwarz gefärbten Melanoidinen reagieren. Die Maillard-Reaktion ist in ihrem Wesen sehr komplex, da sie aus einer Vielzahl von spezifischen Reaktionen besteht, die eine ebenso komplexe Mischung vieler Komponenten in sehr unterschiedlichen Konzentrationen hervorbringen. Zahlreiche Autoren haben sich mit dem Ablauf der Maillardreaktion und deren End- und Zwischenprodukten beschäftigt: Carruthers et al. (1963), Heyns und Hauber (1970), Kubadinow (1974), Schiweck und Büsching (1974), Madsen et al. (1978b), Reinefeld et al. (1978, 1984), Morita (1981), Waller und Feather (1983), Fujimaki et al. (1986), Kurudis (1988), Finot et al. (1990), Koch et al. (1998), Tressl et al. (1998), Hofmann et al. (1999) sowie Hollnagel und Kroh (2002). Temperatur, pH-Wert, Reaktionsdauer und die Konzentration der Reaktionspartner beeinflussen den Ablauf der Reaktion und das Spektrum der Bräunungsprodukte. Ein geringer Wassergehalt in den Muttersirupen begünstigt die Farbstoffbildung ebenfalls. Imming et al. (1994) führten umfangreiche Untersuchungen zu diesen Zusammenhängen durch. Vukov (1965a/b), Madsen et al. (1978a) sowie Witte und Cronewitz (1988) befassten sich mit dem Einfluss des **Invertzuckers**. Nach Vukov (1965a/b) sowie Hangyál und Parádi (1984) ist die Neigung technischer Saccharoselösungen zur Bräunung in erster Linie durch den Invertzuckergehalt gegeben. Den Einfluss der Aminosäuren charakterisieren Kurudis (1988) und Imming et al. (1994). Nach Imming et al. (1994) nimmt die Farbbildungsgeschwindigkeit mit steigender **Temperatur** exponentiell zu. Athenstedt (1961) und Kurudis (1988) verzeichneten zwischen 100 und 130 °C bzw. 90 und 120 °C einen besonders starken Farbanstieg. Kurudis (1988) zufolge beeinflusst der **pH-Wert** den Reaktionsmechanismus, nach dem die Bräunung abläuft, und die Art und Menge der Neben- und Zwischenprodukte. Gillett (1953), Hangyál und Parádi (1984), Kurudis (1988), Kurudis und Mauch (1991) sowie Imming et al. (1994) untersuchten die Bräunungsintensität in verschiedenen pH-Wert-Bereichen. Der Einfluss des **Trockensubstanzgehalts** ist nicht eindeutig bestimmt worden. Er wird von Athenstedt (1961), Witte und Cronewitz (1987), Kurudis (1988) sowie Imming et al. (1994) kontrovers diskutiert.

Die **Karamellbildung** wird von hohen Temperaturen und hohen Trockensubstanzgehalten begünstigt und führt zu einer erheblichen Farbbildung. Sie tritt besonders in Anwesenheit von Invertzucker auf (Imming et al. 1994). Reinefeld et al. (1984) erklären, dass die Carbonylzwischenprodukte der Karamellisierung mit Aminosäuren reagieren, so dass die Karamellisierung als Bestandteil der Maillard-Reaktion angesehen werden kann. Die Reaktionsgeschwindigkeit der Karamellisierung wächst mit steigendem pH-Wert und steigender Temperatur.

Melaninbildung tritt Vukov et al. (1984) zufolge im Rohsaft während der Extraktion auf. Nach de Bruijn (1998, 2000) wird jedoch angenommen, dass die Melanine in der Saftreinigung abgetrennt werden. Die schwer löslichen Melanine werden von den Calciumcarbonatkristallen adsorbiert, die in der ersten Carbonatation gebildet werden.

2.1.2 Farbe der Zuckerkristalle

Die entstehenden Farbstoffe können während des weiteren Produktionsprozesses oberflächlich an die Zuckerkristalle gebunden oder in die Kristalle eingeschlossen werden. Im folgenden Abschnitt soll deshalb die Thematik der Farbe der Zuckerkristalle näher erläutert werden.

Nichtsaccharose-Stoffe, zu denen auch die Farbstoffe zählen, können nach Lionnet (1987), Dutton (2000), Doherty und Wright (2001) sowie Wright (2002) am oder im Zuckerkristall auf drei Arten „gebunden“ sein. Sie sind entweder im Muttersirup enthalten, der während des Zentrifugierens nur unvollständig entfernt worden ist und am Kristall haftet, oder sorptiv an die Kristalloberfläche gebunden (Karamellstoffe) bzw. ins Kristallgitter eingebaut oder in Form von Muttersirup ins Kristall eingeschlossen (Melanoidine). Sehr schnelles Kristallwachstum während der Kristallisation begünstigt die dritte Einbindungsart. Lionnet (1987) und Mann (1987) betonen, dass der Einschluss von Nichtsaccharose-Stoffen sowohl von der Qualität des Einzugsguts als auch von den Prozessparametern während der Kristallisation (Temperatur, Kristallisationsgeschwindigkeit, Relativgeschwindigkeit zwischen Kristall und umgebendem Medium) beeinflusst wird. Broughton et al. (1986) zufolge befindet sich etwa ein Drittel der Farbstoffe an der Kristalloberfläche. Sie bezeichnen diesen Anteil an Farbstoffen als **„äußere Farbe“**. Sie verursacht entsprechend ihrer Untersuchungen ca. 40 % der Far-

be von Weißzucker in Lösung. Es handelt sich hierbei um niedermolekulare Farbstoffe. Die **„innere Farbe“** besteht dagegen aus hochmolekularen Melanoidinen und bildet 60 % der Farbe in Lösung (siehe auch Godshall und Clarke 1988). Nach Schiweck (2000a) werden höhermolekulare Farbstoffe besonders leicht von der wachsenden Kristalloberfläche adsorbiert. Aufgrund ihrer hohen Molekülmasse können sie schlechter von der wachsenden Kristalloberfläche wegdiffundieren und werden somit eingeschlossen (van der Poel et al. 1986, Grimsey und Herrington 1996, de Bruijn et al. 2002). Etwa 80 % der Weißzuckerfarbe stammt aus dem Dicksaft. Lionnet (1991) weist darauf hin, dass zwei Faktoren den Anteil an innerer Farbe bestimmen: die physikalischen Bedingungen der Kristallisation und das Molekulargewicht bzw. die elektrische Ladung der Einschlussverbindungen. Nach Roberts et al. (1978), James et al. (1986), Clarke und Blanko (1988) sowie Godshall und Clarke (1988) werden Farbstoffe häufig mit der Kläre, die aus wieder aufgelösten Zwischenprodukten hergestellt wird, rückgeführt.

Flüssige **Einschlüsse von Muttersirup** im Kristall, auf die auch Walkhoff (1870), Rossi und Maurandi (1980) sowie Mantovani et al. (1985) hinwiesen, können zum einen von durch Erosion (mechanischer Abrieb oder partielles Lösen) bedingten Oberflächenunregelmäßigkeiten des Kristalls (siehe auch Powers 1966) verursacht werden. Zum anderen können sie über lokale Adsorption von Unreinheiten, die das Wachstum behindern, oder durch örtlich unterschiedliche Übersättigung über der Kristalloberfläche (Mackintosh und White 1968, 1969, Mackintosh 1970) zustande kommen. Der Muttersirup enthält Melanoidine (Shore et al. 1984) und Polyphenole (Madsen et al. 1978b). Je nach Kristallqualität sind 1,2 % (im Falle geringer Qualität) bzw. 0,8 % (gute Qualität) der Farbe des Weißzucker-Magmas im Weißzucker enthalten (van der Poel et al. 1986).

Nach Read (1953) und Verma (1953) können Einschlüsse auch von einem **Defekt im Kristallgerüst** hervorgerufen werden, wenn z.B. einzelne Moleküle einer Molekülschicht falsch angeordnet sind. Solche Defekte neigen zu Furchenbildung an der Kristalloberfläche, wenn sich der Kristall löst. Die Zahl der Defekte ist abhängig von der Kristallwachstumsgeschwindigkeit. Nach Burzawa und Heitz (1995) kann eine Lücke im Kristallgitter wandern, wenn ein Molekül den Platz wechselt. Somit können auch

Fremdmoleküle wandern, und zwar ins Kristallinnere. Powers (1970) zufolge können nur solche Fremdstoffe ins Kristallgitter eingebaut werden, deren Struktur in die Elementarzelle des Gitters passt. Beim Einschluss von Fremdstoffen verändert sich der Kristallhabitus (Mantovani et al. 1965). Mantovani (1985), Mantovani et al. (1985), Lionnet (1987) sowie Grimsey und Herrington (1996) beobachteten das Auftreten einer hohen Einschlusskonzentration bei Adsorption an beschädigte Kristalloberflächen infolge von „Heilungsprozessen“ während der Kristallisation.

Farbstoffe können aber auch an unbeschädigten Kristalloberflächen adsorbiert werden, was von der **Wachstumsrate** beeinflusst wird. Mantovani et al. (1986b) beobachteten, dass Farbstoffe von den am schnellsten wachsenden Kristallflächen eingeschlossen werden. Die Wachstumsrate ist bei unebener Oberfläche größer als bei glatter Oberfläche, so dass damit die Einschlusswahrscheinlichkeit höher ist (Honig 1959, Vaccari et al. 1990). Schliephake (1965), Tikhomiroff (1965), Powers (1966) sowie Grimsey und Herrington (1996) beschäftigten sich mit dem Einbaumechanismus von Nichtsaccharosestoffen. Auch Mantovani (1985), Mantovani et al. (1986b) und Vaccari et al. (1990) fanden eine strenge Korrelation zwischen der Wachstumsgeschwindigkeit und dem Einschluss gefärbter Muttersiruptröpfchen. Vaccari et al. und Mantovani et al. erklären das wie folgt: beim Saatimpfen sind die ursprünglichen Impfkristalle unregelmäßig geformt. Sie besitzen nicht die charakteristischen Flächen der Saccharosekristalle, sondern sind mehr oder weniger kugelförmig. Während der Umwandlung dieser unregelmäßig geformten **Impfkristalle** in morphologisch vollständige Kristalle ist die Wahrscheinlichkeit des Einschlusses von Muttersiruptröpfchen sehr hoch. Während des folgenden Wachstums dagegen treten kaum Einschlüsse auf. Aus diesem Grund empfehlen sie, entweder das Schockimpfen anzuwenden, bei dem im Anfangsstadium keine Einschlüsse auftreten, oder Impfkristalle zu verwenden, die zuvor in Lösungen hoher Reinheit gewachsen sind. Auch Shore et al. (1984), Mantovani et al. (1985) und van der Poel et al. (1986) beobachteten einen Farbanstieg um den Kristallkern herum, der auf Einschlüsse in der Zeit während oder kurz nach dem Impfen deutet. Untersuchungen von Moritsugu und Payne (1965) sowie Lionnet (1988) ergaben einen geringeren Farbübergang, wenn während der Kristallisation gerührt wurde. Bei hohen Übersättigungen und Kristallisationsgeschwindigkeiten sowie mit zunehmender **Kristallgröße**

beobachteten Moritsugu und Payne (1965) sowie van der Poel (1980) einen erhöhten Farbstoffeinschluss. Schliephake und Austmeyer (1976), Austmeyer (1982) sowie Pot (1983) vertreten die These, dass die Wachstumsrate für kleine Kristalle größer ist als für große, da der Masseübergangskoeffizient mit der Kristallgröße sinkt, was sie jedoch nicht experimentell beweisen konnten. Dagegen sind Mantovani et al. (1986b) der Meinung, dass das Kristallwachstum mit zunehmender Kristallgröße rascher verläuft. Die Experimente von Moritsugu und Payne (1965), Delavier und Hirschmüller (1968), Singh und Delavier (1974), Guo und White (1984), sowie Mann (1987) ergaben mit zunehmender Kristallgröße einen höheren Anteil von Verunreinigungen im Kristall. Nach Lionnet (1988) steigt der Farbübergang linear mit der Kristallgröße: sinkt die Kristallgröße um 10 %, steigt der Farbübergang um etwa 5 %. Der Einfluss der Kristallgröße ist seiner Meinung nach größer als der der Kristallisationsgeschwindigkeit. Auch Mantovani et al. (1985) vertreten die Auffassung, dass große Kristalle Muttersirup schneller einschließen als kleine, wobei sich Aggregate wie große Kristalle verhalten. Mann (1987) empfiehlt daher eine möglichst enge Kristallgrößenverteilung und gleichmäßiges Impfmaterial. Im technischen Betrieb ist es schwierig, eine einheitliche Kristallgröße zu erlangen. Randolph und White (1977) sowie Hounslow et al. (1988) beobachteten eine Verbreiterung der Kristallgrößenverteilung infolge unterschiedlicher Aufenthaltszeiten bei der kontinuierlichen Kristallisation bzw. unterschiedlicher Wachstumsraten, Keim- oder Aggregatbildung. Nach Randolph und White (1977) besitzen alle Kristalle dieselbe über die Zeit gemittelte Wachstumsrate, aber die individuelle Kristallwachstumsrate eines Einzelkristalls kann während der Wachstumsphasen zufällig um einen Mittelwert schwanken. Janse und de Jong (1976) sowie Ramanarayanan et al. (1985) zufolge besitzt jedes Kristall eine eigene Wachstumsgeschwindigkeit, d.h. zwischen den Kristallen einer Suspension besteht stets eine **Wachstumsratenverteilung**. Auch Sikdar und Randolph (1976) sowie Laguerie und Angelino (1979) interpretierten ihre experimentellen Ergebnisse als größenabhängiges Wachstum. Berglund (1981), Berglund und Larson (1982, 1984) sowie Ramanarayanan et al. (1985) haben aber überzeugend gezeigt, dass die Wachstumsratenunterschiede dominieren. Auch Liang et al. (1987) konnten beweisen, dass die Wachstumsrate einer Verteilung folgt und für jedes Kristall anders ist. Girolami und

Rousseau (1985) bezeichnen das größenabhängige Wachstum als unbedeutend gegenüber dem Wachstumsratenspektrum. White und Wright (1971) beobachteten unter Bedingungen, die Kristallneubildung ausschließen, eine Verbreiterung der Kristallgrößenverteilung von Saatkristallen infolge von Wachstumsratenunterschieden. Auch Zumstein und Rousseau (1987) untersuchten Kristallwachstumsunterschiede und bestätigten, dass jedes Kristall eine spezielle Wachstumsrate besitzt, die schwanken kann. Diese Schwankung wurde ebenfalls von Lui et al. (1971) und Human et al. (1982) beobachtet. Zumstein und Rousseau folgern daraus, dass die Kristalle mit einer charakteristischen Verteilung von Wachstumsraten „geboren" werden, aber einzelne Kristalle während der gesamten Zeit im Kristallisator eine konstante Wachstumsrate besitzen. Dasselbe fanden Berglund und Larson (1982), Berglund et al. (1983), Blem und Ramanarayanan (1987) sowie Garside und Ristic (1983). Burton et al. (1951) vertreten die Hypothese, dass die Wachstumsrate abhängig von der Zahl und Art der Defekte auf der Kristalloberfläche ist. Durch Zusammenstoßen zweier Kristalle kann sich somit die Wachstumsrate dieser Kristalle ändern.

Nach Mackintosh und White (1969) nehmen die Einschlüsse bei konstanter Kristallisationsgeschwindigkeit mit steigender **Temperatur** zu. Nach Lionnet (1987) besitzt das Magma an der Heizfläche eine höhere Temperatur, so dass eine örtliche Untersättigung eintritt, die in eine spontane **Übersättigung** übergeht, wenn der Trockensubstanzgehalt infolge starker Wasserverdampfung deutlich steigt. Auch van der Poel (1980) sieht in einer schwankenden Übersättigung während der Kristallisation eine Ursache für Unregelmäßigkeiten auf der Kristalloberfläche und damit für den Einschluss von Muttersirup. Bei zeitweiliger Untersättigung entstehen Gruben, die sich mit Muttersirup füllen und im weiteren Kristallisationsverlauf überwachsen werden. Bei Konglomeratbildung infolge zu hoher Übersättigungen entstehen ebenfalls Muttersirupeinschlüsse zwischen den Haftflächen der Kristalle. Mantovani et al. (1986b) beobachteten ausgeprägte Farbstoffeinschlüsse oberhalb einer Übersättigung von 1,25. Der Tröpfcheneinschluss ist umso höher, je viskoser die Lösung ist (Mantovani 1985). Maurandi (1975) erklärt, dass eine höhere **Viskosität** mit einer größeren Oberflächenspannung einhergeht und damit die Bildung flüssiger Einschlüsse (Zahl und Größe) begünstigt. Nach Mantovani et al. (1986b) ist bei Weiß-

zucker die Viskositätsänderung zwischen Start und Ende des Kristallisationsprozesses jedoch gering. Julienne (1984) und Mantovani et al. (1986a) beobachteten eine besonders starke Farbzunahme während der Einstellung des Endtrockensubstanzgehalts (Abkochphase). Auch Mann (1987) empfiehlt eine minimale Kristallisationszeit und eine verkürzte Abkochphase, was gleichzeitig einen verringerten Dampfverbrauch und weniger viskoses Magma zur Folge hätte.

Nach Buchholz und Bruhns (1995) werden Farbstoffe aus gelöstem Zucker wesentlich stärker in das Zuckerkristall eingelagert als diejenigen aus Dicksaft oder Vorlagekristallisat. Dies lässt sich mit der Abhängigkeit des Einbaus von Farbstoffen in das Kristall von deren relativer **Molekülmasse** erklären. Messungen von Saska (1991) lassen vermuten, dass höhermolekulare Farbstoffe bevorzugt in das Zuckerkristall eingebaut werden. In Zuckerklären sind überwiegend Farbstoffe enthalten, die bereits im Kristall eingeschlossen waren. Dicksaft oder Vorlagekristallisat enthalten dagegen ein breiteres Farbstoffspektrum. Die Konzentration an „einbaufähigen“ Farbstoffen ist damit in der Kläre wesentlich höher. Somit wäre eine Behandlung der Kläre mittels Ionenaustauscher durchaus sinnvoll. Eine Reduzierung der Farbstoffrücknahme im Zuckerhaus würde in allen Kristallstufen zu wesentlich geringeren Farbwerten führen. Neben der Rücknahme von Abläufen mit Bräunungsprodukten, die Buchholz und Bruhns (1996) zufolge aufgrund der längeren **Verweilzeit** im Produktionsprozess die Saftfarben und den Saccharose-Abbau erhöhen, steigern auch **erhöhte Temperaturen** die Farbintensität, besonders bei der Nachprodukt-Kristallisation. Für Sázavsky (1964) stellt der Prozess der Verdampfungskristallisation die Hauptursache für die Farbstoffzunahme dar, besonders das Kristallisieren aus Magmen niedriger Reinheit. Nach Hangyál und Parádi (1984) werden ca. 80 % der Melassefarbe im Zuckerhaus gebildet. Die Farbe nimmt linear mit der Kristallisationszeit zu. Bei der Affination von Nachprodukt werden lediglich zwei Drittel der Farbe eliminiert.

2.1.3 Zentrifugation

Die Zentrifugation ist aufgrund der Vielzahl an Einflussgrößen ein besonders komplizierter Prozess, der einen erheblichen Einfluss auf die Weißzucker-Qualität besitzt. Im

folgenden Abschnitt werden die Grundlagen und bisherigen Forschungsergebnisse auf diesem Gebiet vorgestellt.

Ziel des Zentrifugierens ist die Abtrennung des Muttersirups von den Kristallen bei möglichst wenig Kristallauflösung. Die Zentrifugenarbeit ist abhängig von der Kristallgröße, der Gleichmäßigkeit der Kristallform, der Viskosität des Muttersirups, des Feinkristall- und des Schaumanteils. Mit diesen Parametern beschäftigten sich Sandera und Mircev (1934) sowie Bruhns (2004). Wright et al. (1995) betonen, dass die Zentrifugen sowohl die Produktivität einer Zuckerfabrik als auch die Melassereinheit beeinflussen. Die Produktivität ist abhängig von der Dauer eines Zentrifugenzyklus und vom **Füllgrad**. Dieser hängt von der Größe des Zentrifugenkorbs, vom Motor (Beschleunigungs-/Bremsleistung), von der Zentrifugierfähigkeit des Magmas und von der gewünschten Zuckerqualität ab. Cecil (1954) weist auf unterschiedliche **Magma-Eigenschaften** hin, die auch die Ausbeute und den Füllgrad beeinflussen. Insbesondere dieser Umstand macht bei Zentrifugenuntersuchungen Serienversuche notwendig, um zu repräsentativen Ergebnissen zu gelangen. Der Füllgrad von Zentrifugen ist bei langsamerem Befüllen der Zentrifuge und weniger viskosem Magma höher. Ein erheblicher Teil des Muttersirups wird bereits während des Füllvorgangs abgetrennt. Cecil regt an, die Deckwasserzugabe wegen des schwankenden Füllgrads prozentual auf das Magma zu berechnen. Bei absolut gleichen Deckwassermengen sind Abweichungen der Zuckerqualität ein Zeichen für größere Unterschiede in der Zentrifugenbefüllung. Cronewitz et al. (1976) empfehlen, die Trockenzentrifugation (die Zeit vom Ende der Wasserdecke bis zum Ende der Zentrifugation bei maximaler Drehzahl) konstant zu halten.

Eichhorn (1966, 1994a) beschreibt die **drei Phasen des Zentrifugierens** mit ihren unterschiedlichen Anforderungen. Zunächst wird die Hauptmenge des Muttersirups aus dem Magma abgetrennt. Das Magma ist nach Tiller et al. (1990) mit einer Suspension gleichzusetzen, in der die Partikel einzeln verteilt sind und keinen permanenten direkten Kontakt miteinander besitzen. Anschließend erfolgt die Abtrennung des in der Zuckerschicht eingeschlossenen Muttersirups. Hierzu ist wegen der engen Zwischenräume zwischen den Kristallen eine höhere Drehzahl erforderlich. Nach Lange (1963) und

Eichhorn (1994a) ist eine umso größere Zentrifugalkraft notwendig, je kleiner die Kristalle sind. Bei Mischungen von feinem und grobem Zucker steigt sie besonders stark an. Je kompakter die Zuckerschicht ist, desto geringer ist der Einfluss der Drehzahl. Die Sedimente bilden Strukturen, die aus einer Matrix von Partikeln bestehen. Die Porosität der Matrix nimmt dabei stetig ab, bis sich die Partikel so angeordnet haben, dass keine weitere Bewegung auftritt (Tiller et al. 1990). Die zur Ausbildung dieser Matrixstruktur notwendige Zeit hängt von der Drehzahl ab (Tiller et al. 1991b). In der dritten Phase muss mit Hilfe von Wasser der an den Kristallen haftende Muttersirupfilm abgetrennt werden. Mit dünner werdendem Sirupfilm steigt der Widerstand infolge Reibung und Oberflächenspannung, was den Abfluss des Sirupfilms hemmt. Daher erfordert dieser letzte Abschnitt die maximale Drehzahl. Die während der Zentrifugation aufzubringenden Kräfte dienen der Ablösung des Sirups vom Kristall und dem Transport des Sirups durch die strukturierte Zuckerschicht (Lange 1963). Dabei ist die notwendige Kraft umso größer, je viskoser der Muttersirup ist. Da kleine Zuckerkristalle eine wesentlich größere Oberfläche besitzen, ist die Ablösearbeit in diesem Fall größer (Eichhorn 1994a). Wegen der kleineren Zwischenräume zwischen den Kristallen ist ebenfalls eine größere Kraft zum Transport des Sirups nötig. Bei Partikeln > 50 µm kann ein großer Teil der Flüssigkeit auch nach der Kuchenbildung entfernt werden (Tiller und Hsyung 1991a). Allein mit der Zentrifugalkraft ist jedoch keine vollständige Entfernung des Sirups von den Kristallen möglich, weshalb ein anschließender Reinigungsvorgang mittels Waschen erfolgen muss. Nach Eichhorn (1966) dient der Einsatz der Wasserdecke dem Herabsetzen der Viskosität des an den Kristallen haftenden Sirups, sie fördert somit die Trennung. Mit dem Wasser sollte möglichst kein Zucker aufgelöst bzw. der Ablauf nicht unnötig verdünnt werden. Letzteres hätte eine erhöhte Wasserverdampfung in der nächsten Kristallisationsstufe zur Folge. Mit steigender **Kristallgröße** ist die nötige Zentrifugierzeit kürzer, da die Zwischenräume zwischen den einzelnen Kristallen größer werden, was den Abfluss des Muttersirups vereinfacht. Verhaart et al. (1968) zeigten in ihren Versuchen, dass der Strömungsrichtung abgewandte Kristallflächen oder zusammenliegende Kristalle weniger oder gar nicht mit der Waschflüssigkeit in Berührung kommen. Nichtzucker- und Farbstoffe verbleiben somit in der am Kristall haftenden Sirupschicht. Mit größer wer-

dendem Anteil an feineren Kristallen wirkt sich dieser Effekt noch ungünstiger aus und kann nur mit größeren Deckwassermengen und damit verbundener Zuckerauflösung kompensiert werden. Verhaart et al. (1967/68) bestätigen diesen Effekt. Thompson und Grimwood (1996) begründen dies wie folgt: mit zunehmender Kristallgröße ist die Oberfläche kleiner, wodurch weniger Wasser an die Oberfläche gebunden bzw. der Sirupfilm dünner ist.

Lionnet (1991) weist darauf hin, dass nur die **äußere Farbe der Zuckerkristalle** in den Zentrifugen eliminiert werden kann. Die innere Farbe ist fest ins Kristall eingebunden und kann daher nicht entfernt werden. Nach van der Poel et al. (1986) verhält sich die Farbzunahme während der Einstellung des Endtrockensubstanzgehalts wie die Zunahme des Aschegehaltes. Die Entfernung der Farbstoffe beim Decken in der Zentrifuge ist jedoch geringer als die der **Aschebestandteile**, was am kleinen Stoffkomponentenübergangs- bzw. Diffusionskoeffizienten der Nichtsaccharosestoffe liegt. Höhermolekulare Substanzen benötigen mehr Zeit, um von der Sirupschicht der Kristalle in den Deckablauf zu gelangen. Sie werden somit bei konstanter Verweilzeit weniger wirksam entfernt. Verhaart et al. (1967/68) fügen hinzu, dass sich die anorganischen Bestandteile hauptsächlich an der Kristalloberfläche befinden und nicht ins Kristall eingeschlossen sind. Daher sind sie beim Zentrifugieren leichter zu entfernen. Es verbleiben trotzdem Aschebestandteile im Zucker. Diese befinden sich hauptsächlich an den Kristallrückflächen, die während des Zentrifugierens nicht mit dem Deckmedium in Berührung kommen. Die Farbeliminierung in der Zentrifuge ist abhängig von der Qualität der Kristalle (Gleichförmigkeit, Kristallgrößenverteilung, Konglomeratanteil, Menge der Einschlüsse im Kristall) und von den Zentrifugationsbedingungen: Drehzahl, Durchmesser der Zentrifugentrommel, Zyklusdauer und **Deckwassermenge**. Letztere besitzt den größten Einfluss auf die Effektivität der Farbeliminierung. Oberhalb eines bestimmten Grenzwertes bringt die Erhöhung der Deckwassermenge jedoch keine Verbesserung der Zuckerqualität. Godshall et al. (1991) weisen darauf hin, dass die im anhaftenden Sirupfilm enthaltenen Farbstoffe unter Einfluss von Sauerstoff, Feuchtigkeit und Wärme eine weitere Farbbildung (Karamellisierungsprodukte oder Melanoidine) während der **Lagerung** verursachen können. Nach Verhaart et al. (1967,

1968) findet zwischen den Kristallen und dem nach der Zentrifugation auf der Kristalloberfläche verbleibenden Muttersirupfilm ein Stoffübergang der Farbstoffe statt.
Der abgetrennte Muttersirup verlässt als **Ablauf** die Zentrifuge. Da die Ablaufreinheit zum Ende des Zentrifugenzyklus stark zunimmt, wird meist eine Ablauftrennung durchgeführt. Als Ablauf wird der Muttersirup bezeichnet, der den Zentrifugenkorb verlässt, bevor das Waschmedium die äußere, d.h. die dem Sieb nächste, Zuckerschicht erreicht. Der **Deckablauf** ist der Sirup, der die Zentrifuge verlässt, nachdem das Deckmedium die äußere Zuckerschicht erreicht hat (Sloane 1979). Er ist eine Mischung aus dem Muttersirup und einer Saccharoselösung aus den im Deckmedium gelösten Kristallen. Über die Reinheiten des Ablaufs, Deckablaufs und des Zuckers berechnete Sloane den Anteil gelöster Kristalle. Die Ergebnisse werden jedoch stark von den Ablaufreinheiten beeinflusst. Fehler in der Probenahme, die bei den Abläufen extrem schwierig ist, haben daher eine große Auswirkung auf das Endergebnis. Sittel (2000) befasste sich in seinen Untersuchungen mit dem Zeitpunkt der **Ablauftrennung**. Mosel et al. (1986) untersuchten den Reinigungseffekt in Zentrifugen unter verschiedenen Bedingungen. Als Kriterium diente ihnen der Aschegehalt des Zuckers. Der Anteil des nicht abgetrennten Muttersirups steigt in Richtung der siebnahen Zuckerschicht. Dieser Gradient nimmt mit zunehmender Deckwassermenge ab. Denselben Effekt beobachteten Cronewitz et al. (1976).

2.1.3.1 Einsatz der Wasserdecke

Mosel et al. (1986) erklären die **Vorgänge während des Deckvorgangs**. Das Deckwasser trifft auf die Zuckerschicht, vermischt sich mit dem Restmuttersirup und löst Zucker. Die Trockensubstanzkonzentration im Deckwasser nimmt beim Durchdringen der Zuckerschicht zu. Daher tritt letztendlich eine gesättigte Zuckerlösung aus der Schicht aus. Die siebnahe Schicht wird mit einer konzentrierten Zuckerlösung ansteigender Reinheit gedeckt. Es tritt daher beim Einsatz einer Wasserdecke ein Wascheffekt sowohl mittels Wasser als auch mittels Sirup mit hoher Reinheit auf. Nach Eichhorn und Bollmann (1967) verbessert sich die Zuckerqualität mit steigender **Deckwassermenge**, wobei der Aschegehalt bzw. die Farbe zunächst recht schnell abnehmen, sich dann aber einem bestimmten, minimal erreichbaren Wert asymptotisch

annähern. Cronewitz et al. (1976) bestätigen, dass ein Rest-Aschegehalt immer vorhanden ist, auch bei sehr großer Deckwassermenge. Ab einer bestimmten Deckwassermenge tritt eine maximal erreichbare Zuckerreinheit bzw. ein minimal erreichbarer Aschegehalt auf. Neben der Deckwassermenge besitzt auch die Trockenschleuderzeit einen Einfluss auf den erreichten Aschegehalt. Thomas et al. (1966) fügen hinzu, dass der Aschegehalt besser zu beeinflussen ist als die Farbe des Zuckers. Grimwood und Thompson (1999) berichten, dass sich zur Zeit ihrer Veröffentlichung mit 2 % Deckwasser auf Magma (inklusive Siebwäsche) eine ausreichende Zuckerqualität erreichen ließ. Zur Wasserreduzierung sei es üblich, nur nach jedem zweiten oder dritten Zentrifugenspiel eine Siebwäsche durchzuführen. Je dünner die Zuckerschicht in der Zentrifuge ist, desto eher kann das Wasser durch diese Schicht hindurchtreten, ohne dass dabei eine gesättigte Lösung entsteht. Nach Eichhorn (1994b) hängt die notwendige Deckwassermenge von der Größe der Zuckerschichtoberfläche ab. Daraus folgt, dass mit zunehmender Siebgröße weniger Deckwasser pro Tonne Zucker eingesetzt werden muss, da das Volumen der Zuckerschicht stärker zunimmt als deren Oberfläche. Er empfiehlt eine Deckwassermenge von 5 kg/m². Thompson und Grimwood (1996) fügen hinzu, dass dafür jedoch eine längere Schleuderzeit nötig ist, um dieselbe Trennung und denselben Endfeuchtegehalt zu erreichen, weil der Widerstand für Sirup und Luft mit zunehmender Schichtdicke steigt. Die Magmaqualität, die Deckwassermenge und die Zuckerauflösung in der Zentrifuge sind voneinander abhängige Größen (Wright, 1995). Unterschiedliche Magmaqualitäten erfordern verschiedene Deckwassermengen, wenn man gleiche Zuckerqualitäten erreichen will, wobei ein höherer Deckwassereinsatz zu erhöhter Auflösung führt.

Über den Einfluss der **Temperatur des Deckwassers** sind in der Literatur unterschiedliche Angaben zu finden. Während Sázavsky (1963) einen erheblichen Unterschied im Effekt zwischen kalter und heißer Wasserdecke beobachtete, ist nach Claassen (1943) selbst bei einer Wasserdecke mit heißem Wasser nicht zu befürchten, dass erhebliche Mengen Zucker aufgelöst werden, da die Durchtrittsgeschwindigkeit des Wassers außerordentlich hoch ist. Andersson (1946) konnte ebenfalls keinen Unterschied feststellen. Thomas et al. (1966) untersuchten den Bereich von 75-95 °C, wobei sie nur geringe, statistisch nicht signifikante Abhängigkeiten beobachteten. Auch

Andersson (1946) konnte keinen Einfluss der Temperatur auf den Wascheffekt feststellen. Versuche von Thompson und Grimwood (1996) ergaben, dass die Ausbeute stets größer war, als sie - unter der Annahme, dass die maximal mögliche Saccharosemenge im Deckwasser gelöst wird - mit Hilfe der eingesetzten Deckwassermenge und der Saccharose-Löslichkeit bei entsprechender Temperatur berechnet hatten. Das zeigt, dass das Deckwasser beim Austritt aus der Zuckerschicht nicht gesättigt war. Entweder war die Kontaktzeit zu kurz oder das Deckwasser und der Muttersirup mischten sich teilweise, d.h. ein Teil des Deckwassers wurde benutzt, um die Übersättigung des Muttersirups abzubauen. Die Saccharoselöslichkeit ist proportional zur Konzentrationsdifferenz zwischen der vorliegenden und einer gesättigten Lösung (Austmeyer 1990). Es ist also unwahrscheinlich, dass eine gesättigte Lösung aus der Zentrifuge austritt. Dies würde eine unendlich große Kontaktzeit voraussetzen. Bei einer Temperatur von 60-90 °C kann 1 kg Deckwasser 2,5-3,5 kg Kristallisat in der Zentrifuge auflösen (Grut 1937, Eichhorn 1994b). Bei Weiß- und Rohzucker bedeutet dies eine Zuckerauflösung von 3-4 kg/100 kg Magma bzw. 6,5-9 kg/100 kg Zucker. Diese Werte können auf 0,5-1 kg/100 kg Magma bzw. 1-2 kg/100 kg Zucker gesenkt werden. Im Gegensatz dazu sind Mosel et al. (1986) und Eichhorn (1994b) der Ansicht, dass das Deckwasser nach etwa 50 mm tiefem Eindringen in die Kristallschicht gesättigt ist und von diesem Punkt an als Deckkläre ohne wesentliche weitere Auflösung der Zuckerkristalle reinigt. Daher sei eine möglichst große Kristallschicht anzustreben.

Cronewitz et al. (1976) beobachteten, dass sich geringe Durchsatzleistungen bei **Deckwasserdüsen** - d.h. längere Deckzeiten - positiv auf die Zuckerqualität auswirken und die benötigte Deckwassermenge senken. Bei gleicher eingesetzter Wassermenge ließ sich der Aschegehalt des Zuckers mit geringeren Düsendurchsätzen verringern. Mit dem Einfluss der Düsen und weiterer apparativer Aspekte beschäftigten sich ebenfalls Cecil (1952, 1954), Andersson (1963), Gottschalk (1963), Eichhorn und Bollmann (1967), Cronewitz et al. (1976), Schliephake et al. (1992) sowie Eichhorn (1994b).

Nach Cronewitz et al. (1976) sollte die **Wasserdecke** am besten nach der Abtrennung des Ablaufs eingesetzt werden, um seine Vermischung mit der Saccharoselösung hoher Reinheit zu vermeiden. Nach Eichhorn (1994a) sollte die Wasserzugabe sofort nach Abtrennung des Ablaufs bei möglichst niedriger Drehzahl einsetzen, um den

Waschvorgang nicht erst bei hoher Drehzahl erfolgen zu lassen. Da der Trennfaktor bei kleinerer Drehzahl noch gering ist, hält er eine Zwischenzentrifugierzeit von 10 bis 20 s bei 500 min^{-1} für sinnvoll. Lamusse und Randbell (1959) stellten fest, dass die Zuckerqualität zu verbessern ist, wenn die Wasserdecke später einsetzt. Andersson (1946) dagegen empfiehlt, die Wasserdecke erst bei der Höchstdrehzahl einzusetzen. Jedoch verhärtet sich die achsnahe Zuckerschicht infolge Abkühlung und Antrocknung, was den Wascheffekt deutlich herabsetzt. Daher sollte nach Cronewitz et al. (1976) möglichst früh bereits eine Teilwassermenge zugesetzt werden. Eine zeitversetzte Zugabe des Deckwassers in mehreren Schritten steigert ihrer Meinung nach die Effektivität des Waschvorgangs. Gleichzeitig wird aufgrund der fehlenden Verdrängungswirkung der nachströmenden Flüssigkeit die Verweilzeit des Wassers erhöht. Dieselbe Beobachtung machten Thomas et al. (1966). Cronewitz et al. verzeichneten eine Verringerung des Aschegehalts um bis zu 20 % bei einer Pause von 5 s. Sie stellten keinen Einfluss einer unterschiedlichen Mengenaufteilung fest. Auch Somera (1983) rät zu einer geteilten Wasserdecke, da er in diesem Fall verminderte Zuckerverluste und daher geringere Ablaufreinheiten beobachtete. Julienne (1983) konnte hinsichtlich der Zuckerqualität keinen Unterschied zwischen einfacher und geteilter Wasserdecke nachweisen. Chapman (1963) empfiehlt den Einsatz der Wasserdecke, wenn 70-80 % des Muttersirups abgetrennt sind. Bei frühem Einsetzen der Wasserdecke tritt der Deckablauf unmittelbar nach dem Ablauf aus der Zentrifuge aus, eine Vermischung ist unvermeidbar. Eine zu frühe Wasserdecke verringert die Waschwirkung, da sich das Wasser mit dem Muttersirup vermischt. Zu spätes Decken verschlechtert ebenfalls den Reinigungseffekt, da bei konstanter Zentrifugierdauer nicht mehr genug Zeit verbleibt, um den Deckablauf abzutrennen. Außerdem ist dann der Sirupfilm auf den Kristallen infolge der Luftströmung bereits getrocknet, was die Lösungsgeschwindigkeit herabsetzt. Der Sirup ist in dem Fall also schwerer mit Wasser zu entfernen. Auch Chapman (1963), Upadhiaya (1963) sowie Eichhorn und Bollmann (1967) raten von einer zu späten Wasserdecke ab. Der Waschvorgang ist nur dann effektiv, wenn der Ablauf weitestgehend abgetrennt ist und nicht ein Teil des Deckwassers zur Verdrängung des Ablaufs benutzt werden muss (Eichhorn 1994b). Nach Verhaart et al. (1968) benötigt der Deckvorgang als Diffusionsvorgang eine bestimmte Einwirkungs-

zeit, was ebenfalls für ein Einsetzen der Wasserdecke bei möglichst geringer Drehzahl spricht. Gleichzeitig ist die Endfeuchte des Zuckers umso geringer, je eher die Wasserdecke einsetzt. Mit steigender Drehzahl steigt auch die Durchtrittsgeschwindigkeit des Wassers durch die Kristallschicht.

2.1.3.2 Einsatz der Kläredecke

Anstelle einer reinen Wasserdecke wird heute zunächst eine **Kläredecke** angewendet, der eine Wasserdecke folgt. Nach Buchholz und Schliephake (1988) soll die Kläredecke die Zentrifugenausbeute bei gleicher Zuckerqualität erhöhen. Es handelt sich hierbei um eine Vorreinigung, durch deren Wirkung die Wasserdecke erheblich zurückgenommen werden kann. Reinefeld (1983) erläutert den Vorteil dieser Vorgehensweise: die Zuckerauflösung wird gesenkt und in der nachfolgenden Kristallisationsstufe muss wegen des geringeren Deckwasseranteils im Ablauf weniger Wasser verdampft werden. Der Kristallerhaltungsgrad steigt. Buchholz und Schliephake (1988) weisen auf Versuche hin, in denen dieser über den Einsatz einer Kläredecke von 76 auf 94 % gesteigert werden konnte. Jedoch steigt die notwendige Menge an Deckmedium. Mosel et al. (1986) konnten in Versuchen nachweisen, dass der Deckwasserbedarf bei Einsatz einer Kläredecke um ca. 30 % gesenkt werden kann. Außerdem beobachteten sie einen um ca. 13 % gestiegenen Kristallgehalt. Sanders und Moodley (1991) konnten die Deckwassermenge sogar um 43 % reduzieren, was sich in einem verringerten Dampfverbrauch niederschlug. Dabei wurde die Kristallauflösung um ca. 45 % gesenkt. Die Kapazität der Kristallisatoren der nächsten Stufe erhöhte sich um 3 %, da dort infolge der geringeren Zuckerauflösung und des reduzierten Wassereinsatzes weniger Saccharoselösung anfiel. Bei einer Deckkläremenge von 16 kg/100 kg Magma wurde in den Versuchen von Mosel et al. (1986) annähernd dieselbe Zuckerqualität wie bei alleiniger Wasserdecke erreicht. Je höher der Trockensubstanzgehalt der Kläredecke ist, desto größer ist die zum Erreichen einer bestimmten Kristallqualität benötigte Menge. Sanders und Moodley (1991) benötigten in ihren Fabriksversuchen etwa 50 % mehr Sirup als Wasser, um dieselbe Zuckerfarbe zu erreichen. Die Düsenstöcke für die Deckkläre sollten ungefähr die vierfache Durchsatzleistung der Deckwasserdüsenstöcke aufweisen (Mosel et al. 1986). Infolge der geringen Zuckerauflösung steigt auch

die Zentrifugenausbeute. Reinefeld (1983) weist darauf hin, dass damit ebenfalls die Ablaufmenge und –reinheit abnehmen. Lionnet (1989) beobachtete einen um 1 % geringeren Reinheitsanstieg bei gleicher Zuckerfarbe als mit alleiniger Wasserdecke. Nach Eichhorn (1994b) ist die Deckwassermenge jedoch nur dann zu erniedrigen, wenn die Kläredecke erst beginnt, nachdem der Grünablauf weitestgehend abgetrennt ist.

Buchholz und Schliephake (1988) weisen darauf hin, dass auch beim Einsatz einer Kläredecke die Wasserdecke nicht erst bei maximaler Drehzahl zugegeben werden darf. Folglich ist ein entsprechender Vordruck nötig, um zu gewährleisten, dass beide Deckmedien in genügend kurzem Zeitraum aufgetragen werden. Sie betonen außerdem, dass für eine korrekte Einstellung der Kläre- und der Wasserdecke die Magmaqualität zu berücksichtigen ist.

2.1.4 Automatisierte Farbmessung

Zur Qualitätskontrolle muss die **Farbe in Lösung** regelmäßig gemessen werden. Dies erfolgt mit Hilfe von Extinktionsmessungen bei einer Wellenlänge von 420 nm (ICUMSA 1994). Mit zunehmender Automatisierung der Prozesse in einer Zuckerfabrik und abnehmender Laborbesetzung sind Wege zu finden, die eine kontinuierliche Beurteilung der Zuckerqualität erlauben. Farbtype und Farbe in Lösung können online erfasst werden. Kulschewski und Ahlers (1992) entwickelten ein Verfahren zur kontinuierlichen Messung der **Farbtype** auf einem Gurtförderer. Dabei wird auf die Zuckeroberfläche Licht gestrahlt. Das reflektierte Licht wird gemessen und in Normfarbwerte nach dem L a b - System umgerechnet. Riffer (1998) bemängelt, dass die Reflexion von der Kristallgröße und der Oberflächenbeschaffenheit beeinflusst wird. Die **Farbe in Lösung** kann bis zu 50 IE_{420} über Reflexionsmessungen mit Hilfe von automatisch messenden Geräten sicher gemessen werden (Nielsen 1996). Im Rahmen dieser Arbeit wurde das Gerät Neltec ColourQ 800 der Firma Neltec Denmark A/S eingesetzt. Der Messwert kann im feuchten Zucker während des Transportes von der Zentrifuge zum Trockner, auf dem Weg vom Trockner ins Silo oder zwischen Silo und Verladung ermittelt werden. Die Messung ist sowohl bei einem Gurtförderer als auch in einem Schneckentrog möglich und ist unabhängig vom Licht der Umgebung. Das Ge-

rät besteht aus einer Lichtquelle, die kurze Pulse weißen Lichts aussendet, und einem Empfänger für das reflektierte Licht, die beide etwa 1 m über der Zuckeroberfläche angebracht sind (Abb. 2.1). Mittels Ultraschall-Sonde kann kontrolliert werden, ob am Messpunkt Zucker vorhanden ist. Sowohl die Einbaustelle als auch die Kalibrierung sind wichtige Einflussgrößen für die ordnungsgemäße Funktion.

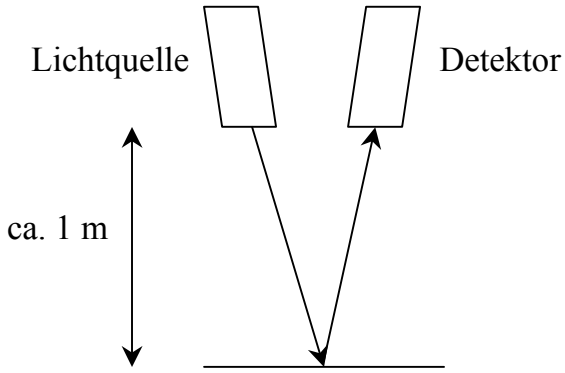


Abb. 2.1: Anordnung von Lichtquelle und Detektor beim Neltec-Farbmessgerät (nach Nielsen 1996)

Nielsen et al. (1999) weisen darauf hin, dass der Laborfehler auf das Messergebnis des Neltecs ColourQ 800 übertragen wird, da die Kalibrierung anhand der im Labor gemessenen Proben erfolgt. Nach Michelberger (1994) besitzen die vom Gerät ermittelten Ergebnisse jedoch eine akzeptable Korrelation mit der ICUMSA-Methode, obwohl auch hier die Kristallgröße und die Oberflächenbeschaffenheit der Kristalle die Reflexion beeinflussen, worauf auch Riffer (1998) explizit hinweist. Buchholz und Bruhns (1995) führten ebenfalls Versuche mit diesem Gerät durch. Die Information über das reflektierte Licht wird vom Detektor an einen PC gesandt, der die Farbe berechnet und anzeigt. Außerdem kann die Zentrifuge der jeweils aktuellen Messung angegeben werden, was Nielsen et al. (1999) zufolge die Beurteilung der einzelnen Zentrifugen und evtl. die Effektivität verschiedener Waschgänge ermöglicht. Beim Überschreiten eines Grenzwertes wird ein Alarm ausgelöst.

2.1.5 Farbbilanzen

Vor dem Hintergrund dieser Erkenntnisse ist der Herstellungsprozess so zu optimieren, dass Farbstoffeinschlüsse möglichst vermieden werden und der (stark gefärbte) an den Kristallen anhaftende Muttersirup mit Hilfe optimaler Zentrifugeneinstellungen in einem hinreichenden Maß minimiert wird. Da sich der Farbeintrag über den Dicksaft und die Farbstoffbildung aber nicht vollständig verhindern lässt, muss darüber hinaus eine Möglichkeit gefunden werden, das Ausmaß an Farbstoffeinschlüssen und deren Auswirkung auf die Zuckerqualität vorausschauend beurteilen zu können. Dies geschieht mit Hilfe von Farbbilanzen.

Da laut Schick (1994) die Farbe von Weißzucker in Lösung und die Farbe des Weißzuckermagmas miteinander korreliert sind, spielt die Farbe des Dicksafts und der Abläufe der einzelnen Kristallisationsstufen eine entscheidende Rolle für die Zuckerqualität. Mit Hilfe von **Masse- und Energiebilanzen** (auch Trockensubstanz-, Zucker-, Nichtzuckerbilanzen) können aus der Dicksaftzusammensetzung sehr genau der Massefluss, der Energieverbrauch, der Weißzuckeranfall und andere Parameter im Zuckerhaus berechnet werden. Voraussetzung dabei ist jedoch, dass die Saccharose- und Trockensubstanzmasse während der Kristallisation konstant bleiben und verlustfrei in den Weißzucker bzw. die Melasse überführt werden. Allerdings ist auf diese Weise keine direkte Beurteilung der Zuckerqualität möglich - insbesondere der drei Hauptqualitätsmerkmale Farbtype, Farbe in Lösung und Aschegehalt -, da hierzu die Abhängigkeiten der Aschegehalte und Farbwerte im Weißzucker von den entsprechenden Werten der Muttersirupe bzw. Kristallsuspensionen bekannt sein müssen. Die anorganischen Bestandteile können ebenso wie die Trockensubstanzmasse relativ einfach bilanziert werden, da auch ihre Masse während der Kristallisation konstant bleibt und verlustfrei in den Weißzucker bzw. die Melasse überführt wird. **Farbbilanzen** sind dagegen komplizierter, da während der Kristallisation neue Farbstoffe gebildet werden. Bezogen auf die Magmafarbe beträgt der Farbeinschluss im Gesamtkristall - d.h. inklusive der Farbe im anhaftenden Muttersirupfilm - 1-2 %, die Kernfarbe 0,8-1,4 %. Van der Poel et al. (1986) zufolge beträgt das Verhältnis der Zuckerfarbe zur Farbe des Magmas bei optimalem Kristallisationsverlauf 0,8 % (Kristallisatoren mit Rührwerken), bei schlechter Kristallisation jedoch 1,2 %. Die Farbe der Kristallsuspension

bestimmt also die minimale Zuckerfarbe bei maximaler Deckwassermenge. Die Farbmenge lässt sich aus dem Trockensubstanzmassenstrom und der Farbe der entsprechenden Produkte ermitteln. Somit können der Gesamtprozess sowie die einzelnen Verfahrensabschnitte im Zuckerhaus bilanziert werden. Voraussetzung ist, dass sich die im Einzugsgut vereinten Farbmengen additiv verhalten. Nach Schick (1994) ist diese Annahme mit einem maximalen Fehler von 10 % korrekt. Der Fehler resultiert aus der ungenauen Erfassung der Trockensubstanzmasseströme. Broughton et al. (1986) haben eine Farbbilanzierung anhand von Extinktionswerten erarbeitet. Dabei werden die Extinktionen der Lösungen, wie in der Rübenzuckerindustrie üblich, bei einem pH-Wert von 7 und Wellenlängen von 420 bzw. 560 nm gemessen. Die Farbmessung muss stets bei derselben Wellenlänge erfolgen, da der Umrechnungsfaktor zwischen dem Ergebnis bei 560 nm und dem bei 420 nm nicht konstant ist. Außerdem müssen auch derselbe pH-Wert und annähernd derselbe Trockensubstanzgehalt vorliegen. Wird die Farbe von Weißzucker in Lösung beispielsweise bei 420 nm gemessen, müssen ebenso sämtliche Zwischenprodukte bei 420 nm und gleichem pH-Wert gemessen werden.

Die Differenz zwischen der ein- und ausgeführten Farbmenge entspricht der Farbneubildung in der entsprechenden Kristallisationsstufe. Bezieht man die Farbstoffneubildung auf die eingeführte Farbmenge erhält man den **Farbbildungsfaktor**:

$$\text{Farbbildungsfaktor} = \frac{\dot{F}_a}{\dot{F}_e} \qquad \text{(Gl. 2.1)}$$

Entsprechend der Kristallisationsstufe nehmen die Farbbildungsfaktoren folgende Werte an (Schiweck 2000b):

Weißzuckerkristallisation:	1,05 – 1,35
Rohzuckerkristallisation:	1,25 – 1,55
Nachproduktkristallisation:	1,50 – 2,00

Anhand des Farbbildungsfaktors kann der Farbindex der Kristallsuspension berechnet werden. Untersuchungen von Schick (1994) haben gezeigt, dass zwischen den Farbin-

dizes von Kristallsuspensionen und Kristallzuckern eine lineare Abhängigkeit besteht. Somit kann anschließend der Farbindex des Zuckers aus der Dicksaftfarbe berechnet werden.

Sázavsky (1964) schlägt vor, bei der Bilanzierung die Farbe auf die Nichtzuckerstoffe zu beziehen. Somit kann die Verfärbung über das Verhältnis Farbe/Asche verfolgt werden, was den Vorteil hat, dass die Menge der einzelnen Produkte nicht ermittelt werden muss und nur die Laborergebnisse benötigt werden.

Julienne (1984) berichtet von einem **Farbübergangsfaktor**, der den Anteil der Magmafarbe darstellt, der in das Kristall eingeschlossen wird. Nach van der Poel (1980) nimmt der Farbübergangsfaktor folgende Werte an:

Verdampfungskristallisatoren ohne Rührwerk: 1,2 %
Verdampfungskristallisatoren mit Rührwerk: 0,9 %

Die Farbbilanzen können zur Prozessmodellierung genutzt werden, die zur Prozesssteuerung und –verbesserung eingesetzt wird. Im folgenden Kapitel werden generelle Modellansätze sowie bereits existierende, lebensmittelspezifische Prozessmodelle betrachtet.

2.2 Modellbildung

Im Zuge zunehmender Automatisierung sind mathematische Modelle notwendig, die das Verhalten einzelner Anlagen und geschlossener Verfahren beschreiben. Azevedo et al. (1993) weisen darauf hin, dass Modelle zwar so einfach gehalten werden müssen wie möglich, aber auch nicht zu stark vereinfacht sein dürfen, d.h. so genau wie nötig arbeiten müssen. Dank der sich entwickelnden Computertechnologie besitzt „einfach“ jedoch ein zunehmend höheres Niveau. Modelle dienen der Durchführung von Offline-Simulationen zur **Prozessuntersuchung** sowie der Online-Implementierung zur **Prozesssteuerung**. Laut Azevedo et al. (1993) sind Modelle notwendig zur Beobachtung von Prozessen, die den Produktzustand definieren, bei denen aber direkte Messungen nicht erhältlich, schwierig, teuer oder ungenau sind. Sie sprechen von sogenannten Software-Sensoren, einer Kombination aus den existierenden Online-Messun-

gen und dem bestehenden Wissen über den Prozess und gewähren einen Einblick in die Grundlagen des Prozess-Mechanismus.

Bei der Lebensmittelproduktion handelt es sich oft um Batch-Prozesse, nur wenige sind einfach mathematisch zu beschreiben. Fertige Systeme der Informationstechnologie erfüllen häufig nicht die Anforderungen der Lebensmittelindustrie (Stephens 1994). Nach Sundström et al. (1993) liegt eine Ursache in der Komplexität der Rohstoffe. Drechsel (1993) und Skjöldebrand et al. (1994) weisen darauf hin, dass die Modellierung zur Beschreibung komplizierter technischer Prozesse genutzt wird. Dabei handelt es sich um **mathematisch-physikalische Modelle**, weil physikalische Gesetzmäßigkeiten mathematisch beschrieben werden. Eine Simulation ist dabei das Ergebnis der Evaluierung eines mathematischen Modells. Es handelt sich also um ein wissensbasiertes System zur Simulation und Regelung eines Prozesses. Die Simulation ist nutzbar für ein besseres Prozessverständnis sowie zur Prozessoptimierung und kann außerdem vor Experimenten - zur Minimierung der Zahl an Versuchen - oder dem Kauf von Anlagen durchgeführt werden. Weiterhin kann ein Prozessmodell zur Schulung des Bedienpersonals genutzt werden und bei Entscheidungen während der Produktion helfen. Damit lassen sich Ausschuss und Energiekosten verringern und die Produktivität steigern (Morris 1997). Diese Aussagen machen auch Box und Hill (1967), Sundström et al. (1993) sowie Kister (2002), wobei Kister darauf hinweist, dass Simulationen auch Fehler beinhalten können. Die Simulation erlaubt es, frühzeitig mit mathematischen Ersatzmodellen **Prognosen über Prozesse und Produkte** zu treffen und diese zur Prozessregelung zu nutzen (Morris 1997). Exakte Berechnungen sind zwar oft nicht möglich, aber auch oft nicht notwendig (Zäh et al. 2004). Die Ermittlung der realitätsnahen Tendenzen ist das eigentliche Ziel bei Prozesssimulationen. Skjöldebrand et al. (1994) haben bereits Prozessmodelle für diverse lebensmitteltechnologische Prozesse entwickelt, z.B. Kühlen, Gefrieren, Auftauen, Frittieren, Backen. Auch Nevistíc und Morari (1996), Singh (2000) sowie Kelly (2004) beschäftigen sich mit **vorausschauender Modellierung zur Prozessoptimierung**. Die Kenntnis der Grundlagen der Wärme- und Stofftransportprozesse ist Voraussetzung für computergesteuerte Simulationsmodelle zur Optimierung von Prozessen und zur Bestimmung geeigneter Betriebsweisen. Grenzflächenprozesse werden naturgemäß

stark von der Oberflächenbeschaffenheit des Lebensmittels beeinflusst. Der Wärmeübergangskoeffizient sowie die Dynamik des Prozesses (z. B. das Wandern der Grenzschicht beim Gefrieren oder Frittieren) muss bekannt sein (vergleiche auch Kelly 2004). Sundström et al. (1993), Skjöldebrand et al. (1994) sowie Singh (2000) beschreiben die **Vorgehensweise** bei der vorausschauenden Modellierung. Entsprechend der Problemstellung müssen ein ausreichendes Prozessverständnis und eine mathematische Basis für den Prozess entwickelt werden. Die mathematische Formulierung ist auf den Computer zu übertragen. Im Anschluss ist das Modell durch gezielte Versuche zu validieren (Vergleich der Modellergebnisse und der experimentellen Daten und gegebenenfalls entsprechende Anpassung des Modells). Das so entwickelte vorausschauende Modell benötigt im Gegensatz zu empirisch basierten Methoden keine experimentellen Daten, sondern basiert auf der Physik des Prozesses. Das Lebensmittel existiert im Modell nur in Form seiner Eigenschaften. Das Modell selbst ist unabhängig vom Lebensmittel – erst bei der Validierung mittels gezielter Versuche wird es an ein bestimmtes Lebensmittel angepasst. Singh (2000) hebt hervor, dass bereits die Vorgehensweise zur Modellerstellung ein detailliertes Verständnis der auftretenden Mechanismen liefert. Es müssen Differentialgleichungen aufgestellt werden, die den Prozess beschreiben, eventuell ist an bestimmten Stellen mit Hilfe von Annahmen (z.B. eindimensionaler Wärmetransport) mathematisch zu vereinfachen. Die Eigenschaften des bestimmten Lebensmittels, die evtl. über den Prozess veränderlich sein können, müssen bekannt sein (Dichte, Wärmeleitfähigkeitskoeffizient, spezifische Wärmekapazität, Porosität).

Richalet (1994) und Georgieva (2003) vergleichen **drei Modellansätze**: die sogenannte *white box*, die *black box* und die *grey box*, die sich im Grad der physikalischen Transparenz unterscheiden. Bei der **white box** werden physikalische Grundsätze modelliert. In Georgievas Modell der diskontinuierlichen Verdampfungskristallisation wird eine Massebilanz für Wasser, gelösten Zucker, kristallinen Zucker und Nichtzucker durchgeführt und eine Populationsbilanz mit Keimbildung, Wachstum und Agglomeration. Die Kristallgrößenverteilung wird über die Momente der Verteilung berechnet. Die **black box** Modelle (z.B. neuronale Netze) basieren auf gesammelten Prozessdaten. Es handelt sich hierbei um eine zeitsparende Modellierung. Nachteil der

black box Modelle ist die mangelnde physikalische Fundierung und die schlechte Extrapolierbarkeit. Sie sind nicht transparent genug, um den Prozess studieren und verstehen zu können. Bei der **grey box** handelt es sich um eine Kombination von white und black box. Beispielsweise werden Masse-, Energie- und Populationsbilanzen mit einem neuronalen Netzwerk zur Annäherung der kinetischen Parameter Kristallwachstumsrate, Keimbildungsrate und Agglomerationsneigung verbunden. Dabei kann man alles vorhandene Wissen einfließen lassen, den Gesamtprozess in Teilmodule zerlegen und mehrere Input-Output-Modelle miteinander verbinden. Nachteil der grey box Modelle ist die hohe Komplexität. Außerdem werden anspruchsvolle Software-Tools und eine höhere Computerleistung benötigt. Skjöldebrand et al. (1994) warnen davor, den Prozess zu weit zu vereinfachen. Das Modell ist sonst nicht mehr brauchbar. Box und Hill (1967) weisen darauf hin, dass physikalische Modelle sehr kompliziert sein können, jedoch bei einem zu rechtfertigendem Aufwand empirischen vorzuziehen sind, da sie besser extrapoliert werden können. Die Wahrscheinlichkeit, dass die Modellaussage nah an der Realität liegt, ist größer. Laut Box und Hill stellt es ein Problem dar, wenn aus anlagenspezifischen Gründen keine extrapolierbare Modellierung möglich ist. Laut Psichogios und Ungar (1992) ist ein grey box Modell fähig, komplexeres dynamisches Verhalten zu beschreiben, und kann wesentlich akkurater inter- und extrapolieren.

