

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-226402

(P2004-226402A)

(43) 公開日 平成16年8月12日(2004.8.12)

(51) Int.Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
GO 1 N 35/00	GO 1 N 35/00	2 GO 5 8
GO 1 N 27/62	GO 1 N 27/62	
GO 1 N 30/02	GO 1 N 30/02	
GO 1 N 30/72	GO 1 N 30/72	

審査請求 未請求 請求項の数 15 O L 外国語出願 (全 33 頁)

(21) 出願番号	特願2004-8803 (P2004-8803)	(71) 出願人	591063187
(22) 出願日	平成16年1月16日 (2004.1.16)		バイエル アクチェンゲゼルシャフト
(31) 優先権主張番号	10301421-7		ドイツ連邦共和国 レーフエルクーゼン (
(32) 優先日	平成15年1月16日 (2003.1.16)		番地なし)
(33) 優先権主張国	ドイツ (DE)		D-51368 Leverkusen,
			Germany
(特許庁注：以下のものは登録商標)		(74) 代理人	100086405
1. イーサネット			弁理士 河宮 治
		(74) 代理人	100100158
			弁理士 鯨島 睦
		(74) 代理人	100107180
			弁理士 玄番 佐奈恵
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 自動液体サンプル調製を備えるプロセスコントロールシステムに接続されたプロセス分析システム

(57) 【要約】

【課題】 プロセスを分析するシステムの提供。

【解決手段】 プロセスを分析するシステムであって：

- プロセスからサンプルを取り出す手段 (1 0 0 ; 3 0 0)、
 - サンプル調製手段 (1 0 8 ; 3 0 2、3 0 4、3 0 6、3 0 7、3 0 8、3 1 0、3 1 2、3 1 4、3 1 6、3 1 7、3 1 8)、
 - サンプルを分析する手段 (1 1 2)、
 - 分析結果 (1 1 4) をプロセスコントロールシステム (1 1 8、1 2 0) に送る手段 (1 0 6、1 1 6)
- を有するシステム。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

プロセスの分析システムであって、

- サンプリングユニット、
- サンプル調製システム、
- 分析装置、および
- コントロールユニット

を有し、当該サンプリングユニットがサンプルをサンプル源から取り出して、当該サンプルをサンプル調製システムに供給し、当該サンプル調製システムが、当該サンプルを分析用に調製し、調製されたサンプルを当該分析装置に供給するようになっており、当該分析装置は、当該調製されたサンプルを分析し、当該分析の結果を当該コントロールユニットに伝えるようになっており、当該コントロールユニットは当該分析の結果に従ってプロセスコントロールユニットに信号を提供するようになっており、システム。 10

【請求項 2】

当該サンプリングユニットが、液体サンプルを取り出すための制御可能なバイパスである、請求項 1 に記載の分析システム。

【請求項 3】

当該サンプル調製システムが複数のモジュールを含むモジュール式のシステムである、請求項 1 または請求項 2 に記載の分析システム。

【請求項 4】

当該コントロールユニットが当該サンプル調製システムと連絡するようになっており、サンプル調製システムのモジュールのドライバプログラムおよびコントロールプログラムを含む、請求項 3 に記載の分析システム。 20

【請求項 5】

当該コントロールプログラムがコンピュータからインポートされたデータに基づいて規定され得るプログラム・プロシージャを含む、請求項 4 に記載の分析システム。

【請求項 6】

当該コンピュータが、サンプル調製システムの各モジュールに関する表示、およびユーザ・インターフェースであって、それを通じてモジュールおよび選択されるモジュールによって実施されるアクションの表示を選択して分析シーケンスを組み立てることができるユーザ・インターフェースを含み、当該コンピュータが当該分析シーケンスを規定するデータをコントロール・プログラムにエクスポートするようになっており、請求項 5 に記載の分析システム。 30

【請求項 7】

当該分析装置が、クロマトグラフまたはクロマトグラフと質量分析検出器（GC - MS または HPLC - MS）の組み合わせを含む、請求項 1 に記載の分析システム。

【請求項 8】

当該コントロールユニットがバス・インターフェースを含み、当該分析装置が当該インターフェースを介して、プロセスコントロールシステムのバス・システムでもって、当該プロセスコントロールシステムと連絡している、請求項 1 に記載の分析システム。 40

【請求項 9】

プロセスを制御する方法であって、

- サンプルを、自動サンプル調製システムと接続されているサンプリングユニットの操作によって、プロセスから取り出す工程、
- サンプルを自動サンプル調製システムに送る工程、
- 自動サンプル調製をコントロールプログラムの制御下で実施する工程、
- 調製したサンプルを分析ユニットに送って、当該サンプルを分析して分析結果を得る工程、および
- 当該分析結果を、プロセスを当該分析結果に基づいて調整するプロセスコントロールシステムに送る工程

を含む方法。

【請求項 10】

自動サンプル調製システムがモジュール式に構成され、複数のモジュールを含み、当該モジュールがドライバ・ソフトウェアを含み、コントロールプログラムが、ユーザによって予め決定され得るパラメータに基づいてモジュールのドライバ・ソフトウェアにアクセスするようになっている、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 11】

パラメータを、コントロールプログラムの開始の前にコントロールプログラムのパラメータ化のためにコンピュータから自動サンプル調製システムのコントロールユニットに送ることを含む、請求項 10 に記載の方法。

10

【請求項 12】

モジュールおよびモジュールによって実施されるアクションを、ユーザが、表形式のコンピュータのユーザー・インターフェースを介して選択すること、およびユーザの選択をコントロールユニットに送るためにパラメータの形態でエクスポートすることを含む、請求項 11 に記載の方法。

