

(19) DANMARK



(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT

(11) 150964 B

PATENTDIREKTORATET
KØBENHAVN

(21) Patentansøgning nr.: 5312/72

(51) Int.Cl.⁴ B 01 D 15/08

(22) Indleveringsdag: 26 okt 1972

(41) Alm. tilgængelig: 28 apr 1973

(44) Fremlagt: 05 okt 1987

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 27 okt 1971 US 192881

(71) Ansøger: *SUOMEN SOKERI OSAKEYHTIOE; Mannerheimintie 15; Helsinki, FI

(72) Opfinder: Aarne J. *Valkama; FI, Eero *Sihvola; FI, Risto V. *Puttonen; FI, Rainer *Nihtilae; FI, Matti *Turunen; FI, Lauri *Haemaelaeinen; FI

POOR QUALITY

(74) Fuldmægtig: Patentbureauet Hofman-Bang & Boutard A/S

(54) **Fremgangsmåde til automatisk styring af en industriel chromatografisk proces**

(56) Fremdragne publikationer

US pat.nr. 3494104, 3468607

DK 150964 B

Opfindelsen angår en fremgangsmåde til automatisk styring af en industriel chromatografisk proces af den i krav 1's indledning angivne art, hvilken fremgangsmåde er ejendommelig ved det i krav 1's kendetegnende del anførte.

Når man fraktionerer 2 eller 3 stoffer chromatografisk i kolonner eller separationstårne kan adskillelsen af de forskellige komponenter kontrolleres ved anvendelse af forskellige målemetoder baseret på komponenternes fysiske og kemiske egenskaber. Sådanne

egenskaber inkluderer f. eks. massefylde, viskositet, brydningsindeks, pH-værdi, ledningsevne og polarisationsfænomener i optisk aktive stoffer. Tilsvarende afhænger optimeringen af fraktioneringsprocessen med hensyn til de fraktionerede stoffers renhed af udvælgelsen af den maksimale strømningshastighed og mængden og koncentrationen af udgangsopløsningen for fraktioneringskolonnerne. Det skal forstås at utilstrækkeligt adskilte fraktioner recirkuleres i processen.

Målinger af koncentrationen af hele stoffet og koncentrationerne af komponenterne er i almindelighed nødvendige for at styre fraktioneringsprocessen effektivt. Analysen af komponentkoncentrationerne afhænger af mange faktorer, og ikke mindst af temperaturen. En hel del beregning er nødvendig for at definere komponenterne med tilstrækkelig nøjagtighed, da de målte egenskaber sjældent har lineære funktioner med f. eks. koncentration eller temperatur.

I beskrivelsen til britisk patent nr. 1 095 210 er beskrevet, hvordan koncentrationerne af de forskellige komponenter af glucose-fructose i en vandig opløsning bestemmes ved hjælp af den optiske drejningsvinkel og brydningsindekset. Det er imidlertid vanskeligt at opnå en pålidelig metode til direkte automatisk styring med nogen af de kendte metoder, da de målte egenskaber blandt andet påvirkes af koncentrationen og temperaturen. Desuden er, f. eks. med glucose og fructose, polarimeteraflæsningerne (de optiske drejningsvinkler) af modsat fortegn. På grund af dette kan koncentrationen af fructosen og/eller glucosen i den fraktionerede sukkeropløsning ikke udtrykkes individuelt ved nogen af de nævnte målinger, en nødvendig betingelse for styringen af fraktioneringsprocessen.

Formålet for den foreliggende opfindelse er derfor at angive en fremgangsmåde til automatisk styring af en industriel chromatografisk proces, hvilken fremgangsmåde overvinder de ovennævnte vanskeligheder og som resultat giver mindst to fraktioner med forud fastsat høj renhed og en fraktion, som vil recirkuleres i processen.

Dette opnås ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen ved kontinuert at måle den optiske drejningsvinkel, koncentrationen, strømhastigheden og temperaturen af de fraktioner, som kommer ud fra fraktioneringsprocessen. Signaler svarende til disse målinger tilføres en datamaskine, som beregner den øjeblikkelige og/eller gennemsnitlige renhed og/eller den forventede renhed. Som svar på den udregnede renhedsværdi styrer datamaskinen fordelingen af de forskellige fraktioner i overensstemmelse med et forud fastsat program.

Ved en foretrukken udførelsesform for opfindelsen kobles repræsentative signaler for den optiske drejningsvinkel, koncentrationen, strømhastigheden og temperaturen, målt ved udgangen fra processen, til en datamaskine via en analog-digital-omsætter. Signaler, som angiver stillingerne af tilførselsventilerne ved indgangen til processen og af fordelingsventilerne ved udgangen fra processen, tilføres datamaten via en digital indlæseenhed. Denne datamaskine er programmeret til at svare på den gennemsnitlige, øjeblikkelige og forventede renhedsværdi for de fremkommende fraktioner ved at styre påvirkningen af fordelingsventilerne, hvorved der opnås en optimering af fordelingen. Systemdatamaskinen er direkte tilsluttet for kontinuert at opnå de nødvendige data og behandler disse data efter det nævnte program.

Opfindelsen skal i det følgende forklares nærmere under henvisning til tegningen, på hvilken

fig. 1 er et skematisk blokdiagram af en industriel chromatografisk fraktioneringsproces styret i overensstemmelse med opfindelsen;

fig. 2 er et skematisk blokdiagram af et datamaskinesystem til automatisk styring af den i fig. 1 viste proces ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen;

fig. 3A - 3D belyser afhængigheden mellem den optiske drejningsvinkel (3A), glucose- og fructosekoncentrationerne (3B) og fructoserenheden (3C), og det deraf følgende åbnings- og lukningsprogram (3D) for fordelingsventilerne baseret på disse kurver;

fig. 4 er en nomograph, som illustrerer temperaturens virkning på bestemmelsen af fructose; og

fig. 5-8 viser arbejdsdiagrammer af de belysende datamaskineprogrammer, som anvendes til udførelse af beregningen af renheden og fraktionsskiftene, glucosefraktionen, den recirkulerende fraktion og fructosefraktionen.

I en illustrerende industriel chromatografisk fraktioneringsproces, styret i overensstemmelse med opfindelsen, som vist i fig. 1, tilføres en invertsukkeropløsning gennem et tilførselsrør 10 til en ventil 12. Operationen af ventilen 12 kontrolleres af en dermed forbundet ventilkontrolmekanisme 13 styret af det digitale datamaskinestyringsystem, som er vist i fig. 2 og beskrevet i det følgende. Det er her tilstrækkeligt at beskrive mekanismen som inkluderende et par udgangsterminaler 13a og 13b, som er koblet til den digitale indlæseenhed i systemet i fig. 2, og som angiver henholdsvis "til" og "fra" stillingen af ventilen 12. En indgangsterminal 13c i mekanismen er koblet til udlæseenheden i systemet i fig. 2. Afhængigt af det signal, som tilføres indgangsterminalen 13c af mekanismen 13, vil mekanismen stille ventilen 12 enten åben eller lukket, og terminalerne 13a og 13b vil afgive signaler, som genspejler tilstanden af ventilen 12.

