

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷
G01N 35/00
G01N 1/00



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200410005902.0

[43] 公开日 2004 年 8 月 4 日

[11] 公开号 CN 1517711A

[22] 申请日 2004. 1. 16
[21] 申请号 200410005902.0
[30] 优先权
[32] 2003. 1. 16 [33] DE [31] 10301421.7
[71] 申请人 拜尔公司
地址 联邦德国莱沃库森
[72] 发明人 A · 维姆施奈德 M · 格尔拉赫
B · 弗里施 M · 拉姆 B · 施米茨
K · 索默

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
代理人 韦欣华 段晓玲

权利要求书 2 页 说明书 10 页 附图 6 页

[54] 发明名称 具有自动化液样准备的过程分析系统及其与过程控制系统的连接

[57] 摘要

一过程分析系统, 含有: 从过程中取样的装置(100, 300)样品准备装置(108, 302, 304, 306, 307, 308, 310, 312, 314, 316, 317, 318), 分析样品的装置(112), 向过程控制系统(118, 120)传输分析结果的装置(106, 116)。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 一种过程分析系统, 含有:

一取样单元,

5 一样品准备系统,

一分析仪, 及

一控制单元

所述的取样单元用于从样源取样并向所述样品准备系统提供所述样品, 所述样品准备系统用于为分析过程准备所述样品并向所述分析仪提供所准备的样品, 及所述分析仪用于分析所述已准备的样品并将所述分析结果传输给所述控制单元, 及所述控制单元用于依照分析结果向过程控制单元输送信号。

2. 根据权利要求1所述的分析系统, 其中所述取样单元是一提取液样的可控旁路。

3. 根据权利要求1或2所述的分析系统, 其中所述样品准备系统是包含大量模块的模块化系统。

4. 根据权利要求3所述的分析系统, 其中所述控制单元与所述样品准备系统相连并包含用于样品准备系统模块的控制程序和驱动程序。

5. 根据权利要求4所述的分析系统, 其中所述控制程序包含一程序步骤, 它是依照计算机输入的数据予以确定的。

6. 根据权利要求5所述的分析系统, 其中所述计算机包含每一样品准备系统模块的代表, 及一用户界面, 通过该用户界面, 模块代表和选定模块所执行的操作能够可选择地集成为一分析序列, 并且该计算机用于向控制程序输出定义所述分析序列的数据。

7. 根据权利要求1所述的分析系统, 其中所述分析仪包含一色谱或色谱和质谱的组合 (GC-MS 或 HPLC-MS)。

8. 根据权利要求1所述的分析系统, 其中所述控制单元包含一总线接口并且所述分析仪通过过程控制系统的总线系统的所述接口与所述过程控制系统相连。

9. 一种过程控制方法, 包含下述步骤:

30 通过操作与自动化样品准备系统耦合的取样单元从过程中取样,

将该样品传送给自动化样品准备系统，
在控制程序的控制之下执行自动样品准备，
将所准备的样品传送给分析单元并分析所述样品从而产生分析结果，以及
将所述分析结果传输给过程控制系统，该系统能够依照所述分析结果对所
5 述过程进行调整。

10. 根据权利要求 9 所述的方法，其中所述的自动化样品准备系统由模块化构成，包含大量的模块，所述模块包含驱动器软件，并且控制系统用于依照用户预先确定的参数使用模块的驱动器软件。

11. 根据权利要求 10 所述的方法，包含在控制程序启动之前为了给控制
10 程序设置参量而从一计算机向一自动化样品准备系统的控制单元传输参数。

12. 根据权利要求 11 所述的方法，包含选择模块和用户通过计算机的用户界面以图表的形式而执行的模块操作，以及以参数形式输出用户的选择并传输给控制单元。

13. 其上存储有过程分析系统的控制单元用的计算机程序产品的数据存储在
15 介质，该程序执行以下步骤：

操作取样单元从过程中取样，

操作样品准备系统用于自动地执行对所取样品的样品准备，

操作分析仪用于分析所准备的样品，

向过程控制系统的总线系统输出分析结果，用于过程控制系统根据分析结
20 果调节该过程。

14. 根据权利要求 13 所述的数字存储介质，其中计算机程序使用样品准备系统模块，以通过驱动器程序模块进行自动化样品准备。

15. 根据权利要求 14 所述的数字存储介质，其上存储的实现自动化样品准备的程序步骤由计算机输入的数据建立。

具有自动化液样准备的过程
分析系统及其与过程控制系统的连接

5

技术领域

本发明涉及过程模块分析系统，例如：化学的、物理的、生化的、生物技术的或其它的工业过程，还涉及其与过程控制系统的连接以控制这些过程，以及一计算机程序产品。

10

背景技术

从现有技术可知，为了监控一过程，例如一化学产品的制备过程，样品按时从过程中获得并进行分析。为此，在许多情况下需要实验室助手或技术人员预先手工提取样品。总之，象这样的样品不能被直接分析，而是需要在样品可能开始真正分析之前进行样品准备，例如用色谱仪、质谱仪或其他类型的分析仪器。例如，采用气相色谱或高效液相色谱（HPLC）进行色谱分析就属于这种情况。随后，分析结果通过实验室助手报告给过程控制系统管理员，因此如果需要，他或她可以将合适的修改值输入过程控制系统。

