

Künstliche Intelligenz (KI)-basierte optische Sensorik für flüssig-flüssig Systeme

Laura Neuendorf¹, Pascal Müller¹, Christian Bergeest¹, Arjan Meijer², Christiane Schlander² und Norbert Kockmann¹

¹Arbeitsgruppe Apparatedesign, Fakultät Bio- und Chemieingenieurwesen, TU Dortmund, Dortmund, Deutschland

²Merck KGaA, 64293 Darmstadt, Deutschland

Kontakt: laura.neuendorf@tu-dortmund.de

Einleitung

Mit der rapide voranschreitenden Entwicklung des maschinellen Lernens für Bilderkennung gerät sie zunehmend in den Fokus um Prozesse in der Industrie zu überwachen. Hierzu wird optische Sensorik mit einer KI-basierten Bildauswertung kombiniert und in einem zweiten Schritt eine auf den Ergebnissen basierende Automatisierung zu ermöglichen.

In diesem Beitrag werden drei Use Cases für optische Sensoren auf Basis von Künstlicher Intelligenz (KI) vorgestellt. Dazu wird eine Kamera in verschiedenen Aufbauten eingesetzt, um drei verschiedene Anwendungsfälle flüssig-flüssiger Systeme kontinuierlich zu überwachen.

Der erste Aufbau befasst sich mit der Entwicklung eines Online-Messsystems zur Bestimmung von Substanzparametern von nicht mischbaren flüssig-flüssig-Stoffsystemen. Durch iterative Lösung einer Kraftbilanz des aufsteigenden Tropfens siehe Abb. 1 links, können Dichte, Grenzflächen-spannung und geometrische Parameter bestimmt werden.

Der zweite Aufbau siehe Abb. 2 dient der Überwachung von Koaleszenz-Experimenten, um deren zeitlichen Verlauf zu ermitteln. Auf Grundlage des Absetzverhaltens der Stoffsysteme kann ein geeignetes Prozess Scale-Up ausgewählt werden. Das Bild in der Mitte der Abbildung zeigt den Koaleszenzprozess. Die Untersuchung von Flüssig-Flüssig-Grenzflächen ermöglicht Rückschlüsse auf das Verhalten von Flüssigkeiten bei großtechnischen Anwendungen. Üblicherweise werden Koaleszenzexperimente im Labor manuell durchgeführt, was zeitaufwändig ist und oft nicht zu reproduzierbaren Ergebnissen führt. Die KI-basierte Auswertung von Bildern während der Analyse der Absetzversuche gibt detaillierte Informationen über das zeitliche Verhalten des flüssig-flüssig Systems und wird automatisch ausgewertet.

Bei dem dritten Aufbau handelt es sich um eine gerührte Flüssig-Flüssig-Extraktionskolonne im Labormaßstab (DN32), bei der eine KI-gestützte Überwachung für eine genauere Prozessüberwachung eingesetzt wird (vgl. Abb. 3). Aufgrund dieser kann die Prozessregelung verfeinert werden. Es werden zwei den Prozess überwachende KIs präsentiert. Die erste klassifiziert den Betriebszustand des Systems und entscheidet, ob es sich in einem unerwünschten Zustand, dem sogenannten Fluten, oder im regulären

Betriebszustand befindet. Die zweite KI überwacht die Tropfengrößen in den aktuellen hydrodynamischen Einstellungen in Abhängigkeit von der Rührergeschwindigkeit n und der aktuellen Beladung B . Die daraus resultierende durchschnittliche Tropfengröße des Systems wird berechnet, um zu sehen, ob die aktuellen Einstellungen für eine optimale Hydrodynamik der Extraktionskolonne sorgen.

Methoden und Materialien

Der erste Aufbau befasst sich mit der Untersuchung einzeln aufsteigender Tropfen zur Bestimmung von Substanzparametern von nicht mischbaren flüssig-flüssig-Stoffsystemen, siehe Abb. 1 links. Hierzu wird eine Extraktionsmesszelle mit einem LED Panel gleichmäßig ausgeleuchtet und von einer Kamera werden Bilder und Videos aufsteigender Tropfen aufgezeichnet. Es werden in einem Video 24 Bilder pro Sekunde aufgenommen.

