

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
18. November 2010 (18.11.2010)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 2010/130703 A2**

(51) Internationale Patentklassifikation:  
G01F 11/28 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2010/056398

(22) Internationales Anmeldedatum:  
11. Mai 2010 (11.05.2010)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:  
09160425.6 15. Mai 2009 (15.05.2009) EP

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme  
von US): BASF SE [DE/DE]; 67056 Ludwigshafen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): VERCRUYSE, Ka-  
ren [BE/BE]; Vendoorstraat 64, B-9120 Melsele (BE).  
SUYKERBUYK, Frans [BE/BE]; Kalmthoutsesteenweg  
103, B-2990 Wuustwezel (BE). VEELAERT, Sven [BE/  
BE]; Kasteleinlaan 12, B-2180 Ekeren (BE). NSUNDA,  
Veron [BE/BE]; Chaussée de Dinant, 335, B-5000 Na-  
mur (BE). WULLUS, Kris [BE/BE]; Hogenakker-  
hoekstraat 21, B-9150 Kruikebe (BE).

(74) Gemeinsamer Vertreter: BASF SE; 67056 Ludwigsha-  
fen (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für  
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,  
AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY,  
BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,  
DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,  
GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN,  
KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA,  
MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG,  
NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC,  
SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN,  
TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für  
jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,  
GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ,  
UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD,  
RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY,  
CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS,  
IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO,  
SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM,  
GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu  
veröffentlichen nach Erhalt des Berichts (Regel 48 Absatz  
2 Buchstabe g)

(54) Title: AUTOMATIC ANALYSIS OF FINE-PARTICLE SOLIDS

(54) Bezeichnung : AUTOMATISCHE ANALYSE VON FEINTEILIGEN FESTSTOFFEN

(57) Abstract: The present invention relates to a solids metering device for fine-particle solids, comprising withdrawal means for withdrawing a sample from a sample container, and metering means for introducing a predetermined amount of a fine-particle solid into a test vessel, wherein a metering accuracy of at least 0.1 g is achieved by the solids metering device and the characteristics of the metered amount substantially correspond to those of the sample in the sample vessel. In addition, the invention relates to an analysis machine for determining properties of fine-particle solids, comprising a depot for sample vessels and test vessels, analysis devices for analyzing samples, manipulators for moving and positioning sample vessels, solids metering devices and metering devices for fluids. Further, the invention relates to a method for the automatic analysis of fine-particle solids.

(57) Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft eine Feststoff-Dosiereinrichtung für feinteilige Feststoffe, umfassend Entnahmemittel zum Entnehmen einer Probe aus einem Probengefäß sowie Dosiermittel zum Einbringen einer vorgegebenen Menge an feinteiligem Feststoff in ein Testgefäß, wobei mit der Feststoff-Dosiereinrichtung eine Dosiergenauigkeit von mindestens 0,1 g erreicht wird und Charakteristika der dosierten Menge im Wesentlichen denen der Probe im Probengefäß entsprechen. Daneben betrifft die Erfindung einen Analyseautomat zur Bestimmung von Eigenschaften feinteiliger Feststoffe umfassend ein Depot für Probengefäße und Testgefäße, Analyseeinrichtungen zur Analyse von Proben, Manipulatoren zur Bewegung und Positionierung von Probengefäßen, Feststoff-Dosiereinrichtungen und Dosiereinrichtungen für Flüssigkeiten. Weiterhin betrifft die Erfindung ein Verfahren zur automatischen Analyse von feinteiligen Feststoffen.



WO 2010/130703 A2

## Automatische Analyse von feinteiligen Feststoffen

## Beschreibung

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft eine Feststoff-Dosiereinrichtung für feinteilige Feststoffe, umfassend Entnahmemittel zum Entnehmen einer Probe aus einem Probengefäß sowie Dosiermittel zum Einbringen einer vorgegebenen Menge an feinteiligem Feststoff in ein Testgefäß. Daneben betrifft die Erfindung einen Analyseautomat zur Bestimmung von Eigenschaften feinteiliger Feststoffe umfassend ein Depot für Probengefäße und Testgefäße, Analyseeinrichtungen zur Analyse von Proben, Manipulatoren zur Bewegung und Positionierung von Probengefäßen, Feststoff-Dosiereinrichtungen und Dosiereinrichtungen für Flüssigkeiten. Weiterhin betrifft die Erfindung ein Verfahren zur automatischen Analyse von feinteiligen Feststoffen.
- 10
- 15 Etliche Produkte der chemischen Verfahrenstechnik liegen als Feststoffe oder Pulver vor. Ihre Wirkeigenschaften hängen oftmals von physikalischen Eigenschaften wie der Partikelgröße oder der Korngrößenverteilung ab. Um eine gleichbleibende Qualität sicherzustellen werden die Feststoffe oder Pulver in regelmäßigen Abständen untersucht. Häufig kommen dabei auf das jeweilige Produkt zugeschnittene Analyseverfahren zum Einsatz, die standardisiert durchgeführt werden. Der Begriff der Analytik ist im Folgenden dahingehend zu verstehen, dass sie zum Ziel hat, repräsentative und vergleichbare Aussagen über Eigenschaften von Feststoffproben zu treffen.
- 20
- 25 Nachfolgend wird zwischen Pulvern und Feststoffen in Form von rieselfähigen Schüttgütern nicht unterschieden, sondern beide mit dem Begriff „feinteilige Feststoffe“ bezeichnet. Die Partikelgrößen liegen dabei in einem Bereich von 1 bis 1500 Mikrometern ( $\mu\text{m}$ ).
- 30 Ein Beispiel für derartige Produkte sind wasserabsorbierende Polymere, die auch als Superabsorber bezeichnet werden. Sie bestehen aus hydrophilen Polymeren, die so stark vernetzt sind, dass sie nicht mehr löslich sind. Ihre Herstellung wird beispielsweise in der Monographie „Modern Superabsorbent Polymer Technology“, F.L. Buchholz und A.T. Graham, Wiley-VCH, 1998, Seiten 71 bis 103, und in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 6. Auflage, Band 35, Seiten 73 bis 93, beschrieben. Durch
- 35 Siebanalyse lassen sich typische Korngrößenverteilungen ermitteln. Dabei liegen 90%, 95% oder 98% der Partikel jeweils im Bereich 150 bis 850  $\mu\text{m}$  vor.
- 40 Bislang werden die erforderlichen Analysen überwiegend manuell durchgeführt, was mit einem erheblichen Arbeits- und Zeitaufwand verbunden ist. Aus anderen Gebieten, beispielsweise der Pharma-Industrie, ist bekannt, standardisierte Analysen mit Hilfe von automatischen Systemen durchzuführen.

So wird in WO 93/15407 ein universeller Laborroboter beschrieben, insbesondere für den Einsatz im medizinischen Bereich. Proben von Substanzen werden in Gefäßen in einem Lager bereitgestellt. Gemäß einer festgelegten Schrittfolge transportiert der Roboter die Gefäße aus dem Lager zu unterschiedlichen Analysestationen. Dort werden die Proben automatisch untersucht und anschließend von dem Roboter wieder in das Lager zurückbefördert.

WO 97/47974 offenbart einen Laborroboter zur Analyse von flüssigen, festen oder pulverförmigen Proben. Das Labor ist unterteilt in eine sogenannte Roboterzone und eine Bedienerzone, die durch eine Wand voneinander getrennt sind. Mit Hilfe von Transportbändern werden zu analysierende Proben zwischen den Zonen ausgetauscht. In der Roboterzone sind unterschiedliche Analysestationen aufgebaut, in denen die Proben automatisch untersucht werden können. Ein mindestens fünfschiger Roboter ist auf einer Längsschiene bewegbar, sodass er Proben zwischen verschiedenen Transportbändern und den Analysestationen transportieren kann.