手工操作步骤中需要实验室助手来准备样品，很昂贵。为了对此进行帮助，已经研发出为色谱分析例如 HPLC 准备样品的自动化样品准备系统。在 Laborpraxis, Würzburg, 1990 年第 14 卷，第 11 期，第 936 页中的“在 HPLC 过程中的自动化样品准备”，Wolfgang Vogel 已经公开了这样一种用于 HPLC 的自动化样品准备系统，该系统完全自动地进行连续稀释、系统性能测试、多点校准、标准加入及柱前衍生化，通常上述过程是通过实验室助手实施的。在样品准备完毕之后，接着用液相色谱对其进行检测。

25 相应的自动化样品准备系统在《色谱仪 A》杂志中被进一步公开，D.A.Guillén 等人在 1996 年的第 730 卷，39—46 页，“用高效液相色谱确定葡萄酒中的多酚类化合物的前期样品准备的自动化控制”，以及 Östen Einarsson 在《自动化学》杂志第 17 卷，第 1 期（1995 年 1—2 月），第 21—24 页中的“一种用于自动样品准备和分析的 PC 机控制模块系统”。

30 前面提到的自动化样品准备系统的一个共同的缺点就是它们只适用于给色

谱分析提供样品准备。因此象这样的自动化样品准备系统不适用于别的分析方法中，而只能用于所提及的色谱分析这一种方式。另一个缺点就是被分析的样品必须由人工从过程中获得并分配给样品准备系统。还有一个的缺点就是分析结果主要只是信息性性质的，不能直接用于过程的控制。

- 5 因此本发明的目的就是提供一种改进的过程分析系统和方法以及计算机程序产品，用于控制过程。

发明内容

- 本发明提供一种分析系统，其完全自动地把样品分析和前期液样准备整合成过程控制系统。结果是样品通过一个合适的装置从过程中自动获得。获得的
- 10 样品在自动化样品准备中进行加工并进行分析。分析结果例如借助一现场总线传输，输送给过程控制系统。后者对过程可以进行相应的调节。因此本发明实现了在线进行样品制备和分析并使之成为过程控制系统的一个集成部分。

具体实施方式

- 为了准备用于分析的样品所需步骤通过一自动化样品准备执行。依靠所用的
- 15 分析方法，这可以包括例如以下步骤：

样品的过滤，目的是防止堵塞管线、阀门和色谱柱；

用一种或多种溶剂对样品的稀释，在此情况下稀释步骤可以分一步或多步实施；从而使样品的浓度达到所用分析仪的测量范围，特别是能够稀释一系列不同浓度的样品，目的是例如实施多点校准；

- 20 加内标物为了便于结果的评价，在许多情况下可以获得更精确的结果；

冷却与加热调节样品，从而获得一个合适于分析的温度，这对温度敏感性物质以及对因粘度而会产生问题的物质尤为重要，例如只有在加热时才能精确测量的物质；

用气体进行样品的汽提从而去除不需要的挥发性组分；

- 25 用气体进行样品的汽提并对气相进行分析，从而确定挥发性组分，例如来自废水的；

通过添加合适的溶剂进行组分的萃取；

样品组分的沉淀，以便例如纯化或分离存在的其它物质；

- 衍生化，例如样品的硅烷化，其目的是将样品转化为一种适于分析的化学
- 30 形式，例如在反应性化合物的情况中，不进行衍生化会存在样品可能在色谱柱

中分解的危险。

根据本发明优选的实施方案，采用一可控制的旁路模块从过程中获得样品。该旁路模块连接一个自动化样品准备系统。这使得借助旁路模块直接从过程中获取样品并自动地分配给样品准备成为可能。

- 5 在样品自动准备之后，将所得样品分配给分析仪，随后分析结果被传输给一过程控制系统，例如通过一现场总线。

根据本发明优选的实施方案，该自动化样品准备装置由模块化构建，含有大量的模块。上述模块即为例如，试样阀、滴管、计量阀等，其用管线相互连接。因此该自动化的样品准备采用一控制单元通过各个模块适当的操作实施。

- 10 更优选的是从过程中获得样品的取样单元和分析仪都是由模块化组成并通过类似管线连接用于样品准备的模块。这给取样、样品准备和样品分析提供了一个模块化和集成化系统。模块化构造的优点具体表现在自动化的样品准备不需要大量的花费即可适用于不同的分析仪。

根据本发明优选的实施方案，模块化构造也由系统的控制程序反映出来。

- 15 用于每一模块的驱动软件被存储在系统的控制单元中。该控制程序增加上述驱动软件目的是根据用户预先设定的工作程序实施自动化样品准备和分析步骤。

根据本发明另一优选实施方案，该控制程序步骤是通过用户设定的参数来建立的。例如，用户可以选择通用模块，借助一个传统的个人计算机（PC）图形用户式界面来进行操作。这样，取样、样品准备、样品分析的过程处理次序