Richalet (1994) unterstreicht, dass die Modellierung ein Teil von **Advanced Process Control** ist. Diese ist modellbasiert, die Regelung erfolgt nicht nur mit PID-Reglern. Ein Prozessmodell fördert das Prozessverständnis mit dem Ziel der Voraussagbarkeit des zukünftigen Prozessverhaltens. Gleichzeitig dient es der Kostensenkung für die Prozessoptimierung und der dazu benötigten Zeit. Ziel ist es, eine vorgegebene Zahl an Produkten mit vorgegebener Qualität in einer gegebenen Zeit mit einem Minimum an Kosten zu produzieren. Die modellbasierte vorausschauende Regelung ist die einzige, die in der Zeitebene arbeitet. Dabei gelten vier Grundprinzipien: das dynamische Modell der Fabrik muss auf einem Leitsystem-PC installiert sein und der aktuell gemessene Zustand ist mit dem angestrebten zu vergleichen. Weiterhin muss die zukünftige Prozessgröße berechnet und das Modell mit dem Prozess verglichen werden, um die Abweichung bei der Voraussage zu berücksichtigen. Bei einem solchen Projekt

werden 80 % der Arbeitszeit für die Modellierung benötigt. Advanced Process Control sollte daher nicht angewendet werden, wenn ein einfacher PID-Regler ausreicht.

2.2.1 Lebensmittelspezifische Beispiele zur Anwendung von Prozessmodellen

Im Folgenden sollen die Fülle und Vielfalt an Anwendungsbeispielen von Prozessmodellen in der Industrie anhand einiger Beispiele dargestellt werden. Die Grundlagen zur statischen und dynamischen Modellierung bzw. zur Prozesssteuerung werden ausführlich bei Brack (1970, 1982 und 1993), Seborg (1989), Ogata (1990) sowie Ogunaike und Ray (1994) beschrieben. Model Predictive Control (MPC) ist in der Lebensmittelindustrie noch neu, jedoch gut erprobt in der Petrochemie, wo große Fabriken von wenigen Mitarbeitern von einem zentralen Leitstand aus betrieben werden (Anonym 2001). Softwaresysteme werden zur Simulation, Modellierung, Visualisierung und Optimierung eingesetzt.

Im Hinblick auf das im Rahmen dieser Arbeit zu entwickelnde Prozessmodell werden einige sehr nützliche Aspekte anhand eines in der **Backwarenindustrie** eingesetzten Modells genannt, das Schwankungen voraussagt und den Betrieb rechtzeitig so anpasst, dass die Produktqualität innerhalb definierter Parameter liegt. Die Optimierung der Leistung kontinuierlicher Bandöfen gelingt mit Hilfe einer modellbasierten vorausschauenden Steuerung. Das Modell nutzt bereits vorhandene Messungen und kann Schwankungen der Teigeigenschaften voraussagen, die z.B. aus Rezeptänderungen oder Rohstoffeigenschaften resultieren. Es basiert jedoch lediglich auf empirischen Zusammenhängen, die durch Prozessbeobachtung in Echtzeit ermittelt wurden. Vorteil ist die Verringerung der Schwankung der Schlüssel-Qualitätsparameter, des Ausschusses, des (unbezahlten) Übergewichts des Endprodukts und der manuellen Eingriffe. Gleichzeitig wird der Ofen optimiert betrieben: maximaler Durchfluss bei minimalem Energieverbrauch und gleichbleibender Qualität.

Die meisten in der Literatur beschriebenen Modelle sind **statisch** und dienen dem besseren Prozessverständnis. So konnten García-Ruiz et al. (1998) ebenso wie Pérez-Coello et al. (1999) bzw. Poveda et al. (2004) mit Hilfe eines statistischen Modells die drei wichtigsten Parameter zur Vorhersage der Reifezeit von Käse bzw. der Lagerzeit

von Weißwein ermitteln. Bei der Simulation wässriger chemischer Prozesse von Christian und Sylvana (2004) stand die Prozessoptimierung mit einem Minimum an Probenahme und chemischen Analysen im Vordergrund. Psichogios und Ungar (1992) lösten das Problem - hier am Beispiel eines Bioreaktors -, dass ungemessene Prozessparameter häufig schwierig physikalisch zu modellieren sind, indem sie einen physikalischen Ansatz und ein neuronales Netz kombinierten. Je besser das Prozessverständnis ist, desto technologisch sinnvoller und wirtschaftlicher kann ein Apparat oder eine Maschine betrieben werden. Sudakov (2000) benutzt daher das statische Modell einer Gegenstrom-Zentrifuge zur Gastrennung, um zu einem besseren Verständnis der Zusammenhänge und der Ermittlung der besten Reaktion in Havariefällen beizutragen. Er verwendet dazu das Konzentrationsprofil des Zustroms und des Produkts.

Bei der Modellierung eines Zuckerhauses spielen **Kristallisationsprozesse** eine wichtige Rolle, denen deshalb bei der Literaturrecherche besondere Aufmerksamkeit gilt. Auch hier dominieren die statischen Modelle. Foubert et al. (2002) bildeten die Kristallisation von Fetten mit Hilfe eines Modells mit Differentialgleichungen nach. Es lassen sich vermehrt Modelle für diskontinuierliche, aber auch einige für kontinuierliche Kristallisation finden, wie z. B. bei Buyevich et al. (1991), Jager et al. (1991), Jansens et al. (1995), Meadhra et al. (1996) und Rohani et al. (1999a/b). Viele Autoren, darunter Warri (1990), berücksichtigten bei der Modellierung die **Kristallgrößenverteilung**. Dabei werden jedoch stets rein empirische Ansätze verwendet, die zwar mathematisch korrekt hergeleitet werden und nachvollziehbare Ergebnisse liefern, diese Modelle in der Praxis aber nicht anwendbar machen, da sie auf im nachhinein ermittelten Verteilungsfunktionen und deren Merkmalen beruhen. Jones et al. (1974) modellierten eine Populationsbilanz zur numerischen Voraussage des Verhaltens eines Kühlungskristallisators für Kaliumsulfat. Hulburt und Katz (1964), Hounslow und Marshall (1988) sowie Hounslow (1990) leiteten die Populationsbilanz allgemein her und fügten dann Wachstum, Agglomerat- und Keimbildung hinzu, wobei der Ansatz von Hounslow (1990) kontinuierliche und der von Hounslow und Marshall (1988) diskontinuierliche Kristallisation beschreibt. Hartel und Randolph (1986) berücksichtigten in ihrem Modell für Calciumoxalat darüber hinaus noch Kristallbruch. Franck et al. (1987) modellierten eine Populationsbilanz für die Kristallisation von Salicylsäure

unter Berücksichtigung von Primär- und Sekundärkeimbildung und Agglomeration. Die Populationsbilanz von Marchal et al. (1987) berücksichtigt Agglomeratbildung und größenabhängige Wachstumsraten. Mit derselben Thematik beschäftigten sich auch Jones (1974) sowie Tavare und Chivate (1980). Farrell und Tsai (1994) beschreiben als Einzige ein dynamisches Modell für diskontinuierliche Kristallisation, das der Untersuchung von Sekundärkeimbildung und Wachstumsparametern dient. Es handelt sich darüber hinaus um ein algebraisches Prozessmodell mit Differentialgleichungen. Zur Validierung wurden die Modelllösungen für bestimmte Parametervorgaben mit den gemessenen Werten verglichen und das Modell so angepasst, bis diese bestmöglich übereinstimmten. Bei dieser Vorgehensweise ist nach Bates und Watts (1981 und 1988) auf begrenzte Probenumfänge zu achten.

2.2.2 Modelle für die Zuckerindustrie

2.2.2.1 Statische Modelle

Auch in der Zuckerindustrie überwiegen bisher bei weitem die statischen Modelle. Van der Poel et al. (1982) machen auf die Bedeutung von **Online-Messungen** zur Prozesssteuerung in Zuckerfabriken aufmerksam. Heute sind Datenbanken mit Prozess- und Labordaten, Trends und Mittelwerten üblich. Gudmundson (1995) berichtet, dass in schwedischen Zuckerfabriken darüber hinaus Energieströme simuliert werden können, besonders für die Verdampfstation. Einzustellende Werte (Drücke, Massenströme) können entsprechend gewünschter Ausgangswerte (Dicksaft-Trockensubstanzgehalt) berechnet werden. Weiterhin kann eine Energiebilanz - ähnlich auch bei Madsen (1995) - für die gesamte Fabrik aufgestellt werden.

Zu den grundlegendsten und einfachsten Modellanwendungen gehört die Berechnung der **Eigenschaften von Saccharoselösungen**, wie sie in anderen Anwendungen direkt implementiert sind. Das Programm von Kadlec et al. (1981) zur Berechnung ausgewählter physiko-chemischer Eigenschaften, auch von Magmen, enthält lediglich eine Datenbank mit Gleichungen aus der Literatur. Bei Bubník et al. (1995a) sind zudem die Quellen der den Berechnungen zugrunde liegenden Gleichungen und die Formeln selbst einsehbar. In einer weiteren Veröffentlichung stellt dieselbe Arbeitsgruppe ein

Modell zur Durchführung von Kostenrechnungen für Zuckerfabriken vor (Bubník und Hladíková 1995).

Cadet et al. (1999) entwickelten ein Modell einer **Verdampfstation**. Mit demselben Thema beschäftigten sich auch Mäkelä (1981), Gomolka (1985) und Rousset et al. (1989a/b), wobei letztere ein vorausschauendes Modell als Zielstellung hatten. Cadet et al. weisen sehr richtig darauf hin, dass physikalische Gleichungen ein Modell allgemeingültig machen und daher einem wissensbasierten Ansatz vorzuziehen sind. Das beste Modell ist nicht das, das alle Phänomene beschreibt, sondern das, das die signifikantesten physikalischen Phänomene ermittelt und beinhaltet. Ziel bei der Verdampfung ist es, den Trockensubstanzgehalt des Produkts trotz Schwankung der Eingangsgrößen konstant zu halten. Testud und Rankowski (1989), Belhadj und Vandoolaeghe (1993) sowie Wilson et al. (1993) schlagen eine vorausschauende Prozesssteuerung vor. Wilson et al. (1993) realisierten solch eine modell-basierte vorausschauende Regelung einer Verdampfstation, die auf physikalischen Gesetzmäßigkeiten und einer Masse- und Energiebilanz basiert.

Rádek (1995) stellte ein ähnliches Programm zur Simulation von **Stoff- und Energietransport** in der Zuckerindustrie vor. Es enthält bereits modellierte Teilmodelle (Maischen, Kristallisatoren, Zentrifugen...), die miteinander verschaltet werden können, darüber hinaus eine Datenbank der physikalischen und chemischen Eigenschaften von Saccharoselösungen und Berechnungsgleichungen. Das Programm eignet sich zur Planung von Anlagen, zur Bestimmung der optimalen Betriebsweise sowie zur Verlustminimierung. Die mathematische Modellierung bei García Guerra (1980) erfolgt mit Hilfe von Matrizen, mit denen die Teilprozesse (Mischen oder Trennen einzelner Stoffströme) berechnet werden. Dabei werden die Produkte als Zusammensetzung von Zucker, Nichtzucker und Wasser behandelt. Das Modell benötigt jedoch Laborwerte und ist somit für die Praxis nur mit größerem Aufwand verwendbar. Burton et al. (1951) erstellten ein - wiederum theoretisches - Modell der Diffusion von Saccharose, das Bennema (1968) in seinen Versuchen bestätigte. Mit derselben Thematik beschäftigten sich auch Gilmer et al. (1971), Schliephake (1974) sowie Noël (1990). Mit dem Einfluss von Temperatur, Viskosität und Nichtsaccharosestoffen auf das Kristallwachstum infolge Oberflächenreaktion (Fähigkeit des Kristalls, ein Saccharosemolekül in das

Kristallgitter einzubauen) bzw. Diffusion beschäftigten sich van Hook (1959), Schliephake und Orlowski (1971), Giorgi et al. (1974), Austmeyer (1981, 1982), Heffels et al. (1987), Noël (1990) sowie Burzawa und Heitz (1995), wobei die Ansätze überwiegend empirischer Natur sind.

Maurandi (1981) erstellte für Saccharose ein Modell zur **Keimbildung** in der labilen Zone. Abad (1981) und Wright (1974) entwickelten ein Modell für die **Kristallwachstumsphase**, Diaz und Friedman (1975) sowie Gros (1979) weitere Modelle für alle Phasen der Kristallisation. Nachteil der Modelle ist, dass sie die Dynamik der Prozesse nicht erfassen, der Wärmetransport wird nur vereinfacht berücksichtigt und es wird eine mittlere Kristallgröße anstatt der Kristallgrößenverteilung verwendet. Einen Überblick über die Kristallisationskinetik sowie die Kristallgrößenverteilung gibt Garside (1985). Maurandi und Rossi (1983) ermittelten Gleichungen für die notwendige Kristallisationszeit bei Reinheiten zwischen 88 und 91 %, wobei sie annahmen, dass sich während der Kristallisation die Zahl der Kristalle nicht ändert. Ihre Industrie- und Laborversuche stimmten gut überein, obwohl diejenigen im Labor exakt standardisiert waren, während sich dies in der Industrie nicht verwirklichen lässt, da Temperaturschwankungen, zufällige Strömungen, Übersättigungsschwankungen in unterschiedlichen Bereichen des Magmas im Kristallisator und Falschkornbildung nicht zu verhindern sind.

Für den **Kristallisationsvorgang** lassen sich in der Literatur verfahrenstechnisch gut begründete - wenn auch lediglich statische - Ansätze finden. Dauvois et al. (1989) befassten sich ausgiebig mit der Modellierung des Kristallisationsprozesses zur Verbesserung der Betriebsweise im technologischen und ökonomischen Sinn. Das Zuckerhausschema wird unter der Voraussetzung der Masseerhaltung über Teilprozesse berechnet. Die Masseströme werden dabei als Saccharose, Nichtsaccharose, Wasser und Farbe verfolgt. Neben der Zuckerhausberechnung können mit dem Modell auch Extraktion, Saftreinigung und Verdampfung berechnet werden. Das Programm ist vergleichbar mit dem speziell für die Zwecke der Zuckerindustrie entwickelten Bilanzierungsprogramm SUGARS und benötigt Laborwerte (Wochenmittelwerte), was zwar die Anwendung beschränkt, aber das oben formulierte Ziel erfüllt. Es können auch Energiebilanzen aufgestellt werden. Die Modellierung eines Kristallisators von

Azevedo et al. (1993) beinhaltet neben einer Masse- und Energiebilanz eine mathematische Beschreibung der Kristallisationsrate und Populationsbilanz (Kristallgrößenverteilung, Agglomeration), was die empirische Komponente des Modells erhöht. Als Bilanzgrößen werden auch hier die Masse an Wasser, Nichtsaccharose, gelöster und kristalliner Saccharose bilanziert. Die Größenverteilungsmechanismen wurden von Randolph und White (1977), Liang et al. (1987), Zumstein und Rousseau (1987) sowie Bohlin und Rasmuson (1992a) untersucht. Diese in das Modell aufzunehmen, macht das Modell jedoch zu komplex. Daher wurden von Hartel und Randolph (1986), Marchal et al. (1988), Franck et al. (1988), Hounslow et al. (1988) und Hounslow (1990) alternative, vereinfachte mathematische Methoden entwickelt, bei denen angenommen wird, dass Form- und Volumenfaktoren der Kristalle während der Kristallisation unverändert bleiben, das Magma im gesamten Kristallisator gut gemischt und die Temperatur uniform ist. Azevedo et al. (1994) nahmen mit White und Wright (1971) sowie Heffels und Jong (1988) für die Modellierung eine lineare Kristallisationsrate an, die unabhängig von der Kristallgröße ist. Die Validierung des Modells erfolgte mit Online-Messwerten. Evans et al. (1979) modellierten einen diskontinuierlichen Verdampfungskristallisator, um anhand von Simulationen bei veränderten Randbedingungen den Prozess zur Verbesserung und effektiven Regelung studieren zu können. Auch sie validierten das Modell über einen Vergleich mit den realen Daten. Doherty und Wright (2001) und Wright (2002) berichten von einem statischen mathematischen Modell der Verdampfungskristallisatoren einer Zuckerfabrik, mit dessen Hilfe eine Vorhersage getroffen werden soll, wo Einschlüsse (Stärke, Dextran, Asche, Farbe) durch Änderung des Fließschemas zu verhindern sind. Neben der Zuckerqualität, die hier im Gegensatz zu den bisher genannten Modellen zum ersten Mal berücksichtigt wird, können auch die Kosten verschiedener Fahrweisen berechnet werden. Es werden Koeffizienten für die Farbaufteilung bestimmt, um die Farbströme verfolgen zu können. Wright unterscheidet zwei Arten von Einflussgrößen auf die Zuckerqualität: Massen (Asche, reduzierende Saccharide, organische Substanzen), die die Massebilanzen beeinflussen und deren Tendenz zum Einschluss ins Kristall gering ist - sie werden höchstens angelagert - , und „Massenlose“ (Farbe, Stärke, Dextran), die in so geringer Konzentration vorliegen, dass die Massebilanzen davon unbeeinflusst bleiben. Für die

erste Gruppe bilanziert er Verluste und Gewinne für jede einzelne Station. Für die zweite Gruppe bestimmt er Koeffizienten, die die Verteilung und Bildung (Farbe) charakterisieren. Mit Hilfe des Modells fand er heraus, dass sich die Unreinheiten bei Fahrweisen mit geringen Kosten um etwa 4-8 % senken lassen. Eine Senkung um 17-18 % erfordert Betriebsweisen mit mehr Dampf und höherer Kristallisator- und Zentrifugenkapazität sowie Impfgut besserer Qualität. Semlali et al. (2001) entwickelten ein statisches Modell eines kontinuierlichen Kristallisators für eine automatische Regelung. Pro Kammer werden die Übersättigung, die Kristallgrößenverteilung und die Massenströme berechnet. Die Eingangsgrößen werden zum einen online (Druck, Heizbrüdenstrom, Temperatur, Masseströme), zum anderen offline (Trockensubstanzgehalte, Reinheiten, Kristallgehalt, mittlerer Durchmesser der Kristalle) gemessen. Das Modell berücksichtigt die Kristallauflösung. Keimbildung, Bruch und Aggregatbildung werden jedoch vernachlässigt. Die Kristallwachstumsrate wird mit Wright und White (1969), Randolph und White (1977), Shanks und Berglund (1985) sowie Azevedo et al. (1994) als unabhängig von der Kristallgröße angesehen, wie es auch in den Modellen von Qiu und Rasmuson (1990), Farrell und Tsai (1994) sowie Jansens et al. (1995) gehandhabt wurde. Bilanziert werden die Massen an Wasser, Nichtsaccharose, gelöster und kristalliner Saccharose. Darüber hinaus erfolgt eine Energie- und Populationsbilanz. Baihi (1995) erstellte ein zur Online-Steuerung nutzbares Modell, mit dem eine Masse- und Energiebilanz durchgeführt werden kann, so wie es mit dem mathematisch-physikalischen Modell eines gerührten diskontinuierlichen Kristallisators von Ditl et al. (1990) möglich ist. Letzteres dient der Analyse der wichtigsten Betriebsparameter und der geometrischen Einflussfaktoren. Die Verifizierung erfolgte anhand eines Technikumskristallisators. Die Modellvorhersage und das Verhalten des Kristallisators stimmen sehr gut überein. Bilanziert werden abermals die Masse an Wasser, Saccharose und Nichtsaccharose. Melikhov und Berliner (1981) modellierten einen gut gemischten diskontinuierlichen Kristallisator unter Berücksichtigung der Wachstumsratenunterschiede, die eine Verbreiterung der Kristallgrößenverteilung verursachen. Dazu nehmen sie an, dass die Kristalle ihre Form während des Wachstums beibehalten und daher mit einer linearen Dimension charakterisiert werden können.

Cronewitz und Witte (1980) sowie Mosel et al. (1986) beschäftigten sich mit dem Einfluss der **Zentrifugen** auf die Zuckerqualität und fanden, dass die absolut benötigte Deckwassermenge mit abnehmender Ablaufreinheit steigt. Wright et al. (1995) entwickelten ein mathematisches Modell für diskontinuierliche Zentrifugen in der Rohrzuckerindustrie. Eingangsgrößen sind die Reinheit und der Trockensubstanzgehalt des Magmas und des Muttersirups, die Viskosität des Muttersirups, die Kristallgrößenverteilung, der mittlere Durchmesser, die Streuung, die spezifische Oberfläche und Kristallformfaktoren, die Temperatur des Magmas und die Wasserdecke in „% auf Magma“. Das Modell berechnet die Zucker- und Ablaufmenge sowie deren Reinheit.

Bubník und Kadlec (1994, 1996) entwickelten ein Modell zur Simulation der **Kühlungskristallisation**, um eine geeignete Regelung und optimale Betriebsweise eines Kühlungskristallisators (insbesondere Kühlrate) zu ermitteln. Die maximal und minimal mögliche Kühlrate, die maximale Viskosität und die maximale Aufenthaltszeit werden im Modell berücksichtigt. Das Modell berechnet ein Kühl-Temperaturprofil, um die Übersättigung im gewünschten Bereich zu halten. Die Temperatur wird dazu unter Berücksichtigung der vorgegebenen Grenzen in bestimmten Schritten reduziert und die dazugehörige Kristallisationszeit bis zum Erreichen der gewünschten Übersättigung berechnet. Ein Überschreiten der Aufenthaltszeit wird angezeigt. Bohlin und Rasmuson (1992a und 1992b) modellierten ebenfalls eine diskontinuierliche Kühlungskristallisation. Bei ihnen stand jedoch die Untersuchung des Einflusses unterschiedlicher Wachstumsraten der Kristalle auf die Kristallgrößenverteilung im Vordergrund. Sie berücksichtigten Primär- und Sekundärkeimbildung und fanden, dass bei Verwendung von Impfkristallen sowohl die Produktgröße als auch die Reproduzierbarkeit der Kristallqualität größer ist. Der Einfluss der Art des Kühlens und der Anfangsbedingungen wird dagegen verringert. Noël (1990) erstellte ein industriell anwendbares Modell für die Kühlungskristallisation unter Verwendung bekannter Formeln, mit dem er Simulationen zur Verbesserung der Maischenarbeit durchführte. Die Berechnung der Kristallwachstumsgeschwindigkeit und der Veränderung des Muttersirups erfolgt über Iteration.

Semlali et al. (2002) beurteilten die Effektivität der Kristallisation in Abhängigkeit von der **Betriebsweise des Zuckerhauses** mit Hilfe eines Modells, um eine geeignete Re-

gelung zu entwickeln. Da manuelle Eingriffe störend wirken, sollten diese am besten automatisch erfolgen. Dazu stellten sie ein Modell zur Voraussage der hauptsächlichen physiko-chemischen Aspekte des Kristallisationsverhaltens auf. Diese werden für jedes Abteil des kontinuierlichen Kristallisators gesondert berechnet. Das Modell berücksichtigt Kristallauflösung und unerwünschte Sekundärkeimbildung sowie die Eigenschaften von Magma, Muttersirup und Heizbrüden. Ausgangsgrößen sind Masseströme, Reinheiten, Kristallgehalt und Kristallgrößenverteilung. Die Kristallwachstumsrate wird als unabhängig von der Kristallgröße angenommen. Das Modell wurde bereits in der Rohr- und Rübenzuckerindustrie angewendet mit sehr guten Übereinstimmungen zwischen den vom Modell berechneten Werten und den Labor- bzw. Messwerten. Mit dem von Murphy et al. (1990) entwickelten Modell können Betriebsweisen zur verbesserten Melasseentzuckerung, Senkung des Energieverbrauchs und Qualitätsverbesserung bestimmt werden. Weiss (1994) führte mit Hilfe des Programms SUGARS statische Simulationen einer Modell-Zuckerfabrik durch. Zsigmund und Szabó (1995) halten Zuckerhaus-Berechnungen anhand analytischer Parameter für hilfreich, um eine geeignete Betriebsweise festzulegen. Zur Prozesssteuerung sind solche Ansätze aufgrund begrenzter Laborkapazität jedoch nicht verwendbar, weshalb im Rahmen dieser Arbeit möglichst auf die Verwendung analytischer Größen verzichtet werden soll.

Assenmacher et al. (1986) berichten von der **automatischen Steuerung eines Zuckerhauses** zur Vergleichmäßigung der Zuckerhausarbeit. Insbesondere die Brüdenabnahme des Zuckerhauses aus der Verdampfstation soll zur Erreichung eines konstanten Dicksafttrockensubstanzgehalts vergleichmäßigt werden. Die Vergleichmäßigung der Energie- und Stoffströme steigert wiederum die Kapazität des Zuckerhauses. Da die Steuerung im Gegensatz zu den Bedienern rund um die Uhr konstant arbeitet, lassen sich Einflüsse aufgrund manueller Eingriffe eliminieren und gleichmäßig qualitativ bessere Endprodukte erzielen.

2.2.2.2 Dynamische Modelle

Die statischen Modelle bieten interessante Aspekte, die für die Entwicklung eines Zuckerhaus-Prozessmodells hilfreich sind. Allerdings eignen sich dynamische Modelle

zur Erfüllung der gestellten Aufgabe wesentlich besser, da sie beispielsweise die zahlreichen zeitlichen Abhängigkeiten erfassen können (siehe Kapitel 3. „Dynamisches Zuckerhaus-Prozessmodell“). Bisher existieren nur sehr wenige solcher Modellansätze.

Villar et al. (1993) entwickelten ein dynamisches Modell einer **Verdampfstation**, nutzten es jedoch nicht zur Prozesssteuerung. Dauvois et al. (1989) und Depeyre et al. (1989) beurteilten den Einfluss der Übersättigung und des NS/W-Verhältnisses auf die Kristallisation über ein dynamisches Modell eines **Zuckerhauses mit diskontinuierlich betriebenen Verdampfungskristallisatoren**. Mit Hilfe von Simulationen konnte der Einfluss verschiedener Betriebsweisen auf die Kristallgrößenverteilung untersucht und die Regelung angepasst werden. Voraussetzung für die Entwicklung eines entsprechenden Programms war die Anpassbarkeit zur Modellierung verschiedener Zuckerhausschemata, eine leichte Bedienbarkeit und die Integrierbarkeit in bereits bestehende Softwareanwendungen. Innerhalb des Modells ist jeder Kristallisator in mehrere Kammern unterteilt mit spezifischen Temperaturen, Übersättigungen, Drücken, Zusammensetzungen und Kristallgrößenverteilungen. Es wird im Gegensatz zu anderen Ansätzen also nicht angenommen, dass der Kristallisator ideal gerührt ist. Das Modell berücksichtigt die Maischenfüllstände, so dass gegebenenfalls der Kristallisationsprozess verlangsamt und eine Haltezeit mit eventueller Wasserzugabe verhindert werden kann. Nach der Validierung des Modells über Prozessdaten testeten sie mit Hilfe von Simulationen verschiedene Steuerungs-Strategien. Das Modell war jedoch zum Zeitpunkt der Veröffentlichung wegen zu langer Simulationszeiten (20 min) nicht online nutzbar. Für den Online-Betrieb wurde daher eine vereinfachte Variante geschaffen. Mit Hilfe von Modellsimulationen stellte sich eine Erhöhung der Übersättigung mit sinkender Reinheit des Muttersirups während der Kristallisation als notwendig heraus, um das Kristallwachstum konstant zu halten. Bouamrani et al. (1994) haben zur Lösung von Prozessregelungsproblemen, zur Prozessoptimierung sowie zur Schulung des Bedienpersonals ein dynamisches Modell eines einzelnen diskontinuierlichen Kristallisators entwickelt, das die Kristallgröße und die Kristallgrößenverteilung berücksichtigt.

2.3 Statistische Prozessführung (SPC)

In Anlehnung an Anonym (1990) wird „Statistical Process Control“ (SPC) mit „Prozessführung“ anstelle „Prozesskontrolle“ oder „-regelung“ übersetzt, da das englische Wort „control“ den gesamten Komplex des Überwachens, Regelns und Steuerns umfasst. Es handelt sich dabei um eine Methode zur ständigen Verbesserung von Produkten, Prozessen und Dienstleistungen. Das Ziel der Verbesserungsmaßnahmen bei der Produktherstellung ist nach Binner (2000) ein beherrschter Prozess mit Einhaltung der vorgegebenen Prozess- und Produktmerkmale, wie es auch die Norm DIN EN ISO 9001 bzw. 9002 (1995) fordert. Ein Prozess wird dabei als wiederholt stattfindender Vorgang oder Ablauf verstanden. SPC ist direkt in der Produktion zur Qualitätsüberwachung einsetzbar. Das Prinzip der SPC wird in der Literatur von vielen Autoren beschrieben. Die Ausführungen in diesem Abschnitt orientieren sich an den Arbeiten von Shewart (1986), Wheeler und Chambers (1986), MacGregor (1988), Mamzic und Tucker (1988a), Gitlow et al. (1989), Anonym (1990), Oakland und Followell (1990), Staal et al. (1994), Hering und Triempel (1996), Benneyan (1998), Binner (2000) sowie Noffsinger und Anderson (2002).

Jeder Prozess unterliegt bestimmten Schwankungen. Man unterscheidet zwischen der natürlichen, zufälligen Variabilität bzw. Streuung, die stets bei jedem Produktionsprozess vorliegt und unvermeidbar ist, und der systematischen Variabilität, die von bestimmten Ursachen, z. B. manuellen Eingriffen ins System, hervorgerufen wird und sich somit vermeiden lässt. Die **natürliche Variabilität** bleibt gleich, solange sich die Prozessparameter nicht ändern, und ist daher voraussagbar. Sie lässt sich bereits nach kurzer Prozessbeobachtung ermitteln und ergibt sich aus der Streuung der Merkmalswerte innerhalb einer Stichprobe. Sie lässt sich nicht mittels Regelung verringern. Die **systematische Variabilität** kann dagegen nur nach längerer Prozessbeobachtung ermittelt werden. Sie wird von der Streuung der Mittelwerte der Stichproben repräsentiert. Die systematische Variabilität ist durch Regelung minimierbar. Sie kann jederzeit und mit unterschiedlichem Vorzeichen auftreten und ist mit Hilfe von Regelkarten voraussagbar. Ein Prozess mit natürlicher Variabilität ist stabil und vorhersagbar; ein Prozess mit systematischer Variabilität dagegen instabil und nicht vorhersagbar. Daher ist für die Herstellung von Produkten einheitlicher Qualität die systematische Variabi-

lität zu vermeiden. Sie kann beispielsweise von Änderungen des Massestroms, der Stoffzusammensetzung oder des Prozesstemperaturniveaus, durch manuelle Eingriffe ohne Berücksichtigung des Zeitverhaltens des Prozesses oder durch unterschiedliche Bedienung der Geräte hervorgerufen werden.

2.3.1 Regelkartentechnik

Die Prozesscharakterisierung und -überwachung erfolgt mit Hilfe der Regelkartentechnik. Der Vorteil der Regelkarten liegt darin, dass eine Unterscheidung zwischen zufälliger und systematischer Variabilität möglich ist. Auch die Suche nach den Ursachen für systematische Variabilität geschieht mittels Regelkarten, wie auch nach DIN EN ISO 9004 (1995) empfohlen. Ist die Ursache gefunden, kann der Prozess entsprechend korrigiert werden. Sanigar et al. (1991/92) unterscheiden zwischen der direkten und indirekten Nutzung von SPC. Bei indirekter Nutzung sind die Korrekturmaßnahmen unbekannt und SPC dient der eben beschriebenen Ursachenfindung. Wird SPC direkt benutzt, ist es dagegen nicht wesentlich, die Ursache für Variabilität zu kennen, sondern zu wissen, wie darauf zu reagieren ist. Die Beurteilung der Effektivität einer Korrektur erfolgt wiederum mit Hilfe der Regelkartentechnik. Ein weiterer Vorteil der Regelkarten ist die Vorbeugung einer „Überkontrolle“ eines Prozesses. Ist ein Prozess in statistischer Kontrolle, muss er nicht korrigiert werden. Noffsinger und Anderson (2002) weisen darauf hin, dass sich überflüssige Korrekturen eher unwirtschaftlich auswirken. Die Regelkarte stellt also das wichtigste Element der Statistischen Prozessführung dar und soll daher im Folgenden erklärt werden.

Die Regelkartentechnik wird in der Literatur von vielen Autoren beschrieben. Die folgenden Ausführungen orientieren sich - sofern nicht anders angegeben - an den Beiträgen von Mamzic und Tucker (1988a), Gitlow et al. (1989), Benneyan (1998), Anonym (1990), Oakland und Followell (1990), Geibig und Furchert (1991), Rinne (1991), Stark (1991), Staal et al. (1994), Hering und Triempel (1996), Brunner und Wagner (1997) und Binner (2000).

Die Grundgesamtheit von Messwerten ist oft normalverteilt. Die Regelkarte dient dazu, den zeitlichen Bezug zu den Daten herzustellen. Mamzic und Tucker (1988b) beschreiben die Regelkarte treffend als „Fingerabdruck eines Prozesses“. Als Messwert

wählt man, wenn möglich, den zu untersuchenden Qualitätsparameter. In der Regelkarte findet man außer den Daten, die in ihrer zeitlichen Abfolge eingetragen werden, im wesentlichen drei Linien: den oberen und unteren Grenzwert (die sog. Eingriffsgrenzen) und den Mittelwert $\bar{x}$. Zusätzlich können Warngrenzen definiert werden. Die folgende Abbildung zeigt exemplarisch den Aufbau einer Qualitätsregelkarte:

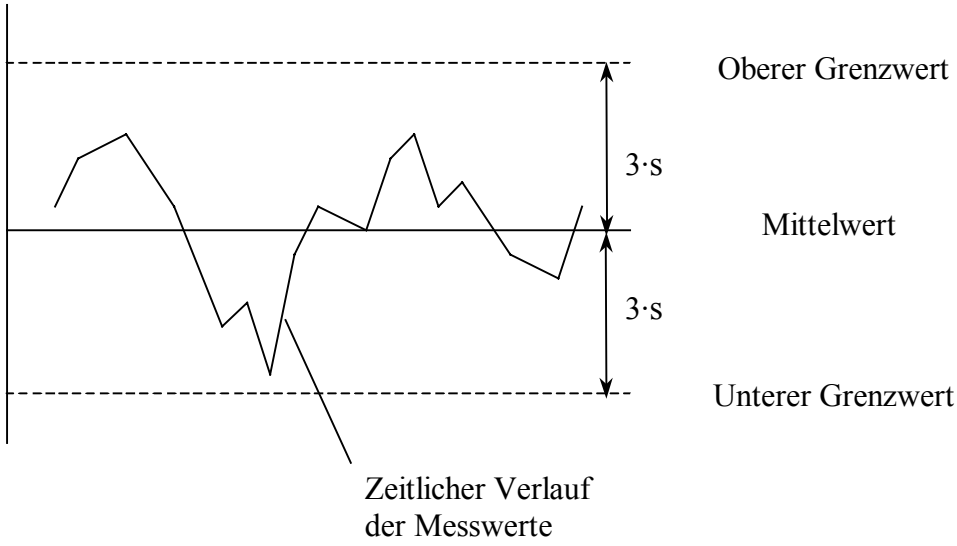


Abb. 2.2: Aufbau einer Qualitätsregelkarte: Merkmalsverlauf, oberer und unterer Grenzwert sowie Mittelwert (nach Binner 2000)

Der Bereich zwischen oberem und unterem Grenzwert ist der sogenannte Toleranzbereich. Die **Normalverteilung** wird durch den arithmetischen Mittelwert $\bar{x}$, der eine Aussage zur Lage der Verteilung macht, und die Standardabweichung s, die die Streuung der Werte beschreibt, charakterisiert. Die Herleitung der statistischen Hintergründe wird ausführlich von Shewart (1931), Wold et al. (1983), Bothe (1997), Kleppmann (1998) und Rinne (1991) beschrieben.

Die natürlichen Prozessgrenzen (oberer und unterer Grenzwert) werden nicht durch die Produktspezifikation vorgegeben, sondern ergeben sich aus der Verteilung der Messwerte heraus. Am gebräuchlichsten ist ein Toleranzbereich von $\bar{x} \pm 3s$. Entsprechend der Wahl des Toleranzbereiches ist die Wahrscheinlichkeit, dass die beobachteten Werte innerhalb der Eingriffsgrenzen liegen, wie folgt:

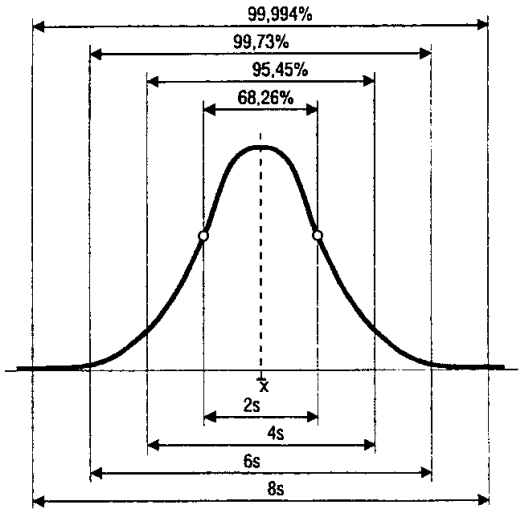


Abb. 2.3: Prinzipdarstellung der standardisierten Normalverteilung: Wahrscheinlichkeit, dass sich ein Messwert innerhalb der Eingriffsgrenzen befindet (Brunner und Wagner 1997)

Die klassischen Qualitätsregelkarten gehen auf das von Shewart vorgeschlagene einfache Prinzip zurück, allein den Befund der laufenden Stichprobe über einen Eingriff in den Produktionsprozess entscheiden zu lassen. Rinne (1991) nennt diese Art von Qualitätsregelkarten auch „Karten ohne Gedächtnis“. Shewart-Regelkarten sind heute Standard in der Statistischen Qualitätssicherung. Je nach Anwendungsfall gibt es unterschiedliche Regelkarten. In der Industrie werden kombinierte Shewart-Regelkarten angewendet, in denen neben den Messwerten ein zweiter (statistischer) Parameter eingetragen wird. Shewart (1986), Mamzic und Tucker (1988a), Gitlow et al. (1989), Anonym (1990), Oakland und Followell (1990), Rinne (1991), Staal et al. (1994), Brunner und Wagner (1997) sowie Ott (2000) erläutern den Einsatz der verschiedenen Regelkarten. Für **variable Daten** (Messwerte) finden die $\bar{x}$/R-, $\bar{x}$/s- und $\bar{x}$/R_2-Karte Anwendung. Die $\bar{x}$/R-Karte verbindet beispielsweise den Mittelwert $\bar{x}$ mit der Spannweite R (Betrag des Abstands zweier aufeinander folgender Messwerte) und wird bei konstantem Stichprobenumfang eingesetzt. Damit die Ergebnisse statistisch signifikant sind, sollten mindestens 25 Messwerte zur Auswertung herangezogen werden. Eine Veränderung der Spannweite ist der früheste Indikator für Instabilität im Prozess. Diese Regelkarte ist laut Staal et al. (1994) nicht an die Normalverteilung der Messwerte gebunden.

Nach beispielsweise Benneyan (1998) liegen bei einem stabilen Prozess alle Messwerte über eine ausreichend lange Zeit innerhalb der Toleranzgrenzen und innerhalb des Toleranzbereichs tritt kein unnatürliches Verhalten (Trends, Zyklen, sichtbare Veränderungen) auf. Die Regelkarte wird anhand **statistischer Regeln** interpretiert. Auf diese Art gelangt man zu einer Aussage, ob im Prozess nur zufällige oder auch systematische Variabilität auftritt. Unterliegen die Messwerte nur der zufälligen Variabilität, ist der Prozess unter statistischer Kontrolle, d. h. stabil und vorhersagbar. Bei Uhlmann (1966), Shewart (1986), Anonym (1990), Staal (1990) sowie Staal et al. (1994) sind Beispiele für statistische Regeln nachzulesen. Trifft eine der Bedingungen zu, liegen spezielle Ursachen vor und der Prozess befindet sich außer statistischer Kontrolle. Im Folgenden sind einige Beispiele für systematische Variabilität angeführt:

- Ein Punkt außerhalb des Toleranzbereichs
- Sieben aufeinanderfolgende Punkte mit steigendem oder fallendem Trend
- Acht aufeinanderfolgende Punkte auf einer Seite von $\bar{x}$
- Zwei von drei aufeinanderfolgenden Punkten in die gleiche Richtung außerhalb von 2s
- Vier von fünf aufeinanderfolgenden Punkten in die gleiche Richtung außerhalb von 1s

Es können beliebig viele statistische Regeln aufgestellt werden. Zur Übersichtlichkeit ist es allerdings nicht sinnvoll, zu viele Aussagen zu verwenden. Liegt ein Punkt außerhalb der Eingriffsgrenzen, wird Alarm ausgelöst. Wenn keine ersichtliche Ursache vorliegt - außer einem Trend, der akzeptiert wird, weil er entweder nicht behebbar ist oder toleriert wird -, handelt es sich um einen falschen **Alarm**. Xie (2001) hat sich mit dieser Problematik beschäftigt. Je höher die Zahl an Alarmkriterien ist, desto größer ist die Wahrscheinlichkeit für einen Fehlalarm. Duncan (1986) und Waterlander et al. (1996) empfehlen jedoch, darauf zu achten, dass die Anzahl an Fehlalarmen nicht zu groß wird, da dies den Bediener irritiert und dazu führt, dass dieser das System nicht mehr ernst nimmt. Zu wenig Alarm-Signale besitzen jedoch denselben Effekt.

2.3.2 SPC zur Prozesssteuerung

Ziel von SPC ist es, den untersuchten Prozess unter statistische Kontrolle und das Qualitätsmerkmal auf den Sollwert zu bringen, indem spezifische Ursachen für systematische Variabilität gefunden und eliminiert werden. Weiterhin sollte die Streuung so reduziert werden, dass sich die Kontrollgrenzen der Mittellinie nähern, was sich jedoch meist nur durch Prozessverbesserungen realisieren lässt, die unter Umständen kostenintensiv sein können (Shewart 1931, MacGregor 1988, Anonym 1990, Staal 1990, Staal et al. 1994, Konrad et al. 2001). Befindet sich ein Prozess unter statistischer Kontrolle, kann er mittels geeigneter Regelungssysteme gesteuert werden. Wie Stark (1991) erklärt, nutzt die Prozesssteuerung die statistisch aufbereiteten Prozessdaten zum Steuern des Prozesses und zur Verbesserung von dessen Qualität, wobei die Prüffrequenz möglichst groß sein sollte. Wegen des kurzen Regelkreises charakterisieren Hering und Triempel (1996) SPC als effektives Hilfsmittel zur Fehlervermeidung in der Produktion. Abb. 2.4 zeigt einen Regelkreis. Da bestimmte Qualitätsparameter nicht kontinuierlich mittels Messfühler, sondern nur über im Labor untersuchte Stichproben ermittelt werden können, handelt es sich um keinen „echten“ Regelkreis. Grundsätzlich ist die Zahl der Laborwerte klein zu halten, da hier viel Zeit bis zur Möglichkeit eines regelnden Eingriffs vergeht.

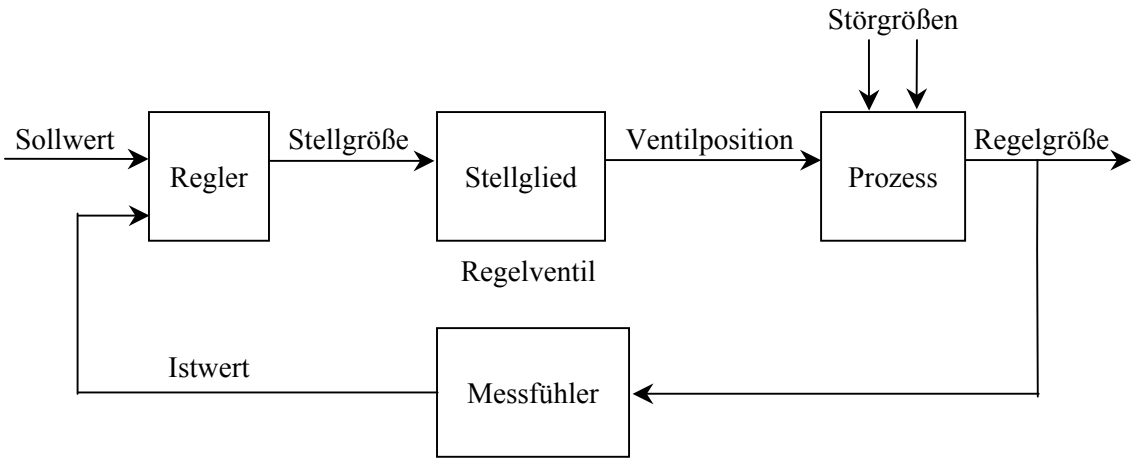


Abb. 2.4: Aufbau eines Regelkreises: Ist- und Sollwert sowie Stell-/Stör- und Regelgröße (Windal 2000)

Geibig und Furchert (1991) weisen darauf hin, dass wegen der dynamischen Prozesszusammenhänge (zeitvariante, nichtlineare Mehrgrößensysteme) die Prozessregelung

allein mit Regelkarten schwierig ist. Staal et al. (1994) stellen die Automatisierungstechnik als ein Hilfsmittel zur Verbesserung der Prozessführung dar. Ziel ist, die Produktqualität und -einheitlichkeit bei möglichst geringen Produktionskosten zu verbessern. Voraussetzung ist eine ständig vorhandene (am besten online) messbare Größe und die Kenntnis des Zusammenhangs zwischen den Prozessparametern und dem Qualitätsmerkmal. Für jede Qualitätskenngröße gibt es mehrere qualitätsrelevante Einflussgrößen, die nach verschiedenen Gesetzmäßigkeiten auf die Produktqualität einwirken. Eckelmann und Schuler (1992) befassen sich mit dieser Problematik. Die Zusammenhänge können dynamisch oder linear sein. Jahn (2000) betont, je enger der Zusammenhang zwischen dem Produkt- und einem Prozessparameter ist, desto mehr Informationen erhält man über den Produktparameter, wenn man außer diesem auch den entsprechenden Prozessparameter misst. Die Ermittlung des Zusammenhangs erfolgt nach Rathert (1990), Staal et al. (1994) und Jahn (2000) mit Hilfe eines **mathematischen Prozessmodells**. Dabei handelt es sich meist um mathematisch-physikalische Modelle. Anhand des mathematischen Modells kann die qualitätsrelevante Größe geregelt werden. Wie Eckelmann und Schuler (1992) erklären, beruht die Prozessauslegung auf Rechnungen, die auf physikalischen, chemischen und technologischen Grundgesetzen basieren und so modifiziert werden müssen, dass auch die Auswirkungen auf die Produktqualität in das Modell integriert werden. Dabei kann das Qualitätsmerkmal nicht immer online gemessen werden. Teilweise muss auf Laboruntersuchungen zurückgegriffen werden. Rathert (1990) weist darauf hin, dass die interessierende Größe oft auch nur rechnerisch (modellgestützt) ermittelt werden kann, was die Wichtigkeit des Prozessmodells verdeutlicht. Eckelmann und Schuler (1992) erkennen, dass zur Erstellung des Modells die Betriebserfahrungen des Personals hilfreich sein können, die Auskunft geben über die Stärke und Richtung verschiedener Einflussgrößen. Als weiteren Vorteil des mathematischen Modells nennen Geibig und Furchert (1991) die Möglichkeit, das Qualitätsmerkmal ohne Zeitverzug zu berechnen. Die Differenz zwischen den berechneten und gemessenen Werten muss anschließend ausgewertet werden, um das Modell schrittweise anzupassen. Diese Vorgehensweise wird ebenfalls von Eckelmann und Schuler (1992) empfohlen. Geibig und Furchert (1991) betonen den Vorteil, dass der Anlagenfahrer auch ohne ein automatisches Regelungssystem mit

Hilfe des Prozessmodells sofort in den Prozess eingreifen und so die Produktion minderwertiger Ware minimieren kann. Dieser Effekt wird in Abb. 2.5 verdeutlicht.

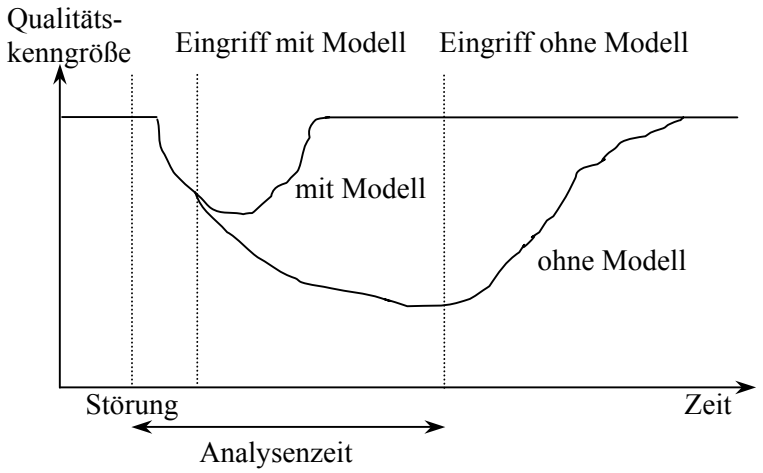


Abb. 2.5: Vorteil eines Prozessmodells für eine Prozesskorrektur zum Minimieren von Minderqualitäten (nach Geibig und Furchert 1991)

Staal et al. (1994) befassen sich mit der **Steuerung**, die der Reduzierung von Unregelmäßigkeiten und damit einer verbesserten Reproduzierbarkeit dient. Im Zusammenhang mit SPC kann die Automatische Prozessführung (APC) angewendet werden, die die Prozessleittechnik nutzt, um Störungen innerhalb kurzer Zeit auszuregeln. Die Eingangsgrößen sind dabei die Betriebsmessungen. Zur Korrektur finden automatische Stelleingriffe an den Maschinen und Anlagen statt. Sowohl SPC als auch APC dienen dem Zweck, die Variabilität zu reduzieren. Mit der Prozesssteuerung und –modellierung befassen sich Seborg (1989), Ogata (1990) sowie Ogunnaike und Ray (1994). Box et al. (1974) unterscheiden zwischen feedforward und feedback control. Bei feedforward control wird anhand der gemessenen Störung die Ursache geregelt. Bei feedback control wird dagegen aus dem Fehlersignal eine kompensierende Maßnahme für das Merkmal selbst berechnet. Häufig kann die Erfahrung des Bedienpersonals einer Anlage zum Erstellen eines Regelungssystems genutzt werden. Dies geschieht mit Hilfe der von Staal et al. (1994) beschriebenen Fuzzy-Control, die menschliche Schlussfolgerungen mathematisch beschreibt. Die so gefundenen Regelgesetze müssen in Betriebsversuchen mit Hilfe einer Einzelwert-Regelkarte und Korrelationsanalyse den Betriebsbedingungen angepasst werden. Die Korrelationsanalyse dient dazu, Abhän-

gigkeiten einzelner Größen untereinander zu erkennen, um die zur Regelung der Produktqualität wichtigen Größen zu ermitteln, wie bereits von Rathert (1990), Eckelmann und Schuler (1992), Staal et al. (1994) und Jahn (2000) erläutert. Staal et al. machen darauf aufmerksam, dass die Erstellung eines Regelungssystems sehr kompliziert ist, wenn noch keine SPC angewendet wird, da die Bediener Variabilitäten unterschiedlich bewerten und dementsprechend unterschiedliche Entscheidungen treffen, was neue Variabilitäten erzeugt, anstelle den Prozess zu stabilisieren. Preuß (1992) erklärt die oben erwähnte Fuzzy-Logik, die auch als unscharfe Logik bezeichnet wird, ausführlicher. Es handelt sich um eine Theorie zur Beschreibung und Verknüpfung unscharfer Mengen. Dabei wird die qualitative Beschreibung von Objekten nicht als Entweder-Oder-Logik ausgedrückt, sondern durch Zwischenwerte zwischen 0 und 1 mathematisch besser beschreibbar gemacht. Dadurch ist die Operationalisierung qualitativen, menschlichen Wissens in Form aufwandsarmer, robuster Regelungen auf Wenn-Dann-Basis möglich.

2.3.3 Besonderheiten der chemischen und artverwandten Industrie

In der Fertigungsindustrie handelt es sich um Formänderungen, in der chemischen Industrie um Stoffwandlungen. Die Rohprodukte unterliegen als Naturprodukte natürlichen Schwankungen. Die Produkteigenschaften sind nur schwer charakterisierbar und die Prüfmethoden komplizierter. Außerdem bemängelt MacGregor (1988), dass die meisten Qualitätsmerkmale nur offline und diskontinuierlich im Qualitätslabor gemessen werden. Nach Hering und Triempel (1996) sind mechanische Prozesse leichter steuerbar als chemische, da letztere weitaus mehr Einflussfaktoren unterliegen, die meist nur empirisch gewonnen werden können. Daher ist es notwendig, ein breiteres Spektrum von Untersuchungen durchzuführen, um rechtzeitig qualitätssichernde Maßnahmen einleiten zu können. Polke (1990) erläutert, dass für eine effektive Prozessüberwachung technologische Parameter bzw. Hilfsgrößen genutzt werden müssen, da die eigentlich interessierende Größe oft nicht messbar ist. Beispielsweise kann in der Zuckerindustrie die Übersättigung nur indirekt, z. B. mit Hilfe der Leitfähigkeit oder der Viskosität, ermittelt werden. Die Produkteigenschaften können zeitlichen Veränderungen unterliegen. Chemische Prozesse werden durch sekundäre Effekte stark

beeinflusst, z.B. behindern Verunreinigungen die Kristallisation. Die Zusammenhänge zwischen den Prozessparametern, den Rohstoff- und den Produkteigenschaften sind sehr komplex. Hering und Triempel (1996) zufolge wird SPC in der diskreten Fertigung eingesetzt, um den Fertigungsprozess mit Hilfe der gemessenen Informationen zu regeln. In der Prozessindustrie sollen mittels SPC dagegen die Einflüsse und Gesetzmäßigkeiten eines Prozesses erkannt und analysiert werden, um daraus gezielte Maßnahmen für die Prozesssteuerung ableiten zu können. Die Überführung des Produktes von einem Zustand in den anderen ist abhängig von Apparate- und Prozessparametern. Daher müssen die Wechselwirkungen als Modell dargestellt werden. Oakland und Followell (1990) sowie Eckelmann und Schuler (1992) halten Fließbilder für geeignet zur Prozesslenkung, jedoch ist die Unterscheidung zwischen kontinuierlichem und Batch-Betrieb notwendig. Eckelmann und Schuler (1992) weisen darauf hin, dass die Produktqualität oft mit mehreren Qualitätskenngrößen beschrieben werden muss (multivariable Abhängigkeit). Polke (1990) unterstreicht die Notwendigkeit der Modelle über die Zusammenhänge von Produkteigenschaften, Verfahrensparametern und Qualitätsmerkmalen zur Reduzierung der Vielzahl an Einflussgrößen und des Prüfaufwandes. Die Qualitätsmerkmale sollten dabei auf Größen zurückgeführt werden, die möglichst früh im Prozess messbar sind. Noffsinger und Anderson (2002) erinnern daran, dass die traditionelle SPC von unabhängigen Prozessdaten ausgeht. In kontinuierlichen Prozessen sind die Prozessdaten jedoch stark korreliert. Daher ist die herkömmliche SPC nur begrenzt verwendbar, denn sie kann zu vermehrten Alarmen und zur Suche nach speziellen Ursachen führen, die in Wirklichkeit gar nicht vorhanden sind.

3. Dynamisches Zuckerhaus-Prozessmodell

Soll ein Zuckerhaus mit Hilfe eines PCs modelliert werden, ist prinzipiell zwischen statischen und dynamischen Modellen zu unterscheiden. **Statische Modelle** eignen sich gut zur Auslegung von Anlagen und für grundsätzliche energetische Bilanzierungen und werden für diese Zwecke auch häufig angewendet. **Dynamische Modelle** müssen dann angewendet werden, wenn es notwendig ist, zeitliche Abhängigkeiten zu erfassen. Im Rahmen dieser Arbeit soll mit Hilfe eines dynamischen Zuckerhaus-Prozessmodells die Zuckerqualität vorausberechnet werden. Dynamische Modelle eines Zuckerhauses besitzen den Vorteil, dass Rechnersimulationen zur Validierung des Modells unabhängig vom Prozess erfolgen können. Es ist außerdem möglich, technologische Maßnahmen im Zuckerhaus auf ihre Effektivität hin zu überprüfen, ohne umfangreiche Versuche im laufenden Betrieb durchführen zu müssen. Darüber hinaus erfordert ein dynamisches Modell keine zusätzlichen Laboranalysen. Es benötigt lediglich einmalige Vorgaben, z. B. bezüglich der Intensität der Farbbildung, die allerdings in den einzelnen Kampagnen unterschiedlich sein kann, und einige in der Regel als konstant anzusehende Analysenwerte, wie z.B. den Trockensubstanz- und Kristallgehalt der Slurry-Suspension. Sind diese einmal ermittelt, bedarf es keiner weiteren Analysen bzw. nur in wesentlich geringerem Maße zur gelegentlichen Überprüfung des Modells. Bei einem dynamischen Zuckerhaus-Prozessmodell sind alle Apparate und Maschinen des Zuckerhauses separat zu modellieren (Sixt 2004a). Im Zuckerhaus kann man zwischen fünf **Teilmodellen** unterscheiden:

Einzugsbehälter
Kristallisatoren
Maischen
Zentrifugen
Zuckerauflösebehälter zur Kläreherstellung

Die Teilmodelle müssen realitätsgetreu miteinander verbunden werden. Auf diese Weise erhält man ein komplettes dynamisches Zuckerhaus-Prozessmodell. Die hier gewählten Modelle basieren alle auf demselben Grundprinzip. Jedes Modell besitzt bestimmte Eingangsstoffströme, die vermischt werden. Jeder dieser Stoffströme weist

spezifische Merkmale, wie Trockensubstanzgehalt, Reinheit, Farbe und gegebenenfalls Kristallgehalt, auf. Grundsätzlich ist eine vollständige **Bilanzierung der Masse und der Farbe** notwendig. Als Bilanzgrößen dienen die Massen an Wasser, gelöster und kristalliner Saccharose und Nichtsaccharose sowie die „Farbmasse“ (Produkt aus Trockensubstanzmassestrom und Farbe des Stoffstroms). Diese Größen werden in Differentialgleichungen über die Zeit bilanziert. Der Stoffübergang (Kristallisation bzw. Auflösung) folgt physikalischen Gesetzmäßigkeiten. Diese können über zuckertechnologische Gleichungen sowie mit verfahrenstechnischen Kenngrößen mathematisch beschrieben werden. Die Ausgangsgrößen des jeweiligen Teilmodells stellen die Eingangsgrößen des nachfolgenden Teilmodells dar, so dass die Zahl vorzugebener Analysenwerte gegenüber einem statischen Modell stark reduziert ist.

3.1 Massebilanzen

Die Massebilanzen sind grundsätzlich für alle Teilmodelle gleich. Im Folgenden soll am Beispiel des Magmas in einem Verdampfungskristallisator die Bilanzierung erläutert werden. Die nachstehenden Gleichungen gelten grundsätzlich für kontinuierlich und diskontinuierlich arbeitende Verdampfungs- und Kühlungskristallisatoren. Die verwendeten Formelzeichen und Indizes sind im Formelverzeichnis zusammengestellt. Ein Programmbeispiel für einen diskontinuierlich betriebenen WZ-Verdampfungskristallisator befindet sich im Anhang.

Massebilanz für Wasser (W):

$$\frac{dm_W}{dt} = (1 - w_{TS,EG}) \cdot \dot{m}_{EG} + (1 - w_{TS,KF}) \cdot \dot{m}_{KF} - \dot{m}_D - v_{abl} \cdot \dot{m}_{abl} \cdot \frac{\dot{m}_W}{\dot{m}_{ges}} \qquad \text{(Gl. 3.1)}$$

Das mit dem Einzugsgut EG und dem Vorlagekristallisat VK zugeführte **Wasser** entspricht der entstehenden Wasserdampfmasse D und der mit dem Magma aus dem Kristallisator ausgeführten Wassermasse. Letztere berechnet sich aus der Ablassventilstellung v_{abl}, die Werte zwischen 0 und 1 annehmen kann, und dem Magma-Massestrom beim Entleeren $\dot{m}_{abl}$.

Massebilanz für gelöste Saccharose (S_{gel}):

$$\frac{dm_{S,gel}}{dt} = w_{S,EG} \cdot \dot{m}_{EG} + (w_{S,VK} - w_{Kr,VK}) \cdot \dot{m}_{KF} - r - v_{abl} \cdot \dot{m}_{abl} \cdot \frac{\dot{m}_{S,gel}}{\dot{m}_{ges}} \qquad \text{(Gl. 3.2)}$$

$$\frac{dm_{S,gel}}{dt} = q_{EG} \cdot w_{TS,EG} \cdot \dot{m}_{EG} + (q \cdot w_{TS,VK} - w_{Kr,VK}) \cdot \dot{m}_{KF} - r - v_{abl} \cdot \dot{m}_{abl} \cdot \frac{\dot{m}_{S,gel}}{\dot{m}_{ges}} \qquad \text{(Gl. 3.3)}$$

Die im Einzugsgut und im Vorlagekristallisat enthaltene **Saccharosemasse** entspricht der im Magma gelösten und der suspendierten kristallinen Saccharose, die aus dem Kristallisator ausgeführt wird. Der Übergang vom gelösten zum kristallinen Zustand wird vom Stoffübergangsstrom r bestimmt.

Massebilanz kristalline Saccharose (S_{kr}):

$$\frac{dm_{S,kr}}{dt} = w_{Kr,VK} \cdot \dot{m}_{VK} + r - v_{abl} \cdot \dot{m}_{abl} \cdot \frac{\dot{m}_{S,Kr}}{\dot{m}_{ges}} \qquad \text{(Gl. 3.4)}$$

Die im Vorlagekristallisat enthaltene **kristalline Saccharose** sowie die pro Zeiteinheit kristallisierte Saccharose entspricht der aus dem Kristallisator ausgeführten kristallinen Saccharosemasse.