Når den åbnes af mekanismen 13, tilfører ventilen 12 invertsukkeropløsningen til en tilførselstank 14. Tilførselstanken 14 inkluderer et par overfladeniveauindikatorer 15 og 16, som er koblet til den digitale indlæseenhed i systemet i fig. 2, og som fungerer gennem systemet i fig. 2 til styring af operationen af mekanismen 13. Når nærmere bestemt højden af invertsukkeropløsningen i tilførselstanken 14 falder under et forud fastsat niveau, som registreres af indikatoren 16, frembringer indikatoren et signal, som får datamaskinen i systemet i fig. 2 til automatisk at føre ventilen 12 til dens åbne stilling via mekanismen 13 for at tillade yderligere invertsukkeropløsning at indføres i tilførselstanken. Når på den anden side den indeholdte opløsning i tanken 14 stiger over et forud fastsat niveau som registreret af indikatoren 15, vil indikatoren aktiveres og frembringe et signal, som giver datamaskinen ordre til at lukke ventilen 12.

Tilførselstankens udgangsport er koblet til en ventil 18, hvis operation styres af en dermed forbundet ventilstyremekanisme 19. Som med mekanismen 13 inkluderer mekanismen 19 et par udgangsterminaler 19a og 19b, som angiver henholdsvis "til" og "fra" stillingerne af ventilen 18, og en indgangsterminal 19c, som er koblet til det i fig. 2 viste digitale datamaskinestyringsystem. Afhængigt af det signal, som leveres til indgangsterminalen 19c af mekanismen 19, vil mekanismen stille ventilen 18 enten åben eller lukket. Ventilen 18 kobler tilførselstanken 14 til den ene indgangsport i en fraktioneringskolonne 20.

En ventil 24 leverer vand fra en tilførselskanal 22 til den anden indgangsport i fraktioneringskolonnen 20, når ventilen 18 er lukket. Forbundet med ventilen 24 er en styremekanisme 25, som inkluderer et par udgangsterminaler 25a og 25b, som viser henholdsvis "til" og "fra" stillingen af ventilen 24, og en indgangsterminal 25c, som er koblet til det i fig. 2 viste digitale datamaskinestyringsystem. Datamaskinestyringsystemet stiller ventilerne 18 og 24 i funktionsstilling skiftevis under programstyring, hvorved der først tilføres en udvalgt mængde invertsukkeropløsning via ventilen 18 til fraktioneringskolonnen 20 i et forud fastsat tidsrum og derpå tilføres vand til fraktioneringskolonnen 20 i et andet tidsrum.

I fraktioneringskolonnen 20 fraktioneres invertsukkeropløsningen chromatografisk til glucose og fructose. Under processen tilføres skiftevis invertsukkeropløsning og vand til toppen af kolonnen over harpikslagets overflade. Kolonnen 20 i systemet i fig. 1 kan være af konventionel konstruktion og behøver derfor ikke at beskrives nærmere her. En sådan konventionel fraktioneringskolonne er f. eks. beskrevet i beskrivelsen til britisk patent nr. 1 095 210.

En overfladeniveauindikator 28 findes i fraktioneringskolonnen 20 over harpikslaget og kontrollerer højden af den fortyndede invertsukkeropløsning i fraktioneringskolonnen. Afhængigt af opløsningens højde i kolonnen som registreret af indikatoren 28 vil ventilerne 18 og 24 blive åbnet for at levere invertsukkeropløsning og vand skiftevis til kolonnen 20 eller vil blive lukket for at stoppe leveringen af opløsning og vand til kolonnen. Som nævnt ovenfor

adskilles glucose og fructose i kolonnen 20, og der opnås efter hinanden glucose, en glucose-fructose-blanding, fructose og næsten rent vand fra bunden af fraktioneringskolonnen 20.

De efter hinanden fremkommende opløsninger leveres via en polarimetermåleindretning 30, en koncentrationsmåleindretning 34, en strømningshastighedsmåleindretning 36 og en temperaturmåleindretning 38 til tre fordelingsventiler 40, 42 og 44. Polarimetermåleindretningen 30, som kan være af "Bendix 143 C"-typen, måler konstant den optiske drejningsvinkel og leverer et signal svarende til denne optiske drejningsvinkel til en analog-digital-omsætter (beskrevet nedenfor), som udgør en integreret del af styresystemet i fig. 2. Koncentrationsmåleindretningen 32, som kan være af "Valmet Dens-Air"-typen, er via en tryk-strøm-omsætter 46 koblet til analog-digital-omsætteren i systemet i fig. 2. Minneapolis Honeywell Co. fremstiller tryk-strøm-omsættere af en type, som kan anvendes i apparatet ifølge opfindelsen.

Strømningshastighedsmåleindretningen 36, som kan være af "Foxboro D/P Transmitter 13 A"-typen, leverer konstant et tryksignal til en omsætter 48, som omsætter tryksignalet til et strømsignal og leverer signalet til analog-digital-omsætteren i systemet i fig. 2. Endelig leverer temperaturmåleindretningen 36, som kan være af "Rosemund PT 100"-typen, konstant et signal, som er repræsentativt for temperaturerne af de opløsninger, der fremkommer fra fraktioneringskolonnen 20, til analog-digital-omsætteren i systemet i fig. 2. Som det vil forstås, kan temperaturmålingen være unødvendig, hvis opløsningerne, der fremkommer fra kolonnen 20, har den samme temperatur. Hvor der er en temperaturvariation, må målingen imidlertid foretages, fordi temperaturvariationer vil påvirke polarimeteraflæsningerne som forklaret nedenfor.

Operationen af fordelingsventilerne 40, 42 og 44 kontrolleres af dermed forbundne ventilstyrekematismer 50, 52 og 54 styret af datamaskinestylesystemet i fig. 2 som beskrevet nedenfor. Styremekanismerne inkluderer udgangsterminaler 50a, 50b, 52a, 52b, 54a og 54b, som angiver henholdsvis "til" og "fra" stillingerne af ventilerne 40, 42 og 44, og som er koblet til det digitale datamaskinestylesystem i fig. 2. Mekanismerne inkluderer også indgangsterminaler 50c, 52c og 54c, som er koblet til systemet i fig. 2, og afhængigt

af hvilken del af sit program, datamaskinen er i gang med, vil mindst én af mekanismerne 50, 52 eller 54 modtage et igangsætnings-signal og føre den dermed forbundne ventil til den åbne stilling. Ud fra ventilerne 40, 42 og 44 vil komme henholdsvis glucose (G), en glucose-fructose-blanding (P) og fructose (F). De fremkommende opløsninger vil blive fordelt til forskellige beholdere, en for hver fraktion til yderligere behandling.