- 20 可以在列表式模块的帮助下进行确定。

接着描述该程序的参数通过 PC 机输出并输送到控制系统的控制单元。在那里，这些参数确立了控制程序的程序步骤。结果该参数除确定了控制程序访问单个驱动程序的顺序，此外还确定了该控制程序下达给控制软件以使特定的模块实施特定的操作的控制参数。

- 25 该情况中的一个突出的优点就是控制程序中的程序步骤不需要计算机专家即可完成，因为该程序步骤可以由图形用户界面直观地输入实施所选择的模块和操作。尤其是实验室助手或技术人员可以用图形用户界面来描述以前他或她用手工实施的步骤。随后将上述描述用作控制程序的参量，使得后者以所需的顺序处理各自所需的驱动软件。

- 30 根据本发明优选的实施方案，一自动操纵元件被用作控制单元，例如，西

门子 AG 公司出产的 Simatik S7 控制器，像这样设计的自动操纵元件能够无故障地连续用于工业环境中，而不像传统 PC 机那样易于“崩溃”。该情况下的一个突出优点就是 PC 机和控制单元在用户输入程序的帮助下，在系统操作过程中可以彼此分离，即在 PC 机将建立程序步骤的参数传输给控制单元完成之后，PC 机可以与控制单元分离，从而使控制单元的操作独立于 PC 机成为可能。

由于其模块化构造以及因而可以实现的灵活性，本发明的分析系统具有突出的优点，因此它可以用在各种各样的过程中，尤其是用于化学的、物理的、生化的、生物技术的或其他工业过程。

附图说明

10 本发明优选实施方案参考附图在下面进行更详细的说明。这里：

图 1 是根据本发明一优选实施方案的一控制系统的框图；

图 2 所示是使用图 1 系统的控制方法的优选实施方案的流程图；

图 3 显示了一具有旁路模块和样品分析模块的模块化构建的自动样品准备系统的优选实施方案；

15 图 4 是一典型的模块集成的透视显示；

图 5 显示了一 PC 机上建立程序步骤的图形用户界面；

图 6 显示了一具有自动元件的控制系统的优选实施方案的框图。

图 1 显示了本发明分析系统的实施方案的框图。该分析系统具有一旁路模块 100 用来从过程 104 中获取样品 102。该旁路模块 100 连接一控制单元 106，该控制单元可以操作旁路模块 100 以从过程 104 中获取样品 102。

该旁路模块 100 连接一样品准备系统 108，从而使在旁路模块 100 中的样品 102 进入样品准备系统 108，该样品准备系统 108 包括多种模块 M1,M2,M3.....，每一个模块完成一个特定的功能。

25 上述模块 M1,M2,M3.....可以是样品阀，滴管，计量阀等。它们由一线路网络相互连接。用控制单元 106，通过操作样品准备系统 108，样品准备系统的专用模块，使样品 102 进行自动化样品准备。然后使所得到的样品 110 从样品准备系统 108 中进入分析仪 112。该分析仪是例如气相或液相色谱仪、质谱检测仪或是利用拉曼光谱或近红外光谱的分析仪。该分析仪 112 产生的分析结果 114 传输到控制单元 106，例如以数据文件的形式。

30 多个分析仪可以取代单一分析仪 112 用并行电路连接在样品准备系统 108

中。

控制单元 106 有一总线接口 116, 通过它而使控制单元 106 与一现场总线 118 连接。后者是例如 Profibus 或工业以太网。从而, 由传统配线方式(单一信号)或由串行接口的耦连进一步成为可能。

- 5 控制单元 106 经由现场总线 118 上的总线接口 116 以数据流的形式输出分析结果 114 或其中一部分, 数据流以过程控制系统 120 的自动化元件作为目标地址。相应的过程控制系统 120 的自动化元件将处理分析结果作为控制变量, 例如根据需要通过与一设定值进行比较从而相应地调节过程 104。

- 作为一种选择, 调节过程也可以将分析结果通过由现场总线 118 输入控制
10 面板而显示在控制面板上来进行。当分析结果超出了设定值的范围, 其结果显示可以伴有声学或光学报警信号。随后, 如若需要可以进行过程调节, 例如为了修改过程参数, 用户可以通过手工进行输入。

 作为另一种选择, 该控制也可以用基于模块的自动化过程控制实施, 即例如利用空间状态, 神经网络或具有精确模块组成的混合神经网络的控制。

- 15 该控制单元 106 包括一程序 122, 它通过旁路模块 100 的操作来控制取样的程序步骤, 通过样品准备系统 108 的操作控制样品的准备, 以及通过分析仪 112 分析样品。为了操作旁路模块 100, 模块 M1,M2,M3....., 样品准备系统 108 及分析仪 112, 程序 122 使用了分别为这些专用模块设计的相应的驱动程序 124。该程序 122 的程序步骤用参数 126 确立, 该参数设置了模块运算的时间
20 顺序指令和下达给专用驱动程序的控制参数。

 为了将参数 126 输入控制单元 106, 后者有一 PC 机接口 128, 该控制单元 106 利用该 PC 机接口 128 与 PC 机 130 相连。PC 机 130 具有用户界面 132, 其优选设计为图形用户界面。