Massebilanz Nichtsaccharose (NS):

$$\frac{dm_{NS}}{dt} = (1 - q_{EG}) \cdot w_{TS,EG} \cdot \dot{m}_{EG} + (1 - q_{VK}) \cdot w_{TS,VK} \cdot \dot{m}_{VK} - v_{abl} \cdot \dot{m}_{abl} \cdot \frac{\dot{m}_{NS}}{\dot{m}_{ges}} \qquad \text{(Gl. 3.5)}$$

Die **Nichtsaccharose-Masse** im Einzugsgut und im Vorlagekristallisat entspricht der Nichtsaccharose-Masse im ausgeführten Magma. Der Trockensubstanzgehalt und die Reinheit des Magmas müssen innerhalb des Modells berechnet werden. Für einen ideal durchmischten Kristallisator gilt:

$$q_{Ma} = \frac{m_{S,Ma}}{m_{TS,Ma}} \cdot 100 = \frac{m_{S,gel,Ma} + m_{Kr,Ma}}{m_{S,gel,Ma} + m_{Kr,Ma} + m_{NS,Ma}} \cdot 100 \qquad \text{(Gl. 3.6)}$$

$$w_{TS,Ma} = \frac{m_{TS,Ma}}{m_{Ma}} \cdot 100 = \frac{m_{S,gel,Ma} + m_{Kr,Ma} + m_{NS,Ma}}{m_{W,Ma} + m_{S,gel,Ma} + m_{Kr,Ma} + m_{NS,Ma}} \cdot 100 \qquad \text{(Gl. 3.7)}$$

$$w_{Kr,Ma} = \frac{m_{Kr,Ma}}{m_{Ma}} \cdot 100 = \frac{m_{Kr,Ma}}{m_{W,Ma} + m_{S,gel,Ma} + m_{Kr,Ma} + m_{NS,Ma}} \cdot 100 \qquad \text{(Gl. 3.8)}$$

3.2 Farbbilanz

Für die Farbe gilt:

$$F_{IE} = \frac{\dot{F}}{\dot{m}_{TS}} \qquad \text{(Gl. 3.9)}$$

Dabei stellt $\dot{F}$ den **Farbmassestrom** dar. Im Falle des Magmas ergibt er sich aus den Farbmassesträmen der Magmabestandteile (Einzugsgut und Vorlagekristallisat). Additiv kommt ein Anteil hinzu, der sich aus dem Farbbildungsprozess während der Kristallisation ergibt. Gleichung 3.9 lässt sich daher schreiben als:

$$F_{IE,Ma} = \frac{\dot{m}_{TS,EG} \cdot F_{IE,EG} + \dot{m}_{TS,VK} \cdot F_{IE,VK} + c}{\dot{m}_{S,gel} + \dot{m}_{Kr} + \dot{m}_{NS}} \qquad \text{(Gl. 3.10)}$$

Die Konstante c berücksichtigt die als linear mit der Aufenthaltszeit einhergehend angenommene **Farbbildung** bei durchschnittlicher Kristallisationsdauer und Trockensubstanzmasse einer Magmacharge. Sie ist einmalig mit Hilfe von Labormessungen zu Beginn der Kampagne an die zu modellierende Fabrik anzupassen. In Rübenkampagnen muss der Wert aufgrund veränderten Rübenmaterials am Kampagneende evtl. nach oben korrigiert werden. Ein Beispiel zur Berechnung von c für die WZ-Verdampfungskristallisatoren:

Dauer Kristallisation:	$t_{Krist} \approx 2$ h = 7200 s
Mittlerer Trockensubstanzgehalt des Magmas:	$w_{TS,Ma} = 91$ %
Trockensubstanzmasse einer Magmacharge (50 t):	$m_{TS,Ma} = 45{,}5$ t
Mittlere Farbzunahme während der Kristallisation:	$\Delta F_{IE} = 70\ IE_{420}$

Mittlerer Magma-Trockensubstanzmassenstrom:

$$\dot{m}_{TS,Ma} = \frac{m_{TS,Ma}}{t_{Krist}} = \frac{45500kg}{7200s} = 6{,}3\frac{kg}{s} \qquad \text{(Gl. 3.11)}$$

Konstante c für Farbbildung:

$$c = \dot{m}_{TS,Ma} \cdot \Delta F_{IE} = 6{,}3\frac{kg}{s} \cdot 70IE_{420} = 441{,}0\frac{kg \cdot IE_{420}}{s} \qquad \text{(Gl. 3.12)}$$

3.3 Stoffübergang

Für die Massebilanz muss der **Stoffübergangsstrom** r von der gelösten zur kristallinen Saccharose zum jeweiligen Zeitpunkt des Kristallisationsprozesses bekannt sein. Er berechnet sich wie folgt:

$$r = \rho_{S.kr} \cdot \beta \cdot A_{Kr} \cdot (q_{S/W,MS} - q_{S/W,MS,sat} - q_{S/W,min}) \qquad \text{(Gl. 3.13)}$$

Dabei ist $\rho_{S,kr}$ die Dichte kristalliner Saccharose. Sie beträgt 1586,2 kg/m³ (van der Poel et al. 2000a); $q_{s/W,MS}$ ist das momentane Saccharose/Wasserverhältnis des Muttersirups, $q_{S/W,MS,sat}$ das Saccharose/Wasserverhältnis des Muttersirups im gesättigten Zustand bei der entsprechenden Temperatur und $q_{S/W,min}$ das von der Konzentration und der Zusammensetzung abhängige kinetische Mindest-Saccharose/Wasserverhältnis (Ekelhof 1997, Wittenberg 2001). Zu jedem Zeitpunkt werden aus den Bilanzgrößen über die Differentialgleichungen die momentane Saccharosekonzentration im Muttersirup, die Löslichkeitszahl des Muttersirups bzw. einer reinen Lösung bei derselben Temperatur im gesättigten Zustand, das Nichtsaccharose/Wasserverhältnis und die Kristalloberfläche berechnet. Anhand dieser Informationen kann unter Berücksichtigung der vom Nichtsaccharose/Wasserverhältnis abhängigen notwendigen Mindestübersättigung die **wirksame Konzentrationsdifferenz** zwischen reiner Lösung und Muttersirup bestimmt werden. Diese stellt die Triebkraft für den Stoffübergang dar. Nach Ekelhof (1997) und Wittenberg (2001) gilt:

$$q_{S/W,min} = Y_1 \cdot q_{NS/W} + Y_2 \cdot q_{NS/W}^2 \quad \text{mit} \qquad \text{(Gl. 3.14)}$$

$$Y_1 = 6{,}63 \cdot 10^{-4} \cdot \vartheta - 0{,}09696 \qquad \text{und} \qquad \text{(Gl. 3.15)}$$

$$Y_2 = 2{,}02 \cdot 10^{-5} \cdot \vartheta^2 - 3{,}547 \cdot 10^{-3} \cdot \vartheta + 0{,}18111 \qquad \text{(Gl. 3.16)}$$

Das Nichtsaccharose/Wasserverhältnis $q_{NS/W}$ im Muttersirup zum jeweiligen Zeitpunkt der Kristallisation lässt sich aus den Zustandsgrößen des Modells berechnen:

$$q_{NS/W} = \frac{m_{NS}}{m_W} \qquad \text{(Gl. 3.17)}$$

Das momentane Saccharose/Wasserverhältnis des Muttersirups $q_{S/W,MS}$ ist definiert als:

$$q_{S/W,MS} = \frac{m_{S,gel}}{m_W} \qquad \text{(Gl. 3.18)}$$

Für das Saccharose/Wasserverhältnis des Muttersirups im gesättigten Zustand $q_{S/W,MS,sat}$ gilt:

$$q_{S/W,MS,sat} = y_{sat} \cdot q_{S/W,r} \qquad \text{(Gl. 3.19)}$$

Dabei kann das Saccharose/Wasserverhältnis reiner Lösungen $q_{S/W,r}$ nach Bubník et al. (1995b) im Temperaturbereich von 0-90 °C über folgenden Zusammenhang ermittelt werden:

$$q_{S/W,r} = \frac{64{,}397 + 0{,}07251 \cdot \vartheta + 0{,}0020569 \cdot \vartheta^2 - 9{,}035 \cdot 10^{-6} \cdot \vartheta^3}{100 - (64{,}397 + 0{,}07251 \cdot \vartheta + 0{,}0020569 \cdot \vartheta^2 - 9{,}035 \cdot 10^{-6} \cdot \vartheta^3)} \qquad \text{(Gl. 3.20)}$$

Die Sättigungszahl y_{sat} wird nach Bubník et al. (1995c) mit den Koeffizienten von Vavrinecz berechnet. Für 40 °C < ϑ < 80 °C und q > 60 % gilt:

$$y_{sat} = 0{,}178 \cdot q_{NS/W} + 0{,}82 + 0{,}18 \cdot e^{-2{,}1 \cdot q_{NS/W}} \qquad \text{(Gl. 3.21)}$$

Als Beispiel wurde das hier verwendete Modell mit dieser, aus der Literatur bekannten Sättigungsfunktion erstellt. Im Werk A werden lediglich Weiß- und Rohzucker produ-

ziert. Für Werke mit Nachproduktstation ist die Gleichung von Wagnerowski bzw. - noch besser - die für die technischen Lösungen der jeweiligen Zuckerfabrik gültige Funktion zu verwenden.

Die Kristalloberfläche A_{Kr} aus Gleichung 3.13 berechnet sich wie folgt:

$$A_{Kr} = a_{Kr} \cdot m_{Kr} \qquad \text{(Gl. 3.22)}$$

Dabei ist a_{Kr} die auf die Kristallmasse bezogene, spezifische **Kristalloberfläche**. Bock (1999) führte für den Gleichförmigkeitskoeffizienten n = 3 (Schiweck 1967) eine Linearisierung der Daten aus van der Poel et al. (2000b) durch und erhielt zur Berechnung von a_{Kr} Gleichung 3.23:

$$\log a_{Kr} = -1{,}01 \log d_{Kr} - 2{,}27 \qquad \text{(Gl. 3.23)}$$

Dabei ist d_{Kr} der aktuelle mittlere **Kristalldurchmesser** im Verdampfungskristallisator. Er lässt sich über die d³-Beziehung (Witte 1987) näherungsweise abschätzen.

$$d_{Kr} = \sqrt[3]{\frac{d_{VK}^3 \cdot m_{S,kr,Ma}}{m_{S,kr,VK}} \cdot \frac{n_{Kr,VK}}{n_{Kr,Ma}}} \qquad \text{(Gl. 3.24)}$$

Dabei stellt n_{Kr} die Anzahl der Zuckerkristalle dar. Die Anzahl der Zuckerkristalle im Magma wird hier näherungsweise der Anzahl der Impfkristalle gleichgesetzt. Obige Gleichung vereinfacht sich also zu

$$d_{Kr} = \sqrt[3]{\frac{d_{VK}^3 \cdot m_{S,kr,Ma}}{m_{S,kr,VK}}} \qquad \text{(Gl. 3.25)}$$

Der Durchmesser der im Vorlagekristallisat enthaltenen Kristalle muss der Modellrechnung vorgegeben werden. Die im Vorlagekristallisat enthaltene Kristallmasse berechnet sich anhand seines Kristallgehalts und der dem Kristallisator zugeführten Vorlagekristallisat-Masse.

Die letzte, noch fehlende Kennzahl zur Berechnung der Kristallisationsgeschwindigkeit ist der **Stoffübergangskoeffizient** β. Für den Stoffübergangskoeffizient kann an-

hand der dimensionslosen Kenngrößen **Reynolds-, Schmidt- und Sherwoodzahl** eine linearisierte Abhängigkeit von der Temperatur und dem Saccharosegehalt ermittelt werden. Die Kristalle werden dazu idealisiert als Kugeln betrachtet. Nach Brauer und Mewes (1971) lautet die Kriterialgleichung der dimensionslosen Kennzahlen für den Stoffübergang an Kugeln:

für $1 \leq \text{Re} \leq 100$: $$\text{Sh} = 2 + Z_k \cdot \frac{(\text{Re}\cdot\text{Sc})^{1,7}}{1+(\text{Re}\cdot\text{Sc})^{1,2}} \qquad \text{(Gl. 3.26)}$$

$$\text{mit } Z_k = \frac{0,66}{1+\text{Sc}} + \frac{\text{Sc}}{2,4+\text{Sc}} \cdot \left(\frac{0,79}{\text{Sc}^{1/6}}\right) \qquad \text{(Gl. 3.27)}$$

für Re > 100: $$\text{Sh} = 2 + 0,552 \cdot \text{Re}^{1/2} \cdot \text{Sc}^{1/3} \qquad \text{(Gl. 3.28)}$$

Die dimensionslosen Kennzahlen Sh, Re und Sc berechnen sich wie folgt:

Sherwood-Zahl $$\text{Sh} = \frac{\beta \cdot d}{D} \qquad \text{(Gl. 3.29)}$$

Reynolds-Zahl $$\text{Re} = \frac{w \cdot d \cdot \rho_L}{\eta_L} \qquad \text{(Gl. 3.30)}$$

Schmidt-Zahl $$\text{Sc} = \frac{\eta_L}{\rho_L \cdot D} \qquad \text{(Gl. 3.31)}$$

D ... Diffusionskoeffizient

d ... charakteristische Abmessung (Kristalldurchmesser)

w ... Strömungsgeschwindigkeit (Rührerumfangsgeschwindigkeit)

ρ_L ... Dichte der Saccharoselösung

η_L ... dynamische Viskosität

Die Rührerdrehzahl der WZ-2-Kristallisatoren in Werk A beträgt 112 U/min und der Durchmesser des Rührerflügels 900 mm. Dies führt zu einer Rührerumfangsgeschwin-

digkeit von 5,28 m/s. Für den Kristalldurchmesser wird der über die Kristallisationsphase gemittelte Durchmesser verwendet. Dieser entspricht für Weißzucker 545 µm.
Der Diffusionskoeffizient, die dynamische Viskosität und die Dichte von Saccharoselösungen können nach Algorithmen von Fleischer (2005), Christoph et al. (1998) und Emmerich (1994) berechnet werden. Die Werte sind für den relevanten Bereich in den Tabellen 3.1, 3.2 und 3.3 wiedergegeben.

Tab. 3.1: Diffusionskoeffizient D in m²/s

	w_S in g Saccharose/g Lösung		
Temperatur	0,70	0,75	0,80
60 °C	$1{,}3\cdot10^{-11}$	$4{,}7\cdot10^{-12}$	$1{,}2\cdot10^{-12}$
70 °C	$2{,}1\cdot10^{-11}$	$8{,}3\cdot10^{-12}$	$2{,}4\cdot10^{-12}$
80 °C	$3{,}1\cdot10^{-11}$	$1{,}4\cdot10^{-11}$	$4{,}5\cdot10^{-12}$

Tab. 3.2: Dynamische Viskosität η_L in mPa·s

	w_S in g Saccharose/g Lösung		
Temperatur	0,70	0,75	0,80
60 °C	37,9	102,3	393,7
70 °C	24,6	60,4	201,6
80 °C	16,8	37,9	111,6

Tab. 3.3: Dichte ρ_L in kg/m³

	w_S in g Saccharose/g Lösung		
Temperatur	0,70	0,75	0,80
60 °C	1325,8	1356,5	1389,2
70 °C	1318,6	1350,2	1383,1
80 °C	1312,1	1343,8	1376,6

Mit Hilfe von D in m²/s, η_L in Pa·s und ρ_L in kg/m³ lassen sich die dimensionslosen Kennzahlen Re und Sc für die WZ-2-Verdampfungskristallisatoren berechnen (Tabellen 3.4 und 3.5).

Tab. 3.4: Reynoldszahl Re

	w_S in g Saccharose/g Lösung		
Temperatur	0,70	0,75	0,80
60 °C	101	38	10
70 °C	154	64	20
80 °C	225	102	36

Tab. 3.5: Schmidtzahl Sc

	w_S in g Saccharose/g Lösung		
Temperatur	0,70	0,75	0,80
60 °C	$2{,}20 \cdot 10^6$	$1{,}59 \cdot 10^7$	$2{,}36 \cdot 10^8$
70 °C	$9{,}03 \cdot 10^5$	$5{,}39 \cdot 10^6$	$6{,}01 \cdot 10^7$
80 °C	$4{,}11 \cdot 10^5$	$2{,}07 \cdot 10^6$	$1{,}79 \cdot 10^7$

Die Kriterialgleichungen aus Gl. 3.26 und 3.28 liefern die entsprechenden Sherwood-Zahlen.

Tab. 3.6: Sherwoodzahl Sh

	w_S in g Saccharose/g Lösung		
Temperatur	0,70	0,75	0,80
60 °C	$6{,}9 \cdot 10^2$	$1{,}2 \cdot 10^3$	$1{,}6 \cdot 10^3$
70 °C	$6{,}4 \cdot 10^2$	$1{,}1 \cdot 10^3$	$1{,}4 \cdot 10^3$
80 °C	$5{,}9 \cdot 10^2$	$0{,}7 \cdot 10^3$	$1{,}2 \cdot 10^3$

Mit Hilfe von Gleichung 3.29 lassen sich nun die Stoffübergangskoeffizienten ermitteln.

Tab. 3.7: Stoffübergangskoeffizient β in m/s

	w_S in g Saccharose/g Lösung		
Temperatur	0,70	0,75	0,80
60 °C	$1{,}6 \cdot 10^{-5}$	$1{,}1 \cdot 10^{-5}$	$3{,}4 \cdot 10^{-6}$
70 °C	$2{,}4 \cdot 10^{-5}$	$1{,}7 \cdot 10^{-5}$	$6{,}1 \cdot 10^{-6}$
80 °C	$3{,}4 \cdot 10^{-5}$	$1{,}9 \cdot 10^{-5}$	$1{,}0 \cdot 10^{-5}$

Eine Linearisierung der Daten für β im Temperaturbereich 60 °C ≤ ϑ ≤ 80 °C liefert die nachstehende Zahlenwertgleichung mit w_S in g Saccharose/g Lösung und ϑ in °C.

$$\beta = ((9{,}8 \cdot w_S^2 - 15{,}2 \cdot w_S + 5{,}9) \cdot \vartheta + (-662{,}6 \cdot w_S^2 + 1012{,}9 \cdot w_S - 387{,}9)) \cdot 10^{-5} \qquad \text{(Gl. 3.32)}$$

Diese Gleichung kann für die Modellrechnung benutzt werden. Damit ist die Berechnung des Stoffübergangsstroms nach Gleichung 3.13 möglich. In Abbildung 3.1 werden die Rechenwerte und die approximierte Gleichung für den Stoffübergangskoeffizienten in Abhängigkeit von der Temperatur und der Saccharosekonzentration verglichen.

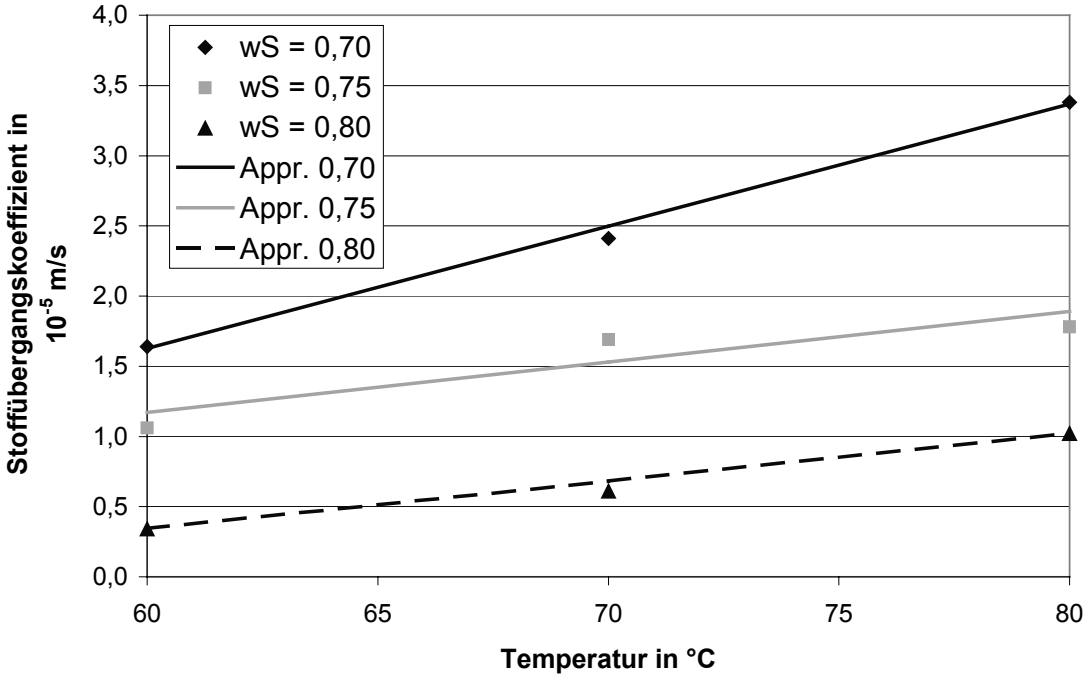


Abb. 3.1: Stoffübergangskoeffizient in Abhängigkeit von Temperatur und Saccharosekonzentration, Berechnung und Approximation

3.4 Zusammenfassung: Dynamisches Zuckerhaus-Prozessmodell

Das vorgestellte dynamische Zuckerhaus-Prozessmodell zur Berechnung der Weißzucker-Farbe bilanziert die Stofftransportprozesse und die Farbbildung. Es besteht aus miteinander verbundenen Teilmodellen für die einzelnen Bestandteile des Zuckerhauses im Werk A. Grundlage der Berechnungen sind die **Massebilanz** und die **Farbbilanz**, die gekoppelt sind. In jedem Teilmodell werden die Massen Wasser, gelöste und kristalline Saccharose, Nichtsaccharose sowie die „Farbmasse“ (Produkt aus Trockensubstanzmassestrom und Farbindex des Stoffstroms) in Differentialgleichungen bilanziert. Damit können zu jedem Zeitpunkt der Simulation die Saccharosekonzentration und das Nichtsaccharose/Wasserverhältnis im Muttersirup sowie die Löslichkeitszahl des Muttersirups und einer reinen Lösung bei derselben Temperatur im gesättigten Zustand berechnet werden. Anhand des aktuellen mittleren Kristalldurchmessers und der Masse an kristalliner Saccharose ist darüber hinaus die Berechnung der Kristalloberfläche möglich. Mit Hilfe der Stoffeigenschaften, des mittleren Kristalldurchmessers und der Rührerumfangsgeschwindigkeit können für jeden Behälter (mit Rührwerk) die Reynolds-, Schmidt- und Sherwoodzahl bestimmt werden. Über diese Kennzahlen lässt sich der Stoffübergangskoeffizient, der zur Ermittlung des **Stoffübergangsstroms** notwendig ist, ermitteln. Auf diese Weise lassen sich sämtliche Kristallisations- und Löseprozesse im Zuckerhaus auf naturwissenschaftlicher Grundlage simulieren. Es wurde ein dynamisches Prozessmodell verwendet, da im Zuckerhaus zahlreiche zeitliche Abhängigkeiten aufgrund von Stoffrückführungen sowie Aufteilen und Neumischen von Stoffströmen auftreten.

4. Teilmodelle des Zuckerhaus-Prozessmodells

In Abb. 4.1 ist das Zuckerhausschema des Werkes A vereinfacht dargestellt.

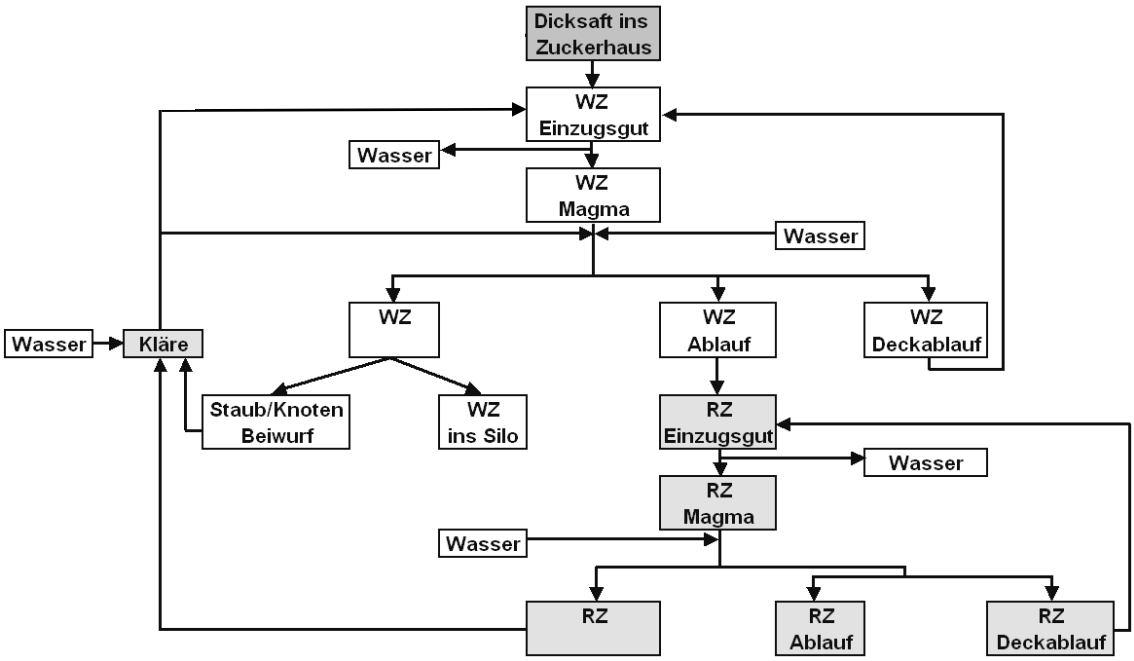


Abb. 4.1: Zuckerhausschema des Werkes A, vereinfacht (ohne Vorlagekristallisat)

Eine Besonderheit des Werkes A ist, dass es weder eine Nachproduktstation noch eine WZ-1-Station gibt, sondern lediglich Weißzucker 2 und Rohzucker hergestellt werden.

4.1 Einzugsbehälter

Die Farbe des Einzugsguts wird mit Hilfe des Einzugsbehältermodells berechnet (siehe Abb. 4.2). Im Fall der WZ-2-Station werden Massestrom, Trockensubstanzgehalt, Reinheit und Farbe von Dicksaft und Kläre aus dem Management Information System (im Folgenden stets MIS genannt) ausgelesen. Massestrom, Trockensubstanzgehalt, Reinheit und Farbe des Deckablaufs werden innerhalb des WZ-2-Zentrifugenmodells berechnet (siehe 4.4 „Zentrifugen“) und dem Einzugsbehältermodell als Eingangsgrößen übergeben. Für die Rohzucker-Station wird das Modell analog angewendet.

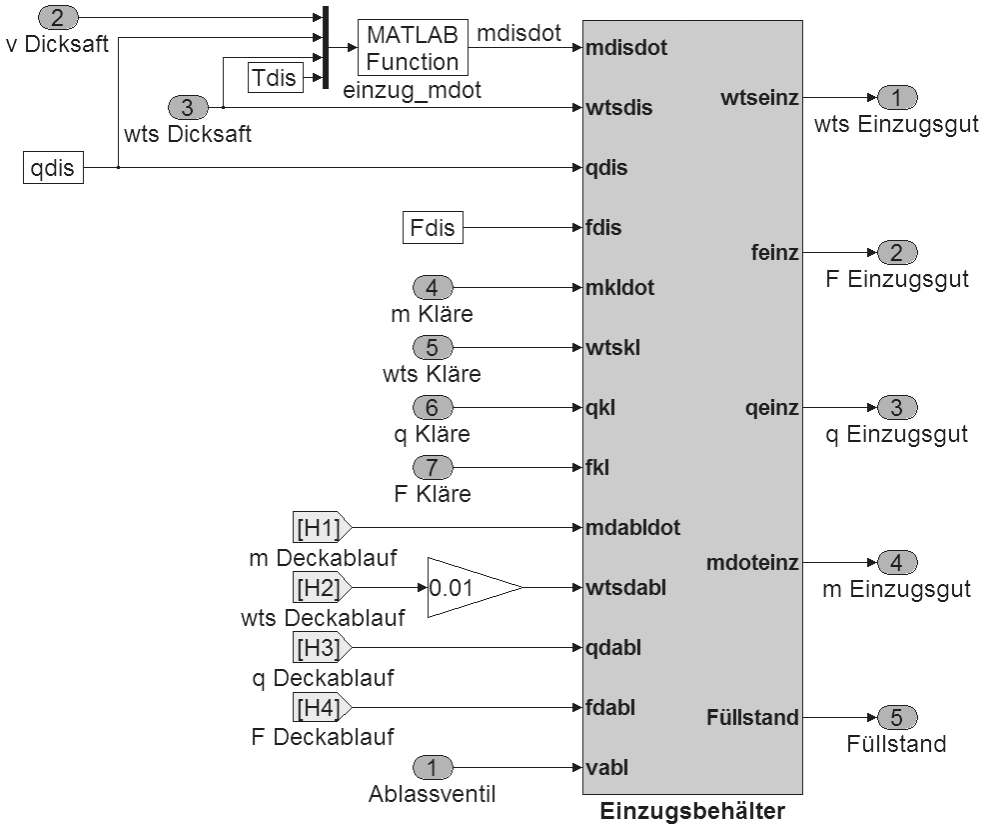


Abb. 4.2: Prozessmodell des Weißzucker-2-Einzugsbehälters

In der Funktion einzug_mdot wird der Dicksaft-Volumenstrom anhand von Reinheit und Temperatur – ebenfalls aus dem MIS ausgelesen – in einen Massestrom umgerechnet. Die Dichteberechnung erfolgt nach Bubník et al. (1995d). Trockensubstanzgehalt, Farbe, Reinheit und Massestrom des WZ-2-Einzugsguts werden an die nachfolgenden Verdampfungskristallisatormodelle weitergegeben. Da das Gesetz der Masseerhaltung im Modell erfüllt sein muss, wird eine zusätzliche Bedingung eingefügt, und zwar wird der Massestrom des Einzugsguts Null gesetzt, wenn der Füllstand des Einzugsbehälters den Wert Null erreicht.

4.2 Kristallisatoren

Die Zuckerkristallisation kann entweder über Verdampfungs- oder über Kühlungskristallisation erfolgen. Darüber hinaus wird zwischen kontinuierlich und diskontinuierlich betriebenen Kristallisatoren unterschieden. Das Werk A arbeitet auf der WZ-Station mit diskontinuierlich betriebenen Verdampfungskristallisatoren. Auf der RZ-Station

werden diskontinuierlich arbeitende Verdampfungskristallisatoren und kontinuierlich betriebene Kühlungskristallisatoren miteinander kombiniert.

4.2.1 Verdampfungskristallisatoren

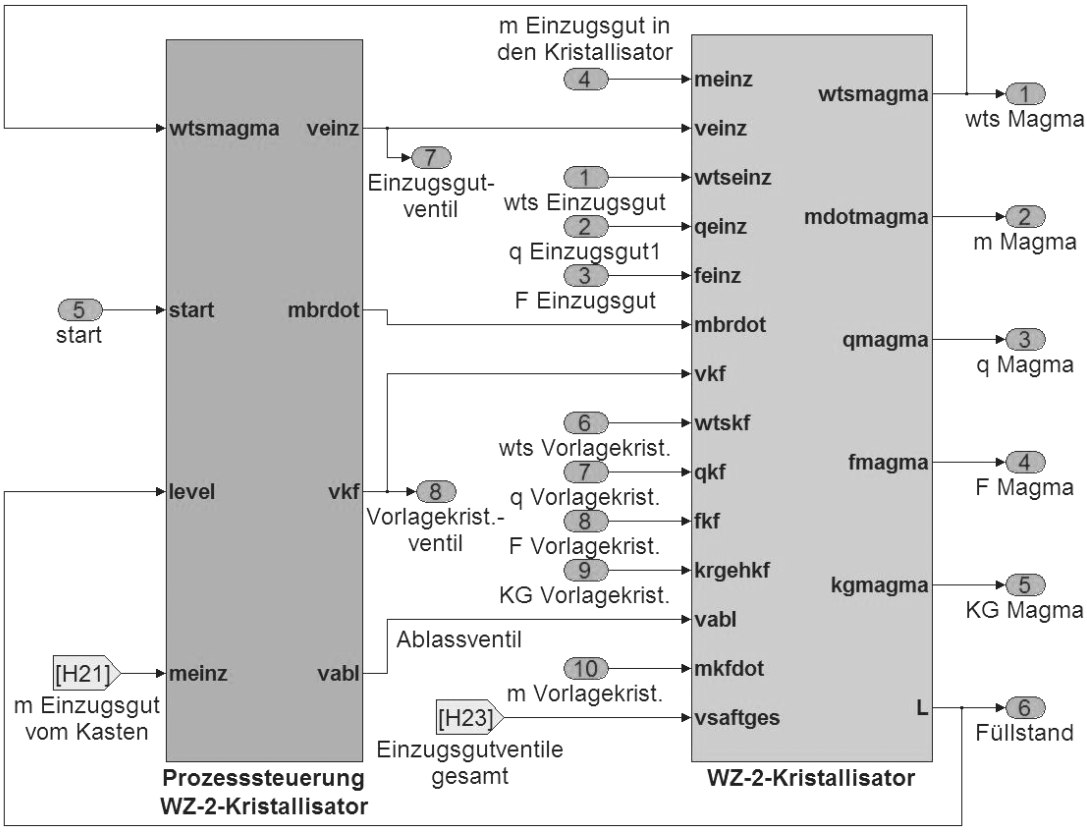


Abb. 4.3: Prozessmodell eines Weißzucker-2-Verdampfungskristallisators

Das Verdampfungskristallisatormodell gliedert sich in zwei Einheiten (siehe Abb. 4.3): einen Block (links) zur Steuerung des diskontinuierlichen Verdampfungskristallisationsprozesses und einen weiteren Block (rechts), in dem die Masse- und Farbbilanzierung erfolgt. Die Eingangsgrößen stammen vom Einzugsbehältermodell - und zwar der Trockensubstanzgehalt, die Reinheit, die Farbe und der Massestrom des Einzugsguts bzw. der Trockensubstanz- und der Kristallgehalt, die Reinheit, die Farbe und der Massestrom des Vorlagekristallisat-2-Verdampfungskristallisators. Die Berechnung des Anteils des Einzugsgut-Massestroms, der in den jeweiligen Kristallisator gelangt, erfolgt proportional zum jeweiligen Öffnungswinkel des Einzugsgutventils.

Der Proportionalitätsfaktor ergibt sich näherungsweise aus dem Verhältnis aus dem Öffnungswinkel am Apparat zu der Summe aller Öffnungswinkel der Einzugsgutventile, wobei Linearität zwischen Durchfluss und Öffnungswinkel unterstellt wird. Zur Berechnung des jeweiligen Vorlagekristallisat-Massestromes wird der aus dem Vorlagekristallisat-Kristallisator hinausfließende Massestrom mit dem Öffnungswinkel (im Modell 0 bzw. 100 %) des Vorlagekristallisat-Ventils multipliziert. Diese vereinfachte Vorgehensweise reicht aus, da nie zwei Kristallisatoren gleichzeitig geimpft werden.

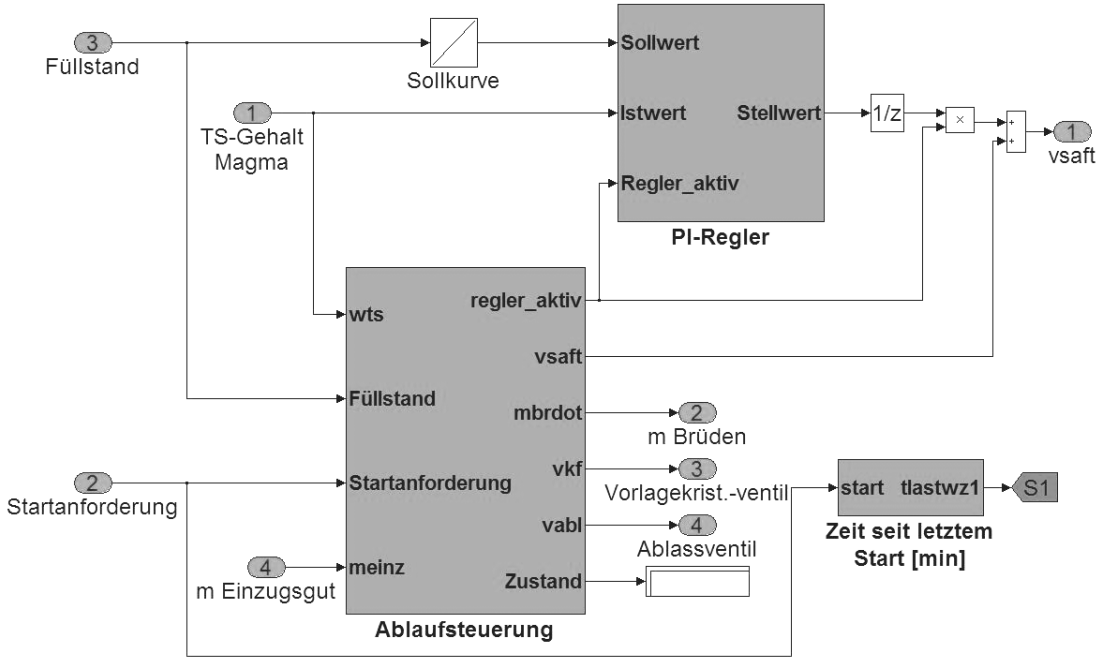


Abb. 4.4: Untersystem „Prozesssteuerung“ im Prozessmodell eines diskontinuierlich betriebenen Verdampfungskristallisators

Um eine Simulation am Computer durchführen zu können, muss ebenfalls die dafür notwendige Steuerungs- und Regelungstechnik programmiert werden.

Die Prozesssteuerung (siehe Abb. 4.4) umfasst den Ablauf der Prozessschritte (siehe nächster Abschnitt) sowie die Regelung der Abhängigkeit zwischen Füllstand und Trockensubstanzgehalt des Magmas. Letztere erfolgt über einen Vergleich des aktuell gemessenen Trockensubstanzgehalts mit dem Sollwert.

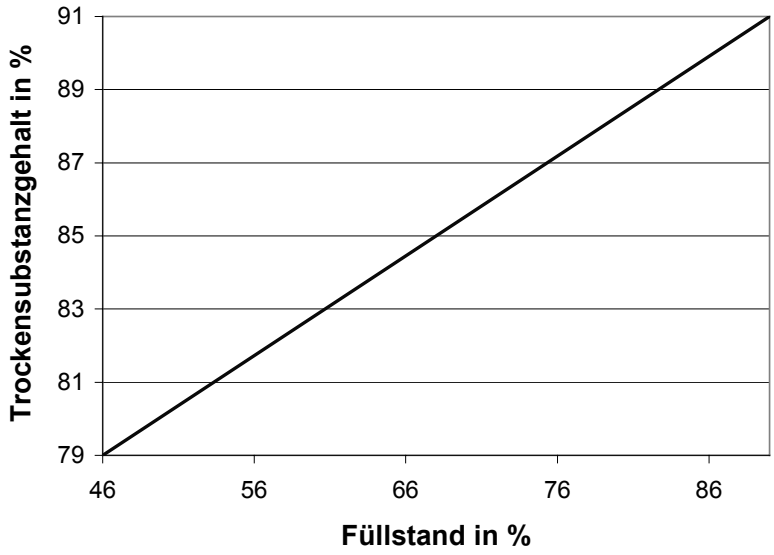


Abb. 4.5: Sollkurve Füllstands-/Trockensubstanzgehaltsabhängigkeit für die diskontinuierlich betriebene Weißzucker-Verdampfungskristallisation

Der Soll-Trockensubstanzgehalt wird anhand des aktuellen Füllstands über eine vorgegebene Sollkurve ermittelt, die den angestrebten Trockensubstanzgehalt in Abhängigkeit des Füllstands wiedergibt (siehe Abb. 4.5). Mit Hilfe eines PI-Reglers, der die Öffnung des Einzugsgutventils variiert, wird die Differenz zwischen gemessenem und vorgegebenen Trockensubstanzgehalt analog zum realen Prozess minimiert. Die **Ablaufsteuerung** simuliert die Phasen, die ein diskontinuierlich betriebener Verdampfungskristallisator während der Kristallisation durchläuft. Es handelt sich um die Phasen „Startbereit“, „Einziehen“, „Konzentrieren“, „Impfen“, „Kristallisieren“, „Einstellung des Endtrockensubstanzgehalts“, „Entleeren“ und „Ausdämpfen“. Die Ablaufsteuerung erfolgt anhand der Ventil- bzw. Klappenstellungen, des Magma-Trockensubstanzgehalts, des Füllstands und der Zeit. Im Folgenden wird der Ablauf eines vollständigen Kristallisationszyklus beschrieben. Erhält ein startbereiter Verdampfungskristallisator die Startanforderung, wird das Einzugsgutventil geöffnet und Einzugsgut bis zu einem Füllstand von 40 % (= Heizkammer bedeckt) eingezogen. Im Anschluss daran wird das Einzugsgutventil geschlossen und die Heizdampfklappe geöffnet. Das im Verdampfungskristallisator befindliche Einzugsgut wird bis zu einem bestimmten Trockensubstanzgehalt konzentriert, der im Fall von Weißzucker im Werk A 78 % betrug. (Alle nachstehenden Angaben beziehen sich auf die Arbeitsweise der Weißzucker-Station im Werk A.) Ist dieser Punkt erreicht, wird die Heizdampfklappe ge-

schlossen und die Vorlagekristallisat-Klappe geöffnet. Das Impfen dauert 3 min. Anschließend wird die Vorlagekristallisat-Klappe geschlossen und die Kristallisationsphase beginnt. Dabei wird die Öffnung des Einzugsgutventils, wie bereits beschrieben, von einem PI-Regler gesteuert. Der Heizdampfmassestrom wird für den entsprechenden Prozessschritt vorgegeben und ist damit eine wichtige Größe, mit der das Modell bei der Validierung an den realen Prozess angepasst werden kann. Der Heizdampfmassestrom entscheidet über die Geschwindigkeit der Kristallisation. Nach Erreichen eines Füllstands von 90 % erfolgt die Einstellung des Endtrockensubstanzgehalts. Hierbei wird das Einzugsgutventil geschlossen und unter Heizdampfzufuhr ein Endtrockensubstanzgehalt von 91 % eingestellt. Beim Erreichen dieses Trockensubstanzgehalts wird die Heizdampfklappe geschlossen und das Ablassventil geöffnet, um das Magma in die Ausfüllmaische zu entleeren.

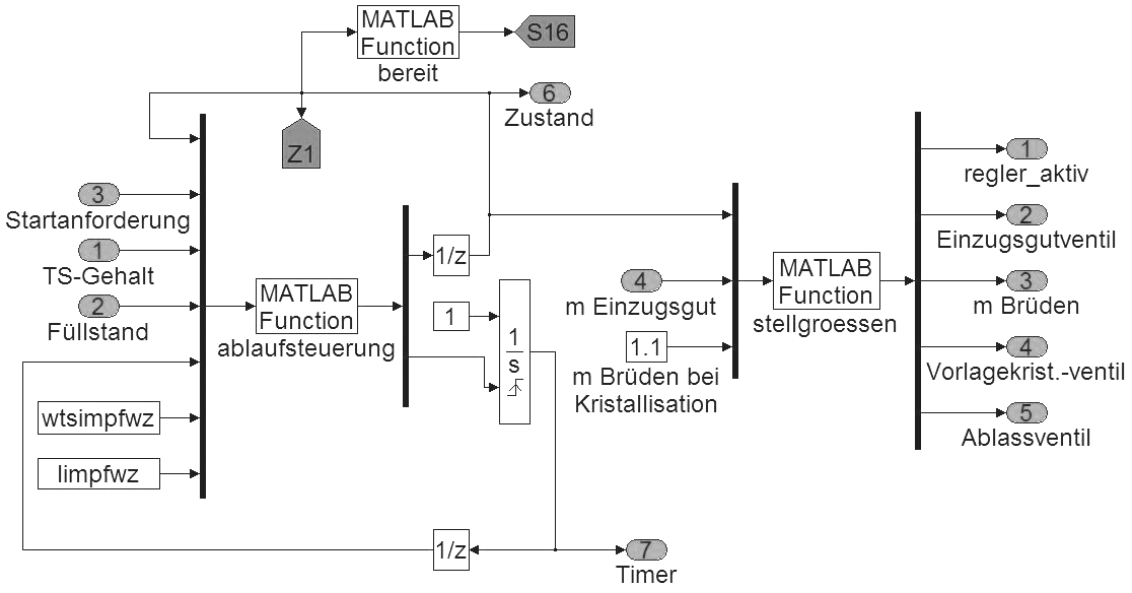


Abb. 4.6: Untersystem „Ablaufsteuerung“ im Prozessmodell eines diskontinuierlich betriebenen Verdampfungskristallisators

Ist der Füllstand auf unter 1 % gesunken, wird das Ablassventil geschlossen und der Verdampfungskristallisator 15 min lang ausgedämpft. Anschließend ist er wieder startbereit. Diese Prozessschrittabfolge wird im Programm „Ablaufsteuerung“ geregelt. Das Untersystem „Ablaufsteuerung“ ist in Abb. 4.6 zu sehen.

In dem Programm „Stellgrößen“ werden die **Stellgrößen** für die einzelnen Prozessabschnitte festgelegt. D.h. hier werden der Heizdampfmassenstrom sowie die Stellungen

des Einzugsgut-, des Vorlagekristallisat- und des Ablassventils vorgegeben. Die Signalweiterleitungen zur Zuckerhaussteuerung, die in Abschnitt 6.3.1 „Zuckerhaussteuerung“ näher beschrieben wird, werden mit dunkelgrau unterlegten Kästchen symbolisiert (oberer Bildrand).

4.2.2 Kühlungskristallisatoren

Bei den Kühlungskristallisatoren auf der RZ-Station ist zwischen dem diskontinuierlich betriebenen Kristallisator zur Vorlagekristallisatherstellung und den kontinuierlich arbeitenden Kühlmaischen zu unterscheiden. Ersterer benötigt - analog zu den Verdampfungskristallisatoren - eine separat modellierte Ablaufsteuerung und darüber hinaus eine Temperaturregelung.

4.2.2.1 Diskontinuierlicher Vorlagekristallisat-Kristallisator

Die folgenden Angaben beziehen sich auf die Arbeitsweise im Werk A. Der Kristallisator zur Herstellung von Vorlagekristallisat 1 (VK 1) zieht Einzugsgut bis zu einem vorgegebenen Füllstand ein und konzentriert dieses durch Verdampfung bis zu einem Trockensubstanzgehalt von 76 %. Anschließend beginnt die Kühlungskristallisation. Zunächst wird mit einer Kühlrate von 0,7 K/min gekühlt, ab 53 °C mit einer Kühlrate von 0,3 K/min. Bei 49 °C wird geimpft und nach einigen Minuten Pause mit 0,3 K/min weiter bis 30 °C gekühlt. Abb. 4.7 zeigt die Kühlregelung im Prozessmodell. Zu unterscheiden sind die drei Kühlphasen: schnelles Kühlen, langsames Kühlen bis zum Impfpunkt und langsames Kühlen bis zur Endtemperatur. Die benötigten Zeiten für jeden Kühlabschnitt werden bei der Initialisierung extern anhand der eingestellten Kühlraten und der zum Zeitpunkt des Simulationsstarts vorherrschenden Temperatur berechnet.

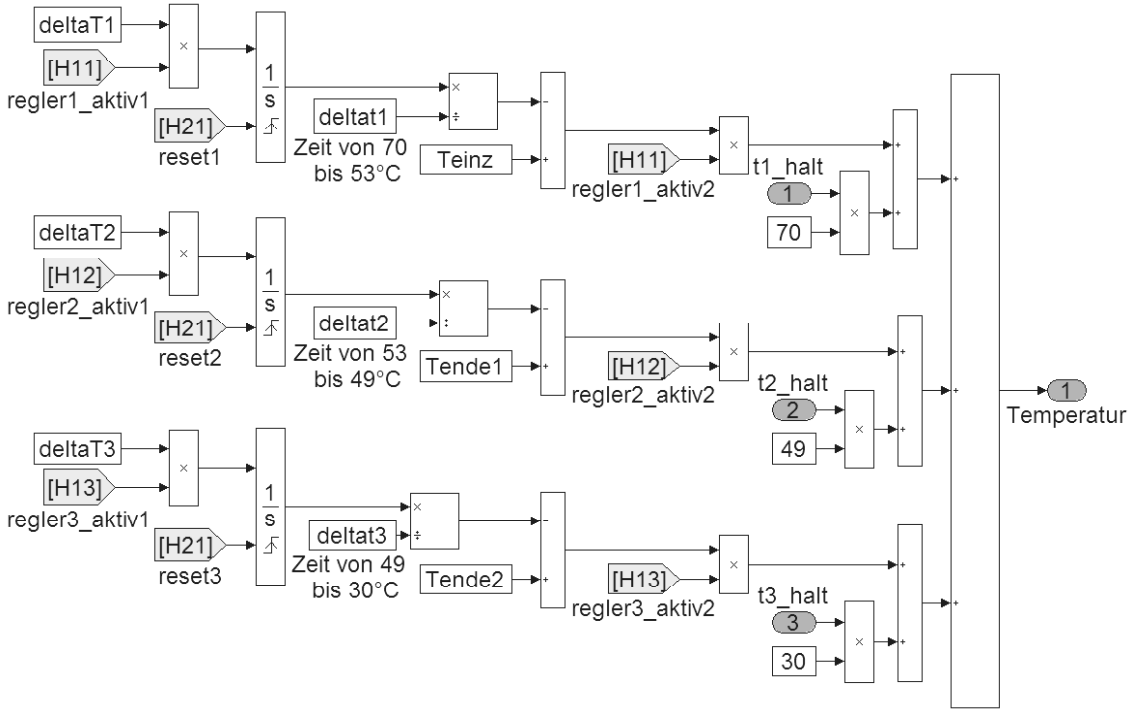


Abb. 4.7: Untersystem „Kühlung“ im Prozessmodell des Vorlagekristallisat-1-Kristallisators

4.2.2.2 Kühlmaischen

Das Modell der vier RZ-Kühlmaischen ist in Abb. 4.8 dargestellt. Da die Kühlmaischen in Reihe geschaltet sind, besitzen alle vier denselben Füllstand. Infolge der Abkühlung (Kühlung mit Umgebungsluft) erhöht sich während der Aufenthaltszeit in den Maischen der Kristallgehalt. Außerdem erfolgt eine Farbbildung. Die Eingangsgrößen Trockensubstanzgehalt, Reinheit, Kristallgehalt und Farbe des Magmas werden vom direkt vorgeschalteten Ausfüllmaischen-Modell übergeben. Der Zufluss wird über den Magmamassestrom und die Stellung des Ablassventils der Ausfüllmaische definiert. Der Magmamassestrom aus den Kühlmaischen hinaus bzw. die Geschwindigkeit der Füllstandsabnahme richtet sich nach der Anzahl der Zentrifugenzyklen pro Zeiteinheit und nach dem Füllgrad der Zentrifugen. Darum wird bei der Initialisierung aus dem MIS-System die Anzahl der Zentrifugenzyklen der letzten Stunde ausgelesen.

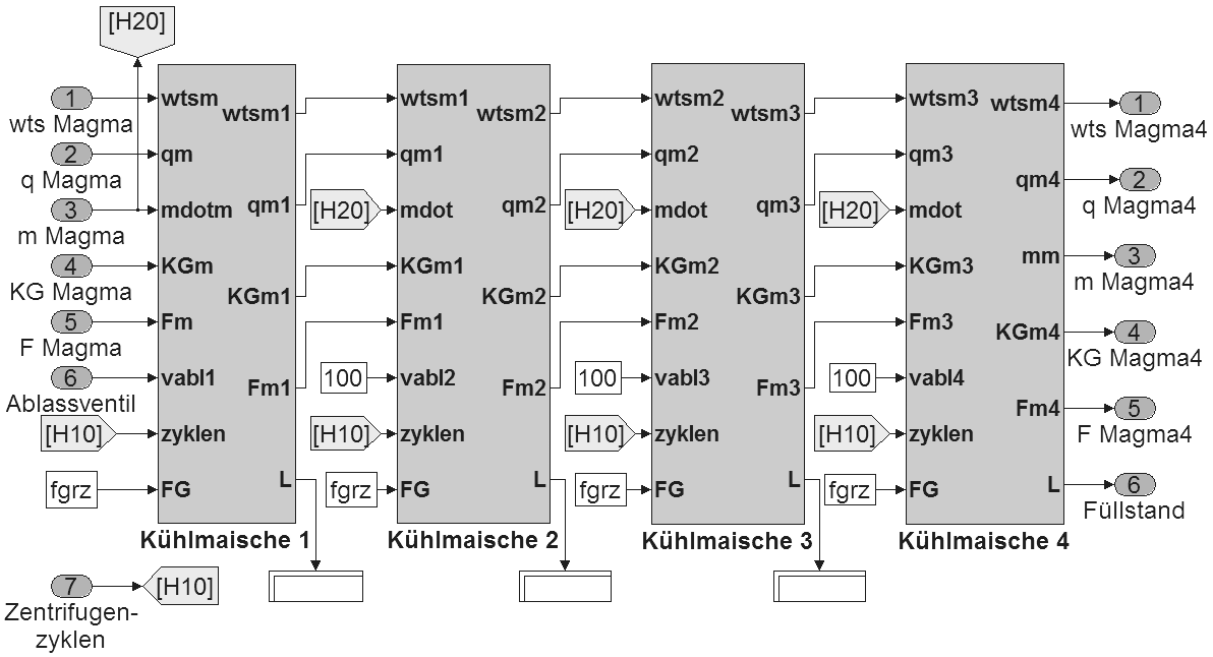


Abb. 4.8: Prozessmodell der Rohzucker-Kühlmaischen

Der Füllgrad kann über ein Integral $I_{FüKl}$ bestimmt werden, das Öffnungsdauer und -winkel der Füllklappe beinhaltet und mit dem Füllgrad korreliert werden kann. Das Integral ist umso größer, je länger und je weiter die Füllklappe geöffnet ist (unter Berücksichtigung der nicht-proportionalen Abhängigkeit des Volumenstroms vom Klappenöffnungswinkel, siehe Abb. 4.9).

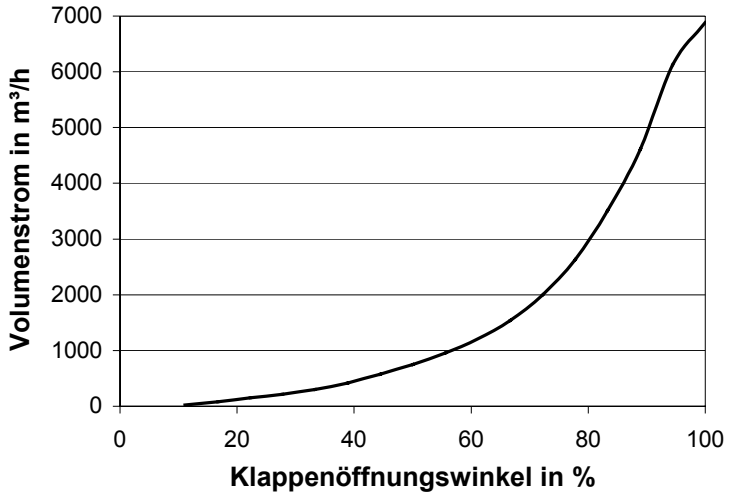


Abb. 4.9: Volumenstrom in Abhängigkeit des Klappenöffnungswinkels der Zentrifugenfüllklappe (persönliche Werksmitteilung)

4.3 Ausfüllmaischen

Auf der WZ-Station werden die vier WZ-Kristallisatoren in die WZ-Ausfüllmaische (siehe Abb. 4.10) entleert. Die Eingangsgrößen stammen somit aus allen vier Verdampfungskristallisatormodellen. Für die Massebilanz werden die Anteile der vier Teilmassen addiert. Da zu einem bestimmten Zeitpunkt stets nur ein Kristallisator entleert wird, besitzt nur dieser Massestrom einen von Null verschiedenen Wert, die übrigen sind gleich Null.

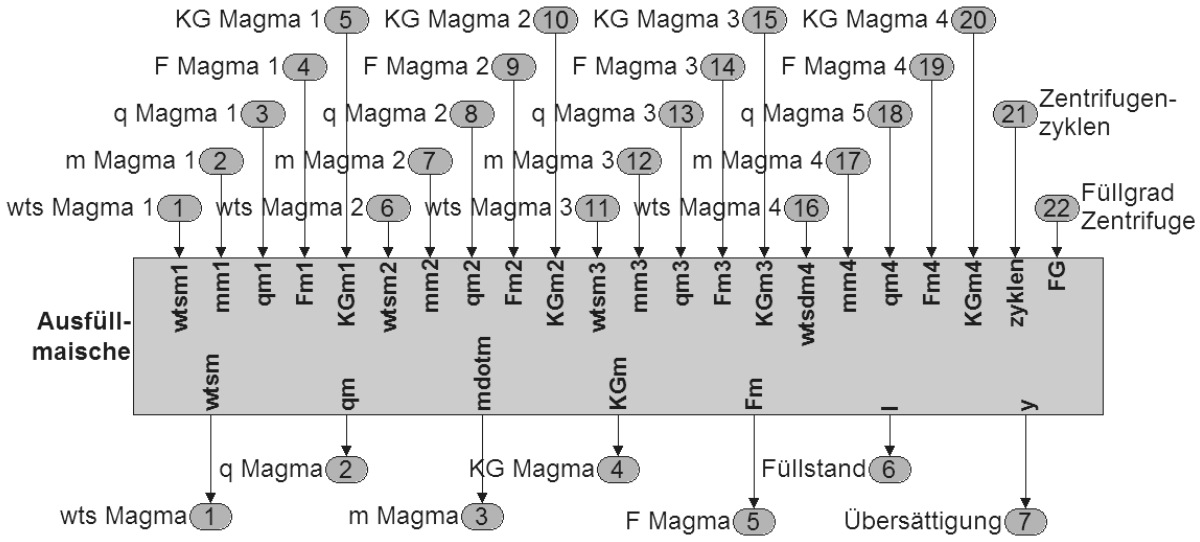


Abb. 4.10: Prozessmodell der Weißzucker-Ausfüllmaische

Die Füllstandsabnahme der WZ-Ausfüllmaische richtet sich nach der Anzahl der Zentrifugenzyklen pro Zeiteinheit und dem Füllgrad der Zentrifugen, wie bereits unter „4.2.2.2 Kühlmaischen“ beschrieben. Die Ausgangsgrößen der RZ-Ausfüllmaische dienen dem Kühlmaischen-Teilmodell als Eingangsvariablen, die der WZ-Ausfüllmaische bilden die Eingangsgrößen des Modells für die WZ-Zentrifugen.

4.4 Zentrifugen

Die Zentrifugen sind statisch modelliert, da die Zeit für einen Zentrifugenzyklus (3 min) verglichen mit den sonstigen Zeiten im Zuckerhaus, die sich in einer Größenordnung von Stunden bewegen, nur sehr kurz ist. Abb. 4.11 zeigt das Modellschema für die WZ-Zentrifugen. Aus den Ausgangsgrößen beider Zentrifugen wird ein Mittel-

wert berechnet. Die Berechnung der Ablauf-Trockensubstanzgehalte und Reinheiten erfolgt über eine Massebilanz. Die Farbe der Abläufe kann mit Hilfe der Zuckerfarbe und des Kristallgehalts über eine Farbbilanz ermittelt werden.

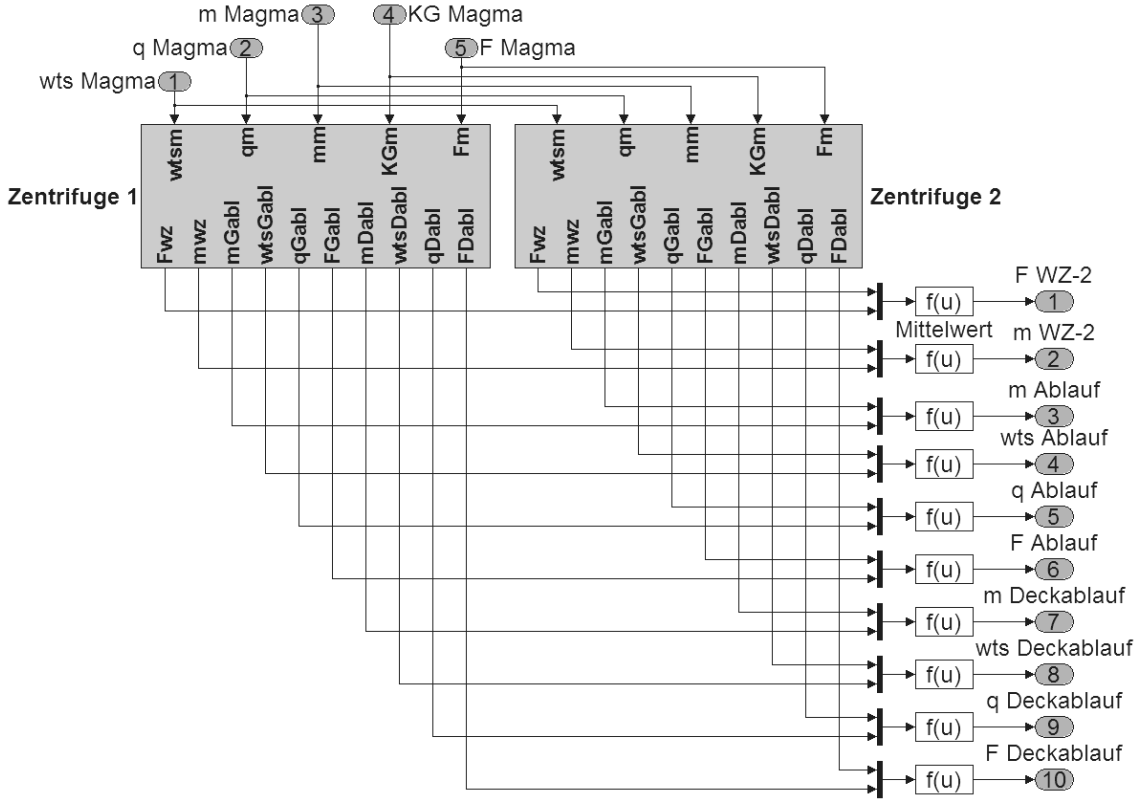


Abb. 4.11: Prozessmodell der Weißzucker-Zentrifugen

Innerhalb des Zuckerhaus-Prozessmodells sind die Zentrifugen von zentraler Bedeutung, da die Weißzucker-Qualität an dieser Stelle entscheidend beeinflusst wird. Wegen der zahlreichen Einflussgrößen ist die Modellierung besonders kompliziert (Sixt 2004b). Es ist daher sehr schwierig, ein geeignetes Modell auszuwählen. Vertiefend werden verschiedene Ansätze deshalb gesondert in Kapitel 5. „Modellierung der Zentrifugen“ diskutiert.