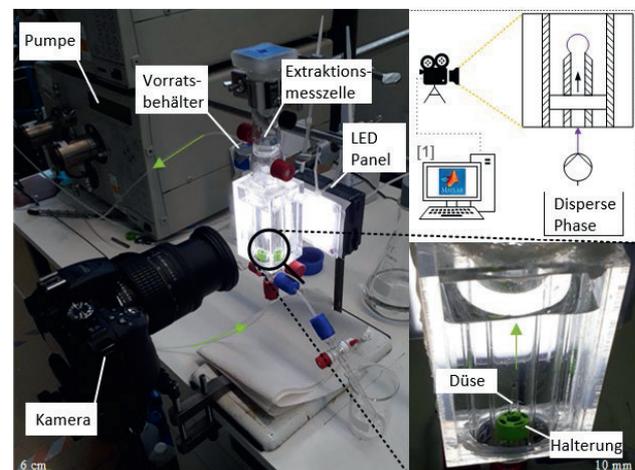


Abb. 1: Versuchsaufbau für Untersuchungen von einzeln aufsteigenden Tropfen. In einem Bild oder Video verfolgt eine KI das Aufsteigen eines Tropfens

Die Extraktionsmesszelle ist mit Wasser gefüllt und die disperse Phase wird durch eine Glaskanüle in einer festen Halterung in die Extraktionsmesszelle geleitet, sodass einzelne Tropfen aufsteigen können. An die KI-basierte Bildauswertung schließt die iterative Lösung einer Kraftbilanz des aufsteigenden Tropfens an.

Für einen diskreten Zeitpunkt kann eine Kraftbilanz zwischen der Auftriebskraft F_A , der Trägheitskraft F_D und der

Widerstandskraft F_W zur Beschreibung des aufsteigenden Tropfens verwendet werden [1].

$$\sum F_z = 0 = F_A - F_D - F_W$$

Durch Vergleich des letzten Bildes des anhaftenden Tropfens als Referenzbild mit den Bildern des sich ablösenden Tropfens kann eine Aufstiegs geschwindigkeit ermittelt werden. Mit dieser Information lässt sich die Kräftebilanz lösen. Durch sie können Dichte, Grenzflächenspannung und geometrische Parameter bestimmt werden.

Der zweite Versuchsaufbau besteht aus einem Kamerasystem, das kontinuierlich Bilder des Rührbehälters mit beheiztem Mantel aufnimmt, siehe Abb. 2. Als KI wird das in Python laufende neuronale Netzwerk resnet-34 [2] verwendet. Es wertet die Bilder kontinuierlich aus und zeichnet die Höhe der jeweiligen Flüssigkeitsphasen über die Zeit auf. Eine Live-Online-Überwachung ist somit möglich und hilft bei der Koaleszenzerkennung.

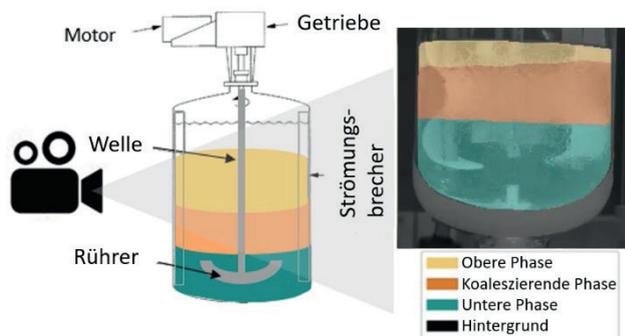


Abb. 2: Versuchsaufbau für Flüssig-Flüssig-Interphasenuntersuchungen. In einem Bild oder Video verfolgt ein neuronales Netz die zeitliche Entwicklung der Grenzflächen zwischen den flüssigen Phasen und erkennt die Phasenhöhen zu verschiedenen Zeitpunkten auf. Gefäß adaptiert nach [3]

Physikalische Modelle, die die Untersuchung komplexer Mischungsoberflächen ermöglichen, wurden von Kopriva [4] entwickelt. Sie beobachtete für viele Zweiphasensysteme eine sogenannte Totzeit, wenn der Energieeintrag des Rührers gestoppt wird. Das bedeutet, dass während dieser Zeit kein Absetzen einer Phase beobachtet werden kann. Anschließend ist zu beobachten, dass sich die Tröpfchen in Richtung ihrer eigenen Phase bewegen, Tröpfchen der leichten Phase bewegen sich nach oben, die schwerere Phase bewegt sich nach unten [4]. Die für den Koaleszenzprozess benötigte Zeit wird als Trennungszeit t_E bezeichnet [4]. Liegen die in den Experimenten ermittelten Zeiten t_E unter 60 s, ist die Koaleszenz des Systems sehr schnell. Trennzeiten unter 300 s sind ebenfalls akzeptabel, aber längere Trennzeiten erschweren den Scale Up des auszulegenden Prozesses [5].