- 用户经用户界面 132 输入参数 126, 输入完成之后, 一相应的文件 134 从
25 PC 机 130 输出并传输到控制单元 106。这样, 该控制单元 106 接受 设置程序 122 的参数 126。在文件 134 从 PC 机 130 传输到控制单元 106 之后, 该 PC 机 130 与控制单元 106 之间的连接便被断开。这样的好处是控制单元 106 的功能不再依赖 PC 机。

- 当有多种分析仪并行连接的时候, 用户可以通过用户界面 132 实现分析仪
30 112 的选择。在选择分析仪 112 的同时, 建立起被选择的分析仪 112 所需样品

准备要采用的程序 122 的步骤。进一步说,同样的样品准备用于不同的分析仪 112 也是可能的。在这种情况下,合适量的样品被准备并被分配给这些分析仪。所得样品的分配也是在程序 122 的控制下实现的。

5 另一种变化方式是为特殊类型分析仪准备的样品需要进一步的制备步骤从而用于另一种类型的分析仪。在这种情况下,在用剩余的样品实施进一步的样品准备之前可以提取出为第一种分析仪准备的一定量的样品。

由程序 122,所准备的样品能够在并行连接的分析仪中基本上同时实现多种分析。同样也能够使样品准备在多阶段进行,实现中间产物以正确的顺序传送到相应类型的分析仪中。

10 图 1 所示的控制系统使现有技术中所需的从过程中手工提取样品,样品准备和分析以及进一步的将分析结果作为控制变量输入过程控制系统的过程实现自动化。一方面,它可以大大地节省人力资源,另一方面,由于它的模块化构造,该控制系统在硬件和软件方面只需要很少的花费即可适用于不同的分析任务。

15 该步骤由图形用户界面可以进行直观的定义,例如通过一实验室助手或技术人员,从而他们能够为自动化步骤贡献他或她的经验。进一步说,该控制系统获得了改进的过程控制,因为,一方面,可以在精确的预定义时间间隔内或在编程时间内实现取样,同时以一种再现方式,在稳定质量的情况下完全自动实现样品的准备和分析,并在没有时间延迟的情况下将分析结果作为控制变量
20 送给过程调节装置。

图 2 再一次阐明了该步骤,在步骤 200 中,从过程中取样。该步骤通过控制系统中的控制单元来操作一取样单元,例如旁路模块而实施。在步骤 202 中,所取样品随后被分配给自动化样品准备系统,例如,通过一液体管线。在步骤 204 中,根据预先确定的程序步骤实现样品的自动化准备。在步骤 206 中,将
25 所准备的样品输入分析仪进行分析。

若有多个分析仪,则所准备的样品被划分后输入两个或多个同时运行的并行分析仪进行分析。随之的分析结果被并行或顺序地传输给过程控制系统,这由步骤 208 完成。在步骤 210 中,若需要的话,在分析结果的基础上过程控制系统可以对过程作出调整。

30 步骤 200 到 210 优选在预先确定的时间间隔内符合条件地循环操作,或者

是在过程控制系统建立之后，满足了特定的条件并且该过程控制系统利用现场总线发送给控制单元一个相应需求信号以获得分析结果。

图 3 显示了根据本发明的控制系统的取样，自动化样品准备和样品分析的实施方案。图 3 中的元件与图 1 中相对应的元件在该实例中被同一附图标记注
5 明。

旁路模块 100 包含一旁路 300，通过多种阀门 302 由控制单元对其进行操作，这使从过程 104 中取样成为可能。该旁路模块 100 通过管线 304 与样品准备系统的各种模块连接。这些模块包括样品准备模块 306，校准模块 308，针管模块 310 和另外的模块 312 和 314，注入模块 316 以及排放模块 318。所
10 述模块由管线 304 相互连接或专用阀门装置相互连接。各种模块和阀门通过控制系统的控制单元进行操作。

例如，由旁路模块 100 从过程 104 中提取的样品直接或经过其他模块之一注入样品准备模块 306 中，其中根据预先设定的程序，例如为了稀释样品而向样品中进一步加入物质。为此，在样品准备模块 306 中预备了一混合容器
15 307。而且为样品调整合适温度的元件也可以预备在样品准备模块 306 中。在样品准备完成之后，准备的样品从样品准备模块 306 中提取并经注入模块 316 注入分析仪中。

该注入模块 316 含一注入器 319，通过它使所准备的样品直接注入分析仪。所准备的样品例如，从针管模块 310 或从样品准备模块 306 中到达注入器 319。
20 过滤单元 317 被设置在导向注入器 319 的相应供给管线中。

图 4 显示的是各种模块及其组合的透视图。例如，下面预先设定的模块可用作控制系统的组成：具有液晶显示的 PC 电子模块 400，PC 槽和键盘，容纳控制单元的电子模块 402，完成各种功能的样品模块 404，具有分析仪，例如一气相色谱的分析仪模块 406，所准备的样品经一计量阀输入其中，以及不同
25 规格的化学物质模块 408 和 410。化学物质模块 408 和 410 可以用于盛装各种溶剂，内标物，校准溶液，萃取剂及衍生化试剂。