Som vist i fig. 2 inkluderer apparatet til automatisk styring af processen i fig. 1 en digital centralenhed 60, som kan være af "Nokia PPC 6520.2"-typen, koblet ved hjælp af et kabel 61 til en udlæseenhed 62, som kan være af "Nokia PPU 6537"-typen, og koblet via et kabel 63 til en analog-digital-omsætter 64, som kan være af "Nokia PPD 6533"-typen. Kablet 63 kobler også centralenheden 60 til en digital indlæseenhed 66, som kan være af "Nokia PPU 6531"-typen og et operator-styrepanel 68, som kan være af "Nokia PPU 6542.1"-typen. Kablet 61 kobler yderligere udlæseenheden 62 til operatorstyrepanelet 68. Systemet i fig. 2 inkluderer endelig en teleprinter 70, som er koblet til centralenheden 60 via kabler 71 og 72.

Som angivet ved de mærkede udgangsterminaler, leverer udlæseenheden 62 under datamaskineprogramstyringen signaler, som styrer operationerne af ventilerne 12, 18, 24, 40, 42 og 44 i fraktionerings-apparatet i fig. 1. Som yderligere vist ved de mærkede ledere, leveres polarimeter aflæsningerne, som angiver den optiske drejningsvinkel, koncentrations aflæsningerne, strømningshastighedsmålingerne og temperaturmålingerne på de opløsninger, som kommer ud fra fraktioneringskolonnen 20 til analog-digital-omsætteren 64, og de digitale repræsentationer af disse målinger leveres til den digitale centralenhed 60. Som nævnt ovenfor vil temperaturmålinger ikke være nødvendige, hvis temperaturen af den opløsning, som fremkommer fra fraktioneringskolonnen, forbliver konstant. Hvor der imidlertid er en temperaturvariation, tages der hensyn til variationen på polarimeter aflæsningen ved et korrektionsprogram baseret på den i fig. 4 viste nomograph beskrevet nedenfor.

Signaler, som angiver tilstandene af tilførselsventilerne 12, 13 og 24, d.v.s. 13a, 13b, 19a, 19b, 25a, 25b, leveres gennem et kabel 72 til den digitale indlæseenhed 66, og signaler, som angiver tilstandene af fordelingsventilerne 40, 42 og 44, d.v.s. 50a, 50b, 52a, 52b, 54a, 54b, leveres gennem et kabel 74 til de tilsvarende indgangsterminaler i indlæseenheden 66. Endelig leveres de signaler, som angiver niveauerne i tilførselstanken 14, fremkaldt af indikatorerne 15 og 16, og i fraktioneringskolonnen 22, fremkaldt af indikatorerne 28, også gennem et kabel 76 til tre andre indgangsterminaler i den digitale indlæseenhed 66. Ud-læseenheden 62 afkoder de passende instruktioner, modtaget fra den digitale centralenhed 60, og leverer ventilkommandosignaler til indgangsterminalerne 13c, 19c, 25c, 50c, 52c og 54c i kontrolmekanismen for ventilerne 12, 18, 24, 40, 42 og 44.

Strukturen, operationen og den gensidige forbindelse mellem komponenterne i systemet i fig. 2 er konventionelle og behøver ikke at beskrives her. Nyheden af den foreliggende opfindelse ligger ikke i at sammenstille sådanne komponenter, men snarere i måling af den optiske drejningsvinkel, koncentrationen, strømningshastigheden og temperaturen af de opløsninger, som fremkommer fra kolonne 20, og levering af målingerne til centralenheden 60. Som beskrevet nærmere nedenfor beregner centralenheden den øjeblikkelige og/eller gennemsnitlige renhed, og når forud fastsatte renhedsværdier nåes, styrer centralenheden 60 fordelingen af de forskellige fraktioner (F, P og G) i overensstemmelse med et forud fastsat program.

I fig. 3 viser fig. 3A variationen i optisk drejningsvinkel (A) som en funktion af tiden. Fig. 3B viser glucose- og fructosekoncentrationerne som en funktion af tiden, og fig. 3C viser, hvordan renheden af fructose i opløsningen, som fremkommer fra fraktioneringskolonnen 20, varierer som en funktion af tiden. Fig. 3D (1) viser den optimale åbning og lukning af glucosefordelingsventilen 40, fig. 3D (2) og 3D (3) viser den optimale åbning og lukning af henholdsvis recirkulerings- (P) og fructose- (F)-fordelingsventilerne 42 og 44, og fig. 3D (4) viser det stille trin i fraktioneringsprocessen, hvor alle fordelingsventiler er lukkede.

Nomographen i fig. 4 viser temperaturens virkning på bestemmelsen af fructosens renhed. A er drejningsvinklen på en lysvej af længden 2,5 mm målt ved spektrets kviksølvlinie. C er koncentrationen (g/100 ml).

Fructosekoncentrationen i sukkeropløsningen afhænger af polarimeter aflæsningen, og koncentrationen, og er givet ved den følgende empiriske formel (ved 60° C):

$$F = \frac{62,85C + 3,2 \cdot 10^{-3}C^2 + 2,5 \cdot 10^{-6}C^3 - 4 \cdot 10^3A}{1,4325C + 4,37C^2 \cdot 10^{-5} + 10,5 \cdot 10^{-8}C^3}$$

hvor F = fructosekoncentrationen i opløsningen som % af tørt materiale (= F-renhed),

C = koncentration (g/100 ml),

A = optisk drejningsvinkel (i grader, målt ved bølgelængden 546 nm, lysvejens længde 2,5 mm).

En tilsvarende ligning kan skrives for glucoserenheden.

Da temperaturen under en proces i industriel målestok aldrig forbliver fuldstændig konstant, er der inkluderet en temperaturkorrektur i datamaskineprogrammet.

Den ovenstående ligning kan tilnærmes i en lineær form, som er egnet til processtyring (ved 60° C):

$$F = 43,509 - 2734,2 \frac{A}{C}$$

som er af den almene form:

$$F = k_1 - k_2 \frac{A}{C}$$

hvor konstanterne k_1 og k_2 afhænger af målingsbetingelserne, såsom temperaturen, bølgelængden af det lys der anvendes i polarimeteret og længden af lysvejen i nomographen i fig. 4.

