technische universität
dortmund

SCHRIFTENREIHE DES
LEHRSTUHLS FÜR
SYSTEMDYNAMIK UND PROZESSFÜHRUNG

Band 1/2018

Jose Roberto Lemoine Nava

Online optimal design of experiments and parametrization of chemical processes: Application to the Simulated Moving Bed Process

Fakultät Bio- und
Chemieingenieurwesen

Online optimal design of experiments and parametrization of chemical processes: Application to the Simulated Moving Bed Process

Zur Erlangung des akademischen Grades eines
Dr.-Ing.
von der Fakultät Bio- und Chemieingenieurwesen
der Technischen Universität Dortmund
genehmigte Dissertation

vorgelegt von
M.Sc. Jose Roberto Lemoine Nava
aus
Toluca, Mexiko

Tag der mündlichen Prüfung: 27. September 2018
1. Gutachter: Prof. Dr.-Ing. Sebastian Engell
2. Gutachter: Prof. Dr. Ekaterina Kostina

Dortmund 2018

Schriftenreihe des Lehrstuhls für
Systemdynamik und Prozessführung
herausgegeben von Prof. Dr.-Ing. Sebastian Engell

Band 1/2018

Jose Roberto Lemoine Nava

Online optimal design of experiments and parametrization of chemical processes: Application to the Simulated Moving Bed Process

D 290 (Diss. Technische Universität Dortmund)

Shaker Verlag
Aachen 2018

Bibliographic information published by the Deutsche Nationalbibliothek
The Deutsche Nationalbibliothek lists this publication in the Deutsche Nationalbibliografie; detailed bibliographic data are available in the Internet at http://dnb.d-nb.de.

Zugl.: Dortmund, Technische Univ., Diss., 2018

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-6359-2
ISSN 1867-9498

Shaker Verlag GmbH • P.O. BOX 101818 • D-52018 Aachen
Phone: 0049/2407/9596-0 • Telefax: 0049/2407/9596-9
Internet: www.shaker.de • e-mail: info@shaker.de

Acknowledgement

This text is the product of my work at the Chair of Process Dynamics and Operations at the Technische Universität Dortmund. Writing it would have not been possible without the support of some key people with whom I am extremely thankful.

First of all, I would like to thank Prof. Sebastian Engell for many reasons. Of course, for the opportunity of working at the Chair, for the supervision of my research work, and for the patience that he had all along the process. But also for getting me in contact with challenging tasks which now have taken me one step closer to attain the professional profile that I always wanted to have. I still have a world to learn, but thank you for putting me on track. I really needed it. I would also like to thank Prof. Ekaterina Kostina for accepting to be my co-examiner. My gratitude also goes to the members of the Examination Committee.

To the colleagues at the Interdisciplinary Center for Scientific Computing of the University of Heidelberg, including Prof. Hans-Georg Bock, Johannes Schlöder, Prof. Stefan Körkel, Sebastian Walter, Andreas Potschka and Leonard Wirsching, among others: thank you for the very enjoyable cooperation and for your support with the usage of your solvers, which have been instrumental for my research.

My gratitude also goes to all the amazing colleagues with whom I had the pleasure to share my office, teaching tasks and nice research discussions. Malte Behrens, Thilo Goerke, Thomas Siwczyk, Sven Wegerhoff, Tiago Finkler, Sergio Lucia, Daniel Hasskerl, Weihua Gao, Gaurang Shah, Shaghayegh Nazari, Sankaranarayanan Subramanian, Clemens Lindscheid, Radoslav Paulen, Lukas Hebing, Alexandru Tatulea-Codrean, Ehsan Nabati, Christian Schoppmeyer, Alireza Hosseini, Heiko Brandt, Stephan Fischer, Fabian Schweers, just to mention some of them, belong to this group (sorry if I am forgetting anyone!). Thank you for your time for discussions, your efforts during the tutorials and, of course, for the once-in-a-lifetime working atmosphere. And Gisela Hensche, Simone Herchenröder and Dorothea Weber: thank you forever for saving me from myself during my period of familiarization with the bureaucratic aspects of my work (that is patience!).

