

Separační chromatografická stanice KCHS-SMB-8

Kontinuální chromatografická separační stanice KCHS-SMB-8-N byla vyvinuta Ústavem chemie a technologie sacharidů VŠCHT Praha ve spolupráci s firmou Mikropur Hradec Králové. V roce 2007 byla přestavěna, doplněna solenoidovými ventily a vybavena počítačovým řídicím systémem navrženým a realizovaným Ústavem počítačové a řídicí techniky VŠCHT Praha .

1 Základní charakteristika stanice

Stanice KCHS-SMB-8-N je určena především pro dělení směsí dvou látek rozpuštěných ve vodě. Využívá rozdílné adsorpce těchto látek na pevném sorbentu. Pracuje na protiproudém principu se simulovaným tokem pevné fáze (tzv. systém SMB – z angl. Simulated Moving bed), což výrazně zvyšuje výkon a efektivitu procesu. Jako sorbentu se používá komerčního produktu Lewatit MDS 1368 Na (Bayer, Německo).

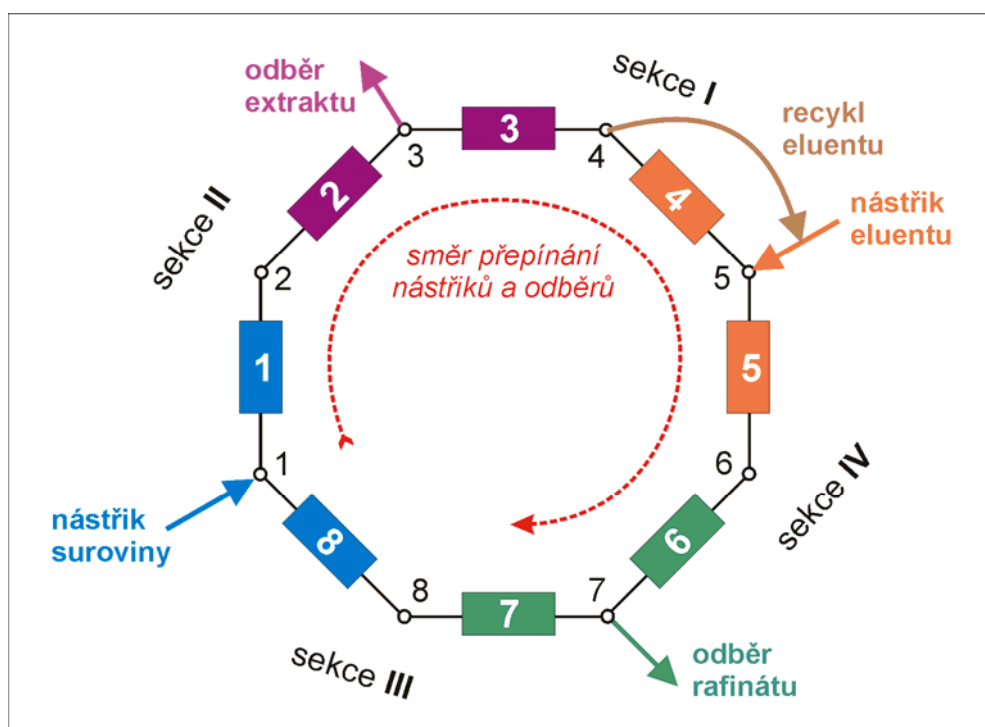


Obr. 1. Celkový pohled na stanici a spodní část kolon s ventilovou hlavou

Stanice je tvořena 8 kolonami umístěnými do kruhu a propojenými trubkami přes soustavu solenoidových ventilů a speciální otočnou pěticestnou ventilovou hlavu tak, aby bylo možné dosáhnout zmíněného SMB efektu. Každá kolona je 2000 mm dlouhá, má vnitřní objem 1 l a je opatřena temperačním pláštěm, kde topným médiem je voda. Velikosti průtoků kolonami jsou řízeny pomocí 4 membránových dávkovacích čerpadel. Maximální tlak v koloně může být 0,4 MPa. Zařízení je umístěno do podpůrné konstrukce, celkové rozměry stanice jsou šířka 1500 mm, hloubka 500 mm a výška 2000 mm (obr.1). Veškerá měření a ovládání zajišťuje počítačový řídicí systém.