Neben der Automatisierung von kompletten Analyseverfahren sind auch Lösungen für Teilprobleme bekannt. Die JP 10077121 beschreibt die Dosierung von feinteiligen Feststoffen in geringen Mengen (1 bis 5 mg), vornehmlich zum Einsatz in der Arzneimittelentwicklung. Dabei wird die jeweilige Probeflasche von einem Roboter erfasst, der Deckel entfernt und die Flasche mit der Öffnung nach unten gedreht auf die Dosiereinrichtung gesetzt. Durch Drehen einer Bürste wird die erforderliche Menge an Feststoff aus der Probeflasche entnommen und in das Testgefäß geriebelt.

Der im Folgenden beschriebenen Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung und ein Verfahren bereitzustellen zur automatisierten Analyse von feinteiligen Feststoffen, wobei sichergestellt werden sollte, dass hinsichtlich der Produkteigenschaften repräsentative und vergleichbare Aussagen getroffen werden können. In diesem Zusammenhang stellte sich als weitere Aufgabe, eine Dosiereinrichtung für feinteilige Feststoffe zum Einsatz in genannter Vorrichtung zu entwickeln.

Zur Lösung dieser Aufgabe wird eine Feststoff-Dosiereinrichtung nach Anspruch 1, ein Analyseautomat nach Anspruch 6 sowie ein Verfahren nach Anspruch 8 oder 9 vorgeschlagen. Spezielle Ausprägungen der erfindungsgemäßen Lösung sind in den jeweils abhängigen Ansprüchen ausgeführt.

Erfindungsgemäß umfasst die Feststoff-Dosiereinrichtung Entnahmemittel zum Entnehmen einer Probe aus einem Probengefäß und Dosiermittel zum Einbringen einer vorgegebenen Menge an feinteiligem Feststoff in ein Testgefäß.

Um feinteilige Feststoffe im Hinblick auf ihre charakteristischen Eigenschaften zu untersuchen, werden üblicherweise Proben genommen, beispielsweise aus dem Produk-

tionsprozess oder der verkaufsfertigen Ware. Die Probe sollte eine gewisse Mindestmenge aufweisen, um statistische Schwankungen in den Partikelgrößen und ihrer Verteilung zu minimieren. Bei einer Partikelgröße von 150 bis 850 µm hat sich eine Probenmenge von 1000 cm<sup>3</sup> als günstig erwiesen.

5

Probengefäße, in denen die Probe zur Analyse bereitgestellt wird, können unterschiedlich ausgestaltet sein. Neben geraden, rohrförmigen Gefäßen sind auch flaschenförmige Gefäße verbreitet, bei denen sich der Durchmesser zur Öffnung hin verengt. Der Querschnitt kann dabei verschiedene Formen aufweisen wie Kreise, Ovale, Rechtecke, Sechsecke, beispielsweise auch mit abgerundeten Ecken. Die Probengefäße können auch verschließbar sein, z.B. durch Dreh-, Kipp- oder Schnappverschlüsse. Verschließbare Probengefäße werden bevorzugt verwendet, wenn die zu untersuchenden feinteiligen Feststoffe ihre Eigenschaften durch Kontakt mit der sie umgebenden Atmosphäre ändern können, beispielsweise aufgrund des Sauerstoffgehaltes oder der Feuchtigkeit in der Luft.

Häufig handelt es sich bei der Probe um eine Mischung aus vielen Partikeln mit unterschiedlichen Eigenschaften wie Größe und Form. Die interessierenden Gemischeigenschaften sind wiederum abhängig von den Partikeleigenschaften und somit von der Zusammensetzung des Gemisches. Es ist daher zweckmäßig, für eine möglichst gleichförmige Durchmischung der Probe im Probengefäß zu sorgen und nachteiligen Effekten wie Segregation entgegenzuwirken. Dies kann manuell oder automatisiert erfolgen, beispielsweise durch Schütteln oder Drehen der Probengefäße oder auch durch Rühren in dem Probengefäß.

25

Zur Durchführung der einzelnen Analysen werden Teilmengen der Probe in Testgefäßen benötigt. Größe, Form und Beschaffenheit der Testgefäße hängen dabei von der Methode und den konkreten Apparaten der jeweils durchzuführenden Analyse ab. Geeignete Testgefäße können z.B. Bechergläser, Schalen oder Messzellen sein, die aus Glas, Kunststoff, Metall oder anderen Materialien gefertigt sein können. Die jeweils benötigten Mengen an feinteiligen Feststoffen in den Testgefäßen variieren in Abhängigkeit der zu analysierenden Substanzen sowie der Analysemethoden. Für wasserabsorbierende Polymere beispielsweise liegen die benötigten Mengen in den Testgefäßen in einem Bereich von 0,2 bis 2,0 g.

35

Erfindungsgemäß werden mit Hilfe von Entnahmemittel repräsentative Teilmengen der Probe von feinteiligen Feststoffen aus den Probengefäßen entnommen. Repräsentativ bedeutet in diesem Zusammenhang, dass Charakteristika der Probe im Probengefäß wie die Korngrößenverteilung sich auch in der entnommenen Teilmenge wiederfinden. Geeignete Entnahmemittel sind beispielsweise Greifer, die in geöffnetem Zustand in die Probe eintauchen, sich dort schließen und im geschlossenen Zustand eine Teilmenge der Probe aus dem Probengefäß entnehmen. Eine bevorzugte Ausführungs-

40

- form bildet eine Hohllanze, wie sie nachfolgend anhand der Zeichnungen exemplarisch erläutert wird. Vorteilhaft wirkt es sich aus, wenn ein Entnahmemittel ein möglichst geringes Volumen im Probengefäß verdrängt oder nur geringen Druck auf die Feststoffpartikel ausübt, um Ungleichverteilung, Stauchung oder Schädigung der Feststoffpartikel weitestgehend zu vermeiden. Dieser Effekt kann beispielsweise erzielt werden durch eine kleine Querschnittsfläche oder eine Formgebung des Entnahmemittels, bei der sich der Durchmesser in Richtung des eintauchenden Endes verringert oder eine Spitze ausbildet.
- 10 Um die entnommenen Teilmengen in Testgefäße einzubringen werden erfindungsgemäß Dosiermittel eingesetzt. Dabei kann es sich z.B. um Fördereinrichtungen handeln, bei denen die entnommene Teilmenge über einen Trichter auf eine Schnecke gegeben wird. Über die Drehzahl der Schnecke kann dabei die in ein Testgefäß dosierte Menge an feinteiligen Feststoffen beeinflusst werden. In einer Variante kann die
- 15 Schnecke durch ein Förderband ersetzt werden, dessen Umlaufgeschwindigkeit geregelt werden kann. In einer bevorzugten Ausführungsform enthält das Dosiermittel ein Dosierrad als wesentliches Element, das anhand nachfolgender Zeichnungen näher erläutert wird.
- 20 Je nach Anforderungen der jeweiligen Analysemethode sind Dosiermittel so auszugestalten, dass Dosiergenauigkeiten von mindestens 0,1 g, 0,01 g oder 0,001 g gewährleistet sind. Abhängig von der konkreten Ausführungsform des Dosiermittels bieten sich dabei unterschiedliche Möglichkeiten, die Dosiergenauigkeit zu beeinflussen. Bei einer Förderschnecke beispielsweise kann die Steigung der Schnecke, ihr Durchmesser und
- 25 die minimal einzustellende Umdrehungsgeschwindigkeit entsprechend gewählt werden. Bei Einsatz eines Förderbandes kann die Dosiergenauigkeit z.B. über die Wahl der Rauigkeit des Bandes, seiner Breite und Beladungshöhe sowie der Umlaufgeschwindigkeit beeinflusst werden.
- 30 Die zu dosierende Menge an feinteiligen Feststoffen kann auf verschiedene Arten vorgegeben und kontrolliert werden. Eine Möglichkeit besteht darin, die Füllhöhe im Testgefäß vorzugeben und die tatsächlich dosierte Menge durch eine Füllstandsmessung zu überprüfen, beispielsweise mittels Lasertechniken oder bildgebender Verfahren. In einer alternativen Ausführungsform wird die Masse des dosierten Feststoffes bestimmt,
- 35 beispielsweise dadurch, dass sich das Testgefäß während des Dosiervorgangs auf einer Wägeeinrichtung befindet.