Formålet med separationsprogrammet er at styre fraktioneringsprocessen og fordele den opløsning, som fremkommer fra fraktioneringskolonnen 20, i tre fraktioner G, P og F. Opsamlingen og beregningen

af de nødvendige data for rapporterne kan også inkluderes i separationsprogrammet.

Procesdatamaskinen 60 (fig. 2) registrerer ved tilstrækkeligt korte intervaller, f.eks. hvert halve minut, koncentrationen, polarimeter aflæsningen, temperaturen og strømningshastigheden i fraktioneringskolonnen. Der er en tolerancestyring for de målte værdier (det kontrolleres, at de målte værdier er alment inden for det kalibrerede område), og ukorrekte måleresultater accepteres ikke.

Fordelingen af den opløsning, som fremkommer fra fraktioneringskolonnen 20, bestemmes på basis af opløsningens F-renhed. Fraktionerne er glucose (G), recirkulering (P) og fructose (F). Grænseværdierne af fraktionerne bestemmes af både F-værdi og koncentration. Forskellige metoder er til rådighed til bestemmelsen af F-renheden. Når der anvendes øjeblikkelig F-værdi som operationsparameter, udføres overførslen fra glucose til recirkulering og fra recirkulering til fructose på basis af øjeblikkelige F-værdier. Grænseværdien mellem fructose og glucose bestemmes af enten F-værdi eller koncentration, afhængigt af hvilken af de forud fastsatte værdier, som først nås. En anden metode til styring af fraktioneringen er at anvende gennemsnitlig F-renhed som fordelingsparameter. De krævede gennemsnitlige renhedsværdier er givet for både fructose og glucose. Under fordelingen af glucosefraktionen beregnes den gennemsnitlige F-renhed efter hver F-renheds-måling. Som tiden for skiftet til recirkuleringsfraktionen nærmer sig, forøges F-værdien (glucosens renhed synker), indtil den fastsatte værdi nås, og skiftet sker. En fastsat værdi for øjeblikkelig F-renhed er også inkluderet i styresystemet for at forhindre opløsning indeholdende for meget fructose i at passere ind i den rene fraktionerede glucose. Hvis skiftet fra glucose til recirkulering baseres på den øjeblikkelige F-renheds-værdi, vil glucosefraktionen have en lavere gennemsnitlig F-renhed end den fastsatte gennemsnitlige F-renhedsværdi.

Bestemmelsen af recirkulering-fructose-skiftet under anvendelse af gennemsnitlig F-renhed som parameter kan ikke udføres på samme måde, da den gennemsnitlige renhed af fructosefraktionen først er kendt, når denne fase er fuldført, og skiftet fra recirkulering til fructose finder sted ved fasens begyndelse. Af denne grund er

der en fastsat værdi for øjeblikkelig F-renhed foruden den gennemsnitlige F-renhed. Efter fuldførelse af F-fraktionen, beregner datamaskinen 60 den gennemsnitlige renhed af den opnåede F-opløsning og korrigerer om nødvendigt grænseværdien, hvilken korrektion sker på en sådan måde, at den gennemsnitlige renhed af fructosen forbliver ved den fastsatte værdi. Grænseværdien for glucose-recirkulering har et maksimalt tilladeligt tal, og der er et lignende minimalt tilladeligt tal for recirkulering-fructose, hvorunder datamaskinen ikke har tilladelse til at forskyde grænsen, selv om den krævede gennemsnitlige F-renhed kunne forlange det.

Når datamaskinen 60 anvender den ovenfor beskrevne formel, kan selv en lille fejltagelse forårsage en stor fejl i den beregnede renhedsværdi. Hvis styringen af fordelingsgrænserne kun blev bestemt af de renhedsværdier, som beregnes direkte ud fra de målte værdier, kunne de opløsninger, som kommer ud fra kolonnen 20, blive ukorrekt fordelt af datamaskinen 60. For at dette kan undgås, er datamaskinen 60 programmeret til at forhåndsfastlægge hvert nyt punkt på renhedskurven, som tages ved intervaller på f.eks. 1 minut. Det punkt, som beregnes ud fra de målte værdier, sammenlignes med det forhåndsfastlagte, og det mest korrekte vælges. Det nye punkt på renhedskurven forhåndsfastlægges af datamaskinen ved anvendelse af f.eks. de fire forudgående accepterede punkter på kurven, og den følgende formel:

$$y = \frac{x}{1 - kx^2}$$

For at den faktiske kurve kan følges så tæt som muligt af den forhåndsfastlagte kurve på basis af den ovenstående formel, har asymptoterne til den forhåndsfastlagte kurve en svag forskydning, f.eks. 5%, fra den oprindelige. Dette betyder i praksis at den værdi, som gives af forudsigelsen, er f.eks. 105% eller -5%. Procentværdier uden for området 0-100% elimineres imidlertid i datamaskinprogrammet. Ved sammenligning af det punkt, som beregnes ud fra de målte værdier, med det forhåndsfastlagte tager datamaskinen også hensyn til kurvens hældning i det punkt. Større afvigelser mellem målt og forhåndsfastlagt renhed tillades på stejle afsnit af kurven end på de afsnit af kurven, som kun har gradvise hældninger.

Vanskeligheden ved betragtning af fructose-glucose-grænsen er, at både polarimeter aflæsningen og koncentrationsmålingen optages ved den yderste nedre ende af måleskalaerne. Procentfejlene på måleskalaerne er i almindelighed større inden for disse områder. Som følge deraf kan den renhedsværdi, som beregnes ud fra de målte værdier, have ekstreme variationer til begge sider for den virkelige værdi, og en sådan ekstremt fejlagtig værdi kunne forårsage en ukorrekt styringsoperation. Af denne grund fremkaldes fraktions-skift ikke på basis af et enkelt punkt på renhedskurven eller en koncentrationsmåling, men der kræves flere, f.eks. 3, målinger til at bestemme, at grænseværdien er nået.

Foruden de ovenstående sikkerhedsforanstaltninger tages også standardvarighed af en fraktion i betragtning som parameter for fordelingen af fraktionerne. Hvis de målte eller beregnede værdier angiver, at en fraktion skulle være fuldført og en ny startet, men den målte tid fra fraktionens begyndelse er mindre end den fastsatte standardtid, finder intet skift sted, og fejldata udskrives på rapportteleprinter 70 (fig. 2).