【請求項 13】

デジタル・ストレージ媒体であって、プロセス分析システムのコントロールユニットのためのコンピュータプログラム・プロダクトであって、

- サンプルをプロセスから取り出すためのサンプリングユニットを操作する工程、
- 取り出したサンプルのサンプル調製を自動的に実施するためにサンプル調製システムを操作する工程、
- 調製したサンプルを分析するための分析装置を操作する工程、
- 分析結果に基づいてプロセスコントロールシステムによりプロセスを調整するために、分析結果をプロセスコントロールシステムのバス・システムに出力する工程

を実施するためのプロダクトを保存している媒体。

20

【請求項 14】

ドライバ・プログラム・モジュールによって自動的にサンプル調製するために、コンピュータプログラムがサンプル調製システムのモジュールにアクセスする、請求項 13 に記載のデジタル・ストレージ媒体。

【請求項 15】

自動サンプル調製を実施するためのプログラム・プロシージャが、コンピュータからインポートされるデータによって確立される、請求項 14 に記載のデジタル・ストレージ媒体。

30

【発明の詳細な説明】

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は、例えば、化学、物理、生物化学、バイオテクノロジーまたは他の工業プロセスである、プロセスのためのモジュール式分析システム、ならびにこれらのプロセスを制御するプロセスコントロールシステムへの対応するコネクション、およびコンピュータプログラム・プロダクトに関する。

40

【0002】

(発明の背景)

従来、プロセス（例えば化学製品の製造）をモニターするために、サンプルを定期的にプロセスから取り出して分析することが知られている。このために、これまで多くの場合において、研究助手または技術者は、手でサンプルを取り出す必要があった。一般に、そのようなサンプルは直ちに分析することができず、例えばクロマトグラフ、質量分析検出または他の種類の分析装置を用いて、実際の分析を行うことができるようになる前にサンプル調製が必要である。この場合において、例えば、ガスクロマトグラフまたは高性能液体クロマトグラフ（HPLC）をクロマトグラフとして使用してよい。分析結果はそれから、研究助手からプロセスコントロールシステムの管理者に報告され、それにより、管理

50

者は必要であれば適当な修正をプロセスコントロールシステムに入力することができる。

【0003】

サンプル調製を行うために研究助手に必要とされる手作業の工程は、非常に広範囲に及ぶ場合がある。これを助けるために、自動サンプル調製システムがクロマトグラフィー（例えばHPLC）用のサンプル調製のために開発されてきた。Laborpraxis、Wuerzburg、1990、14、11、936「HPLCにおける自動サンプル調製」Wolfgang Vogelは、HPLCのためのそのような自動サンプル調製システムを開示している。システムは完全に自動的である希釈シリーズ（または一連の希釈）、システム性能テスト、マルチポイント校正、標準添加、およびプレカラム誘導体化を実施する。これらは、通常、研究助手が行う。サンプル調製の後、サンプルはそれから液体クロマトグラフィーにより検査される。

10

【0004】

さらに、自動サンプル調製に関する対応するシステムが、Journal of Chromatography A、730（1996）、第39～46頁の「高性能液体クロマトグラフィーによるシェリー酒中のポリフェノール化合物の測定における予備工程としてのサンプル調製の自動化」（D. A. Guillenら）、およびJournal of Automatic Chemistry、第17巻、第1号（1995年1月-2月）、第21～24頁の「自動サンプル調製および分析のためのPCで制御されたモジュールシステム」（Oesten Einarsson）に開示されている。

【0005】

20

それらの既に公知のサンプル調製システムに共通の短所は、それらがクロマトグラフィー用のサンプルの調製にのみ適していることである。したがって、そのような自動サンプル調製システムは他の分析方法に柔軟に使用できず、むしろクロマトグラフィー専用を使用できるものである。他の不都合な点は、分析すべきサンプルを手でプロセスから取りだし、サンプル調製に送る必要があることである。別の不都合な点は、分析結果が主として情報的な性質を有し、プロセスの制御に直接的に使用されないことである。したがって、本発明の目的は、改良されたプロセス分析システム、ならびにプロセスを制御する改良された方法およびコンピュータプログラム・プロダクトを提供することである。

【0006】

（発明の概要）

30

本発明は、上流側で液体サンプル調製を行うサンプル分析をプロセスコントロールシステムに完全に自動的に組み込むことを許容する、分析システムを提供する。このために、サンプルは自動的にプロセスから適当なデバイスによって取り出される。取り出されたサンプルは自動サンプル調製（または調製装置）により処理されてから、分析される。分析結果はそれから例えばフィールド・バス（field bus）を経由してプロセスコントロールシステムに送られる。それからプロセスコントロールシステムはプロセスを適切に調節することができる。したがって、本発明は、サンプル調製および分析をプロセスコントロールシステムの一体化した一部として、オンラインで実施することを可能にする。

【0007】

（詳細な説明）

40

分析のためのサンプルを調製するために必要とされる工程は、自動サンプル調製によって実施される。採用される分析方法に応じて、これらは例えば以下の工程を含む：

- ライン、バルブおよびカラムの閉塞を防止するために、サンプルを濾過する工程；
- サンプルを1または複数の溶媒で希釈する工程；この場合、希釈は1または複数の工程で実施される。それにより、サンプルの濃度は、使用される分析装置の測定範囲にされる。例えばマルチポイント校正を行うために、異なる濃度の希釈系が特に可能である。
- 内部標準の添加工程；それにより、得られたものの評価が容易になり、多くの場合においてより正確な結果が得られる。
- 分析のために適当な温度を得るために、サンプルを冷却する又は熱的に調整する工程；これは、粘度に起因して問題を生じ、例えば加熱したときのみ適切に測定され得る物