I want to thank my parents for the education that they gave me, and for encouraging me all the time to leave my comfort zone in order to try to reach my dreams. My gratitude goes to Caroline for all the support and patience that she gave me all along. I want to thank again my parents, my brother and Caroline for believing in me at times in which I did not do it myself. I want to thank them again, as well as my friends in Mexico, namely Victor Zavala, Antonio Flores and Rodrigo Lopez, and in Germany, namely Juan Pablo, Hector, Israel, Arturo, Björn, Ana, Alex (the list does not end here!), for all their support during the difficult times in Germany and, of course, for all the good times. I would like Dr. Christine Maul and Dr. Felix Hanisch for giving me the chance to bring this dissertation into its final form. Finally, my gratitude goes to Steffi and my colleagues at Covestro for helping me to bring the presentation for the defense into a good shape.

As I said it once to some of you, these have been some of the most wonderful years of my life. To all of you... thank you for this awesome journey. You rock :)

Roberto Lemoine

“Insanity: doing something over and over again and expecting a different result.”
(Albert Einstein)

“I always say the only thing better than finding something you were looking for, is finding something you weren’t looking for...”
(Iroh (fictional character))

Abstract

The objective of this work is to propose new methods for assisting and improving the parametrization of models of chemical processes using the measurement obtained during their operation. The Simulated Moving Bed (SMB) process has been chosen as a case study. The SMB is a continuous preparative chromatographic separation process. Its performance depends on several factors which affect the adsorption behavior of the chromatographic system, influenced mainly by the characteristics of the stationary phase of the chromatographic columns, but also by operation conditions such as the temperature. The product quality requirements imposed on the SMB process can be met by choosing conservative operating points, at the expense of the economic performance. More optimal operation conditions can be attained by means of model-based operation strategies, provided that the models represent the characteristics of the chromatographic system adequately. The properties of the solid phase in the columns of a SMB plant differ from column to column and change in time due to factors such as aging or damage. However, the measurements from the process can be exploited for tracking the parameters which reflect the changes in the characteristics of the plant.

The first contribution of this work is an optimization-based method tailored for the estimation of the states and the parameters of the individual columns of the SMB plant. The estimation task is difficult, as typically the measurement information available from the process is scarce. The proposed estimation scheme considers explicitly in its formulation the switchings of the sensors at the product ports. The approach shows a good efficiency in tracking some key adsorption isotherm parameters for each individual column of the plant. Additionally, its computational requirements are acceptable and the effort required for its tuning is reasonable.

The second contribution of this thesis is a new approach for the determination of operation conditions to drive chemical processes to deliver measurements which, if used for parameter estimation, lead to estimate parameters with minimum variance. The operation conditions are determined by designing optimal dynamic experiments online, i.e. during the operation of the process, taking into account the most relevant constraints imposed on the process. It is shown that the solution of optimal dynamic experiment design (ODED) problems is very challenging for systems described by models of large dimensions and with many parameters. This is the case of the SMB process if it is intended to estimate all the parameters of the adsorption isotherms for each individual column. An approach for the reduction of the complexity of the online ODED is proposed. The approach consists of decomposing the original experimental design problem into a series of smaller problems which extend a preexisting experiment. Computational strategies for the application of the scheme online are also proposed, and it is shown that they are critical for the success of the method. The approach drastically improves the tractability of the online design of experiments, as well as the computation times needed to solve them. It is shown that in the SMB case study the online solution of the ODED problems is intractable without the proposed approach. Finally, using the proposed method, a strategy for dealing with model-plant mismatch by means of feedback is suggested. Furthermore, the scheme can be used not only for the SMB process, but for any process described by models based on differential equations.