4.5 Zuckerauflösebehälter zur Kläreherstellung

Das Werk A löst den Rohzucker zu Kläre auf. Dabei wird der Rohzucker zunächst in einem Vorlösebehälter mit Wasser (Kondensat) vermischt. In den nachfolgenden, in Reihe geschalteten drei Lösebehältern werden die restlichen kristallinen Zuckeranteile

vollständig aufgelöst. Der Soll-Trockensubstanzgehalt der Kläre beträgt im Werk A 72 %. Er wird über die Zudosierung von Wasser eingestellt. Analog dazu erfolgt die Berechnung des notwendigen Wasser-Massestroms im Modell. In Abb. 4.12 ist das Modell der Vorlösebehälter dargestellt. Die Modelle der Lösebehälter sind nach demselben Prinzip aufgebaut. Allerdings setzen sich die Eingangsgrößen nicht aus Rohzucker und Wasser zusammen, sondern aus einer Kristallsuspension mit sehr geringem Kristallgehalt.

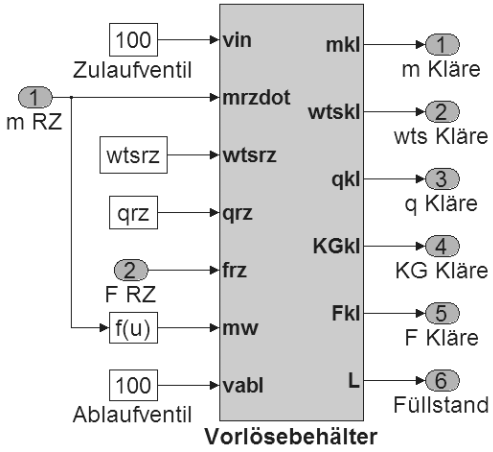


Abb. 4.12: Prozessmodell des Vorlösebehälters zur Kläreherstellung

Die Kläre ist einer der drei Masseströme, die das WZ-Einzugsgut bilden. Im Einzugsbehälter wird sie mit dem Dicksaft und dem WZ-Deckablauf gemischt.

4.6 Zusammenfassung: Teilmodelle des Zuckerhaus-Prozessmodells

Das Zuckerhaus-Prozessmodell besteht aus **Teilmodellen**. Die Prozessstufen im Zuckerhaus wurden in mehrere Gruppen unterteilt, innerhalb derer dieselben Modelltypen verwendet werden können. Es handelt sich dabei um Einzugsbehälter, Kristallisatoren, Maischen, Zentrifugen und Zuckerauflösebehälter zur Kläreherstellung. Die Kristallisatoren sind in die diskontinuierlichen Verdampfungskristallisatoren und den Kühlungskristallisator zur Vorlagekristallisat-1-Herstellung zu unterteilen. In die Rubrik der Maischen fallen auch die RZ-Kühlmaischen als kontinuierlich betriebene Kühlungskristallisation. Innerhalb der Modelle wird auf die im vorhergehenden

Kapitel „3. Dynamisches Zuckerhaus-Prozessmodell“ vorgestellten Masse- und Farbbilanzen zugegriffen. Die Ausgangsgrößen eines Teilmodells (Masseströme, Trockensubstanzgehalte, Farbindizes, Füllstände etc.) bilden dabei die Eingangsgrößen des nachfolgenden Modells. Um das Prozessmodell zur Simulation verwenden zu können, sind darüber hinaus die **Regelungen und Steuerungen** zu integrieren, die analog dem realen Prozess programmiert werden müssen. Dies betrifft insbesondere die diskontinuierliche Kristallisation. Hier ist die korrekte Abfolge der einzelnen Prozessschritte „Startbereit“, „Einziehen“, „Konzentrieren“, „Impfen“, „Kristallisieren“, „Einstellung des Endtrockensubstanzgehalts“, „Entleeren“ und „Ausdämpfen“ zu gewährleisten sowie die jeweilige Stellung der Einzugsgut-, Impfgut-, Heizdampf- und Entleerungsklappen zu berücksichtigen. Während der eigentlichen Kristallisation wird der Trockensubstanzgehalt des Magmas in Abhängigkeit vom Füllstand mit Hilfe eines PI-Reglers geregelt, der die Öffnung der Einzugsgutklappe variiert. Bei dem Vorlagekristallisat-1-Kühlungskristallisator ist die Regelung der Temperatur zu programmieren. Zur Berechnung der Geschwindigkeit der **Füllstandsabnahme in den Maischen** wird aus dem Management Information System (MIS) die Zahl der Zentrifugenzyklen der letzten Stunde ausgelesen. Außerdem wird der Zentrifugenfüllgrad über das Produkt des Öffnungswinkels der Zentrifugenfüllklappe und der Dauer der Öffnung mit Hilfe eines Zeitintegrals bestimmt. Da die Dauer eines Zentrifugenzyklus (3 min) verglichen mit den übrigen Zeiträumen (im Stundenbereich) im Zuckerhaus nur sehr kurz ist, wurden die **Zentrifugen** als einziges Teilmodell statisch modelliert. Da die Zentrifugenarbeit mit ihren zahlreichen Einflussgrößen die Weißzuckerfarbe entscheidend beeinflusst, werden in den nachfolgenden Abschnitten verschiedene Vorgehensweisen der Modellierung betrachtet.

5. Modellierung der Zentrifugen

Im Folgenden werden drei Modellansätze betrachtet: ein dynamisches, verfahrenstechnisches Zentrifugenmodell, ein statisches Modell mit empirischem Ansatz und ein Blackbox-Modell (neuronales Netz).

5.1 Verfahrenstechnisches Modell

Die tendenziellen Auswirkungen einer Änderung der zahlreichen Einflussparameter auf die Weißzuckerfarbe sind zwar bekannt, jedoch aufgrund der Komplexität der Abhängigkeiten bisher in keinen funktionalen Zusammenhang gebracht worden. Geeignetes Datenmaterial fehlt nahezu, weil eine repräsentative Probenahme nur schwierig möglich ist. Überdies ist die Berechnung der Ablaufeigenschaften schwierig, wenn die Ablauftrennung häufig variiert wird und sich daher die Aufteilung der Kläre- und Wasserdecke auf den Ablauf und den Deckablauf verändert.

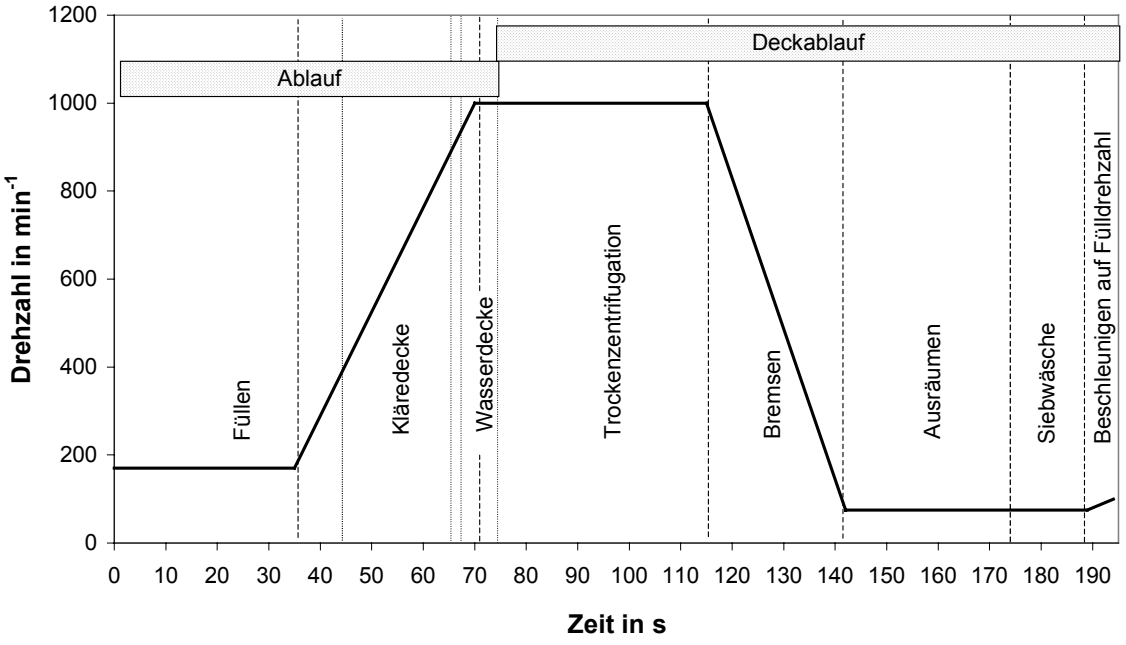


Abb. 5.1: Zentrifugendrehzahlen während der Phasen eines Zentrifugenzyklus

Zucker ist ein Schüttgut. Die Eigenschaften der Kristalle besitzen einen Einfluss auf die Eigenschaften des Haufwerks (Singh und Delavier 1975). Daher ist es sinnvoll, ein deterministisches, dynamisches Zentrifugenmodell zu verwenden, das nach verfah-

renstechnischen Gesichtspunkten arbeitet. Ein **Zentrifugenzyklus** besteht aus den Phasen Befüllen, Beschleunigen, Trockenzentrifugation, Bremsen, Ausräumen, Siebwäsche und Beschleunigen auf Fülldrehzahl. Während des Beschleunigens auf die maximale Drehzahl erfolgt das Decken mittels Kläre und Wasser. Abb. 5.1 zeigt schematisch einen Zentrifugenzyklus.

5.1.1 Zentrifugalfiltration

Nachfolgend wird beschrieben, wie die **Massebilanz** der Zentrifugation in Form einer Zentrifugalfiltration modelliert ist (Perry 1999). Die Filtrationsgeschwindigkeit w_{Fil} in m/s kann wie folgt berechnet werden:

$$w_{Fil} = \frac{\pi \cdot h_{Tr} \cdot \rho \cdot K \cdot \Omega^2 \cdot (r_{Tr}^2 - r_{Fl}^2)}{\eta \cdot \left(\ln \frac{r_{Tr}}{l_Z} + \frac{K \cdot R_m}{r_{Tr}} \right)} \qquad \text{(Gl. 5.1)}$$

Dabei sind:

h_{Tr} ... Trommelhöhe in m

ρ ... Dichte der flüssigen Phase in kg/m³

K ... Permeabilität der Zuckerschicht in m²

Ω ... Zentrifugendrehzahl in min^{-1}

r_{Tr} ... Trommelradius in m

r_{Fl} ... Radius des Flüssigkeitsfilms an den Kristallen in m

η ... Viskosität der flüssigen Phase in Pas

l_Z ... Zuckerschichtdicke in m

R_m ... Widerstand der Zuckerschicht in m^{-1}

Die Parameter K, r_{Fl} und R_m sind nicht bekannt. Daher wird der Term

$$P = \frac{K \cdot (r_{Tr}^2 - r_{Fl}^2)}{\left(\ln \frac{r_{Tr}}{l_Z} + \frac{K \cdot R_m}{r_{Tr}} \right)} \qquad \text{(Gl. 5.2)}$$

hier anhand eines iterativen Verfahrens über folgende Beziehung anhand experimenteller Daten approximiert:

$$\text{Für } \Omega < 750\text{: } P = 8{,}35 \cdot 10^{\left(-10{,}968-\frac{\Omega}{490}\right)} \qquad \text{(Gl. 5.3)}$$

$$\text{Für } \Omega > 750\text{: } \quad P = 8{,}35 \cdot 10^{-14} \qquad \text{(Gl. 5.4)}$$

P nimmt damit Werte zwischen $8{,}35 \cdot 10^{-14}$ und $4{,}04 \cdot 10^{-11}$ an.
Die Filtratmenge $\dot{m}_{Fil}$ in kg/s berechnet sich nach:

$$\dot{m}_{Fil} = w_{Fil} \cdot \rho \cdot A \qquad \text{(Gl. 5.5)}$$

Die Trockenzentrifugation wird mit dem Filmmodell (Perry 1999) berechnet. Die Restfeuchtigkeit $w_{RF,Z}(t)$ der Zuckerschicht in kg ergibt sich nach folgender Gleichung:

$$w_{RF,Z}(t) = \frac{4}{3}\left(\frac{1}{t_d^n}\right) \quad \text{mit } t_d > 0 \qquad \text{(Gl. 5.6)}$$

Für glatte Partikel, wie z.B. Zuckerkristalle, gilt n = 0,5. Für raue Oberflächen kann n bis auf 0,25 sinken. Die dimensionslose Zeit t_d lässt sich berechnen über:

$$t_d = \frac{\rho \cdot G \cdot d_h^2 \cdot t}{\eta \cdot l_Z} \qquad \text{(Gl. 5.7)}$$

Dabei sind:
l_Z ... Zuckerschichtdicke in m
t ... Dauer des Trockenzentrifugierens in s
G ... Zentrifugalbeschleunigung in m/s², zu berechnen über den Trennfaktor Z:

$$Z = \frac{G}{g} = 0{,}000559 \cdot \Omega^2 \cdot d_{Zen} \qquad \text{mit} \qquad \text{(Gl. 5.8)}$$

d_{Zen} ... Zentrifugendurchmesser in m

Der hydraulische Durchmesser d_{hyd} der Partikel in m wird aus der Porosität der Zuckerschicht berechnet:

$$d_{hyd} = 0{,}667 \cdot \frac{\varepsilon \cdot l_Z}{(1-\varepsilon)} \qquad \text{(Gl. 5.9)}$$

Zur Bestimmung der **Porosität** wurden im Rahmen dieser Arbeit Technikumsversuche durchgeführt. Dabei wurde aus Weißzucker, von dem zuvor eine Siebanalyse durchgeführt worden war, und destilliertem Wasser ein Magma mit definiertem Kristallgehalt hergestellt. Das Ergebnis der Siebanalyse kann mit einer Weibull-Verteilung angenähert werden (Abb. 5.2). Ein Spezialfall der Weibull-Verteilung ist die RRSB-Verteilung, die oft für die Auswertung von Siebanalysen von Zuckerhaufwerken herangezogen wird (Schiweck 2000c).

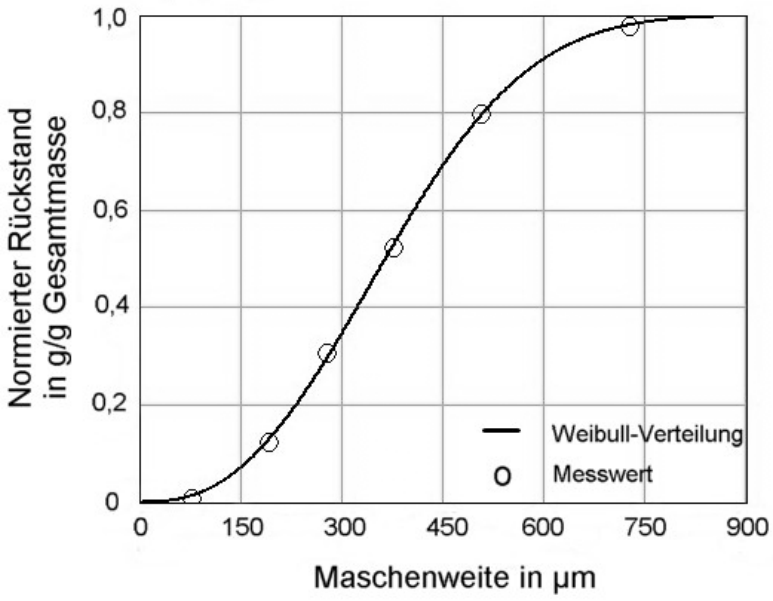


Abb. 5.2: Kristallgrößenverteilung, Auswertung der Siebanalyse des Technikumsversuchs

Als charakteristischer Durchmesser der Zuckerkristalle eignet sich besonders der **Sauter-Durchmesser**. Mit dessen Hilfe kann das polydisperse System des Filterkuchens auf ein monodisperses System von Kugeln - mit dem Sauter-Durchmesser - abgebildet werden, die dasselbe Gesamtvolumen und dieselbe Gesamtoberfläche besitzen wie das polydisperse System.

5.1.1.1 Sauter-Durchmesser

Die Weibull-Verteilung, mit der die Daten angepasst wurden, lautet:

$$H_3(x) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{x - k_0}{k_2}\right)^{k_1}\right] \qquad \text{(Gl. 5.10)}$$

$$\text{mit } k = \begin{pmatrix} -124{,}662 \\ 2{,}497 \\ 419{,}855 \end{pmatrix} \qquad \text{(Gl. 5.11)}$$

Es handelt sich um eine Massenverteilung, da der Rückstand für jede Siebmaschenweite als Massenanteil an der Gesamtmasse berechnet wird. Über die Verteilung lässt sich der Sauter-Durchmesser d_{ST} berechnen. Für eine Massenverteilung gilt:

$$d_{ST} = \frac{1}{M_{-1/3}} \qquad \text{(Gl. 5.12)}$$

Dabei lässt sich das „-1." Moment der Verteilung wie folgt berechnen:

$$M_{-1/3} = \int_{x_{min}}^{x_{max}} X(x)^{-1} \cdot h_3(x)dx \qquad \text{(Gl. 5.13)}$$

$$\text{mit} \quad X(x) = x - k_0 \qquad \text{(Gl. 5.14)}$$

Die Integrationsgrenzen laufen von $x_{min} = k_0$ bis zu dem x_{max}, bei dem die kumulative Verteilung den Wert 0,9999 annimmt. Im demonstrierten Beispiel ist $x_{max} = 1020{,}3$. Die Verteilungsdichte $h_3(x)$ ist die Ableitung der kumulativen Weibull-Verteilung:

$$h_3(x) = \left(\frac{X(x)}{k_2}\right)^{k_1 - 1} \cdot \frac{k_1}{k_2} \cdot \exp\left[-\left(\frac{X(x)}{k_2}\right)^{k_1}\right] \qquad \text{(Gl. 5.15)}$$

Der Sauter-Durchmesser beträgt dann $d_{ST} = 281{,}81$ µm. Um die Abweichung der Zuckerkristalle von der Kugel zu berücksichtigen, wird der Sauter-Durchmesser mittels

Sphärizitätsfaktor modifiziert. Dieser beträgt für Zuckerkristalle 0,848 (Schubert et al. 1990).

$$d_{ST}' = d_{ST} \cdot 0{,}848 = 238{,}98\,\mu m \qquad \text{(Gl. 5.16)}$$

5.1.1.2 Porosität

Um das Versuchsergebnis im Technikum mit Werksversuchen vergleichen zu können, muss zunächst die Drehzahl berechnet werden, mit der die Technikumszentrifuge zu betreiben ist, damit der Trennfaktor identisch ist. Der Trennfaktor beträgt in der Fabrik Z = 860. Die Zentrifugendrehzahl Ω berechnet sich nach

$$\Omega = \frac{\varpi}{2 \cdot \pi} \qquad \text{(Gl. 5.17)}$$

mit der Umfangsgeschwindigkeit $\varpi = \sqrt{\frac{G}{r_{Zen}}}$ und der Zentrifugalbeschleunigung $G = Z \cdot g$. Die Technikumszentrifuge (Zentrifugenkorb: Durchmesser d = 0,3 m, Höhe h = 0,15 m) kann mit Drehzahlen zwischen 500 und 3500 min^{-1} betrieben werden. Bei einem Trennfaktor Z = 860 mit der Erdbeschleunigungskonstante g = 9,81 m/s^2 ergibt sich eine notwendige Zentrifugendrehzahl von Ω = 2265 min^{-1}.
Die Packungsdichte wird unter Zuhilfenahme eines Probestechers über die Zuckermasse und die Schichtdicke bestimmt.

Volumen V_Z der Zuckerschicht:

$$V_Z = \pi \cdot \frac{d_T^{\,2}}{4} \cdot h_T - \pi \frac{(d_T - 2 \cdot l_m)^2}{4} \cdot h_T = 2{,}966 \cdot 10^{-3}\,m^3 \qquad \text{(Gl. 5.18)}$$

Dabei beträgt die experimentell ermittelte mittlere Schichtdicke l_m = 0,0227 m, der Durchmesser der Zentrifugentrommel d_T = 0,3 m und deren Höhe h_T = 0,15 m.

Masse m_Z der Zuckerschicht bei einer Restfeuchte von 1 %:

$$m_Z = 2{,}75 + 0{,}01 \cdot 2{,}75 = 2{,}777\,kg \qquad \text{(Gl. 5.19)}$$

Packungsdichte ρ_P:

$$\rho_P = \frac{m_Z}{V_Z} = 938{,}448 \text{ kg/m}^3 \qquad \text{(Gl. 5.20)}$$

Der experimentell mittels Entnahme einer Probe aus der Zentrifuge nach dem Zentrifugieren bestimmte Wert beträgt 950,38 kg/m³. Die Übereinstimmung zwischen rechnerischem und experimentellem Ergebnis ist mit einem Fehler von 1,27 % sehr gut.
Das freie Porenvolumen V_{Po} in m³ entspricht der Differenz des Volumens der Zuckerschicht und des Feststoffs:

$$V_{Po} = V_Z - V_s \qquad \text{(Gl. 5.21)}$$

Dabei ist V_s das Volumen des Feststoffs:

$$V_S = \frac{m_Z}{\rho_Z} = 1{,}734 \cdot 10^{-3}\,\text{m}^3 \qquad \text{(Gl. 5.22)}$$

wobei die Masse des Zuckers m_Z = 2,75 kg und die Dichte von Kristallzucker ρ_Z = 1586,3 kg/m³ betragen.
Die Porosität ε der Zuckerschicht entspricht dem Anteil des freien Porenvolumens am Gesamtvolumen der Zuckerschicht:

$$\varepsilon = \frac{V_{Po}}{V_Z} = 0{,}414 \qquad \text{(Gl. 5.23)}$$

Zum Vergleich mit Literaturwerten: bei einer kubisch dichtesten Packung beträgt die Porosität:

$$\varepsilon_k = 1 - \frac{\pi}{6} = 0{,}476 \qquad \text{(Gl. 5.24)}$$

und bei einer hexagonal dichtesten Packung:

$$\varepsilon_h = 1 - \sqrt{2} \cdot \frac{\pi}{6} = 0{,}260 \qquad \text{(Gl. 5.25)}$$

Die **Porosität** nach der Zentrifugation von Zucker bei einem Trennfaktor von Z = 860 ist etwas geringer (13 %) als bei der kubisch dichtesten Packung. Bei Werksversuchen wurden Packungsdichten bis zu 1145 kg/m³ gemessen, was einer Porosität von $\varepsilon = 0{,}278$ entspricht. Dieser Wert ist nur wenig größer (7 %) als bei der hexagonal dichtesten Packung. Der mittlere Durchmesser betrug beim Technikumsversuch $d_m = 492$ µm und beim Werksversuch $d_m = 547$ µm. Die Differenz von 55 µm zwischen den Durchmessern ist nicht bedeutsam. Der etwas größere Durchmesser beim Werksversuch ließe eher eine höhere Porosität erwarten. Der Gleichförmigkeitskoeffizient der RRSB-Verteilung betrug im Technikum jedoch $n = 2{,}5$, in der Fabrik dagegen nur $n = 1{,}6$. Dies erklärt die merklich niedrigere Porosität, die beim Versuch im Werk gemessen wurde. Die Porosität ändert sich über den Filterkuchenradius (Tiller und Hsyung 1990, 1991a). Die angegebenen Werte verstehen sich als Mittelwerte über die Zuckerschicht, wie es auch bei Slarjanskij et al. (2003) gehandhabt wurde.

5.1.2 Zentrifugensteuerung

Zunächst ist eine Zentrifugensteuerung zu programmieren, die den Ablauf der Prozessschritte bestimmt (siehe Abb. 5.3). Die Drehzahl wird beim Beschleunigen und Bremsen automatisch von der Steuerung erhöht bzw. verringert und ist eine der Ausgangsgrößen des für die Zentrifugensteuerung zuständigen Untersystems. Weitere Ausgänge sind die Öffnung der Füllklappe, des Kläre- und Wasserdeckenventils, des Ablauf- und Deckablaufventils und des Entleerungsschachts, wobei lediglich zwischen 0 % (geschlossen) und 100 % (geöffnet) unterschieden wird.

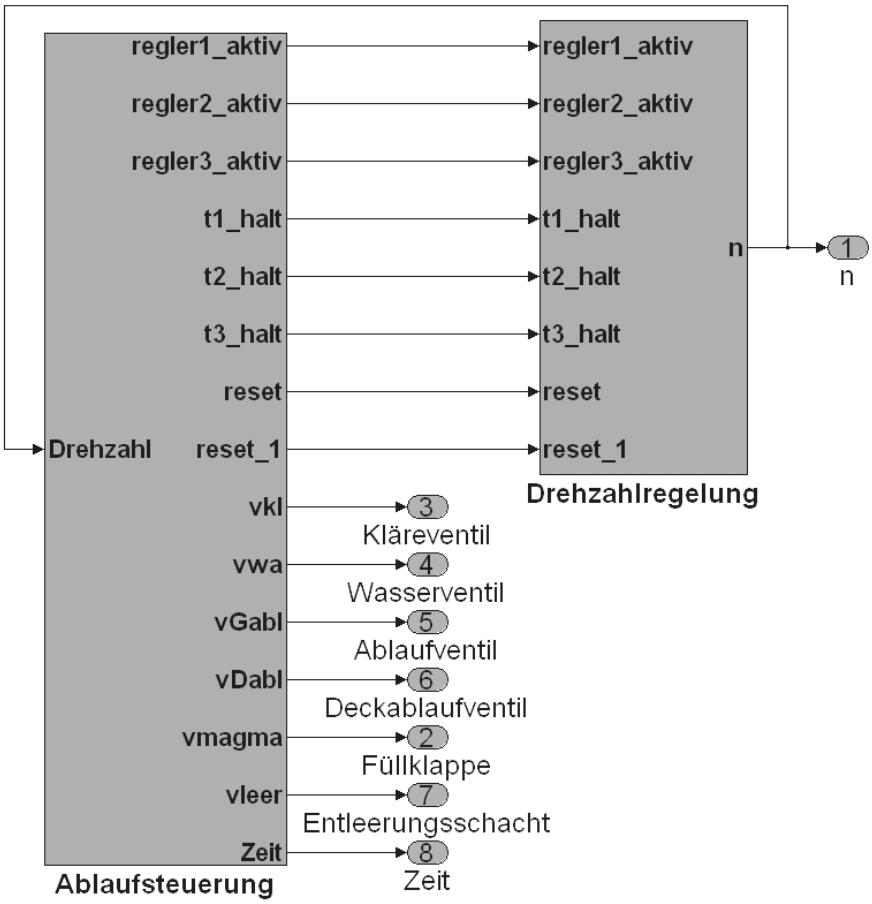


Abb. 5.3: Untersystem „Zentrifugensteuerung“ im Prozessmodell der als Zentrifugalfiltration modellierten Zentrifuge

Die Ausgangsgrößen der Zentrifugensteuerung werden zur eigentlichen Masse- und Farbbilanzierung weitergeführt, die in dem Untersystem „Zentrifuge“ stattfindet (siehe Abb. 5.4).

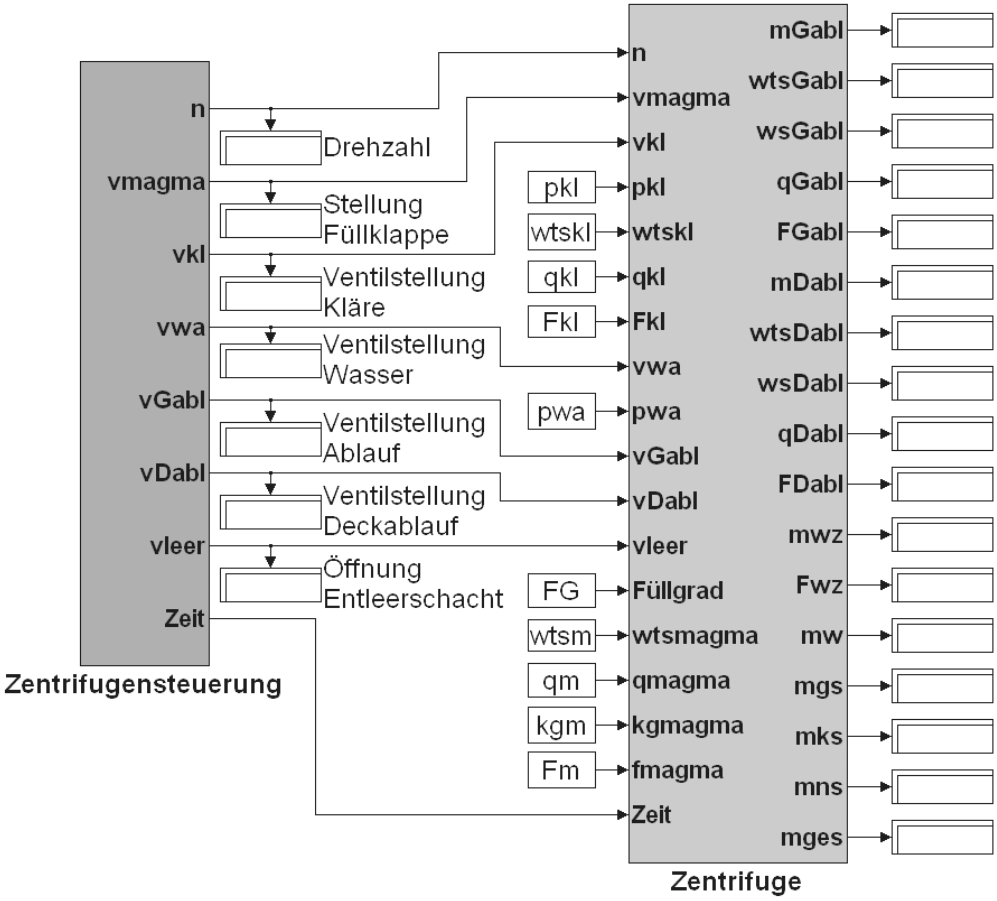


Abb. 5.4: Prozessmodell der als Zentrifugalfiltration modellierten Zentrifuge

In das Untersystem „Zentrifuge“ müssen weitere Eingangsgrößen einfließen, und zwar Vordruck und Dauer der Wasser- und Kläredecke, der Trockensubstanzgehalt und die Reinheit der Kläre und des Magmas, der Kristallgehalt und die Farbe des Magmas sowie der Füllgrad. Die Daten werden bei der Initialisierung des Modells von einer Initialisierungsdatei in das Modell übertragen und können gegebenenfalls direkt aus dem MIS-System ausgelesen werden. Der aktuelle Füllgrad wird mit Hilfe des **Füllklappenintegrals** $I_{FüKl}$ berechnet (siehe Kapitel 4.2.2.2 „Kühlmaischen“). Über eine Korrelation des mittleren Integralwerts und der durchschnittlichen Magmamenge konnten folgende lineare Gleichungen zur Berechnung des Füllgrads ermittelt werden:

Weißzucker (2 Zentrifugen): $$w_{Füll,WZ} = 4{,}4 \cdot (I_{FüKl,WZ,1} + I_{FüKl,WZ,2}) \qquad \text{(Gl. 5.26)}$$

Rohzucker (1 Zentrifuge): $$w_{Füll,RZ} = 7{,}5 \cdot I_{FüKl,RZ} \qquad \text{(Gl. 5.27)}$$

Dabei gilt Gleichung 5.26 für die beiden WZ-Zentrifugen, Gleichung 5.27 für die RZ-Zentrifuge, wobei es sich in beiden Fällen lediglich um eine Abschätzung der jeweiligen Magmamenge handelt.

5.1.3 Vollständiges Zentrifugenmodell

Im Zentrifugenmodell wird die Änderung der Zustandsgrößen pro Zeiteinheit bilanziert. Die Ausgangsgrößen sind die zum jeweiligen Zeitpunkt aktuellen Volumenströme. Darüber hinaus berechnet das Modell Trockensubstanz- und Saccharosegehalt, Reinheit und Farbe der Abläufe bzw. die Zuckerfarbe. Um die Massebilanz für einen Zentrifugenzyklus überprüfen zu können, werden zusätzlich zur Zentrifuge drei Behälter modelliert, in die der Ablauf, der Deckablauf bzw. der Zucker überführt werden (siehe Abb. 5.5).

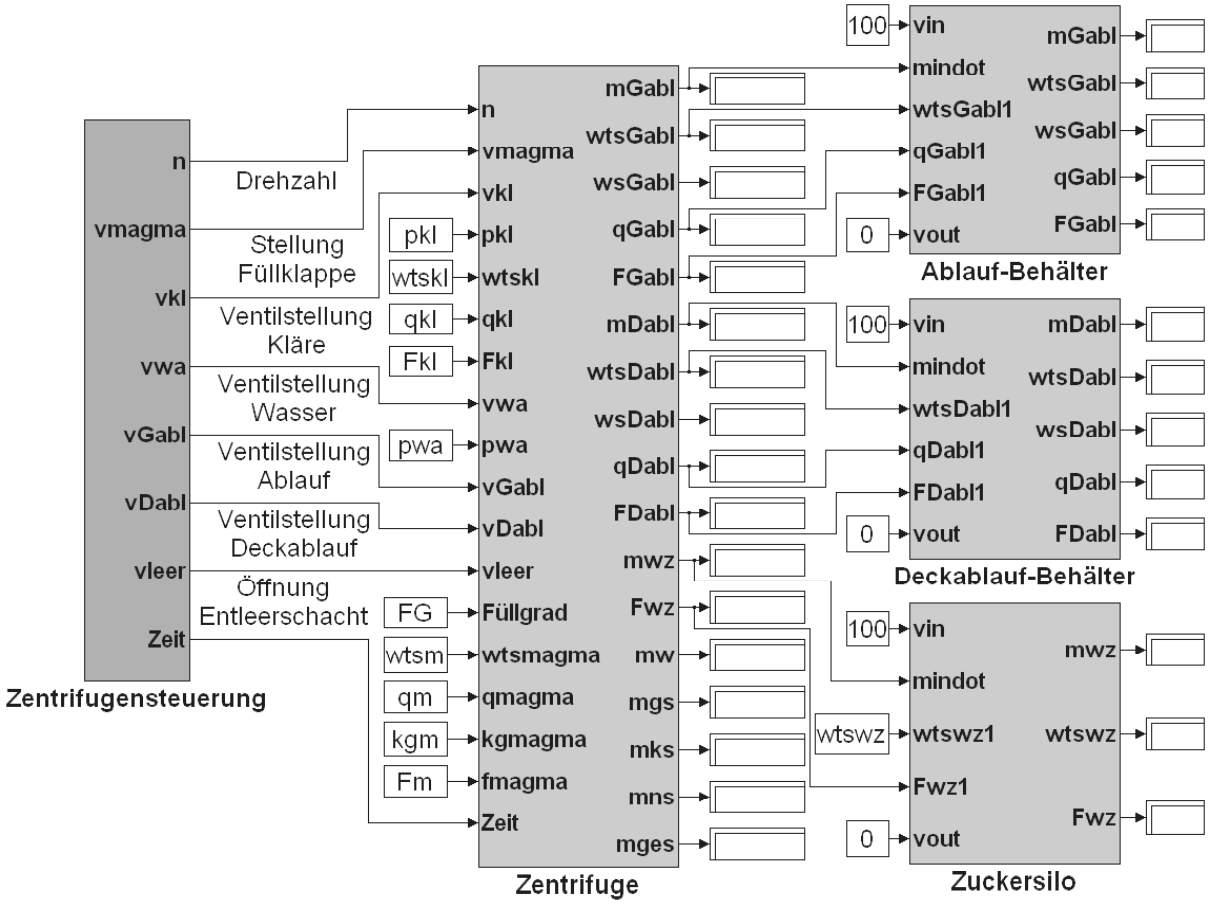


Abb. 5.5: Prozessmodell der als Zentrifugalfiltration modellierten Zentrifuge mit Ablaufbehältern und Zuckersilo

Um diese Behälter später in das Prozessmodell einbinden zu können, werden sie mit einem Zu- und einem Ablaufstrom versehen. Zur Überprüfung der Massebilanz in der Zentrifuge wird der Ablaufstrom auf Null gesetzt, um die gesamten Mengen rechnerisch in den Behältern zu sammeln.

Das Modell enthält verfahrenstechnische Parameter wie die Porosität, die Permeabilität sowie den von diesen Größen abhängigen Widerstand der Zuckerschicht in der Zentrifuge. Diese Werte müssen zunächst für die entsprechende Zentrifuge ermittelt bzw. abgeschätzt werden. Die Längen der einzelnen Phasen und die dabei vorliegenden Drehzahlen können direkt von den Zentrifugeneinstellungen übernommen werden. Das Modell verwendet ausschließlich bekannte physikalische Gleichungen. Dieses **allgemeingültige**, nur auf verfahrenstechnischen Parametern beruhende **Modell** kann auf jede Zentrifuge angewendet werden. Das vorgestellte Modell simuliert zwar die Massebilanz korrekt, jedoch ist die damit erreichbare Genauigkeit der errechneten WZ-Farbe nicht ausreichend. Dies liegt daran, dass die WZ-Farbe als Differenz der „Farbmassen“ von Magma, Ablauf und Deckablauf berechnet wird. Die WZ-Farbe besitzt dabei den mit Abstand geringsten Wert (etwa 1 % der Magmafarbe). Die Ablauffarben können mit Hilfe des Modells zwar realitätsgetreu angenähert werden, jedoch nicht ausreichend genau, um die WZ-Farbe korrekt wiederzugeben, deren Änderung im Vergleich zu den restlichen Farbwerten nur sehr klein ist. Bedingt durch Schwierigkeiten bei der Probenahme lassen sich die genauen Zusammenhänge, die für eine präzisere Berechnung der Ablauffarben notwendig wären, nicht ermitteln. Im nächsten Abschnitt wird versucht, für die Berechnung der WZ-Farbe mit einem empirischen Zentrifugenmodell zu arbeiten.

5.2 Empirisches Modell

5.2.1 Herleitung

Basierend auf den Werten der in der Dicksaftkampagne 2003 im Werk A durchgeführten Zentrifugenversuche konnte ein Zentrifugenmodell erstellt werden, das den Einfluss der Deckwassermenge m_{Wa}, der Deckkläremenge m_{Kl}, der Magmafarbe F_{Ma} und des Füllgrads $w_{Füll}$ berücksichtigt. Verglichen wurde ebenfalls eine einfache und geteilte Wasserdecke (siehe Abschnitt 2.1.3.1 „Einsatz der Wasserdecke“). Es ist im

großtechnischen Betrieb experimentell nicht möglich, den Einfluss der Magmafarbe und des Kristallgehalts systematisch zu untersuchen. Jedoch wurden für jeden der Versuche die Magmafarbe und der Kristallgehalt analytisch bestimmt, um die veränderten Randbedingungen zu berücksichtigen. Die Untersuchungen fanden an ein und derselben Zentrifuge statt. Es wurde - beginnend mit geringer Deckzeit - stets nur eine Eingangsgröße systematisch variiert (für die Dauer je eines Zentrifugenzyklus). Die geteilte Wasserdecke erfolgte im Verhältnis 1:1. Um zu gewährleisten, dass die jeweilige Versuchsreihe mit ein und derselben Magmacharge durchgeführt wird, startete jeder Versuch etwa 10 min nach Entleeren eines Verdampfungskristallisators (= Zeit, die zur Verarbeitung des vorherigen, noch in der Ausfüllmaische verbliebenen Magmas notwendig ist). Vom Weißzucker wurde die Farbe in Lösung, vom Magma die Farbe und der Kristallgehalt bestimmt. Die Magmaproben wurden aus der Ausfüllmaische entnommen. Die Probenahme für den Weißzucker erfolgte an der Schüttelrinne (feuchter Zucker). Es handelt sich um Mischproben (Anfang, Mitte, Ende einer Charge). Ein Unterschied zwischen der **einfachen und** der **geteilten Wasserdecke** konnte nicht festgestellt werden. Abbildung 5.6 zeigt die Messwerte für ein Beispiel eines Vergleichs zwischen einfacher und geteilter Wasserdecke.

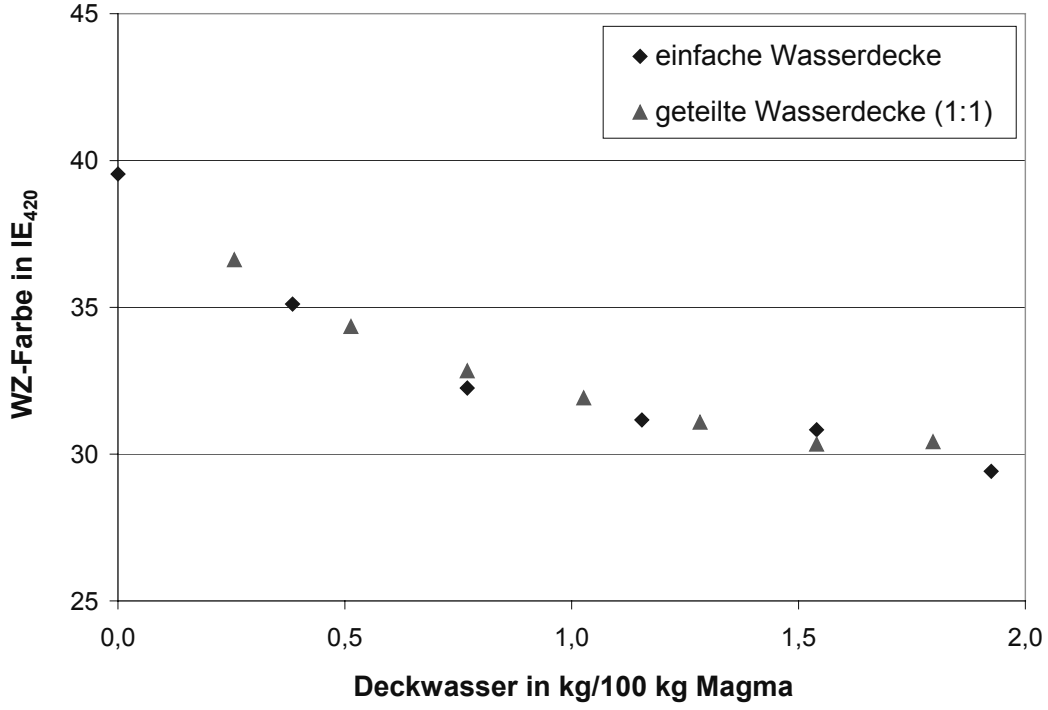


Abb. 5.6: Einfluss des Deckwassers auf die Weißzuckerfarbe, Vergleich einfache und geteilte Wasserdecke

Da die Vielzahl an Einflussfaktoren nicht vollständig erfassbar ist - insbesondere nicht online - kann ein Zentrifugenmodell nicht die exakte, im Labor gemessene Zuckerfarbe wiedergeben, sondern nur den Trend des Merkmalsverlaufs. Zur Qualitätssicherung ist aber lediglich die Wiedergabe des Trends notwendig, der dann mittels Statistischer Prozessführung ausgewertet wird. Die Priorität bei der Zentrifugenmodellierung liegt daher bei der technologisch sinnvollen Wiedergabe des Trends der WZ-Farbe, nicht auf der Berechnung des exakten Analysenwertes.

Das Modell arbeitet mit einem festen **Arbeitspunkt**. Dieser ist für einen Kristallgehalt von 53,7 %, eine Magmafarbe von 4079 IE_{420} und einen Füllgrad von 90 % definiert. Ausgehend von diesem Arbeitspunkt wird eine Kennlinie mit variabler Wasserdecke gebildet. Zunächst wird also die Farbe in Lösung des Weißzuckers ausschließlich in Abhängigkeit von der **Deckwassermenge** berechnet. Experimentell wurde diese zwischen 0 und maximal 6 kg/100 kg Magma variiert. Abb. 5.7 zeigt die Messwerte für den Einfluss der Deckwassermenge auf die WZ-Farbe am Arbeitspunkt.

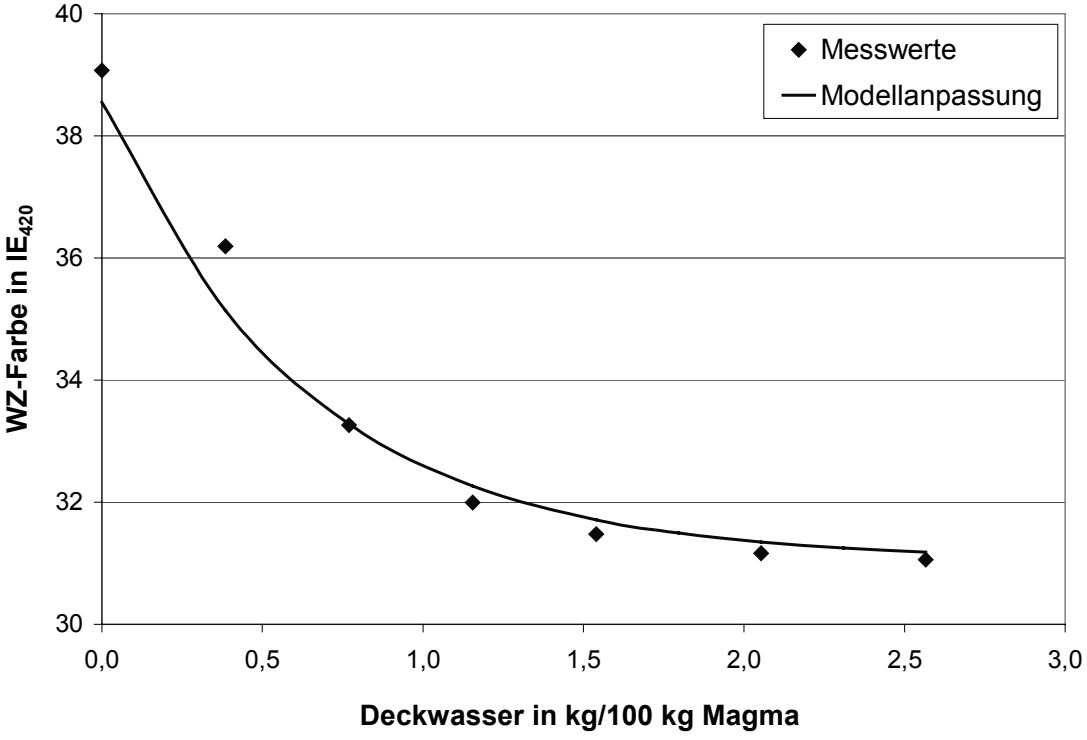


Abb. 5.7: Einfluss des Deckwassers auf die Weißzuckerfarbe am Arbeitspunkt, Modellanpassung nach Gl. 5.28

Mit zunehmender Deckwassermenge nimmt die Farbe in Lösung des Weißzuckers ab, wobei sich die Kurve asymptotisch einem unteren Wert nähert. Etwa ab einer Deck-

wassermenge von 2,5 kg/100 kg Magma verbessert sich die WZ-Farbe nicht mehr. Der Kurvenverlauf lässt sich mit folgenden Parametern der Funktionsgleichung analog zu der Gleichung von Cronewitz und Witte (1980) beschreiben:

$$x_{WaDe}(m_{Wa}) = 7{,}5 \cdot (4{,}14 + e^{-0{,}1 \cdot m_{Wa}}) \qquad \text{(Gl. 5.28)}$$

Der Faktor 7,5 dient der Umrechnung von EU-Punkten in ICUMSA-Einheiten. Die Kurve nähert sich asymptotisch dem Wert 20 IE_{420} an, der Farbe am Arbeitspunkt bei unendlich großer Deckwassermenge. Allgemein lässt sich Gleichung 5.28 schreiben als:

$$F_{WZ}(m_{Wa}) = 7{,}5 \cdot [F_{AP,\infty} + x_{WaDe}(m_{Wa})] \qquad \text{(Gl. 5.29)}$$

Dabei stellt $x_{WaDe}(m_{Wa})$ die Kennlinie am Arbeitspunkt mit variabler Deckwassermenge dar.

Die Kurven verschieben sich bei unterschiedlichen **Magmafarben** im Diagramm, ohne jedoch ihre Form zu verändern (siehe Messwerte in Abb. 5.8).

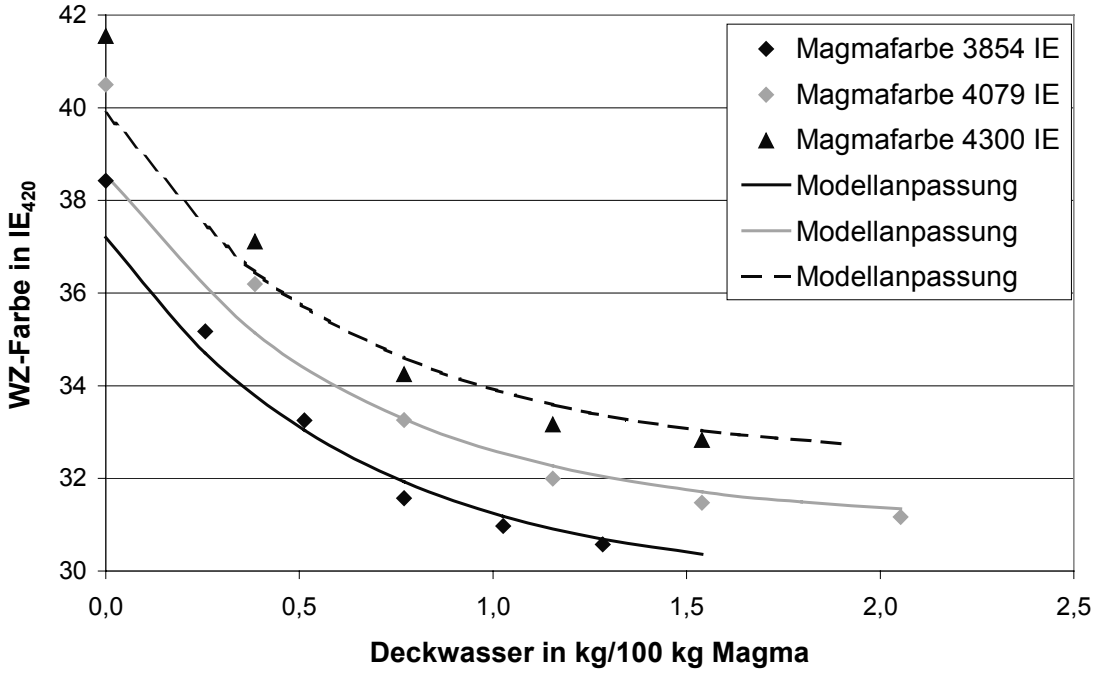


Abb. 5.8: Einfluss des Deckwassers auf die Weißzuckerfarbe in Abhängigkeit von der Magmafarbe, Modellanpassung nach Gl. 5.30

Gleichung 5.29 muss also um einen weiteren Korrekturanteil zur Berücksichtigung der Magmafarbe ergänzt werden:

$$F_{WZ}(m_{Wa}, F_{Ma}) = 7{,}5 \cdot [F_{AP,\infty} + x_{Wa}(m_{Wa}) + x_{F_{Ma}}(F_{Ma})] \qquad \text{(Gl. 5.30)}$$

$x_{F_{Ma}}(F_{Ma})$ stellt den durch die Magmafarbe F_{Ma} bedingten Korrekturanteil dar. Der werksspezifische Farbübergangsfaktor $q_{F,WZ/Ma}$ gibt den Anteil der Magmafarbe an, der auf das Zuckerkristall übertragen wird. Er betrug in der Dicksaftkampagne 2003 im Werk A 0,006, d.h. eine Farbzunahme des Magmas um 1000 IE_{420} entspricht einer Zunahme der Farbe in Lösung des Weißzuckers um 6 IE_{420}. Da die Umrechnung von EU-Punkten in ICUMSA-Einheiten außerhalb des Ausdrucks in eckigen Klammern in Gleichung 5.30 geschieht, muss die 0,006 durch 7,5 dividiert werden. Diese Umrechnung ergibt einen Faktor von 0,0008. Im Vergleich zum untersuchten Arbeitspunkt (F_{Ma} = 4079 IE_{420}) lässt sich der durch die Magmafarbe bedingte Korrekturfaktor beschreiben als:

$$x_{F_{Ma}}(F_{Ma}) = (F_{Ma} - 4079) \cdot 0{,}0008 \qquad \text{(Gl. 5.31)}$$

Bei einer höheren Magmafarbe würde die WZ-Farbe entsprechend vergrößert werden. Bei einer geringeren Magmafarbe ist $x_{F_{Ma}}$ dagegen negativ, so dass die WZ-Farbe im Vergleich zum Arbeitspunkt verringert wird.

Neben dem Deckwasser und der Magmafarbe besitzt auch die **Deckkläre** einen Einfluss auf die Zuckerfarbe. Gleichung 5.30 ist also so zu modifizieren, dass auch der Einfluss der Deckkläre berücksichtigt wird. Jedoch können Deckwasser und -kläre nicht unabhängig voneinander betrachtet werden. Die Kennlinie $x_{WaDe}(m_{Wa})$ wird daher allgemein zu $x_{De}(m_{Wa}, m_{Kl})$:

$$F_{WZ}(m_{Wa}, m_{Kl}, F_{Ma}) = 7{,}5 \cdot [F_{AP,\infty} + x_{De}(m_{Wa}, m_{Kl}) + x_{F_{Ma}}(F_{Ma})] \qquad \text{(Gl. 5.32)}$$

Dieser Einfluss wurde ebenfalls während der Dicksaftkampagne 2003 systematisch untersucht. Die Versuchsergebnisse sind in Abbildung 5.9 dargestellt.

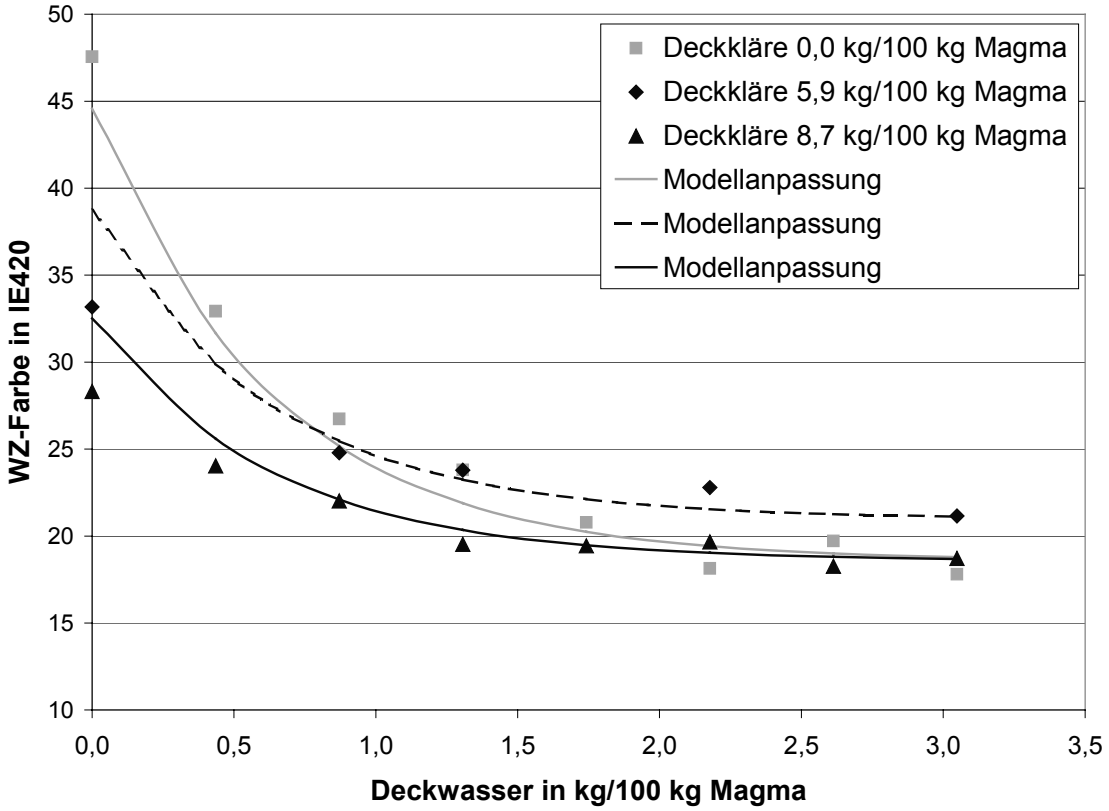


Abb. 5.9: Einfluss des Deckwassers auf die Weißzuckerfarbe in Abhängigkeit von der Deckkläre, Modellanpassung nach Gl. 5.32

Die Deckkläre ersetzt einen Teil des Deckwassers. Für denselben Reinigungseffekt wird allerdings mehr Kläre als Wasser benötigt. Je weniger Deckkläre eingesetzt wird, desto später nähert sich die Kurve ihrem asymptotischen Grenzwert. Der Korrekturanteil $x_{De}(m_{Wa}, m_{Kl})$ kann am besten über folgende Gleichung beschrieben werden:

$$x_{De}(m_{Wa}, m_{Kl}) = (-0{,}012 \cdot m_{Kl} + 3{,}46) \cdot e^{(-0{,}1 \cdot m_{Wa})} \qquad \text{(Gl. 5.33)}$$

Ein weiterer wichtiger, in das Modell zu integrierender Einflussfaktor ist der **Füllgrad** $w_{Füll}$. Gleichung 5.32 wird daher erweitert zu:

$$F_{WZ}(m_{Wa}, m_{Kl}, w_{Füll}, F_{Ma}) = 7{,}5 \cdot [F_{AP,\infty} + x_{De}(m_{Wa}, m_{Kl}, w_{Füll}) + x_{F_{Ma}}(F_{Ma})] \qquad \text{(Gl. 5.34)}$$

Die Messergebnisse der in der Rübenkampagne 2003 durchgeführten Versuche zeigt Abb. 5.10.

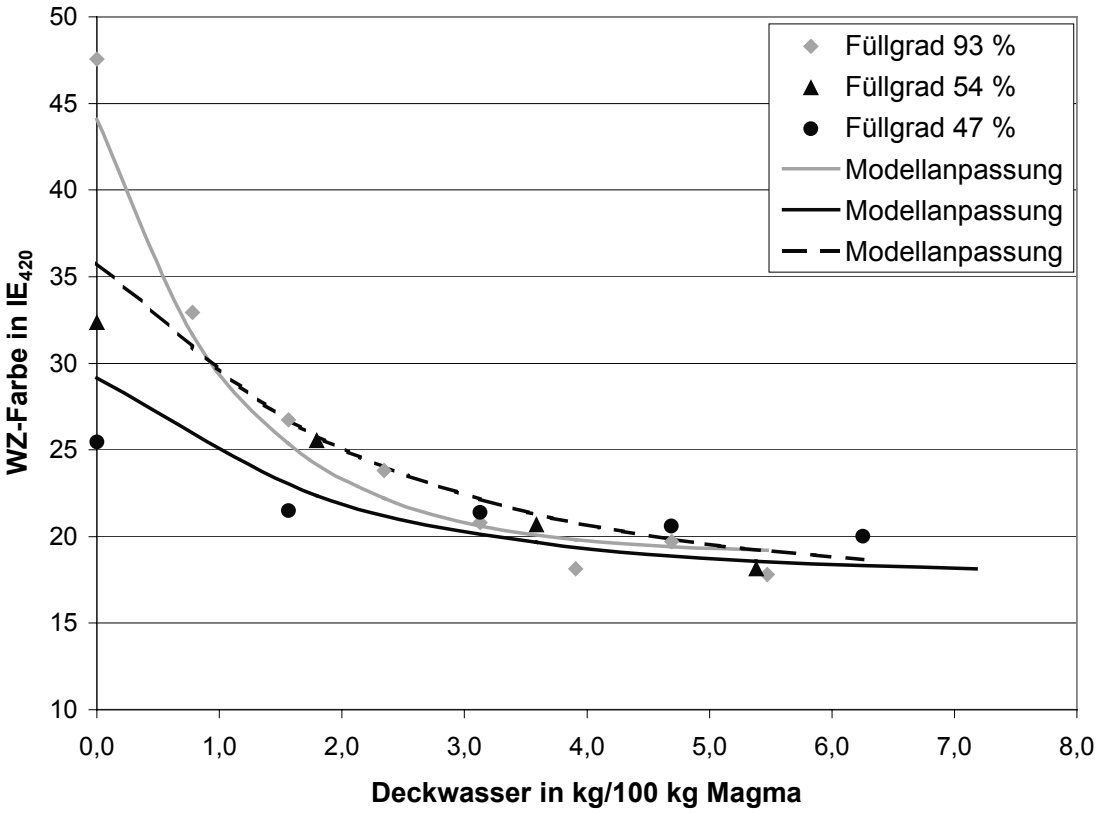


Abb. 5.10: Einfluss des Deckwassers auf die Weißzuckerfarbe in Abhängigkeit vom Füllgrad, Modellanpassung nach Gl. 5.34

Der Füllgrad bewegte sich in den Versuchen zwischen 47 und 93 %. Der Korrekturanteil für Deckwasser und -kläre (siehe Gleichung 5.33) wird entsprechend modifiziert und lässt sich schreiben als:

$$x_{De}(m_{Wa}, m_{Kl}, w_{Füll}) = (-0{,}012 \cdot m_{Kl} + 3{,}46) \cdot \exp[-0{,}1 \cdot m_{Wa} - \exp(-0{,}0693 \cdot (w_{Füll} - 45))] \qquad \text{(Gl. 5.35)}$$

Der Einfluss der Zentrifugeneinstellungen variiert nicht nur von Fabrik zu Fabrik und von Zentrifugentyp zu Zentrifugentyp, sondern auch von Kampagne zu Kampagne. Der mathematische Algorithmus zur Berechnung der WZ-Farbe muss daher von einer Kampagne zur nächsten modifiziert werden. Dabei ist eine Anpassung der empirischen Koeffizienten ausreichend. Für die Prozessteuerung ist jedoch vorrangig der Trend der WZ-Farbe entscheidend und weniger der numerische Wert.