例如，可以使这些模块相互连接构成组合 412。至此，根据分析所需要的样品准备可以很容易组装一个样品准备系统。

此外，上述模块还具有可以单独设计和制造的优点，而且多个样品模块可
30 以连接到单一分析仪上，而多个分析仪也可以连接到单一样品模块上。

图 5 显示了一图形用户界面窗口 500（参见图 1 中的用户界面 132）。该窗口包括列举了可用模块的目录树 502 代表，即该自动化样品准备系统的“装置”。目录树 502 进一步显示了在这些设备的帮助下可以实现的程序步骤。

用户将程序步骤以列表计算的形式输入。为此，该程序步骤被细分为多个序列，并分别设置一个序号。而且每一序列起一序列名。一个序列包括，例如三个步骤。在每一步中用其中一个装置完成用户指定的操作。因此，用户可以直观地为准备样品设置程序步骤选择装置并输入相应参数。

根据图 6 的实施方案，通过为用户选择的每一个装置例如“搅拌器”、“阀门 1”和“阀门 2”分别调用独立的掩码 600，602 和 604 来完成操作。用户经这样的掩码输入特定的装置参数。

该装置参数然后从 PC 机 130 传输到控制单元 106，例如西门子公司出产的 Simatik S7 控制器。在控制单元 106 运行程序期间，这些参数又被传送给相应的设置驱动器 606，608，610。凭借它对相应的硬件组成进行操作。

软件的开发是优选在函数类型的基础上实现。函数类型构成了逻辑步骤的基础，即它们包括有关特定功能的信息和参数。函数类型被作为程序库并且为控制单元进行编程。函数参数随后被映射入 PC 机中。

从函数类型程序库中，选择一种类型并专门为其设置参量。这提供了一种装置的说明，包括给出它的名字并加入各步骤中。相关的装置名称出现在用户界面的目录树中（参看图 5 中的目录树 502）。

通过选择特殊顺序的装置，在以这种方式限定的装置的基础上确立程序步骤。每一步骤由大量的序列组成，它们被连续执行。每一序列设置了大量操作。优选将至多三个操作设置为一个序列，并且它们可以平行运行。在这种情况下，一个操作由一指定装置组成，它始于一个步骤的一个序列中。这样，用户通过这种方式建立的步骤的顺序就限定了一个循环。

基于函数类型，即装置类别的抽象描述，就可以为样品准备的特定参数有效地编译装置说明。

	附图标记列表
	旁路模块 100
	样品 102
	过程 104
5	控制单元 106
	样品准备系统 108
	准备的样品 110
	分析仪 112
	分析结果 114
10	总线接口 116
	现场总线 118
	过程控制系统 120
	程序 122
	驱动程序 124
15	参数 126
	PC 接口 128
	PC 机 130
	用户界面 132
	文件 134
20	旁路 300
	阀门 302
	管线 304
	样品准备模块 306
	混合容器 307
25	校准模块 308
	针管模块 310
	模块 312
	模块 314
	注入模块 316
30	过滤单元 317

	排放模块	318
	注入器	319
	PC 电子模块	400
	电子模块	402
5	样品模块	404
	分析仪模块	406
	化学物质模块	408
	化学物质模块	410
	组合	412
10	窗口	500
	目录树	502
	掩码	600
	掩码	602
	掩码	604
15	设备驱动程序	606
	设备驱动程序	608
	设备驱动程序	610