Datamaskineprogrammernes arbejdsdiagrammer for beregningen af renhed og fraktionsskift, beregningen af glucosefraktionen, beregningen af recirkuleringsfraktionen og beregningen af fructosefraktionen er vist i henholdsvis fig. 5-8. De i arbejdsdiagrammerne angivne symboler har følgende betydning:

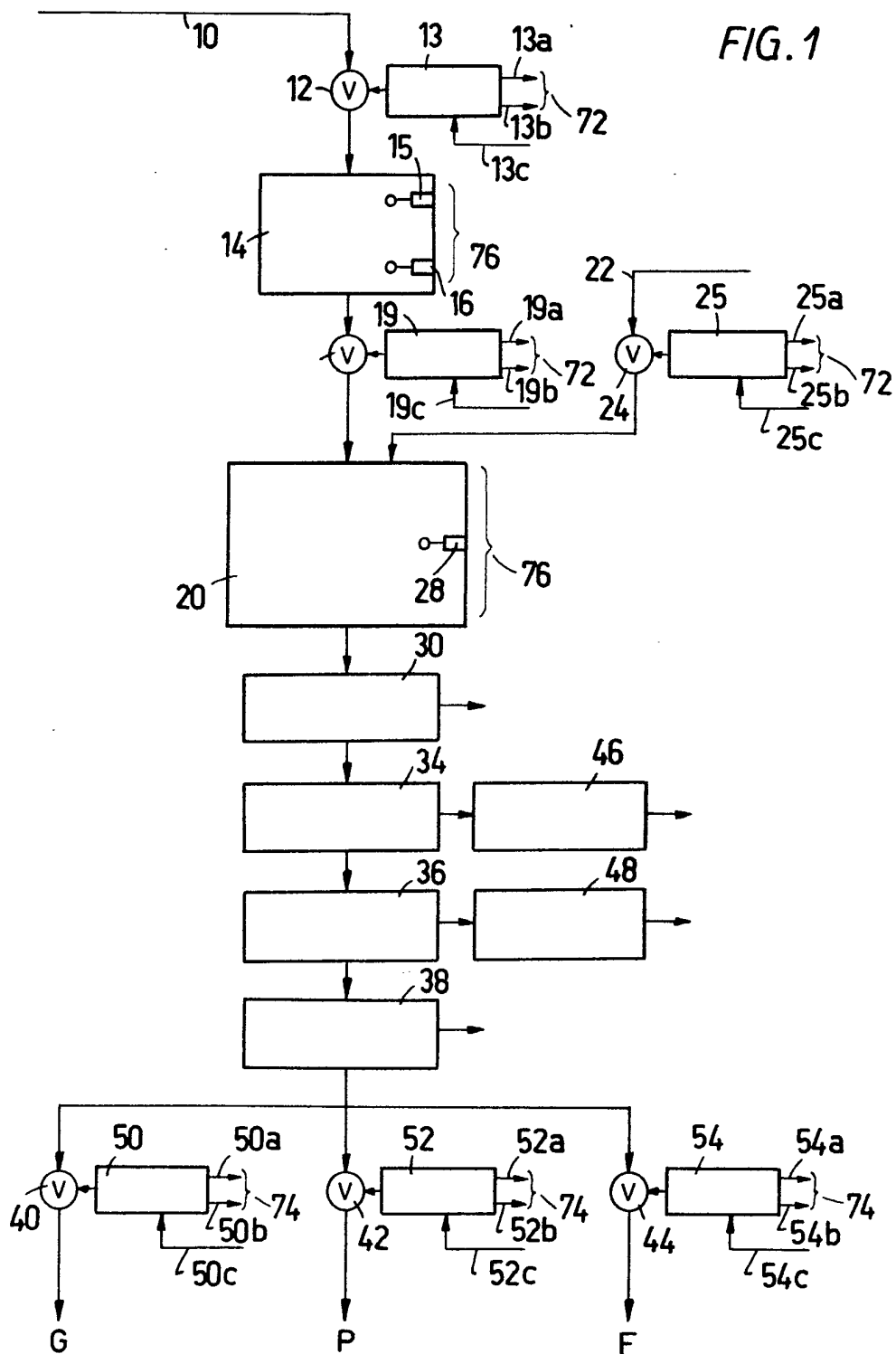
A	optisk drejningsvinkel
C	koncentration
V	strømningshastighed
T	temperatur
Q	F-renhed, $Q = f(A, C, T)$
Q_E	forudsagt renhed
G	glucose
P	recirkulering
F	fructose
GPOR	tilstræbt gennemsnitlig renhed af G-fraktionen
GPQR	skiftgrænse bestemt ved øjeblikkelig renhed i området G-P
PFQR	skiftgrænse bestemt ved øjeblikkelig renhed i området P-F

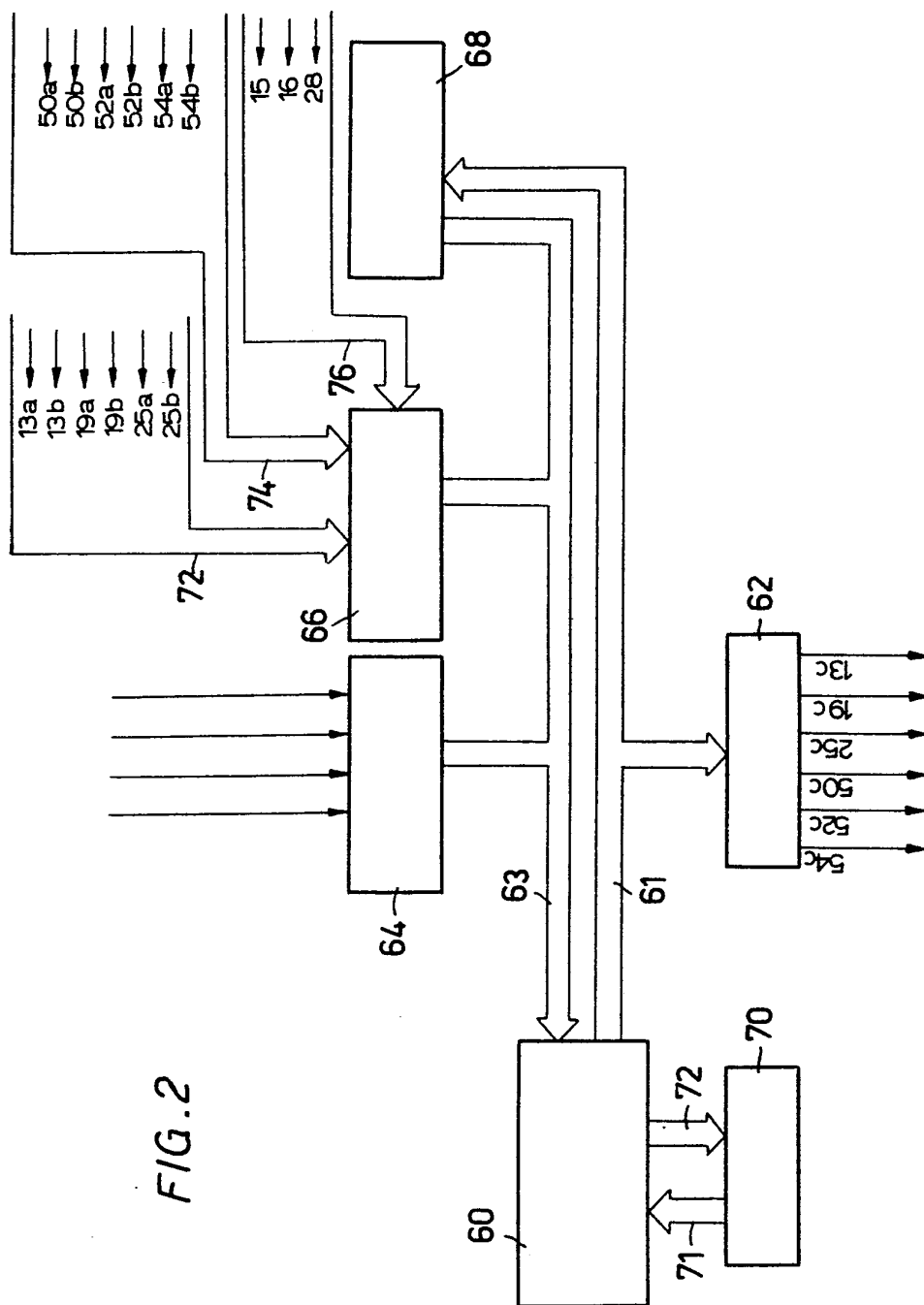
FGQR skiftgrænse bestemt ved øjeblikkelig renhed i området F-G
FGOR tilstræbt gennemsnitlig renhed af F-fraktionen
FGCR skiftgrænse bestemt ved koncentrationen i området F-G
C (MIN) minimumskoncentration under en fraktion
AN fastsat standardtid for varigheden af en fraktion før
skiftet til næste fraktion kan finde sted