- Neben einer hohen Genauigkeit der dosierten Feststoffmenge ist für einige Analysemethoden auch eine gleichförmige Verteilung der Probe im Testgefäß wichtig. Ein erfindungsgemäßes Dosiermittel sieht daher die Möglichkeit vor, den dosierten feinteiligen Feststoff so in ein Testgefäß einzubringen, dass sich hinsichtlich der örtlichen Verteilung an Feststoffgemisch sowie der Verteilung der Charakteristika der Partikel im Ge-
- 40

misch eine Homogenität einstellt. In einer Ausführungsform wird dies dadurch gewährleistet, dass ein Rührwerkzeug vorgesehen wird, das während des Dosiervorgangs die in das Testgefäß dosierten Feststoffpartikel vermischt und nach Abschluss des Dosier-  
vorgangs die Oberfläche der dosierten Feststoffmenge glattstreicht. In einer weiteren  
5 Ausführungsform wird das Testgefäß während des Dosiervorgangs in einer oder mehreren Ebenen bewegt.

Erfindungsgemäß wird zur Bestimmung von Eigenschaften der feinteiligen Feststoffe ein Analyseautomat eingesetzt, der ein Depot, Analyseeinrichtungen, Manipulatoren,  
10 Feststoff-Dosiereinrichtungen sowie Dosiereinrichtungen für Flüssigkeiten umfasst. Bevorzugt handelt es sich bei den Feststoff-Dosiereinrichtungen um erfindungsgemäße Ausführungsformen.

Das Depot stellt eine Schnittstelle zwischen der automatisierten Analyse der Proben  
15 und dem Bediener des Analyseautomaten dar. Es bietet einerseits dem Bediener die Möglichkeit, Probengefäße und Testgefäße einzustellen und zu entnehmen. Andererseits können die entsprechenden Gefäße von einem Manipulator des Automaten aus dem Depot entnommen und in das Depot eingestellt werden. Weiterhin dient ein Depot der Aufbewahrung von Probengefäßen und Testgefäßen, beispielsweise wenn für eine  
20 Analysemethode eine Wartezeit zwischen Analysevorbereitung und Auswertung der Ergebnisse vorgesehen ist.

Der Analyseautomat umfasst eine oder mehrere Analyseeinrichtungen zur Analyse von Proben feinteiliger Feststoffe. Die konkrete Ausgestaltung der Analyseeinrichtungen ist  
25 dabei von dem jeweiligen Analyseverfahren abhängig. Beispiele konkreter Analysemethoden werden nachfolgend für wasserabsorbierende Polymere angegeben.

Um Probengefäße und Testgefäße innerhalb des Analyseautomaten von einem Ort zu einem anderen zu bewegen und zu positionieren, ist mindestens ein programmierbarer  
30 Manipulator vorgesehen. Seine Bauweise und Funktionalität steht in engem Zusammenhang mit der räumlichen Anordnung der weiteren Bestandteile des Analyseautomaten. In einer Ausführungsform, bei der Depot, Analyseeinrichtungen sowie Dosiereinrichtungen im Wesentlichen in einer räumlichen Ebene angeordnet sind, eignet sich ein Manipulator, der sich in drei räumliche Richtungen (x, y, z) bewegen lässt. Je nach  
35 Anforderung kann der Manipulator auch zusätzliche Rotationsachsen aufweisen, z.B. wenn es zur Durchführung einer Dosierung oder Analyse erforderlich ist, ein Gefäß zu drehen.

In einer weiteren Ausführungsform sind Depot einerseits und Dosiereinrichtungen sowie Analyseeinrichtungen andererseits in zwei unterschiedlichen räumlichen Ebenen  
40 angeordnet. In diesem Fall kann der Manipulator vorteilhaft zwischen den Ebenen angeordnet sein und lässt sich um eine Rotationsachse, in radialer Richtung senkrecht

zur Achse und parallel zur Achse bewegen. Auch in dieser Ausführungsform können weitere Rotationsachsen vorgesehen sein, z.B. zur Drehung eines Greifers.

- 5 Neben einem Manipulator, der für den Transport von Probengefäßen und Testgefäßen sorgt, können weitere programmierbare Manipulatoren in dem Analyseautomaten vorgesehen sein, beispielsweise um Entnahmemittel und Dosiermittel relativ zueinander bewegen zu können. Häufig reicht es aus, wenn ein derartiger Manipulator in einer räumlichen Richtung bewegbar ist.
- 10 Einige Analysemethoden erfordern, dass die feinteiligen Feststoffe mit einer oder mehreren Flüssigkeiten in Kontakt gebracht werden. Erfindungsgemäß umfasst der Analyseautomat daher eine oder mehrere Dosiereinrichtungen für Flüssigkeiten. In einer Ausführungsform wird eine vorgegebene Menge an Flüssigkeit in ein Testgefäß dosiert. Dies kann dadurch realisiert werden, dass eine Wägeeinrichtung das Gewicht
- 15 des Testgefäßes erfasst und ein Regler auf Basis dieser Information den Zustrom an Flüssigkeit beeinflusst. Als Alternative zur Wägung kann ein Durchflussmessgerät verwendet werden, um die zudosierte Menge zu erfassen. Für manche Testmethoden muss ein bestimmter Füllstand in einem Testgefäß sichergestellt werden. Eine erfindungsgemäße Ausführungsform sieht dafür eine Dosiereinrichtung vor, die auf dem
- 20 Prinzip der kommunizierenden Röhren basiert. In einer weiteren Ausführungsform wird der Füllstand mittels Sensoren erfasst und die Zudosierung, beispielsweise über eine Schlauchpumpe, entsprechend beeinflusst. Die Dosiereinrichtungen für Flüssigkeiten können einerseits ortsfest im Analyseautomat angebracht sein. In diesem Fall transportiert ein Manipulator die zu füllenden Testgefäße zu den Dosiereinrichtungen. Eine Do-
- 25 siereinrichtung für Flüssigkeiten kann andererseits auch in einem Manipulator angebracht sein, beispielsweise im Greifer, sodass eine Flüssigkeitsdosierung an unterschiedlichen Orten im Analyseautomat erfolgen kann. Es können auch mehrere Dosiereinrichtungen für Flüssigkeiten vorhanden sein.
- 30 Wie oben bereits erwähnt, ist es für einige Analysemethoden wichtig, dass die feinteiligen Feststoffe in einem Testgefäß gleichförmig verteilt sind. Es ist daher vorteilhaft, wenn die Manipulatoren derart programmiert sind, dass deren Bewegungen nicht ruckartig verlaufen und keine zu großen Beschleunigungen aufweisen. Die Einstellung geeigneter Parameter kann beispielsweise vorab durch Simulationsrechnungen oder
- 35 durch Tests im Betrieb des betreffenden Manipulators erfolgen. Weiterhin hat es sich als vorteilhaft erwiesen, das Depot für Probengefäße und Testgefäße schwingungstechnisch von den übrigen Elementen des Analyseautomaten zu entkoppeln, beispielsweise, indem es auf einem separaten Fundament gegründet ist und keine feste Verbindung zu Elementen des Analyseautomaten aufweist. Dadurch werden nachteilige
- 40 Effekte wie die Segregation der Feststoffpartikel in den Gefäßen durch Erschütterungen während des Transports oder der Lagerung vermieden oder zumindest gemindert.