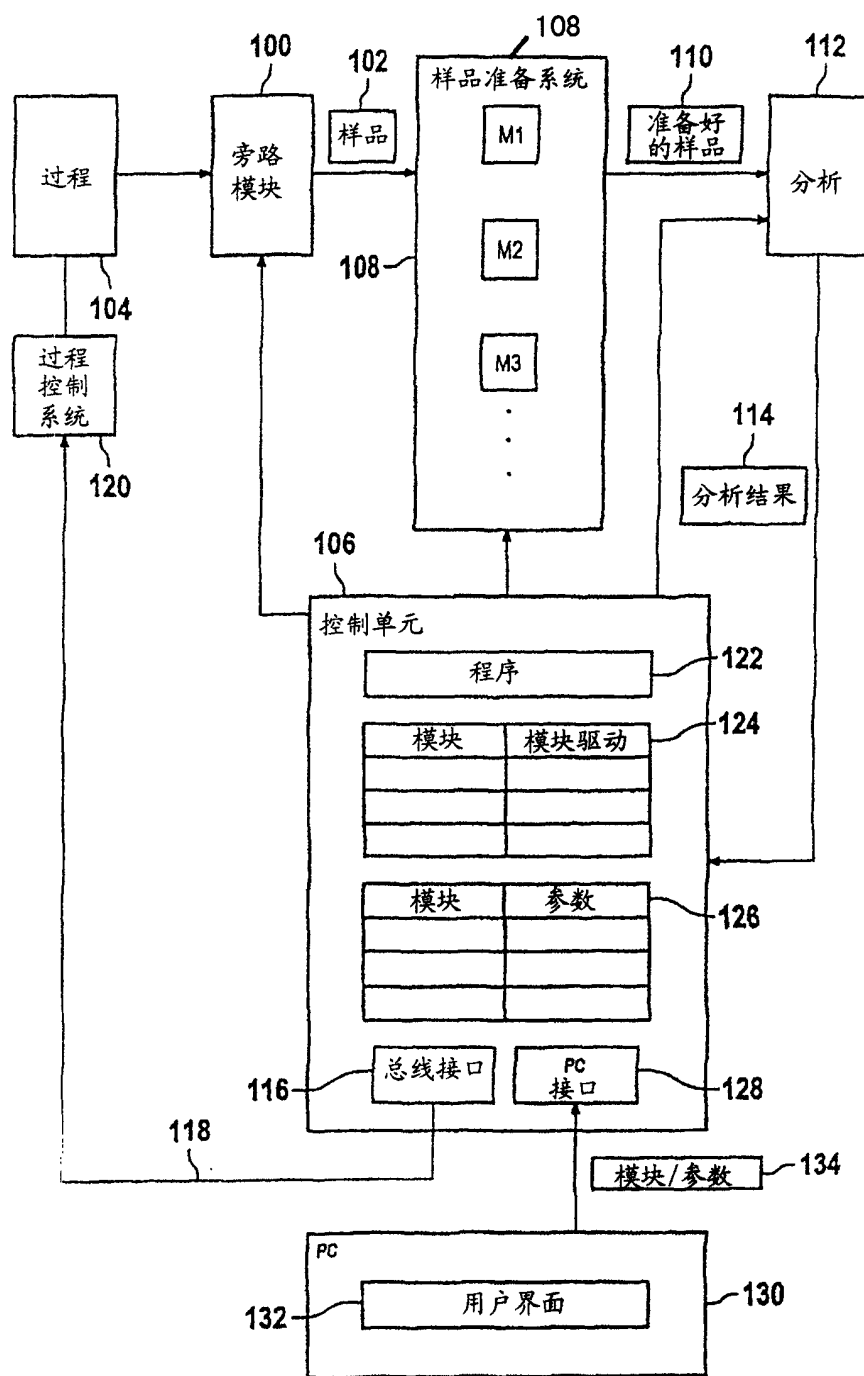


图 1