Abb. 5.11 zeigt einen Vergleich der vom Modell berechneten und der im Labor gemessenen Weißzuckerfarben. Um das Zentrifugenmodell mit anderen Modellansätzen

vergleichen zu können, wurden die an sich kampagnespezifischen Koeffizienten nicht verändert. Fälle, in denen die Wasserdecke kürzer als 4 s (entspricht 0,5 kg/100 kg Magma bei 90 % Füllgrad) bzw. die Kläredecke unter 8 s (entspricht 3 kg/100 kg Magma bei 90 % Füllgrad) war, wurden für die Bewertung ausgeschlossen, da sie in der Praxis kaum vorkommen. Bei der Betrachtung ist zu berücksichtigen, dass der analytische Fehler bei Wiederholungsversuchen 2,32 IE_{420} (Standardabweichung) beträgt.

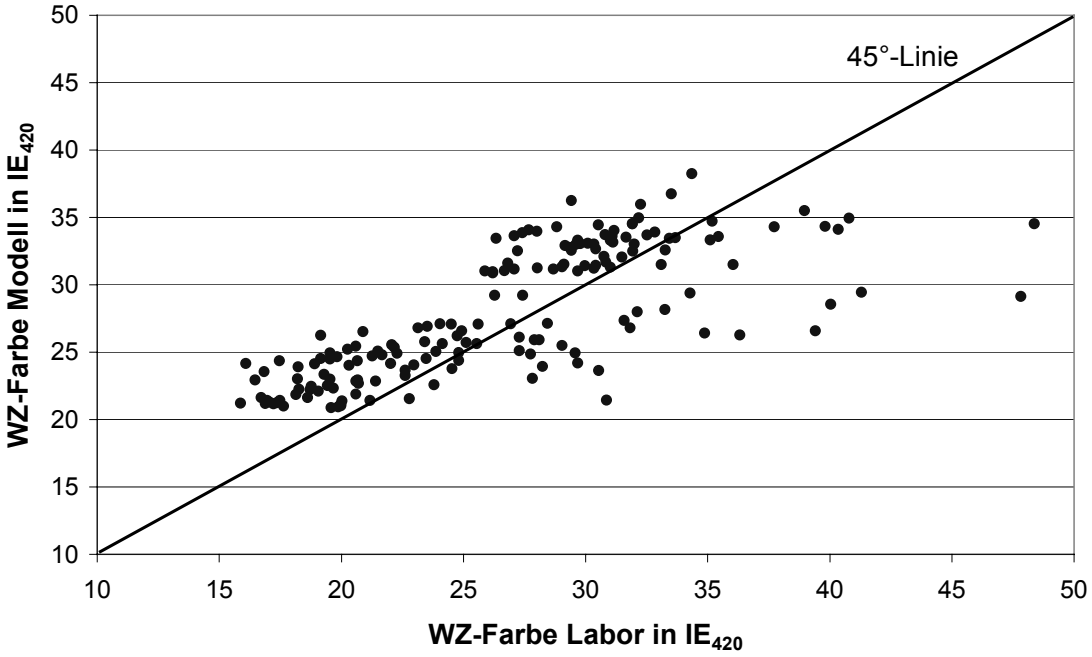


Abb. 5.11: Vergleich der Modell- und Analysenwerte für das empirische Modell ohne Berücksichtigung des Kristallgehalts; zum Vergleich die 45°-Linie

Die Regressionsgleichung lautet: $F_{WZ,Modell} = 0{,}54 \cdot F_{WZ,Labor} + 13{,}38$ (Gl. 5.36)

mit einem Korrelationskoeffizienten r = 0,7511. Im Idealfall läge die Regressionsgleichung gerade auf der 45°-Linie und besäße die Steigung 1 sowie einen y-Achsenabschnitt von 0. Die Mittelwerte der Modell- und Labordaten stimmen bei einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 0,1 % signifikant überein. Die Abweichung beträgt im Mittel 3,8 IE_{420} bei einer Standardabweichung von 3,5 IE_{420}. Im Bereich geringer Weißzuckerfarben berechnet das Modell tendenziell zu hohe Werte. Im kritischen Bereich bzgl. der WZ-Qualität (> 35 IE_{420}) werden zu geringe WZ-Farbwerte berechnet (7 % aller ermittelten Daten). Bei Anwendung des Modells würde eine zu hohe Farbe somit

quantitativ nicht korrekt vorausgesagt werden. Bei der Auswertung des Trends für die WZ-Farbe mittels SPC werden jedoch keine spezifischen Grenzen vorgegeben. Die Eingriffsgrenzen errechnen sich aus dem Merkmalsverlauf. Da das Modell den Trend der WZ-Farbe richtig wiedergibt, würde die SPC daher bei steigender Zuckerfarbe trotzdem zu einem Alarm führen – unabhängig vom genauen Zahlenwert .

Mit Hilfe von Gleichung 5.34 kann die WZ-Farbe in Abhängigkeit von der Deckwasser- und -kläremenge, der Magmafarbe und des Füllgrads berechnet werden. Selbstverständlich gibt es noch weitere Einflussgrößen, wie z.B. die Zentrifugierdauer und -drehzahl oder die bereits erwähnte Kristallgrößenverteilung. Diese Zentrifugenparameter werden allerdings entweder im Normalfall nicht verändert oder sind nicht online zu erfassen und daher für die Modellierung vernachlässigbar bzw. ungeeignet.

Fraglich bleibt der Einfluss des **Kristallgehalts**. Mit größerem Kristallgehalt nimmt die Zuckerschichtdicke in der Zentrifuge zu. Die Porosität sinkt gleichzeitig aufgrund der stärkeren Verdichtung der Kristalle im Zentrifugalfeld. Damit verringert sich der Wascheffekt des Deckwassers und die Farbstoffe können schlechter von den Kristalloberflächen entfernt werden. Außerdem ist ein Magma mit höherem Kristallgehalt länger im Kristallisator verblieben. Gerade während der Einstellung des Endtrockensubstanzgehalts ist die Farbzunahme beträchtlich. Ein höherer Kristallgehalt geht also mit einer höheren Magmafarbe und einem größeren Farbeinschluss einher. Darüber hinaus besitzt der Muttersirup wegen des höheren Trockensubstanzgehalts eine erhöhte Viskosität. Der Muttersirup lässt sich somit schwieriger in der Zentrifuge von den Kristallen abtrennen. Nicht nur der Kristallgehalt besitzt einen Einfluss auf die WZ-Farbe, sondern auch die **Kristalleigenschaften**, insbesondere die Kristallgrößenverteilung. Möglich ist, dass es zu einer Überlagerung zweier Effekte kommt, wenn nämlich die höheren Kristallgehalte mit einem größeren Anteil an Feinkristall verbunden waren. Dieser Umstand macht die Modellierung umso schwieriger, da solche Effekte mitunter zwar beobachtet werden, deren genaue Zuordnung allerdings unsicher bleibt. Denkbar wäre, dass bei hohen Kristallgehalten unter Einsatz sehr großer Wasserdecken dieselbe WZ-Farbe erreichbar ist wie bei geringen Kristallgehalten. Das zur Verfügung stehende Datenmaterial ist jedoch nicht umfangreich genug, um dies statistisch abgesichert zu belegen. Ein Versuch, den Einfluss des Kristallgehalts mathematisch zu erfassen, könnte wie folgt aussehen:

Unter Berücksichtigung des Einflusses der Magmafarbe kann man die Messkurven aus Abb. 5.8 so verschieben, als wäre die Magmafarbe bei allen Versuchen gleich (siehe Abb. 5.12). Der verbleibende Unterschied zwischen den Kurven würde dann nur noch vom Kristallgehalt bzw. der daraus resultierenden Zuckerschichtdicke in der Zentrifuge verursacht.

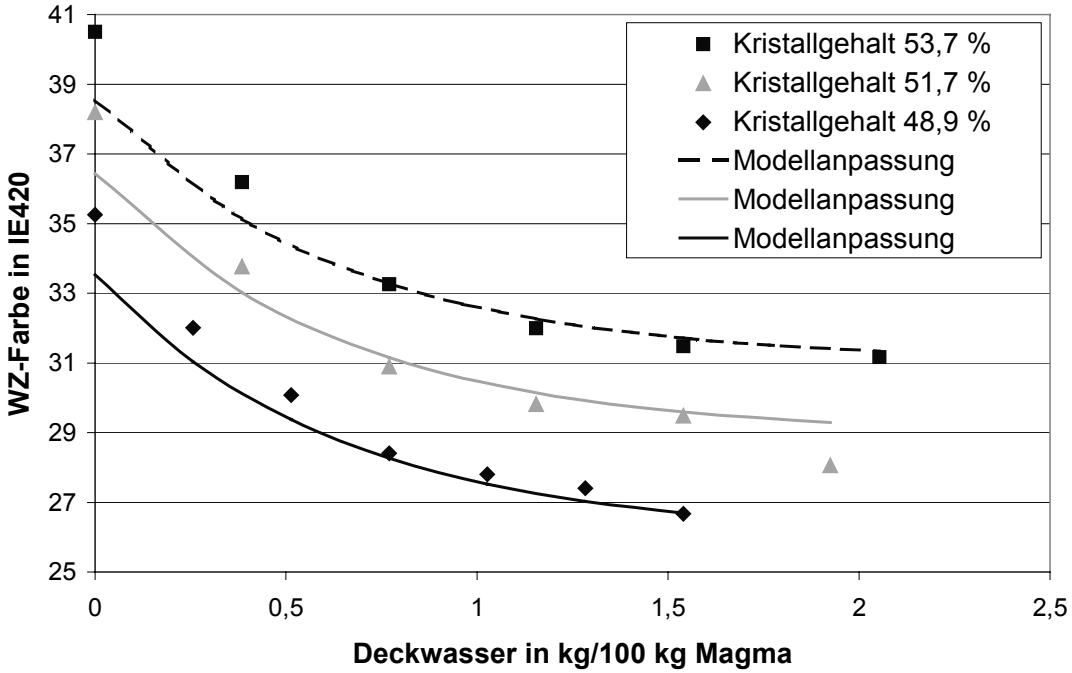


Abb. 5.12: Einfluss des Deckwassers auf die Weißzuckerfarbe in Abhängigkeit vom Kristallgehalt, Modellanpassung nach Gl. 5.37 mit einer Magmafarbe von 4079 IE_{420}

Bei konstanter Deckwassermenge nimmt gemäß Abb. 5.12 die WZ-Farbe mit steigendem Kristallgehalt zu. Dementsprechend muss die berechnete WZ-Farbe für den jeweils aktuellen Kristallgehalt w_{Kr} korrigiert werden. Gleichung 5.34 verändert sich wie folgt:

$$F_{WZ}(m_{Wa}, m_{Kl}, F_{Ma}, w_{Füll}, w_{Kr}) = 7{,}5 \cdot [F_{AP,\infty} + x_{De}(m_{Wa}, m_{Kl}, w_{Füll}) + x_{F_{Ma}}(F_{Ma}) + x_{KG}(w_{Kr})] \qquad \text{(Gl. 5.37)}$$

Dabei ist $x_{KG}(w_{Kr})$ der durch den Kristallgehalt bedingte Korrekturanteil. Der geringe Datenumfang lässt lediglich einen linearen Ansatz zu. Die Differenz zwischen den einzelnen Kristallgehalten ist jeweils annähernd gleich. Im Mittel beträgt die Farbzunah-

me des Weißzuckers pro Prozent Kristallgehaltszunahme 1,05 IE_{420} bzw. 0,14 Punkte. Bezogen auf den oben beschriebenen Arbeitspunkt (w_{Kr} = 53,7 %) lässt sich der durch den Kristallgehalt bedingte Korrekturanteil wie folgt definieren:

$$x_{KG}(w_{Kr}) = (w_{Kr} - 53{,}7) \cdot 0{,}14 \qquad \text{(Gl. 5.38)}$$

Ist beispielsweise der Kristallgehalt des zu untersuchenden Magmas höher als der am Arbeitspunkt, wäre $x_{KG} > 0$ und die WZ-Farbe fiele etwas höher aus als am Arbeitspunkt und entsprechend umgekehrt.
Mit Berücksichtigung des Kristallgehalts sähe ein Vergleich der vom Modell berechneten Daten mit den im Labor gemessenen Werten wie folgt aus:

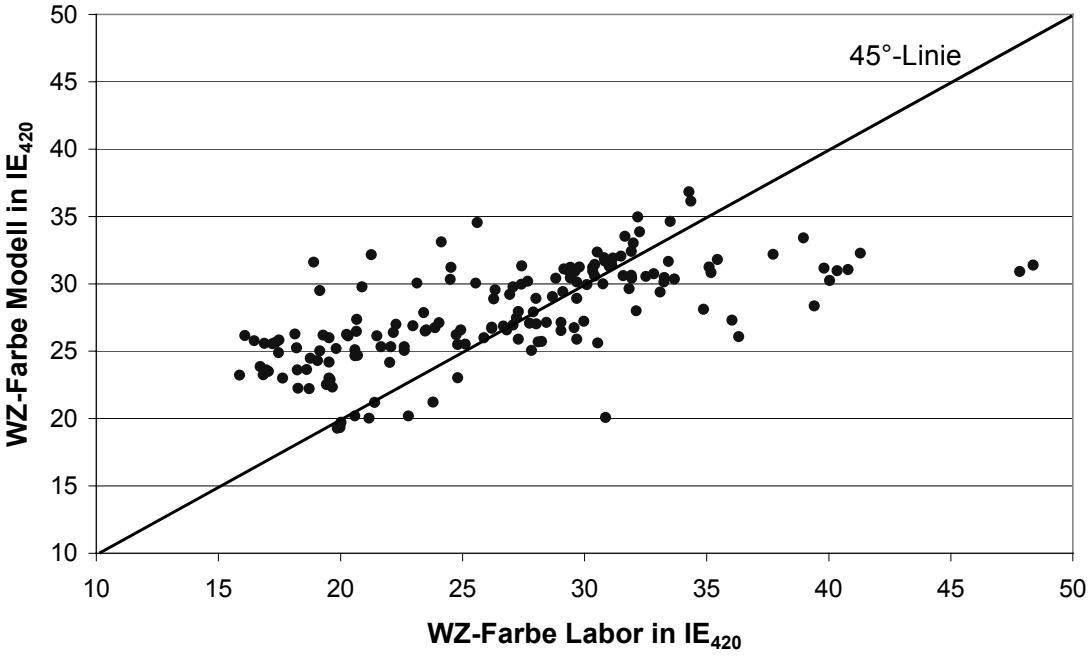


Abb. 5.13: Vergleich der Modell- und Analysenwerte für das empirische Modell mit Berücksichtigung des Kristallgehalts; zum Vergleich die 45°-Linie

Die Regressionsgleichung lautet: $F_{WZ,Modell} = 0{,}37 \cdot F_{WZ,Labor} + 17{,}86$ (Gl. 5.39)

mit einem Korrelationskoeffizienten r = 0,6662. Die Korrelation wird bei Berücksichtigung des Kristallgehalts also schlechter. Außerdem sind Informationen zur Kristallgrößenverteilung über Online-Messungen nur sehr schwierig zu erhalten und können daher nicht für die Modellierung herangezogen werden. Daher wurden im Rahmen

dieser Arbeit die Änderungen des Kristallgehalts für die Modellrechnung unberücksichtigt gelassen. Aufgrund der definierten Einstellung des Endtrockensubstanzgehalts schwankt der Kristallgehalt ohnehin kaum.

Allgemein besitzt Gl. 5.34 für den Arbeitspunkt bei variabler Wasserdecke die Form

$$F_{WZ}(t_{WaDe}) = F_{AP,\infty} + e^{-u \cdot t_{WaDe}}, \qquad \text{(Gl. 5.40)}$$

da die Korrekturanteile x_{Kl}, $x_{F_{Ma}}$ und $x_{Füll}$ dann den Wert Null annehmen. Cronewitz und Witte (1980) geben zur Berechnung der Zuckerqualität folgende Formel an:

$$Q = Q^* + j \cdot e^{(-u \cdot m_{Wa})} \qquad \text{(Gl. 5.41)}$$

Dabei ist Q der Wert eines Qualitätsparameters des Zuckers, Q* der Wert des Qualitätsparameters bei maximaler Deckwassermenge und m_{Wa} die Wassermenge in Litern pro 100 kg Magma. j und u sind werksspezifische Konstanten. Verglichen mit Gleichung 5.40 ist erkennbar, dass die Formel von Cronewitz und Witte einen Grenzfall des Zentrifugenmodells darstellt, und zwar für die alleinige Betrachtung des Einflusses der Wasserdecke am Arbeitspunkt.

Die auf diese Art und Weise gewonnenen Erkenntnisse können naturgemäß nicht präziser ausfallen, als es der Zuverlässigkeit des aus Messdaten erhaltenen Zentrifugenmodells entspricht.

5.2.2 Simulationen mit dem empirischen Zentrifugenmodell

Der Vorteil eines Zentrifugenmodells besteht darin, dass die Einflüsse der einzelnen Parameter mit Hilfe von Simulationen dargestellt und verglichen werden können. Dafür wird jeweils nur eine Einflussgröße systematisch variiert und die Weißzuckerfarbe in Lösung berechnet.

5.2.2.1 Einfluss des Deckwassers und des Füllgrads

In Abb. 5.14 ist der Einfluss des Füllgrads bei verschiedener Höhe der jeweiligen Wasserdecke dargestellt. Für die Simulation wurde eine mittlere Magmafarbe von 2500 IE_{420} und eine Deckkläremenge von 6,5 kg/100 kg Magma angenommen.

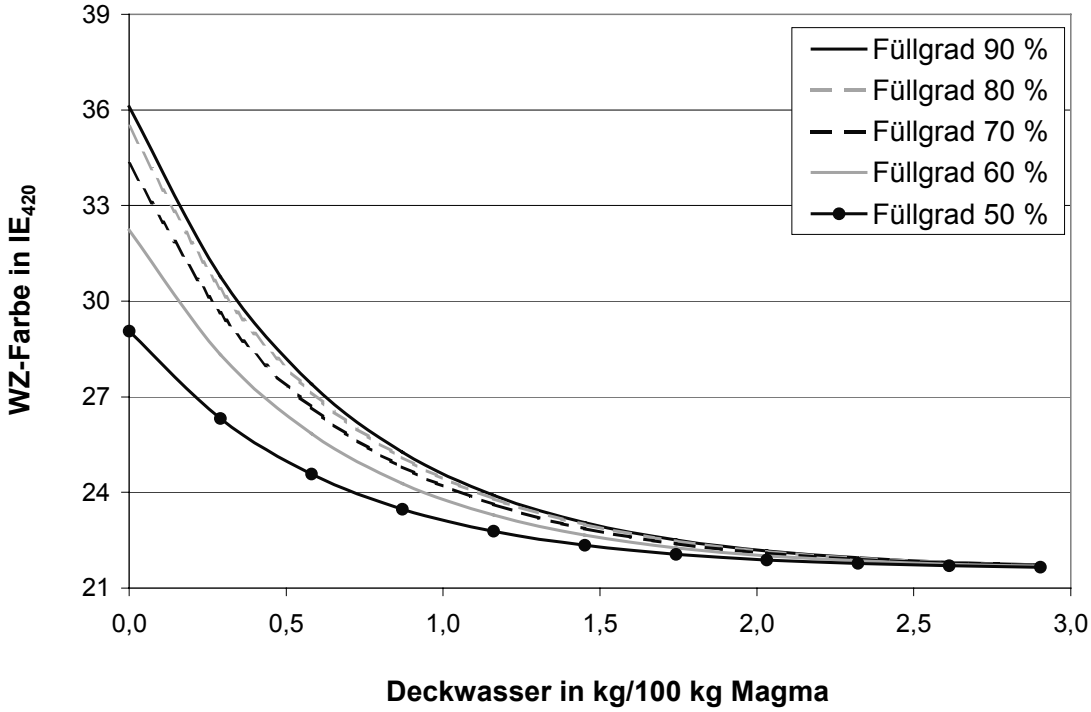


Abb. 5.14: Einfluss des Deckwassers auf die Weißzuckerfarbe in Abhängigkeit vom Füllgrad bei einer Magmafarbe von 2500 IE_{420} und einer Deckkläremenge von 6,5 kg/100 kg Magma

Mit zunehmender Deckwassermenge sinkt die WZ-Farbe, wobei der zusätzliche positive Effekt auf die Farbe des Weißzuckers in Lösung mit steigendem Wassereinsatz nachlässt. Bei einer Klärezugabe von 6,5 kg/100 kg Magma lässt sich ab einer Deckwassermenge von etwa 2,3 kg/100 kg Magma keine weitere Farbverbesserung feststellen. Das Deckwasser besitzt einen großen Einfluss auf die Zuckerqualität und sollte im Sinne einer Qualitätsvergleichmäßigung möglichst gut an die momentanen Erfordernisse angepasst werden. Die Deckwassermenge wirkt sich gleichzeitig auch auf den Energieverbrauch und die Zentrifugenausbeute aus, da das eingesetzte Wasser auf der RZ-Station zusätzlich verdampft werden muss und während des Deckvorgangs in der Zentrifuge Zucker auflöst, der erneut zu kristallisieren ist. Je kleiner der Füllgrad ist, desto weniger Wasser ist notwendig, um die WZ-Farbe abzusenken. Die Abb. 5.14 verdeutlicht die Notwendigkeit eines möglichst konstanten Füllgrads, wenn man bei ansonsten unveränderten Einstellungen eine möglichst gleichmäßige WZ-Farbe anstrebt.

5.2.2.2 Einfluss der Magmafarbe

Die Magmafarbe ist während der Dicksaftkampagne wesentlich höher als in der Rübenkampagne. Abb. 5.15 zeigt den Einfluss der Magmafarbe. Dazu wurde eine Deckkläremenge von 6,5 kg/100 kg Magma angenommen.

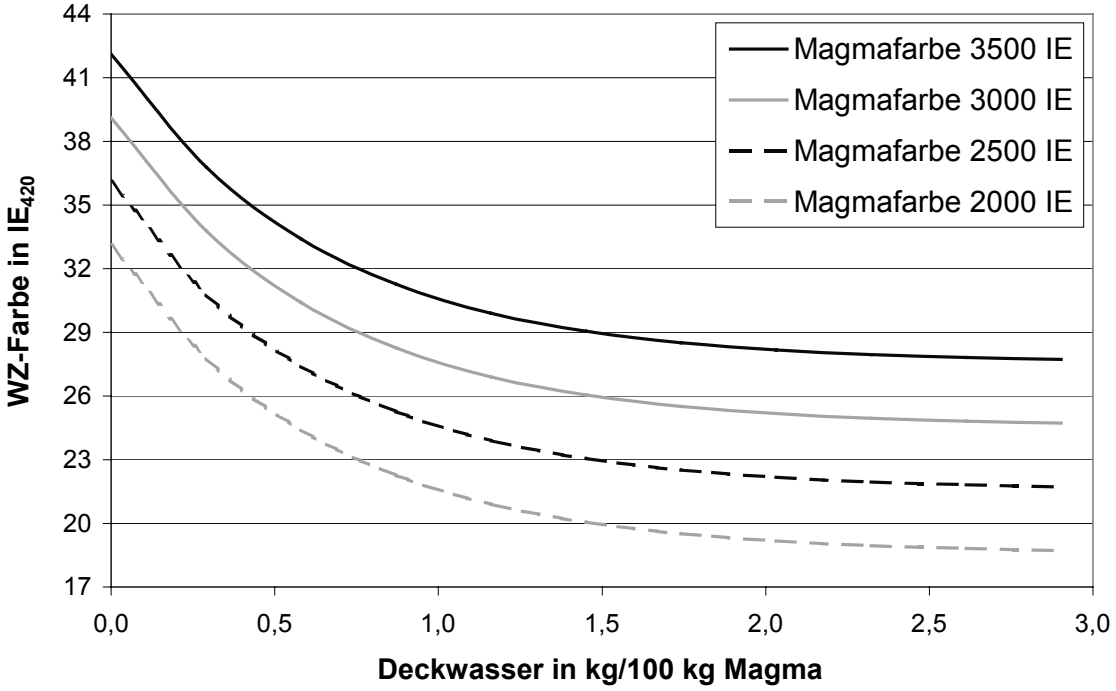


Abb. 5.15: Einfluss des Deckwassers auf die Weißzuckerfarbe in Abhängigkeit von der Magmafarbe bei einer Deckkläremenge von 6,5 kg/100 kg Magma

Der Einfluss der Magmafarbe auf die WZ-Farbe beträgt im untersuchten Bereich 9 IE_{420}. Die Magmafarbe wird stark von der Kristallisationszeit beeinflusst. Auch diese Tatsache verdeutlicht die Bedeutung eines gleichmäßigen Kristallisationsprozesses.

5.2.2.3 Einfluss der Deckkläre

Abb. 5.16 zeigt den Einfluss der Deckkläre bei unterschiedlichen Deckwassermengen. Für die Simulation wurde eine mittlere Magmafarbe von 2500 IE_{420} angenommen.

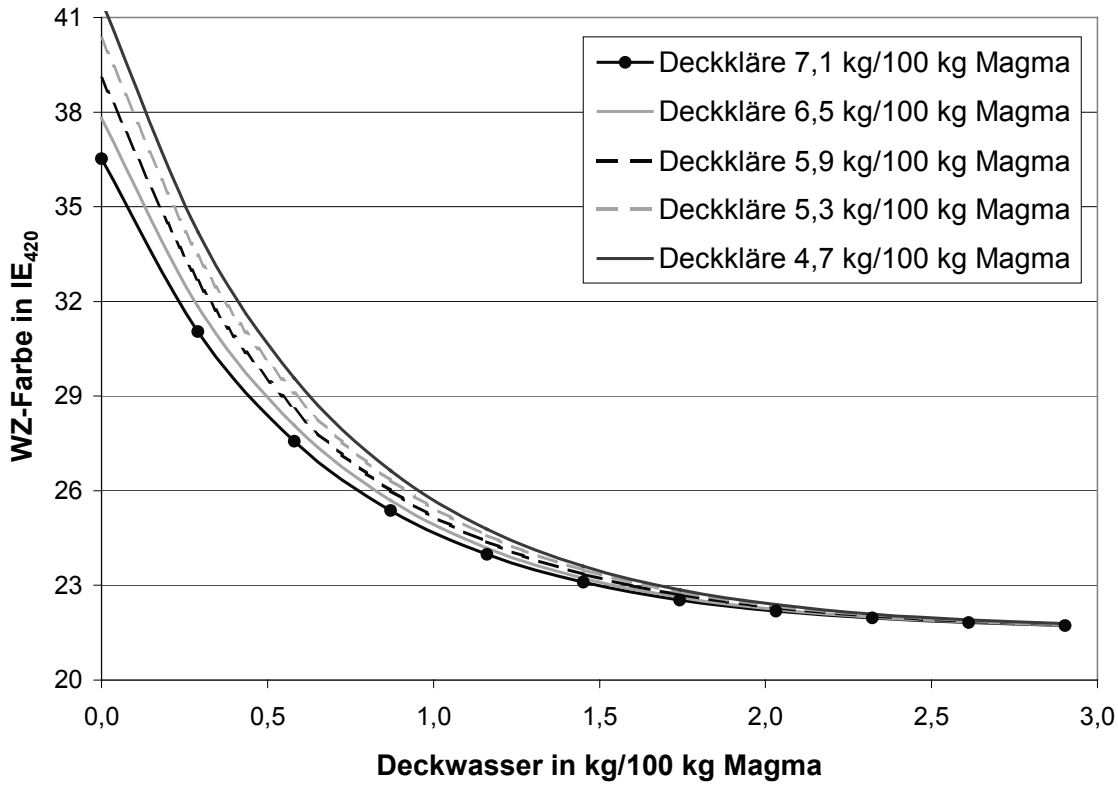


Abb. 5.16: Einfluss des Deckwassers auf die Weißzuckerfarbe in Abhängigkeit von der Deckkläremenge bei einer Magmafarbe von 2500 IE_{420}

Mit steigender Kläremenge verbessert sich bei gleicher Deckwassermenge die WZ-Farbe. Mit abnehmender Deckkläremenge ist eine Erhöhung der Deckwassermenge notwendig, um dieselbe Zuckerqualität zu erreichen.

Stellt man die Zusammenhänge dreidimensional dar, ist es möglich, die Auswirkung einer gleichzeitigen Variation der beiden Einflussgrößen **Deckwasser und Magmafarbe** abzulesen. Die Fläche, die dabei im Raum aufgespannt wird, verändert entsprechend der Randbedingungen ihre Lage und ihre Form. Die folgenden Diagramme stellen den Einfluss der verschiedenen Parameter am Beispiel eines Magmas in einem Farbbereich von 1200-4000 IE_{420} und bei einer Deckwassermenge von 0-4 kg/100 kg Magma dar. Der Füllgrad beträgt 90 %. Abb. 5.17 zeigt zunächst die Abhängigkeiten **ohne Kläredecke**.

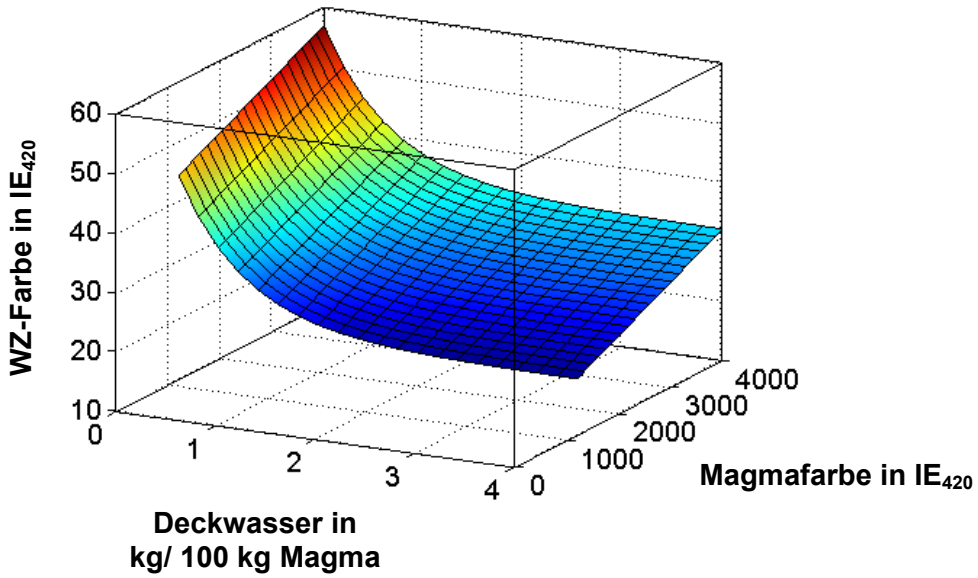


Abb. 5.17: Einfluss des Deckwassers und der Magmafarbe auf die Weißzuckerfarbe ohne Kläredecke bei einem Füllgrad von 90 %

Prinzipiell gilt, dass die WZ-Farbe mit steigender Magmafarbe sowie geringerer Deckwassermenge ansteigt. Dieselbe Abbildung sieht bei einer **Kläredecke** von **6 kg/100 kg Magma** wie folgt aus:

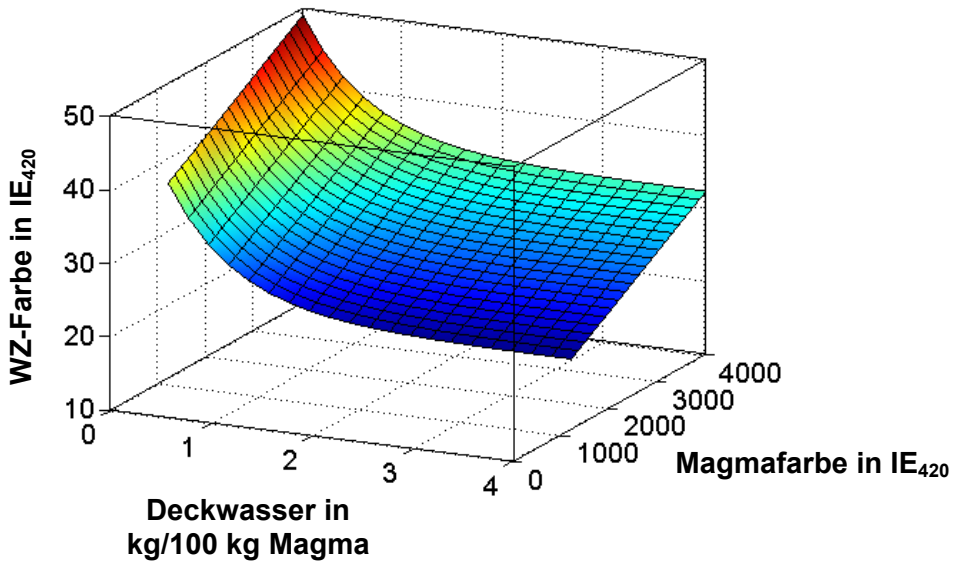


Abb. 5.18: Einfluss des Deckwassers und der Magmafarbe auf die Weißzuckerfarbe bei einer Kläredecke von 6 kg/100 kg Magma und einem Füllgrad von 90 %

Die untere Grenze der Fläche bleibt unverändert, oben ist sie allerdings weniger stark gekrümmt und erreicht nicht so hohe WZ-Farben. Ohne die Zugabe einer Deckkläre wird der Effekt des Deckwassers im Bereich kleiner Deckwassermengen also verstärkt. Bei einer **Kläredecke** von **9 kg/100 kg Magma** ergeben sich die in Abb. 5.19 dargestellten Zusammenhänge:

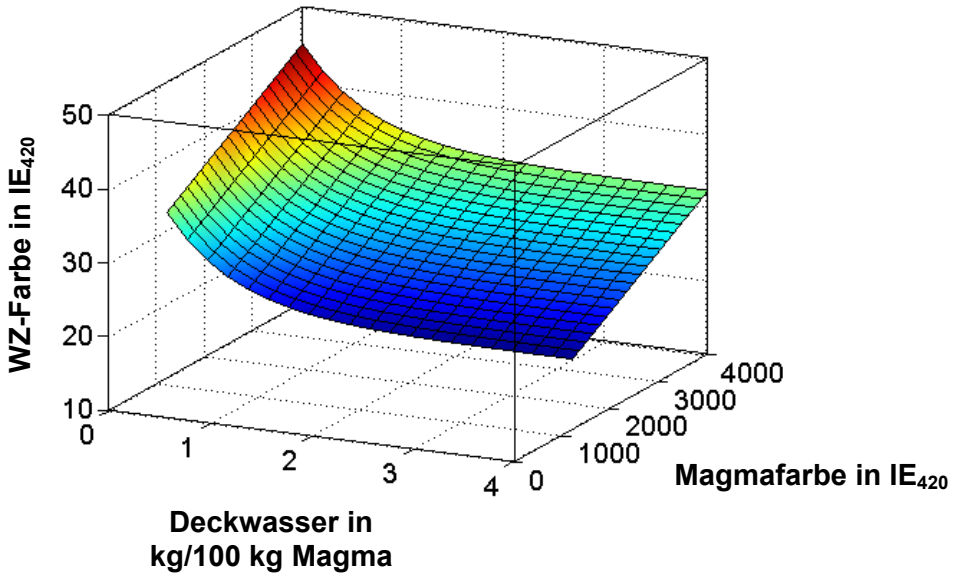


Abb. 5.19: Einfluss des Deckwassers und der Magmafarbe auf die Weißzuckerfarbe bei einer Kläredecke von 9 kg/100 kg Magma und einem Füllgrad von 90 %

Wiederum bleibt die untere Grenze der Fläche unverändert. Im Bereich kleiner Deckwassermengen verläuft die Fläche jedoch noch flacher und steigt nicht so stark an wie bei einem Kläreeinsatz von 6 kg/100 kg Magma. Bei großen eingesetzten Kläremengen ist die Wirkung des Deckwassers im Bereich kleiner Deckwassermengen also weniger ausgeprägt. Abb. 5.20 verdeutlicht den Einfluss des **Füllgrads**.

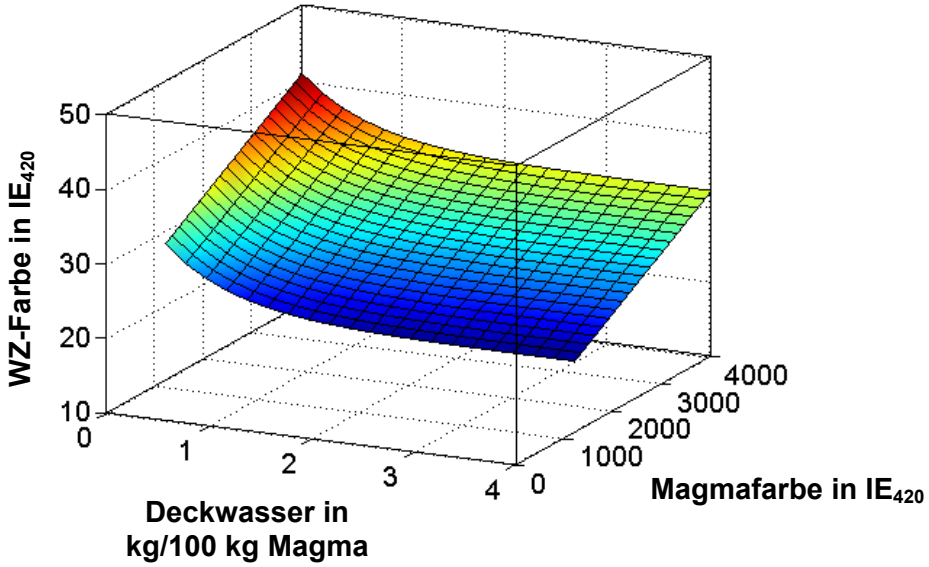


Abb. 5.20: Einfluss des Deckwassers und der Magmafarbe auf die Weißzuckerfarbe bei einer Kläredecke von 6 kg/100 kg Magma und einem Füllgrad von 50 %

Die Fläche ist wesentlich schwächer gekrümmt. Über den Füllgrad ist es also möglich den Anfangspunkt der Fläche – d.h. die WZ-Farben ohne oder bei sehr kleiner Deckwassermenge – herabzusetzen. Selbstverständlich ist es nicht sinnvoll, die Zentrifugen nur zur Hälfte zu füllen. Die WZ-Farbe sollte möglichst über die Kläre- bzw. Wasserdecke gesteuert werden, wobei prinzipiell die Hauptabsenkung der Farbe mittels der Deckkläre erreicht werden sollte, um die eingesetzte Wassermenge möglichst gering zu halten (Zuckerauflösung, erhöhter Energiebedarf). Über einen möglichst konstanten Füllgrad kann die Schwankung der Weißzuckerfarbe bei sonst gleichen Bedingungen verringert werden.

5.3 Neuronales Netz

Ein Nachteil des empirischen Zentrifugenmodells ist die Kampagneabhängigkeit der Koeffizienten in der Gleichung zur Berechnung der WZ-Farbe. Aufgrund der Vielzahl an Einflussfaktoren und der schwierigen Probenahme bietet es sich an, diesen Prozessschritt als black box zu modellieren, z.B. mit einem neuronalen Netz. Auch an dieser Stelle ist zu betonen, dass die Zentrifugenmodellierung vorzugsweise der Vorhersage des Farbtrends dient, der dann mittels SPC auszuwerten ist, und der exakte Analysen-

wert nicht notwendigerweise anzustreben ist. Letzteres ist aufgrund der vielfältigen, nicht vollständig erfassbaren Einflüsse nicht möglich.

5.3.1 Grundlagen

Neuronale Netze simulieren die Funktionsweise des menschlichen Gehirns in stark vereinfachter Form, speziell die Steuerung der Neuronen durch die Synapsen. Die Grundlagen zu neuronalen Netzen sind bei Demuth und Beale (2001), www.at-mix.de (7.7.2004), www.elexi.de (4.6.2004), www.knowlex.org (21.10.2003), www.zsw-bw.de (11.12.2002) sowie www.wikipedia.de (14.11.2003) beschrieben. Die **besondere Eigenschaft neuronaler Netze** besteht darin, dass sie komplexe Muster lernen können, ohne dass die diesen Mustern zugrunde liegenden Regeln programmiert werden müssen. Aus trainierten neuronalen Netzen können diese jedoch abgeleitet werden. Voraussetzung für den (möglichen) Lernerfolg eines neuronalen Netzes ist das richtige Trainieren. Daher ist eine Vorhersage über die richtige Interpretation eines Musters nicht präzise möglich, solange nicht das spezifische Netz mit dieser spezifischen Lernerfahrung durchgerechnet wird. Neuronale Netze finden bisher bei der Regelung komplexer Prozesse Anwendung, z.B. in der chemischen Industrie. Als ein Teilgebiet der Künstlichen Intelligenz werden sie im Vergleich zu anderen Teilgebieten immer dann angewendet, wenn ein Computer etwas lernen bzw. anhand einiger ausgewählter Eingabemuster auf eine allgemeinere, abstraktere Form des Musters schließen können soll. Die beiden **Hauptnachteile** künstlicher neuronaler Netze sind:

1. Das Trainieren von neuronalen Netzen führt zu hochdimensionalen, nichtlinearen Optimierungsproblemen. In der Praxis ist häufig nicht klar, ob man der optimalen Lösung nahe kommt oder nicht.
2. Neuronale Netze können unter Umständen dazu neigen, die Trainingsdaten einfach auswendig zu lernen (Overfitting). Wenn dies geschieht, lassen sie sich nicht mehr auf neue Daten verallgemeinern. Um Overfitting zu vermeiden, muss die Netzwerkarchitektur sehr vorsichtig gewählt werden.

Das menschliche Gehirn besteht aus ca. 10 Milliarden Nervenzellen, den sogenannten **Neuronen** (siehe Abb. 5.21). Sie bestehen aus einem Zellkern und dem Zellkörper, der in vielen Dendriten ausläuft. Jede Nervenzelle weist in der Regel einen langen Fortsatz auf, das Axon, welches der Weiterleitung von elektrischen Signalen dient. Das Axon spaltet sich an seinem Ende auf und bildet an den Dendriten der nächsten Neuronen mehrere Synapsen, an denen die Übertragung des Erregungssignals erfolgt. Die Zelle leitet eine Erregung an ein nachfolgendes Neuron nur dann weiter, wenn das elektrische Potential im Zellkörper eine bestimmte Schwelle, das Aktionspotential, überschreitet. Neuronen haben üblicherweise mehrere Eingangsverbindungen, jedoch nur eine Ausgangsverbindung.

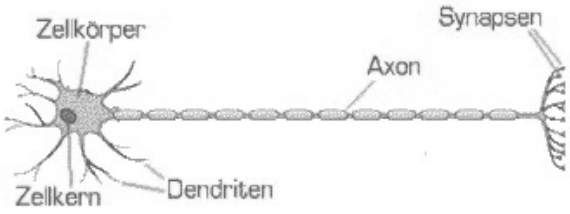


Abb. 5.21: Aufbau eines Neurons (www.zsw-bw.de 11.12.2002)

5.3.2 Netzwerkstruktur

Wenn im folgenden von „neuronalen Netzen“ gesprochen wird, sind damit stets „künstliche neuronale Netze“ gemeint. Aus dem biologischen Vorbild lässt sich folgendes **künstliche Neuron** entwickeln:

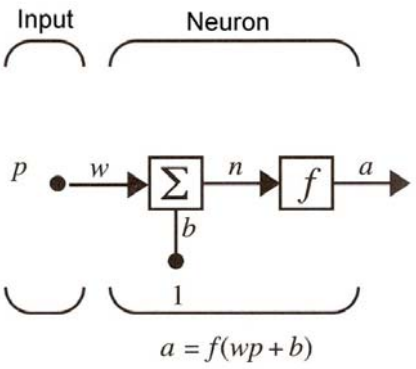


Abb. 5.22: Aufbau eines künstlichen Neurons (Demuth und Beale 2001)

Die Eingangsgröße p - in diesem Beispiel ein Skalar - wird mit einem Gewicht w, ebenfalls ein Skalar, multipliziert, das der Leitfähigkeit der synaptischen Verbindung entspricht. Zusätzlich besitzt jedes Neuron eine Aktivierungsschwelle b, welche zur Kompensation von Offsets dient und zu dem Skalarprodukt (w·p) addiert wird. Der Netzeingang n - wiederum ein Skalar - der Transferfunktion f ist damit die Summe des gewichteten Inputs (w·p) und der Aktivierungsschwelle b. Die Transferfunktion f nimmt das Argument n und produziert das Ausgangssignal a des künstlichen Neurons. Die Wahl der Transferfunktion bestimmt maßgeblich das spätere Verhalten des Netzes. Häufig angewandte Funktionstypen sind die Sprungfunktion, die lineare und die sigmoide Funktion. Die Skalare w und b sind entsprechend anzupassen, damit das neuronale Netz das gewünschte Verhalten ausführt. Das Netz kann so trainiert werden, dass es diese beiden Parameter selbständig adäquat anpasst.
Abb. 5.23 zeigt ein Neuron mit einem R-zeiligen **Vektor als Eingangsgröße**.

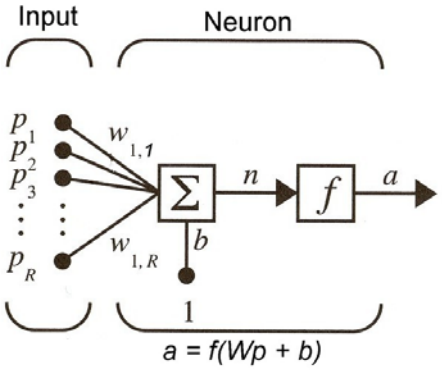


Abb. 5.23: Neuron mit einem Vektor als Eingangsgröße (Demuth und Beale 2001)

Die Vektorelemente p_1, p_2, ..., p_R werden mit den Gewichten $w_{1,1}$, $w_{1,2}$, ... $w_{1,R}$ multipliziert und ergeben (W·p), das Skalarprodukt der einspaltigen Matrix W und dem Vektor p. Der Netzeingang n setzt sich wie folgt zusammen:

$$n = w_{1,1} \cdot p_1 + w_{1,2} \cdot p_2 + ... + w_{1,R} \cdot p_{1,R} + b \qquad \text{(Gl. 5.42)}$$

Abb. 5.23 enthält viele Details. Bei neuronalen Netzen mit vielen Neuronen, evtl. in mehreren Schichten, gäbe es so viele Details, dass die Hauptinformation verloren ge-

hen könnte. Daher ist das Neuron aus Abb. 5.23 noch einmal in Abb. 5.24 in **vereinfachter Schreibweise** dargestellt.

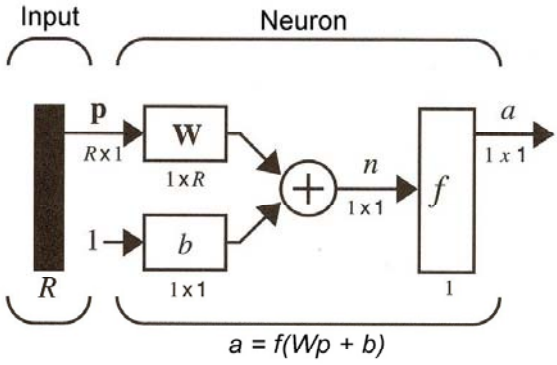


Abb. 5.24: Neuron mit einem Vektor als Eingangsgröße in vereinfachter Schreibweise (Demuth und Beale 2001)

Der Eingangsvektor p ist als schwarzer Balken dargestellt. Die Dimension von p ist unter dem Symbol als Rx1 dargestellt. Dasselbe gilt für W, b, n und a. p ist also ein Vektor mit R Elementen. Die einreihige Matrix W besitzt genauso viele Zeilen wie p. Der Netzeingang n, die Aktivierungsschwelle b sowie die Ausgangsgröße a dieses Netzes sind Skalare.

Zwei oder mehrere Neuronen können in einer **Neuronenschicht** kombiniert werden. Abb. 5.25 zeigt ein einschichtiges neuronales Netz mit R Eingangselementen und S Neuronen.

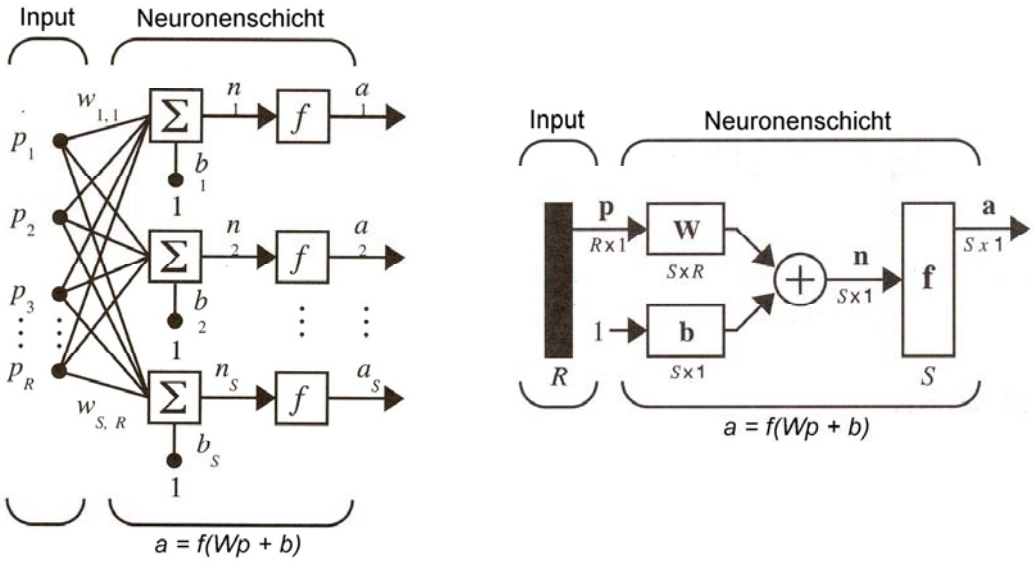


Abb. 5.25: Neuronenschicht in ausführlicher und vereinfachter Schreibweise (Demuth und Beale 2001)

Jedes Element des Eingangsvektors p ist über die **Gewichtsmatrix** W mit jedem Neuron verbunden. Die Aktivierungsschwelle b ist in diesem Fall ebenfalls ein Vektor. Jedes Neuron generiert ein Element des Netzeingabevektors n. Damit bilden die Ausgänge der Neuronenschicht einen Ausgangsvektor a. Die Zahl der Neuronen in einer Schicht muss nicht der Anzahl der Eingangsvektorelemente entsprechen. Die Gewichtsmatrix W ist eine SxR-Matrix und lässt sich schreiben als

$$W = \begin{bmatrix} w_{1,1} & w_{1,2} & \cdots & w_{1,R} \\ w_{2,1} & w_{2,2} & \cdots & w_{2,R} \\ \\ w_{S,1} & w_{S,3} & \cdots & w_{S,R} \end{bmatrix} \qquad \text{(Gl. 5.43)}$$

Der Zeilenindex der Elemente von W gibt das Element des Eingangsvektors an, mit dem das Gewicht multipliziert wird, der Spaltenindex das Neuron, zu dem das Gewicht gehört.

Ein Netzwerk kann mehrere Schichten besitzen. Jede Schicht besitzt eine Gewichtsmatrix W, einen Aktivierungsschwellenvektor b und einen Ausgangsvektor a. In Abb. 5.26 ist ein **neuronales Netz mit mehreren Schichten** dargestellt. Die Zugehörigkeit der Vektoren sowie die Anzahl der Neuronen in der jeweiligen Schicht wird mit einem hochgestellten Index deutlich gemacht.

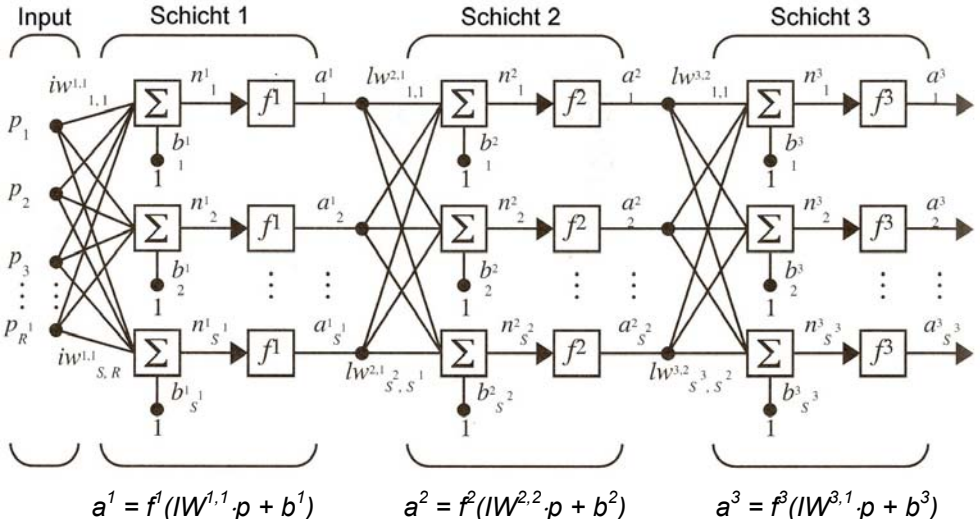


Abb. 5.26: Neuronales Netz mit drei Neuronenschichten in ausführlicher Schreibweise (Demuth und Beale 2001)

Die Gewichtsmatrizen W werden zur besseren Übersichtlichkeit in Inputweight IW (in der Eingangsschicht) und Layerweights LW (in den übrigen Schichten) unterschieden. Die Schicht, die den Ausgangswert des neuronalen Netzes ausgibt - stets ein Skalar -, wird Ausgangsschicht genannt. Alle anderen Schichten sind **versteckte Schichten**. Das neuronale Netz in Abb. 5.27 besitzt somit zwei versteckte Schichten und eine Ausgangsschicht.

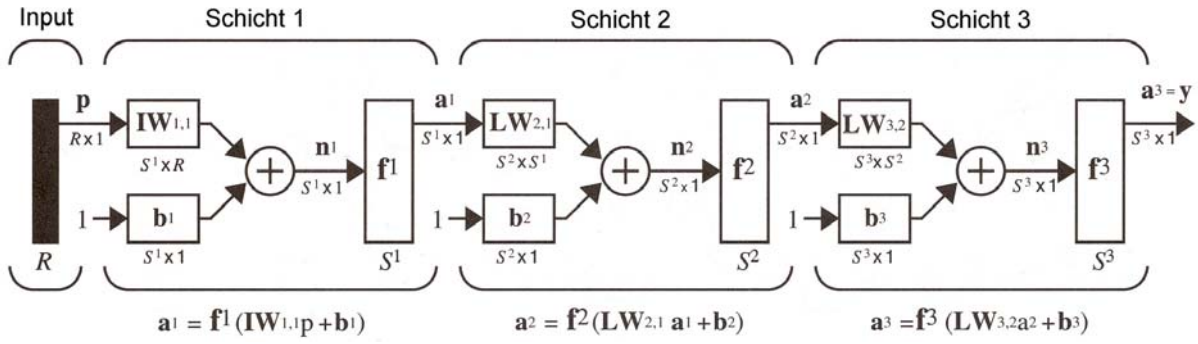


Abb. 5.27: Neuronales Netz mit drei Neuronenschichten in vereinfachter Schreibweise (Demuth und Beale 2001)

5.3.3 Lernalgorithmus

Ein neuronales Netz besteht aus einer Eingangsschicht, einer Anzahl versteckter Zwischenschichten und einer Ausgangsschicht (siehe Abschnitt 5.3.2). Wird nun an der Eingangsschicht ein Eingangsvektor angelegt, wandern Signale durch das gesamte Netzwerk bis zur Ausgangsschicht und werden dabei durch die verschiedenen Gewichte der Verbindungen modifiziert. Der Ausgangsvektor stellt dann das Berechnungsergebnis dar. Die Information über die Funktion des Netzes wird in den Verbindungsgewichten gespeichert. In der Regel ist die mit Hilfe des neuronalen Netzs abzubildende Funktion nicht bekannt, sondern nur ein **Satz zusammengehöriger Eingangs- und Ausgangsvektoren**. Das Netz muss daher iterativ trainiert werden mit dem Ziel, einen im gewissen Sinne optimalen Satz von Gewichten zu finden. Prinzipiell ist nicht jeder Lernalgorithmus auf jede Netzwerkarchitektur anwendbar und nicht für jede Fragestellung geeignet. Bei der Auswahl müssen daher die speziellen Anforderungen des Problems Berücksichtigung finden. Der älteste und bekannteste Lernalgorithmus ist der

sog. **Backpropagation**-Algorithmus, der sich laut Rumelhart et al. (1986) zu einer Art Standard entwickelt hat. Im Folgenden werden die Prinzipien der Belernung beschrieben. Gegeben seien N Mustervektoren p, die zugehörigen Zielvektoren t und ein mit Zufallsgewichten initialisiertes neuronales Netz. Legt man einen beliebigen Mustervektor an den Eingang des Netzes, so wird dessen Ausgabe a in der Regel deutlich vom erwünschten t abweichen. Dieser **Fehler** E kann über den quadratischen Abstand zwischen t und a quantifiziert werden. E lässt sich andererseits als Funktion der Verbindungsgewichte zur vorhergehenden Ebene ausdrücken, so dass ein lokales Gradientenabstiegsverfahren durchgeführt werden kann, indem die Gewichte einmal in Richtung des steilsten Abfalls der Fehlerfläche modifiziert werden. Aus dieser Modifikation lässt sich wiederum der Fehler der vorhergehenden Neuronen berechnen, so dass der Prozess iterativ auf alle Schichten angewendet wird. Für das nächste p ergibt sich eine etwas andere Fehlerfläche. Im Mittel bewegt sich der Gesamtfehler jedoch auf ein Minimum zu, wenn man den Vorgang mit allen Vektorpaaren oft genug wiederholt – er konvergiert. Sind die vorliegenden Daten nicht mit einem neuronalen Netz modellierbar, divergiert der Fehler.

5.3.4 Modellierung der Zentrifuge als neuronales Netz

Im hier vorliegenden Anwendungsfall der Zentrifugenmodellierung wird ein neuronales Netz mit nur einer versteckten Schicht verwendet. Die vier Eingangsgrößen sind die Deckwasser und –kläremenge, die Magmafarbe sowie der Kristallgehalt des Magmas. Der Füllgrad wird mangels ausreichenden Datenmaterials für die Modellierung nicht berücksichtigt. Die versteckte Schicht enthält 15 Neuronen (frei wählbar) und eine tangential-sigmoide Transferfunktion. Die Ausgangsschicht besteht aus einem Neuron und einer lineare Übertragungsfunktion. Abb. 5.28 zeigt das neuronale Netz in der Symbolschreibweise.

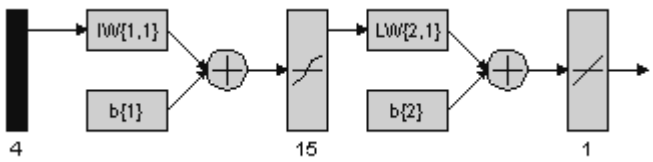


Abb. 5.28 Prozessmodell der Zentrifuge als neuronales Netz

Zum **Anlernen** des Netzes wird mit Hilfe des bereits getesteten empirischen Zentrifugenmodells eine umfangreiche Datenbasis geschaffen. Aufgrund der Empfindlichkeit neuronaler Netze gegenüber Inkonsistenzen im zum Trainieren verwendeten Datenmaterial empfiehlt es sich nicht, die primären Labordaten als Basis zu verwenden. Überdies sind die Labordaten nicht umfangreich genug. Beim Lernvorgang werden dem mit Zufallswerten initialisierten Netz die gesamten Daten für die Deckwasser- und -kläremenge, die Magmafarbe sowie den Kristallgehalt des Magmas präsentiert und das Ergebnis mit dem vorgegebenen Ziel-Datenvektor (WZ-Farbe) verglichen. Entsprechend des Fehlers werden die Gewichte der Neuronen automatisch korrigiert und die Daten dem Netz erneut präsentiert. Dieser Zyklus wurde 10.000 mal durchlaufen, wobei der Fehler auf 0,8 IE_{420} konvergierte. Dem trainierten neuronalen Netz wurden zur Auswertung die Eingangsdaten vorgegeben, wie sie in den Betriebsversuchen vorlagen. Die Simulation ergab für die 3 Kampagnen im Werk A - ohne spezifische Anpassung an die jeweilige Kampagne - die in Abb. 5.29 dargestellte Korrelation zwischen den Modellergebnissen und den ermittelten Laborwerten. Wiederum wurden Wasserdecken < 4 s (= 0,5 kg/100 kg Magma bei 90 % Füllgrad) bzw. Kläredecken unter 8 s (3 kg/100 kg Magma bei 90 % Füllgrad) für die Bewertung ausgeschlossen.