50

質、ならびに感熱性の物質に関して特に必要である。

- 望ましくない揮発性成分を除去するために、サンプルをガスでストリッピングする工程；

- サンプルをガスでストリッピングし、気相で分析する工程；例えば廃水からの揮発性成分はそれにより測定され得る。

- 適当な溶媒を添加することにより構成物質を抽出する工程；

- 例えば存在する他の物質の精製または分離のために、サンプルの構成物質を沈殿（または析出）させる工程；

サンプルをサンプルの分析に適した化学的な形態に変換するために、サンプルを誘導体化する（例えばサンプルのシリル化）工程；例えば、反応性化合物の場合、誘導体化しないと、サンプルがクロマトグラフィーカラムで分解する可能性があるというリスクがある。

10

【0008】

本発明の好ましい態様によれば、制御可能なバイパスモジュールが、サンプルをプロセスから取り出すために使用される。バイパスモジュールは自動サンプル調製システムに接続される。これは、サンプルを直接的にバイパスモジュールを経由してプロセスから得ることを可能にし、それを自動的にサンプル調製に送ることを可能にする。

【0009】

自動サンプル調製の後、調製したサンプルはそれから分析装置（またはアナライザ）に送られる。分析結果はそれから、例えばフィールド・バスを介してプロセスコントロールシステムに送られる。

20

【0010】

本発明の好ましい態様によれば、自動サンプル調製装置は、モジュール式で構成され、複数のモジュールを含む。モジュールは、例えば、サンプルバルブ、ピュレット、注入バルブ等であり、それらは互いにラインで接続される。したがって、自動サンプル調製は、コントロールユニットによって、個々のモジュールの適当な操作を通じて実施される。

【0011】

好ましくは、サンプルをプロセスから取り出すサンプリングユニットならびに分析装置はモジュール式で構成され、ラインを介してサンプル調製モジュールに接続される。これは、サンプルを取り出し、サンプルを調製し、サンプルを分析するための、モジュール式で構成され、一体化されたシステムを与える。このモジュール構造は、自動サンプル調製が種々の分析装置に、多大の出費をせずに適合され得るという利点を、特に有する。

30

【0012】

本発明の好ましい態様によれば、このモジュール構造は、システムのコントロールプログラムにもまた反映される。各モジュールのドライバ・ソフトウェアが、システムのコントロールユニットに保存される。コントロール・プログラムはこのドライバ・ソフトウェアにアクセスして、ユーザにより予め決定した作業手順に従って、自動サンプル調製および分析の工程を実施する。

【0013】

本発明の別の好ましい態様によれば、コントロール・プログラムのプロシージャ（または手順）は、ユーザによって規定され得るパラメータによって確立される。例えば、ユーザは利用できるモジュール、およびそれらにより実施されるアクションを、常套のパーソナルコンピュータ（PC）のグラフィカル・ユーザ・インターフェースを介して選択してよい。このように、サンプリング、サンプル調製およびサンプル分析の手順のシーケンスは、表形式のモジュールによって規定され得る。

40

【0014】

それから、PCは、このプロシージャを記述するパラメータをエクスポートし、コントロールシステムに送る。そこで、これらのパラメータはコントロール・プログラムのプログラム・プロシージャを確立する。したがって、パラメータはコントロール・プログラムが個々のドライバ・プログラムを読み出す順序を決定するとともに、特定のモジュールに

50

特定のアクションを実施させるためにコントロール・プログラムがドライバ・ソフトウェアに与えるコントロール・パラメータを決定する。

【 0 0 1 5 】

この場合の特別な利点は、コントロール・プログラムのプログラム・プロシージャを確立するために、コンピュータの専門家は必要とされないことである。なぜならば、プログラム・プロシージャはグラフィカル・ユーザ・インターフェースを介して、直観的にモジュールおよび実施すべきアクションを選択することによって入力され得るからである。したがって、特に、研究助手または技術者は、グラフィカル・ユーザ・インターフェースを使用して、彼または彼女が以前手で行った工程を記述することができる。この記述はそれから、コントロール・プログラムのパラメータ化として使用され、それによりコンピュータプログラムはそれぞれ必要とされるドライバ・ソフトウェアに必要な順序でアドレスする。

10

【 0 0 1 6 】

本発明の好ましい態様によれば、オートメーション・コンポーネント（例えば、シーメンス AG の S i m a t i k S 7 コントローラ）がコントロールユニットとして使用される。そのようなオートメーション・コンポーネントは、工業的な環境中で問題無く連続的に使用するように設計されており、したがって、通常の PC のように「クラッシュ」しやすいものではない。この場合の特別な利点は、ユーザが手順を入力するために用いる PC およびコントロールユニットを、システムの操作の間、互いの間の接続が断たれるということ、即ち、プログラム・プロシージャを確立するパラメータを PC からコントロールユ

20

【 0 0 1 7 】

本発明の分析システムは、モジュール構造およびそれにより達成され得る融通性のために、非常に広い範囲のプロセス、特に化学、物理、生物化学、バイオテクノロジー、または他の工業プロセスで 사용할 ことができるので、特に好都合である。

【 0 0 1 8 】

本発明の好ましい態様を、図面を参照して以下により詳細に説明する。

【 0 0 1 9 】

図 1 は、本発明の分析システムの態様のブロック図を示す。分析システムは、サンプル 1 0 2 をプロセス 1 0 4 から取り出すためのバイパスモジュール 1 0 0 を有する。バイパスモジュール 1 0 0 はコントロールユニット 1 0 6 に接続されており、コントロールユニット 1 0 6 はサンプル 1 0 2 をプロセス 1 0 4 から取り出すためにバイパスモジュール 1 0 0 を操作することができる。

30

【 0 0 2 0 】

バイパスモジュール 1 0 0 は、サンプル調製システム 1 0 8 に接続されており、それによりサンプル 1 0 2 はバイパスモジュール 1 0 0 からサンプル調製システム 1 0 8 に移動する。サンプル調製システム 1 0 8 は種々のモジュール M 1、M 2、M 3 . . . を含み、各モジュールによって特定の機能が果たされる。