Kurzfassung

In dieser Arbeit werden neue Methoden vorgeschlagen, die die Parametrierung von Modellen verfahrenstechnischer Systeme während ihres Betriebs unterstützen und verbessern. Mithilfe des sogenannten Simulated Moving Bed (SMB) Prozesses wird die Effektivität der vorgeschlagenen Ansätze beweisen. Der SMB Prozess ist ein kontinuierlicher chromatographischer Prozess. Seine Leistungsfähigkeit ist von zahlreichen Faktoren abhängig, wie die Merkmale der Festphase der chromatographischen Säulen und die Betriebsbedingungen, die das Adsorptionsverhalten des Trennsystems beeinflussen. Die Qualitätsanforderungen an das Produkt können mittels konservativer Prozessfahrweisen erfüllt werden, allerdings zulasten der Wirtschaftlichkeit des Prozesses. Wirtschaftlich günstigere Bedingungen können mit modellbasierten Prozessführungsstrategien erreicht werden, wenn Modelle verfügbar sind, die die Charakteristiken des Trennsystems beschreiben. Jede Säule einer SMB Anlage hat unterschiedliche Merkmale der Festphase, die sich mit der Zeit, z.B. aufgrund von Faktoren wie Alterung oder Beschädigung ändern können. Trotzdem lassen sich die Parameter, die die Veränderungen in der Anlage abbilden, mit Hilfe der aus dem Prozess gewonnenen Messinformationen, bestimmen.

Der erste Beitrag dieser Arbeit besteht aus der Entwicklung eines Ansatzes zur Schätzung der Zustände sowie der Parameter jeder einzelnen Säule der SMB Anlage. Aufgrund der spärlich verfügbaren Messinformation ist die Zustands- und Parameterschätzung im Fall des SMB Prozesses eine große Herausforderung. Dieser Ansatz berücksichtigt ausdrücklich die Umschaltung der Sensoren an den Produktablaufstellen. Mit dem Ansatz ist die zuverlässige Schätzung wichtiger Parameter der Adsorptionsisotherme jeder einzelnen Säule der SMB Anlage möglich. Dabei sind die Rechenanforderungen für die Anwendung des Ansatzes sowie der Aufwand für seine Parametrierung relativ gering.

Der zweite Beitrag dieser Dissertation umfasst einen neuen Ansatz zur Bestimmung von Betriebsbedingungen in verfahrenstechnischen Prozessen, die, unter Zuhilfenahme der aus dem Prozess entstammenden Messinformation, die Schätzung von Parametern mit einer möglichst kleinen Varianz ermöglicht. Die Betriebsbedingungen werden mittels der Planung optimaler dynamischer Versuche während des Prozessbetriebs (Engl. *"online Optimal Dynamic Experiment Design, ODED"*), unter Berücksichtigung der für den Prozess relevanten Nebenbedingungen, bestimmt. Es zeigt sich, dass die Lösung von ODED Problemen für Systeme mit hochdimensionalen Modellen mit zahlreichen Parametern sehr herausfordernd ist. Das ist der Fall, wenn beabsichtigt ist, alle Parameter der Adsorptionsisotherme für jede einzelne Säule beim SMB Prozess zu schätzen. Der Ansatz, um die Komplexität des online ODED Problems zu verringern besteht in der Zerlegung des ursprünglichen ODED Problems in eine Reihe kleinerer Probleme, die einen vorbestehenden Versuch erweitern. Zudem werden rechnerische Strategien, die sich als entscheidend für die erfolgreiche Anwendung der Methode bewiesen haben, entwickelt. Es wird verdeutlicht, dass die ODED Probleme ohne den vorgeschlagene Ansatz im Fallbeispiel des SMB Prozesses nicht lösbar sind. Schließlich wird für den Umgang mit Modellfehlern eine Feedback-Strategie empfohlen. Darüber hinaus kann der Ansatz nicht nur für den SMB Prozess, sondern vielmehr auch allgemein für alle Prozesse genutzt werden, die sich durch gewöhnliche Differentialgleichungssysteme beschreiben lassen.

Contents