2 Princip SMB chromatografie

Simulovaného protiproudého pohybu kapalně fáze a pevného sorbentu je dosaženo vhodným přepínáním nástřiků a odběrů do soustavy kolon. Schématicky je to naznačeno na obr. 2.



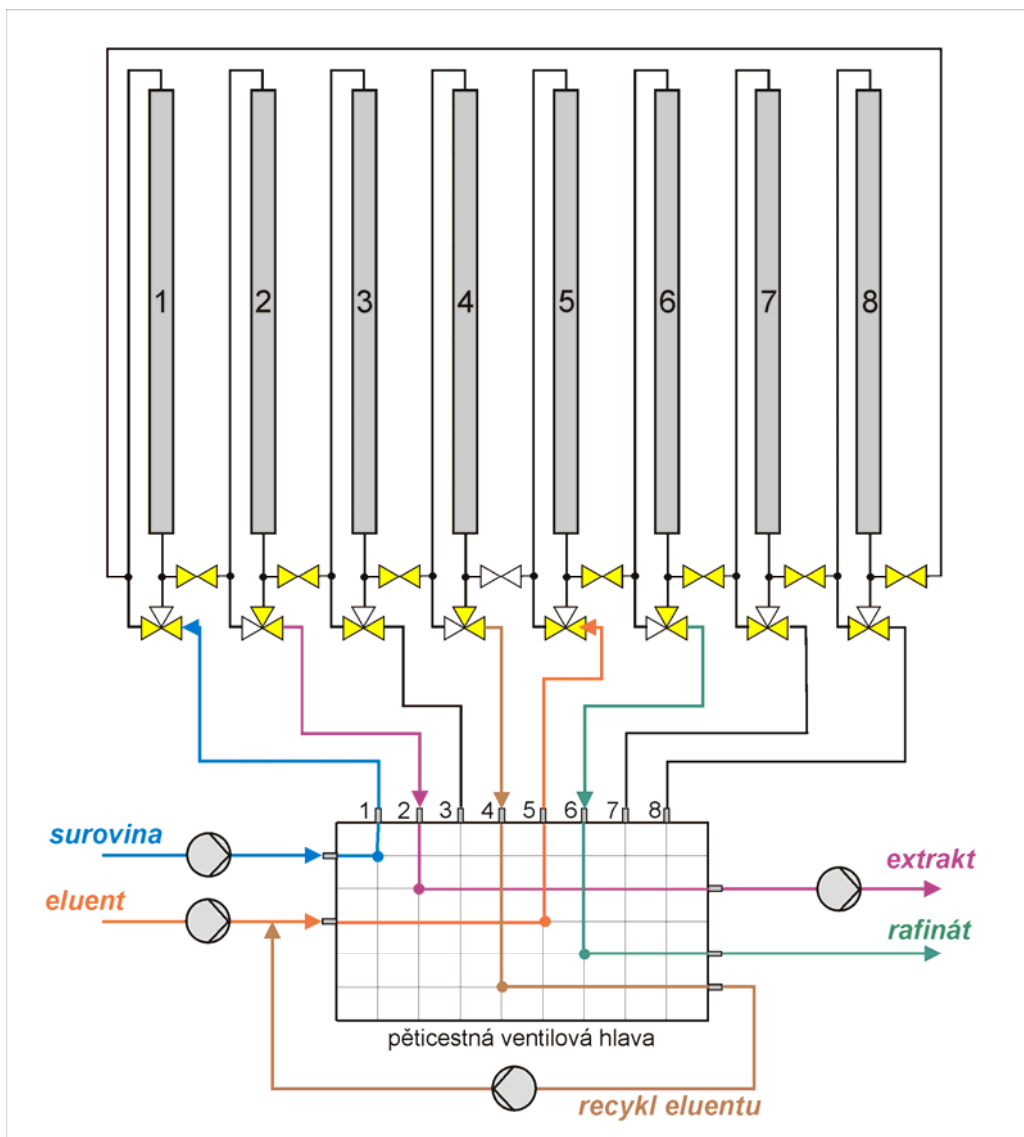
Obr. 2. Princip činnosti SMB chromatografie

Surovinou se zde rozumí směs, jejíž složky chceme oddělit, v **extraktu** se hromadí méně se adsorbující složka a v **rafinátu** více se adsorbující složka. **Eluentem** je rozpouštědlo určené k vymývání adsorbovaných složek z kolon, konkrétně je to zde destilovaná voda.