【 0 0 2 1 】

モジュール M 1、M 2、M 3 . . . は、サンプルバルブ、ピュレット、注入（または投入）バルブ等であってよい。それらは互いにラインネットワークを介して接続されている。コントロールユニット 1 0 6 による、サンプル調製システム 1 0 8 の操作、即ち、サンプル調製システムの個々のモジュールの操作を通じて、サンプル 1 0 2 は自動サンプル調製に付される。得られる調製されたサンプル 1 1 0 はそれからサンプル調製システム 1 0 8 から出て、分析装置 1 1 2 に入る。分析装置 1 1 2 は、例えば、ガスもしくは液体クロマトグラフ、質量分析検出器、またはラマン分光法または近赤外線分光法を実施するための分析装置である。分析装置 1 1 2 は、コントロールユニット 1 0 6 に、例えばデータファイルの形態で送られる分析結果 1 1 4 を生成する。

40

【 0 0 2 2 】

50

単一の分析装置 112 に代えて、複数のそのような分析装置がサンプル調製システム 108 に並列回路で接続されていてもよい。

【0023】

コントロールユニット 116 はバスインターフェース 116 を有し、これを介してコントロールユニット 106 はフィールド・バス 118 に接続される。フィールド・バスは、例えば、プロフィバス (Profibus) または商業イーサネットであってよい。常套の配線 (個々のシグナル) またはシリアルインターフェースを介するカップリングがさらにまた可能である。

【0024】

コントロールユニット 106 は、分析結果 114 またはその一部を、バスインターフェース 116 を介してフィールド・バス 118 にデータ・ストリームの形態で出力し、データ・ストリームはプロセスコントロールシステム 120 のオートメーション・コンポーネントをターゲット・アドレスとして有する。プロセスコントロールシステム 120 の関連するオートメーション・コンポーネントは、必要であればプロセス 104 を調整するために、分析結果を、制御変数として、例えば設定値と比較することにより処理する。 10

【0025】

別法として、調整は分析結果をフィールド・バスを介して、分析結果を表示するコントロールパネルに送ることにより実施してよい。分析結果の表示は、分析結果が設定値範囲外にあるときの音による又は光の警告信号と組み合わせる。それから、必要であれば、プロセス・パラメータを修正するために、プロセスの調整を、例えばユーザが手でイン 20
プットすることにより実施してよい。

【0026】

別法として、制御はまた、モデルをベースとする自動化されたプロセスコントロールを用いて、即ち、正確なモデル・コンポーネントによる、状態空間、ニューラル・ネットワークまたはハイブリッド・ニューラル・ネットワークでの制御を例えば用いて、実施してよい。

【0027】

コントロール・ユニット 106 は、プログラム 122 を含み、それは、バイパスモジュール 100 の操作によるサンプリング、サンプル調製システム 108 の操作によるサンプル調製、および分析装置 112 の操作によるサンプル分析のプログラム・プロシージャを 30
制御するために用いられる。バイパスモジュール 100、モジュール M1、M2、M3、...、サンプル調製システム 108 および分析装置 112 を操作するために、プログラム 122 は、それぞれ各モジュールに割り当てられた対応するドライバ・プログラム 124 にアクセスする。プログラム 122 のプログラム・プロシージャは、モジュールの操作の時系列を確立するパラメータ 126 および個々のドライバ・プログラムに与えられるコントロール・パラメータにより確立される。

【0028】

コントロールユニット 106 にパラメータ 126 を入力するために、コントロールユニット 106 は PC インターフェース 128 を有する。コントロールユニット 106 は、PC インターフェース 128 により、PC 130 に接続できる。PC 130 はユーザ・イン 40
ターフェース 132 を有し、それは好ましくはグラフィカル・ユーザ・インターフェースとして構成される。

【0029】

ユーザはパラメータ 126 をユーザ・インターフェース 132 を介して入力する。この入力を実施した後、対応するファイル 134 がエクスポートされて、PC 130 からコントロールユニット 106 に送られる。このようにして、コントロールユニット 106 は、プログラム 122 のプロシージャを確立するパラメータを受け取る。ファイル 134 が PC 130 からコントロールユニット 106 に送られた後、PC 130 とコントロールユニ 50
ット 106 との間のリンクを切断することができる。これは、コントロールユニット 106 の正常な (または損なわれていない) 機能がもはや PC 130 に従属しないという利点

を有する。

【0030】

ユーザはまた、複数の分析装置が並列に接続されている場合に、ユーザインターフェース132を介して、分析装置112の選択を実施することができる。選択した分析装置112に必要なサンプル調製を実施するためのプログラム122のプロシージャは、分析装置112の選択によって同時に確立される。

【0031】

さらにまた、同じサンプル調製を種々の分析装置112に使用できるようにすることも可能である。この場合、適当な量のサンプルを調製し、それから、これらの分析装置に配分する。調製したサンプルのこの配分は、プログラム122の制御下で同様に実施される。

10

【0032】

別の変形例は、特定のタイプの分析装置のために調製されたサンプルが、別のタイプの分析装置で使用されるようにするために、さらに調製工程を必要とするものである。この場合において、第1のタイプの分析装置のために調製された一定量のサンプルが別のサンプル調製工程を実施する前に抜き取られて、残りの量のサンプルで当該別のサンプル調製工程を実施する。

【0033】

したがって、プログラム122を介して、並列に接続された複数の分析装置において実質的に同時に実施される複数の分析のために、サンプルを調製することが可能である。同様に、サンプル調製を数段階において実施することが可能であり、中間生成物は正しい順序で対応するタイプの分析装置に送られる。