Der dritte Aufbau besteht aus einer gerührten Flüssig-Flüssig-Extraktionskolonne im Labormaßstab (DN32), siehe Abb. 3.

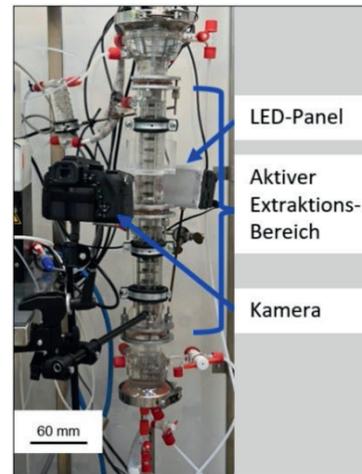


Abb. 3: Gerührte Flüssig-Flüssig-Extraktionskolonne im Labormaßstab (DN32)

Hier wird ebenfalls ein LED-Panel hinter dem Aufbau verwendet um die Bildebene, die mit der Kamera aufgenommen wird, besser auszuleuchten. Es werden zwei Rührzellenkompartiments, die jeweils durch eine Siebplatte vom darauffolgenden Kompartiment getrennt sind, mit der Kamera beobachtet.

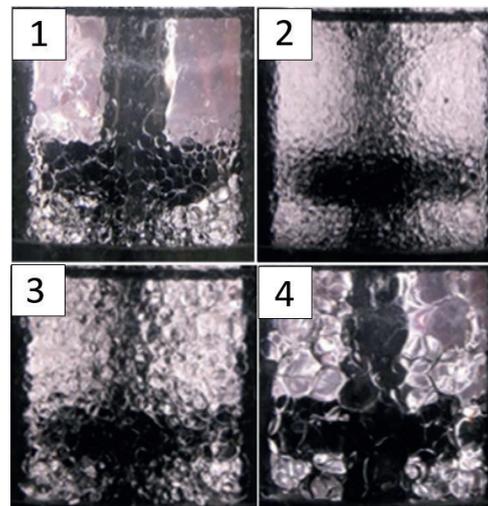


Abb. 4: Auftretende Betriebszustände der Kolonne, (1) Fluten in der Kolonne und (2, 3 und 4) regulärer Betriebszustand mit Tropfen unterschiedlicher Größe

Es lassen sich das unerwünschte Fluten der Kolonne Foto 1 in Abb. 4) oder verschieden große Zustände von Tropfen (Foto 2,3 und 4) beobachten. Der ideale Zustand ist Bild 3, Tropfen von etwa 1 mm Durchmesser bieten optimale hydrodynamische Eigenschaften für den Kolonnenbetrieb. Wenn der Durchmesser zu klein ist, ist die Auftriebsge-

schwindigkeit der Tropfen nicht groß genug und ihre Verweilzeit in der Kolonne zu lang (Foto 2) wenn hingegen der Durchmesser zu groß ist, ist der Stoffaustausch aufgrund der insgesamt zu geringen Stoffaustauschfläche zwischen den beiden nicht mischbaren Flüssigkeiten deionisiertes Wasser und Butylacetat zu gering, was die Aufreinigung der wässrigen Phase erschweren würde.

Ergebnisse

Der erste Aufbau stellt einen KI-basierten Ansatz für Online-Messungen der Stoffparameter Dichte und Grenzflächenspannung dar. Hierfür wird ein neuronales Netz erfolgreich trainiert Tröpfchen dreier Substanzsysteme mit hoher Genauigkeit zu erkennen und zu segmentieren, da das Netz für alle relevanten Segmentierungsparameter Werte von über 97,7 % erreicht.