Kolony jsou rozděleny po dvou do 4 sekcí. V sekcích II a III probíhá vlastní separace, v sekcích I a IV se kolony čistí. Jaksi navíc oproti základnímu principu je zařazen recykl eluentu v sekci I, jehož smyslem je zvýšit průtok v koloně 4 a tím urychlit vymytí zbytků silněji se adsorbující složky ze sorbentu.

Systém kolon má tedy dva vstupy a dva výstupy, každý z nich je opatřen měřením tlaku a průtoků. Každý z výstupů ze stanice osazen přístroji pro měření koncentrace, konkrétně konduktometrem (do 200 mS.cm⁻¹, teplotní korekce) a refraktometrem (omezeno maximálním indexem lomu, teplotní korekce), v případě potřeby je možné do série zapojit polarimetr (měření opticky aktivních látek, teplotní korekce). Při separaci vícesložkových směsí lze použít externí analýzy pomocí HPLC. V plánu je propojení systému HPLC vybaveného sběračem frakcí přímo s řídicím systémem stanice.

Celkové technologické schéma stanice je na obr. 3, kde jsou pro představu barevně vyznačeny toky odpovídající situaci z obr. 1. (Otevřeny jsou ty ventily nebo ventilové cesty, které jsou vybarveny žlutě.)



Obr. 3. Technologické schéma stanice

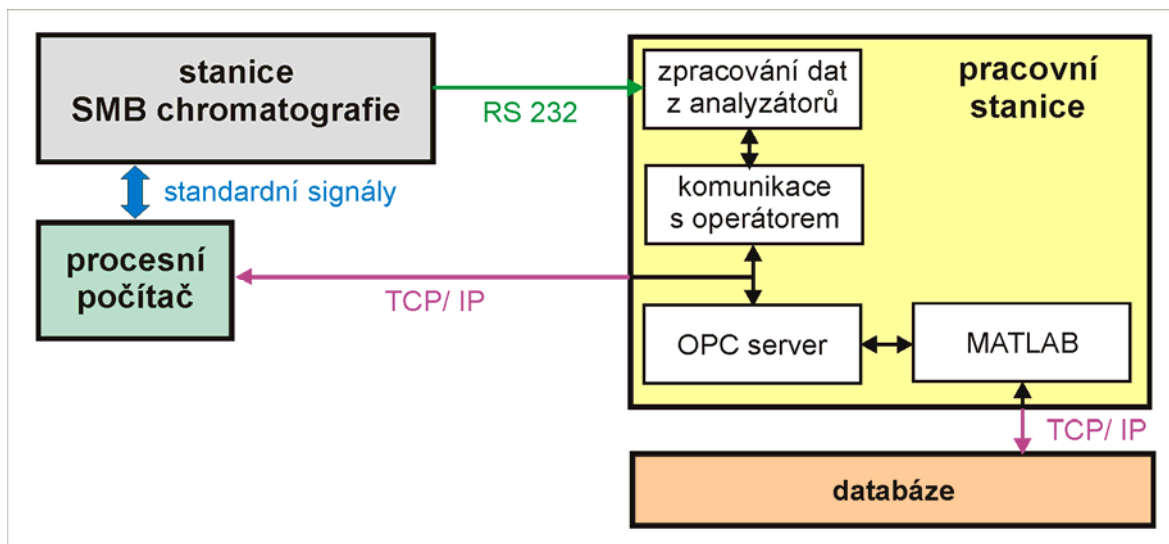
Toky kapalné fáze v jednotlivých větvích jsou zajišťovány dávkovacími čerpadly, která jsou dálkově ovladatelná a mohou udržovat průtoky na požadovaných hodnotách.

