



(11)

EP 0 947 625 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
13.08.2014 Patentblatt 2014/33

(51) Int Cl.:
D21C 7/12 (2006.01) D21C 11/00 (2006.01)

(21) Anmeldenummer: **99105545.0**

(22) Anmeldetag: **18.03.1999**

(54) **Verfahren und Vorrichtung zur Prozessführung und zur Prozessoptimierung der Chemikalienrückgewinnung bei der Herstellung von Zellstoff**

Process and apparatus for controlling and optimizing the process of chemical recovery during cellulose production

Procédé et appareil pour le contrôle et l'optimisation du procédé de la récupération des substances chimiques pendant la production de cellulose

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE FI SE

(30) Priorität: **31.03.1998 DE 19814385**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
06.10.1999 Patentblatt 1999/40

(73) Patentinhaber: **Siemens Aktiengesellschaft**
80333 München (DE)

(72) Erfinder:
• **Furumoto, Herbert Dr.**
91052 Erlangen (DE)

• **Kemna, Andreas Dr.**
91052 Erlangen (DE)
• **Lampe, Uwe Dr.**
21614 Buxtehude (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
WO-A-84/04552 WO-A-98/10137
DE-A- 4 221 404 DE-A- 19 510 008
US-A- 4 536 253 US-A- 5 364 502
US-A- 5 378 320 US-A- 5 616 214

• **PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 018, no. 150**
(C-1179), 14. März 1994 & JP 05 321183 A
(TOSHIBA CORP), 7. Dezember 1993

EP 0 947 625 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Prozeßführung und zur Prozeßoptimierung der Chemikalienrückgewinnung bei der Herstellung von Zellstoff unter Einsatz wenigstens eines Zustandsmodells und/oder Prozeßmodells. Daneben bezieht sich die Erfindung auf eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

[0002] Die Herstellung von Zellstoff durch den sogenannten Zellstoffaufschluß erfolgt durch Kochung von Holzhackschnitzeln unter Einsatz von entsprechenden Kochchemikalien entweder in einem kontinuierlichen oder in einem diskontinuierlichen Prozeß. Der Zellstoffkochung mit Sulfat- oder Sulfitausschluß schließt sich üblicherweise ein Rückgewinnungsprozeß für die Kochchemikalien an.

[0003] Die Prozeßführung bei der Rückgewinnung der Kochchemikalien ist schwierig, da wichtige Qualitätsparameter der Kochchemikalien - beim Sulfataufschluß beispielsweise die Aktiv-Alkali-Konzentration, Sulfidität, Sulfatanteil, Schwefelanteil, Na_2S , Na_2SO_4 , Na_2CO_3 , Na_2O , CaO , NaOH , NaCl , K_2CO_3 , CaCO_3 , $\text{Ca}(\text{OH})_2$ und beim Sulfitaufschluß beispielsweise die Chemikalien SO_2 , HSO_3^- , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, SO_4^{2-} , MgO , Aktiv-MgO, totgebranntes MgO - im Labor erst mit Zeitverzögerung gemessen werden. Aus diesem Grund kann eine zwischenzeitliche Fehlproduktion nicht ausgeschlossen werden. Um die Gefahr einer Fehlproduktion zu vermeiden, wird daher der Produktionsprozeß üblicherweise mit einem größeren Sicherheitsspielraum hinsichtlich der Kochchemikalienqualität betrieben, als es eigentlich notwendig wäre.

[0004] Beim Stand der Technik werden häufig folgende Strategien angewandt:

- Der Prozeß wird nach Erfahrungswerten gesteuert. Regeleinriffe sind nur in geringem Umfang möglich. Die Qualität der Kochchemikalien kann nur im nachhinein bestimmt werden. Eine große Streuung der Qualitätsparameter ist daher häufig nicht vermeidbar.
- Es erfolgt ein analytisches Messen einzelner Komponenten der Kochflüssigkeit mit beispielsweise Titrationsautomaten.

[0005] Daneben wurde bereits vorgeschlagen, Infrarotspektroskopie zur Prozeßbeurteilung vorzusehen, wozu eine Reihe von Veröffentlichungen existiert. Aus der DE 195 10 009 A1 ist ein Verfahren zur Prozeßführung einer Papiermaschine bekannt. Dabei werden ausgewählte spektrale Kennwerte für die Messung von Produktqualitätsparametern verwendet. Speziell zur Prozeßführung beim Stoffauflauf einer Papiermaschine werden neuronale Netze eingesetzt, die an den im Labor gemessenen Produktparametern trainiert wurden. Weiterhin ist aus der DE 195 10 008 A1 ein Verfahren zur Prozeßführung bei der Zellstoff- und Papierherstellung

bekannt, bei dem spektrale Kennwerte unterschiedlicher Wellenlängen zur Bestimmung der Ausgangsstoffe und zur Bewertung der Rohstoffqualität abgeleitet werden. Dabei sollen ebenfalls Korrektursignale für die anlagentechnischen Regel- oder Steuereinrichtungen ermittelt werden, und zwar insbesondere mit neuronalen Netzen. Bei diesem Verfahren erfolgt die Meßsignalaufnahme direkt am Rohstoff "Holz", wie Holzhackschnitzel oder Holzfasern, oder direkt am Rohstoff "Altpapier".

[0006] Gemäß der US 5 378 320 A wird bei der Sulfatzellstoff-Herstellung über IR-Spektroskopie bei ausgewählten Wellenzahlen die Absorption gemessen und werden über Korrelationen verschiedene Alkalikonzentrationen ermittelt. Dabei wird vorgeschlagen, mit spektroskopischen Messungen den Ligningehalt von Zellstoff zu bestimmen.

[0007] Schließlich ist aus der DE 36 16 051 A1 ein Verfahren zur Kontrolle des Aufschlusses von Lignozellulosen mit Hilfe von FTIR - Spektroskopie bekannt. Durch Messung im MIR-(Mittleren Infrarot)-Bereich wird der Restligninanteil und die Konzentration der Kochchemikalien bestimmt, z.B. der Gehalt an freiem SO_2 bei der Sulfitkochung.

[0008] Daneben ist aus der DE 42 21 404 A1 eine Verbrennungsanlage für die Ablauge eines Zellstoffkochers mit einer Regeleinrichtung für die Verbrennungsluft bekannt, bei der die Menge und Temperatur einer in der Anlage zerstäubten Ablauge in Abhängigkeit von einer Maßzahl für die Aschequalität derart erfolgt, daß die Verbrennungsprodukte der Ablauge möglichst große Mengen an hydratisierbaren Ausgangsstoffen für die Rückgewinnung der Aufschlußchemikalien enthalten.

[0009] Schließlich wird in der US 5 616 214 A, der US 5 364 502 A und der US 5 282 931 vorgeschlagen, Spektroskopie speziell im Zusammenhang mit der Rückgewinnung der Aufschlußchemikalien bei der Zellstoffherstellung anzuwenden. Bei diesen Druckschriften werden jeweils aus dem Verfahrensprozeß Proben entnommen und bei definierten Wellenlängen untersucht. Davon abgesehen wird mit der JP 5-321183 A vorgeschlagen, zur Regelung der Verbrennung von Schwarzlauge in einem Rückgewinnungskessel eine Fuzzy-Regelung in der Weise vorzusehen, daß aus der Betriebspraxis Fuzzy-Regeln aufgestellt und mit einer geeigneten Zugehörigkeitsfunktion korreliert werden.

[0010] Aus der WO 98/10137 A1 ist ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Prozessführung und zur Prozessoptimierung bei der Kaustifizierung einer Grünlaug beim Sulfat-Zellstoffherstellungsprozess bekannt. Hierbei werden kontinuierliche Infrarot-Absorptionsspektren an der Grünlaug und an der Weißlaug gemessen und die Spektren zur Bildung von Kenngrößen ausgewertet. Aus den Kenngrößen und Labormessungen werden Steuersignale aufgestellt, um die Kalkzufuhr bei dem für die Kaustifizierung eingesetzten Kalklöcher zu steuern.

[0011] Beim nicht vorveröffentlichten Stand der Technik gemäß der DE 196 53 530 A1, der DE 196 53 532 A1, der DE 196 53 479 A1 und der DE 196 53 477 A1

wird auf die Anwendung und Auswertung der Spektroskopie bei der Zellstoffkochung, beim Bleichen von

[0012] Papierstoffen sowie beim Betreiben von Refinern und Papiermaschinen eingegangen. Für diese Anwendungen wird jeweils vorgeschlagen, an mindestens einer Stelle kontinuierliche Spektren von elektromagnetischer Strahlung und/oder kontinuierliche Spektren von mechanischen Eigenschaften zu messen, weiterhin an mindestens einer Stelle diskrete physikalische und/oder chemische Eigenschaften zu erfassen, durch mathematische Auswertung der kontinuierlichen Spektren Kenngrößen zu bilden und aus den Kenngrößen, den physikalischen und/oder chemischen Eigenschaften und Labormessungen der Produkteigenschaften ein Zustandsmodell und ggfs. ein Prozeßmodell aufzustellen.

[0013] Demgegenüber ist es Aufgabe der Erfindung, die Prozeßführung speziell für die Chemikalienrückgewinnung bei der Herstellung von Zellstoff zu verbessern und eine zugehörige Vorrichtung zu schaffen.

[0014] Die Aufgabe ist bei einem Verfahren der eingangs genannten Art erfindungsgemäß mit den Merkmalen des Patentanspruches 1 gelöst, wobei vorteilhafte Weiterbildungen in den abhängigen Ansprüchen angegeben sind. Die zugehörige Vorrichtung ist im einzigen Sachanspruch angegeben.

[0015] Das Verfahren mit Erfassung der kontinuierlichen Spektren ist alternativ für den Sulfite- oder Sulfatprozeß einsetzbar. Bei der Erfindung werden spektroskopische Messungen speziell an den Chemikalienströmen der Rückgewinnungsanlage, d.h. beim Sulfataufschluß z.B. an der Sodaschmelze nach dem Rückgewinnungskessel, in der Grün-, Weiß- und Schwarzlauge, und beim Sulfitaufschluß z.B. im Aschestrom oder an der Asche bzw. in den Kochflüssigkeiten, durchgeführt. Vorteilhafterweise können zur Messung kontinuierlicher Spektren elektromagnetischer Strahlung Absorptions-, Emissions- und/oder Lumineszenzspektroskopie im Spektralbereich von 0,1 μm bis 400 μm , vorzugsweise zwischen 0,4 μm und 100 μm eingesetzt werden. Die kontinuierlichen Spektren werden mit geeigneten Rechenverfahren ausgewertet und ermöglichen eine Aussage über die zu erwartende chemische Zusammensetzung der Kochflüssigkeit. Auf der Basis dieser Aussagen kann in den Prozeß regelnd eingegriffen werden, z.B. durch die Veränderung der Luftverteilung im Rückgewinnungskessel, der CaO-Zufuhr im sog. Kaustifizierer, durch Zusatz von sog. "Make-up"-Chemikalien sowie durch die Regelung des Mischungsverhältnisses von Schwarzlauge, Weißlauge und Verdünnungswasser.

[0016] Die verbesserte Chemikalienrückgewinnung ist insbesondere vorteilhaft für die Zellstoffherstellung mit einer Vergleichmäßigung der Qualität der Kochflüssigkeit auf hohem Niveau. Damit wird eine Erhöhung der Ausbeute und der Produktionsmenge, eine Reduzierung des Chemikalien- und/oder Energieeinsatzes sowie auch die Einsparung von Hilfsstoffen in der an die Zellstoffherstellung nachfolgenden Bleichstufe erreicht.

[0017] Die Erfindung ist gegenüber dem eingangs an-

gegebenen Stand der Technik in wesentlichen Punkten, wie insbesondere dem Meßort, der Meßmethode, der Verarbeitung der Spektren und der Modellbildung, weiterentwickelt.