Darauf aufbauend wird eine Nachbearbeitungsroutine entwickelt, die eine Vielzahl von geometrischen und physikalischen Daten der untersuchten Tröpfchen erzeugt. Exemplarisch wird in Abb. 5 die Dichte des aufsteigenden Einzeltropfens aus Butylacetat gezeigt.

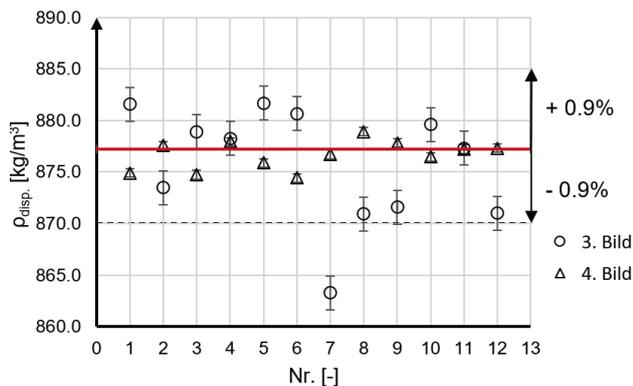


Abb. 5: Ermittelte Dichte von aufsteigenden Einzeltropfen von Butylacetat in deionisiertem Wasser; die rote Linie zeigt den Literaturwert des Systems [6]

Zwölf aufsteigende Tropfen werden im dritten und vierten Bild nach Ablösung von der Kanüle analysiert. Insgesamt liegt das vierte Bild nach Ablösung etwas näher am rot eingezeichneten Literaturwert. Es wird vermutet, dass der Tropfen seine Deformation durch Verlassen der Kanüle etwas weiter reduzieren konnte, was der Übereinstimmung von Experiment und Literaturwert zugutekommt. Jedoch bewegen sich alle Messpunkte in einem Fehlerbereich von unter 1 % bezogen auf die Literaturwerte von der Dichte von Butylacetat. Die Genauigkeit oder „Trueness“ der Mess- und Auswertemethode für die Bestimmung von Dichten liegt somit bei ca. $\pm 1 \text{ kg m}^{-3}$ mit einer Präzision von ca. $\pm 11 \text{ kg m}^{-3}$.

Ebenfalls wurde die Grenzflächenspannung zwischen Wasser und Butylacetat analysiert (siehe Abb. 6), erneut am dritten und vierten Bild nach Ablösung des Tropfens von der Kanüle.

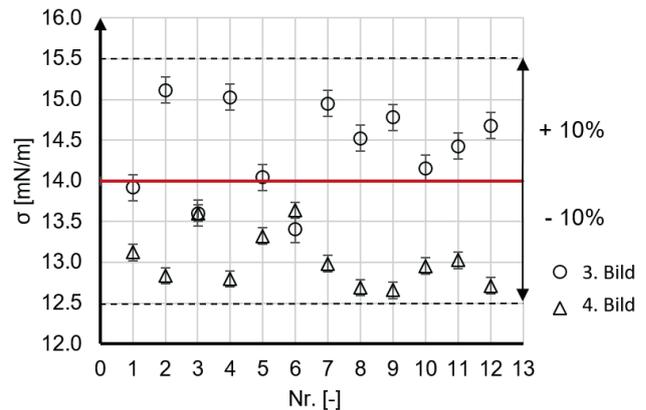


Abb. 6: Ermittelte Grenzflächenspannung von aufsteigenden Einzeltropfen im Stoffsystem Butylacetat/deionisiertes Wasser; in Rot der Literaturwert des Systems [6]

Es ist zu sehen, dass der Messfehler im Vergleich zur Dichtebestimmung etwas ansteigt. Während hier das dritte Bild nach Ablösung leicht über dem Literaturwert für das Stoffsystem liegt, ist das vierte Bild leicht darunter. Messschwankungen aufgrund der sinkenden Deformation des Tropfens treten auf. Nichtsdestotrotz liegen die analysierten Werte nahe der Literaturangaben. Der Genauigkeitsgrad der Bestimmung der Grenzflächenspannung liegt bei ca. $\pm 1,25 \text{ mN m}^{-1}$ und die Präzision beträgt ca. $\pm 0,6 \text{ mN m}^{-1}$.