Der Analyseautomat eignet sich besonders, standardisierte Analysen einer Vielzahl von Proben durchzuführen. Die Analyseergebnisse werden vorzugsweise in einer Form zur Verfügung gestellt, dass sie elektronisch weiterverarbeitet werden können. Neben  
5 einer Bedienoberfläche kann der Analyseautomat dazu beispielsweise über Schnittstellen zu einem Labordateninformationssystem (LIMS, Laboratory Information Management System) oder einem Betriebsdateninformationssystem (PIMS, Process Information Management System) verfügen. In dem LIMS oder PIMS können vom Analyseautomaten ausgegebene Daten zu den jeweiligen Proben archiviert und weiterverarbeitet  
10 werden, z.B. Mengen von dosierten feinteiligen Feststoffen oder Flüssigkeiten, Füllstände, Zeitspannen, Analyseergebnisse oder Statusinformationen. Der Analyseautomat kann weitere Schnittstellen aufweisen, die es erlauben, ihn an eine übergeordnete Automatisierung anzubinden, beispielsweise an ein Prozessleitsystem (PLS) oder ein betriebswirtschaftliches Planungswerkzeug (ERP, Enterprise Resource Planning).

15 Der erfindungsgemäße Analyseautomat und das erfindungsgemäße Verfahren zur automatischen Analyse von feinteiligen Feststoffen können auf unterschiedlichen Gebieten zum Einsatz kommen. Sie finden vorteilhaft Verwendung bei der wiederkehrenden, routinemäßigen Analyse einer Vielzahl von Proben, beispielsweise zur Qualitätskontrolle in kontinuierlichen oder diskontinuierlichen Produktionsprozessen.  
20

Anhand der Zeichnungen wird im Folgenden die Erfindung weiter erläutert, wobei die Zeichnungen als Prinzipdarstellungen zu verstehen sind. Sie stellen keine Beschränkung der Erfindung, beispielsweise im Hinblick auf Abmessungen oder Größenverhältnisse, dar. Es zeigen:  
25

Fig. 1a: Draufsicht einer Anordnung eines erfindungsgemäßen Analyseautomaten  
Fig. 1b: Ansicht eines Manipulators in einer Anordnung nach Fig. 1a  
Fig. 2a: Prinzipskizze einer Hohllanze als erfindungsgemäße Ausführungsform eines  
30 Entnahmemittels in geöffnetem Zustand  
Fig. 2b: Detail einer Hohllanze nach Fig. 2a in geschlossenem Zustand  
Fig. 2c: Prinzipskizze einer alternativen Ausführungsform eines Entnahmemittels im Längsschnitt und in perspektivischer Darstellung  
Fig. 3: Prinzipskizze einer erfindungsgemäßen Ausführungsform eines Dosiermittels  
35 mit Dosierrad

Liste der verwendeten Bezugszeichen

|    |     |                |
|----|-----|----------------|
| 1  | ... | Analyseautomat |
| 10 | ... | Depot          |
| 11 | ... | Probengefäß    |
| 12 | ... | Testgefäß      |

|     |     |                      |
|-----|-----|----------------------|
| 20  | ... | Manipulator          |
| 21  | ... | Führungsschienen     |
| 22  | ... | Manipulatorträger    |
| 23  | ... | Manipulatorarm       |
| 24  | ... | Greifer              |
| 30  | ... | Dosiereinrichtungen  |
| 40  | ... | Analyseeinrichtungen |
| 310 | ... | Hohllanze            |
| 311 | ... | Grundkörper          |
| 312 | ... | Hülse                |
| 313 | ... | Entnahmevolumen      |
| 320 | ... | Dosiermittel         |
| 321 | ... | Dosiermittelgehäuse  |
| 322 | ... | Dosiermitteleinlass  |
| 323 | ... | Dosiermittelauslass  |
| 324 | ... | Dosierrad            |

Fig. 1a zeigt eine mögliche Anordnung eines erfindungsgemäßen Analyseautomaten 1. Depot 10, Dosiereinrichtungen 30 und Analyseeinrichtungen 40 befinden sich im Wesentlichen in einer Ebene. Ihnen gegenüber ist ein Manipulator 20 angebracht, der Probengefäße und Testgefäße zwischen den einzelnen Einheiten transportieren kann. Fig. 1b zeigt schematisch eine Ausführungsform eines in drei Achsen bewegbaren Manipulators 20. Um in x-Richtung bewegbar zu sein, wird ein Manipulatorträger 22 in Führungsschienen 21 geführt, die beispielsweise an einer Wand des Analysenautomaten 1 befestigt sind. Ein Manipulatorarm 23 lässt sich entlang des Manipulatorträgers 22 in y-Richtung verschieben. Manipulatorarm 23 und ein daran befindlicher Greifer 24 realisieren die Bewegung in z-Richtung.

In Fig. 2a ist eine Hohllanze 310 als erfindungsgemäße Ausführungsform eines Entnahmemittels schematisch dargestellt. Das Entnahmemittel ist in y-Richtung bewegbar angebracht, um in ein Probengefäß 11 eintauchen zu können. Dies kann dadurch realisiert werden, dass das Entnahmemittel unter Einfluss der Schwerkraft in das Probengefäß 11 fällt und in den Feststoff eintaucht. Das Entnahmemittel kann aber auch aktiv durch einen Antrieb in das Probengefäß 11 eingebracht werden. In dem dargestellten Beispiel ist das Entnahmemittel als Hohllanze 310 ausgebildet. In einer Ausführungsform besteht die Hohllanze 310 aus einem Grundkörper 311 mit im Wesentlichen kreisförmigem Querschnitt. Im unteren Teil ist der Durchmesser des Grundkörpers 311 der Hohllanze über eine bestimmte Länge geringer als im oberen Teil. Der Abschnitt mit verringertem Durchmesser wird nach unten dadurch begrenzt, dass am unteren Ende des Grundkörpers 311 der Durchmesser wieder mindestens dem oberhalb des zurückgenommenen Abschnitts entspricht.

Der Grundkörper 311 wird von einer Hülse 312 umschlossen, die relativ zum Grundkörper 311 beweglich angebracht ist. Die Hülse 312 ist derart ausgestaltet, dass sie über den Abschnitt des Grundkörpers 311 mit verringertem Durchmesser bewegt werden kann. Fig. 2b zeigt den unteren Teil der Hohllanze 310 als Ausschnitt im geschlossenen Zustand, in dem die Hülse 312 vollständig den Abschnitt mit verringertem Durchmesser des Grundkörpers 311 umschließt. Der Schließvorgang kann dabei aufgrund der Schwerkraft oder auch aktiv durch einen Antrieb erfolgen.