Selv om opfindelsen her er blevet beskrevet med henvisning til en speciel udførelsesform, vil mange ændringer og variationer være nærliggende for fagfolk. F.eks. kan centralenheden 60 være programmeret til at beregne mængden af tørt materiale i fraktionerne og trykningen af udbytterapporter. Styringsmetoden er egnet til produktion i stor målestok, da ethvert antal fraktioneringskolonner kan styres af en datamaskine på tidsdelingsbasis.

P a t e n t k r a v :

Fremgangsmåde til automatisk styring af en industriel chromatografisk proces, hvorved mindst to optisk aktive stoffer, f.eks. glucose og fructose, fraktioneres chromatografisk og bringes i en for udvinding tilstrækkeligt ren form, medens mindst yderligere en fraktion påny må tilbageføres til processen, og hvorved polarisationsvinklen og koncentrationen af de ved processen dannede fraktioner stadig måles, de registrerede måleværdier tilføres en programstyret datamaskine, og fraktionerne fordeles automatisk alt efter overvågning af forud fastsatte renhedsværdier for fraktionerne, idet endvidere gennemstrømningshastigheden og temperaturen af de ved processen opståede fraktioner stadig måles, og den øjeblikkelige og/eller gennemsnitlige renhed af fraktionerne beregnes under hensyntagen til gennemstrømningshastigheden og temperaturen, k e n - d e t e g n e t ved, at en renhedskurve forhåndsfastlægges i et antal punkter, de forhåndsfastlagte punkter af renhedskurven sammenlignes med de målte værdier for renheden, og den målte værdi vælges som grundlag for den videre (korrigerede) forhåndsfastlæggelse, når den ligger i nærheden af det tilsvarende forhåndsfastlagte punkt, medens det forhåndsfastlagte punkt vælges tilsvarende, når den målte værdi afviger betydeligt fra det nævnte forhåndsfastlagte punkt.