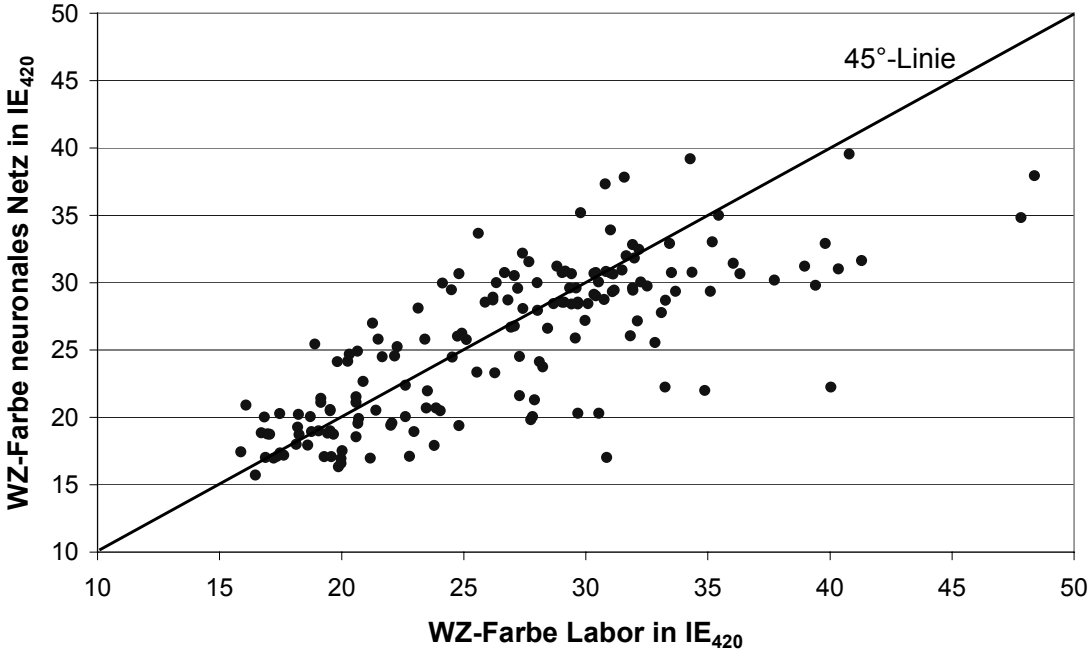


Abb. 5.29: Vergleich der Modell- und Analysenwerte für das neuronale Netz; zum Vergleich die 45°-Linie

Die Regressionsgleichung lautet:

$$F_{WZ,Netz} = 0{,}66 \cdot F_{WZ,Labor} + 7{,}96 \qquad \text{(Gl. 5.44)}$$

mit einem Korrelationskoeffizienten von r = 0,7614. Die Mittelwerte der Modell- und Labordaten stimmen bei einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 0,1 % signifikant überein. Die Abweichung beträgt im Mittel 3,2 IE_{420}, die Standardweichung 3,1 IE_{420}. Die Korrelation entspricht derjenigen des empirischen Modells. Die Regression nähert sich jedoch besser der 45°-Linie an. 6,5 % der Werte wurden im Labor oberhalb der kritischen Grenze von 35 IE_{420} gemessen, vom Modell jedoch nicht als kritisch erkannt. Hier gilt jedoch dasselbe wie für das empirische Modell: wichtig ist die ausreichend zuverlässige Erfassung des Farbtrends, der von der SPC bei variablen Eingriffsgrenzen ausgewertet werden kann, und nicht so sehr die absolute Höhe der WZ-Farbe, denn auch mit dieser Methode würden steigende Zuckerfarben erkannt.

Der **Vorteil** des neuronalen Netzes besteht darin, dass der Aufwand zur eventuellen Anpassung an die neue Kampagne im Vergleich zur Erstellung eines empirischen Modells äußerst gering ist. Außerdem kann das neuronale Netz direkt als eigenes Untersystem in das Zuckerhaus-Prozessmodell eingefügt werden.

5.4 Zusammenfassung: Modellierung der Zentrifugen

Die Vielzahl an Einflussgrößen auf die Weißzucker-Qualität und die Schwierigkeiten, die Zusammenhänge zwischen diesen Größen hinreichend genau aufzuklären, die aus Problemen bei der Probenahme resultieren, erschweren die Modellierung der Zentrifugen erheblich. Die Zentrifugation stellt im Prozess der Zuckergewinnung allerdings einen entscheidenden Prozessschritt dar, der die Zuckerqualität erheblich beeinflusst. Es wurden drei Modellierungsvarianten vorgestellt: ein verfahrenstechnisches Modell, ein empirischer Ansatz sowie ein neuronales Netz.

Das **verfahrenstechnische Modell** ist ein deterministischer Ansatz, da die Modellierung auf verfahrenstechnischen Gleichungen beruht. Das dynamische Modell enthält eine Zentrifugensteuerung, welche für jede Zentrifugierphase ein bestimmtes Drehzahlprofil festlegt. Dadurch werden wiederum die Eigenschaften der Zuckerschicht in der Zentrifuge und die Masseströme beeinflusst. Die Massebilanz ist als Zentrifugalfil-

tration modelliert. Dabei werden die Abmessungen der Zentrifugentrommel, die Dichte und die Viskosität der flüssigen Phase, die Zuckerschichtdicke und deren Porosität berücksichtigt. Letztere beeinflussen wiederum die Permeabiliät und den Widerstand der Zuckerschicht. Die Porosität konnte mit Hilfe einer Siebanalyse über den mittels der Weibullverteilung berechneten Sauter-Durchmesser bestimmt werden, wobei Technikums- und Werksversuche direkt verglichen wurden. Die ermittelten Daten liegen im Bereich der Literaturangaben für die kubisch dichteste und die hexagonal dichteste Packung. Mit dem Modell kann die Massebilanz in der Zentrifuge zuverlässig durchgeführt werden. Die Berechnung der WZ-Farbe ist dagegen leider nicht genügend genau, da die Ablauffarben, die aufgrund erheblicher Schwierigkeiten bei der Probenahme analytisch nur näherungsweise ermittelt werden können, die Farbbilanz zu stark beeinflussen. Somit ist das Modell an dieser Stelle mit einem empirischen Ansatz zu koppeln. Vorteil des deterministischen Ansatzes ist die gute Berechenbarkeit der Ablaufeigenschaften (Massestrom, Trockensubstanz- und Saccharosegehalt).

Das (statische) **empirische Modell** berücksichtigt den Einfluss von Deckwasser und -kläre, der Magmafarbe und des Füllgrads. Der Einfluss des Kristallgehalts bzw. der Kristalleigenschaften konnte mangels fehlender Daten nicht in das Modell aufgenommen werden. Untersucht wurde auch der Einsatz einer geteilten Wasserdecke, wobei jedoch kein Unterschied zur einfachen Wasserdecke festzustellen war. Der Einfluss des Deckwassers auf die WZ-Farbe lässt sich über einen exponentiellen Ansatz beschreiben. Die grundsätzliche Abhängigkeit ist bekannt: je mehr Wasser eingesetzt wird, desto geringer ist die WZ-Farbe. Mit steigender Deckwasserzugabe nimmt der zusätzliche positive Einfluss ab und die Kurve nähert sich asymptotisch einem Minimum: der Kernfarbe der Zuckerkristalle. Diese lässt sich nicht in der Zentrifuge entfernen, da sie während des Kristallisationsprozesses ins Kristallinnere eingebunden wurde. Bei der Zentrifugation kann lediglich die sogenannte äußere Farbe entfernt werden, indem verbleibender Muttersirup von den Kristalloberflächen abgewaschen wird. Die minimal erreichbare Zuckerfarbe ist abhängig von der Magmafarbe. Der Kurvenverlauf der Exponentialfunktion variiert mit der eingesetzten Kläremenge und dem Zentrifugenfüllgrad. Je mehr Deckkläre eingesetzt wird, desto weniger Wasser wird zum Erreichen einer bestimmten Zuckerqualität benötigt. Ähnliches gilt für den Füllgrad. Grundsätzlich sollte der Hauptwascheffekt der Kläre zukommen, da das eingesetzte

Wasser zum einen Zucker in der Zentrifuge auflöst und zum anderen in der folgenden Kristallisation (je nach Einstellung der Ablauftrennung auf der Weiß- oder Rohzuckerstation) erneut verdampft werden muss.

Im Gegensatz zum verfahrenstechnischen Modell stellt das **neuronale Netz** einen wissensbasierten Ansatz dar. Es besteht hier aus einer Eingangsschicht mit 4 Neuronen (= Anzahl der Eingangsgrößen), einer versteckten Schicht mit 15 Neuronen und einer Ausgangsschicht. Als Eingangsgrößen für die Anpassung des neuronalen Netzes dienten Daten für die Deckwasser- und -kläremenge, die Magmafarbe und den Füllgrad. Im Gegensatz zum empirischen Modell waren mit diesen vier Einflussgrößen die besten Ergebnisse zu erzielen. Zum Anlernen des Netzes wurde der Backpropagation-Algorithmus verwendet. Aufgrund der Empfindlichkeit neuronaler Netze gegenüber Ausreißern oder Inkonsistenzen im Datenmaterial wurde zuvor mit Hilfe des empirischen Modells eine umfangreiche Datenbasis geschaffen. Mit dem trainierten Netz konnten die Versuchsdaten nachsimuliert werden. Sowohl der empirische Ansatz als auch das neuronale Netz berechnen im oberen Farbbereich (> 35 IE_{420}) zu geringe WZ-Farben. Das Risiko, zu hohe Farben daher nicht zu erkennen, ist aber begrenzt, da die Auswertung des Farbtrends über die Statistische Prozessführung erfolgt (siehe Abschnitt 6.5) und es daher bei der Modellierung nur auf die korrekte Wiedergabe des Trends der WZ-Qualität ankommt. Die SPC arbeitet ohne feste (externe) Vorgaben, sondern berechnet die erforderlichen Eingriffsgrenzen selbst. Der Merkmalsverlauf würde somit unabhängig vom Farbniveau korrekt ausgewertet werden. Die Korrelation ist bei einer geringeren mittleren Abweichung und einer kleineren Standardabweichung beim neuronalen Netz besser. Zudem muss dieses Modell nicht an die jeweilige Kampagne angepasst werden, wie es bei dem empirischen Ansatz der Fall ist. Allerdings bereitet es Software-bedingte Schwierigkeiten, das neuronale Netz in das Zuckerhaus-Prozessmodell zu integrieren.

6. Simulation mit dem Prozessmodell

Ziel des Prozessmodells ist die Vorausberechnung der WZ-Farbe. Daher soll nach der Beschreibung der einzelnen Teilmodelle im folgenden die Vorgehensweise bei einer Simulation beschrieben werden.

6.1 Initialisierung

Obwohl die Zahl der erforderlichen Anfangsgrößen gegenüber einem statischen Modell stark verringert ist, kommt das Modell nicht völlig ohne Vorgabewerte aus. Das Modell muss bei der Initialisierung auf den aktuellen Zustand des Zuckerhauses gesetzt werden. Das geschieht, indem **beim Simulationsstart** sämtliche benötigten **Prozesswerte** über eine spezielle Schnittstelle **aus dem MIS ausgelesen** werden. Es handelt sich dabei um Behälterfüllstände, Volumenströme, Trockensubstanzgehalte, Zentrifugenparameter, den aktuellen Prozessschritt, in dem sich die einzelnen Kristallisatoren befinden, aber auch um einige Laborwerte. Für die einzelnen Stoffströme sind Vorgaben bzgl. Reinheit, Trockensubstanzgehalt, Farbe und gegebenenfalls Kristallgehalt notwendig. Um der Realität möglichst nahe zu kommen, wird für diese Werte der jeweils letzte Stundenwert aus dem MIS ausgelesen. Einige **Analysenwerte** sind jedoch nicht über das MIS verfügbar, da sie nicht zum Standard-Laborprogramm gehören. Dies trifft insbesondere auf die Qualität des Impfmaterials zu. Darüber hinaus kann zwar der Füllstand der Kristallisatoren ausgelesen werden, jedoch nicht der momentane Kristallgehalt. Ähnlich verhält es sich z.B. mit Reinheit, Farbe und Kristallgehalt des in den Maischen und Kühlungskristallisatoren befindlichen Magmas. Für alle diese Größen müssen bei der Initialisierung zunächst Annahmen getroffen werden. Im Laufe der Simulation werden sie dann vom Modell berechnet. Die Initialisierung erfolgt aus einer speziellen Datei heraus. Dies ist vorteilhaft für eventuelle Änderungen. Im Prozessmodell selbst stehen lediglich Variablen, deren Zuordnung in der Initialisierungsdatei erfolgt.

6.2 Validierung

Zur schrittweisen Überprüfung des Prozessmodells wurden Simulationen durchgeführt, bei denen das Modell parallel zum Prozess lief. Diese dienten der Anpassung der Massenströme, d.h. der Geschwindigkeiten, mit denen sich die Behälterfüllstände verändern, und der Geschwindigkeit aller Phasen des Kristallisationsprozesses.

In Abb. 6.1 wird der gemessene Füllstand des **WZ-Einzugsbehälters** mit dem errechneten Modellfüllstand verglichen. Das Modell „kennt“ nur den ersten Punkt im Diagramm, und zwar den Zustand bei Simulationsstart (Initialisierung). Von dort an rechnet es unabhängig vom laufenden Prozess. Dies gilt für alle Abbildungen im Abschnitt 6.2. Da der WZ-Deckablauf-Volumenstrom, der in den Einzugsbehälter eintritt, im Werk A nicht erfasst wird, ist ein Vergleich an dieser Stelle nicht ohne weiteres möglich. Außerdem übernimmt das Modell bei der Initialisierung den momentanen Dicksaftvolumenstrom aus dem MIS, dessen Änderungen im Verlauf der Simulation nicht erfasst werden können.

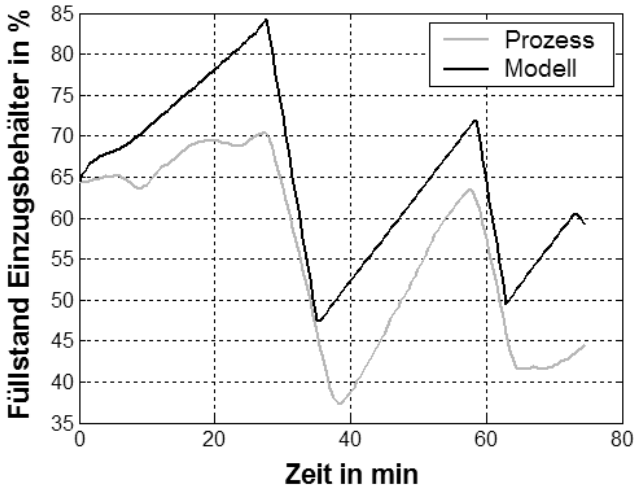


Abb. 6.1: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten des Füllstands des Weißzucker-Einzugsbehälters

Besondere Aufmerksamkeit erforderten die **Verdampfungskristallisatoren**, die individuell angepasst werden mussten. Der Kristallisationsprozess verläuft in den Kristallisatoren aufgrund deren unterschiedlicher Position an der Heizdampf- und Vakuumleitung unterschiedlich. Angesichts der kleinen WZ-Ausfüllmaische (45 m³) kommt der einheitlichen Kristallisationszeit aller Kristallisatoren besondere Bedeutung zu. So

kann eine Magma-Charge nur dann in die Maische entleert werden, wenn deren Füllstand auf mindestens 38 % abgesunken ist. Dies hatte sehr häufige manuelle Eingriffe zur Folge, um den Kristallisationsprozess zeitlich zu beschleunigen bzw. zu verlangsamen. Schlimmstenfalls musste eine bereits fertige Charge unter Wasserzugabe im Kristallisator verbleiben. Die Zahl der notwendigen manuellen Eingriffe war so groß, dass nur 5-10 % aller Kristallisationschargen den Kristallisationsprozess ohne solche Eingriffe durchliefen. Manuelle Eingriffe sind jedoch weitestgehend zu vermeiden, wenn man eine stabile Zuckerqualität erreichen will. Verbesserung und eine Abhilfe der unbefriedigenden Arbeitsweise brachte die **Regelung der Heizdampfklappen**, wodurch der zeitliche Unterschied der Dauer der eigentlichen Kristallisationsphase minimiert werden konnte. Die Stellung der Heizdampfklappe wird mit Hilfe eines P-Reglers an den Füllstand des jeweiligen Zeitpunkts angepasst. Vom Füllstand beim Impfen bis zum Füllstand am Ende der Kristallisationsphase (90 %) wird eine Gerade über die Zeit gezogen. Die vorgegebene Zeit für die Weißzucker-Kristallisation beträgt zwei Stunden (frei wählbar). Die Heizdampfklappenstellung wird so geregelt, dass sich der zeitliche Anstieg des Füllstands genau auf der dem Regler als Sollkurve vorgegebenen Gerade bewegt. Der Regler misst dazu die Differenz zwischen Ist- und Sollwert und multipliziert diese mit einem apparatspezifischen Faktor (K_p-Wert). Das Ergebnis entspricht dem Wert, um den der Heizdampfvolumenstrom zu ändern ist. Die erforderliche Klappenstellung wird über die Klappenkennlinie ermittelt. Zum Ende der Kristallisation wird wegen des schlechteren Wärmeübergangs ein höherer Heizdampfdruck benötigt als zu Beginn, weshalb die Heizdampfklappe in dieser Phase weiter geöffnet werden muss. Daher wird der Arbeitspunkt des Reglers mit Verlauf der Kristallisation verschoben. Mit Hilfe dieser Regelung konnten manuelle Eingriffe fast vollständig vermieden werden. Der Bediener greift in der Regel nur noch bei technischen Störungen ein. Die vorgegebene Zeit lässt sich auf ± 5 min einhalten. Diese Regelung wirkt sich nicht nur positiv auf die Produktqualität aus, sondern ist auch für die Anpassung des Modells an die realen Zustände hilfreich. Sinkt der Heizdampfdruck beispielsweise, verläuft die Kristallisation in Wirklichkeit langsamer als im Modell. In diesem Fall ist die Kristallisation im Modell eher abgeschlossen und der Kristallisator wird früher entleert. Schwankungen des Dicksaft-Trockensubstanzgehalts bzw. der Beschaffenheit des RZ-Einzugsguts wirken sich bei einer Simulation parallel zum

Prozess ähnlich aus. Die zeitliche Differenz zwischen Modell und Prozess beträgt im normalen Betriebszustand maximal 5 min. Sie kann größer werden, wenn in Ausnahmefällen ein Kristallisator am Ende des Kristallisationsprozesses nicht sofort entleert werden kann oder der Bediener die Kristallisation manuell verlangsamt bzw. beschleunigt. Darüber hinaus gelten für die einzelnen Kristallisatoren entsprechend der Länge ihrer Rohrleitungen zur Ausfüllmaische unterschiedliche Mindest-Füllstände der Ausfüllmaische, damit eine Magmacharge ohne automatisches Halten entleert werden kann. Dies kann ebenfalls zu Unterschieden zwischen dem Modell und dem realen Prozess führen. In Abb. 6.2 wird der zeitliche Füllstandsverlauf in einem Verdampfungskristallisator während einer Kristallisationscharge verglichen. Abb. 6.3 zeigt denselben Zusammenhang über mehrere Kristallisationschargen. Zum korrekten Start eines Kristallisators wird ein Signal im MIS abgefragt, dass vom Wert Null auf Eins springt, wenn sich der Apparat in der Einzugsphase befindet.

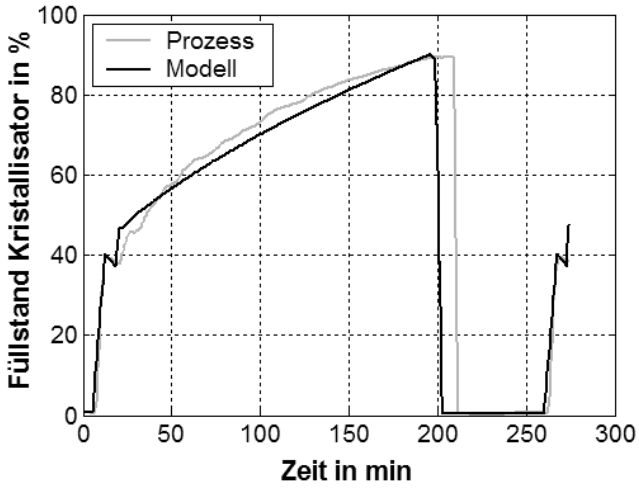


Abb. 6.2: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten des Füllstands eines Weißzucker-Kristallisators während einer Kristallisationscharge

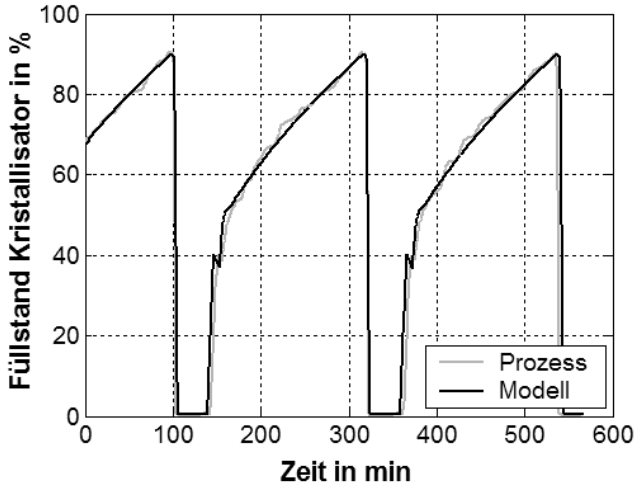


Abb. 6.3: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten des Füllstands eines Weißzucker-Kristallisators während mehrerer Kristallisationschargen

Wegen des im Werk A (radiometrisch) online nicht ausreichend genau **gemessenen Trockensubstanzgehalts** im Kristallisator ist es nicht möglich, für Kristallisatoren, die sich in der Kristallisationsphase oder in der Phase der Einstellung des Endtrockensubstanzgehalts befinden, für die Initialisierung den Trockensubstanzgehalt aus dem MIS zu verwenden. Der stets zu hoch gemessene Trockensubstanzgehalt führt dazu, dass die Einzugsgutklappenregler im Modell aufgrund des im Vergleich zum Füllstand zu hohen Trockensubstanzgehaltes die Einzugsgutklappe weiter öffnen, um den Füllstand zu erhöhen und auf diese Weise die vorgegebene Füllstands-Trockensubstanz-Abhängigkeit einzuhalten. Dadurch wäre die Kristallisation im Modell stets früher als in der Realität abgeschlossen (höherer Füllstand im Modell als in Wirklichkeit). Außerdem wird wegen der fehlerhaften Trockensubstanzmessung im Werk ein End-Trockensubstanzgehalt von ca. 93 % eingestellt, der einem tatsächlichen Trockensubstanzgehalt von etwa 91 % entspricht, wie er auch für die Modellrechnung verwendet wird. Eine Änderung der vorgegebenen Füllstands-Trockensubstanz-Abhängigkeit im Modell ist nicht möglich, da sonst unrealistisch hohe Kristallgehalte entstünden (> 65 %). Aus diesen Gründen muss für die Modellkristallisatoren während der Kristallisation und der Einstellung des Endtrockensubstanzgehalts auf die Verwendung des Online-Trockensubstanzgehalts bei der Initialisierung verzichtet werden. Stattdessen wird lediglich der Füllstand aus dem MIS ausgelesen und der dazugehörige Trocken-

substanzgehalt rechnerisch anhand der vorgegebenen Füllstands-Trockensubstanz-Abhängigkeit ermittelt. Bei der programmiertechnischen Anpassung des Modells müssen noch weitere Fehlermeldungen infolge fehlerhafter Online-Messwerte beim Simulationsstart vermieden werden. Beispielsweise kann es vorkommen, dass ein Füllstand im MIS einen negativen Wert besitzt, was natürlich unmöglich ist und daher im Modell zu einer Fehlermeldung führen würde.

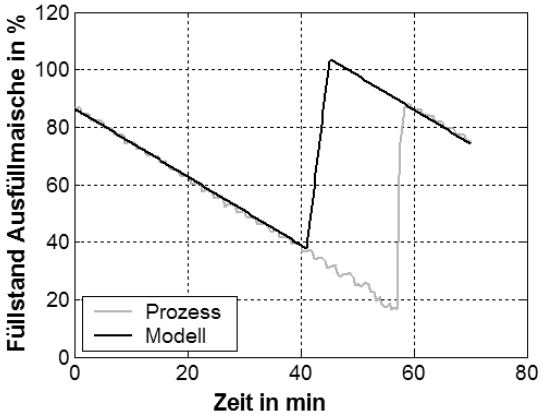
Über die prozess- und messtechnischen Aspekte hinaus musste die Farbbildung in den einzelnen Modellteilen angepasst werden. Tab. 6.1 fasst für das **Magma** den Vergleich der Modellergebnisse mit den gemessenen Analysenwerten für **Farbe und Kristallgehalt** zusammen. Dargestellt sind jeweils die Mittelwerte und die Standardabweichung der absoluten Differenz.

Tab. 6.1: Abweichung der Mittelwerte und der Standardabweichung der absoluten Differenz von Magmafarbe und Kristallgehalt

	Magmafarbe ΔIE_{420}	Kristallgehalt $\Delta\%$
WZ	100 ± 115	$1{,}0 \pm 0{,}86$
RZ	220 ± 160	$1{,}5 \pm 0{,}86$

Bei der Bewertung dieser Daten sind Unsicherheiten bei der Probenahme und technologisch bedingte Veränderungen, die im Modell nicht berücksichtigt werden, zu bedenken. Beim RZ-Magma beispielsweise kann die Laborprobe einen Teil vom Ausdämpfwasser enthalten, da sie aus der ersten Kühlmaische entnommen wird. Des weiteren wird bisweilen RZ-Ablauf in die Kühlmaischen gegeben, um die Fließfähigkeit des Magmas zu erhöhen. Weiterhin beträgt der Analysenfehler im Falle der Magmafarbe bis zu 260 IE. Die in Tab. 6.1 aufgeführten Abweichungen zwischen den analytisch ermittelten Daten Magmafarbe und Kristallgehalt und den im Modell berechneten Werten sind von daher nicht gravierend.

Sollte ein Kristallisator im Modell zeitlich früher entleeren, als dies im realen Prozess der Fall ist, führt dies zu entsprechenden Abweichungen zwischen Modell und Wirklichkeit beim Füllstand der **WZ-Ausfüllmaische** (siehe Abb. 6.4). Trotz des zeitlich versetzten Entleerens ist aber deutlich zu sehen, wie die Kurven vor und nach dem Füllstandsanstieg aufeinander verlaufen.



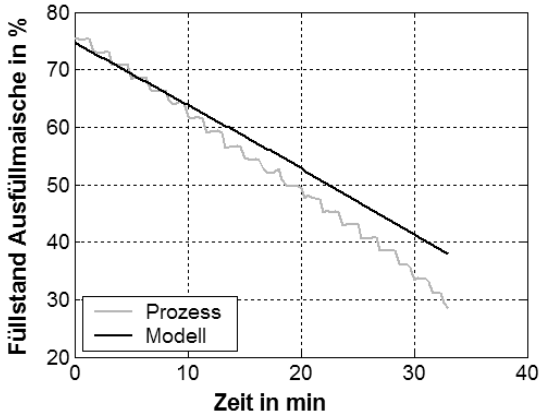


Abb. 6.4 und Abb. 6.5: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten des Füllstands der WZ-Ausfüllmaische

Abb. 6.5 zeigt ein Beispiel für eine unterschiedlich schnelle Füllstandsabnahme in der Ausfüllmaische. Beim Simulationsstart liest das Modell die Zentrifugenparameter aus dem MIS aus - darunter auch den letzten Stundenwert für die Anzahl der Zentrifugenzyklen pro Stunde, anhand dessen die Geschwindigkeit der Füllstandsabnahme in der Ausfüllmaische bestimmt wird. Wird die Zyklenanzahl im Laufe der Simulation verändert, entstehen Abweichungen.

Im Gegensatz zur WZ-Ausfüllmaische dient die **RZ-Ausfüllmaische** für das Magma nur als Zwischenbehälter von den Verdampfungs- zu den Kühlungskristallisatoren. Sie ist nahezu immer leer. Das wird im Modell berücksichtigt. Die Füllstandsabnahme in den Kühlungskristallisatoren richtet sich wiederum nach der Anzahl der Zentrifugenzyklen pro Stunde. Hier stellt der häufig variierte Füllgrad der RZ-Zentrifuge ein besonderes Problem dar. Er variiert zwischen 50 und 85 % und beeinflusst damit sowohl sehr stark die Füllstandsabnahme als auch die Reinheit der Abläufe (prozentual höhere Zuckerauflösung) und die Berechnung der RZ-Farbe, die wiederum zur Ermittlung der Klärefarbe benötigt wird. Wie bereits in 4.2.2.2 „Kühlmaischen“ beschrieben, ist dank der Einführung des Integrals $I_{Füll}$ eine Berechnung des aktuell gültigen Zentrifugenfüll-

grads möglich. Zuvor wurde lediglich die Zahl der Zentrifugenspiele pro Stunde ausgelesen und über einen manuell vorgegebenen Füllgrad die Magmamasse pro Zentrifugenzyklus berechnet, wodurch die Genauigkeit der Modellrechnung unbefriedigend blieb.

Abb. 6.6 stellt den Füllstand der **Vorlagekristallisat-2-Maische** dar. Sie verdeutlicht die Abweichungen zwischen Modell und Prozess, die infolge von Zeitunterschieden beim Impfen entstehen können. Anfangs war der Einzug des VK-Magmas in die Kristallisatoren füllstandsgesteuert programmiert. Das heißt, das Impfen erfolgte bis zu einem vorgegebenen Sollfüllstand. Wenn das Einzugsgut jedoch einen geringeren Trockensubstanzgehalt aufweist und folglich stärker konzentriert werden muss, sinkt der Füllstand während des Eindickens im Kristallisator stärker ab, als es bei einem Einzugsgut mit höherem Trockensubstanzgehalt der Fall wäre. Zum Erreichen des Sollfüllstands muss im Modell folglich mehr Vorlagekristallisat eingezogen werden, als im Prozess notwendig ist. Der Füllstand der Vorlagekristallisat-Maische nimmt entsprechend stärker ab.

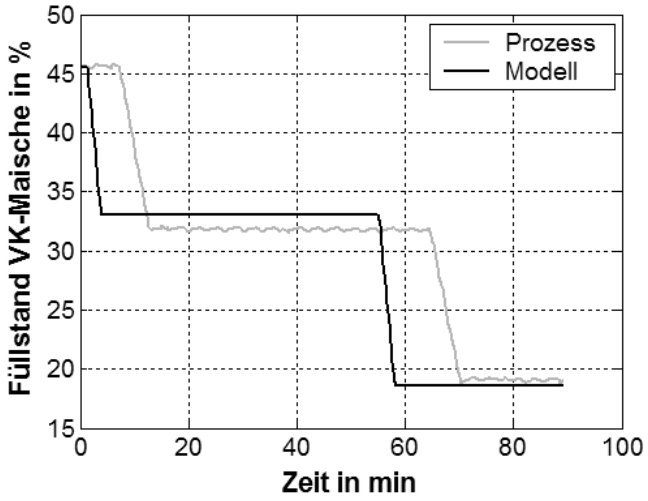


Abb. 6.6: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten des Füllstands der Vorlagekristallisat-2-Maische, füllstandsgesteuerte Programmierung

Die Programmierung wurde geändert, so dass dieser Fehler nicht mehr auftritt (siehe Abb. 6.7). Das Impfen erfolgt jetzt mengengesteuert über den Massenstrom des Vorlagekristallisats und die Impfdauer.

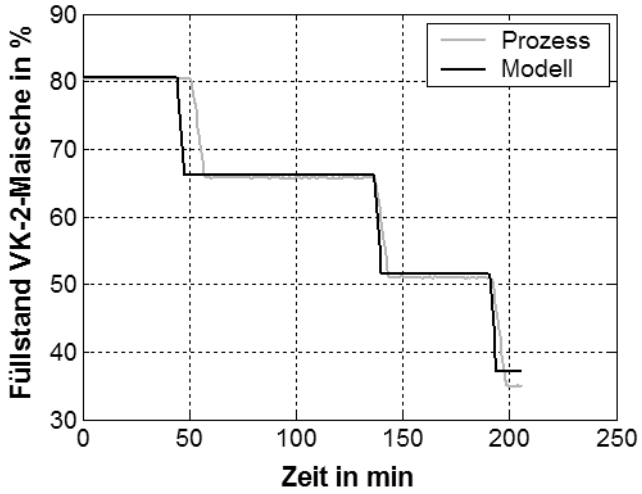


Abb. 6.7: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten des Füllstands der Vorlagekristallisat-2-Maische, mengengesteuerte Programmierung

Wie Abb. 6.8 zeigt, erfolgt - entgegen den Einstellungen im Leitsystem (siehe Abschnitt 4.2.2.1 „Diskontinuierlicher Vorlagekristallisat-Kristallisator“) - die Kühlung des **Vorlagekristallisats 1** mit der geringen Kühlrate in Wirklichkeit erst ab 49 °C, was an der Trägheit beim realen Wärmeübergang liegt. Während der Ruhezeit nach dem Impfen wird die restliche Temperaturdifferenz zum Kühlmedium abgebaut. Erst danach wird tatsächlich mit 0,3 K/min weitergekühlt. Der Unterschied zwischen Modell und Prozess ist an dieser Stelle allerdings zu vernachlässigen.

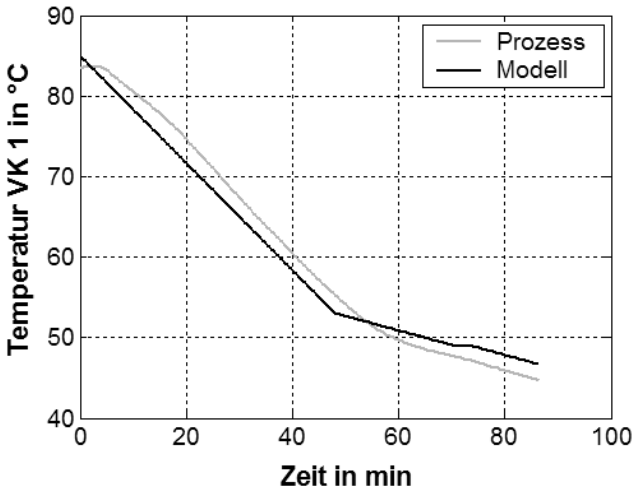


Abb. 6.8: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten der Temperatur des Vorlagekristallisat-1-Kristallisators

Die Farbe des **Weißzuckers** in Lösung kann mit den online gemessenen Werten verglichen werden (siehe Abb. 6.9). Die teilweise recht hohe Differenz der Daten der beiden WZ-Zentrifugen hängen mit der Einbaustelle des Messgerätes zusammen. Die Zentrifuge 2, bei der die Neltec-Werte stärker schwanken und meist höher liegen, befindet sich näher am Neltec-Gerät. Die Oberfläche der Zuckerschicht ist nach dem kurzen Weg auf der Schüttelrinne bis zur Messung nicht so gleichmäßig wie bei der Zentrifuge 1 und ruft daher eine andere Reflexion hervor, die das Messergebnis beeinflusst. Es bietet sich daher an, mit dem Mittelwert der beiden Messwerte zu arbeiten.

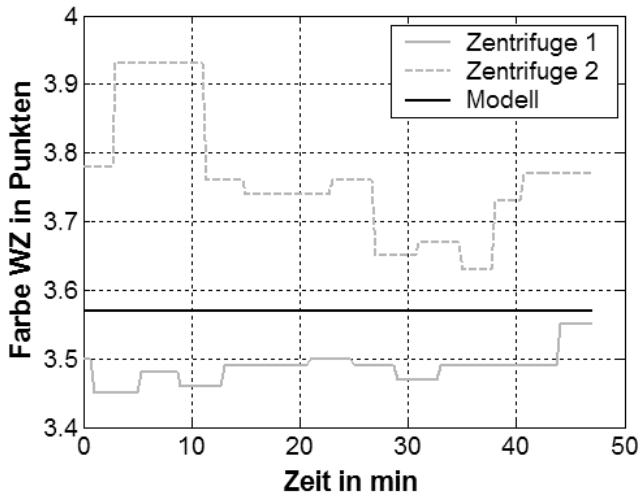
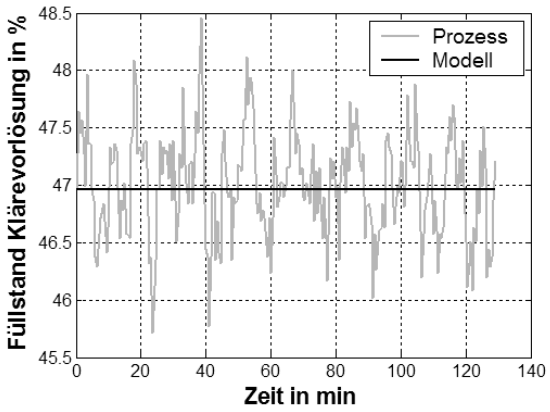


Abb. 6.9: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten der Farbe in Lösung des Weißzuckers

Für den **WZ-Deckablauf** liefert das Modell höhere Volumenströme als gemessen. Hierbei ist aber zu berücksichtigen, dass der im Prozess eingesetzte induktive Durchflussmesser für einen Messbereich ausgelegt ist, der weit vom tatsächlichen Volumenstrom entfernt ist (etwa 15-20 mal größer). Ein Vergleich an dieser Stelle ist somit nicht möglich. Die errechnete Menge des RZ-Ablaufs kann ebenfalls nicht mit der Online-Messung verglichen werden, da diese wegen des hohen Lufteinschlusses sehr ungenau ist.

Die Abbildungen 6.10 und 6.11 zeigen die Übereinstimmung der Füllstände des **Klärevorlösebehälters** und der **Klärelösebehälter**. Vergleichbar der Vorgehensweise bei den Maischen werden sie auf den aktuellen Füllstand bei Simulationsstart initialisiert.



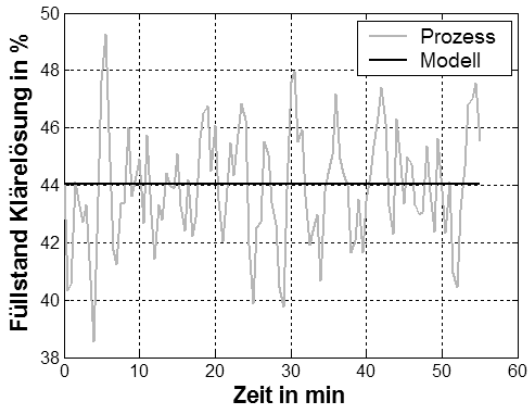


Abb. 6.10 und Abb. 6.11: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten des Füllstands des Klärevorlösebehälters (Abb. 6.10) und des Klärelösebehälters (Abb. 6.11)

In der Dicksaftkampagne 2004 wurden die Farbwerte für die Initialisierung des Zuckerhaus-Prozessmodells an das in der Dicksaftkampagne etwas höhere Niveau angeglichen. Gleiches gilt auch für die Konstante für Farbbildung. Die Änderung der analytischen Daten wurde jedoch bewusst möglichst gering gehalten, um die grundsätzliche Eignung des Modells, d.h. für mehr als eine Kampagne, zu überprüfen. Dies kann lediglich zu einer Verschiebung des Farbniveaus führen, nicht aber des Trends, der letztendlich für die Qualitätsbeurteilung maßgebend ist.

6.3 Simulation

6.3.1 Zuckerhaussteuerung

Abbildung 6.12 zeigt das Übersichtsbild des Zuckerhaus-Prozessmodells im Werk A. Jeder graue Block beinhaltet ein Untersystem, das wiederum aus mehreren Programmebenen bestehen kann. Im Werk A gibt es ein Untersystem für die Weißzucker-Station, ein weiteres für die Rohzucker-Station und ein drittes für die Kläreherstellung. Darüber hinaus ist in dem Untersystem rechts im Bild die Zuckerhaussteuerung verborgen. Diese ist eine exakte Kopie der Zuckerhaussteuerung, wie sie im Werk A eingesetzt wird. Sie wird im folgenden Abschnitt näher beschrieben.

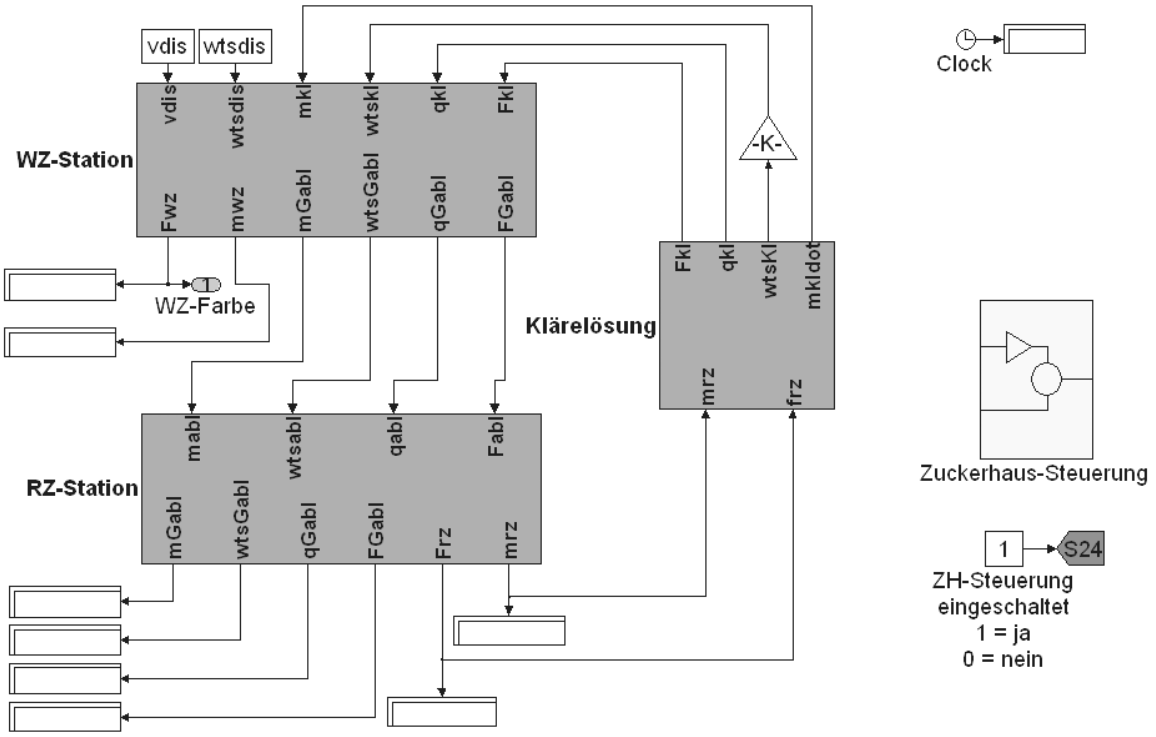


Abb. 6.12: Übersichtsbild des Zuckerhaus-Prozessmodells im Werk A

6.3.2 Funktionsweise

Während der Dicksaftkampagne 2003 wurde die in den Werken B und C erarbeitete Zuckerhaussteuerung (Bock 2002) auf das Werk A übertragen. **Ziel der Zuckerhaussteuerung** sind konstante Energie- und Stoffströme im Zuckerhaus. Dazu müssen die Kristallisatoren als Hauptbrüdenabnehmer in einem möglichst gleichen zeitlichen Abstand gestartet werden. Über den Start eines Kristallisators entscheidet die Zuckerhaussteuerung. Im Falle einer Weißzucker-2-Station wird dazu anhand der ins Zuckerhaus fließenden Dicksaftmenge ein sogenannter **Grundtakt** berechnet, der angibt, in welchem zeitlichen Abstand die Kristallisatoren voneinander gestartet werden müssen, um diese Dicksaftmenge verarbeiten zu können. Schwankt die zeitlich zugeführte Dicksaftmenge, wird der Grundtakt entsprechend korrigiert. Unter normalen Betriebszuständen ist dieser also nicht zeitlich konstant. Weiterhin muss der **Füllstand des Einzugsbehälters** berücksichtigt werden. Ist der Einzugsbehälter nahezu leer, muss der Start des nächsten Kristallisators etwas verzögert werden. Ist der Füllstand des Einzugsbehälter jedoch sehr hoch, muss der nächste Kristallisatorstart entsprechend früher erfolgen. Aus der zu verarbeitenden Dicksaftmenge und dem Füllstand des Einzugsbehälters wird eine sogenannte **Dringlichkeit** berechnet. Besitzt die Dringlichkeit den Wert 1, wird ein Kristallisator gestartet. Sollte kein Kristallisator sofort gestartet werden können, kann die Dringlichkeit auch Werte > 1 annehmen. Nach erfolgtem Start wird der Wert der Dringlichkeit auf Null zurückgesetzt. Die Gewichtung der Zeit seit dem vorhergehenden Produktstart und des Füllstands des Einzugsbehälters erfolgt anhand einer Kennlinie. Entsprechend des Einzugsbehälter-Füllstands nimmt diese Kennlinie Werte zwischen –1 und 1 an. Dieser Wert wird zur Dringlichkeit addiert, und zwar wäre der Wert bei einem geringen Füllstand negativ – die Dringlichkeit wird also etwas verringert, der Kristallisatorstart wird verzögert. Bei einem hohen Füllstand ist der Wert positiv – die Dringlichkeit wird also vergrößert, der nächste Kristallisatorstart erfolgt zeitiger. Die Kennlinie ist werkspezifisch und hängt von der Größe des Einzugsbehälters ab. Dieses Prinzip gilt für alle Produktstationen des Zuckerhauses. Um zu verhindern, dass gleichzeitig oder sehr kurz hintereinander zwei Apparate verschiedener Stationen gestartet werden (kurzzeitig sehr hoher Dampfbedarf), existiert eine **Verriegelung** zwischen den einzelnen Stationen. Damit wird vor Erteilen des tat-

sächlichen Startsignals zunächst aus dem Prozessleitsystem abgefragt, wann der letzte Kristallisator (unter Berücksichtigung aller Stationen) gestartet wurde. Ein Startsignal kann erst dann erteilt werden, wenn seit dem letzten Produktstart mindestens 7,5 min vergangen sind. Es wird immer der Kristallisator gestartet, der die höchste Dringlichkeit besitzt. Die **Kristallisatoren für Vorlagekristallisat** sind dabei gesondert zu betrachten. Sie besitzen Priorität, da eine weitere Produktion ohne ausreichend Impfmaterial nicht gewährleistet wäre. Ihr Start erfolgt außerhalb des Rhythmus der Produktkristallisatoren. Jedoch ist auch hier darauf zu achten, dass keine zwei Kristallisatoren innerhalb eines kurzen Zeitraums gestartet werden. Im Falle eines notwendigen Starts eines Kristallisators für Vorlagekristallisat wird daher der zeitliche Abstand zwischen zwei Produktkristallisator-Starts der entsprechenden Produktstation um einen bestimmten Faktor gedehnt und der Start des Kristallisators für Vorlagekristallisat erfolgt zeitlich genau in der Mitte der beiden Produkt-Starts. Die stationsübergreifende zeitliche Verriegelung beträgt im Fall, dass ein Vorlagekristallisat-Kristallisator gestartet wurde bzw. gestartet werden soll, lediglich 4,5 min. Im Detail soll die Zuckerhaussteuerung am Beispiel des Werkes A erklärt werden.

6.3.3 Anpassung an das Werk A

Da das Werk A mit Dicksaftlagerung arbeitet, ist es möglich, den Dicksaftzulauf zum Weißzucker-Einzugsbehälter nach dem Füllstand des Einzugsbehälters zu regeln. Da diese Regelung bereits besteht, entfällt der durch den Einzugsbehälter bedingte Anteil der **Dringlichkeit** bei der Berechnung des Grundtakts für Weißzucker. Außerdem wird im Werk A stets nur so viel Dicksaft ins Zuckerhaus gepumpt, wie zur Produktion der gewünschten Weißzucker-Tagesmenge notwendig ist. Damit muss der **Grundtakt** nicht kontinuierlich entsprechend der zu verarbeitenden Dicksaftmenge korrigiert, sondern kann fest vorgegeben werden. Der Wert richtet sich nach der pro Tag zu produzierenden Weißzuckermenge. Da diese sich in der Dicksaftkampagne erheblich von derjenigen in der Rübenkampagne unterscheidet, muss der Grundtakt zu Beginn der jeweiligen Kampagne einmalig vorgegeben werden. Er entspricht der Anzahl der täglich zu startenden Kristallisatoren. Da beispielsweise während der Dicksaftkampagne täglich etwa 700 t Weißzucker produziert werden sollen, müssen ca. 30 Kristallisations-

chargen gestartet werden. Die dazu notwendige Vorlagekristallisat-2-Menge erfordert zusätzlich 4 Starts des **Vorlagekristallisat-2-Kristallisators**. Ein solcher Start erfolgt dann, wenn der Füllstand der Vorlagekristallisat-Maische unter 57,5 % sinkt. Der Zeitraum zwischen dem Start zweier Produktapparate im Falle eines Starts des Kristallisators für Vorlagekristallisat wurde zunächst auf 60 min gedehnt. Dementsprechend betrug der Grundtakt 45 min. Auch bisher wurde alle 45 min ein Produktapparat gestartet. Im Falle eines VK-2-Starts wurde dieser vom Bedienpersonal etwa 15 min nach dem vorherigen Produktapparat gestartet. Die Zeit zwischen dem VK-2- und dem nächsten Produktstart betrug wiederum etwa 45 min. Im Sinne einer Vergleichmäßigung des Dampfverbrauchs übernahm die Zuckerhaussteuerung den **Grundtakt** von 45 min und die **Dehnung** auf 60 min zwischen zwei Produktapparaten bei zwischenzeitigem VK-2-Start, setzte den VK-2-Apparat jedoch zeitlich in die Mitte zwischen die beiden Produktapparate, um eine möglichst gleichmäßige Dampfabnahme zu gewährleisten. Das Intervall von 60 min wurde schließlich auf 55 min verkürzt, da sich sonst eine zu große Lücke zwischen den beiden Produktapparaten ergab. Unter Berücksichtigung der recht kleinen Ausfüllmaische (45 m³) bedeutet dies, dass es zu einem Engpass an den Zentrifugen käme, wenn diese nicht rechtzeitig im Wechsel betrieben werden. Am Ende der Dicksaftkampagne 2003 wurde der Kristallisator für Vorlagekristallisat anstatt wie bisher mit hohem Heizdampfdruck (ca. 1,3 bar) mit niedrigem Heizdampfdruck (ca. 1,0 bar) betrieben. Die Dehnung der Zeit zwischen zwei Produktapparaten wurde damit auf der WZ-Station unnötig. Um zu verhindern, dass der VK-2-Kristallisator sehr kurz vor bzw. nach einem Produktapparat aus dem ebenfalls recht kleinen WZ-Einzugsbehälter (30 m³) einzieht, startet die Zuckerhaussteuerung den VK-2-Kristallisator weiterhin genau zwischen zwei WZ-Produktapparaten, und zwar nach 22,5 min. Eine Dehnung des Zeitraums zwischen dem Start zweier Produktapparate im Sinne einer konstanten Dampfabnahme im Zuckerhaus wurde auf der RZ-Seite nicht realisiert. Auf der Rohzucker-Station muss zusätzlich zum zeitlichen Abstand zwischen zwei Kristallisatorstarts auch der Füllstand des **Rohzucker-Einzugsbehälters** berücksichtigt werden. Hier gibt es folglich keinen fest einstellbaren Grundtakt. Da das Volumen des Einzugsbehälters klein ist (30 m^3), darf kein Apparat gestartet werden, wenn der Füllstand des Einzugsbehälters weniger als 50 % beträgt. Im statistischen Mittel wurden die Rohzucker-Kristallisatoren bisher bei einem Füll-

stand von 85 % gestartet. Die Gewichtung der seit dem vorherigen Start vergangenen Zeit und des Füllstands des Einzugsbehälters erfolgt mit Hilfe der Kennlinie in Abb. 6.13.

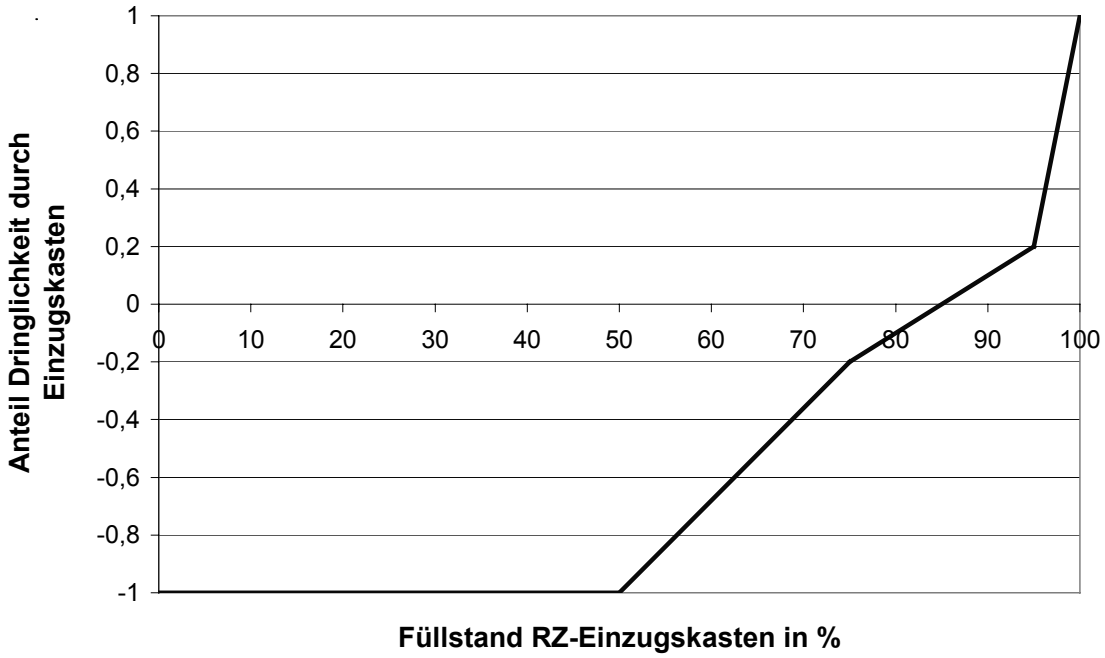


Abb. 6.13: Kennlinie Anteil Dringlichkeit durch Rohzucker-Einzugsbehälter

Unterhalb von 50 % Füllvolumen kann kein Apparat gestartet werden, da vom Wert der Dringlichkeit Eins subtrahiert wird und dieser daher Null beträgt. Bei einem Füllstand zwischen 0 und 85 % überwiegt der Anteil des Grundtakts an der Dringlichkeit. Bei einem Füllstand von 85 % sind der Anteil des Grundtakts und des Füllstands an der Dringlichkeit gleich gewichtet. Bei einem Füllstand von über 85 % besitzt der Füllstand einen stärkeren Einfluss auf die Dringlichkeit als der Grundtakt. Dieser Einfluss nimmt mit steigendem Füllstand zu. Wäre der Einzugsbehälter zu 100 % gefüllt, würde die Höhe des Füllstands allein entscheidend für den Kristallisatorstart sein.
Bei beiden Stationen müssen bestimmte **Startbedingungen** erfüllt sein. So wird zunächst geprüft, ob sich ein Apparat derselben Station im Evakuieren oder im Einziehen befindet und ob seit dem letzten Kristallisatorstart der jeweils anderen Station mindestens 7,5 min vergangen sind. Bei RZ wird außerdem der Füllstand des Einzugsbehälters abgefragt. Ist dieser größer als 99 %, wird unabhängig von der Erfüllung der restlichen Startbedingungen ein Kristallisator gestartet.

6.4 Vorausberechnung der WZ-2-Farbe

Zur Überprüfung und Anpassung des Zuckerhausmodells lief dieses in Echtzeit parallel zum Prozess. Dabei wurden die Modellkristallisatoren anhand eines Online-Signals im MIS gestartet, das besagt „der Kristallisator befindet sich in der Einzugsphase“. Zur vorausschauenden Prozesslenkung müssen die Modellsimulationen jedoch prospektiv im Zeitraffer erfolgen. Den Kristallisatorstart übernimmt die Zuckerhaussteuerung (analog dem realen Prozess). Dazu wurde die Zuckerhaussteuerung als zusätzlicher Baustein in das Prozessmodell integriert. Die Schnittstellen zum Prozessleitsystem wurden aus der Modell-Zuckerhaussteuerung entfernt und durch Schnittstellen zum Modell ersetzt. Im Zuckerhausmodell müssen darüber hinaus die von der Zuckerhaussteuerung benötigten Informationen bereitgestellt werden, beispielsweise die Zeit seit dem zuletzt erfolgten Kristallisatorstart. Die Steuerung gibt wiederum die Startbefehle, die Nummern der als nächstes zu startenden Kristallisatoren und die Restzeiten bis zum nächsten Start an das Modell zurück. Die Initialisierung zum Simulationsstart war ebenfalls zu erweitern, da die Steuerung im Gegensatz zum Zuckerhausmodell nicht nur Informationen über den Ist-Zustand benötigt, sondern auch Daten aus der Zeit seit dem zuletzt erfolgten Kristallisatorstart.

Um das Modell möglichst nah am Ist-Zustand arbeiten zu lassen, muss es in bestimmten zeitlichen Abständen neu initialisiert werden. Auf diese Weise können nach dem Simulationsstart veränderte Einstellungen erfasst und bei der Simulation berücksichtigt werden. Mit Hilfe des **periodischen Neustarts** kann das Zuckerhausmodell laufend auf den aktuellen Stand gebracht werden und im Zeitraffer simulieren. Im Abstand von jeweils 2 min (frei wählbar) erfolgt ein Neustart, um die Berechnung möglichst prozessnah zu gestalten. Das Modell wird zunächst initialisiert, simuliert dann die nächsten 3 Stunden (entspricht der durchschnittlichen Dauer einer Kristallisationscharge) innerhalb von 2 min Echtzeit und schreibt die für in 3 Stunden vorausberechnete Farbe des Weißzuckers in Lösung ins MIS. Dann wird es wieder neu initialisiert und der Zyklus erfolgt erneut. Auf diese Weise ist es möglich, permanent die zukünftigen Prozessverläufe zu beobachten. Sollte sich z.B. eine Verschlechterung der Zuckerqualität abzeichnen, könnte **rechtzeitig reagiert** werden, damit die Prognose nicht eintritt bzw. nur in abgeschwächter Form. Im Falle einer sich abzeichnenden Zunahme der Ein-

zugsgutfarbe könnte rechtzeitig die Kläremenge erhöht werden, um die Farbe des Einzugsguts zu verbessern. Als kurzfristige Maßnahme kann die Drehzahl der Transportschnecke für den Beiwurfzucker in Richtung Klärelösebehälter variiert oder Weißzucker aufgelöst werden. Ist eine direkte Auflösung des Weißzuckers nach der Zentrifuge nicht möglich, muss Weißzucker in einen Vorratsbehälter transportiert werden, um ihn von dort in den Klärelösebehälter zu fördern. Zeichnet sich im Gegenteil eine zu starke Verbesserung der Farbe des Weißzuckers in Lösung ab, können der Kläreanteil im Einzugsgut und die Wasserdecke an der Zentrifuge rechtzeitig verringert werden. Die Eingriffsmöglichkeit über die Kläre ist jedoch begrenzt, weil erstens keine beliebig verfügbare Kläremenge vorhanden ist und zweitens sich mit dem Kläreeinsatz Mengenströme und Reinheitsniveaus verändern. Eine wichtige Rolle fällt somit den Zentrifugeneinstellungen (Wasserdecke, Ablauftrennung) zu.

Das Prozessmodell wird auf diese Weise – d.h. Auslesen der Werte aus dem MIS, Initialisierung, Simulation im Zeitraffer, Neustart im Abstand von 2 min - im Werk A bereits seit der Rübenkampagne 2003 eingesetzt und ist in der vollständigen Dicksaft- und Rübenkampagne 2004 ununterbrochen gelaufen. Die folgenden Abbildungen zeigen einige typische Trends der simulierten und der 3 Stunden später tatsächlich gemessenen Weißzuckerfarbe aus der Rübenkampagne 2003. Letztere wurde mit einem Neltec-Gerät gemessen (siehe Kapitel 2.1.4 „Automatisierte Farbessung“). Die Kurven sind zum besseren Vergleich zeitlich so verschoben worden, dass der vorhergesagte und der reale Farbwert zum selben Zeitpunkt abgelesen werden können. Es ist jedoch zu beachten, dass die Messwert-Kurve erst 3 Stunden später entstanden ist als die Modellkurve. Zudem wurden die Kurven über eine lokalisierte Polynomregression geglättet.

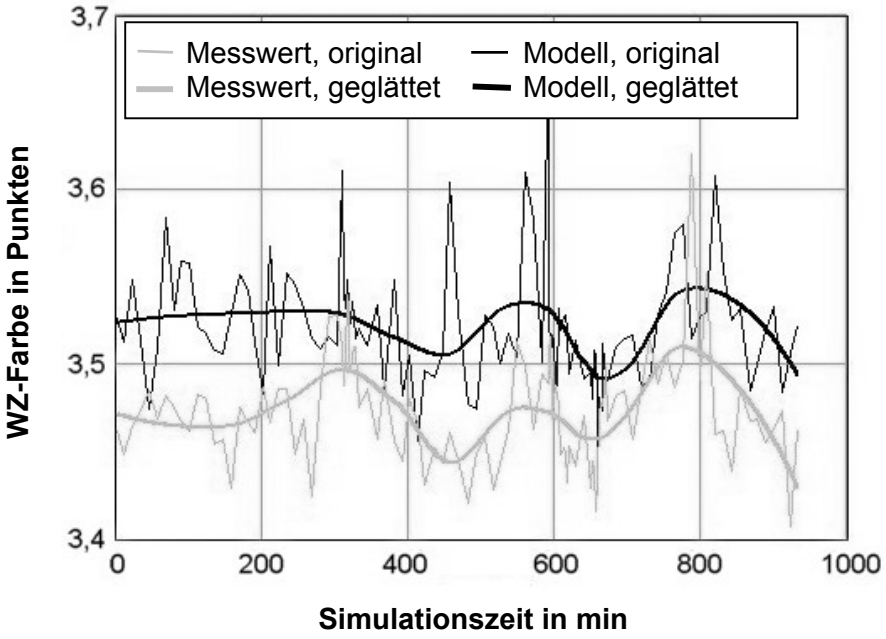


Abb. 6.14: Vergleich der Modellvorausberechnung mit dem Messwert, 7.12.2003

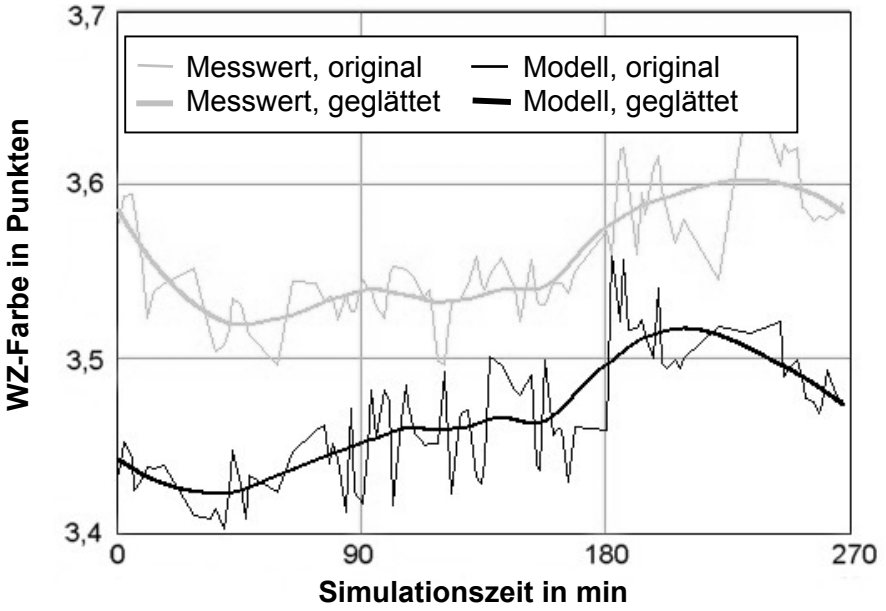


Abb. 6.15: Vergleich der Modellvorausberechnung mit dem Messwert, 8.12.2003

Die Abbildungen verdeutlichen die gute Übereinstimmung der tatsächlichen Messdaten mit den 3 Stunden zuvor vom Modell berechneten Werten. Für die Prozesssteuerung ist es nicht unbedingt erforderlich, dass die Kurven exakt aufeinander verlaufen, sondern den generellen Trend des Qualitätsmerkmals vorherzusagen. Die maximalen **Abweichungen** betragen 0,2-0,3 Punkte, im Mittel jedoch lediglich 0,1 Punkt. Dabei

ist zu bedenken, dass auch die Messwerte fehlerbehaftet sind. Eine so gute Übereinstimmung der Kurvenverläufe wie in den Abbildungen 6.14 und 6.15 kann nicht immer erwartet werden, da die Prozesse im Zuckerhaus ständigen - oft manuell hervorgerufenen - Veränderungen unterliegen. **Eingriffe in den Prozess** werden zwar sofort ab der nächsten nach der Änderung erfolgten Initialisierung berücksichtigt, jedoch nur für den Wert, der wiederum erst 3 Stunden später zu erwarten ist. Gleiches gilt, wenn beispielsweise innerhalb der 3 Stunden eine Änderung der Dicksaftfarbe erfolgt. Die vor dem Eingriff oder der Qualitätsänderung beim Einzugsgut berechneten und bereits ins MIS geschriebenen Werte bleiben dabei unverändert. Eine exakte Wiederholung des vorhergesagten Kurvenverlaufs ist in einem System, das, aus welchen Gründen auch immer, ständigen Änderungen unterliegt, schon aus grundsätzlichen Erwägungen nicht möglich.