Um feinteilige Feststoffe aus einem Probengefäß 11 zu entnehmen, taucht die Hohllanze 310 in geöffnetem Zustand in die Feststoffprobe ein. Es ist auch möglich, die Hohllanze in geschlossenem Zustand einzutauchen und sie erst danach zu öffnen. Zur Sicherstellung einer repräsentativen Probenahme haben sich Eintauchtiefen von 40% bis 80%, bevorzugt 50% bis 70% der Füllhöhe als vorteilhaft erwiesen, jeweils bezogen auf den Mittelpunkt des Abschnitts mit verringertem Durchmesser des Grundkörpers 311 und gerechnet von der Oberfläche der Feststoffschüttung. Beträgt die Füllhöhe im Probengefäß 11 beispielsweise 10 cm, so sollte der Mittelpunkt des zurückgenommenen Abschnitts 4 bis 8 cm, bevorzugt 5 bis 7 cm unterhalb der Oberfläche der Schüttung liegen. Selbst wenn sich beispielsweise während des Transport des Probengefäßes 11 Inhomogenitäten hinsichtlich der Charakteristika der Probe, z.B. der Korngrößenverteilung, ergeben, wird durch das Eintauchen in einen mittleren Bereich der Feststoffschüttung eine möglichst repräsentative Probe gewährleistet. Ist die Hohllanze 310 in die Feststoffschüttung eingetaucht, wird sich der feinteilige Feststoff aufgrund seiner Rieselfähigkeit um den Grundkörper 311 anordnen. Mittels der Hülse 312 wird anschließend ein vorgegebenes Entnahmevolumen 313 in der Hohllanze 310 eingeschlossen. Vorzugsweise wird dieses Entnahmevolumen 313 so gewählt, dass die entnommene Menge an feinteiligem Feststoff für sämtliche vorgesehenen Einzelanalysen ausreicht, um einen weiteren Entnahmeprozess aus demselben Probengefäß zu vermeiden.

Aus fertigungstechnischer Sicht ist ein im Wesentlichen kreisförmiger Querschnitt des Grundkörpers 311 und der Hülse 312 wie im obigen Beispiel vorteilhaft. Erfindungsgemäß sind allerdings auch andere Querschnittsformen geeignet wie Ellipse, Rechteck, Sechseck oder Achteck. Grundkörper 311 und Hülse 312 müssen lediglich im geschlossenen Zustand ein geeignetes Entnahmevolumen 313 umschließen. Beide Elemente können aus denselben oder unterschiedlichen Materialien gefertigt sein, beispielsweise aus Metallen wie Aluminium oder Stahl, aber auch aus Kunststoff, Keramik oder Glas.

In der oben beschriebenen Hohllanze erfolgt der Einschluss des Probematerials im Entnahmevolumen 313 dadurch, dass sich die Hülse in Längsrichtung über den Grundkörper bewegt. Fig. 2c zeigt eine alternative Ausführungsform eines erfindungsgemäßen Entnahmemittels, bei dem der Einschluss des Probematerials durch eine

Drehbewegung der Hülse 312 relativ zum Grundkörper 311 erfolgt. Die Hülse 312 weist eine Öffnung auf, die sich höchstens über den halben Umfang erstreckt. Der Abschnitt mit verringertem Querschnitt des Grundkörpers 311 ist in diesem Fall in Umfangsrichtung nicht umlaufend ausgebildet, sondern als einseitige Vertiefung, die von dem durchgängigen Bereich der Hülse 312 vollständig überdeckt werden kann, um ein Entnahmevolumen 313 zu bilden. Die Entnahme von feinteiligem Feststoff erfolgt analog zu der oben beschriebenen Vorgehensweise.

Je nach Eigenschaften der dosierten Feststoffe kann es erforderlich sein, Teile des Entnahmemittels nach einem Entnahmevorgang zu reinigen, beispielsweise von anhaftenden Feststoffen, um eine Kontamination einer nachfolgenden Probe zu vermeiden. Eine vorteilhafte Ausführungsform sieht vor, dass dazu die betreffenden Teile des Entnahmemittels einem Gas unter Druck ausgesetzt werden, beispielsweise Luft oder Stickstoff. Dies kann auf unterschiedliche Arten realisiert werden. Einerseits können im Fall einer Hohllanze 310 als Entnahmemittel im Grundkörper 311 Bohrungen vorgesehen sein, die in den Bereich mit verringertem Querschnitt münden und durch die z.B. Druckluft ausströmen kann. Andererseits können die betreffenden Teile des Entnahmemittels auch von außen mit Druckluft behandelt werden, z.B. indem eine Reinigungseinrichtung mit Hilfe eines Manipulators an das Entnahmemittel geführt wird. Eine derartige Reinigungseinrichtung kann neben der Versorgung mit einem unter Druck stehenden Gas auch einen Abzug für das sich durch die Reinigung ergebende Gas-Feststoff-Gemisch enthalten. Auch mechanische Reinigungswerkzeuge wie Bürsten können enthalten sein.

Wie oben bereits ausgeführt ist für einige Analysemethoden die Dosierung von feinteiligen Feststoffen in Testgefäße mit einer hohen Dosiergenauigkeit erforderlich. Die Fig. 3 zeigt eine bevorzugte Ausführungsform eines erfindungsgemäßen Dosiermittels 320. Ein Dosiermittelgehäuse 321 weist einen Einlass 322 und einen Auslass 323 für feinteilige Feststoffe auf. Der aus dem Gehäuse 321 herausragende Teil des Einlasses 322 kann vorteilhaft als Trichter ausgestaltet sein. Als zentrales Element des Dosiermittels 320 ist im Inneren des Gehäuses 321 ein Dosierrad 324 angebracht. Die Lauffläche des Dosierrades 324 schließt mit einer inneren Wandung des Gehäuses 321 ein Volumen ein, durch das aufgrund der Drehung des Dosierrades 324 feinteilige Feststoffe vom Einlass 322 bis zum Auslass 323 transportiert werden. Vorzugsweise entspricht der Abstand zwischen dem unteren Ende des Einlasses 322 und der Lauffläche des Dosierrades dem 1,2-fachen bis 3-fachen der größten Partikeldimension. Der Durchmesser des Einlasses 322 am unteren Ende entspricht bevorzugt dem 1,5-fachen bis 2,5-fachen der größten Partikeldimension. Die Lauffläche des Dosierrades 324 ist typischerweise muldenförmig ausgestaltet, z.B. u-förmig oder v-förmig. Die Lauffläche und die innere Wandung des Gehäuses 321, die mit den feinteiligen Feststoffen in Berührung kommt, ist typischerweise glatt ausgestaltet, vorzugsweise poliert, um ein Anhaften der feinteiligen Feststoffe zu vermeiden. Das Dosierradgehäuse kann weitere Ein-

und Auslässe aufweisen, beispielsweise um den Innenraum mit Druckluft zu beaufschlagen und Reste von feinteiligen Feststoffen auszublasen oder abzusaugen.