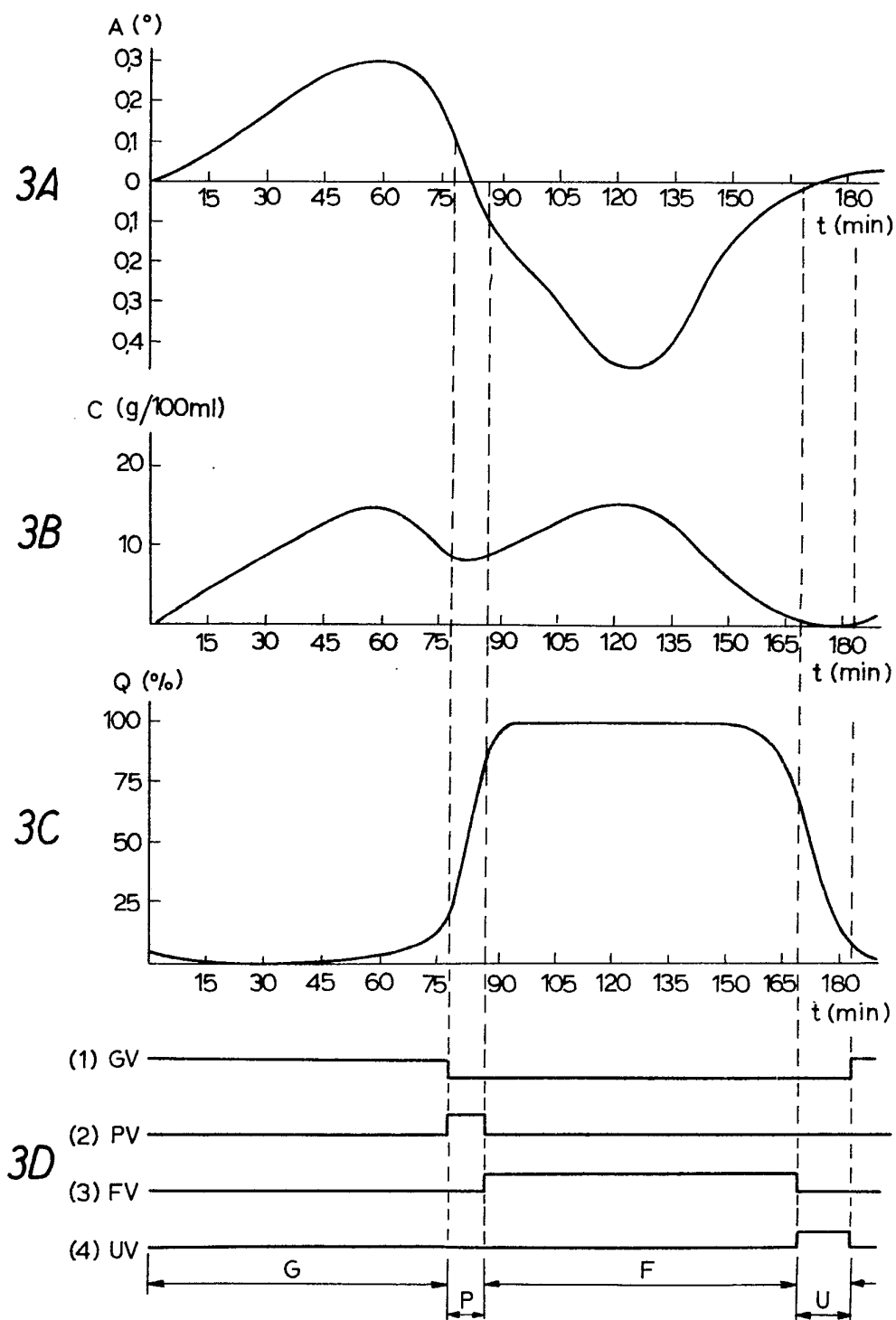


FIG. 3

FIG. 4

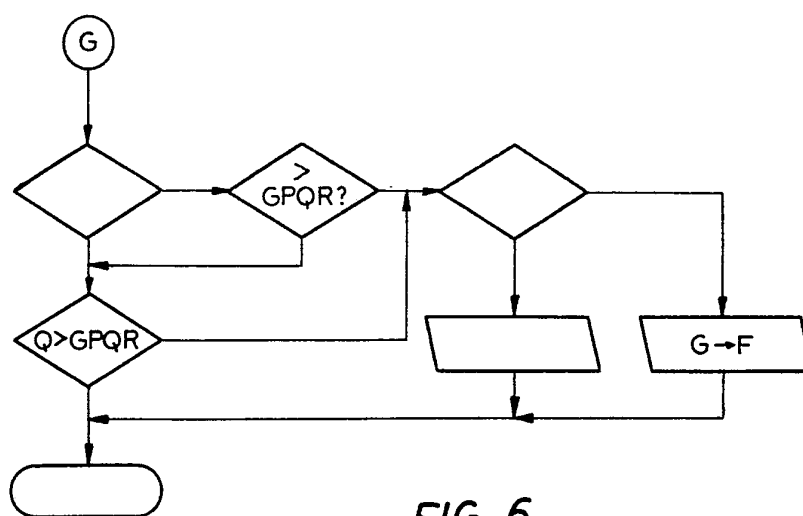
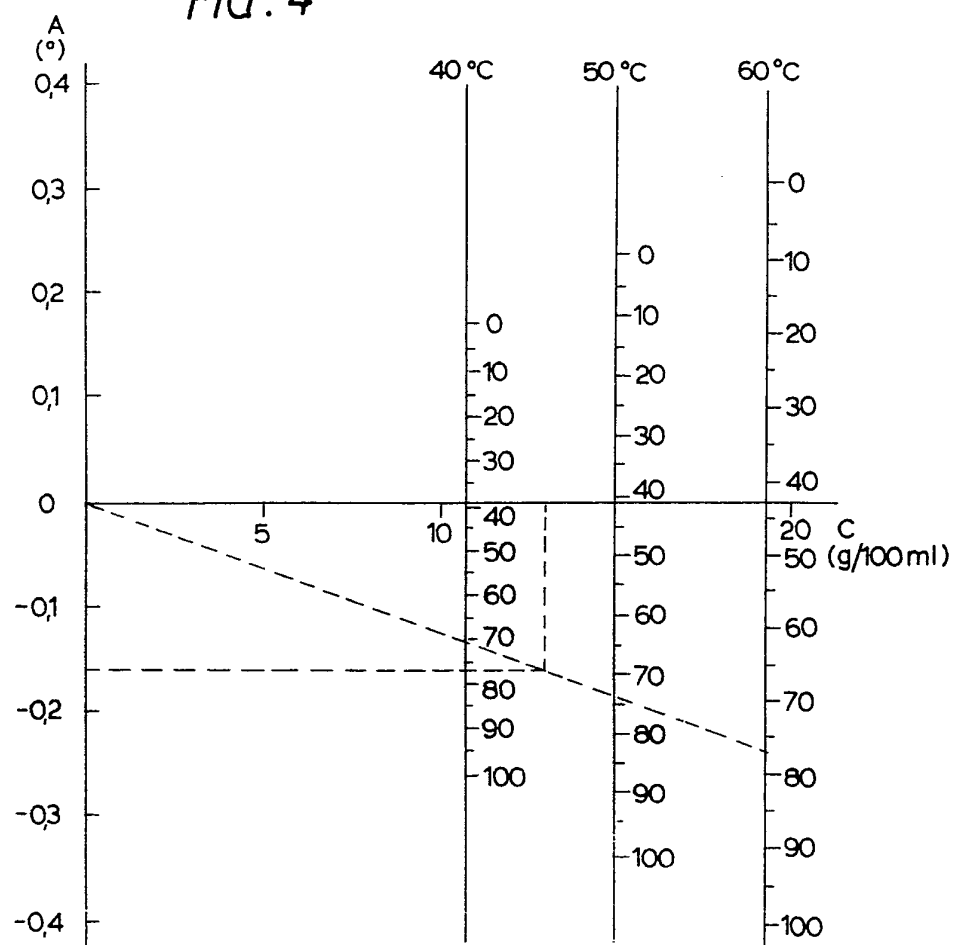