Abb. 6.16 zeigt einen Fall, in dem die Dauer der Wasserdecke an den Zentrifugen um 2 s verkürzt wurde. Zu diesem Zeitpunkt betrug die Simulationszeit etwa 400 min.

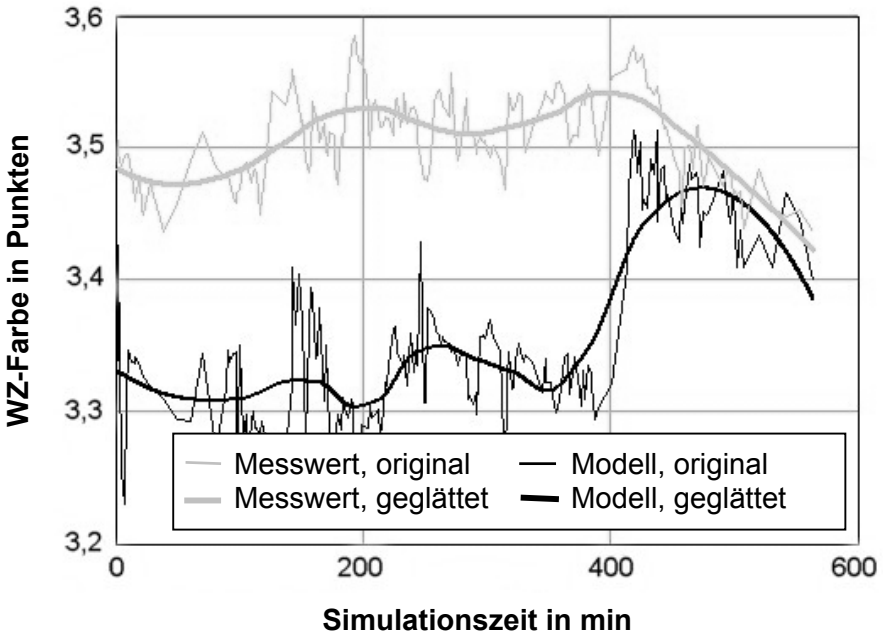


Abb. 6.16: Vergleich der Modellvorausberechnung mit dem Messwert, 4.12.2003

Durch den Eingriff bedingt steigt die WZ-Farbe im Modell sprunghaft an. Für die tatsächlich gemessene WZ-Farbe liegt dieser Eingriff jedoch bereits 3 Stunden zurück.

Aufgrund der Zeitverschiebung verläuft die Kurve mit den Messwerten zum Zeitpunkt des Eingriffs schon auf einem höheren Niveau. Betrachtet man die Messwert-Kurve von Simulationsbeginn an, kann man tatsächlich einen allmählichen Anstieg erkennen, da im Zuckerhaus keine sprunghaften Veränderungen auftreten können. Die Folgen veränderter Einstellungen machen sich immer erst mit der Zeit bemerkbar. Nach dem Eingriff sind Modell- und Messwerte wiederum nahezu identisch. Der beschriebene Effekt deutet auf einen weiteren Vorteil des Prozessmodells hin: mit Hilfe des Modells kann der Bediener die Auswirkung einer Änderung der Zentrifugeneinstellungen sofort erkennen. Sollte der Effekt zu groß sein, kann entsprechend nachgeregelt werden.

Zusätzlich zu dem bereits vorhandenen Trend der für 3 Stunden später vorausberechneten Weißzuckerfarbe wurde ein **zweiter Trend** eingerichtet, der die vorhergesagten Werte 3 Stunden lang speichert und erst dann ins MIS schreibt. Das hat den Vorteil, dass man im MIS direkt die Vorhersage mit den 3 Stunden später tatsächlich eingetretenen Werten vergleichen kann.
Abb. 6.17 zeigt einen Vergleich der vorausberechneten Modellwerte mit den Messdaten aus der Dicksaftkampagne 2004. Dargestellt sind nur die über eine lokalisierte Polynomregression geglätteten Daten.

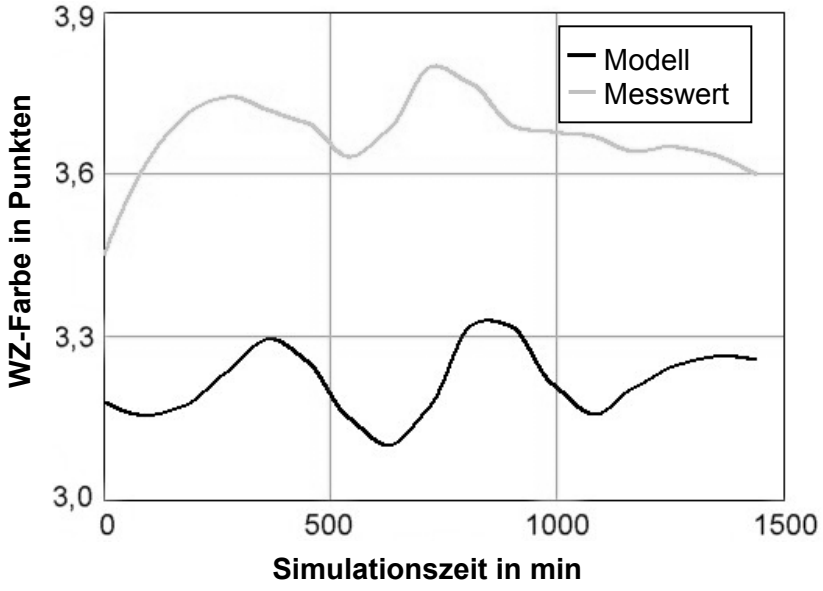


Abb. 6.17: Vergleich der Modellvorausberechnung mit dem Messwert, 7.5.2004

Das Modell liefert stets bessere Farbwerte. Dabei handelt es sich um einen systematischen Fehler, da es an Laborwerte angepasst ist, das Messgerät jedoch durchgehend höhere Farbwerte anzeigt als im Labor gemessen. Außerdem wurde bereits darauf hingewiesen, dass das Modell bewusst nur in sehr geringem Umfang an die (stets höheren) Farbwerte der Dicksaftkampagne angepasst wurde, da der Anpassungsaufwand möglichst gering zu halten und für die Prozessbeurteilung ohnehin vorwiegend der Kurvenverlauf interessant ist.

Nicht immer stimmen die Trendverläufe überein. Das ist jedoch verständlich, da zur Verringerung der Standardabweichung der Zuckerqualität **manuell korrigierend** in den Prozess **eingegriffen** wird. Das heißt, die Vorhersage erfolgte unter anderen Bedingungen und kann daher nicht eintreffen, da sie gerade dazu dient, rechtzeitig genug eingreifen zu können und Verschlechterungen bzw. unnötig große Verbesserungen der Zuckerqualität zu verhindern bzw. zumindest zu verringern. Zwei Beispiele für einen von der Voraussage abweichenden Farbverlauf zeigen die Abbildungen 6.18 und 6.19.

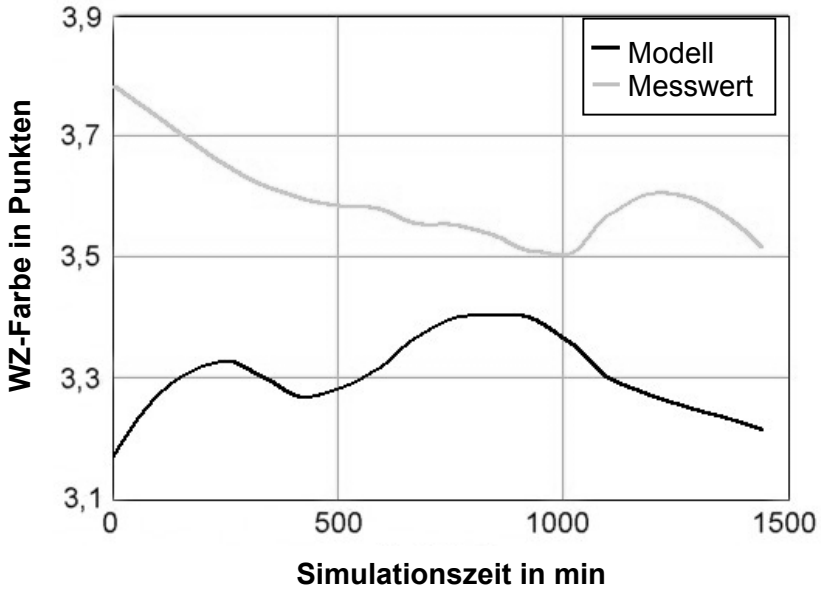


Abb. 6.18: Vergleich der Modellvorausberechnung mit dem Messwert, 30.4.2004

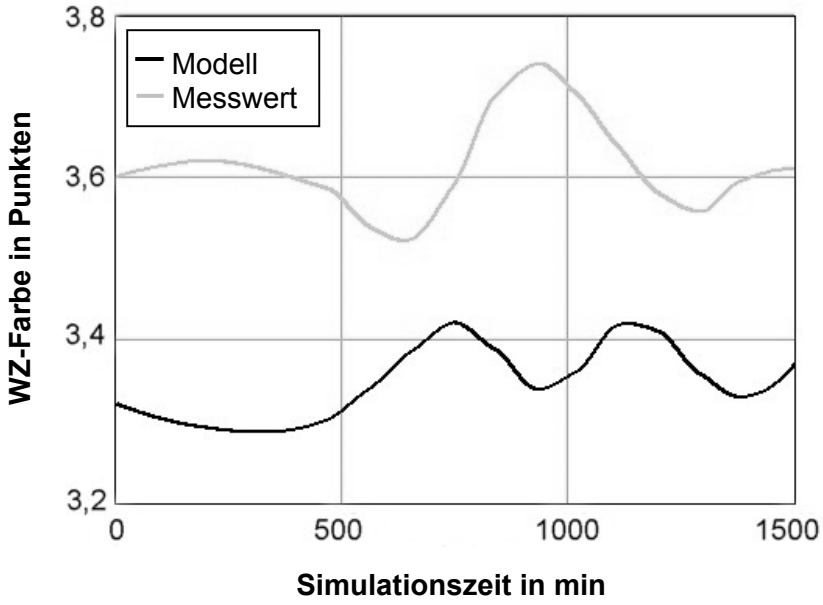


Abb. 6.19: Vergleich der Modellvorausberechnung mit dem Messwert, 10.5.2004

Obwohl sich in beiden Fällen die Absolutwerte für die WZ-Farbe, im Modell und im Prozess gemessen, nicht groß unterscheiden - denn die Skalierung der Abszisse täuscht eine höhere Streuung vor, als sie tatsächlich vorhanden ist -, stimmen die Kurven in ihrer zeitlichen Tendenz nicht überein. Die möglichen Gründe dafür wurden bereits weiter oben erläutert.

In der folgenden Abbildung ist ein Fall dargestellt, bei dem die Auswirkungen eines **Bedienereingriffs** deutlich werden. Ab Simulationsbeginn sind die Trends zunächst ähnlich. Nach etwa 800 min zeigt die Modell-Kurve einen relativ starken Abfall der WZ-Farbe, während die Messwert-Kurve nahezu unverändert im Bereich von 3,7 Punkten weiterverläuft. Die Ursache dafür ist darin begründet, dass der Bediener korrigierend eingegriffen hat und somit die zu starke Verbesserung der Zuckerfarbe verhindern konnte.

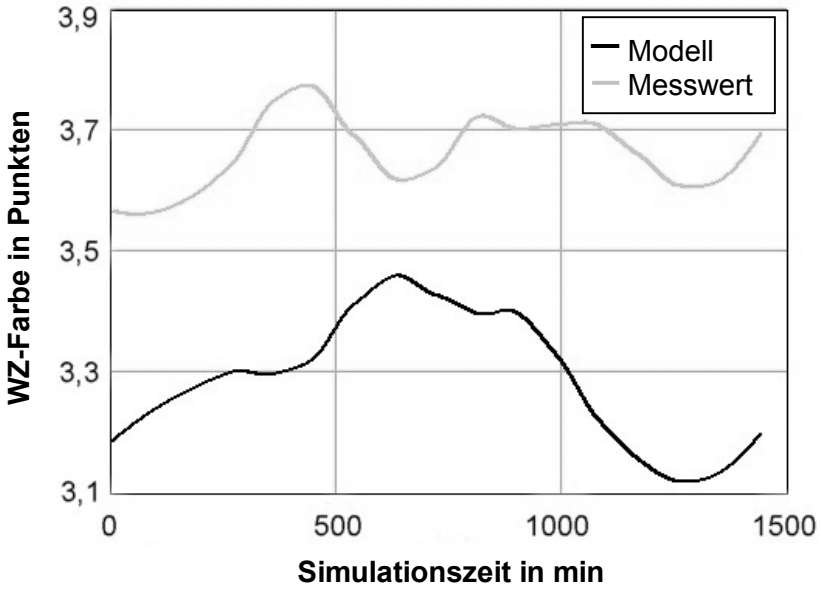


Abb. 6.20: Vergleich der Modellvorausberechnung mit dem Messwert, 1.5.2004

Solche Auswirkungen von Bedienereingriffen machen eine Beurteilung der einwandfreien Arbeit des Zuckerhausmodells schwierig. Daher wurden in der Dicksaftkampagne 2004 zwei Tests durchgeführt, bei denen von Seiten der Bediener **nicht in den Prozess eingegriffen** wurde, um die Modellaussage besser beurteilen zu können (Abb. 6.21 und Abb. 6.22). Sowohl während der Rübenkampagne als auch in der Dicksaftkampagne schwankt die Weißzuckerfarbe im Werk A lediglich gering um einen zeitlich konstanten Mittelwert. Im Falle der Dicksaftkampagne wirkt sich darüber hinaus die infolge der Lagerung im Dicksafttank sehr gleichmäßige Dicksaftfarbe günstig auf die Schwankungsbreite der Farbe des aus dem Dicksaft erzeugten Weißzuckers aus. Das ist zwar im Sinne der Zuckerqualität positiv, erschwert aber die Überprüfung des Prozessmodells erheblich.

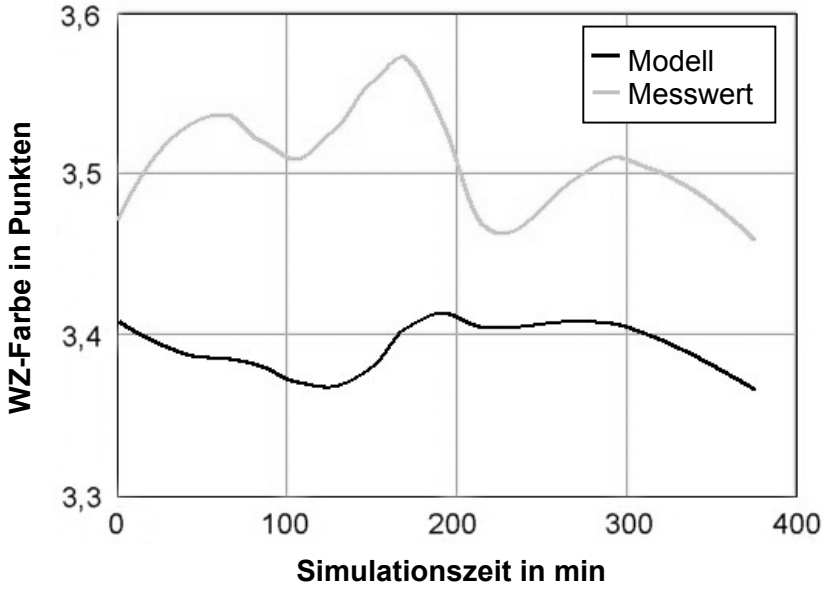


Abb. 6.21: Vergleich der Modellvorausberechnung mit dem Messwert, ohne Eingriff, 19.5.2004

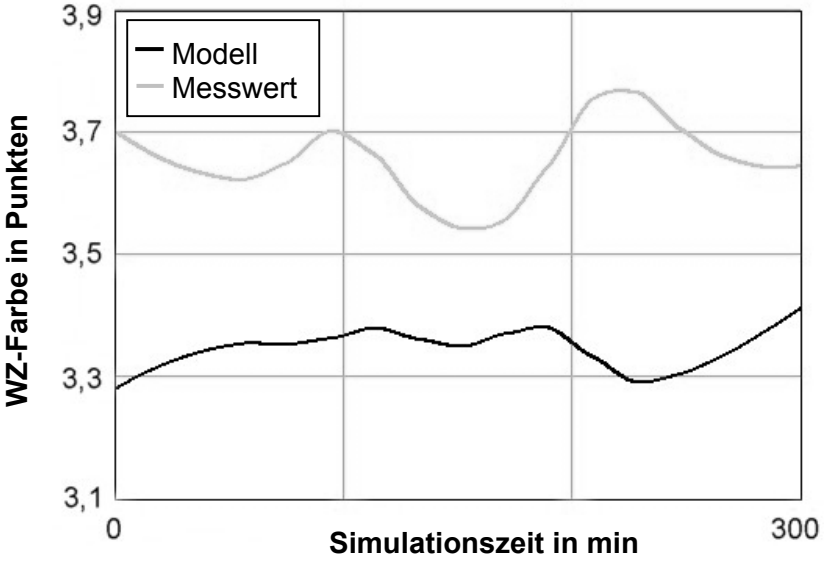


Abb. 6.22: Vergleich der Modellvorausberechnung mit dem Messwert, ohne Eingriff, 13.5.2004

Bei den beiden Versuchen verläuft die Modellkurve wesentlich schwankungsfreier als die im Prozess gemessenen Werte. Die Voraussage gibt den später tatsächlich eingetretenen Verlauf zwar richtig wieder, die Übereinstimmung ist aber nicht so gut wie bereits an anderer Stelle beobachtet (siehe Abb. 6.14 und 6.15). Dessen ungeachtet und

unter Berücksichtigung der Tatsache, dass die Unterschiede zwischen Modellwerten und gemessenen Daten absolut betrachtet klein sind, kann aus den durchgeführten Versuchen auf eine grundsätzlich einwandfreie Funktion der Modellanwendung zur Vorhersage der WZ-Farbe geschlossen werden.

6.5 Statistische Prozessführung (SPC) im Werk A

Wie aus den Abbildungen 6.14 bis 6.16 zu entnehmen ist, verlaufen die Online-Farbwerte mit kurzzeitig sehr starken Schwankungen. Die Unterscheidung einer unvermeidbaren natürlichen Schwankung der Farbe in Lösung von einer „Schwankung mit Handlungsbedarf“ kann mit Hilfe der Statistischen Prozessführung geschehen. In der Dicksaftkampagne 2004 wurden daher die Daten der prospektiven Simulationen des Zuckerhaus-Prozessmodells mittels SPC ausgewertet. Vorteil einer solchen Vorgehensweise ist eine mögliche Automatisierung prospektiv gesteuerter Prozesse. Denkbar wäre, in Abhängigkeit der vorausberechneten WZ-Farbe eine automatische Änderung der Kläremenge vorzunehmen (siehe Abschnitt 6.4). Dies kommt aber nur als kurzfristige Maßnahme in betracht, da dafür langfristig mehr Weißzucker zur Auflösung bereitgestellt werden müsste. Es sind geeignete statistische Regeln zu definieren, anhand derer die SPC den Merkmalsverlauf beurteilen soll. Die SPC untersucht das Merkmal aufgrund statistischer Kennwerte. Zusätzlich zum Merkmal selbst werden dabei der gleitende Mittelwert, die obere und untere Eingriffsgrenze (= Abstand vom Mittelwert, der der dreifachen Standardabweichung s entspricht), sowie der Abstand vom Mittelwert, der der ein- (1 s) bzw. zweifachen Standardabweichung (2 s) entspricht, zur Beurteilung der Schwankung herangezogen. Diese Werte bzw. Kennlinien sind in Abb. 6.23 zusätzlich zum Merkmalsverlauf eingetragen. Die Abbildung verdeutlicht, an welchen Stellen die SPC Alarm ausgelöst hätte. Abb. 6.24 zeigt ergänzend dazu die Anzahl der Regelverletzungen im Werk A während der Dicksaftkampagne 2004 (26 Tage). Neben dem Merkmal wird auch die Spannweite (Abstand zweier aufeinanderfolgender Punkte) von der SPC mittels statistischer Regeln ausgewertet. Im Folgenden sollen die Erfahrungen mit den bisher implementierten Regeln dargestellt werden. Weiterhin werden Vorschläge für Verbesserungen unterbreitet, die im Rahmen dieser Arbeit nicht mehr berücksichtigt werden konnten.

Derzeit sind folgende statistische Regeln im SPC-Modul definiert:

Für die Spannweitenspur (siehe Kapitel 2.3.1):

1) Ein Punkt außerhalb der oberen oder unteren Eingriffsgrenze

2) Zwei von drei aufeinanderfolgenden Punkten unterhalb des Mittelwertes der R-Spur

Für die Merkmalsspur (siehe Kapitel 2.3.1):

3) Ein Punkt außerhalb der oberen oder unteren Eingriffsgrenze

4) Sieben aufeinanderfolgende Punkte steigend oder fallend

5) Acht aufeinanderfolgende Punkte auf einer Seite des Mittelwerts

6) Zwei von drei aufeinanderfolgenden Punkten außerhalb von 2 s

7) Vier von fünf aufeinanderfolgenden Punkten außerhalb von 1 s

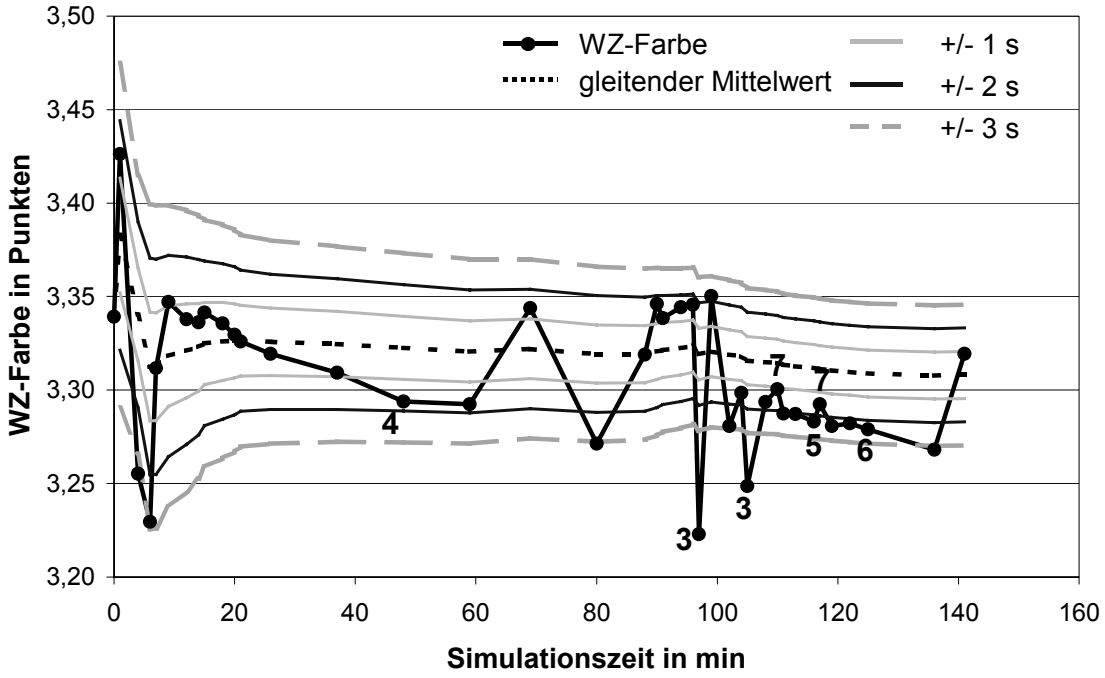


Abb. 6.23: Beispiel für Regelverletzungen bei der Statistischen Prozessführung

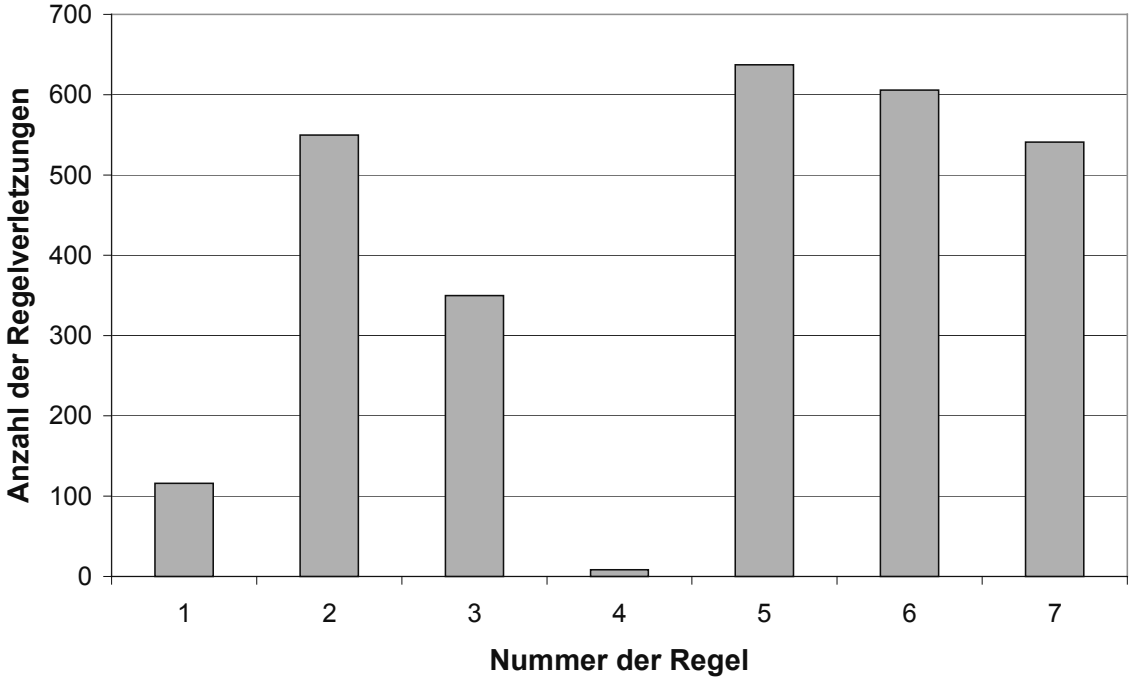


Abb. 6.24: Anzahl der Regelverletzungen in der Dicksaftkampagne 2004

Regel 1 und Regel 5 können unverändert verwendet werden. Regel 2 kann entfallen, da sie sich lediglich auf besonders nah beieinander liegende Messwerte bezieht, die beim Farbverlauf nur vorteilhaft sind. Regel 3 dient dazu, auf plötzliche große Änderungen des Merkmals hinzuweisen. Es ist sinnvoll, diese Regel derart abzuändern, dass erst dann ein Alarm ausgelöst wird, wenn zwei aufeinanderfolgende Werte außerhalb der oberen oder unteren Eingriffsgrenze liegen, da es durchaus vorkommen kann, dass der Trend einen Ausreißer enthält. Andernfalls suggeriert diese Regel ungerechtfertigt einen sehr stark schwankenden Merkmalsverlauf. Im Beispiel wäre unnötig ein Alarm ausgelöst worden. Zu häufige Fehlalarme machen das System unglaubwürdig und sind daher zu vermeiden. Regel 4 ist dagegen zu verschärfen, indem bereits bei fünf aufeinanderfolgenden steigenden oder fallenden Punkten ein Alarm ausgelöst wird. Regel 6 muss in „vier von fünf Punkten außerhalb von 2 s“ umgewandelt werden, um zu häufige Alarme zu vermeiden. Regel 7, die auf geringe Schwankungen aufmerksam machen soll, ist zu sensibel für den vorliegenden, ohnehin bereits sehr schwankungsfreien Merkmalsverlauf. Zur Prozesssteuerung sind die Regelverletzungen intern unterschiedlich zu gewichten, um nicht sofort bei der ersten Regelverletzung eine korrektive Maßnahme auszuführen. Bei einer Regel, die nur selten verletzt wird, aber auf eine

ernstzunehmende Änderung des Merkmalsverlaufs hinweist (z. B. Regel 4), ist die Notwendigkeit eines Eingriffs wesentlich größer. Die Regeln 4 und 5 sind die wichtigsten. Das ist der klassische Fall, den man bei der Zuckerfarbe beobachtet: ein stetiger Anstieg bzw. eine stetige Abnahme. Änderungen erfolgen im Normalfall nicht plötzlich. Da der Merkmalsverlauf jedoch oft nicht linear verläuft, wird Regel 5 häufiger verletzt werden als Regel 4. Dies ist auch die Regel, die am häufigsten Alarm auslöst (siehe Abb. 6.24).

6.6 Zusammenfassung: Simulation mit dem Prozessmodell

Um das Modell zu Beginn der Simulation auf den aktuellen Prozesszustand zu setzen, werden beim **Start** sämtliche vom Modell benötigte Parameter aus dem Management Information System (MIS) der Zuckerfabrik A ausgelesen und das Modell damit **initialisiert**. Dabei handelt es sich um Informationen wie Behälterfüllstände, Volumenströme, Trockensubstanzgehalte, Zentrifugeneinstellungen und Analysenwerte.

Zur **Validierung** wurde das Modell mit dem tatsächlichen Verhalten des Zuckerhauses verglichen, wobei die Modellsimulation genauso schnell wie der aktuelle Prozess lief. Es wurde gezeigt, dass die Simulation weitestgehend identisch mit den realen Prozesstrends verläuft. In das Zuckerhaus-Prozessmodell wurde die **Zuckerhaussteuerung** implementiert. Es handelt sich um eine Kopie der Zuckerhaussteuerung, wie sie im Werk A eingesetzt wird, damit das Startregime im Zuckerhaus-Modell analog dem realen Prozess erfolgt.

Zur Verringerung der Schwankung der WZ-Farbe arbeitet das Zuckerhaus-Modell **prospektiv im Zeitraffer**, und zwar so schnell, dass es 3 Stunden Prozesszeit innerhalb von 2 Minuten simuliert. Auf diese Weise ist es möglich, die Weißzuckerfarbe kontinuierlich vorauszuberechnen. Um den realen Prozessbedingungen möglichst nahe zu kommen, wird das Prozessmodell alle 2 Minuten über Auslesen der aktuellen Daten aus dem MIS neu initialisiert. Veränderte Einstellungen bzw. Prozessdaten werden somit spätestens 2 Minuten danach vom Prozessmodell registriert und für die Vorausberechnung berücksichtigt. Die mit 3 Stunden Vorlauf berechnete WZ-Farbe wird ins MIS geschrieben. Das heißt, im MIS entsteht ein Trend für die zukünftige WZ-Farbe – unter der Voraussetzung, dass der Prozesszustand unverändert bleibt. Die prospektive

Simulation mit periodischem Neustart ist bereits während zwei vollständiger Kampagnen ununterbrochen gelaufen.

Die Auswertung des Trends der zukünftigen WZ-Farbe kann mit Hilfe von **Statistischer Prozessführung** (SPC) erfolgen. Anhand statistischer Regeln kann überprüft werden, ob die WZ-Farbe einer systematischen Schwankung unterliegt und Handlungsbedarf besteht. Im Zuge der Arbeit wurden geeignete Regeln zur Anwendung der SPC bei dieser Problemstellung ausgewählt sowie sinnvolle Modifikationen bereits vorhandener Regeln vorgeschlagen, um die Zahl an Fehlalarmen möglichst zu minimieren.

Mit Hilfe der **prospektiven Simulation** ist es möglich, den Prozess vorausschauend zu lenken und so die Schwankung der Zuckerqualität zu verringern. Gegenüber der bisherigen Vorgehensweise, diese Vergleichmäßigung auf der Basis von Analysenergebnissen, die erst mit relativ großer zeitlicher Verzögerung zur Verfügung stehen, vorzunehmen und somit im nachhinein in den Prozess einzugreifen, bedeutet dies eine deutliche Verbesserung.

7. Zusammenfassung

Ziel dieser Arbeit war es, die Schwankung der Zuckerqualität über vorausschauende technologische Maßnahmen zu verringern. Dazu wurde zunächst ein **dynamisches Zuckerhaus-Prozessmodell** entwickelt und validiert, mit dem auf der Grundlage naturwissenschaftlich begründeter Gleichungen die Weißzuckerfarbe vorausberechnet werden kann. Die aus der Literatur bekannten Prozessmodelle für die Zuckerindustrie sind entweder statisch oder berücksichtigen lediglich einen einzigen Teilprozess bzw. arbeiten mit empirischen Ansätzen. Außerdem sind bisher keine prospektiven Simulationen durchgeführt worden. Wegen der zahlreichen zeitlichen Abhängigkeiten aufgrund von Stoffrückführungen und des Aufteilens und Neumischens von Stoffströmen im Zuckerhaus wurde in dieser Arbeit ein dynamisches Modell verwendet. Dieses besteht aus separat zu modellierenden Teilmodellen für alle Apparate und Maschinen des Zuckerhauses, die realitätsgetreu miteinander verbunden sind. Innerhalb eines jeden Teilmodells werden die jeweiligen Eingangsstoffströme, die spezifische Merkmale, wie Trockensubstanzgehalt, Reinheit, Farbe und gegebenenfalls Kristallgehalt, aufweisen, miteinander vermischt. Die Ausgangsgrößen des jeweiligen Teilmodells stellen die Eingangsgrößen des nachfolgenden Teilmodells dar, so dass die Zahl vorzugebener Analysenwerte gegenüber einem statischen Modell stark reduziert ist. Die Berechnungen basieren auf der miteinander gekoppelten **Masse- und Farbbilanz**. In Differentialgleichungen werden die Größen Wasser, gelöste und kristalline Saccharose, Nichtsaccharose und die „Farbmasse“ (Produkt aus Trockensubstanzmassestrom und Farbindex des Stoffstroms) bilanziert. Aus diesen Bilanzgrößen wird zu jedem Zeitpunkt der Simulation die Saccharosekonzentration, das Nichtsaccharose/Wasser-Verhältnis im Muttersirup sowie die Löslichkeitszahl des Muttersirups bestimmt. Über die Stoff- und hydrodynamischen Eigenschaften sowie die dimensionslose Reynolds-, Schmidt- und Sherwood-Kennzahl wird der Stoffübergang während der Kristallisation berechnet. Zur **Validierung** lief die Modellsimulation genauso schnell wie der reale Prozess. Die Bilanzen stimmen sehr gut mit den realen Prozessdaten überein.

Im Zuge der Prozessmodellierung werden **drei Zentrifugenmodelle** vorgestellt und diskutiert: ein (dynamisches) deterministisches Modell, ein (statischer) empirischer Ansatz und ein künstliches neuronales Netz. Bei der Zentrifugation handelt es sich um

einen besonders wichtigen Verfahrensschritt, der die Zuckerqualität vielfältig beeinflusst. Die zahlreichen Einflussgrößen sind bisher noch in keinen mathematischen Zusammenhang gebracht worden. Bei dem **deterministischen Modell** wird eine Zentrifugalfiltration unter Berücksichtigung der Abmessungen der Zentrifugentrommel, der Dichte und der Viskosität der flüssigen Phase, der Zuckerschichtdicke und deren Porosität berechnet. Letztere beeinflussen wiederum die Permeabiliät und den Widerstand der Zuckerschicht. Die Porosität konnte mit Hilfe einer Siebanalyse über den mittels der Weibull-Verteilung berechneten Sauter-Durchmesser bestimmt werden. Die ermittelten Daten liegen im Bereich der Literaturangaben für die kubisch dichteste und die hexagonal dichteste Packung. Mit dem Modell kann die Massebilanz in der Zentrifuge zuverlässig durchgeführt werden. Mit dem **empirischen Modell** lässt sich die WZ-Farbe in Abhängigkeit von Deckwasser und -kläre, von der Magmafarbe und dem Zentrifugenfüllgrad berechnen. Der Einfluss der Wasserdecke auf die WZ-Farbe lässt sich über einen exponentiellen Ansatz beschreiben. Die minimal erreichbare Zuckerfarbe ist abhängig von der Magmafarbe. Der Kurvenverlauf der Exponentialfunktion variiert mit der eingesetzten Kläremenge und dem Zentrifugenfüllgrad. Das zur Modellierung der Zentrifuge verwendete **neuronale Netz** besteht aus einer Eingangsschicht mit 4 Neuronen, einer versteckten Schicht mit 15 Neuronen und einer Ausgangsschicht. Als Eingangsgrößen für die Anpassung des neuronalen Netzes dienten Daten für die Deckwasser- und -kläremenge, die Magmafarbe und den Kristallgehalt. Die Modellierung der Zentrifuge als neuronales Netz führte zur besten Korrelation zwischen berechneter und gemessener WZ-Farbe. Außerdem ist dieses Modell unabhängig von der spezifischen Kampagne. Allerdings kann die Prozesssteuerung mit Hilfe eines neuronalen Netzes riskant sein, wenn man aus dem Datenbereich herauskommt, für den das Netz trainiert wurde.

Beim **Start der Simulation** liest das Zuckerhaus-Prozessmodell aus dem Management Information System (MIS) der Zuckerfabrik die erforderlichen Informationen aus. Dabei handelt es sich um Informationen wie Behälterfüllstände, Volumenströme, Trockensubstanzgehalte, Zentrifugeneinstellungen und Analysenwerte. Somit ist es möglich, die Simulation zu jedem beliebigen Zeitpunkt zu starten. Nach der Validierung wurden die Simulationen im Zeitraffer durchgeführt. Auf diese Weise ist es möglich,

die Weißzuckerqualität kontinuierlich vorauszuberechnen und die Prozesse vorausschauend zu steuern. Die Auswirkungen von Störungen werden sofort sichtbar und eine Korrektur kann rechtzeitig erfolgen. Die Schwankungsbreite der Weißzuckerqualität kann somit verringert werden. Die **Simulation wird alle 2 Minuten neu gestartet**. Bei jedem Neustart wird das Modell zunächst anhand der Informationen aus dem MIS initialisiert, so dass Änderungen der Prozessdaten spätestens 2 Minuten danach vom Modell erkannt und für die Vorausberechnung berücksichtigt werden. Die **prospektiv berechnete Weißzuckerfarbe** wird **an das MIS übergeben**, so dass dort ein Trendverlauf abgebildet werden kann, der dem Bedienpersonal als Entscheidungshilfe bei der Prozessführung dient. Die prospektive Simulation mit periodischem Neustart im zeitlichen Abstand von 2 Minuten wurde bereits in zwei vollständigen Kampagnen eingesetzt.

Darüber hinaus wird der Merkmalsverlauf mit Hilfe **Statistischer Prozessführung** (SPC) ausgewertet, um die Notwendigkeit von Eingriffen zur Sicherung der angestrebten Zuckerqualität zu erkennen. Dafür wurden geeignete statistische Regeln ausgewählt sowie sinnvolle Modifikationen bereits vorhandener Regeln vorgeschlagen, um die Anzahl der Fehlalarme zu minimieren.

Die im Rahmen dieser Arbeit vorgestellten Methoden zur Vergleichmäßigung der Weißzuckerqualität können sinngemäß auch bei den vorgelagerten Prozessschritten der Zuckergewinnung mit vorteilhafter Auswirkung auf die Vergleichmäßigung dieser Schritte übertragen werden.

Anhang

Programmbeispiel: Masse- und Farbbilanz für einen WZ-Kristallisator

```
function [sys,x0,str,ts] = kochapp_wz(t,x,u,flag,x10,x20,x30,x40,x50)
  switch flag,
    case 0,
      [sys,x0,str,ts] = mdlInitializeSizes(x10,x20,x30,x40,x50);

    case 1,
```

Eingangsgrößen des Modells

meinz = u(1);	*Gesamtmassenstrom Einzugsgut aus Einzugsbehälter, kg/s*
vsaft = u(2);	*Einzugsgutventilstellung, %*
wtseinz = u(3) / 100;	*Trockensubstanzgehalt Einzugsgut, 0...1*
qeinz = u(4) / 100;	*Reinheit Einzugsgut, 0...1*
feinz = u(5);	*Farbe Einzugsgut, IE_{420}*
mbrdot = u(6);	*Massestrom Heizbrüden*
vvk = u(7) / 100;	*Vorlagekristallisat-Ventilstellung, 0...1*
wtsvk = u(8) / 100;	*Trockensubstanzgehalt Vorlagekristallisat, 0...1*
qvk = u(9) / 100;	*Reinheit Vorlagekristallisat, 0...1*
fvk = u(10);	*Farbe Vorlagekristallisat, IE_{420}*
krgehvk = u(11) / 100;	*Kristallgehalt Vorlagekristallisat, 0...1*
vabl = u(12);	*Stellung Ablassventil, %*
mvkdot = u(13);	*Massestrom Vorlagekristallisat, kg/s*
vsaftges = u(14);	*Summe Einzugsgutventilstellungen WZ-Apparate + VK, %*

Bilanzgrößen

mw = x(1);	*Masse Wasser*
mgs = x(2);	*Masse gelöste Saccharose*
mks = x(3);	*Masse kristalline Saccharose*
mns = x(4);	*Masse Nichtsaccharose*
mfm = x(5);	*Farbmassse*

Hilfsgrößen

```
meinzdot = meinz * vsaft / (vsaftges + 0.00001); Massestrom Einzugsgut speziell für Kristallisator, kg/s
mdotabl = 0.01 * vabl * 208.333; Massestrom Magma beim Entleeren, kg/s, 50000 kg/(4·60 s)= 208.333
mvk = mvkdot * vvk; Massestrom Vorlagekristallisat, kg/s

l = 90 / 50000 * (x(1) + x(2) + x(3) + x(4)); Füllstand im Kristallisator, %

rhokz = 1586.2; Dichte Kristallzucker, kg/m³

theta = 72; Temperatur im Kristallisator, °C

Saccharose-Konzentration im Muttersirup, 0...1:
wsmusi = mgs / (mw + mgs + mks + mns – mks + 0.00001);

Stoffübergangskoeffizient, m/s:
beta1 = (9.8 * wsmusi*wsmusi - 15.2 * wsmusi + 5.9) * theta;
beta = (beta1 + (-662.6 * wsmusi*wsmusi + 1012.9 * wsmusi - 387.9))*1e-5;

dkrvk = 261e-6; Kristalldurchmesser Vorlagekristallisat
mksvk = 1250; Masse kristalline Saccharose im VK bei Krist.-gehalt 0.45

diskriminante = (dkrvk*dkrvk*dkrvk * mks) / mksvk;
if diskriminante > 0
   dks = diskriminante ^ (1/3); Kristalldurchmesser Magma
else
   dks = 0;
end
if dks == 0
   aks = 0;
else
   aks = 10^(-1.01 * log10(dks) - 2.27); spezifische Kristalloberfläche, m²/kg
end

A = aks * mks; Kristalloberfläche, m²
```

```
S = 64.397 + 0.07251 * theta + 0.0020569 * theta^2 - 9.035 * 10^(-6) * theta^3;
qsat = S / (100 - S);       Löslichkeitszahl reine Lösung im ges. Zustand bei theta

qnsw = mns / mw;        NS/W-Verhältnis Muttersirup (= qnsw Magma)

Sättigungszahl Muttersirup:
ysat = 0.178 * qnsw + 0.82 + 0.18 * exp(-2.1 * qnsw);

qsatges = ysat * qsat;      Löslichkeitszahl Muttersirup im ges. Zustand

qsatmusi = mgs / (mw + 0.00001);       aktuelle Löslichkeitszahl im Muttersirup

Mindestübersättigung:
qsatmin = (6.63 * 10^(-4) * theta - 0.09696) * qnsw + ...
        (-3.547 * 10^(-3) * theta + 2.02 * 10^(-5) * theta^2 + 0.18111) * qnsw^2;
if (qsatmin < 0)
   qsatmin = 0;
end

deltac = qsatmusi - qsatges - qsatmin;      wirksame Konzentrationsdifferenz

Trockensubstanzgehalt Magma, %:
wtsmagma = 100 * (x(2) + x(3) + x(4) )/ (x(1) + x(2) + x(3) + x(4) + 0.00001);

if (vabl > 0)
   r = 0;
else
   r = rhokz * beta * A * deltac;            Kristallisationsgeschwindigkeit
end

if (l < 40)
   r = 0;
else
   r = rhokz * beta * A * deltac;            Stoffübergangsstrom, kg/s
end
```

```
if (l < 40)
   c = 0;
else
   c = 800;          Konstante für Farbbildung
end

mges = mw + mgs + mks + mns;

Differentialgleichungen
delta_mw = (1 - wtseinz) * meinzdot + (1 - wtsvk) * mvk - mbrdot - mdotabl *
           mw / mges;
delta_mgs = qeinz * wtseinz * meinzdot + (qvk * wtsvk - krgehvk) * mvk - r -
            mdotabl * mgs / mges;
delta_mks = r + krgehvk * mvk - mdotabl * mks / mges;
delta_mns = (1 - qeinz) * wtseinz * meinzdot + (1- qkf) * wtsvk * mvk -
            mdotabl * mns / mges;
            delta_mfm = wtseinz * meinzdot * feinz + wtsvk * mvk * fvk + c
            - mdotabl * mfm / mges;

delta_mges = delta_mw + delta_mgs + delta_mns;

mwdot = delta_mw;       Änderung der Masse Wasser
mgsdot = delta_mgs;     Änderung der Masse gelöste Saccharose
mksdot = delta_mks;     Änderung der Masse kristalline Saccharose
mnsdot = delta_mns;     Änderung der Masse Nichtsaccharose
mfmdot = delta_mfm;     Änderung der Farbmasse

dt = 2;                 Zeitschritt für Simulation

Fehlervorbeugung
if ((x(1) + mwdot * dt)<0) & (mwdot <0)
   mwdot = 0;
end
```

```
if ((x(2) + mgsdot * dt)<0) & (mgsdot <0)
   mgsdot = 0;
end

if ((x(3) + mksdot * dt)<0) & (mksdot <0 )
   mksdot = 0;
end

if ((x(4) + mnsdot * dt)<0) & (mnsdot <0 )
   mnsdot = 0;
end

if ((x(5) + mfmdot * dt)<0) & (mfmdot < 0)
   mfmdot = 0;
end

sys = [mwdot mgsdot mksdot mnsdot mfmdot]';
```

case 3,

Ausgangsgrößen des Modells

Trockensubstanzgehalt Magma, %:

```
wtsmagma = 100 * (x(2) + x(3) + x(4)) / (x(1) + x(2) + x(3) + x(4) + 0.00001);

l = 90 / 50000 * (x(1) + x(2) + x(3) + x(4));          Füllstand Kristallisator, %

fmagma = x(5) / (x(2) + x(3) + x(4) + 0.00001);          Farbe Magma, IE420
```

Reinheit Magma, %:

```
qmagma = 100 * (x(2) + x(3)) / (x(2) + x(3) + x(4) + 0.00001);
```

Kristallgehalt Magma, %:

```
krgehmagma = 100 * x(3) / (x(1) + x(2) + x(3) + x(4) + 0.00001);
```

Massestrom Magma, kg/s:

```
mdotabl = 0.01 * u(12) * 208.333;
sys = [wtsmagma mdotabl qmagma fmagma krgehmagma l x(1) x(2) x(3) x(4)]';
end


function [sys,x0,str,ts]=mdlInitializeSizes(x10,x20,x30,x40,x50)
sizes = simsizes;
sizes.NumContStates  = 5;
sizes.NumDiscStates  = 0;
sizes.NumOutputs     = 10;
sizes.NumInputs      = 14;
sizes.DirFeedthrough = 1;
sizes.NumSampleTimes = 1;   % at least one sample time is needed
sys = simsizes(sizes);
% initialize the initial conditions
x0  = [x10 x20 x30 x40 x50]';
% str is always an empty matrix
str = [];
% initialize the array of sample times
ts  = [0 0];
% end mdlInitializeSizes
```

9. Zuckertechnisches Glossar (Poel et al. 2000c)

Fachausdruck	Erläuterung
Ablauf	Beim Zentrifugieren anfallender Sirup; besteht aus Muttersirup und Deckkläre
Deckablauf	Beim Decken in der Zentrifuge anfallender Sirup; besteht aus Muttersirup, Deckwasser und gelöstem Zucker
Decken	Waschen der Kristalle mit Sirup oder Wasser beim Zentrifugieren
Dicksaft	Konzentrierter, gereinigter Extrakt nach der Eindampfung
Einzugsgut	Der Kristallisation zugeführte Sirupe oder Lösungen
Farbtype	Maßzahl für die visuelle Bewertung von Zucker
Impfen	Mechanische oder thermische Einwirkung zum Zweck der Kristallkeimbildung
Invertzucker	Gemisch aus gleichen Teilen Glucose und Fructose; entsteht infolge Hydrolyse von Saccharose
Keimbildung	Neuentstehen wachstumsfähiger kleiner Kristalle
Kläre	Lösung aus Zucker
Kristallaggregat	Verwachsungsgebilde aus mehreren Kristallen
Vorlagekristallisat	Suspension mit einer definierten Anzahl von Kristallen als Basis für ein kontrolliertes Kristallwachstum zur Erzielung der gewünschten Kristallgrößenverteilung
Maische	Apparat mit Rührwerk im Bereich der Kristallisation zum Aufnehmen des Magmas
Nachprodukt	Zucker geringer Reinheit der letzten Kristallisationsstufe in Weiß- und Rohzuckerfabriken
Nichtsaccharose	In Rohstoffen und Produkten enthaltene Substanz außer Saccharose und Wasser
Sirup	Oberbegriff für Zuckerlösungen höherer Konzentration

10. Formelzeichen und Indizes

Formelzeichen

Symbol	Einheit	Größe
a	m²/kg	spezifische Oberfläche (Kap. 3.3)
a	-	Koeffizient (Kap. 5.3)
A	m²	Oberfläche
b	-	Aktivierungsschwelle (Kap. 5.3)
b	-	Koeffizient
c	-	Farbbildungskonstante
d	m	Durchmesser
d′	m	modifizierter Durchmesser
D	m²/s	Diffusionskoeffizient
F	IE_{420}	Farbindex
$\dot{F}$	$kg \cdot IE_{420}$	Farbmassestrom
g	m/s²	Erdbeschleunigungskonstante (= 9,81)
G	m/s²	Zentrifugalbeschleunigung
h	m	Höhe
h(x)	-	Wahrscheinlichkeitsdichte der Weibull-Verteilung
H(x)	-	Verteilungsfunktion der Weibull-Verteilung
I	kg/s	Integral
j	-	werksspezifische Konstante
k	-	Koeffizient
K	m²	Permeabilität der Zuckerschicht
l	m	Schichtdicke
m	kg	Masse
M	-	Moment der statistischen Verteilung
$\dot{m}$	kg/s	Massestrom
n	-	Gleichförmigkeitskoeffizient (Kap. 5.1)
n	-	Netzeingang (Kap. 5.3)

p	-	Vektor
q	%	Reinheit
q	kg/kg	Verhältnis (Kap. 3.3)
Q	Punkte	Gesamtpunktzahl
Q*	Punkte	Bei hoher Deckwassermenge minimal erreichbare Gesamtpunktzahl
$q_{F,WZ/Ma}$	-	Farbübergangsfaktor
r	kg/s	Stoffübergangsstrom (Kap. 3.3)
r	m	Radius (Kap. 5.1)
r	-	Korrelationskoeffizient (Kap. 5.2 und 5.3)
R	m^{-1}	Widerstand der Zuckerschicht
Re	-	Reynolds-Zahl
Sc	-	Schmidt-Zahl
Sh	-	Sherwood-Zahl
t	s	Zeit, Dauer
u	-	werksspezifische Konstante
v	%	Ventilstellung
V	m^3	Volumen
w	-	Element der Gewichtsmatrix (Kap. 5.3)
w	%	Masseanteil (Kap. 3.1-3.3, 5.2)
w	m/s	Strömungsgeschwindigkeit (Kap. 5.1)
$w_{Füll}$	%	Füllgrad (Kap. 5.2)
x	-	Variable, differenziert (Kap. 5.1)
x	Punkte	Korrekturanteil (Kap. 5.2)
X	-	Variable, integriert
Y	-	Koeffizient
y_{sat}	kg/kg	Sättigungszahl
Z	-	Trennfaktor
Ω	min^{-1}	Zentrifugendrehzahl
β	m/s	Stoffübergangskoeffizient
ε	m^3/m^3	Porosität
η	Pa·s	dynamische Viskosität

ρ	kg/m³	Dichte
ϑ	°C	Temperatur
ω	s^{-1}	Umfangsgeschwindigkeit

Indizes

Index	**Bedeutung**
∞	unendlich große Wasserdecke
a	ausgeführt
abl	Ablass-
AP	Arbeitspunkt
d	dimensionslos
De	Decke
e	eingeführt
EG	Einzugsgut
F	Farbe
Fil	Filtration
Fl	Flüssigkeitsfilm an den Kristallen
FüKl	Füllklappe
gel	gelöst
ges	gesamt
h	hexagonal
hyd	hydraulisch
k	kubisch
KG	Kristallgehalt
Kl	Kläre
Kr	Kristall
kr	kristallin
Krist	Kristallisation
L	Lösung

Labor	über Laboranalyse ermittelt
m	mittlerer, mittlere
Ma	Magma
max	maximal
min	Mindest, minimal
Modell	über Modellrechnung ermittelt
MS	Muttersirup
NS	Nichtsaccharose
NS/W	Nichtsaccharose/Wasser
P	Packung
Po	Poren
r	rein
RF	Restfeuchte
RZ	Rohzucker
s	Feststoff
S	Saccharose
S/W	Saccharose/Wasser
sat	gesättigter Zustand
ST	Sauter
Tr	Zentrifugentrommel
TS	Trockensubstanz
VK	Vorlagekristallisat
W	Wasser
Wa	Wasser
WaDe	Wasserdecke
WZ	Weißzucker
WZ,1	Weißzuckerzentrifuge 1
WZ,2	Weißzuckerzentrifuge 2
Z	Zucker, Zuckerschicht
Zen	Zentrifuge

11. Abbildungen und Tabellen

Abbildungen

Abb. 2.1: Anordnung von Lichtquelle und Detektor beim Neltec-Farbmessgerät 20

Abb. 2.2: Aufbau einer Qualitätsregelkarte: Merkmalsverlauf, oberer und unterer Grenzwert sowie Mittelwert 39

Abb. 2.3: Prinzipdarstellung der standardisierten Normalverteilung: Wahrscheinlichkeit, dass sich ein Messwert innerhalb der Eingriffsgrenzen befindet 40

Abb. 2.4: Aufbau eines Regelkreises: Ist- und Sollwert sowie Stell-/Stör- und Regelgröße 42

Abb. 2.5: Vorteil eines Prozessmodells für eine Prozesskorrektur zum Minimieren von Minderqualitäten 44

Abb. 3.1: Stoffübergangskoeffizient in Abhängigkeit von Temperatur und Saccharosekonzentration, Berechnung und Approximation 57

Abb. 4.1: Zuckerhausschema des Werkes A: vereinfacht (ohne Vorlagekristallisat) 59

Abb. 4.2: Prozessmodell des Weißzucker-2-Einzugsbehälters 60

Abb. 4.3: Prozessmodell eines Weißzucker-2-Verdampfungskristallisators 61

Abb. 4.4: Untersystem „Prozesssteuerung“ im Prozessmodell eines diskontinuierlich betriebenen Verdampfungskristallisators 62

Abb. 4.5: Sollkurve Füllstands-/Trockensubstanzgehaltsabhängigkeit für die diskontinuierlich betriebene Weißzucker-Verdampfungskristallisation 63

Abb. 4.6: Untersystem „Ablaufsteuerung“ im Prozessmodell eines diskontinuierlich betriebenen Verdampfungskristallisators 64

Abb. 4.7: Untersystem „Kühlung“ im Prozessmodell des Vorlagekristallisat-1-Kristallisators 66

Abb. 4.8: Prozessmodell der Rohzucker-Kühlmaischen 67

Abb. 4.9: Volumenstrom in Abhängigkeit des Klappenöffnungswinkels der Zentrifugenfüllklappe 67

Abb. 4.10: Prozessmodell der Weißzucker-Ausfüllmaische 68

Abb. 4.11: Prozessmodell der Weißzucker-Zentrifugen 69

Abb. 4.12: Prozessmodell des Vorlösebehälters zur Kläreherstellung 70

Abb. 5.1: Zentrifugendrehzahlen während der Phasen eines Zentrifugenzyklus 73

Abb. 5.2: Kristallgrößenverteilung, Auswertung der Siebanalyse des Technikumsversuchs 76

Abb. 5.3: Untersystem „Zentrifugensteuerung“ im Prozessmodell der als Zentrifugalfiltration modellierten Zentrifuge 81

Abb. 5.4: Prozessmodell der als Zentrifugalfiltration modellierten Zentrifuge 82

Abb. 5.5: Prozessmodell der als Zentrifugalfiltration modellierten Zentrifuge mit Ablaufbehältern und Zuckersilo 83

Abb. 5.6: Einfluss des Deckwassers auf die Weißzuckerfarbe, Vergleich einfache und geteilte Wasserdecke 85

Abb. 5.7: Einfluss des Deckwassers auf die Weißzuckerfarbe am Arbeitspunkt, Modellanpassung nach Gl. 5.28 86

Abb. 5.8: Einfluss des Deckwassers auf die Weißzuckerfarbe in Abhängigkeit von der Magmafarbe, Modellanpassung nach Gl. 5.30 87

Abb. 5.9: Einfluss des Deckwassers auf die Weißzuckerfarbe in Abhängigkeit von der Deckkläre, Modellanpassung nach Gl. 5.32 89

Abb. 5.10: Einfluss des Deckwassers auf die Weißzuckerfarbe in Abhängigkeit vom Füllgrad, Modellanpassung nach Gl. 5.34 90

Abb. 5.11: Vergleich der Modell- und Analysenwerte für das empirische Modell ohne Berücksichtigung des Kristallgehalts; zum Vergleich die 45°-Linie 91

Abb. 5.12: Einfluss des Deckwassers auf die Weißzuckerfarbe in Abhängigkeit vom Kristallgehalt, Modellanpassung nach Gl. 5.37 mit einer Magmafarbe von 4079 IE_{420} 93

Abb. 5.13: Vergleich der Modell- und Analysenwerte für das empirische Modell mit Berücksichtigung des Kristallgehalts; zum Vergleich die 45°-Linie 94

Abb. 5.14: Einfluss des Deckwassers auf die Weißzuckerfarbe in Abhängigkeit vom Füllgrad bei einer Magmafarbe von 2500 IE_{420} und einer Deckkläremenge von 6,5 kg/100 kg Magma 96

Abb. 5.15: Einfluss des Deckwassers auf die Weißzuckerfarbe in Abhängigkeit von der Magmafarbe bei einer Deckkläremenge von 6,5 kg/100 kg Magma 97

Abb. 5.16: Einfluss des Deckwassers auf die Weißzuckerfarbe in Abhängigkeit von der Deckkläremenge bei einer Magmafarbe von 2500 IE_{420} 98

Abb. 5.17: Einfluss des Deckwassers und der Magmafarbe auf die Weißzuckerfarbe ohne Kläredecke bei einem Füllgrad von 90 % 99

Abb. 5.18: Einfluss des Deckwassers und der Magmafarbe auf die Weißzuckerfarbe bei einer Kläredecke von 6 kg/100 kg Magma und einem Füllgrad von 90 % 99

Abb. 5.19: Einfluss des Deckwassers und der Magmafarbe auf die Weißzucker-farbe bei einer Kläredecke von 9 kg/100 kg Magma und einem Füll-grad von 90 % 100

Abb. 5.20: Einfluss des Deckwassers und der Magmafarbe auf die Weißzucker-farbe bei einer Kläredecke von 6 kg/100 kg Magma und einem Füll-grad von 50 % 101

Abb. 5.21: Aufbau eines Neurons 103

Abb. 5.22: Aufbau eines künstlichen Neurons 103

Abb. 5.23: Neuron mit einem Vektor als Eingangsgröße 104

Abb. 5.24: Neuron mit einem Vektor als Eingangsgröße in vereinfachter Schreibweise 105

Abb. 5.25: Neuronenschicht in ausführlicher und vereinfachter Schreibweise ... 105