- In Fig. 3 ist weiterhin ein Testgefäß 12 dargestellt, das sich auf einer Unterlage befindet. Um feinteilige Feststoffe in das Testgefäß 12 zu dosieren, wird vorzugsweise eine Menge an Feststoffen aus einem oben beschriebenen Entnahmemittel in den Einlass 322 eingebracht. Dazu sind Entnahmemittel und Dosiermittel 320 relativ zueinander bewegbar im Analyseautomaten angebracht. Beispielsweise kann bei einem ortsfesten Entnahmemittel das Dosiermittel 320 zwischen Entnahmemittel und Testgefäß 12 bewegt werden, z.B. durch einen linear in x-Richtung bewegbaren Manipulator. Es kann aber auch das Dosiermittel 320 ortsfest sein, wenn sich das Entnahmemittel zwischen Probengefäß 11 und Dosiermittel 320 bewegen lässt. Die Flexibilität wird erhöht, wenn sowohl Entnahmemittel als auch Dosiermittel 320 bewegbar angebracht sind.
- Während Feststoff aus dem Dosiermittel 320 in ein Testgefäß 12 rieselt, wird die Masse des dosierten Feststoffes mittels einer Wägeeinrichtung erfasst und dazu verwendet, das Dosiermittel 320 zu steuern. Im Falle eines Dosierrades 324 als wesentlicher Bestandteil des Dosiermittels 320 kann die Drehzahl und somit die Umfangsgeschwindigkeit des Dosierrades 324 in Abhängigkeit der dosierten Menge gesteuert werden. Zu Beginn der Dosierung kann sich das Rad schneller drehen und damit mehr Feststoff zudosieren. Nähert sich die Gesamtmasse des Feststoffes im Testgefäß 12 dem Sollwert, dreht sich das Rad langsamer, bis es schließlich ganz zum Stillstand kommt und kein Feststoff mehr dosiert wird. Wägeeinrichtungen und Steuerung werden dabei so ausgewählt und ausgelegt, dass Dosiergenauigkeiten von 0,1 g bis 0,001 g gewährleistet werden können.
- Um eine möglichst gleichförmige Verteilung der feinteiligen Feststoffe in einem Testgefäß 12 zu erreichen, kann beispielsweise das Testgefäß 12 oder die Unterlage, auf der sich das Testgefäß 12 befindet, während des Dosiervorgangs in x-z-Richtung bewegt werden, z.B. linear, kreisförmig, ellipsenförmig, in Form einer Acht oder in einer anderen vorgegebenen Art und Weise. Eine gleichförmige Verteilung ist sowohl im Sinne von gleicher Füllhöhe an jeder Stelle im Testgefäß, als auch hinsichtlich der Charakteristika des Feststoffes, z.B. der Korngrößenverteilung, zu verstehen.
- In einer weiteren Ausführungsform wird zunächst eine vorgegebene Menge an feinteiligen Feststoffen in ein Testgefäß 12 dosiert. Anschließend wird die dosierte Menge möglichst gleichförmig verteilt, beispielsweise durch Bewegungen des Testgefäßes 12 oder mit Hilfe eines Rührers.

## Beispiel

Ein erfindungsgemäßer Analyseautomat und ein erfindungsgemäßes automatisches Analyseverfahren wurden eingesetzt, um die Produktqualität von wasserabsorbierenden Polymeren zu kontrollieren. Dabei wurden pro Stunde 2 Proben jeweils den folgenden Analyseverfahren unterzogen:

- Absorption against Pressure (AAP)
- Saline Flow Conductivity (SFC)
- Anquellgeschwindigkeit (Free Swelling Rate, FSR)

10

Die Anordnung der Elemente des Analysenautomaten 1 entspricht der in Fig. 1a dargestellten. Die Proben wurden manuell gut durchmischt und in zylindrische Probengefäßen 11 mit einem Durchmesser von 90 mm, einer Höhe von 160 mm und einer Füllmenge von etwa 1000 cm<sup>3</sup> in ein Regal als Depot 10 eingestellt. Um die Analyseergebnisse den jeweiligen Proben zuordnen zu können, waren die Probengefäße 11 mit einem Bar-Code versehen, der beim Einstellen der Probengefäße 11 manuell erfasst wurde.

Ein in drei Raumrichtungen x, y und z bewegbarer Manipulator 20 bewegte die Probengefäße 11 aus dem Depot 10 zu der Dosiereinrichtung 30 und nach Entnahme einer Probe wieder zurück. Als Entnahmemittel kam eine Hohllanze 310 gemäß Fig. 2a und Fig. 2b zum Einsatz, entnommen wurden etwa 10 g des feinteiligen Feststoffes. Das Entnahmemittel war in x- und z-Richtung ortsfest in dem Analyseautomat angebracht, ließ sich allerdings in y-Richtung bewegen. Als Dosiermittel 320 wurde eine Vorrichtung mit einem Dosierrad 324 gemäß Fig. 3 eingesetzt, die in x-Richtung bewegbar war. Nach der Entnahme einer Probe aus dem Probengefäß 11 wurde das Probengefäß 11 von dem Manipulator 20 in das Depot 10 zurückgestellt. Das Dosiermittel 320 wurde anschließend in eine Position unter dem Entnahmemittel gebracht, dass sich durch Öffnen der Hohllanze 310 ihr Inhalt in den Trichter des Dosiermittels 320 entleerte. Zur Durchführung der einzelnen Analysen wurden unterschiedliche Mengen an feinteiligen Feststoffen in verschiedene Testgefäße 12 dosiert.

## Absorption against Pressure (AAP)

Die Absorption unter einem Druck von 21,0 g/cm<sup>2</sup> (AUL0.3psi) wurde gemäß der von der EDANA empfohlenen Testmethode Nr. WSP 242.2-05 „Absorption under Pressure“ bestimmt. Sie entspricht der Norm ISO 17190-7:2001.

Die Absorption unter einem Druck von 49,2 g/cm<sup>2</sup> (AUL0.7psi) wurde analog der von der EDANA empfohlenen Testmethode Nr. WSP 242.2-05 „Absorption under Pressure“ bestimmt, wobei statt eines Druckes von 21,0 g/cm<sup>2</sup> (AUL0.3psi) ein Druck von 49,2 g/cm<sup>2</sup> (AUL0.7psi) eingestellt wurde.

Die EDANA-Testmethoden sind beispielsweise erhältlich bei der herausgebenden Institution: EDANA, Avenue Eugène Plasky 157, B-1030 Brüssel, Belgien.

5 Als Testgefäß 12 wurde für diese Methode eine zylindrische Messzelle aus Plexiglas mit einem Innendurchmesser von 60 mm und einer Höhe von 50 mm verwendet, die in dem Depot 10 bereitgestellt wurde. Ein vollflächiger Stempel mit einem Gewicht von 368 g befand sich in der leeren Messzelle. Zur Dosierung wurde die Messzelle vom Manipulator 20 auf eine Platte auf einer Waage vom Typ Sartorius LP620S gestellt, der  
10 Stempel entnommen und das Dosiermittel 320 in eine Position über die Messzelle gebracht. Es wurden 0,9 g feinteilige Feststoffe mit einer Genauigkeit von 0,005 g in die Messzelle dosiert, wobei die Platte in x-z-Richtung in Form einer Acht bewegt wurde, um für eine gleichförmige Verteilung der Feststoffpartikel in der Messzelle zu sorgen. Anschließend wurde der Stempel wieder in die Messzelle eingesetzt.

15 Nach der Dosierung wurde die Messzelle vom Manipulator 20 in das Depot befördert und dort auf einer mit einem Filterpapier belegten Glasfilterplatte in einer Petrischale mit 200 mm Durchmesser und 30 mm Höhe abgestellt. Über Leitungen im Greifer 24 des Manipulators 20 wurde 0,9 gew.-%ige Kochsalzlösung solange in die Petrischale  
20 gefüllt, bis der Flüssigkeitsstand die Oberkante der Glasfilterplatte erreicht hatte. Das Erreichen des gewünschten Füllstandes wurde über Kontaktelektroden im Greifer 24 des Manipulators 20 sichergestellt.

Nach 60 Minuten Quellzeit wurde die Messzelle vom Manipulator 20 aus dem Depot 10  
25 entnommen und auf eine Waage gestellt. Aus dem aktuellen Gewicht nach der Flüssigkeitsaufnahme und dem Ursprungsgewicht nach der Dosierung wurde der AAP-Wert errechnet und für diese Probe gespeichert. Abschließend wurde die Messzelle wieder in das Depot 10 zurückgestellt.