[0018] Sofern mit elektromagnetischen Wellen im Bereich der Wellenlängen zwischen 100 nm und 400 μm , vorzugsweise im Bereich von 0,4 μm bis 100 μm , gearbeitet wird, können neben Absorptions-, Emissions- oder Lumineszenzspektren auch sog. Ramanspektren gemessen werden. Beispielsweise die Absorptionsspektroskopie kann in Transmission, diffuser Reflexion oder gedämpfter Totalreflexion (ATR = attenuated total reflection) erfolgen. Die Anregung zur Lumineszenz kann z.B. durch die Einstrahlung von elektromagnetischer Strahlung, z.B. UV-Strahlung oder durch eine spezifische chemische Reaktion wie Chemolumineszenz, erfolgen; die Anregung der Emission erfolgt dagegen z.B. durch Bestrahlung mit Elektronen. Bei Messung im Bereich des Infraroten (IR: 800 nm bis 20 μm) kann vorzugsweise die Fourier-Transformations-Infrarot-Spektroskopie (FTIR) eingesetzt werden. Bei inhomogenen Proben erfolgt zum Plausibilitätsvergleich die spektroskopische Messung mehrfach.

[0019] Vorzugsweise werden die Spektren wie folgt vorverarbeitet:

- durch Fourier-Transformation.
- Bei der Messung der Absorption durch diffuse Reflexion durch Umrechnung in sog. Kubelka-Munk-Einheiten und Korrektur von Mehrfachstreuungseffekten
- durch Normierung und Glättung der Spektren
- durch Ermittlung von für die Modellbildung ungeeigneten Spektren. Die Ausschaltung ungeeigneter Messungen kann z.B. durch Vergleich mit Referenzspektren erfolgen
- durch Bildung von Mittelwerten bei mehreren Spektren zu einer Probennahme.

[0020] Nach diesen ersten Verarbeitungsschritten können an den Spektren ganz oder abschnittsweise folgende rechnergestützte Verfahren zur Ermittlung von Kenngrößen angewandt werden, wobei die Beschreibung der Spektren im wesentlichen durch ihre Hauptkomponenten erfolgt:

- PCA-Verfahren (principle component analysis) oder auch sog. Hauptkomponentenanalyse
- PLS-Verfahren (partial least square), einer der Fachwelt bekannten Rechenmethode unter Verwendung kleinster Quadrate
- Neuronale Netze
- Analytische Beschreibung der Spektren, z.B. im Bereich des Infraroten (IR) durch Lage, Intensität und Breite der wichtigsten Absorptions- oder Emissionspeaks, Ermittlung dieser Größen z.B. mit einfachen Minimum-/Maximum-Verfahren oder der
- zweite Ableitung der Spektren

[0021] Die Kenngrößen werden zur Modellierung der gewünschten Qualitätsparameter herangezogen.

[0022] Die Zustandsmodelle zur Berechnung der Qualitätsparameter können bei ausreichend großer Zahl von Daten auf der Basis von neuronalen Netzen, Fuzzy-Systemen, Multilinearen Regressionsmodellen bzw. Kombinationen daraus strukturiert sein. Alternativ zu rein datengetriebenen Modellen sind auch kombinierte Modelle möglich, bei denen zusätzlich analytisches Wissen eingebracht wird. Auf die gleiche Weise und mit den gleichen Mitteln können auch die Prozeßmodelle aufgebaut werden.

[0023] Zur Aufstellung der Modelle werden Labormessungen an Zwischen- und Endprodukten herangezogen. Das Training der Modelle bzw. deren Validierung erfolgt jeweils auf der Grundlage der Laborwerte und kann in bestimmten Zeitabständen wiederholt werden, wobei auch ein nur partielles Nachlernen möglich ist.

[0024] Eine in der Spektrenvorverarbeitung integrierte Prüfung auf Modellgültigkeit ("Novelty Detection") entsprechend der älteren, nicht vorveröffentlichten DE 196 322 45 A1 kann im laufenden Prozeß rechtzeitig die Notwendigkeit einer neuen Trainingsphase anzeigen.

[0025] Weitere Einzelheiten und Vorteile der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Figurenbeschreibung von Ausführungsbeispielen anhand der Zeichnung. Es zeigen

Figur 1	ein Schema der Meßstellen bei der Chemikalienrückgewinnung,
Figur 2	als Ausschnitt von Figur 1 ein entsprechendes Schema für die Kaustifizierung,
Figur 3	ein kontinuierliches Spektrum von optischen Messungen an Kochflüssigkeit,
Figuren 4 und 5	jeweils ein Zustandsmodell für die Qualitätsparameter der Kochflüssigkeit für den Sulfataufschluß und den Sulfitaufschluß,
Figur 6	ein Prozeßmodell für die Chemikalienaufbereitung beim Sulfatzellstoff,
Figur 7	ein Prozeßmodell für die Chemikalienaufbereitung beim Sulfitzellstoff,
Figur 8	ein dynamisches Prozeßmodell,
Figur 9	den schematischen Aufbau einer Prozeßoptimierung zum Steuern der Chemikalienaufbereitung,
Figur 10	eine Variante zu Figur 8 unter Einbeziehung des dynamischen Modells gemäß Figur 7,
Figur 11	schematisch die Vorverarbeitung und Verdichtung der Spektren und
Figur 12	eine Vorrichtung zur optimierten Prozeßführung bei der Chemikalienaufbereitung.

[0026] Die Figuren werden nachfolgend teilweise ge-

meinsam beschrieben. Gleiche bzw. gleichwirkende Teile haben sich entsprechende Bezugszeichen.

[0027] In Figur 1 ist der Aufbau einer kontinuierlich arbeitenden Chemikalienaufbereitung dargestellt, wobei in vorliegendem Zusammenhang das Meßstellenschema verdeutlicht wird. Dabei wird von einem bekannten Kocher zum Herstellen von Zellstoff durch Kochen von Ausgangsstoffen, insbesondere in Form von Holzhackschnitzeln, in einer geeigneten Kochflüssigkeit ausgegangen. Mit 11 ist der Einlaß für das Holz in den Kocher 10, mit 12 die Zuleitung für die Kochflüssigkeit und mit 13 der Auslaß für den fertigen Zellstoff bezeichnet. Dem Kocher 10 schließen sich ein Blasstank 14 und mehrere Wäscher 15, 15', 15'' mit zugeordneten Filtrattanks 16, 16', 16'' an. Vom Wäscher wird der fertige Zellstoff ausgegeben.

[0028] Das Filtrat wird über wenigstens eine Einheit 17, vorteilhafterweise Einheiten 17, 17', 17'',... zur mehrstufigen Eindampfung, in einen sog. Schwarzlaugetank 18 gegeben und gelangt von dort in einen Rückgewinnungskessel 20 für Kochchemikalien. Im Rückgewinnungskessel 20 sollen die als Schwarzlauge bezeichneten, nichtwiederverwertbaren Ablaugen, verbrannt und die wiederverwertbaren Kochchemikalien zurückgewonnen werden. Über ein Elektro-Filter 21 wird die Flugasche entfernt. Die sich am Boden des Rückgewinnungskessels 20 ansammelnde Sodaschmelze fließt in einen Schmelze-Löse-Tank 22 ab. Es folgt ein Grünlauge-Klär-tank 23 und eine Anlage zur Kaustifizierung, in der chemische Umbesetzungsreaktionen zur Laugengewinnung erfolgen. Diese Anlage besteht im wesentlichen aus einem Löschtank 24, mehreren einzelnen Kaustifizierern 25, 25', 25'', einem Weißlauge-Klär-tank 26 und einem Kochlaugetank 27. Der Anlage zur Kaustifizierung ist ein Wäscher 28 mit Filter 29 und einem Kalkofen 30 zugeordnet. Der dort gebrannte Kalk wird in den Löschtank 24 zurückgeführt. Aus der Teildarstellung nach Figur 2 wird die Funktionsweise der gestaffelten Kaustifizierer 25, 25', 25'' und 25''' deutlich. Es ist ein Rechner 105 zur Aufnahme und Verarbeitung charakteristischer Daten, insbesondere auch von physikalischen bzw. chemischen Eigenschaften, wie Durchfluß \dot{m} und Dichte ρ , vorhanden.

[0029] Aufgrund des angestrebten kontinuierlichen Betriebes der Anlage ist die dargestellte Chemikalienaufbereitung vergleichsweise komplex: Es kann alternativ nach dem Sulfatprozeß oder nach dem Sulfitprozeß gearbeitet werden. Dabei ist an verschiedenen signifikanten Stellen der Verfahrenskette der Prozeßzustand zu erfassen und der Prozeßverlauf zu optimieren, wozu Meßgrößen erfaßt werden müssen. In Figur 1 sind dazu an entsprechenden Stellen der Verfahrenskette Spektrometer zur Aufnahme einzelner kontinuierlichen Spektren A, B, C, D, E, F, G, H und I von elektromagnetischer Strahlung und in der Teildarstellung gemäß Figur 2 mit entsprechenden Modifizierungen Spektrometer an geeigneten Meßstellen für die Spektren F' und G' angebracht. Mit dieser Anordnung werden, vorzugsweise im

Bereich des Infraroten (IR: 1 - 25 μm), online in der Kochflüssigkeit spektroskopische Messungen durchgeführt. Eine solche Messung kann z.B. mit Hilfe einer bekannten ATR-Sonde oder einem bekannten FTIR-Spektrometer durchgeführt werden.

[0030] Die gemessenen Spektren werden durch eine Signalvorverarbeitung geglättet und normiert. Anschließend kann eine Zerlegung in die Hauptkomponenten und/oder die Identifikation wichtiger Peaks erfolgen. Aus den Hauptkomponenten können anschließend mit Modellen, z.B. nach Methoden der multilinenen Regression, die Konzentrationen folgender Größen berechnet werden: Effektiv-Alkali, Sulfidität, Carbonat, Sulfat und Thiosulfat.

[0031] Letztere Werte können neben anderen Werten bekanntermaßen in Prozeßmodellen für die Berechnung der Qualitätsparameter der in Figur 1 erzeugten Kochflüssigkeit 12 verwendet werden.

[0032] Ein regelnder Eingriff ist an verschiedenen Punkten des Rückgewinnungsprozesses denkbar, z.B. durch Nachdosieren von Chemikalien, durch Temperaturvariationen oder auch durch Änderungen in den Zirkulationen.

[0033] In Figur 3 kennzeichnet 31 beispielhaft den Verlauf eines IR-Spektrums von Kochflüssigkeit im Wellenzahlbereich 1500 bis 900 cm^{-1} . Zum Erhalten der Spektren A bis I in den Figuren 1 und 2 kann auch in anderen Wellenzahlbereichen gemessen werden.

[0034] Die anhand der Figur 3 beispielhaft dargestellten Spektren werden mittels unterschiedlichster mathematischer Methoden, die jeweils für sich vom Stand der Technik bekannt sind, aufbereitet. Wie bereits erwähnt, geht es dabei im wesentlichen um eine Vorverarbeitung der Spektren, um das Einbringen von analytischem Wissen und um eine mögliche Ausreißererkennung, um eine korrekte bestimmungsgemäße Ermittlung von Kenngrößen zu gewährleisten. Wesentlich ist dafür, daß allein aus den kontinuierlichen Spektren durch eine geeignete mathematische Auswertung derartige Kenngrößen speziell für die Chemikalienströme im Rückgewinnungsprozeß gebildet werden können und daß aus den Kenngrößen und Labormessungen der Chemikalienkonzentrationen ein Zustandsmodell und/oder zusätzlich mit Prozeßeigenschaften ein Prozeßmodell gebildet wird. Weiterhin können dazu an den Chemikalienströmen diskrete physikalische und/oder chemische Eigenschaften zur Weiterverarbeitung erfaßt werden.

[0035] Letzteres gilt für die Kochchemikalien sowohl im Sulfatprozeß als auch im Sulfitprozeß: Im einzelnen werden beim Sulfatprozeß als den Chemikalienrückgewinnungsprozeß beschreibende Chemikalienkonzentrationen insbesondere die Aktiv-Alkali-Konzentration, die Sulfidität, der Sulfatanteil sowie der Anteil von Na_2S , Na_2CO_3 und NaOH verwendet. Beim Sulfitprozeß werden als den Chemikalienrückgewinnungsprozeß beschreibende Chemikalienkonzentrationen für die Säuren die Gesamt- SO_2 , die HSO_3^- , SO_3^{--} , $\text{S}_2\text{O}_3^{--}$, SO_4^{--} -Konzentrationen und für die Basen die MgO -Konzentration,

unterteilt in sog. totgebranntes MgO und Aktiv- MgO , verwendet.