20

【0034】

したがって、図1のコントロールシステムは、従来の技術において必要とされていた、プロセスからサンプルを手で取り出すこと、サンプルの調製、および分析を自動化すること、さらには分析結果をプロセスコントロールシステムに制御変数としてフィードすることを可能にする。一方、これは、人的資源を有意に節約することを可能にする。他方、そのモジュール構造のために、コントロールシステムはハードウェアおよびソフトウェアの両方の点で非常に僅かな費用で種々の分析タスクに適合させることができる。

【0035】

プロシージャは、例えば、研究助手または技術者によって直観的にグラフィカル・ユーザ・インターフェースを介して定義され得る。したがって、研究助手または技術者は彼又は彼女の専門知識をプロシージャの自動化に与えることができる。さらにまた、コントロールシステムはまた、改良されたプロセス制御を可能にする。なぜならば、一方において、サンプリングは、予め規定した時間間隔で又はプログラム可能な時間にて正確に実施され、サンプル調製および分析が完全に自動化されて一定した品質で再生可能なように実施され、また、分析結果が時間遅延なしに制御変数としてプロセスの調整に供給され得るからである。

30

【0036】

図2は1よりも多いこのプロシージャを示している。ステップ200において、サンプルはプロセスから取り出される。これは、サンプリングユニット(例えば、バイパスモジュール)の操作を通じて、コントロールシステムのコントロールユニットにより為される。ステップ202において、取り出されたサンプルはそれから、例えば液体ラインを介して自動サンプル調製システムに送られる。ステップ204において、自動サンプル調製は所定のプログラム・プロシージャに従って実施される。ステップ206において、調製したサンプルは分析装置に入れられ、そこで分析される。

40

【0037】

複数の分析装置が存在する場合、調製したサンプルは分割されて、並行して同時に分析を実施するために2以上の分析装置に入れられる。得られる1または複数の分析結果はそれから並行して又は連続してプロセスコントロールシステムに送られる。これは工程20

50

8で為される。ステップ210において、プロセスコントロールシステムは、必要であれば、分析結果に基づいて、プロセスに調整を施すことができる。

【0038】

ステップ200からステップ210は、所定の時間間隔内で、またはプロセスコントロールシステムが特定の条件が満たされることを確立し、且つプロセスコントロールシステムがフィールド・バスを使用してコントロールユニットに対応する要求信号を分析結果を得るために送った後で、周期的に実施されることが好ましい。

【0039】

図3は、本発明によるコントロールシステムのサンプリング、自動サンプル調製およびサンプル分析の態様を示す。この場合において、図1の要素に対応する図3の要素は、同じ符号で示される。

【0040】

バイパスモジュール100は、コントロールユニットにより操作され得る種々のバルブ302を介して、サンプルをプロセス104から取り出すことを可能にするバイパス300を有する。バイパスモジュール100は、ライン304を介してサンプル調製システムの種々のモジュールに接続される。これらには、サンプル調製モジュール306、較正モジュール308、シリンジモジュール310および他のモジュール312および314、注入モジュール316、ならびに廃棄モジュール318が含まれる。これらのモジュールは、互いにライン304を介して接続され、あるいは、適当なバルブ・セッティング（またはバルブ配列）により互いに接続することができる。種々のモジュールおよびバルブをコントロールシステムのコントロールユニットによって操作することができる。

【0041】

例えば、バイパスモジュール100によってプロセス104から取り出されたサンプルは、直接または他のモジュールの1つを介して、サンプル調製モジュール306に進み、そこで別の物質が所定のプロシージャに応じて、例えばサンプルを希釈するためにサンプルに加えられる。このために、混合容器307がサンプル調製モジュール306に設けられる。サンプルを適当な温度に調節する要素が、さらにサンプル調製モジュール306に設けられてよい。サンプル調製が終了した後で、調製したサンプルがサンプル調製モジュール306から取り出され、注入モジュール316を介して分析装置に注入される。

【0042】

注入モジュール316はインジェクタ（または注入もしくは注射器）319を有し、調製したサンプルがそこから直接的に分析装置に注入される。調製したサンプルは、例えば、シリンジモジュール310から又はサンプル調製モジュール306から、インジェクタ319に至る。濾過ユニット317は、インジェクタ319に至る、対応するフィードラインに配置される。

【0043】

図4は、種々のモジュールおよびそれらの組み合わせの例を斜視図で示す。例えば、下記の所定のモジュールを、コントロールシステムの構築に利用できる。LCDディスプレイ、PCスロットおよびキーボードを備えたPCエレクトロニクスモジュール400、コントロールユニットを保持するエレクトロニクスモジュール402、種々の機能を発揮するサンプルモジュール404、調製したサンプルが注入バルブを介して導入され得る分析装置（例えば、ガスクロマトグラフ）を備えた分析モジュール406、異なる寸法の化学薬品モジュール408および410。化学薬品モジュール408および410は種々の溶媒、内部標準、較正溶液、抽出剤または誘導体化試薬を保持するために使用することができる。

【0044】

これらのモジュールは、例えば、コンビネーション（または組み合わせ）412を形成するために相互に接続してよい。したがって、サンプル調製システムは、分析に必要なとされるサンプル調製に従ってフレキシブルに組み立てることができる。

【0045】

10

20

30

40

50

モジュールが個々に設計され且つ製造され得ることは、さらにまた好都合である。さらにまた、複数のサンプルモジュールを単一の分析装置に接続してよく、種々の分析装置を単一のサンプルモジュールに接続してよい。

【0046】

図5は、グラフィカル・ユーザ・インターフェース（例えば図1のユーザ・インターフェース132）のウィンドウ500を示す。ウィンドウ500はエクスプローラ・ツリー502の表示を含み、そこには利用できるモジュール、即ち、自動サンプル調製システムの「デバイス」が列挙されている。エクスプローラ・ツリー502はさらに、これらのデバイスによって実施され得るプログラム・プロシージャを示している。