30  
Saline Flow Conductivity (SFC)

Das Analyseverfahren der SFC-Bestimmung lässt Aussagen zu über die Fähigkeit einer Hydrogelschicht zur Flüssigkeitsweiterleitung unter einem gegebenen Druck und ist  
35 z.B. in der Patentschrift US 5,599,335 nachzulesen. Die ersten Verfahrensschritte entsprechen denen der oben beschriebenen AAP-Bestimmung. Allerdings wurde kein vollflächiger Stempel verwendet, sondern ein Stempel mit Bohrungen, wie er beispielsweise in den Abbildungen 7 bis 9 der US 5,599,335 dargestellt ist. Die Dosiergenauigkeit betrug 0,001 g bei einer Feststoffdosierung von 0,9 g.

40 Nach Ablauf der Quellzeit von 60 Minuten wurde die Messzelle vom Manipulator 20 aus dem Depot 10 entnommen und auf eine Haltevorrichtung transportiert, unter der

ein Gefäß auf einer Waage stand. Die Höhe des Gelbettes wurde mittels eines Lasers ermittelt und für die spätere Auswertung gespeichert. In einem Flüssigkeitsreservoir wurden 2 Liter einer 0,9 gew.-%igen Kochsalzlösung vorgehalten. Ein Auslass des Reservoirs wurde über die Messzelle bewegt und das Auslassventil geöffnet, sodass die Flüssigkeit durch die Messzelle in das sich darunter befindende Gefäß lief. Durch eine entsprechende Anordnung des Reservoirs und des Auslasses relativ zur Position der Messzelle wurde sichergestellt, dass sich aufgrund des Prinzips der kommunizierenden Röhren in der Messzelle ein Flüssigkeitsfüllstand von 50 mm einstellte. Dieser Füllstand wurde über eine Dauer von 10 Minuten aufrecht erhalten, wobei im Abstand von 20 Sekunden der Durchfluss gemessen und gespeichert wurde. Der Durchfluss wurde dabei mit Hilfe der Waage ermittelt, auf der das Gefäß stand, das die aus der Messzelle laufende Flüssigkeit aufnahm. Nach Abschluss der Analyse wurde aus diesen Daten der SFC-Wert berechnet und für diese Probe gespeichert. Die Messzelle wurde von dem Manipulator 20 in das Depot 10 zurückgestellt.

15

#### Anquellgeschwindigkeit (Free Swelling Rate, FSR)

Zur Bestimmung der Anquellgeschwindigkeit wurde ein Becherglas mit einem Innendurchmesser von 30 mm und einer Höhe von 50 mm als Testgefäß 12 verwendet, das ebenfalls im Depot 10 bereitgestellt wurde. Die Dosierung des feinteiligen Feststoffs verlief analog den oben beschriebenen Verfahren zur AAP- und SFC-Bestimmung mit dem Unterschied, dass 1 g der Partikel mit einer Genauigkeit von 0,1 g dosiert wurde. Nach der Feststoffdosierung wurde das Becherglas von dem Manipulator 20 auf eine Waage gestellt, über der sich im Abstand von etwa 40 cm eine Lichtquelle und eine CCD-Kamera befanden. Mittels einer Pumpe wurden über eine Flüssigkeitsleitung 20 ml 0,9 gew.-%ige Kochsalzlösung in das Becherglas dosiert und die Zeitspanne gemessen, bis die gesamte Flüssigkeit von den Polymerpartikeln absorbiert wurde. Als Kriterium diente dabei die Änderung der Reflexion des Lichtes auf der Flüssigkeitsoberfläche, die von der CCD-Kamera als Grauwertänderung aufgenommen wurde. Aus der Menge des dosierten Feststoffs, der dosierten Flüssigkeitsmenge und der gemessenen Zeitspanne wurde der FSR-Wert berechnet und für die jeweilige Probe gespeichert.

Die gespeicherten Informationen zu einer Probe wurden in einem Datensatz zusammengeführt und in einem Labordateninformationssystem (LIMS) zur Dokumentation abgelegt. Durch eine optimale Abstimmung der für die Analysevorbereitung, –durchführung und –auswertung benötigten Zeitspannen konnte eine Verkürzung der Gesamtdauer im Vergleich zur manuellen Durchführung der Analysen erreicht werden. Reproduzierbarkeit und Verlässlichkeit der Analysen konnten durch die Automatisierung gesteigert werden.

## Patentansprüche

1. Feststoff-Dosiereinrichtung für feinteilige Feststoffe, umfassend Entnahmemittel zum Entnehmen einer Probe aus einem Probengefäß sowie Dosiermittel zum  
5 Einbringen einer vorgegebenen Menge an feinteiligem Feststoff in ein Testgefäß, wobei mit der Feststoff-Dosiereinrichtung eine Dosiergenauigkeit von mindestens 0,1 g erreicht wird und Charakteristika der dosierten Menge im Wesentlichen denen der Probe im Probengefäß entsprechen.
- 10 2. Feststoff-Dosiereinrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Dosiergenauigkeit mindestens 0,001 g beträgt.
3. Feststoff-Dosiereinrichtung nach Ansprüchen 1 oder 2, wobei als Entnahmemittel eine Hohllanze eingesetzt wird.
- 15 4. Feststoff-Dosiereinrichtung nach Anspruch 1 bis 3, wobei das Dosiermittel ein Dosierrad umfasst.
5. Feststoff-Dosiereinrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die  
20 Menge an dosierten feinteiligen Feststoffen mittels einer Wägeeinrichtung erfasst wird und die Umdrehungsgeschwindigkeit des Dosierrades gesteuert wird, um die geforderte Dosiergenauigkeit zu erreichen.
- 25 6. Analyseautomat zur Bestimmung von Eigenschaften feinteiliger Feststoffe umfassend
  - ein Depot für Probengefäße und Testgefäße,
  - Analyseeinrichtungen zur Analyse von Proben,
  - Manipulatoren zur Bewegung und Positionierung von Probengefäßen,
  - 30 – Feststoff-Dosiereinrichtungen und
  - Dosiereinrichtungen für Flüssigkeiten
- wobei mindestens eine Feststoff-Dosiereinrichtung gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5 ausgestaltet ist.
- 35 7. Analyseautomat nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Depot schwingungstechnisch von den übrigen Elementen des Analyseautomaten entkoppelt ist.
- 40 8. Verfahren zur automatischen Analyse von feinteiligen Feststoffen, wobei

- 5                   – Probengefäße und Testgefäße zwischen einem Depot, Dosierstationen und Analysestationen mittels eines programmierbaren Manipulators bewegt werden,  
                  – repräsentative Proben von feinteiligen Feststoffen aus Probengefäßen entnommen und gleichförmig in Testgefäße eingebracht werden mit einer Dosiergenauigkeit von mindestens 0,1 g,  
                  – Flüssigkeit in Testgefäße dosiert wird,  
                  – standardisierte Analysen der Proben durchgeführt werden und  
10                  – Analyseergebnisse in elektronisch weiterverarbeitbarer Form zur Verfügung gestellt werden.
9.    Verfahren zur automatischen Analyse von feinteiligen Feststoffen, bei dem
- 15                   – Probengefäße und Testgefäße zwischen einem Depot, Dosierstationen und Analysestationen mittels eines programmierbaren Manipulators bewegt werden,  
                  – repräsentative Proben von feinteiligen Feststoffen aus Probengefäßen entnommen und gleichförmig in Testgefäße eingebracht werden,  
                  – Flüssigkeit in Testgefäße dosiert wird,  
20                  – standardisierte Analysen der Proben durchgeführt werden und  
                  – Analyseergebnisse in elektronisch weiterverarbeitbarer Form zur Verfügung gestellt werden,
- 25                  wobei das Verfahren mit einem Analyseautomaten gemäß einem der Ansprüche 6 bis 7 durchgeführt wird.
10.   Verfahren nach Anspruch 8 oder 9, wobei wasserabsorbierende Polymere als feinteilige Feststoffe einer oder mehrerer der folgenden Analysemethoden unterzogen werden:
- 30                   – Absorption gegen Druck (Absorption against Pressure, AAP)  
                  – Saline Flow Conductivity (SFC)  
                  – Anquellgeschwindigkeit (Free Swelling Rate, FSR)
- 35    11.   Verwendung des Analyseautomaten gemäß Anspruch 6 oder 7 zur Analyse von wasserabsorbierenden Polymeren.