[0036] In den Figuren 4 und 5 bedeuten 40A und 40B jeweils ein diesbezügliches Zustandsmodell der Kochchemikalien, aus dem deren Eigenschaften, wie z.B. die Konzentration, berechnet werden. Daraus können die wesentlichen Qualitätsparameter für die aufzubereitende Kochflüssigkeit abgeleitet werden. Dazu werden aus den Spektren entweder mit der sogenannten Hauptkomponentenanalyse (PCA = principal component analysis) oder mit der sogenannten PLS-Methode (partial least square) die Kenngrößen ermittelt und in das Modell eingegeben.

[0037] Weiterhin werden in Fig. 4 und Fig. 5 ausgewählte diskrete mechanische oder chemische Eigenschaften und in das Zustandsmodell 40 eingegeben. Das Zustandsmodell 40A bzw. 40B kann aber ggfs. allein mit aus den kontinuierlichen Spektren ermittelten Kenngrößen PC1 bis PCn gebildet werden.

[0038] Das Modell 40A bzw. 40B kann z.B. vorteilhafterweise durch ein neuronales Netz gebildet sein. Beim Modellieren wird insgesamt von modernen informationstechnischen Rechenmethoden, wie insbesondere auch evolutionären bzw. genetischen Algorithmen, Gebrauch gemacht.

[0039] In Figur 6 ist ein Prozeßmodell für die Chemikalienrückgewinnung nach dem Sulfatverfahren mit 50 bezeichnet. Eingegeben werden hier beispielhaft diskrete physikalische und chemische Eigenschaften, wie z.B. Temperatur, pH-Wert und Druck und die Zustandsgrößen der Kochflüssigkeit als Ausgabe der Zustandsmodelle beispielsweise gemäß den Figuren 4 oder 5. Auch die Prozeßmodelle können allein mit den aus den kontinuierlichen Spektren ermittelten Kenngrößen gebildet werden.

[0040] In Figur 7 ist ein entsprechendes Prozeßmodell 60 speziell für das Sulfitverfahren angegeben. Sofern diskrete physikalische und/oder chemische Eigenschaften verwendet werden sollen, können neben dem optischen Spektrum beispielsweise die Durchflüsse und/oder die Temperaturen angegeben werden, was in Figur 6 dargestellt ist. Der pH-Wert beim Sulfitaufschluß kann eingegeben werden.

[0041] Für jeden zu berechnenden Qualitätsparameter sind zweckmäßigerweise eigene Modelle zu erstellen. Zur Erhöhung der Vorhersagegenauigkeit können für jeden Parameter Teilmodelle gebildet werden.

[0042] Gemäß Figur 8 kann das Prozeßmodell gemäß Figur 6 auch als dynamisches Prozeßmodell 70 konzipiert sein. Die Eingangsgrößen sind hier entsprechend den Eingangsgrößen in Figur 6 jeweils zu diskreten Zeitpunkten $k, \dots, (k-n)$, angegeben. Entsprechendes gilt für die Chemikalienkonzentration. Daraus bestimmt das dynamische Prozeßmodell 70 die Chemikalienkonzentration zu zukünftigen Zeitpunkten $(k+1)$.

[0043] Bei der Aufstellung der Modelle kann außer von neuronalen Netzen auch von Fuzzy-Verfahren Gebrauch gemacht werden. Es können kombinierte Neuro-Fuzzy-

Systeme eingesetzt werden.

[0044] Nach Aufstellung der Zustands- und/oder der der Prozeßmodelle geht es insbesondere darum, die Gültigkeit der Modelle zu validieren, was durch ein online-Training der einzelnen Modelle bzw. der Teilmodelle erfolgen kann. Dabei kann es für die Praxis wichtig sein, durch rechnergestützte Auswahl aller informationstragender Daten eine Überprüfung der jeweils erhaltenen Ergebnisse vorzunehmen. Dieses Verfahren wurde als sog. "Novelty Detection" vorgeschlagen und ermöglicht im laufenden Produktionsprozeß, neue Datensätze in das Auswerteverfahren einzubringen. Bei Vorliegen nicht konsistenter Ergebnisse ist ein Nachtrainieren der Modelle notwendig.

[0045] Die anhand der beschriebenen Modellierungsverfahren erhaltenen Größen werden zur Prozeßführung und Prozeßoptimierung in der Rückgewinnungsanlage eingesetzt. Dafür ist in Figur 9 der Prozeß allgemein mit 80 bezeichnet, woraus sich der aktuelle Prozeßzustand anhand der Spektren mit 81 ergibt. Das Prozeßmodell ist hier mit 82 bezeichnet, aus dem die Daten in eine Einheit zur Kostenfunktion 83 gegeben werden, die gleichzeitig mit Daten für Kosten und Preise aus der Einheit 84 beaufschlagt wird. Ein Optimierer 85 ermittelt daraus die Stellgrößen 86, die in das Prozeßmodell 82 zurückgekoppelt werden und weiterhin die optimalen Stellgrößen 87 zur Prozeßführung. Diese können auch über einen Schalter 88 vom Anlagenfahrer durchgeschaltet werden.

[0046] Entsprechendes ergibt sich aus Figur 10 für eine Prozeßführung, bei der gleichermaßen ein dynamisches Modell entsprechend der Figur 8 verwendet wird. Hier ist zusätzlich eine Einheit 89 mit dem dynamischen Modell vorhanden, in die der aktuelle Prozeßzustand einerseits eingegeben und die optimalen Stellgrößen andererseits angegeben werden.

[0047] Anhand Figur 11 wird verdeutlicht, daß eine Einheit 91 zur Vorverarbeitung und Verdichtung für die Spektren des Gesamtspektrums 90 dient, aus dem in der Auswerteeinheit 92 z.B. die Kenngrößen PC 1 bis PC 10 berechnet werden. Bei der hierzu verwendeten Hauptkomponentenanalyse werden aus einer geeigneten Anzahl von Spektren, beispielsweise zwischen drei und zehn Spektren, sogenannte Scores, zwecks Datenreduktion gebildet. Daraus werden die Eingangsgrößen PC1,..., PCn insbesondere des Modells gemäß Figur 4 berechnet.

[0048] Gemäß Figur 11 fließen die Kenngrößen PC1 bis PCn in das Zustandsmodell 93 und in das Prozeßmodell 94 ein, wobei hier zusätzlich diskrete physikalische und/oder chemische Eigenschaften und die Prozeßbeschreibung das Zustandsmodell zum Prozeßmodell ergänzen. Vom Zustandsmodell 93 werden die Produkteigenschaften der Kochchemikalien und aus dem Prozeßmodell 94 die Produkteigenschaften der Kochflüssigkeit abgeleitet. Nunmehr können alle Chemikalienzusätze berechnet und im Sinne der angestrebten Kosteneinsparung optimiert werden.

[0049] Figur 12 zeigt, wie mit entsprechender Auswerte- und Optimierungssoftware anhand eines Rechners, der der Rechner 105 aus Figur 1 sein kann, in ein vorhandenes Prozeßleitsystem eingegriffen wird. Es können optimierte Stellgrößen erzeugt werden, die ein bekanntes Automatisierungsgerät 100 als Prozeßleitsystem beaufschlagen, das mit der eigentlichen Anlage zur Durchführung des Prozesses in Wechselwirkung steht. Im Prinzip werden also die vorhandenen Anlagen zur Chemikalienrückgewinnung durch mehrere Spektrometer 101 bis 103 und ein zugehöriges, als Software realisiertes Optimierungsprogramm, das auf dem Rechner 105 abläuft, ergänzt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Prozeßführung und zur Prozeßoptimierung bei der Chemikalienrückgewinnung beim Herstellen von Zellstoff unter Einsatz wenigstens eines Zustandsmodells oder Zustandsmodells und Prozeßmodells, mit folgenden Merkmalen:

- a) an mindestens einer Stelle werden an den Chemikalienströmen kontinuierliche Spektren von elektromagnetischer Strahlung gemessen,
- b) durch Auswertung der kontinuierlichen Spektren werden Kenngrößen (PC1...PCn) für die Chemikalienströme gebildet,
- c) aus den Kenngrößen (PC1...PCn) und Labormessungen der Chemikalienkonzentrationen wird das Zustandsmodell aufgestellt und es wird ggfs. zusätzlich mit Prozeßeigenschaften das Prozeßmodell aufgestellt,

dadurch gekennzeichnet,

dass im Verfahrensschritt b) die Spektren vorverarbeitet und verdichtet werden, dass im Rahmen einer mathematischen Auswertung an einer vorgegebenen Anzahl von Spektren eine Hauptkomponentenanalyse durchgeführt und zur Datenreduktion eine entsprechende Anzahl von Scores ausgewählt wird, und dass daraus die Kenngrößen für die Modellbildung ermittelt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** dass an mindestens einer Stelle an den Chemikalienströmen diskrete physikalische und/oder chemische Eigenschaften erfaßt werden.

3. Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet,** dass die diskreten physikalischen und/oder chemischen Eigenschaften zur Aufstellung des Zustandsmodells und ggfs. des Prozeßmodells verwendet werden.

4. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** dass bei Wellenlängen der elektromag-

netischen Strahlung zwischen 100 nm und 400 μm gemessen wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass die elektromagnetische Strahlung als Absorptions-, Emissions-, Lumineszenz- oder als Raman-Spektrum erfaßt wird. 5
6. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass die elektromagnetische Strahlung in Transmission, direkter oder diffuser Reflexion oder gedämpfter Totalreflexion (ATR) erfaßt wird. 10
7. Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass als diskrete physikalische und/oder chemische Eigenschaften die elektrische Leitfähigkeit, der pH-Wert, die Temperatur, die Durchflüsse, die Chemikalienkonzentrationen der Chemikalienströme erfaßt wird. 15
8. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass die spezifischen Kennwerte der Spektren, insbesondere die Hauptkomponenten, zur Beschreibung des Produktzustandes ausgewählt werden und unmittelbar in das Zustandsmodell eingegeben werden. 20
9. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass die spezifische Kenngrößen der Spektren, insbesondere die Hauptkomponenten, in das Zustandsmodell eingebracht werden, und dass am Ausgang des Zustandsmodells die Produkteigenschaften gebildet und unmittelbar in das Prozeßmodell eingegeben werden. 25
10. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass für die Modellbildung ungeeignete Spektren durch Plausibilitätsprüfung eliminiert werden. 30
11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** zur Modellbildung Neuronale Netze und/oder Fuzzy-Logik eingesetzt werden. 35
12. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Messungen der Spektren beim Sulfatprozess sowohl an der Sodaschmelze als auch an den wäßrigen Chemikalienströmen wie Grünlauge, Weißlauge und Schwarzlauge durchgeführt werden. 40
13. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Messung der Spektren beim Sulfatprozeß sowohl am Aschestrom bzw. an der Asche und an den Kochsäuren durchgeführt werden. 45
14. Verfahren nach Anspruch 12 oder Anspruch 13, **da-** 50

durch gekennzeichnet, dass die durch Auswertung der Spektren erhaltenen Kenngrößen zur Steuerung und/oder Regelung des Rückgewinnungsprozesses herangezogen werden.