Bei dem zweiten Versuchsaufbau wird ebenfalls das Testsystem Butylacetat/Wasser untersucht. Hierfür wurde der in Abb. 2 gezeigte Rührbehälter auf verschiedene Temperaturen erhitzt, um die Abhängigkeit der Koaleszenz des Stoffsystems von der Betriebstemperatur zu untersuchen. In Abb. 7 ist ein Versuch dargestellt, der den Einfluss der Temperatur auf das Koaleszenzverhalten der beiden Stoffe zeigt. Dargestellt ist der zeitliche Verlauf der koaleszierenden, oberen Phasengrenze (OPG, Quadrate) und der sedimentierenden, unteren Phasengrenze (UPG, Dreiecke).

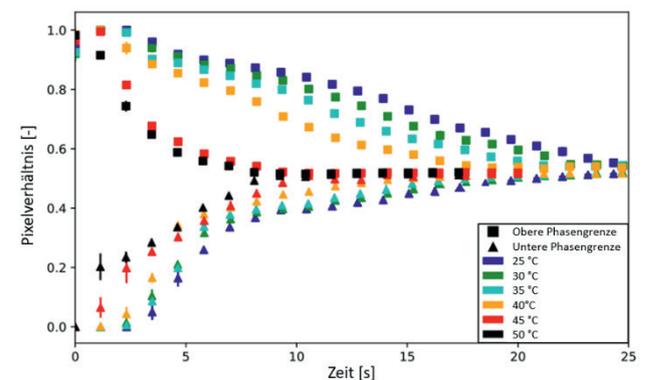


Abb. 7: Ergebnisse des Einflusses der Temperatur auf das Koaleszenzverhalten von n-Butylacetat/Wasser. Dargestellt ist der Verlauf der koaleszierenden, oberen Phasengrenze (OPG, Quadrate) und der sedimentierenden, unteren Phasengrenze (UPG, Dreiecke) über die Zeit.

Zu Beginn bildet sich die obere Phasengrenze ganz oben im Rührgefäß, während sich die untere Grenze an der tiefstmöglichen Stelle bildet. Dies bedeutet, dass das Gemisch zu Beginn der Versuche perfekt dispergiert war. Die Totzeit [4] ist auch bei diesem chemischen System mit einer Dauer von ca. 2,5 s zu Beginn aller Versuche zu beobachten. Es fällt auf, dass die steigende Temperatur zu einer deutlich schnelleren Trennzeit der beiden Flüssigkeiten führt. Während t_E für das Gemisch bei 25 °C ca. 25 s beträgt, ist der Prozess bei einer Erwärmung auf 50 °C doppelt so schnell. Die obere Phase n-Butylacetat sedimentiert oberhalb von 45 °C wesentlich schneller als bei 40 °C. Diese feinen Unterschiede zeigen die hohe Genauigkeit der entwickelten CNN-basierten Prozessüberwachung.

Bei dem dritten Aufbau wird eine KI-gestützte Überwachung für eine genauere Prozessüberwachung eingesetzt. Zwei den Prozess überwachende KIs kommen zum Einsatz. Die erste klassifiziert den Betriebszustand des Systems und entscheidet, ob es sich in einem unerwünschten Zustand, dem sogenannten Fluten, oder im regulären Betriebszustand befindet. Da sich die Zustände optisch unterscheiden lassen, ist Resnet-18 [2] gut in der Lage die Bilder in entweder den regulären Betriebszustand oder das unerwünschte Fluten einzuteilen. Über 99 % Genauigkeit bei der Klassifizierung ermöglichen die online Überwachung des Betriebs der Extraktionskolonne. Für weitere Details sei hierzu ebenfalls auf Referenz [7] verwiesen.

In der zweiten KI-Anwendung werden die Tropfengrößen in den aktuellen hydrodynamischen Einstellungen in Abhängigkeit von der Rührergeschwindigkeit n und der aktuellen Beladung B überwacht.

$$B = \frac{\dot{V}_k + \dot{V}_d}{A}$$

Die Beladung gibt dabei die Summe der Volumenströme der kontinuierlichen Phase \dot{V}_k und der dispersen Phase \dot{V}_d bezogen auf die Querschnittsfläche A in der Kolonne an. Als KI-Algorithmus kommt hierbei Mask R-CNN zum Einsatz. Dieser fortschrittliche Algorithmus ist in der Lage eine Segmentierung einzelner Instanzen innerhalb eines Bildes durchzuführen. So erkennt er viele einzelne Tropfen innerhalb eines Bildes, die sich dabei sogar zum Teil überlappen. Einfache Computer Vision Methoden sind dazu nicht in der Lage. Eine beispielhafte Analyse eines Bildes mit überlappenden Tropfen ist in Abb. 8 gezeigt.