【0047】

プログラム・プロシージャはユーザによって表形式で入力される。このために、プログラム・プロシージャは、複数のシーケンスにさらに分割されて、それらにシーケンス・ナンバーがそれぞれ割り当てられる。各シーケンスにはさらにシーケンス名が与えられる。シーケンスは、例えば、3つのステップから成る。ユーザ定義のアクションが、各ステップでデバイスの1つによって実施される。したがって、ユーザは、デバイスを選択し、対応するパラメータを入力することによって、サンプル調製のためのプログラム・プロシージャを直観的に確立することができる。

【0048】

図6の態様によれば、これは、独立したマスク600、602および604を、ユーザによって選択された各デバイス（例えば、「ミキサー」、「バルブ1」、「バルブ2」）に関してそれぞれ呼び出すことによって為される。ユーザは特定のデバイスパラメータをそのようなマスクを介して入力する。

【0049】

それからデバイスパラメータは、PC130からコントロールユニット106に送られる。コントロールユニット106は、例えば、シーメンス社のSimatic S7コントローラである。コントロールユニット106でプログラムを実行している間、これらのパラメータは、対応するデバイスのドライバ606、608、610に与えられる。対応するハードウェア・コンポーネントはこれにより操作される。

【0050】

ソフトウェア開発は、好ましくは関数型を基礎として行われる。関数型は、プロシージャのコンパイルの基礎を形成する、即ち、それらは特定の機能に関連する情報およびパラメータを含む。関数型はライブラリとして使用され、コントロールユニットのためにプログラムされる。関数パラメータがそれから、PCで論理的に対応づけられる。

【0051】

関数型のライブラリから、一つの型が選択され、特別にパラメータで表示される。これは、デバイスの記述を与え、それにはそれ自身の名前が与えられ、プロシージャに含まれ得る。関連するデバイスの名前がユーザ・インターフェースのエクスプローラ・ツリーにあらわれる（例えば、図5のエクスプローラ・ツリー502）。

【0052】

プロシージャは、特定の順序でデバイスを選択することにより、このように定義されるデバイスをベースとして確立される。プロシージャは複数のシーケンスから成り、それらは連続的に実施される。各シーケンスは複数のアクションを規定する。3つまでのアクションがシーケンスにおいて規定されることが好ましく、それらは並行して実行される。この場合において、アクションは、プロシージャ内のシーケンスで開始される、定義されたデバイスから成る。サイクルは、ユーザによってこのように確立されたプロシージャの順序によって規定される。