1/4

FIG.1A

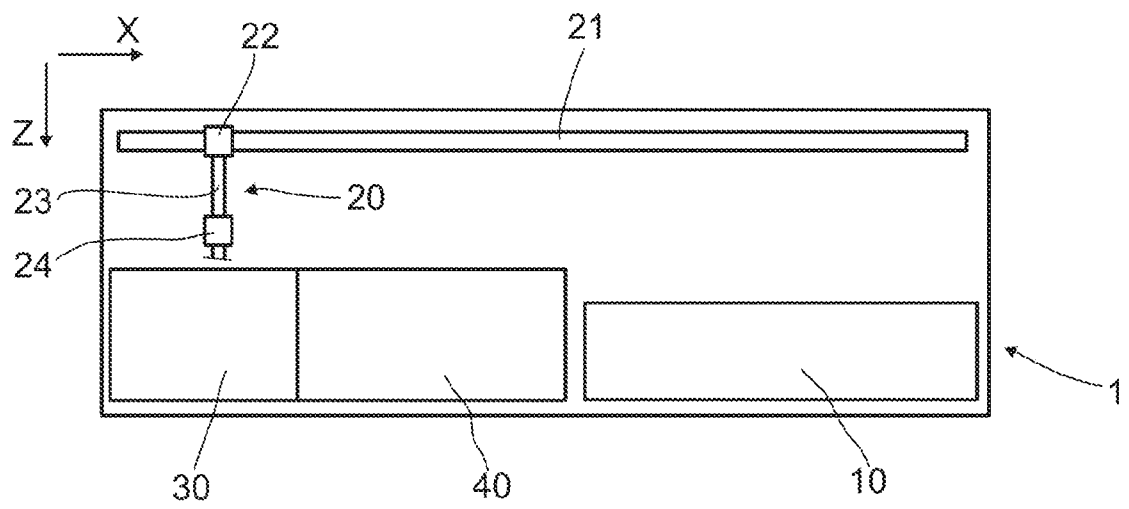


FIG.1B

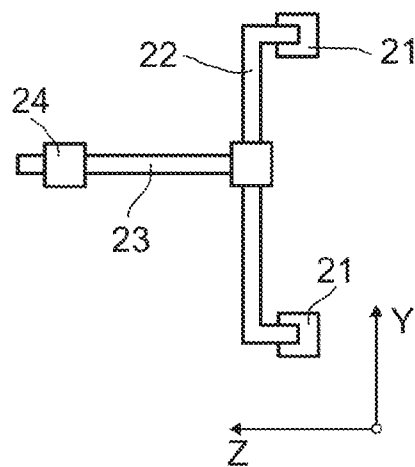
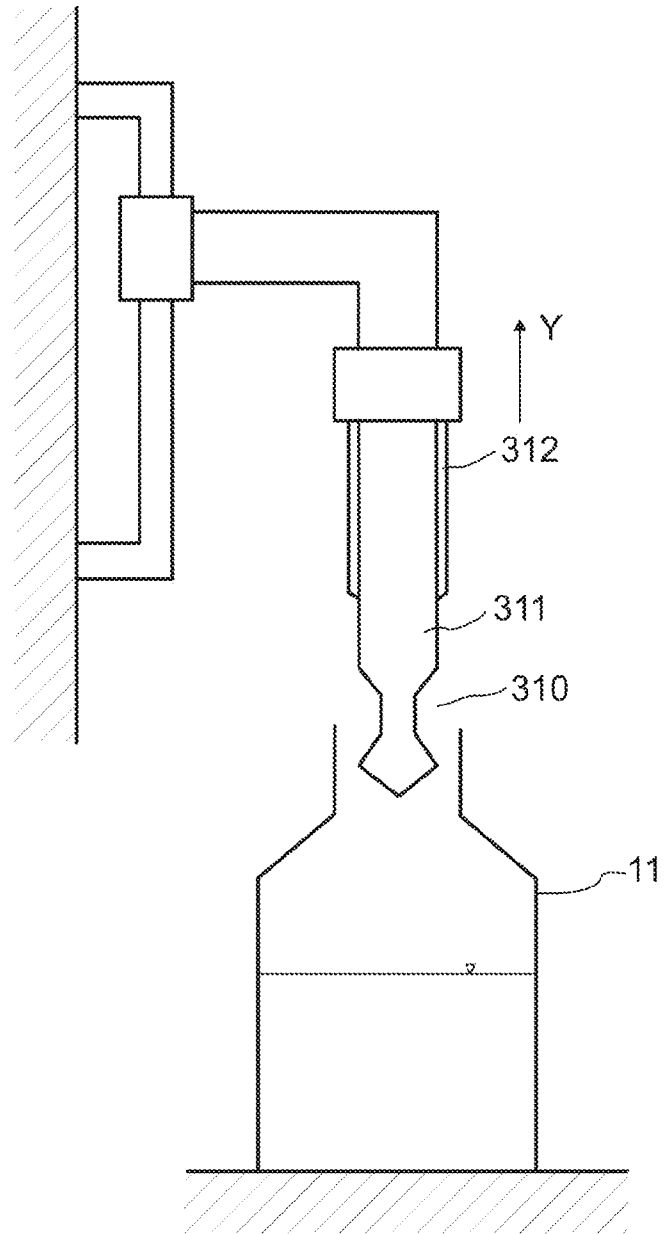


FIG.2A

2/4



3/4

FIG.2B

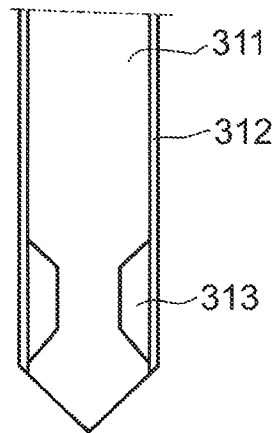


FIG.2C

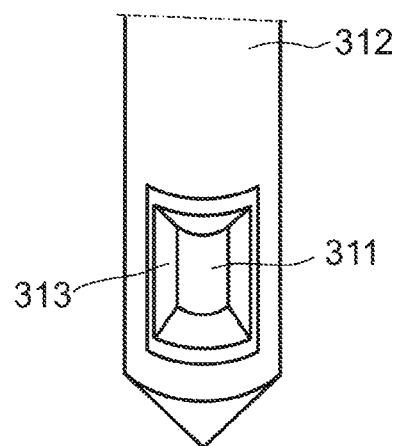
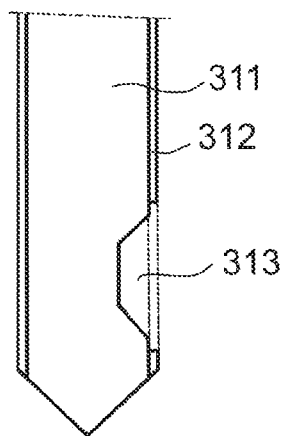


FIG.3

4/4