15. Verfahren nach Anspruch 14, **dadurch gekennzeichnet**, dass zur Steuerung und/oder Regelung der Chemikalienrückgewinnung die Qualitätsparameter der fertigen Kochflüssigkeit, insbesondere die Chemikalienkonzentrationen, modelliert werden. 5
16. Verfahren nach Anspruch 15, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Modellansätze neben der Vorhersage der Produktqualität auch zur Berechnung der Chemikalieneinsätze herangezogen werden. 10
17. Verfahren nach Anspruch 15, **dadurch gekennzeichnet**, dass als den Chemikalienrückgewinnungsprozeß beschreibende Chemikalienkonzentrationen beim Sulfatprozeß die Aktiv-Alkali-Konzentration, die Sulfidität, der Sulfatanteil sowie der Anteil von Na_2S , Na_2CO_3 und NaOH verwendet werden. 15
18. Verfahren nach Anspruch 15, **dadurch gekennzeichnet**, dass als den Chemikalienrückgewinnungsprozeß beschreibende Chemikalienkonzentrationen beim Sulfatprozeß für die Säuren die Gesamt- SO_2 , die HSO_3^- , SO_3^{--} , $\text{S}_2\text{O}_3^{--}$, SO_4^{--} -Konzentrationen und für die Basen die MgO -Konzentration, unterteilt in gebranntes MgO und Aktiv- MgO , verwendet werden. 20
19. Verfahren nach Anspruch 15, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Modellansatz mit den Qualitätsparametern in der Prozeßoptimierung eingesetzt wird. 25
20. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** eine Kostenfunktion gebildet wird, die mit einem Optimierer durch geeignete Variation der Stellgrößen optimiert wird. 30
21. Verfahren nach Anspruch 19, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Optimierung durch genetische Algorithmen erfolgt. 35
22. Verfahren nach Anspruch 20, **dadurch gekennzeichnet**, dass als Kostenfunktion eine Kostenfunktion für die Produktionskosten und/oder eine Gewinnfunktion eingesetzt wird. 40
23. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** ein dynamisches Modell zur Überprüfung der durch ein statisches Modell optimierten Stellgrößen eingesetzt wird, wobei als dynamisches Modell insbesondere ein neuronales Netz verwendet wird. 45

24. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Modell und/oder die Teilmodelle online trainiert werden.
25. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** durch rechnergestützte Auswahl aller informationstragenden Daten eine Überprüfung von erhaltenen Ergebnissen durchgeführt wird ("Novelty Detection").
26. Verfahren nach Anspruch 25, **dadurch gekennzeichnet**, dass bei Vorliegen nichtkonsistenter Ergebnisse ein Nachtrainieren erfolgt.
27. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 26, bestehend aus wenigstens einem Spektrometer (101, 102, 103), aus einer Einheit zur Vorverarbeitung und Verdichtung der Spektren, aus einem Digitalrechner (105) zur mathematischen Auswertung der kontinuierlichen Spektren zwecks Berechnung der Kenngrößen (PC1...PCn) und zur Aufstellung des Zustandsmodells oder des Zustandsmodells und Prozeßmodells aus den Kenngrößen (PC1...PCn) und gegebenenfalls den diskreten physikalischen und/oder chemischen Eigenschaften als Prozeßeigenschaften, sowie aus einem Prozeßleitsystem (100).

Claims

1. Method for process control and process optimisation during chemical recovery in the manufacturing of cellulose using at least one state model or state model and process model, with the following features:

- a) At at least one point continuous spectra of electromagnetic radiation are measured at the chemical flows,
- b) By evaluation of the continuous spectra, characteristic values (PC1...PCn) for the chemical flows are formed,
- c) From the characteristic values (PC1...PCn) and laboratory measurements of the chemical concentrations the state model is set up and the setup of the process model may possibly include process characteristics,

characterised in that,

in method step b) the spectra are pre-processed and compressed, that as part of a mathematical evaluation, a main component analysis is performed on a predetermined number of spectra and for data reduction a corresponding number of scores is selected and that the characteristic values for the model formation are determined therefrom for the modelling.

- 2. Method according to claim 1, **characterised in that** discrete physical and/or chemical characteristics are detected at at least one point at the chemical flows.
- 3. Method according to claim 2, **characterised in that** the discrete physical and/or chemical characteristics are used for setting up the state model and if necessary the process model.
- 4. Method according to claim 1, **characterised in that** measurements are made at wavelengths of the electromagnetic radiation between 100 nm and 400 µm.
- 5. Method according to claim 4, **characterised in that** the electromagnetic radiation is detected as an absorption, emission, luminescence or a Raman spectrum.
- 6. Method according to claim 4, **characterised in that** the electromagnetic radiation is detected in transmission, direct or diffuse reflexion or attenuated total reflectance (ATR).
- 7. Method according to claim 2, **characterised in that** the electrical conductivity, the pH value, the temperature, the throughflows, the chemical concentration of the chemical flows are recorded as discrete physical and/or chemical characteristics.
- 8. Method according to claim 1, **characterised in that** the specific characteristic values of the spectra, especially the main components, are selected for describing the product state and entered directly into the state model.
- 9. Method according to claim 1, **characterised in that** the specific characteristic values of the spectra, especially the main components, are incorporated into the state model and that, at the output of the state model, the product characteristics are formed and entered directly into the process model.
- 10. Method according to claim 1, **characterised in that** unsuitable spectra for modelling are eliminated by plausibility checking.
- 11. The method according to one of the preceding claims, **characterised in that** neural networks and/or fuzzy logic are employed for modelling.
- 12. Method according to claim 1, **characterised in that** the measurements of the spectra are performed in the sulphate process both on the soda melts and also on the aqueous chemical flows such as green liquor, white liquor and black liquor.
- 13. Method according to claim 1, **characterised in that** the measurements of the spectra are performed in

the sulphite process both on the ash stream and on the ash and on the cooking acids.

14. Method according to claim 12 or claim 13, **characterised in that** the characteristic variables obtained by evaluation of the spectra are included for closed-loop and/or open-loop control of the recovery process. 5
15. Method according to claim 14, **characterised in that** the quality parameters of the finished cooking fluid, especially the chemical concentrations, are modelled for the open-loop and/or closed-loop control of the chemical recovery. 10
16. Method according to claim 15, **characterised in that** the model approaches are employed for calculation of the chemical usage as well as for predicting the product quality. 15
17. Method according to claim 15, **characterised in that** the active alkali concentration, the sulphidity, the sulphate proportion as well as the proportion of Na_2S , Na_2CO_3 and NaOH are used as the chemical concentrations describing the chemical recovery process. 20
18. Method according to claim 15, **characterised in that**, for the acids, the overall SO_2 , the HSO_3^- , SO_3^- , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, SO_4^{2-} concentrations and for the bases the MgO concentration, divided into burned MgO and active MgO , are used as the chemical concentrations describing the chemical recovery process in the sulphite process. 25
19. Method according to claim 15, **characterised in that** the model approach with the quality parameters is used in the process optimisation. 30
20. Method according to one of the preceding claims, **characterised in that** a cost function is formed which is optimised with an optimiser by suitable variation of the adjustment variables. 35
21. Method according to claim 19, **characterised in that** the optimisation is undertaken by genetic algorithms. 40
22. Method according to claim 20, **characterised in that** a cost function for the production costs and/or a profit function is used as the cost function. 45
23. Method according to one of the preceding claims, **characterised in that** a dynamic model is used for checking the adjustment variables optimised by a static model, wherein a neural network in particular is used as the dynamic model. 50
24. Method according to one of the preceding claims, 55

characterised in that the model and/or the submodels are trained online.

25. Method according to one of the preceding claims, **characterised in that** checking of results obtained (novelty detection) is carried out by computer-aided selection of all information-bearing data.
26. Method according to claim 25, **characterised in that**, if non-consistent results are present, re-training is carried out.
27. Apparatus for carrying out the method according to one of claims 1 to 26, consisting of at least one spectrometer (101, 102, 103), a unit for pre-processing and compressing the spectra, a digital computer (105) for mathematical evaluation of the continuous spectra for the purposes of calculating the characteristic variables ($\text{PC1} \dots \text{PCn}$) and for setting up the state model or the state model and process model from the characteristic variables ($\text{PCI} \dots \text{PCn}$) and if necessary the discrete physical and/or chemical characteristics as process characteristics, and also consisting of a process control system (100).

Revendications

1. Procédé de conduite des opérations et d'optimisation des opérations dans la récupération de produits chimique lors de la production de cellulose, en utilisant au moins un modèle d'état ou un modèle d'état et un modèle des opérations ayant les caractéristiques suivantes .

- a) on mesure en au moins un point des spectres continus de rayonnement électromagnétique sur les courants de produits chimiques,
- b) en exploitant les spectres continus, on forme des grandeurs ($\text{PC1} \dots \text{PCn}$) caractéristiques pour les courants de produits chimiques,
- c) à partir des grandeurs ($\text{PC1} \dots \text{PCn}$) caractéristiques et de mesures de laboratoire des concentrations de produits chimiques, on établit le modèle d'état et on établit, le cas échéant, en plus le modèle des opérations par des propriétés des opérations,

caractérisé,

en ce que, dans le stade b) du procédé, on traite les spectres à l'avance et on les comprime, en ce que, dans le cadre d'une exploitation mathématique sur un nombre donné à l'avance de spectres, on effectue une analyse de composantes principales et pour réduire les données, on choisit un nombre correspondant d'indice de pertinence et on en ce que l'on en détermine les grandeurs caractéristiques pour la formation du modèle.

2. Procédé suivant la revendication 1, **caractérisé en ce que** l'on détecte des propriétés physiques et/ou chimiques discrètes en au moins un point sur les courants de produits chimiques.
3. Procédé suivant la revendication 2, **caractérisé en ce que** l'on utilise des propriétés physiques et/ou chimiques discrètes pour l'établissement du modèle d'état et le cas échéant du modèle des opérations.
4. Procédé suivant la revendication 1, **caractérisé en ce que** l'on effectue des mesures à des longueurs d'onde du rayonnement électromagnétique comprises entre 100 nm et 400 μ m.
5. Procédé suivant la revendication 4, **caractérisé en ce que** l'on détecte le rayonnement électromagnétique sous la forme d'un spectre d'absorption, d'un spectre d'émission, d'un spectre de luminescence ou d'un spectre Raman.
6. Procédé suivant la revendication 4, **caractérisé en ce qu'**on détecte le rayonnement électromagnétique en transmission, en réflexion directe ou diffuse ou en réflexion totale atténuée (ATR).
7. Procédé suivant la revendication 2, **caractérisé en ce que** l'on détecte comme propriété physique et/ou chimique discrète la conductivité électrique, le pH, la température, les débits, les concentrations en produits chimiques des courants de produits chimiques.
8. Procédé suivant la revendication 1, **caractérisé en ce que** l'on choisit les valeurs caractéristiques spécifiques des spectres, notamment les composantes principales, et on les entre directement dans le modèle d'état.
9. Procédé suivant la revendication 1, **caractérisé en ce que** l'on introduit les grandeurs caractéristiques spécifiques des spectres, notamment les composantes principales, dans le modèle d'état et **en ce que** l'on forme les propriétés du produit à la sortie du modèle d'état et on les entre directement dans le modèle des opérations.
10. Procédé suivant la revendication 1, **caractérisé en ce que** l'on élimine par un contrôle de vraisemblance des spectres qui ne conviennent pas à la formation du modèle.
11. Procédé suivant l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** l'on utilise des réseaux neuronaux et/ou une logique floue pour former le modèle.
12. Procédé suivant la revendication 1, **caractérisé en ce que** l'on effectue les mesures des spectres dans

le procédé au sulfate, à la fois sur le carbonate de soude fondue et sur les courants aqueux de produits chimiques, comme la liqueur verte, la liqueur blanche et la liqueur noire.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

13. Procédé suivant la revendication 1, **caractérisé en ce que** l'on effectue la mesure des spectres dans le procédé au sulfite, à la fois sur un courant de cendre et sur les cendres et sur les lessives acides de cuisson.

14. Procédé suivant la revendication 12 ou revendication 13, **caractérisé en ce qu'**on tire partie, pour la commande et/ou la régulation de l'opération de récupération, des grandeurs caractéristiques obtenues en exploitant les spectres.

15. Procédé suivant la revendication 14, **caractérisé en ce que**, pour la commande et/ou la régulation de la récupération des produits chimiques, on modélise les paramètres de qualité du liquide de cuisson fini, notamment les concentrations en produits chimiques.

16. Procédé suivant la revendication 15, **caractérisé en ce que** les mises en équation du modèle sont mises à profit, outre pour la prédiction de la qualité du produit, également pour le calcul des charges de produits chimiques.

17. Procédé suivant la revendication 15, **caractérisé en ce que** l'on utilise, comme concentrations en produits chimiques décrivant l'opération de récupération de produits chimiques dans le procédé au sulfate, de la concentration d'alcali active, la sulfurité, la proportion de sulfate, ainsi que la proportion de Na_2S , Na_2CO_3 et NaOH .