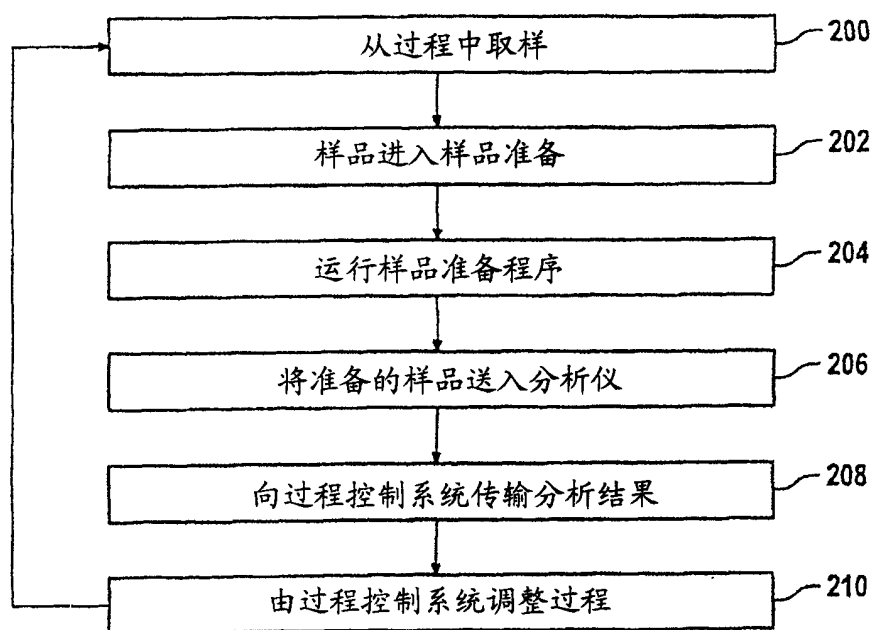
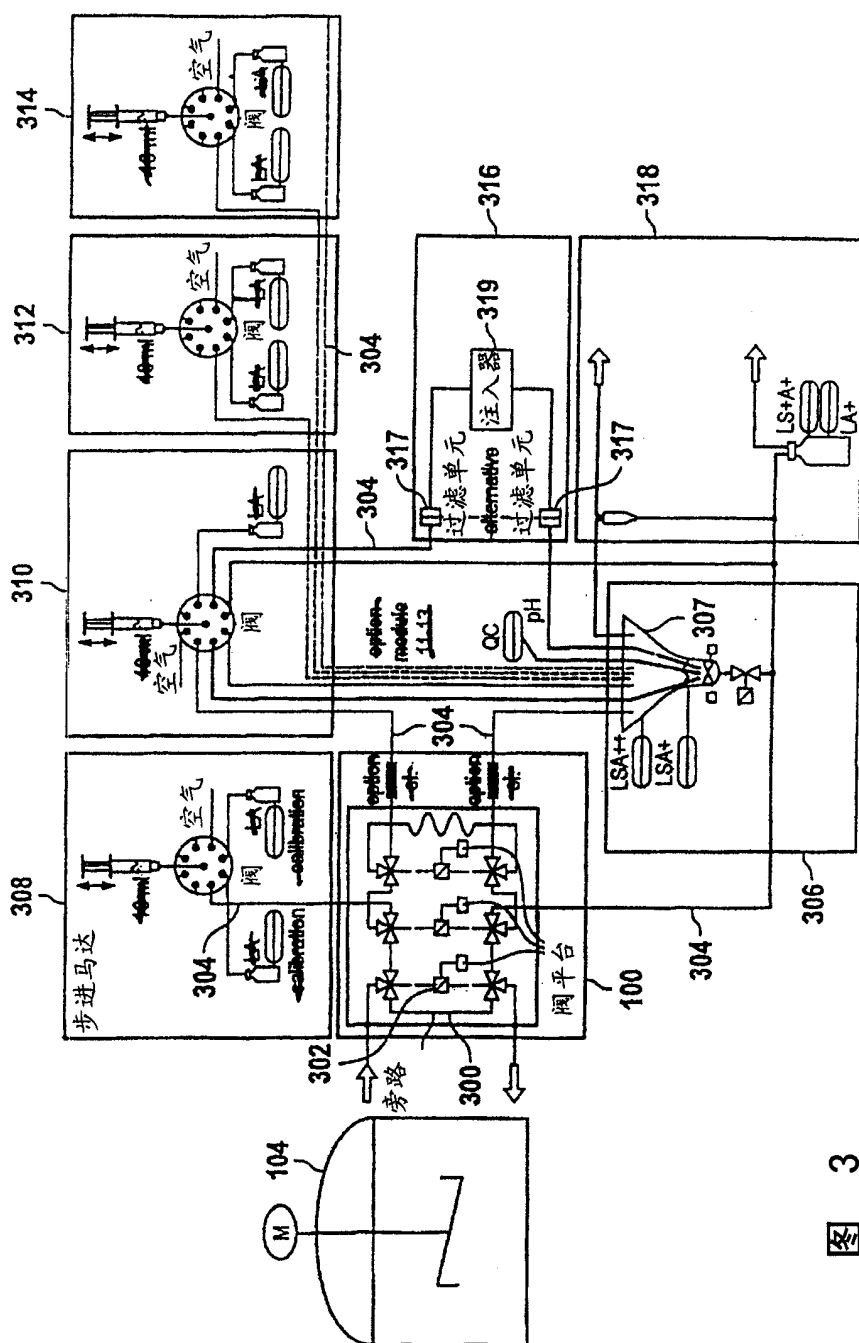