Abb. 5.26: Neuronales Netz mit drei Neuronenschichten in ausführlicher Schreibweise 106

Abb. 5.27: Neuronales Netz mit drei Neuronenschichten in vereinfachter Schreibweise 107

Abb. 5.28: Prozessmodell der Zentrifuge als neuronales Netz 108

Abb. 5.29: Vergleich der Modell- und Analysenwerte für das neuronale Netz; zum Vergleich die 45°-Linie 109

Abb. 6.1: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten des Füllstands des Weißzucker-Einzugsbehälters 114

Abb. 6.2: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten des Füllstands eines Weißzucker-Kristallisators während einer Kristallisationscharge 116

Abb. 6.3: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten des Füllstands eines Weißzucker-Kristallisators während mehrerer Kristallisationschargen 117

Abb. 6.4: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten des Füllstands der WZ-Ausfüllmaische 119

Abb. 6.5: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten des Füllstands der WZ-Ausfüllmaische 119

Abb. 6.6: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten des Füllstands der Vorlagekristallisat-2-Maische, füllstands-gesteuerte Programmierung 120

Abb. 6.7: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten des Füllstands der Vorlagekristallisat-2-Maische, mengengesteuerte Programmierung 121

Abb. 6.8: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten der Temperatur des Vorlagekristallisat-1-Kristallisators 122

Abb. 6.9: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten der Farbe in Lösung des Weißzuckers 123

Abb. 6.10: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten des Füllstands des Klärevorlösebehälters (Abb. 6.10) und des Klärelösebehälters (Abb. 6.11) 123

Abb. 6.11: Vergleich der berechneten Modelldaten mit den Online-Messwerten des Füllstands des Klärevorlösebehälters (Abb. 6.10) und des Klärelösebehälters (Abb. 6.11) 123

Abb. 6.12: Übersichtsbild des Zuckerhaus-Prozessmodells im Werk A 124

Abb. 6.13: Kennlinie Anteil Dringlichkeit durch Rohzucker-Einzugsbehälter ... 128

Abb. 6.14: Vergleich der Modellvorausberechnung mit dem Messwert, 7.12.2003 131

Abb. 6.15: Vergleich der Modellvorausberechnung mit dem Messwert, 8.12. 2003 131

Abb. 6.16: Vergleich der Modellvorausberechnung mit dem Messwert, 4.12.2003 132

Abb. 6.17: Vergleich der Modellvorausberechnung mit dem Messwert, 7.5.2004 133

Abb. 6.18: Vergleich der Modellvorausberechnung mit dem Messwert, 30.4.2004 134

Abb. 6.19: Vergleich der Modellvorausberechnung mit dem Messwert, 10.5.2004 135

Abb. 6.20: Vergleich der Modellvorausberechnung mit dem Messwert, 1.5.2004 136

Abb. 6.21: Vergleich der Modellvorausberechnung mit dem Messwert, ohne Eingriff, 19.5.2004 137

Abb. 6.22: Vergleich der Modellvorausberechnung mit dem Messwert, ohne Eingriff, 13.5.2004 137

Abb. 6.23: Beispiel für Regelverletzungen bei der Statistischen Prozessführung 139

Abb. 6.24: Anzahl der Regelverletzungen in der Dicksaftkampagne 2004 140

Tabellen

Tab. 3.1: Diffusionskoeffizient D in m²/s 55

Tab. 3.2: Dynamische Viskosität η_L in mPa·s 55

Tab. 3.3: Dichte ρ_L in kg/m³ 55

Tab. 3.4: Reynoldszahl Re 56

Tab. 3.5: Schmidtzahl Sc 56

Tab. 3.6: Sherwoodzahl Sh 56

Tab. 3.7: Stoffübergangskoeffizient β in m/s 57

Tab. 6.1: Abweichung der Mittelwerte und der Standardabweichung der absoluten Differenz von Magmafarbe und Kristallgehalt 118

12. Literaturverzeichnis

1. Abad, O. M., Calviat, I. G., Perez, C. A., 1981: Estudio de la simulación de un tacho de azúcar crudo baja control automático. Cuba Azucar (1-3), 43-55

2. Andersson, G., 1946: Schleuderversuche. Socker Handlingar 2, 379-406

3. Anonym, 1990: Statistische Prozessführung (SPC). Hoechst, Firmenschrift

4. Anonym, 2001: Predictive control helps bake a better biscuit. Confectionery Production 67 (11), 16

5. Assenmacher, W., Merensky, H., Wöhrle, K., 1986: Automatische Steuerung einer Kochstation mit diskontinuierlichen Kochapparaten. Zuckerindustrie 111, 549-554

6. Athenstedt, M., 1961: Über die Zersetzung der Saccharose in alkalischer Lösung. Zeitschrift für die Zuckerindustrie 11, 605-611, 661-668

7. Austmeyer, K. E., 1981: Berechnung von Korngrößenverteilungen bei der technischen Saccharose-Kristallisation. Chemie Ingenieur Technik 53, 716-719

8. Austmeyer, K. E., 1982: Die kontinuierliche Kristallisation der Saccharose aus heutiger Sicht. Zuckerindustrie 107, 401-414

9. Austmeyer, K. E., 1990: Auflösen von Zucker. Zuckerindustrie 115, 250-260

10. Azevedo, F. S. de, Chorão, J., Gonçalves, M. J., Bento, L. S. M., 1993: Monitoring crystallization. Part 1: On line monitoring of white sugar crystallization through software sensors. International Sugar Journal 95, 483-488

11. Azevedo, F. S. de, Chorão, J., Gonçalves, M. J., Bento, L. S. M., 1994: Monitoring crystallization. Part 2: On line monitoring of white sugar crystallization through software sensors. International Sugar Journal 96, 18-26

12. Baihi, M., Bounahmidi, T., 1995: Modélisation et simulation d'un crystallisoir discontinu automatisé de sucrerie. 5. Colloque Maghrébin sur les Modèles Numériques de l'Ingénieur, 2, 697-702

13. Bates, D. M., Watts, D. G., 1981: Parameter transformations for improved approximate confidence regions in nonlinear least squares. Annals of Statistics 9, 1152-1167

14. Bates, D. M., Watts, D. G., 1988: Nonlinear regression analysis & its applications. Wiley, New York

15. Belhadj, M., Vandoolaeghe, F. X., 1993: Régulation avancée multivariable d'un évaporateur de sucrerie. Revue Générale d'Electricité 11, 17-21

16. Bennema, P., 1968: Surface diffusion and the growth of sucrose crystals. Journal of Crystal Growth 3-4, 331-334

17. Benneyan, J. C., 1998: Use and interpretation of statistical quality control charts. International Journal for Quality in Health Care 10, 69-73

18. Berglund, K. A., 1981: Formation and growth of contact nuclei. Dissertation, Iowa State University of Science and Technology

19. Berglund, K. A., Larson, M. A., 1982: Growth of contact nuclei of citric acid monohydrate. AIChE Symposium Series 78(215), 9

20. Berglund, K. A., Kaufman, E. L., Larson, M. A., 1983: Growth of contact nuclei of potassium nitrate. AIChE Journal 25, 867-869

21. Berglund, K. A., Larson, M. A., 1984: Modeling of growth rate dispersion of citric acid monohydrate in continuous crystallizers. AIChE Journal 30, 280-287

22. Binner, H. F., 2000: Prozeßorientierte TQM-Umsetzung. Hanser, München, 201-209, 221-232

23. Blem, K. E., Ramanarayanan, K. A., 1987: Generation and growth of secondary ammonium dihydrogen phosphate nuclei. AIChE Journal 33, 677-680

24. Bock, W., Litz, L., 1999: Automatisierung Zuckerhaussteuerung. Zwischenbericht 1. Stationäre und dynamische Modellierung der verfahrenstechnischen Zusammenhänge beim Kristallisator, unveröffentlicht

25. Bock, W., Litz, L., 2002: Zuckerhausautomatisierung Werk Regensburg. Dokumentation zum Sudfolge-Algorithmus, unveröffentlicht

26. Bohlin, M., Rasmuson, A. C., 1992a: Modeling of growth rate dispersion in batch cooling crystallization. AIChE Journal 38, 1853-1863

27. Bohlin, M., Rasmuson, A. C., 1992b: Application of controlled cooling and seeding in batch crystallization. Canadian Journal of Chemical Engineering 70, 120-126

28. Bothe, D. R., 1997: Measuring process capability: techniques and calculations for quality and manufacturing engineers. McGraw Hill, New York

29. Bouamrani, M., Isambert, A., Depeyre, D., 1994: Dynamic simulation for sugar crystallization plant control: a comparative study of specific and generalized

approaches. In: J. J. Bimbenet (Hrsg.): Automatic control of food and biological processes. Elsevier, Amsterdam, 167-174

30. Box, G. E. P., Hill, W. J., 1967: Discrimination among mechanistic models. Technometrics 9, 57-71

31. Box, G. E. P., Jenkins, G. M., MacGregor, J. F., 1974: Some recent advances in forecasting and control: part II. Applied Statistics 23, 158-179

32. Brack, G., 1970: Dynamische Modelle verfahrenstechnischer Prozesse. VEB Verlag Technik, Berlin

33. Brack, G., 1982: Einfache Modelle kontinuierlicher Prozesse. VEB Verlag Technik, Berlin

34. Brack, G., 1993: Automatisierungstechnik für Anwender. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig

35. Brauer, H., Mewes, D., 1971: Stoffaustausch einschließlich chemischer Reaktionen. Verlag Sauerländer, Hanau, 371-377

36. Broughton, N. W., Houghton, B. J., Sissons, A., 1986: Factors affecting white sugar colour. Part II: The sources of white sugar colours. Zuckerindustrie 111, 1039-1046

37. Bruhns, M., 2004: Viscosity of massecuites and the aptitude to centrifuge it. Association Andrew van Hook, 11. Symposium

38. Bruijn, J. M. de, Struijs, J. L. M., Bout-Diederen, M., 1998: Sugar degradation and color formation. Proceedings of the Sugar Processing Research Conference, 127-143

39. Bruijn, de, J. M., 2000: Farbbildung. In: P. W. van der Poel, H. Schiweck, T. Schwartz, (Hrsg.): Zuckertechnologie, Bartens, Berlin, 636-637

40. Bruijn, J. M. de, Bout-Diederen, M., Huijbregts, A. W. M., 2002: Characterization of colorants in sugarbeet processing using GPC with ELSD and diode array detection. Zuckerindustrie 127, 103-104

41. Brunner, F. J., Wagner, K. W., 1997: Taschenbuch Qualitäts-Management. Der praxisorientierte Leitfaden für Ingenieure und Techniker. Hanser, München, 164-165, 170-183

42. Bubník, Z., Kadlec, P., 1994: Modelling and dynamic simulation of cooling crystallization of sucrose. In: J. J. Bimbenet (Hrsg.): Automatic control of food and biological processes. Elsevier, Amsterdam, 175-182

43. Bubník, Z., Kadlec, P., Bubník, V., 1995a: Program for computing the properties of sucrose and its solutions. Commission Internationale Technique de Sucrerie (CITS), Proceedings of the 20. General Assembly, 48-55

44. Bubník, Z., Kadlec, P., Urban, D., Bruhns, M., 1995b: Sugar Technologists Manual. Bartens, Berlin, 132, Gl. 321/1, 83

45. Bubník, Z., Kadlec, P., Urban, D., Bruhns, M., 1995c: Sugar Technologists Manual. Bartens, Berlin, 224, Gl. 342/1, 66

46. Bubník, Z., Kadlec, P., Urban, D., Bruhns, M., 1995d: Sugar Technologists Manual. Bartens, Berlin, 206, Gl. 341/1, 64

47. Bubník, Z., Hladíková, I., 1995: Economic model of a sugar factory. Commission Internationale Technique de Sucrerie (CITS), Proceedings of the 20. General Assembly, 34-41

48. Bubník, Z., Kadlec, P., 1996: Program for simulation of cooling crystallization. Commission Internationale Technique de Sucrerie (CITS), Proceedings of the 20. General Assembly, 56-65

49. Buchholz, K., Schliephake, D., 1988: Über die Kampagne 1987 und neuere technische Entwicklungen. Zuckerindustrie 113, 361-379

50. Buchholz, K., Bruhns, M., 1995: Über die Kampagne 1994/95 und neuere technische Entwicklungen. Zuckerindustrie 120, 355-374

51. Buchholz, K., Bruhns, M., 1996: Über die Kampagne 1995/96 und neuere technische Entwicklungen. Zuckerindustrie 121, 305-326

52. Burton, W. K., Cabrera, N., Frank, F. C., 1951: The growth of crystals and the equilibrium structure of their surfaces. Philosophical transactions, Series A, The Royal Society, London, 243, 299-358

53. Burzawa, E., Heitz, F., 1995 : La cristallisation du sucre: des bases théoriques à la production industrielle. Industrie Alimentaire et Agricole 112, 522-532

54. Buyevich, Y. A., Mansurov, V. V., Natalukha, I. A., 1991: Instability and unsteady processes of the bulk continuous crystallization. 1: Linear stability analysis. Chemical Engineering Science 46, 2573-2578

55. Cadet, C., Toure, Y., Gilles, G., Chabriat, J. P., 1999: Knowledge modeling and nonlinear predictive control of evaporators in cane sugar production plants. Journal of Food Engineering 40 (1/2), 16, 59-70

56. Carruthers, A., Dutton, J. V., Oldfield, J. F. T., 1963: Chromogenic reducing substances in molasses. International Sugar Journal 65, 297-301, 330-334

57. Cecil, F., 1952: Probleme der Zentrifugendüsen. Zeitschrift für die Zuckerindustrie 7, 224-226

58. Cecil, F., 1954: Ausbeute und Zentrifugendüsen. Zeitschrift für die Zuckerindustrie 8, 337-339

59. Chapman, F. M., 1963: Theory of the centrifugal process. In: P. Honig (Hrsg.): Principles of Sugar Technology. Vol. III, Elsevier, Amsterdam, 223-260

60. Christian, J. B., Sylvana, O., 2003: Simulating aqueous processes. Chemical Engineering Progress 99(9), 32-39

61. Christoph, D., Schmidt, T., Senge, B., 1998: Fließeigenschaften von reinen und technischen Saccharoselösungen in Temperaturbereichen von 30 bis 130 °C. Zuckerindustrie 123, 876-883

62. Claassen, 1943: Die Zuckerfabrikation. 7. Auflage, Magdeburg, 258-259

63. Clarke, M. A., Blanco, R. S., 1988: Recent observations on sugar colorants in cane sugar refineries. Proceedings of the Sugar Processing Research Conference 1986, 292-306

64. Clarke, M. A., Godshall, M. A., Blanco, R. S. Perret, G. T., 1989: Beet sugar colorant: recent studies. Zuckerindustrie 114, 709-713

65. Clarke, M. A., Godshall, M. A., 1990: Polysaccharide and colorant: a progress report. Proceedings of the Sugar Processing Research Conference, 322-336

66. Cronewitz, Th., Jäkel, W., Korn, K., 1976: Eine Kostenanalyse von verschiedenen Arbeitsweisen bei der Deckwasserzugabe in Weißzuckerzentrifugen. Zucker 29, 230-237

67. Cronewitz, Th., Witte, G., 1980: Einfluß verschiedener Betriebsbedingungen auf die Weißzuckerqualität. Vortrag anlässlich der Südzucker Frühjahrskonferenz. In: Dandar, R., 2000: Untersuchungen der Einflußfaktoren auf die Endproduktqualität bei der technischen Kristallisation von Saccharose. Dissertation, TU Berlin

68. Dauvois, P., Sasia, G., Depeyre, D., Isambert, A., Chraibi, H., 1989: Modelization of the crystallization sector. Sugar Industry Technologists, Publication of Technical Papers and Proceedings of the 48. Annual Meeting, 54-73

69. Delavier, H. J., Hirschmüller, H., 1968: Distribution of non-sucrose in sucrose crystals. International Society of Sugar Cane Technologists, Proceedings of the 13. Conference, 342-350

70. Demuth, H., Beale, M., 2001: Neural Network Toolbox. The MathWorks, Natick

71. Depeyre, D., Isambert, A., Ducloux, P., Chraibi, H., Dauvois, P., Kuipers, S., Roy, D., 1989: Using a dynamic simulation model of discontinuous crystallization in sugar industry as process control tool. In: R. Eckermann (Hrsg.): Computer application in the chemical industry, 293-300

72. Diaz, T., Friedmann, P., 1975: Modelo matemático de un tacho de azúcar crudo. Cuba Azucar, 10-12, 34-38, 39-46

73. DIN Deutsches Institut für Normung, 1995: Qualitätsmanagement und Statistik. Verfahren 3: Qualitätsmanagementsysteme. DIN EN ISO 9001, DIN EN ISO 9002, DIN EN ISO 9004, Beuth, Berlin

74. Doherty, W. O. S., Wright, P. G., 2001: Laboratory studies of the partitioning of impurities in sugar crystals. Australian Society of Sugar Cane Technologists, Proceedings of the 23. Conference, 330-336

75. Drechsel, Th., 2003: Mit Simulation die Produktion optimieren. VDI-Zeitung 145, 49-50

76. Duncan, A. J., 1986: Quality control and industrial statistics. Irwin, Homewood

77. Dutton, J. V., 2000: Kristallfarbe und Kristalleinschlüsse. In: P. W. van der Poel, H. Schiweck, T. Schwartz, (Hrsg.): Zuckertechnologie. Bartens, Berlin, 728-732

78. Eckelmann, W., Schuler, H., 1992: Beiträge der Prozeßleittechnik zur Qualitätssicherung in der chemischen Produktion. Chemie Ingenieur Technik 64, 117-124

79. Eichhorn, H., 1966: Über das Trennen von Kristall-Sirup-Gemischen mit Zentrifugen. Zeitschrift für die Zuckerindustrie 16, 463-468

80. Eichhorn, H. Bollmann, D., 1967: Betriebsversuche über die Reinigung von Zucker in Zentrifugen. Zeitschrift für die Zuckerindustrie 17, 246-261

81. Eichhorn, H., 1994a: Diskontinuierlich und kontinuierlich arbeitende Zentrifugen für die Zuckerindustrie. Teil 1. Zuckerindustrie 119, 191-198

82. Eichhorn, H., 1994b: Diskontinuierlich und kontinuierlich arbeitende Zentrifugen für die Zuckerindustrie. Teil 2. Zuckerindustrie 119, 383-390

83. Ekelhof, B., 1997: Gesamtmodell der Kristallisationskinetik der Saccharose in reinen und unreinen Lösungen. Dissertation, TU Braunschweig

84. Emmerich, A., 1994: Dichte von Saccharoselösungen. Zuckerindustrie 119, 120-123

85. Evans, L. B., Trearchis, G. P., Jones, C., 1970: Simulation study of a vacuum pan sugar crystallizer: part 2. Sugar y Azucar 65 (12), 19-25

86. Farrell, R. J., Tsai, Y. C., 1994: Modeling, simulation and kinetic parameter estimation in batch crystallization processes. AIChE Journal 40, 586-593

87. Finot, P. A., Aeschbacher, H. U., Hurrell, R. F., Liardon, R., 1990: The maillard reaction in food processing. Human Nutrition and Physiology, Birkhäuser, Basel

88. Fleischer, L.-G., 2005: Algorithmen zur Berechnung des Diffusionskoeffizienten, persönliche Mitteilung

89. Foubert, I., Vanrolleghem, P. A., Vanhoutte, B., Dewettinck, K., 2002: Dynamic mathematical model of the crystallization kinetics of fats. Food Research International 35, 945-956

90. Franck, R., David, R., Villermaux, J., 1988: Crystallization and precipitation engineering. 2: A chemical reaction engineering approach to salicyclic acid precipitation: modelling of batch kinetics and application to continuous operation. Chemical Engineering Science 43(1), 69-77

91. Fujimaki, M., Namiki, M., Kato, H., 1986: Amino-carbonyl reactions in food and biological systems. Elsevier, Amsterdam

92. García Guerra, P., 1980: Modelos matimáticos para una refinería de azucar. Centro Azucar 7(3), 109-117

93. García-Riuz, A., Cabezas, L., Martín-Alvarez, P. J., Cabezudo, M. D., 1998: Prediction of the ripening times of Manchego cheese using multivariate statistical analyse: a preliminary study. Zeitschrift Lebensmitteluntersuchung und Forschung 206, 382-386

94. Garside, J., Ristic, R. I., 1983: Growth rate dispersion among ADP crystals formed by primary nucleation. Journal of Crystal Growth 61, 215-220

95. Garside, J., 1985: Industrial crystallization from solution. Chemical Engineering Science 40, 3-26

96. Geibig, K. F., Furchert, M., 1991: Qualitätssicherung in der chemischen Produktion. Chemie Ingenieur Technik 63, 123-127

97. Georgieva, P., Azevedo, F. S. de, Goncalves, M. J., Ho, P., 2003: Modeling of sugar crystallization through knowledge integration. Engineering in Life Sciences 3(3), 146-153

98. Gilmer, G. H., Ghez, R., Cabrera, N., 1971: An analysis of combined surface and volume diffusion processes in crystal growth. Journal of Crystal Growth 8, 79-93

99. Gillett, T. R., 1953: Effect of pH on colour und color development. In: P. Honig (Hrsg.): Principles of Sugar Technology. Vol. I. Elsevier, Amsterdam, 248-254

100. Giorgi, M. M., Honoré, n.n., Dufrenne, J., 1974: Contribution à la cristallisation du saccharose en solutions aqueuses pures. Sucrerie Française 115 (7), 305-310

101. Girolami, M. W., Rousseau, R. W., 1985: Size-dependent crystal growth: a manifestation of growth rate dispersion in the potassium alum-water system. AIChE Journal 31, 1821-1828

102. Gitlow, H., Gitlow. S., Oppenheim, A., Oppenheim, R., 1989: Tools and methods for the improvement of quality. Irwin, Homewood

103. Godshall, M. A., Clarke, M. A., 1988: High molecular weight colour in raw and refined sugars. Sugar Industry Technologists, Publication of Technical Papers and Proceedings of the 47. Annual Meeting, 180-193

104. Godshall, M. A., Clarke, M. A., Dooley, C. D., Blanco, R. S., 1991: Progress in beet sugar colorant research. Journal of the International Institute for Sugar Beet Research 28 (3/4), 155-165

105. Gomolka, W., 1985: Contribution à l'étude de l'analyse dynamique, de la simulation et de l'automatisation d'un procédé d'évaporation à multiples effets. Dissertation, Ecole Centrale des Arts et Manufactures, Paris

106. Gottschalk, U., 1963: Versuche zur Wassereinspritzung in Zentrifugen. Zucker 16, 283-288

107. Grimsey, I. M., Herrington, T.-M., 1996: The incorporation of colored compounds in sucrose crystals. Zuckerindustrie 121, 1, 40-45

108. Grimwood, G. C., Thompson, P. D., 1999: Process performance of high capacity centrifugals. International Sugar Journal 101, 505-509

109. Gros, H., 1979: A model for vacuum pan crystallizers. Computer Applications in Chemical Engineering, 12. Symposium, 1010-1020

110. Grut, E. W., 1937: Untersuchung von Uebersättigung und Viskosität in Kühlmaischen für Erst-Produkt. Centralblatt für die Zuckerindustrie 45, 345-347

111. Gudmundson, C., 1993: The technical process control system in the swedish sugar factories. 18. Meeting of the CITS Subcommitee Measurement and Process Control, Peterborough, 1

112. Guo, S. Y., White. E. T., 1984: The distribution of impurities in inclusions in sugar crystals. International Society of Sugar Cane Technologists, Proceedings of the 6. Conference, 333-342

113. Hangyál, K., Parádi, L., 1984 : Die Anhäufung von Farbstoffen im Prozeß der Zuckergewinnung. Zuckerindustrie 109, 1009-1013

114. Hartel, R. W., Randolph, A. D., 1986: Mechanisms and kinetic modeling of calcium oxalate crystal aggregation in a urinelike liquor. AIChE Journal 32, 1186-1195

115. Heffels, S., Jong, E. J. de, Sinke, D. J., 1987 : Growth rate of small sucrose crystals at 70 °C. Zuckerindustrie 112, 511-517

116. Heffels, S., Jong, E. J. de, 1988: Modelling sucrose crystal growth. Zuckerindustrie 113, 781-786

117. Hering, E., Triempel, J., 1996: CAQ im TQM. Rechnergestütztes Qualitätsmanagement. Vieweg Verlag, Wiesbaden

118. Heyns, K., Hauber, R., 1970: Determination of the structure of specific ^{14}C-labeled brown polymerisates of sorbose by thermal fragmentation. Justus Liebig's Annalen der Chemie 733, 159-169

119. Higgenbotham, J. D., 2000: Farbstoffe. In: P. W. van der Poel, H. Schiweck, T. Schwartz, (Hrsg.): Zuckertechnologie. Bartens, Berlin, 1021-1022

120. Hoffmann, T., Bors, W., Stettmaier, K., 1999: Radical-assisted melanoidin formation during thermal processing of food as well as under physiological conditions. Journal of Agricultural and Food Chemistry 47, 391-396

121. Hollnagel, A., Kroh, L. W., 2000: Degradation of oligosaccharides in non enzymatic browning by formation of α-dicarbonyl compounds via a "peeling off" mechanism. Journal of Agricultural and Food Chemistry 48, 6219-6229

122. Hollnagel, A., Kroh, L. W., 2002: 3-Deoxypentosulose: an alpha-dicarbonyl compound predominating in non enzymatic browning of oligosaccharides in aqueous solution. Journal of Agricultural and Food Chemistry 50, 1659-1664

123. Honig, P. (Hrsg.), 1959: Principles of Sugar Technology II. Elsevier, Amsterdam, 183

124. Hook, A. van, Tehler, F. P., Roth, E. J., Rousseau, R. A., Hook, W. A. van, 1959: Rate of growth of sucrose crystals in pure sugar solutions. International Sugar Journal 61, 167-171

125. Hounslow, M. J., Ryall, R. L., Marshall, V. R., 1988: A discretized population balance for nucleation, growth, and aggregation. AIChE Journal 34, 1821-1832

126. Hounslow, M. J., 1990: A discretized population balance for continuous systems at steady state. AIChE Journal 36, 106-116

127. Human, H. J., Enckevork, W. J. P. van, Bennema, P., 1982: Spread in growth rates on the (111), (100) and (110) faces of potash alum growing from aqueous solutions. Proceedings of the 8. Symposium on Industrial Crystallization, 387

128. ICUMSA, 1994: ICUMSA Methods Book, ICUMSA Publications Department, Norwich, GS 2/3-9

129. Imming, R., Bliesener, K.-M., Buchholz, K., 1994: Chemische Grundlagen der Farbstoffbildung in hochkonzentrierten Saccharoselösungen. Zuckerindustrie 119, 915-919

130. Jager, J., Kramer, H. J. M., Scarlett, B., Jong, E. J. de, 1991: Effect of scale of operation on CSD dynamics in evaporative crystallizers. AIChE Journal 37, 182-192

131. Jahn, W., Anghel, C., 2000: Gegen eindimensionales Denken. Qualität und Zuverlässigkeit 45, 1140-1145

132. James, A. M., Clarke, M. A., Blanco, R. S., 1986: Recycling of non-sugars in sugar refineries. Sugar Industry Technologists, Publication of Technical Papers and Proceedings of the 45. Annual Meeting, 225-251

133. Janse, A. H., Jong, E. J. de, 1976: The occurrence of growth dispersion and its consequences. In: J. W. Mullin (Hrsg.): Industrial Crystallization. Plenum Press, New York, 145

134. Jansens, P. J., Bruinsma, O. S. L., Rosmalen, G. M. van, 1995: Optimization and modeling of the crystallization process in a cascade with backmixing. AIChE Journal 41, 828-837

135. Jones, A. G., 1974: Optimal operation of a batch cooling crystallizer. Chemical Engineering Science 29, 1075-1087

136. Julienne, L. M. S. A., 1984: Exhaustion and colour investigation in A-massecuite. South African Sugar Technologists, Proceedings of the 58. Assembly, 42-46

137. Kadlec, P., Bretschneider, R., Dandar, A., 1981 : La mesure et le calcul des propriétés physico-chimiques des solutions sucrées. Sucrerie Belge 100, 45-53

138. Kelly, J., D., 2004: Formulating production planning models. Chemical Engineering Progress 100(1), 43-50

139. Kister, H. Z., Daniel, F., 2002: Can we believe the simulation results? Chemical Engineering Progress 98(1), 52-58

140. Kleppmann, W., 1998: Taschenbuch Versuchsplanung. Produkte und Prozesse optimieren. Hanser, München

141. Koch, J., Pischetsrieder, M., Polborn, K., Severin, T., 1998: Formation of pyridinium betaines by reaction of hexoses with pimary amines. Carbohydrate Research 313, 117-123

142. Konrad, Ch., Schmeck, J., Schüpfer, G., 2001: Statistische Prozeßkontrolle zum Qualitätsmanagement in der Anästhesie. Anästhesiologie & Intensivmedizin 42, 946-950

143. Kubaninow, N., 1974: Die enzymatische Bestimmung von D-Glucose und D-Fructose in Zuckerrüben und Betriebssäften der Zuckerproduktion und Vergleich ihrer Ergebnisse mit den Werten der Berliner Institutsmethode. Zucker 27, 72-78

144. Kulschewski, H., Ahlers, R.-J., 1992: Verfahren zur Bestimmung und Prüfung der Qualität von kristallinen Produkten, insbesondere von Zucker, sowie Einrichtung zur Durchführung eines solchen Verfahrens. Patent DE 42 15 948 vom 18.11.1993

145. Kurudis, S., 1988: Versuche zur mathematischen Formulierung der thermophysikalischen und reaktionskinetischen Vorgänge bei der Eindampfung technischer Saccharoselösungen. Dissertation, TU Berlin

146. Kurudis, S., Mauch, W., 1991: Versuch zur Berechnung der Intensität der Bräunungsreaktion in saccharosehaltigen Modelllösungen. Zuckerindustrie 116, 261-265

147. Laguerie, C., Angelino, H., 1979: Determination of crystal growth rates. Proceedings of the 7. Symposium on Industrial Crystallization, 377

148. Lamusse, J. P., Randbell, M., 1959: The washing of commercial sugar in centrifugals. Mauritius Sugar Industry Research Institute, Annual Report, 89-93

149. Lange, H., 1963: Die Entwicklung vollautomatischer Zentrifugen. Zucker 16, 473-476

150. Liang, B. M., Hartel, R. W., Berglund, K. A., 1987: Growth rate in seeded batch sucrose crystallization. AIChE Journal 33, 2077-2079

151. Lionnet, G. R. E., 1987: Impurity transfer during A-massevuite boiling. South African Sugar Technologists, Proceedings of the 61. Conference, 70-75

152. Lionnet, G. R. E., 1988: The effect of some operational factors on colour transfer during pan boiling. South African Sugar Technologists, Proceedings of the 62. Conference, 39-41

153. Lionnet, G. R. E., 1991: Colour transfer from liquor to crystal, during refining of south African raw sugar. Commission Internationale Technique de Sucrerie (CITS), Proceedings of the 19. General Assembly, 15-30

154. Lui, C. Y., Tsuei, H. S., Youngquist, G. R., 1971: Crystal growth from solution. Chemical Engineering Progress Symposium Series 67(110), 43

155. MacGregor, J. F., 1988: On-line statistical process control. Chemical Engineering Progress 84(10), 21-31

156. Mackintosh, D. L., 1970: Studies on liquid inclusions in sugar crystals. Dissertation, University of Queensland

157. Mackintosh, D. L., White, E. T., 1968: Enclave inclusions in sugar crystals. Queensland Society of Sugar Cane Technologists, Proceedings of the 35. Conference, 245-253

158. Mackintosh, D. L., White, E. T., 1969: Enclave inclusions in sugar crystals. Queensland Society of Sugar Cane Technologists, Proceedings of the 36. Conference, 291-298

159. Madsen, R. F., Nielsen, W., 1978a: Die Kampagne 1977 in der A/S De Danske Sukkerfabrikker. Zuckerindustrie 103, 831-840

160. Madsen, R. F., Nielsen, W., Winstrom-Olsen, B., Nielsen, T. E., 1978b: Formation of colour compounds in production of sugar from sugar beet. Sugar Technology Reviews 6, 49-115

161. Madsen, R. F., 1995: ECAP: a new program calculating and simulating the energy balance in sugar factories. Commission Internationale Technique de Sucrerie (CITS), Proceedings of the 20. General Assembly, 27-33

162. Mäkelä, M., 1981: Mathematisches Formulieren und digitales Simulieren einer Verdampfstation in der Rübenzuckerindustrie. Zuckerindustrie 106, 989-993

163. Mamzic, C. L., Tucker, T. W., 1988a: SPC in the process industries: part 1. Hydrocarbon Processing 67, 132B-132P

164. Mamzic, C. L., Tucker, T. W., 1988b: SPC in the process industries: part 2. Hydrocarbon Processing 12, 34C-34H

165. Mann, G. F., 1987: Modifications to the boiling procedures at Sezela in an attempt to reduce VHP sugar colour. South African Sugar Technologists, Proceedings of the 61. Conference, 83-85

166. Mantovani, G., Gilli, G., Fagioli, F., 1965: Modifikationen des Habitus von Saccharosekristallen in Gegenwart einiger Nichtsaccharosestoffe. Zeitschrift für die Zuckerindustrie 15, 690-692

167. Mantovani, G., 1985: Coloring matter in sucrose crystals. Industria Saccarifera Italiana 78, 7-14

168. Mantovani, G., Vaccari, G., Sgualdino, G., Aqualino, D., Rubbo, M., 1985: Sucrose crystals colour as a function of some industrial crystallization parameters. Industria Saccarifera Italiana 78, 79-86

169. Mantovani, G., Vaccari, G., Sgualdino, G., Aquilano, D., Rubbo, M., 1986a: Investigation in industrial factors decreasing sugar crystal colour. Zuckerindustrie 111, 643-648

170. Mantovani, G., Vaccari, G., Sgualdino, G., Aqualino, D., Rubbo, M., 1986b: Colouring matter inclusions in sucrose crystals. International Society of Sugar Cane Technologists, Proceedings of the 14. Conference, 663-669

171. Marchal, P., David, R., Klein, J. P., Villermaux, J., 1988: Crystallization and precipitation engineering. 1: An efficient method for solving population balance in crystallization with agglomeration. Chemical Engineering Science 43(1), 59-67

172. Mauch, W., 2000: Qualität von Weißzucker und seinen Handelsformen. In: P. W. van der Poel, H. Schiweck, T. Schwartz, (Hrsg.): Zuckertechnologie. Bartens, Berlin, 89-93, 99-101

173. Maurandi, V., 1975: Théorie et pratique de la cuisson du sucre. Sucrerie Belge 94, 105-120, 141-169, 189-196

174. Maurandi, V., 1981: Nucleation kinetics in supersaturated solutions: a review. Zuckerindustrie 106, 993-998

175. Maurandi, V., Rossi, A., 1983: La cinétique des sirops impurs appliquée à la cristallisation industrielle du saccharose. Industries Alimentaires et Agricoles 100, 469-474

176. Meadhra, R. O., Kramer, H. J. M., Rosmalen, G. M. van, 1996: Model for secondary nucleation in suspension crystallizer. AIChE Journal 42, 973-982

177. Melikhov, I. V., Berliner, L. B., 1981: Simulation of batch crystallization. Chemical Engineering Science 36, 1021-1034

178. Mera, N., 2002: Introduction of information communication technologies (ICTs) to sugar refineries. International Sugar Journal 104, 212-213

179. Michelberger, Th., 1994: On-line measurement of white sugar quality (colour) after the centrifugals using a NELTEC apparatus in a German sugar factory. Zuckerindustrie 119, 487

180. Morita, N., Ionue, K., Takagi, M., 1981: Quinoxalines derived from D-glucose and o-phenylenediamine in weakly acidic medium. Agricultural and Biological Chemistry 45, 2665-2668

181. Moritsugu, T., Payne, J. H., 1965: Effect of some variables on the quality of crystalline sucrose. International Society of Sugar Cane Technologists, Proceedings of the 12. Conference, 1653-1660

182. Morris, C. E., 1997: Predictive control boosts quality, flexibility, energy efficiency. Journal of Food Engineering 69(11), 65-68

183. Mosel, P., Kemter, H.-R., Cronewitz, Th., 1986: Zur Anwendung einer Sirupdecke bei periodisch arbeitenden Zentrifugen. Zuckerindustrie 111, 211-216

184. Murphy, A., Punter, G. A., Thompson, P. D., 1991: Enhancement of a three boiling scheme. International Sugar Journal 93, 33-38

185. Nembhard, H. B., Mastrangelo, C. M., Kao, M. S., 2001: Statistical monitoring performance for startup operations in a feedback control system. Quality and Reliability Engineering International 17, 379-390

186. Nevistíc, V., Morari, M., 1996: Robustness of model predictive control-based schemes for constrained control of nonlinear systems. Proceedings of the IFAC World Congress, San Francisco, 25-30

187. Nielsen, B. Ch., 1996: Colour measurement for process control: in-line measurement of sugar colour in IU420 units. International Sugar Journal 98, 524-527

188. Nielsen, B. Ch., Malgoyre, R., Verhaeghe, F., 1999: Centrifugal washing optimisation by real-time colour measurement. Sugar Industry Technologists, Publication of Technical Papers and Proceedings of the 58. Annual Meeting, 323-330

189. Noël, C., 1990 : Cinétique de la cristallisation en milieu impur. Sucrerie Française 131 (11/12), 19-27

190. Noffsinger J. R., Anderson R. B., 2002: Effect of autocorrelated data on composite panel production monitoring and control: a comparison of SPC techniques. Forest Products Journal 52, 60-67

191. Oakland, J. S., Followell, R. F., 1990: Statistical Process Control: a practical guide. Heinemann, Oxford

192. Ogata, K., 1990: Modern Control Engineering. Prentice Hall, Englewood Cliffs

193. Ogunaike, B. A., Ray, W. H., 1994: Process Dynamics, Modeling, and Control. Oxford University Press, New York

194. Ott, E. R., 2000: Process Quality Control: Troubleshooting and interpretation of data. McGraw Hill, New York

195. Pérez-Coello, M. S., Martín-Alvarez, P. J., Cabezudo, M. D., 1999: Prediction of the storage time in bottles of Spanish white wines using multivariate statistical analysis. Zeitschrift Lebensmitteluntersuchung und Forschung 208, 408-412

196. Perry, R. H. (Hrsg.), 1999: Perry's Chemical Engineers' Handbook. McGraw Hill, New York, 18-106/107, 18-122/123

197. Poel, P. W. van der, 1980: Qualitätsbeeinflussung der Zuckerkristalle durch die Arbeit mit Rührwerken. Erfahrungen bei der CSM. Zuckerindustrie 105, 237-240

198. Poel, P. W. van der, Visser, N. H. M. de, Bleyenberg, C. C., 1982: Developments in computer and on-line control in the beet sugar factory. Sugar Technology Reviews 9, 1-58

199. Poel, P. W. van der, Struijs, J. L. M., Vriends, J. P. M., Marijnissen, A. A. W., 1986: Farbbildung und Farbeliminierung aus Kristallen. Zuckerindustrie 111, 1032-1039

200. Poel, P. W. van der, Schiweck, H., Schwarz, T., (Hrsg.), 2000a: Zuckertechnologie. Bartens, Berlin, 76, Tab. 1/6

201. Poel, P. W. van der, Schiweck, H., Schwarz, T., (Hrsg.), 2000b: Zuckertechnologie. Bartens, Berlin, 718, Tab. 12/12

202. Poel, P. W. van der, Schiweck, H., Schwarz, T., (Hrsg.), 2000c: Zuckertechnologie. Bartens, Berlin, 1135-1148

203. Polke, R., 1990: Qualitätssicherung in der Feststoffverfahrenstechnik. Chemie Ingenieur Technik 62, 813-821

204. Pot, A., 1983: Industrial sucrose crystallization. Dissertation, University of Technology, Delft

205. Poveda, J. M., García, A., Martín-Alvarez, P. J., Cabezas, L., 2004: Application of partial least squares (PLS) regression to predict the ripening time of Manchego cheese. Food Chemistry 84, 29-33

206. Powers, H. E. C., 1966: Über die Kristallisation von Saccharose. Zeitschrift für die Zuckerindustrie 16, 20-27

207. Powers, H. E. C., 1970: Sucrose crystals: inclusions and structure. Sugar Technology Reviews 1, 85-190

208. Preuß, H., 1992: Fuzzy Control. Heuristische Regelung mittels unscharfer Logik. Automatisierungstechnische Praxis 34, 176-184

209. Psichogios, D. C., Ungar, L. H., 1992: A hybrid neural network-first principles approach to process modeling. AIChE Journal 38, 1499-1510

210. Qiu, Y., Rasmuson, A. C., 1990 : Growth and dissolution of succinic acid crystals in a batch stirred crystallizer. AIChE Journal 36, 665-675

211. Rádek, J., 1996: Modeling and simulation of sugarhouse. Commission Internationale Technique de Sucrerie (CITS), Proceedings of the 20. General Assembly, 1995, 66-73

212. Ramanarayanan, K. A., Berglund, K. A., Larson, M. A., 1985: Growths kinetics in the presence of growth rate dispersion from batch crystallizers. Chemical Engineering Science 40, 1604-1608

213. Randolph, A. D., White, E. T., 1977: Modeling size dispersion in the prediction of crystal-size distribution. Chemical Engineering Science 32, 1067-1076

214. Rathert, H., 1990: Betriebserfahrungen mit einem neuen Mehrgrößen-Regelungsentwurf für Destillationskolonnen. Automatisierungstechnische Praxis 32, 351-356

215. Read, W. T., 1953: Dislocations in crystals. McGraw Hill, New York

216. Reinefeld, E., Bliesener, K.-M., Kunz, M., 1978: Über die Reaktivität von Glucose und Fructose bei der Carbonylamino-Reaktion in technischen Zuckersäften. Zuckerindustrie 103, 20-28

217. Reinefeld, E., 1983: Über die Kampagne 1982. Zuckerindustrie 108, 307-319

218. Reinefeld, E., Bliesener, K.-M., Borrass, V., Poltrock, U., 1984: Studien über die Bräunung technischer Zuckersäfte unter besonderer Berücksichtigung phenolischer Komponenten. Zuckerindustrie 109, 222-230

219. Rendleman, J. A., 1987: Complexation of calcium by melanoidin and its role in determining bioavailability. Journal of Food Science 52, 1699-1705

220. Richalet, J., 1994: Model based predictive control. In: J. J. Bimbenet (Hrsg.): Automatic control of food and biological processes. Elsevier, Amsterdam, 253-264

221. Riffer, R., 1998: Color, turbidity, and reflectance measurements. Subject 7, ICUMSA, Proceedings of the 22. Session, 238-258

222. Rinne, H., Mittag, H. J., 1996: Statistische Methoden zur Qualitätssicherung. Hanser, München

223. Roberts, E. J., Clarke, M. A., Godshall, M. A., Carpenter, F. G., 1978: Removal of some polysaccharides in refineries. Sugar Journal 40(8), 21-23

224. Rohani, S., Haeri, M., Wood, H. C., 1999a: Modeling and control of a continuous crystallization process. Part 1: Linear and non-linear modeling. Computers & Chemical Engineering 23(3), 263-277

225. Rohani, S., Haeri, M., Wood, H. C., 1999b: Modeling and control of a continuous crystallization process. Part 2: Model predictive control. Computers & Chemical Engineering 23(3), 279-286

226. Rossi, A., Maurandi, V., 1980: The influence of colorants and ash content of syrup on white sugar quality. Zuckerindustrie 105, 906-910

227. Rousset, F., Saincir, Y., Daclin, M., 1989a: Automatic process control of multiple-effect evaporation: part I. Zuckerindustrie 114, 323-328

228. Rousset, F., Saincir, Y., Daclin, M., 1989b: Automatic process control of multiple-effect evaporation: part II. Zuckerindustrie 114, 470-476

229. Rumelhart, D., G. Hinton, R. Williams (1986): Learning representations by back-propagating errors. Nature 323, 533-536

230. Sandera, K., Mirčev, A., 1934: Einfluss der physikalischen Eigenschaften des Sirups und der Zuckerkristalle auf die Ergebnisse des Schleuderns. Zeitschrift für die Zuckerindustrie der Cechoslovakischen Republik 58(15), 305-309

231. Sanders, R., Moodley, M., 1991: Liquor washing in refinery centrifugals. South African Sugar Technologists, Proceedings of the 65. Assembly, 179-181

232. Sanigar, K. M. A., Harvey, C. W. C., Morten, H., 1991: The use of statistical process control within British Sugar. Commission Internationale Technique de Sucrerie (CITS), Proceedings of the 19. General Assembly, 253-267

233. Sanigar, K. M. A., Harvey, C. W. C., Morten, H., 1992: The use of statistical process control within British Sugar. Zuckerindustrie 117, 94-98

234. Sanigar, K. M. A., 2000: Online-Kontrolle. In P. W. van der Poel, H. Schiweck, T. Schwartz, (Hrsg.): Zuckertechnologie. Bartens, Berlin, 1084-1094

235. Saska, M., 1991: Entrainment of dextrans, Na and K in sucrose crystallization. Commission Internationale Technique de Sucrerie (CITS), Proceedings of the 19. General Assembly, 133-149

236. Sázavský, V., 1963: Neuzeitliche Arbeitsschemas für Weißzuckerfabriken. Zeitschrift für die Zuckerindustrie 13, 252-260

237. Sázavsky, V., 1964: Farbstoffbilanzierung bei der Zuckeraffination. Zeitschrift für die Zuckerindustrie 14, 678-679

238. Schick, R., 1994: Farbbilanzen bei der Saccharosekristallisation. Ein Hilfsmittel zur Optimierung der Zuckerarbeit. Zuckerindustrie 119, 762-768

239. Schiweck, H., Büsching, L., 1974: Das Verhalten von Glucose und Fructose während der Zuckerfabrikation. Zucker 27, 122-128

240. Schiweck, H., 1967: Die Bestimmung der Korngrößenzusammensetzung, der Teilchenzahl und der Oberfläche von Zuckerhaufwerken mit Hilfe von Sieb- und Sedimentationsanalysen. Zucker 20, 33-44

241. Schiweck, H., 2000a: Chemische Veränderungen der Sirupe im Zuckerhaus. In: P. W. van der Poel, H. Schiweck, T. Schwartz, (Hrsg.): Zuckertechnologie. Bartens, Berlin, 704-707

242. Schiweck, H., 2000b: Farbstoffmassenströme. Verfärbungen in den einzelnen Verfahrensabschnitten. In: P. W. van der Poel, H. Schiweck, T. Schwartz, (Hrsg.): Zuckertechnologie. Bartens, Berlin, 808-811

243. Schiweck, H., 2000c: Kristallwachstum, Teilchenanzahl und Kristallgröße. In: P. W. van der Poel, H. Schiweck, T. Schwartz, (Hrsg.): Zuckertechnologie. Bartens, Berlin, 717-723

244. Schliephake, D., 1965: Die Diffusion der Saccharose in wäßriger Lösung. Zucker 18, 138-142

245. Schliephake, D., Orlowski, F. A., 1971: Stoffübergang in Kristallsuspensionen unter verschiedenen Strömungsbedingungen am Beispiel der Saccharosekristallisation. Chemie Ingenieur Technik 43, 676-682

246. Schliephake, D., Petersen, H., Schneider, F., 1974: Einfluss der Strömungsverhältnisse auf die Kristallisationsgeschwindigkeit der Saccharose. Zucker 27, 113-120

247. Schliephake, D., Austmeyer, K., 1976: Verwendung dimensionsloser Gruppen bei der Berechnung der Schwebebettkristallisation. Chemie Ingenieur Technik 48, 895

248. Schliephake, D., Ekelhof, B., Sittel, G., 1992: Perspektiven der Zuckertechnologie. Teil 2. Technische Perspektiven für den Bereich der Kristallisation. Zuckerindustrie 117, 549-556

249. Schneider, F. (Hrsg.), 1968: Technologie des Zuckers. Schaper, Hannover

250. Schneider, F., Emmerich, A., 1965: Die Problematik der Qualitätsbestimmung von Zucker. Zucker 18, 397-406

251. Schneider, F., Emmerich, A., Reichel, C., 1964: Zur Qualitätsbestimmung von weißen Verbrauchszuckern. Zucker 17, 416-420

252. Schubert, H., Heidenreich, E., Liepe, F., Neeße, T., 1990: Mechanische Verfahrenstechnik. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 46

253. Seborg, D. E., Edgar, T. F., Mellichamp, D. A., 1989: Process dynamics and control. Wiley, New York

254. Semlali, N., Hassani, A., Saidi, K., Bounahmidi, T., 2001: Steady state modeling and simulation of an industrial sugar continuous crystallizer. Computers & Chemical Engineering 25, 1351-1370

255. Semlali, N., Hassani, A., Saidi, K., Bounahmidi, T., 2002: Steady state modeling and simulation of an industrial sugar continuous crystallizer: application to the whole stages of sugar beet crystallizers. International Sugar Journal 104, 532-553

256. Shanks, B. H., Berglund, K. A., 1985: Contact nucleation from aqueous sucrose solutions. AIChE Journal 31, 152-154

257. Shewart, W. A., 1931: Economic Control of Quality of Manufactured Product. Van Nostrand, Toronto

258. Shewart, W. A., 1986: Statistical method from the viewpoint of quality control. Dover, New York

259. Shore, M., Broughton, N. W., Dutton, J. V., Sissons, A., 1984: Factors affecting white sugar colour. Sugar Technology Reviews 12, 1-99

260. Sikdar, S. K., Randolph, A. D., 1976: Secondary nucleation of two fast growth systems in a mixed suspension crystallizer: magnesium sulfate and citric acid water systems. AIChE Journal 22, 110-117

261. Singh, R. P., 2000: Moving boundaries in food engineering. Food Technology 54(2), 24, 44-48, 53

262. Singh, S., Delavier, H. J., 1974: Die Verteilung von Nichtsukrosestoffen in Sukrosekristallen. Zeitschrift für die Zuckerindustrie 24, 575-582 (Teil 1), 639-651 (Teil 2)

263. Singh, S., Delavier, H. J., 1975: Ein Beitrag zur mechanischen Festigkeit von Sukrosekristallen. Zeitschrift für die Zuckerindustrie 25, 124-133

264. Sittel, G., 2000: Zentrifugenarbeit mit neuer Siruptrennung. Darstellung der Untersuchungsergebnisse. Zuckerindustrie 125, 501-507

265. Sixt, A., 2004a: Precalculation of white sugar colour, Südzucker-Rechnerinformationstagung, unveröffentlicht

266. Sixt, A., 2004b: Sugar house modeling, Südzucker-Frühjahrskonferenz, unveröffentlicht

267. Skjöldebrand, C., Sundström, B., Janestad, H., Anderson, C.-G., 1994: Simulation of food processes: a toll for training operators in production. In: J. J. Bimbenet (Hrsg.): Automatic control of food and biological processes. Elsevier, Amsterdam, 433-441

268. Slavyanskii, A. A., Voroshilo, I. O., Sherman, S. V., 2003: Working models of the theory of centrifugation of sugar industry massecuites. Sakhar 3, 34-37

269. Sloane, G. E., 1979: Material balance relationships in centrifugal washing. Hawaiian Sugar Technologists, Report of the annual conference, 151-161

270. Somera, J., 1983: Centrifugal washing and separator efficiency tests at the Oahu Sugar Company factory: summary of results to date. Hawaiian Sugar Technologists, 41. Symposium, 133-139

271. Staal, R., 1990: Qualitätsorientierte Unternehmensführung, Strategie und operative Umsetzung. VDI-Verlag, Düsseldorf

272. Staal, R., Rathert, H., Schloßer, G., 1994: Statistische Prozessführung (SPC) und Automatisierung (APC). Chemie Ingenieur Technik 66, 40-49

273. Stark, R., 1991: SPC für die Praxis. Teil 1 und 2. Qualität und Zuverlässigkeit 36, 87-89, 146-149

274. Stephens, B., 1994: The problems with food. Food Manufacture 69(11), 26-27

275. Stiborsky, M., Anlauf, H., 2002: Effect of particle size distribution on moisture removal in a centrifugal field. Chemie Ingenieur Technik 74, 427-432

276. Sudakov, V.S., 2000: Mathematical modelling of seperation process in counter-streaming centrifuge. IEEE Computer Society, 140-142

277. Sundström, B., Janestad, H., Skjöldebrand, C., 1993: Process simulation: everything to win. Nothing to lose. The European Food and Drink Review, 89-94

278. Tavare, N. S., Chivate, M. R., 1980: CSD analysis from a batch dilution crystallizer. Journal of Chemical Engineering of Japan 13, 371-379

279. Testud, J. L., Rankowski, O., 1989: Commande prédictive multivariable d'un atelier d'évaporation en industrie sucrière. Industries Alimentaires et Agricoles 106, 629-639

280. Thomas, J.-P., Bonney, O. V., Hallbeck, R. E., 1966: Optimum application of wash water in automatic white fillmass centrifugals. Journal of the American Society of Sugar Beet Technologists 14, 181-189

281. Thompson, P. D., Grimwood, G. C., 1996: Process performance of a modern batch sugar centrifugal. International Sugar Journal 98, 639-644

282. Tikhomiroff, 1965: Association moléculaire au cours de la période de précristallisation des solutions aqueuses sursaturées de saccharose. Industries Alimentaires et Agricoles 82, 755-773

283. Tiller, F. M., Hsyung, N. B., Tsai, Grace, 1990: Centrifugal filtration of compressible cakes. In: K. L. Rubow (Hrsg.): Advances in Filtration and Separation Technology. Vol. 1, Gulf, Houston, 456-463

284. Tiller, F. M., Hsyung, N. B., 1990: Comparison of compacted cakes in sedimenting and filtering centrifuges. In: K. L. Rubow (Hrsg.): Advances in Filtration and Separation Technology. Vol. 2, Gulf, Houston, 242-250

285. Tiller, F. M., Hsyung, N. B., 1991a: Relative performance of filters and centrifuges with respect to average cake porosity. In: K. L. Rubow (Hrsg.): Advances in Filtration and Separation Technology. Vol. 3, Gulf, Houston, 262-280

286. Tiller, F. M., Hsyung, N. B., 1991b: Transient behavior in filtering centrifuges. In: K. L. Rubow (Hrsg.): Advances in Filtration and Separation Technology. Vol. 4, Gulf, Houston, 223-226

287. Tressl, R., Wondrak, G. T., Garbe, L. A., Krüger, R. P., Rewicki, D., 1998: Pentoses and hexoses as new melanoidin like Maillard polymers. Journal of Agricultural and Food Chemistry 46, 1765-1776

288. Uhlmann, W., 1966: Statistische Qualitätskontrolle. Teubner, Stuttgart

289. Upadhiaya, U. C., 1963: The centrifuging and the modern centrifugals. Indian Sugar, 425-435

290. Vaccari, G., Mantovani, G., Squaldino, G., 1990: Inclusion of colouring material inside sucrose crystals in relation to spontaneous nucleation or seeding. Zuckerindustrie 115, 651-654

291. Verhaart, M. L. A., Poel, P. W. van der, Visser, N. H. M. de, 1967: The partition of non sugars between sucrose crystals and the surrounding liquor. Commission Internationale Technique de Sucrerie (CITS), Proceedings of the 13. General Assembly, 163-190

292. Verhaart, M. L. A., Poel, P. W. van der, Visser, N. H. M. de, 1968: Die Verteilung von Nichtzuckerstoffen zwischen Saccharosekristallen und umgebender Flüssigkeit. Zucker 21, 10-23

293. Verma, A. R., 1953: Crystal growth and dislocations. Butterworth, London

294. Villar, E., Prada, C., Perez-Corral, J. M., 1993: Computer package for transient analysis of industrial multiple-effect evaporators. Journal of Food Engineering 12, 267-281

295. Vukov, K., 1965a: Die Geschwindigkeit der Invertzuckerzersetzung. Zeitschrift für die Zuckerindustrie 15, 253-259

296. Vukov, K., 1965b: Verfärbung der Zuckersäfte als Folge der Zersetzung des Invertzuckers. Zucker 18, 167-173, 200-204

297. Vukov, K., Hangyal, K., Bara-Ànyos, È., 1984: Über die Verfärbung der Säfte durch phenolische Substanzen in einigen Zuckerfabriken. Zuckerindustrie 109, 1089-1092

298. Walkhoff, L., 1870: Fabrication et raffinage du sucre de betteraves. Savy, Paris

299. Waller, G. R., Feather, M. S., 1983: The Maillard reaction in foods and nutrition. American Chemical Society, Washington D. C.

300. Warri, P., Schalien, R., Fagervik, K., 1990: Adaptive crystal size distribution on-line model for batch evaporative crystallization. 11. Symposium on Industrial Crystallization, 71-76

301. Waterlander, A. J., Konings, J., Kroes, L., 1996: Statistical process control within CSM. Commission Internationale Technique de Sucrerie (CITS), Proceedings of the 20. General Assembly, 74-84

302. Weiss, L. W., 1994: Refinery simulation using SUGARS. Sugar Industry Technologists, 53. Annual Meeting, 41-60

303. Wheeler, D., Chambers, D. S., 1986: Understanding Statistical Process Control. Statistical Process Control, Knoxville, Tennessee

304. White, E. T., Wright, P. G., 1971: Magnitude of size dispersion effects in crystallization. Chemical Engineering Progress Symposium Series 67(110), 81-87

305. Wilson, A., Prada, C., Vega, P., 1993: Simulated predictive control of an industrial process. Proceedings of the 25. Summer Computer Simulation Conference, 813-818

306. Windal, G., 2000: Entwicklungen bei Prozeßautomatisierung und Datenverarbeitung. In: P. W. van der Poel, H. Schiweck, T. Schwartz, (Hrsg.).: Zuckertechnologie. Bartens, Berlin, 1065-1073

307. Witte, G., 1987: Untersuchungen zur Kristallfußarbeit. Zuckerindustrie 112, 581-588

308. Witte, G., Cronewitz, T., 1988: Wärmedurchgang, Verweilzeitverhalten und Farbbildung in Verdampfanlagen. Zuckerindustrie 113, 479-487

309. Wittenberg, A., 2001: Beitrag zur Optimierung der technischen Saccharosekristallisation. Dissertation, TU Berlin

310. Wold, S., Martens, H., Russwurm, H., 1983: Food research and data analysis. Applied Science Publishers, London

311. Wright, P. G., White, E. T., 1969: Size distribution studies in sugar crystallization. Queensland Society of Sugar Cane Technologists, Proceedings of the 36. Conference, 299-309

312. Wright, P. G., White, E. T., 1974: A mathematical model of vacuum pan crystallization. International Society of Sugar Cane Technologists, Proceedings of the 15. Conference, 3, 1546-1560

313. Wright, P. G., Broadfoot, R., Miller, K. F., 1995: A model of batch sugar centrifugal productivity. Australian Society of Sugar Cane Technologists, Proceedings of the 17. Conference, 231-238

314. Wright, P. G., 2002: Modelling the incorporation of impurities into sugar crystals. Australian Society of Sugar Cane Technologists, Proceedings of the 24. Conference, 443-451

315. www.at-mix.de, 7.7.2004: „Neuronales Netz“. Janssen Internet Projekte, Goslar

316. www.elexi.de, 4.6.2004: „Künstliches neuronales Netz“. mons new media, Düsseldorf

317. www.knowlex.org, 21.10.2003: „Neuronales Netz“. Ralf Gerstenberger, Monheim am Rhein

318. www.wikipedia.de, 14.11.2003: „Neuronales Netz“ sowie „Künstliches neuronales Netz“. Jimmy D. Wales, Wikimedia Foundation, St. Petersburg

319. www.zsw-bw.de, 11.12.2002: Neuronale Netze. Grundlagen. Zentrum für Sonnenenergie- und Wasserstoff-Forschung, Stuttgart

320. Xie, M., Castillo, E. del, Goh, T. N., Cai, D. Q., 2001: On the monitoring of trended and regularly adjusted processes. International Journal of Production Research 39, 3641-3650

321. Zsigmond, A., 1995: Operational area of the sugar house scheme. Commission Internationale Technique de Sucrerie (CITS), Proceedings of the 20. General Assembly, 42-47

322. Zumstein, R. C., Rousseau, R. W., 1987: Growth rate dispersion by initial growth rate distributions and growth rate fluctuations. AIChE Journal 33, 121-129

Lebenslauf

Zur Person: Andrea Sixt

geboren am 15.02.1976 in Berlin

Ausbildung

08.1982 - 06.1988	Grundschule Am Amalienhof, Berlin
08.1988 - 06.1995	Freiherr-vom-Stein-Gymnasium, Berlin, Abitur
10.1995 - 06.1996	Au-pair-Aufenthalt in Paris, Sprachschule
10.1996 - 12.2001	Studium der Lebensmitteltechnologie TU Berlin, Diplom-Ingenieur
09.1999 - 02.2000	Institut National Agronomique Paris-Grignon Auslandssemester
02./03. & 07.2002	Weiterbildung „Zuckertechnologie und Energiewirtschaft“ TU Berlin, FG Lebensmittelverfahrenstechnik, Zuckerinstitut Berlin

Beruflicher Werdegang

04.2000 - 09.2001	Tutorin im Fach Technische Thermodynamik, TU Berlin
01.2002 – 06.2002	Freie Mitarbeiterin, TU Berlin, FG Lebensmittelverfahrenstechnik
07.2002 – 04.2005	Wissenschaftliche Mitarbeiterin, TU Berlin, FG Lebensmittelverfahrenstechnik

Praktika und sonstige Tätigkeiten

06. - 09.1995	Siemens, Berlin, Praktikum
07. - 08.1996	Kakao Verarbeitung Berlin, Schwartauer Werke, Berlin, Praktikum
09. - 10.1997	Stollwerck, Berlin, Praktikum
03. - 04.1999	emzett Meiereizentrale, Berlin, Praktikum
08. - 09.2000	Dr. Scholvien/Wild, Berlin, Praktikum
10.2000	Zuckerfabrik Klein Wanzleben (Nordzucker AG) für die Firma Schmidt & Haensch