18. Procédé suivant la revendication 15, **caractérisé en ce qu'**on utilise, comme concentration de produits chimiques décrivant l'opération de récupération de produits chimiques dans le procédé au sulfite, pour les acides, les concentrations totales en SO_2 , en HSO_3^- , en SO_2^{--} , en $\text{S}_2\text{O}_3^{--}$, en SO_4^{--} et, pour les bases, la concentration en MgO subdivisée en MgO calcinée et en MgO active.

19. Procédé suivant la revendication 15, **caractérisé en ce qu'**on utilise la mise en équation du modèle ayant les paramètres de qualité dans l'optimisation des opérations.

20. Procédé suivant l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** l'on forme une fonction de coût que l'on optimise par un optimiseur par variation appropriée des grandeurs de réglage.

21. Procédé suivant la revendication 19, **caractérisé en**

ce que l'on effectue l'optimisation par des algorithmes génétiques.

22. Procédé suivant la revendication 20, **caractérisé en ce que** l'on utilise comme fonction de coût une fonction de coût pour les coûts de production et/ou une fonction de profit. 5
23. Procédé suivant l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** l'on utilise un modèle dynamique pour contrôler les grandeurs de réglage optimisées par un modèle statique, en utilisant, comme modèle dynamique, notamment un réseau neuronal. 10
24. Procédé suivant l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** l'on fait subir au modèle et/ou aux sous-modèles un apprentissage en ligne. 15
25. Procédé suivant l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** l'on effectue, par un choix assisté par ordinateur de toutes les données apportant de l'information, un contrôle des résultats obtenus ("novelty detection"). 20
26. Procédé suivant la revendication 25, **caractérisé en ce que**, présence de résultats qui ne sont pas cohérents, on effectue un réapprentissage. 25
27. Dispositif pour effectuer le procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 26, constitué d'au moins un spectromètre (101, 102, 103), d'une unité de prétraitement et de compression des spectres, d'un ordinateur (105) numérique pour l'exploitation mathématique des spectres continus en vue du calcul des grandeurs (PC1...PCn) caractéristiques et de l'établissement du modèle d'état ou du modèle d'état et du modèle des opérations à partir des grandeurs (PC1...PCn) caractéristiques et, le cas échéant, des propriétés physiques et/ou chimiques discrètes comme propriétés des opérations, ainsi que d'un système (100) de conduite des opérations. 30