图 2



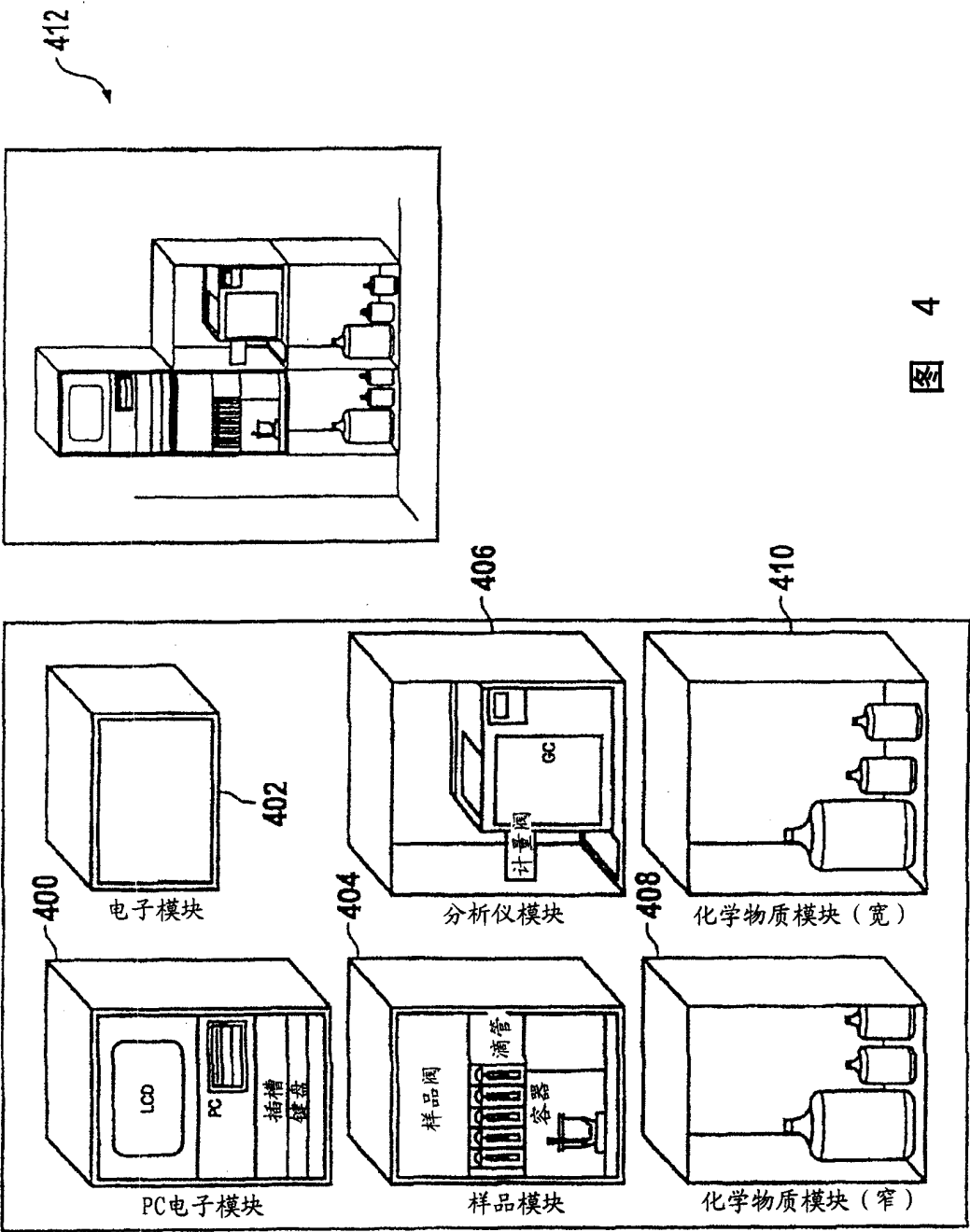


图 4

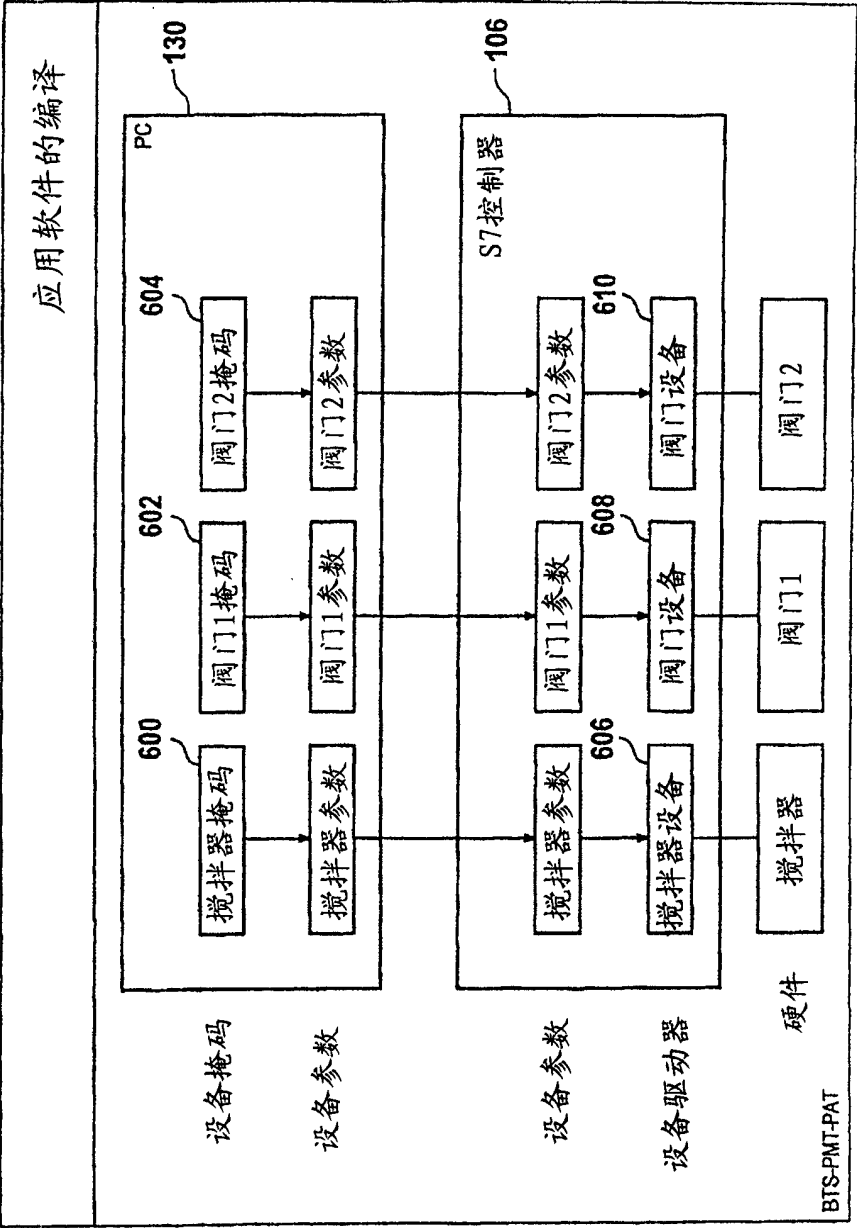


图 6