【0053】

関数型に基づいて、即ち、デバイスの分類の抽象的な記述に基づいて、デバイスの記述が、サンプル調製の特定のパラメータに関して、有効にコンパイルされ得る。

【図面の簡単な説明】

10

20

30

40

50

【 0 0 5 4 】

【図 1】図 1 は、本発明のコントロールシステムの好ましい態様のブロック図を示す。

【図 2】図 2 は、図 1 のシステムを採用する制御方法の好ましい態様を示すフローチャートを示す。

【図 3】図 3 は、バイパスモジュールおよびサンプル分析モジュールを有する、モジュール構造の自動サンプル調製システムの好ましい形態を示す。

【図 4】図 4 は、モジュールの代表的な組み合わせの斜視図を示す。

【図 5】図 5 は、プログラム・プロシージャを確立するための P C 上のグラフィカル・ユーザ・インターフェースを示す。

【図 6】図 6 は、オートメーション・コンポーネントを備えたコントロールシステムの好ましい形態のブロック図を示す。 10

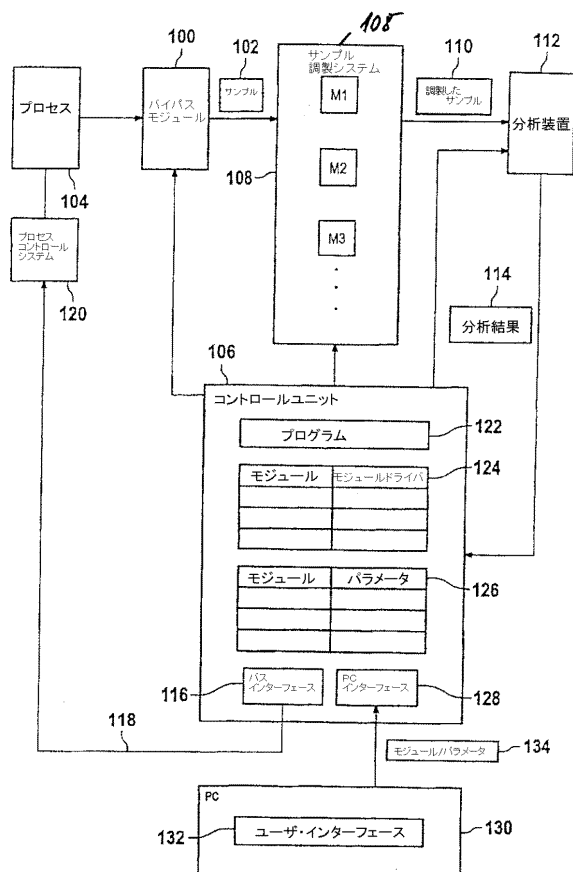
【符号の説明】

【 0 0 5 5 】

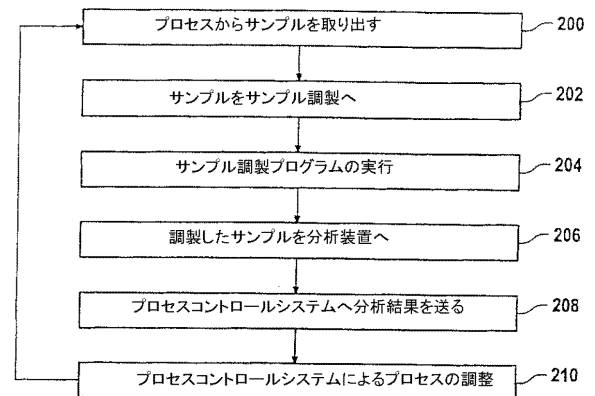
- 1 0 0 バイパスモジュール、
- 1 0 2 サンプル、
- 1 0 4 プロセス、
- 1 0 6 コントロールユニット、
- 1 0 8 サンプル調製システム、
- 1 1 0 調製したサンプル、
- 1 1 2 分析装置、 20
- 1 1 4 分析結果、
- 1 1 6 バス・インターフェース、
- 1 1 8 フィールド・バス、
- 1 2 0 プロセスコントロールシステム、
- 1 2 2 プログラム、
- 1 2 4 ドライバ・プログラム、
- 1 2 6 パラメータ、
- 1 2 8 P C インターフェース、
- 1 3 0 P C 、
- 1 3 2 ユーザ・インターフェース、 30
- 1 3 4 ファイル、
- 3 0 0 バイパス、
- 3 0 2 バルブ、
- 3 0 4 ライン、
- 3 0 6 サンプル調製モジュール、
- 3 0 7 混合容器、
- 3 0 8 較正モジュール、
- 3 1 0 シリンジモジュール、
- 3 1 2 モジュール、
- 3 1 4 モジュール、 40
- 3 1 6 注入モジュール、
- 3 1 7 濾過ユニット、
- 3 1 8 廃棄モジュール、
- 3 1 9 インジェクタ、
- 4 0 0 P C エレクトロニクスモジュール、
- 4 0 2 エレクトロニクスモジュール、
- 4 0 4 サンプルモジュール、
- 4 0 6 分析モジュール、
- 4 0 8 化学薬品モジュール、
- 4 1 0 化学薬品モジュール、 50

4 1 2 コンビネーション、
 5 0 0 ウィンドウ、
 5 0 2 エクスプローラ・ツリー、
 6 0 0 マスク、
 6 0 2 マスク、
 6 0 4 マスク、
 6 0 6 デバイスドライバ、
 6 0 8 デバイスドライバ、
 6 1 0 デバイスドライバ。