45

50

55

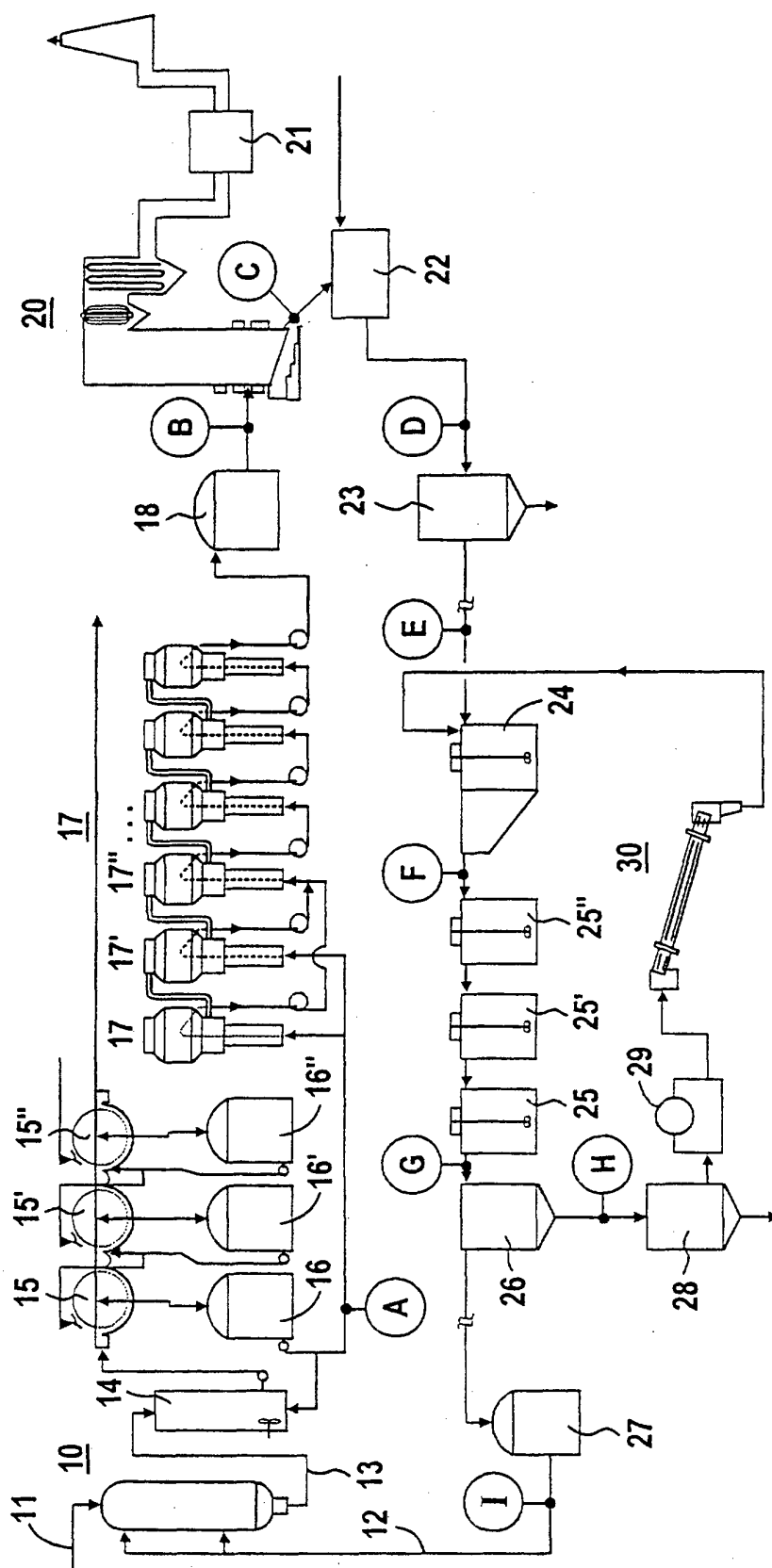


FIG 1

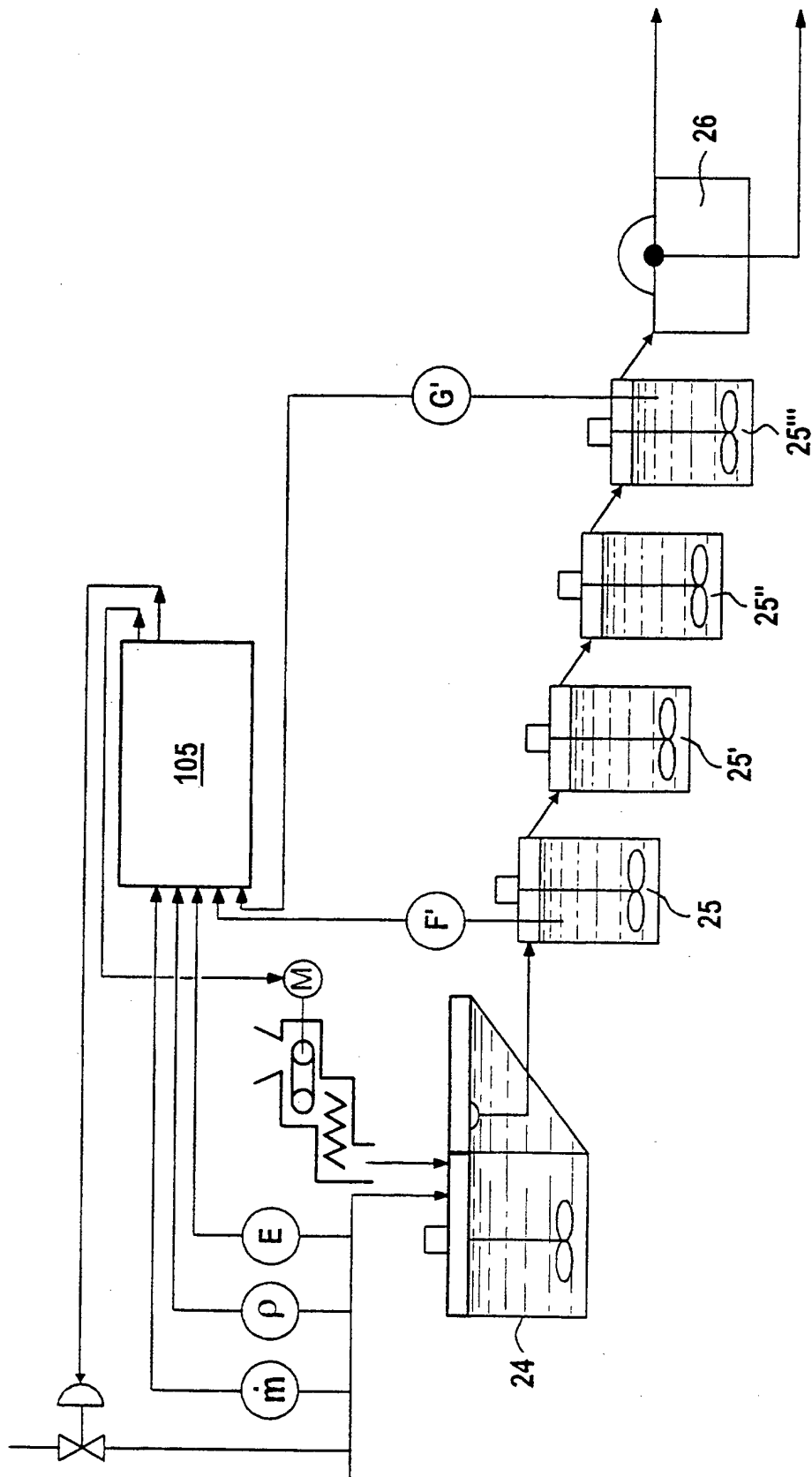


FIG 2

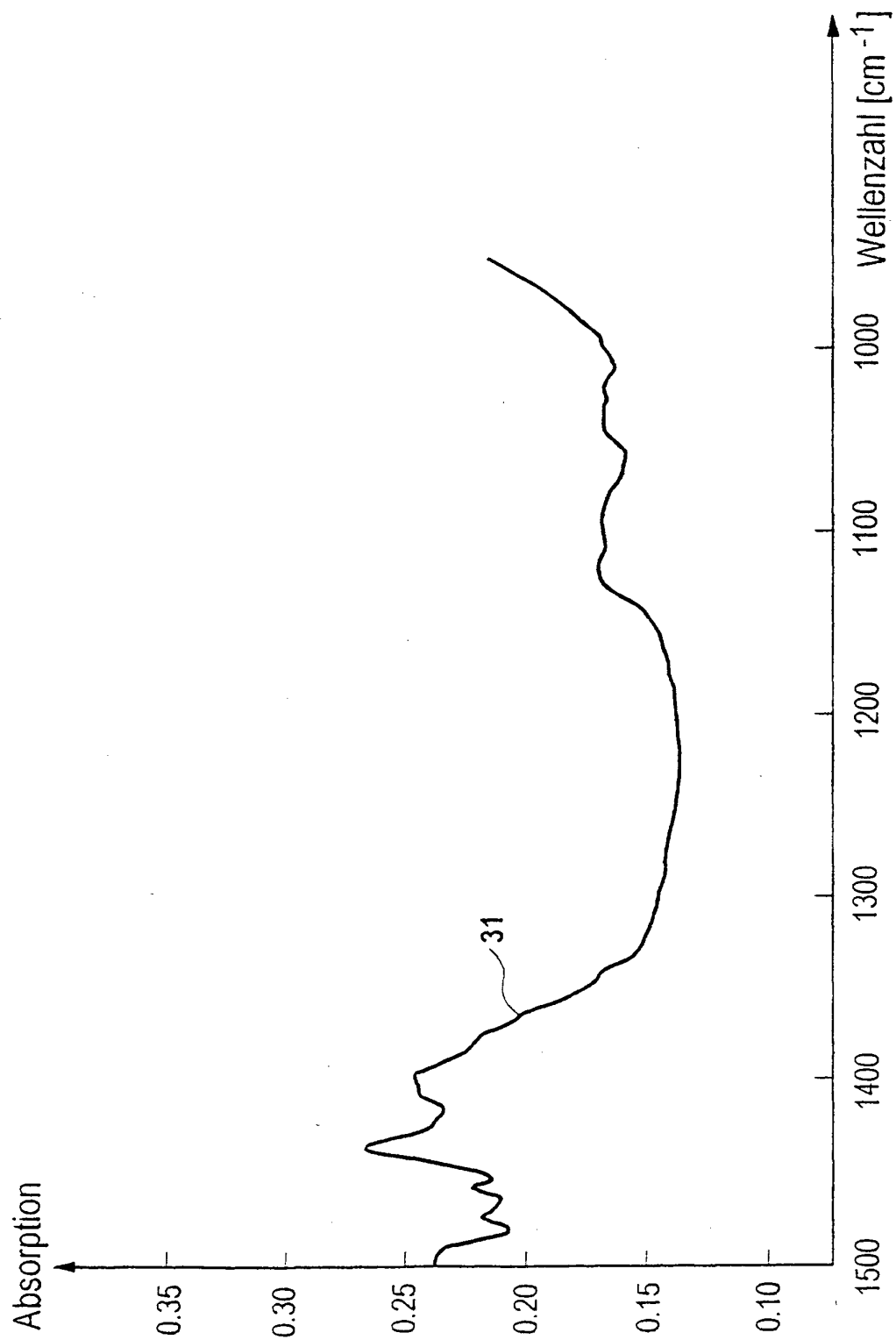


FIG 3

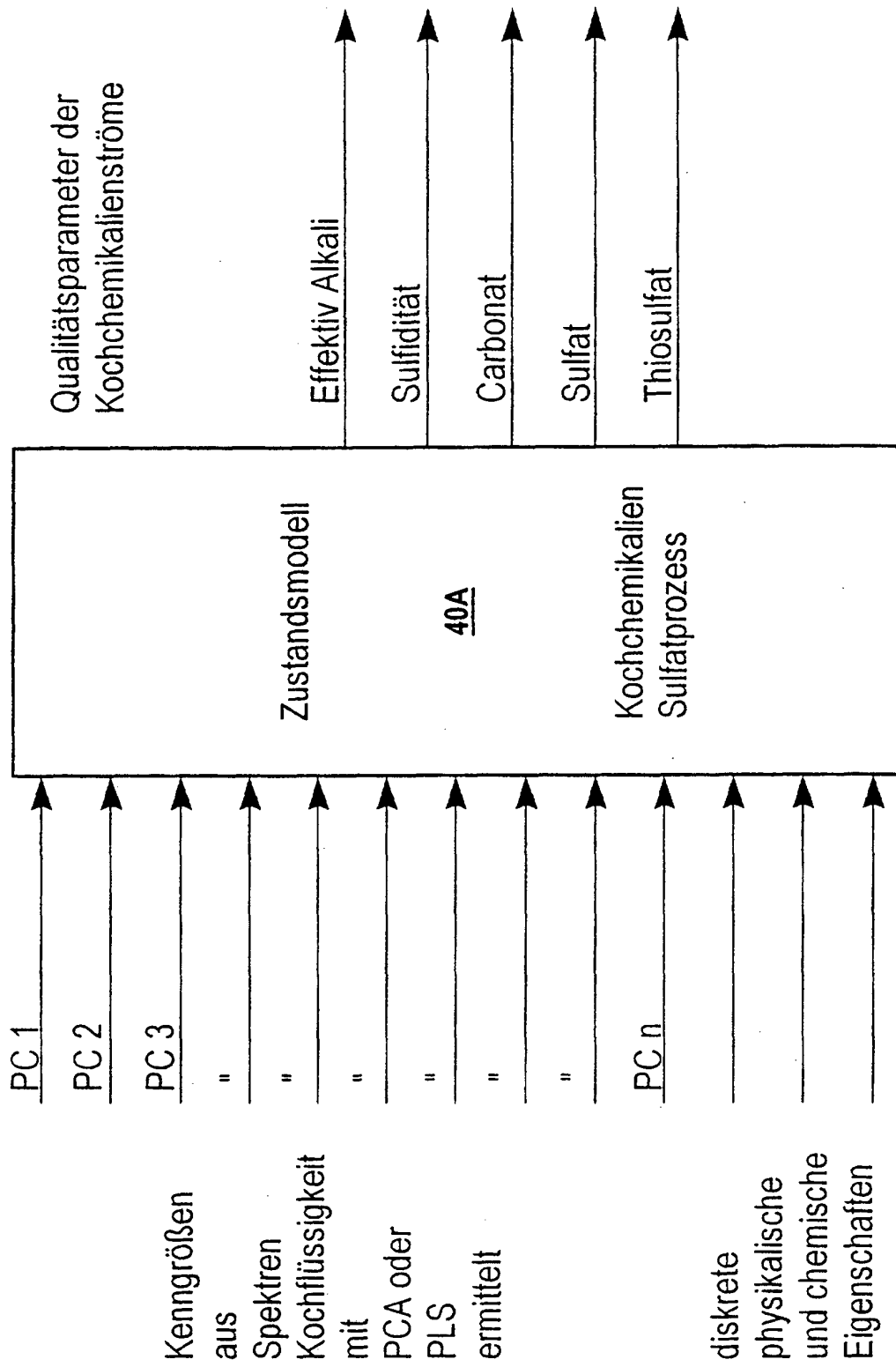


FIG 4

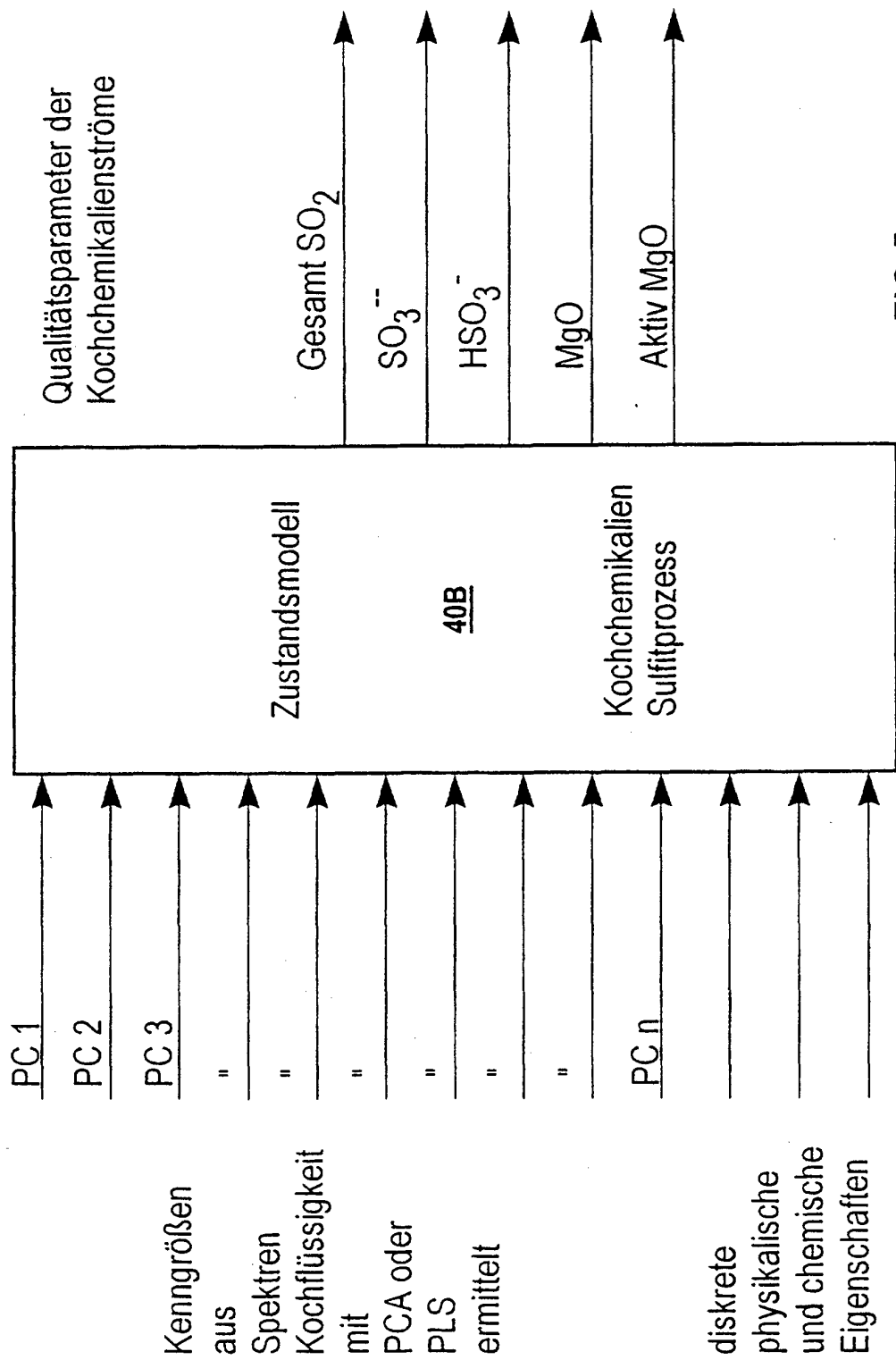


FIG 5

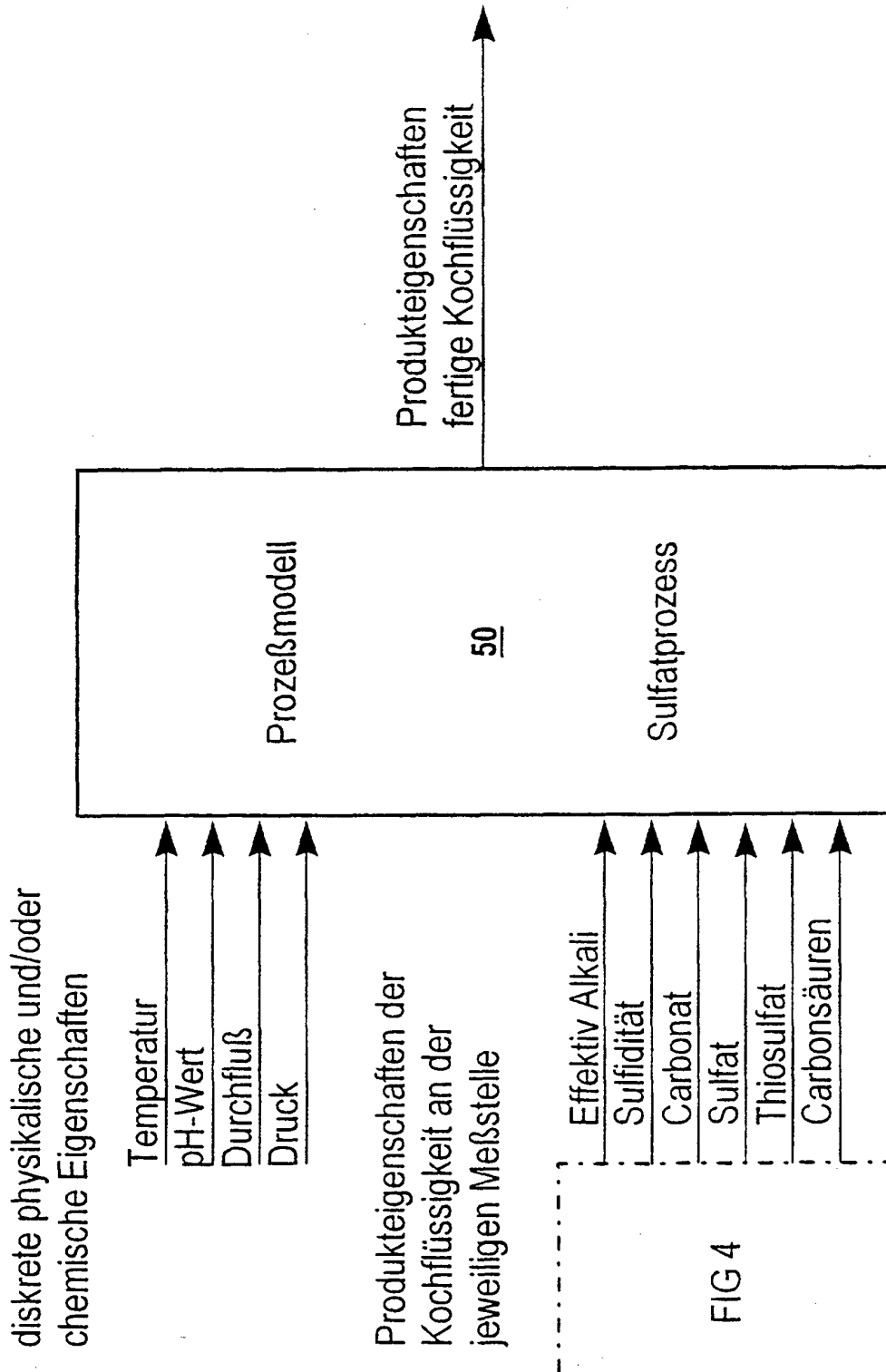


FIG 6

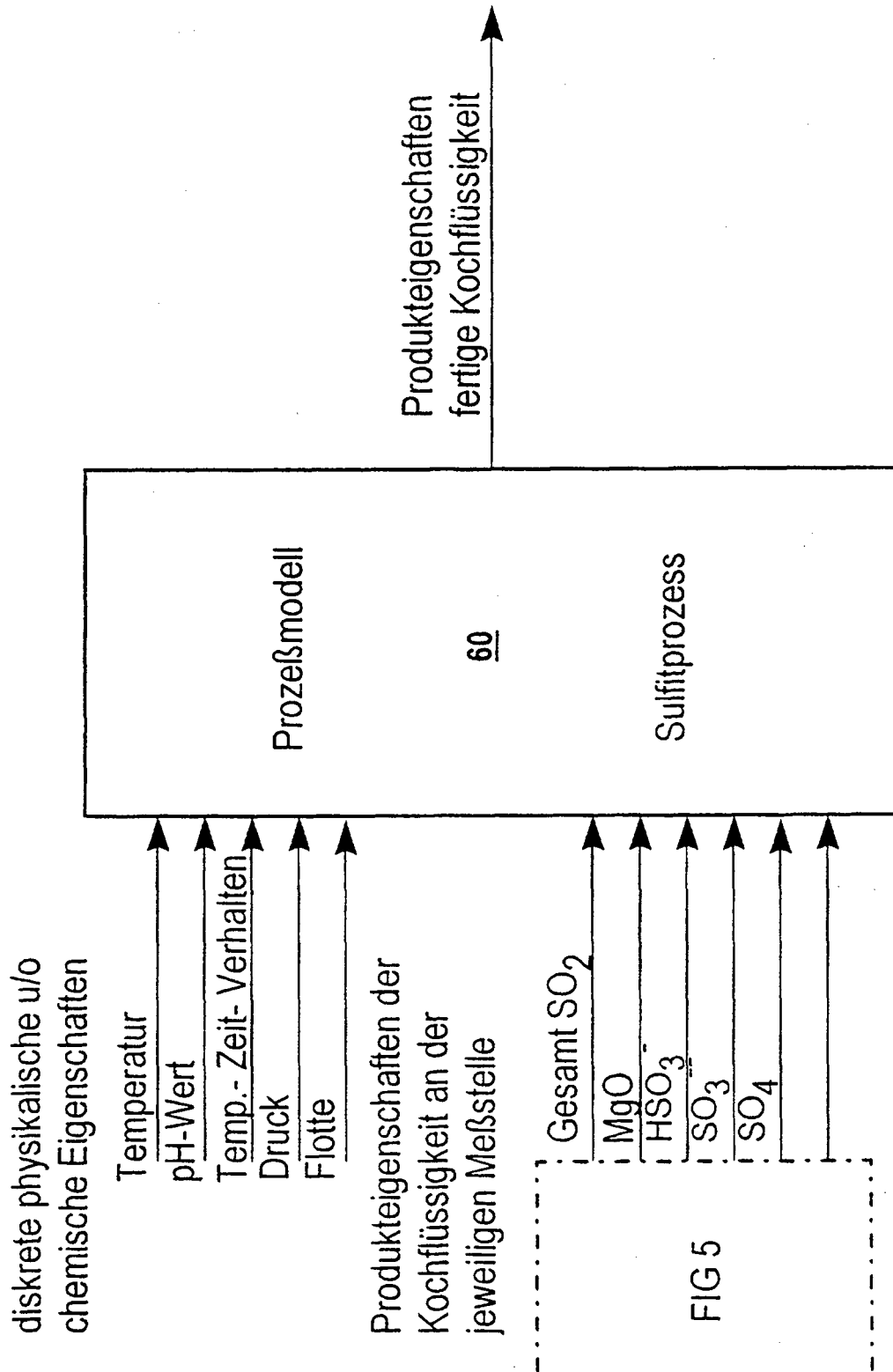