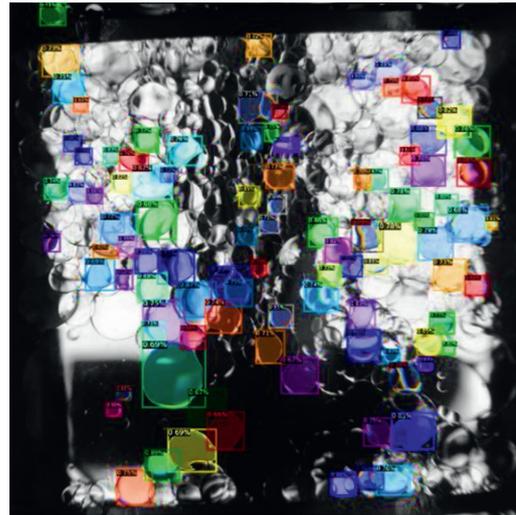


Abb. 8: Überlagerung der von dem KI-Algorithmus Mask-RCNN [8] erkannten Tropfen im Stoffsystem Butylacetat/deionisiertes Wasser in der gerührten Extraktionskolonne

Die daraus resultierende durchschnittliche Tropfengröße des Systems wird berechnet, um zu sehen, ob die aktuellen Einstellungen für eine optimale Hydrodynamik der Extraktionskolonne sorgen. In der Kolonne zeigte sich durch frühere Arbeiten eine durchschnittliche Tropfengröße von 1 mm als der hydrodynamisch bevorzugte Betriebszustand. [7] Ergebnisse dieser Untersuchung werden in Abb. 9 gezeigt.

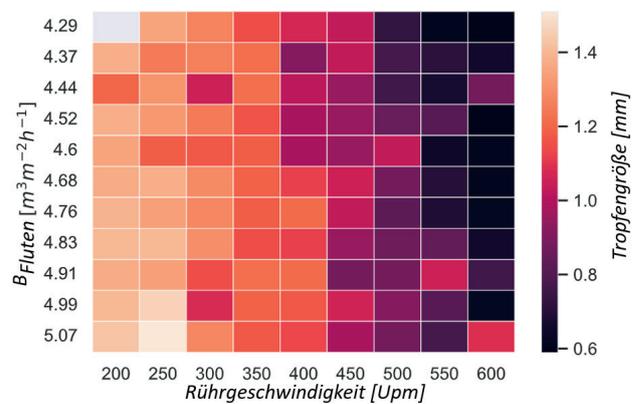


Abb. 9: Ermittelte durchschnittliche Tropfengröße von Tropfen im Stoffsystem Butylacetat/deionisiertes Wasser in der gerührten Extraktionskolonne in Abhängigkeit ihrer Beladung sowie der Rührergeschwindigkeit

Es ist zu sehen, dass sich die Tropfengröße für das System in einem Bereich von 0,6 mm bis 1,5 mm im Betriebsbereich bewegt. Bei verschiedenen Beladungen und Rührerdrehzahlen zeigt sich im Bereich von 350 – 400 Upm der favorisierte Betriebszustand von ca. 1 mm durchschnittlicher Tropfengröße. Des Weiteren ist zu sehen, dass die Rührerdrehzahl einen stärkeren Einfluss auf die Tropfen-

größe besitzt als die Beladung B der Kolonne. Das ist aufgrund des hohen mechanischen Energieeintrags so zu erwarten.

Diskussion

Es wurden optische Sensoren auf Basis von Künstlicher Intelligenz (KI) vorgestellt.

Der erste Aufbau stellt ein kostengünstiges Online Analysetool zur Bestimmung verschiedener Stoffparameter dar. Exemplarisch präsentiert werden hier die Dichte und die Grenzflächenspannung.