3 Řídicí systém

Řídicí systém je navržen jako distribuovaný a je koncipován tak, aby nejen zajišťoval základní měření a řízení, ale také umožňoval implementovat moderní řídicí algoritmy. Stanice tak může sloužit jak k pracím souvisejícím se separací látek, tak k vývoji a ověřování způsobů řízení procesu.

Řídicí systém sestává ze tří základních částí (obr. 3): procesního počítače Simatic PCS 7 firmy Siemens, pracovní stanice obstarávající funkce operátorské konzole a vyšší úroveň řízení a z on-line databázového serveru pro sběr procesních dat.

Procesní počítač PCS 7 pracuje na základní úrovni a je se stanicí spojen pomocí standardních průmyslových signálů, tj. digitálních vstupů a výstupů úrovně 24 V ss a analogových proudových vstupů a výstupů rozsahu 4–20 mA. Zajišťuje měření všech tlaků a teplot v kolonách, měření průtoků a jejich regulaci prostřednictvím ovládání dávkovacích čerpadel a přepínání potrubních cest ovládáním polohy ventilové hlavy a poloh solenoidových ventilů. S pracovní stanicí komunikuje procesní počítač po školní síti LAN v protokolu TCP/IP.



Obr. 4. Schéma struktury řídicího systému

Pracovní stanice je vytvořena na bázi standardního PC. Běží na ní několik aplikací. Jsou to:

- vizualizace procesu a komunikace s operátorem (program WinCC firmy Siemens),
- snímání a zpracování signálů z analyzátorů složení (konduktometr, refraktometr), které jsou připojeny přímo do pracovní stanice sériovým kanálem RS 232,
- aplikační programy v Matlabu (přepočty koncentrací, monitorování provozu, výpočty hodnot řídicích parametrů apod.),
- aplikační programy v C++
- OPC server pro obousměrný přenos dat mezi Matlabem a WinCC,
- komunikace s databází.

Všechny aplikace na pracovní stanici běží pod operačním systémem Windows XP.

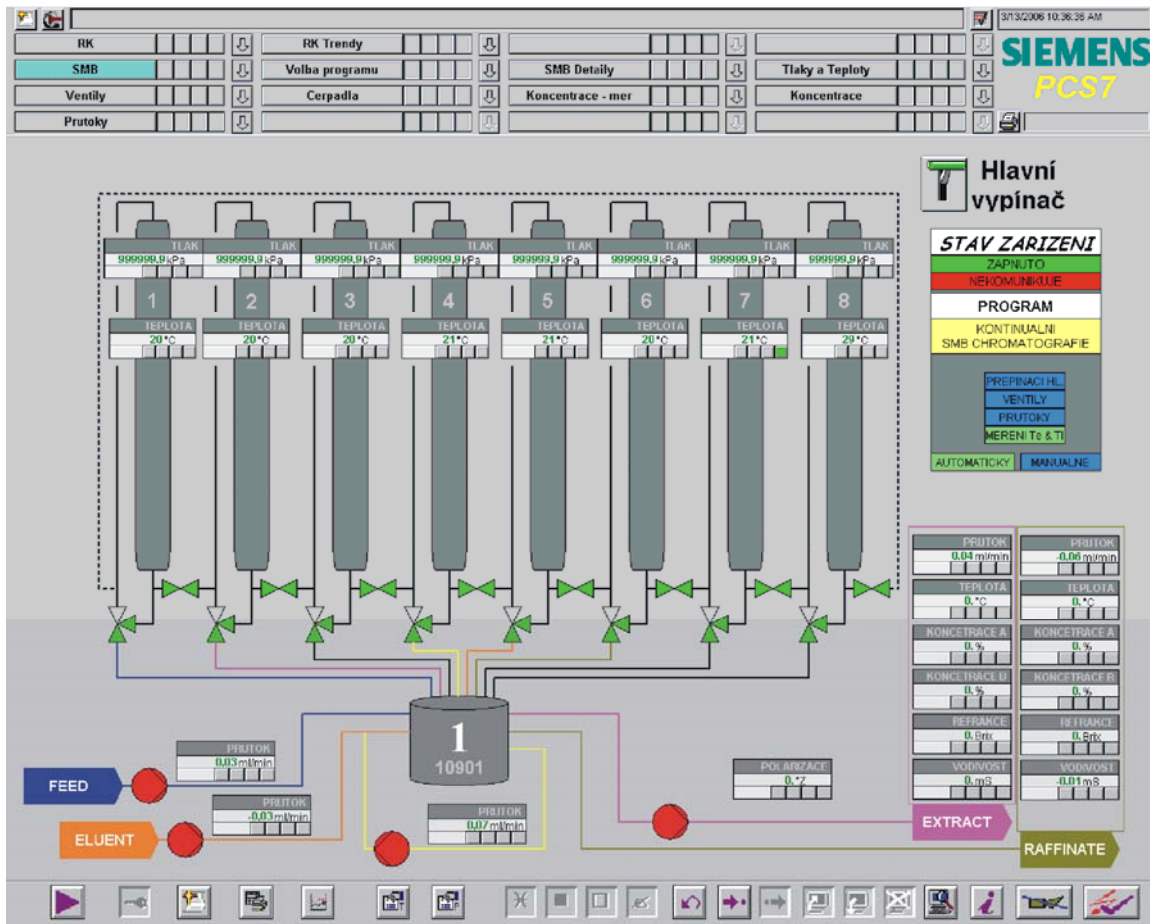
Databáze je vytvořena na základě serveru MySQL a je navržena tak, že s ní mohou komunikovat oběma směry všechny programové moduly běžící na pracovní stanici. Komunikace běží po školní síti LAN v protokolu TCP/IP.