FIG. 6

FIG. 5

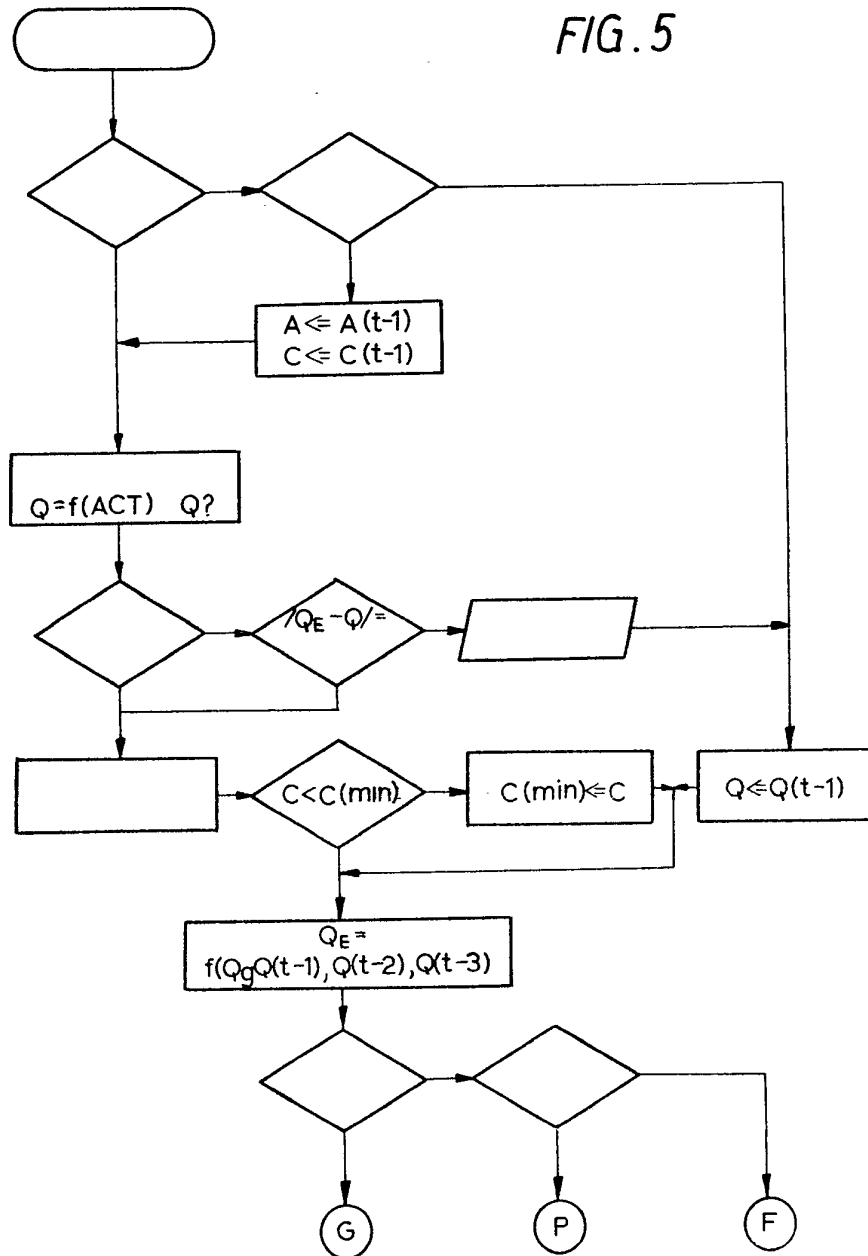


FIG.7

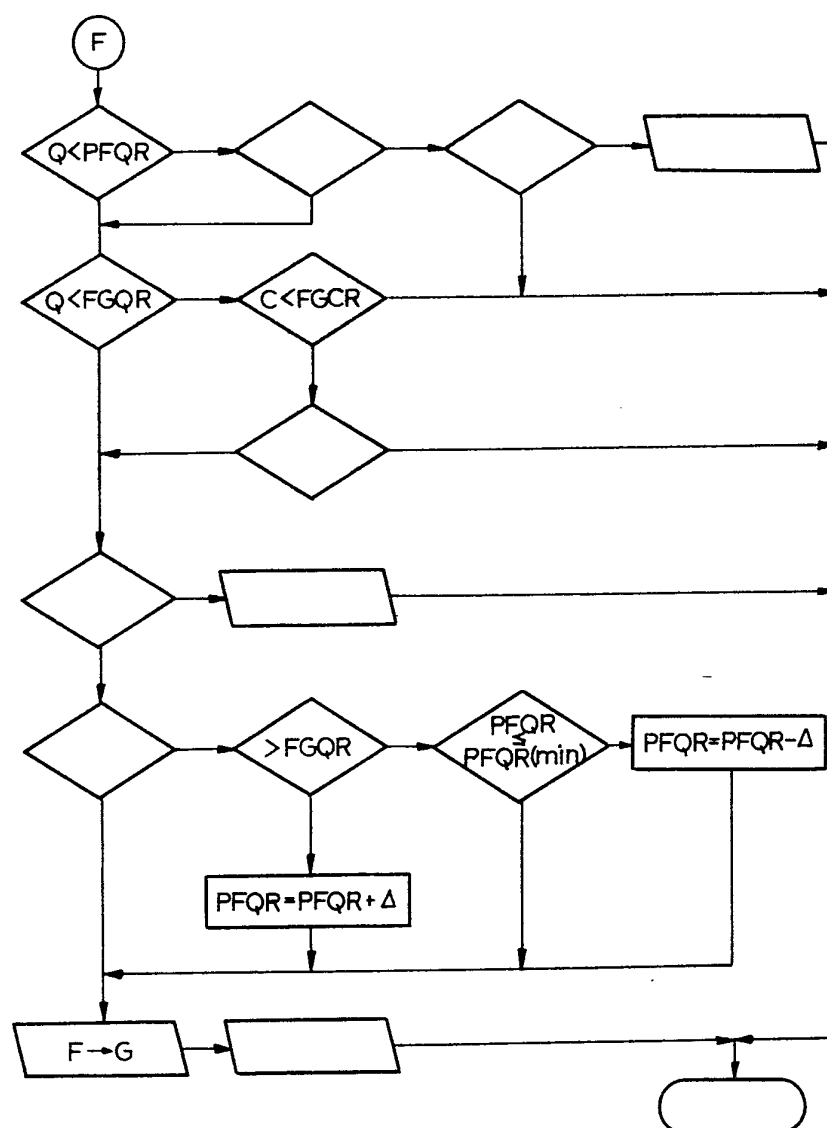
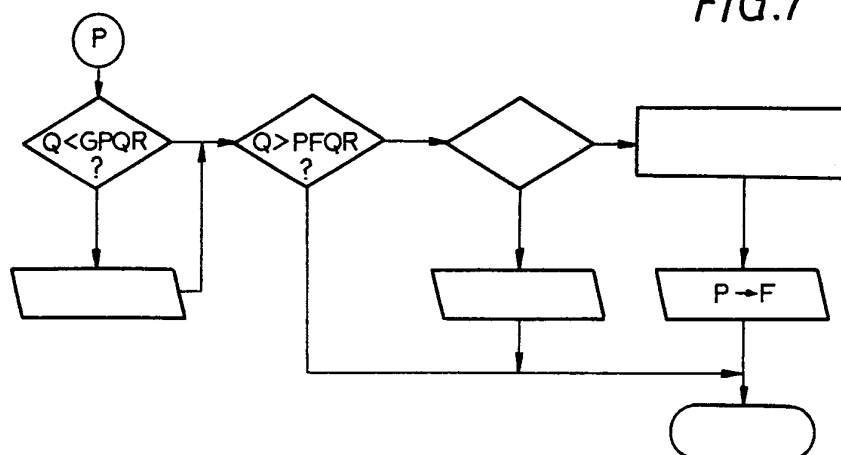


FIG.8