Bei dem zweiten Versuchsaufbau wurden Bilder von koaleszierenden Flüssigkeiten während Absetzversuchen mit CNNs ausgewertet. Diese Auswertung liefert detaillierte Informationen über das Koaleszenzverhalten der Flüssigkeiten über die Zeit und wird anschließend automatisch ausgewertet. Der entwickelte Aufbau ist in hohem Maße reproduzierbar und ermöglicht so einen bequemeren Weg für Experimente mit höherem Durchsatz an Flüssig-Flüssig-Grenzflächen im Labor. Mit diesem Wissen über das Koaleszenzverhalten eines Systems kann eine geeignete großtechnische Trenneinheit mit Hilfe heuristischer Regeln entworfen werden [5]. Der Einfluss von Additiven oder unterschiedlichen Temperaturen auf verschiedene chemische Systeme kann leicht bewertet werden.

Bei dem dritten Aufbau zeigt sich ebenfalls, dass KI-basierte optische Sensorik einen Beitrag zur besseren Überwachung des Systems Extraktionskolonne leistet. Die durchschnittliche Tropfengröße lässt sich ebenso wie das Auftreten vom Flutzustand online überwachen.

In Zukunft ist geplant die Tropfen erkennende KI ebenfalls anzuwenden um Tropfen in Schläuchen analysieren. Da Schläuche, beispielsweise als Coiled Flow Inverter (CFI), ein vielversprechendes Reaktordesign bieten, um Batch-Prozessen auf kontinuierliche Prozesse zu übertragen [9] kann auch hier eine automatisierte optische Prozessüberwachung einen Mehrwert bieten.

Eine auf der KI-basierten optische Prozessüberwachung aufbauende Regelungsstrategie mittels Reinforcement Learning wird an der Extraktionskolonne ebenfalls realisiert, sodass die Kolonne komplett autonom betrieben werden kann. [10]

Literatur

- [1] ZIEREP, J.; BÜHLER, K., *Grundzüge der Strömungslehre: Grundlagen, Statik und Dynamik der Fluide mit zahlreichen Übungen*, 9. Ausg.; Springer Vieweg: Wiesbaden, 2013
- [2] KAIMING, H.; ZHANG, X.; REN, S.; SUN, J.; *Deep Residual Learning for Image Recognition*, IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition (CVPR), pp. 770-778, 2016
- [3] PAUL, E. L.; KRESTA, S. M.; ATIEMO-OBENG, V. A. *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice*. In *Wiley-Interscience*, 6.2, 2004

- [4] KOPRIWA, N. S., *Quantitative description of Coalescence behavior in Extraction columns*, RWTH Aachen, Dissertation, 2013
- [5] PFENNIG, A.; PILLHOFER, T.; SCHRÖTER, J.; *Flüssig-Flüssig-Extraktion*, Goedecke (Ed.) Fluidverfahrenstechnik, vol. 2, Wiley-VCH, S. 907-992, 2006
- [6] BÄUMLER, K.; WEGENER, M.; PASCHEDAG, A.R.; BÄNSCH, E. *Drop rise velocities and fluid dynamic behavior in standard test systems for liquid/liquid extraction - experimental and numerical investigations*, Chemical Engineering Science, 66, 426-439., 2011
- [7] NEUENDORF, L. M.; KOLLOCH, P.; BAYGI, F.; KOCKMANN, N.; *Implementation of a Control Strategy for Hydrodynamics of a Stirred Liquid-Liquid Extraction Column Based on Convolutional Neural Networks*, ACS Engineering Au, 2022
- [8] KAIMING, H.; GKIOXARI, G.; DOLLÁR, P.; GIRSHICK, R.; *Mask R-CNN* IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence, vol. 42, no. 2, pp. 386-397, 2020
- [9] BOBERS, J.; GRÜHN, J.; HÖVING, S.; PYKA, T.; KOCKMANN, N.; *Two-Phase Flow in a Coiled Flow Inverter: Process Development from Batch to Continuous Flow*, Org. Process Res. 24, 2094-2104, 2020
- [10] NEUENDORF, L. SCHWING, M.; KOCKMANN, N.; *Control of an Extraction Column Using Reinforcement Learning*, Chemie Ingenieur Technik vol. 94, no. 9, 2022

Danksagung

Wir danken Carsten Schrómgés für seine Unterstützung im Labor und dem BMWK (Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz, Förderkennzeichen: 01MK20014S) für seine finanzielle Unterstützung im KEEN-Projekt <http://keen-plattform.de/>.