Po programové stránce je řízení koncipováno jako multiagentní, což umožňuje do budoucna jeho snadné modifikování a rozšiřování. Agenty jsou míněny programové moduly, které obstarávají nezávisle různé funkce a podle potřeby si předávají prostřednictvím databáze data mezi sebou. V současné době jsou k dispozici agenty pro výpočet distribučních koeficientů, koncentrací, počátečních hodnot operačních parametrů, vyhodnocování běžících procesů, archivace měřených hodnot a fuzzy řízení procesu.

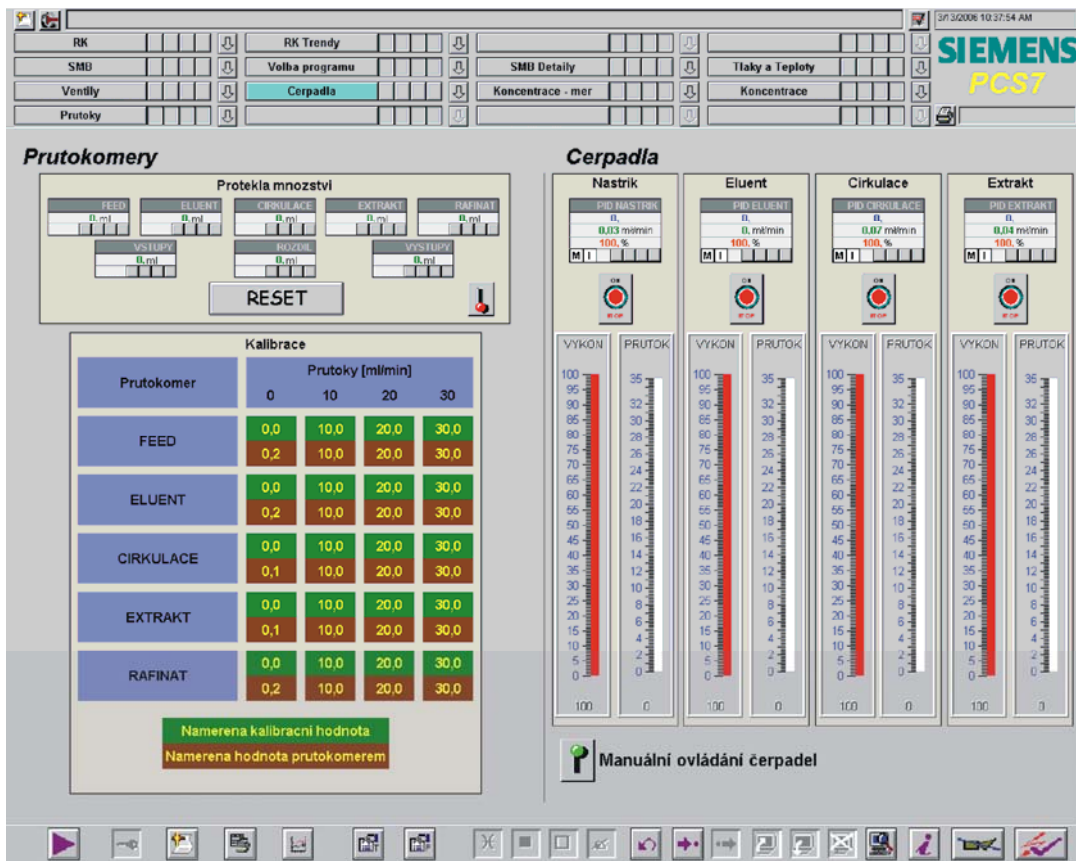
Komunikace řídicího systému s operátorem je navržena tak, aby byla jednoduchá a přehledná, ale přitom umožňovala volit různé varianty procesu a nastavovat jeho parametry. Na obr. 5 je hlavní operátorský displej, který podává ucelený přehled o všech měřených hodnotách, o nastavení ventilů a o chodu čerpadel. Na obr. 6 je uveden displej pro ovládání čerpadel. Dále je možné zobrazovat časové průběhy měřených veličin, nastavovat parametry regulátorů apod. Podrobný popis těchto funkcí přesahuje rámec této informace a bude uveden v příručce pro obsluhu stanice.