FIG 7

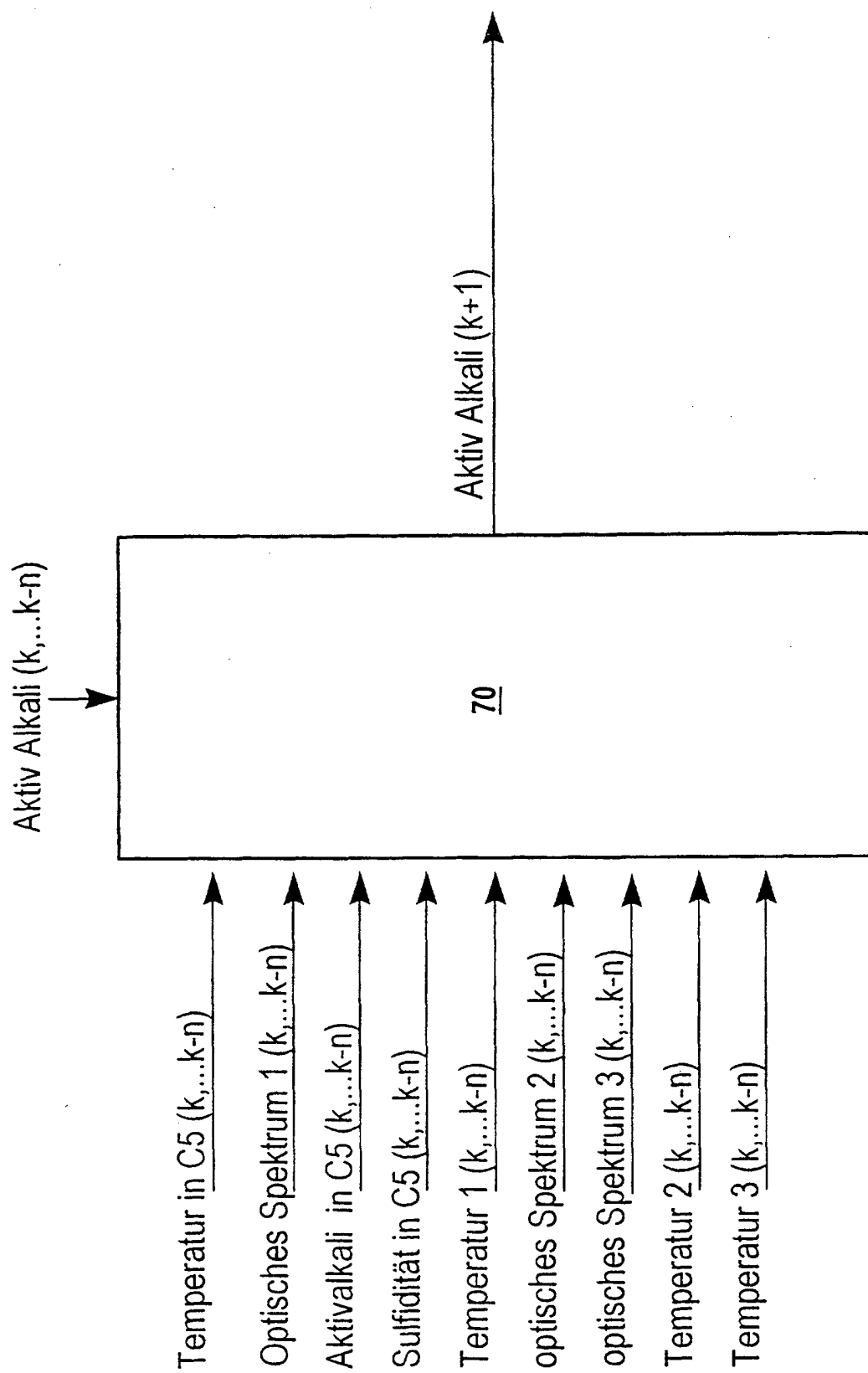


FIG 8

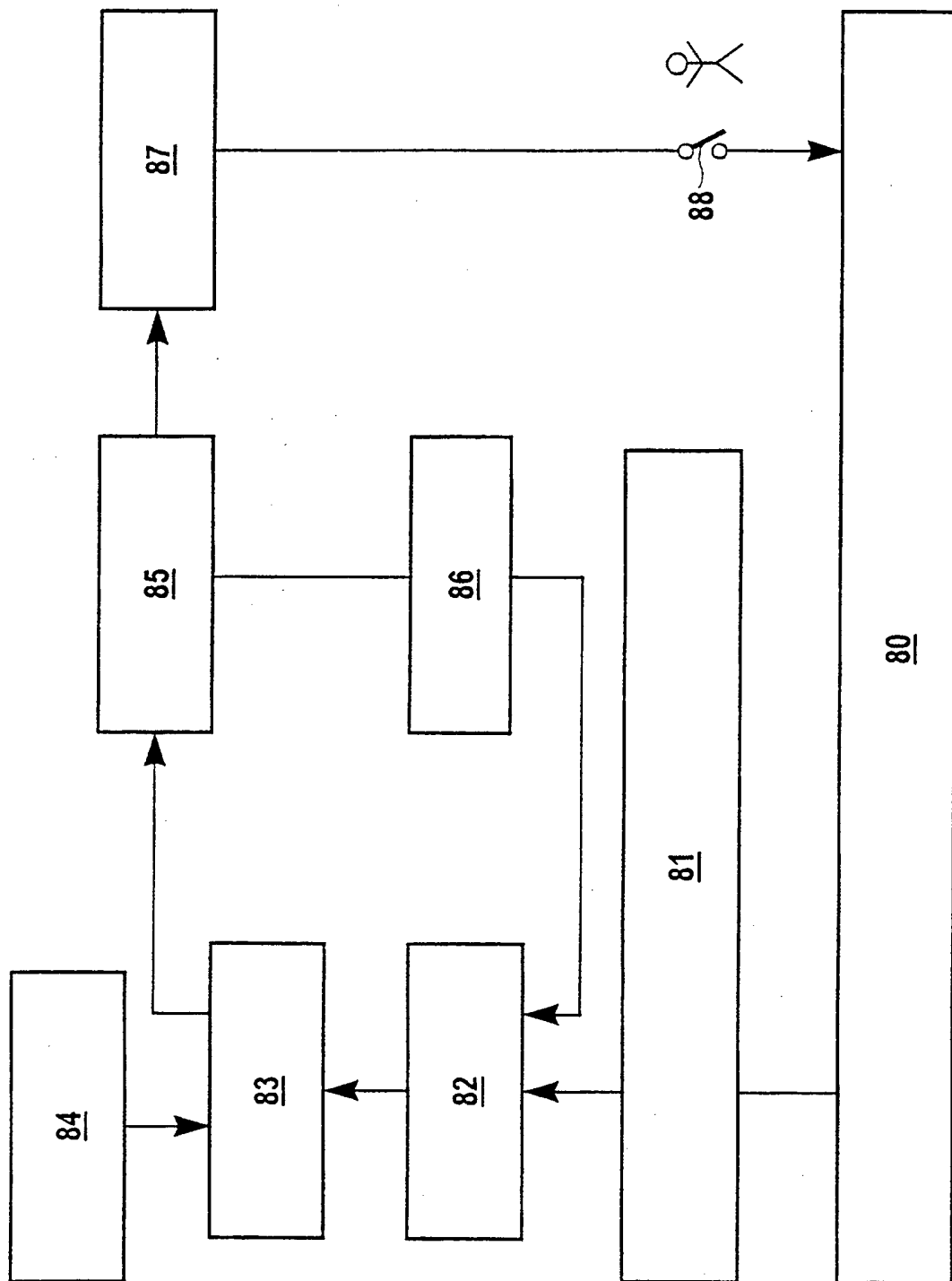


FIG 9

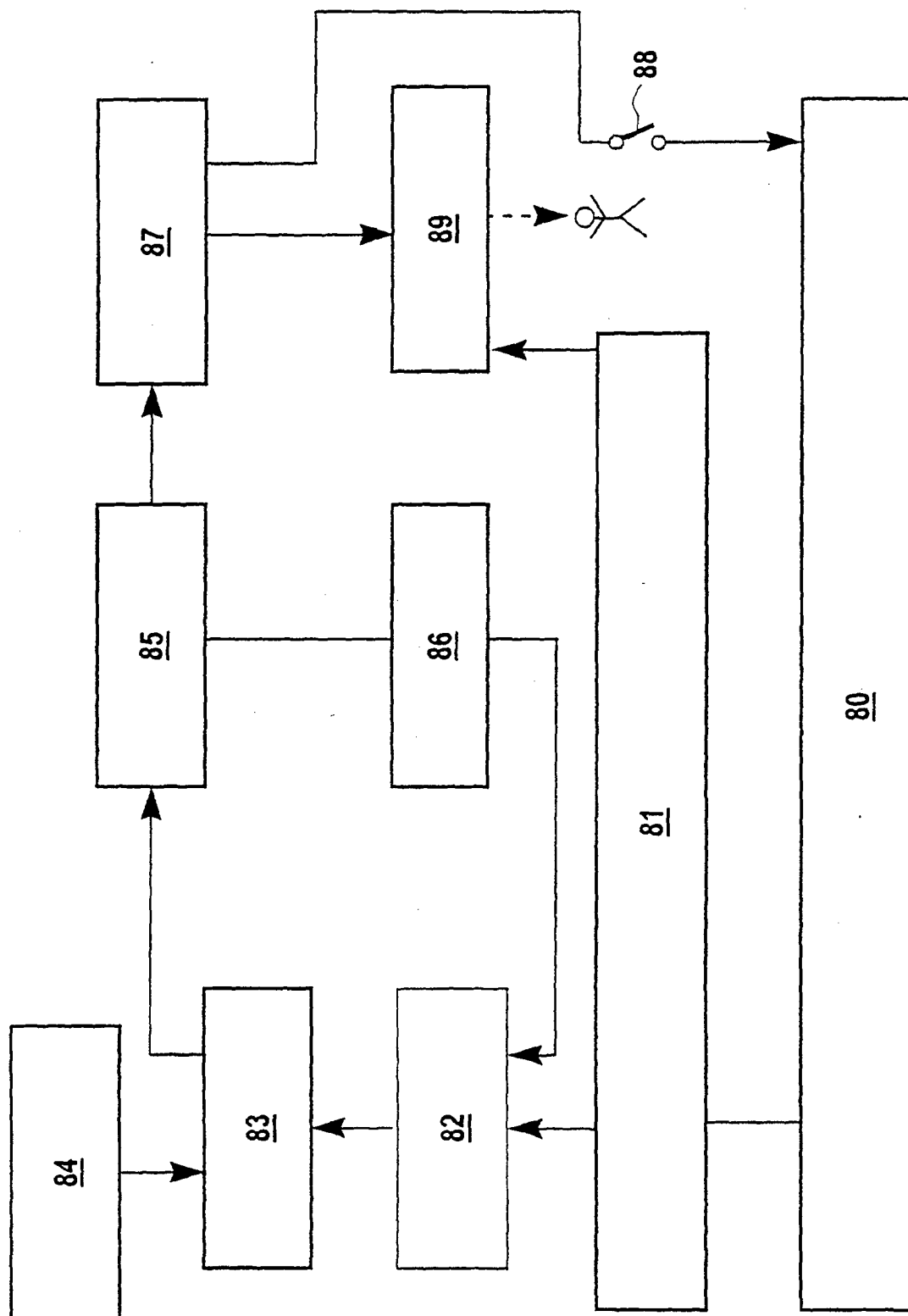


FIG 10

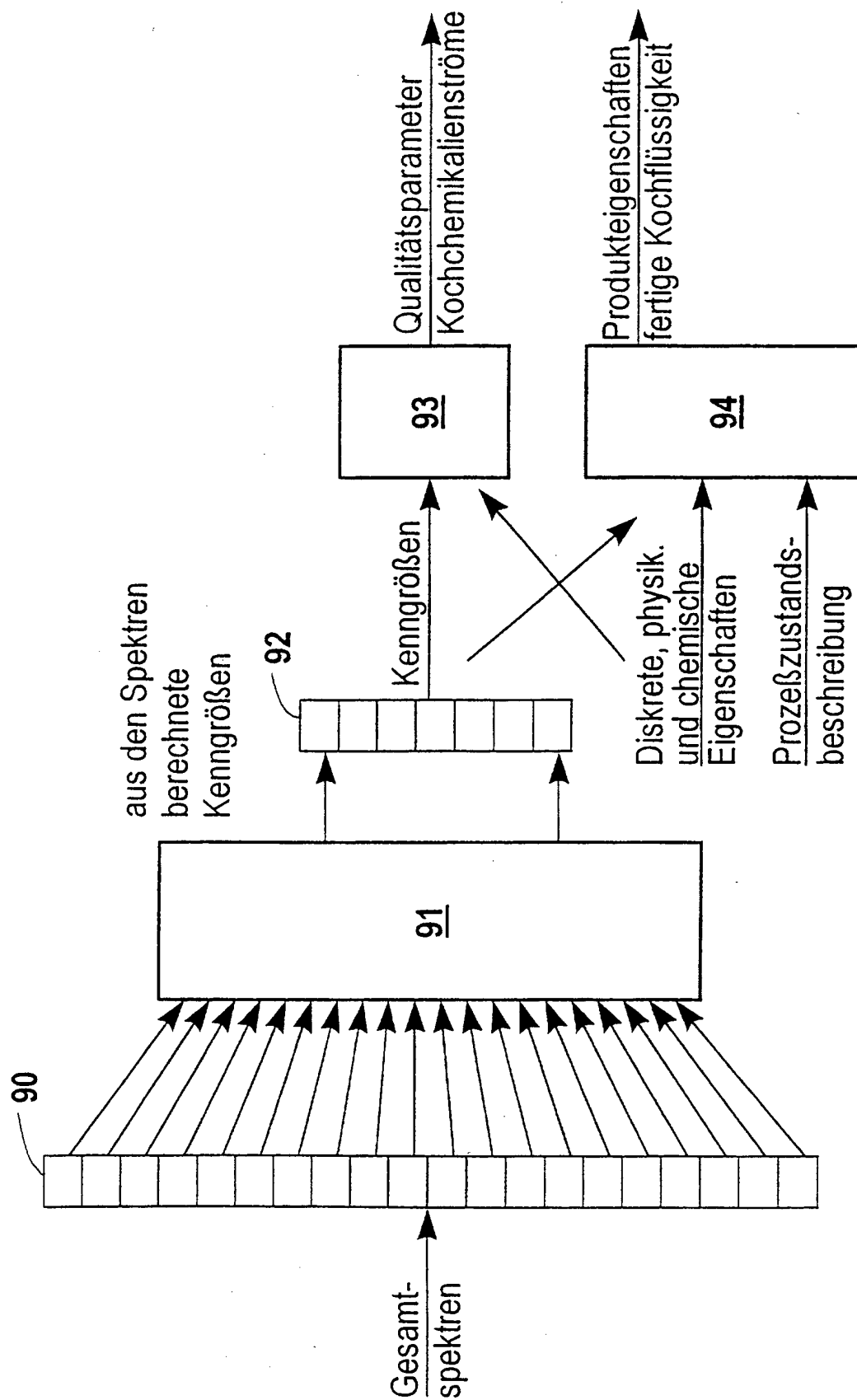


FIG 11

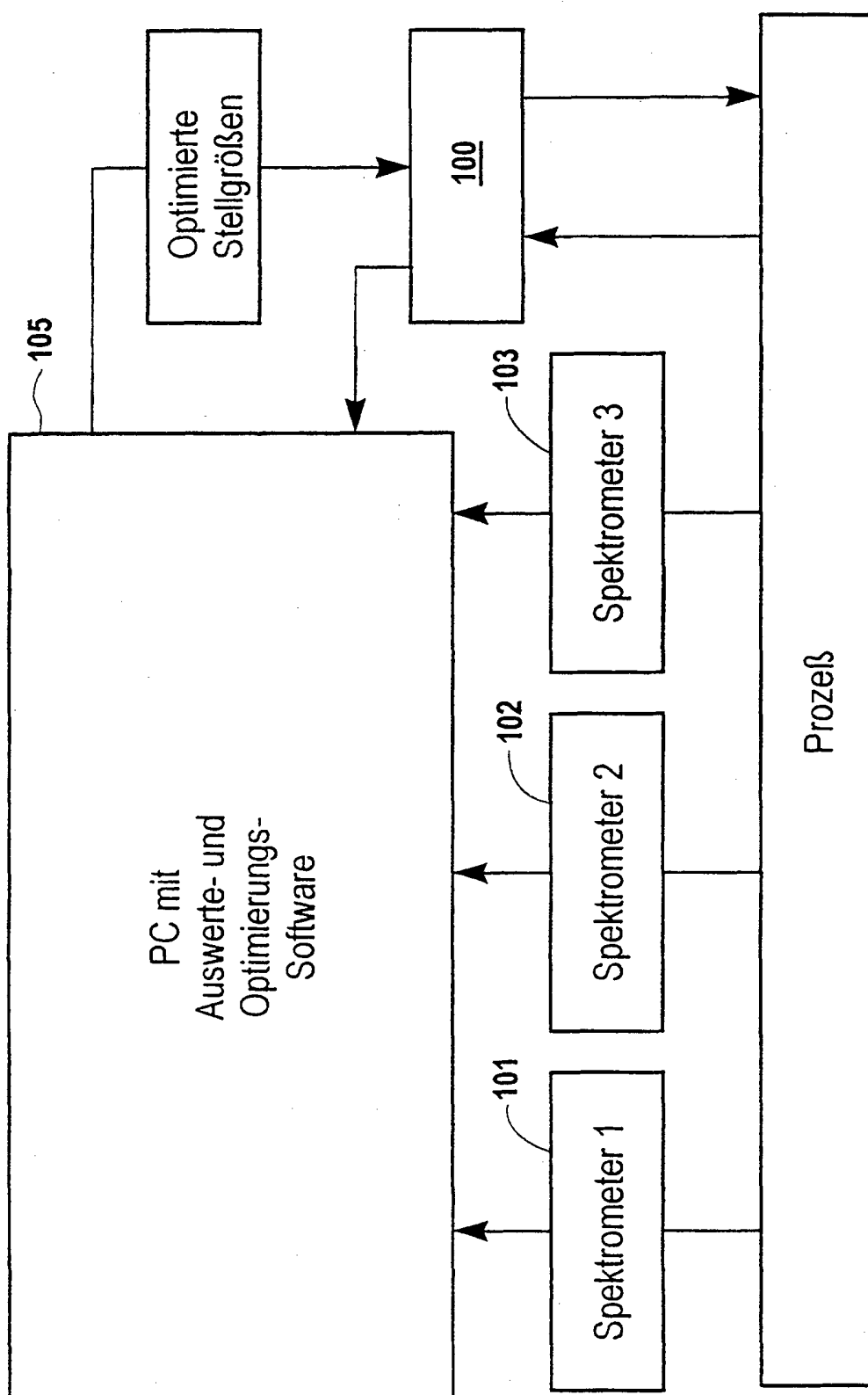


FIG 12

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- DE 19510009 A1 [0005]
- DE 19510008 A1 [0005]
- US 5378320 A [0006]
- DE 3616051 A1 [0007]
- DE 4221404 A1 [0008]
- US 5616214 A [0009]
- US 5364502 A [0009]
- US 5282931 A [0009]
- JP 5321183 A [0009]
- WO 9810137 A1 [0010]
- DE 19653530 A1 [0011]
- DE 19653532 A1 [0011]
- DE 19653479 A1 [0011]
- DE 19653477 A1 [0011]
- DE 19632245 A1 [0024]