Základní funkce řídicího systému v současné době pokrývají dva základní pracovní režimy stanice:

- řízení diskontinuálního chromatografického procesu – automatizované řízení frakcionace směsí, analýza průběhu separace, tvorba databáze kinetických parametrů, výpočet operačních parametrů pro kontinuální proces,
- řízení kontinuálního procesu – optimalizace operačních parametrů, řízení s využitím fuzzy přístupu, vývoj a testování řídicích algoritmů.



Obr. 5. Hlavní operátorský displej



Obr. 6. Displej pro ovládání čerpadel

4 Aplikace separační stanice

Podle povahy sorbentu je možné touto technologií dělit různé druhy kapalných směsí. Stanice byla vzhledem k použitému sorbentu (Lewatit 1368 MDS Na – určen pro vycukerňování melasy) úspěšně odzkoušena na následujících roztocích:

- modelový roztok melasy I: směs sacharosa-KCl
- modelový roztok melasy II: směs sacharosa-betain
- modelový roztok hydrolyzované syrovátky:
směs laktosa-glukosa-galaktosa-galaktooligosacharidy
- roztok hydrolyzované syrovátky
- zředěný roztok melasy

Výše uvedené roztoky byly separovány jak v diskontinuálním, tak v kontinuálním režimu.

5 Literatura a kontakty

- <http://www.chemicalprocessing.com/articles/2005/538.html>
- <http://www.arifractal.com/smb.htm>
- Kubát M., Henke S.: Návrh řízení SMB chromatografie. Proc. of 7h Int. Conf. Process Control ŘÍP 2006, Roč. 7, Č. 1, str. R165/2-12. ISBN: 80-7194-860-8
- Henke S., Kubát M., Bubník Z., Čurda L., Hellerová K.: Separace vybraných látek z hydrolyzátu syrovátky pomocí kontinuální chromatografické separace Sborník 54. konf. Chemického a procesního inženýrství CHISA 2007 (CD), příspě. č. B2.5
- Henke S., Kubát M., Bubník Z.: Řízení kontinuální chromatografické separace při izolaci vybraných látek z hydrolyzátu syrovátky. Sborník 54. konf. CHISA 2007 (CD), příspě. č. V031

Stanice je umístěna v technologické hale FPBT, budova B VŠCHT.
Kontakt: Ing. Svatopluk Henke (Svatopluk.Henke@vscht.cz)