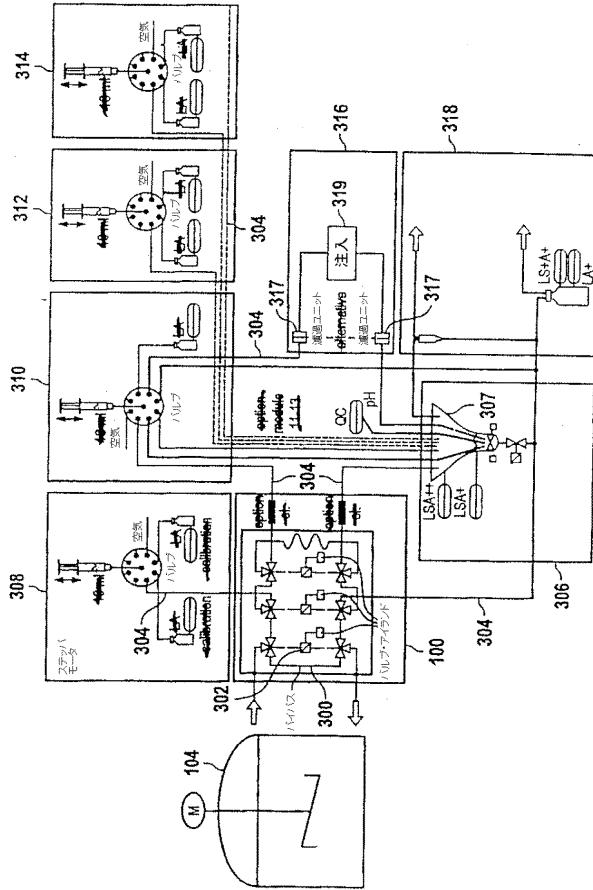
【図 1】



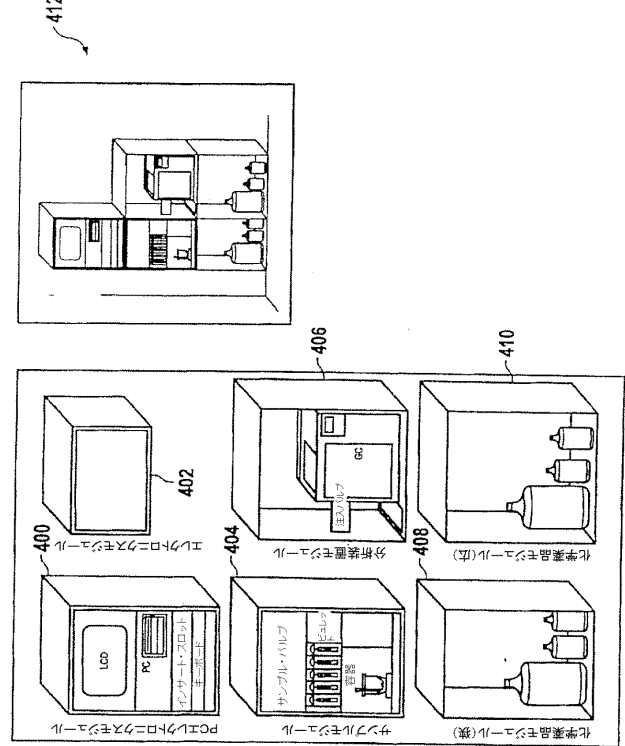
【図 2】



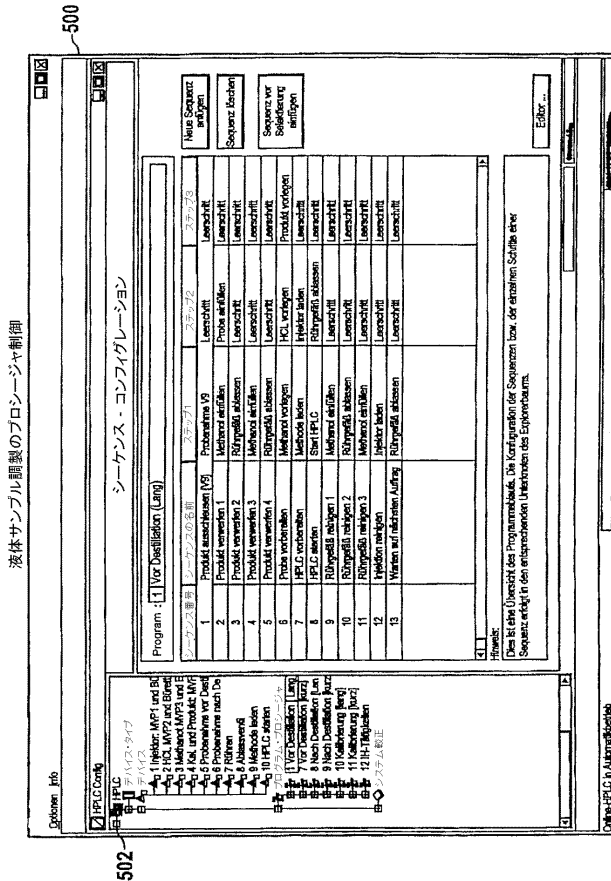
【図 3】



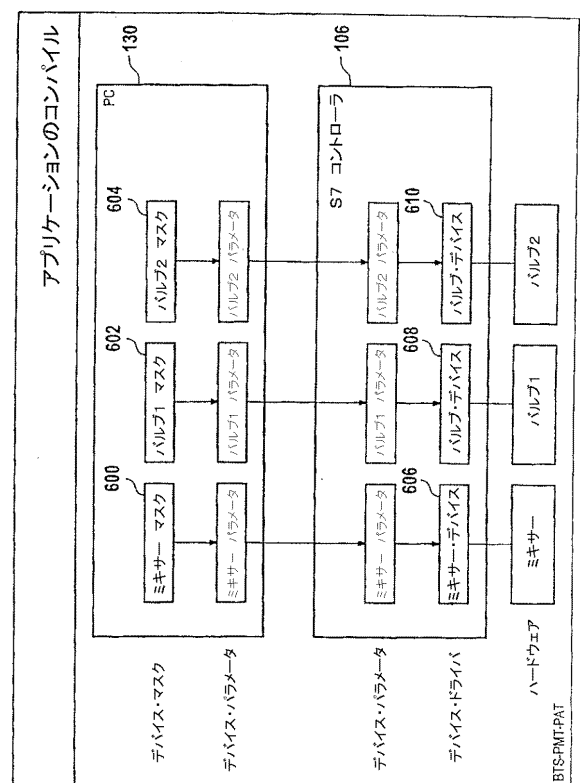
【図 4】



【図 5】



【図 6】



フロントページの続き

- (72)発明者 アンドレア・ヴィムシュナイダー
ドイツ連邦共和国デー - 4 0 5 9 7デュッセルドルフ、ベンローデシュトラッセ7 6 番
- (72)発明者 マルティン・ゲルラッハ
ドイツ連邦共和国デー - 4 1 5 3 9ドルマゲン、ハーバーラントシュトラッセ6 番
- (72)発明者 ブルクハルト・フリシュ
ドイツ連邦共和国デー - 5 1 3 7 7レーフェルクーゼン、テオドル - アドルノ - シュトラッセ2 4 番
- (72)発明者 ミヒャエル・ラーメ
ドイツ連邦共和国デー - 4 0 5 9 9デュッセルドルフ、テニスシュトラッセ4 4 番
- (72)発明者 ベルント・シュミッツ
ドイツ連邦共和国デー - 4 7 8 2 9クレフェルト、フランツ - シュトルヴェルク - シュトラッセ1 6 番
- (72)発明者 カルステン・ゾンマー
ドイツ連邦共和国デー - 4 7 8 3 9クレフェルト、アム・フルトバッハ6 番
- F ターム(参考) 2G058 BA01 BA07 GD05 GE02 GE04 GE05 GE06

【 外国語明細書 】

Process analysis systems with automatic liquid sample preparation and connection to process control systems

The invention relates to modular analysis systems for processes, for example chemical, physical, biochemical, biotechnological or other industrial processes, as well as to a corresponding connection to process control systems for controlling these processes, and to a computer program product.

Background of the invention

It is known from the prior art that in order to monitor a process, for example the manufacture of a chemical product, samples are regularly taken from the process and then analyzed. To this end, in many cases it has previously been necessary for a laboratory assistant or technician to take a sample manually. In general, such a sample cannot be analyzed directly, but requires sample preparation before it is possible to carry out the actual analysis, for example using a chromatograph, a mass-spectrometry detector or another type of analyzer. In this case, for example, gas chromatographs or high-performance liquid chromatographs (HPLC) may be used as chromatographs. The analysis result is then reported by the laboratory assistant to the manager of a process control system, so that he or she can input suitable modifications into the process control system if need be.

The manual working steps required of a laboratory assistant for carrying out the sample preparation may be very extensive. In order to help with this, automatic sample preparation systems have been developed for the sample preparation for chromatography, for example HPLC. Laborpraxis, Würzburg, 1990, 14, 11, 936, "Automatic sample preparation in HPLC", Wolfgang Vogel, has disclosed such an automatic sample preparation system for HPLC. The system carries out fully automatically dilution series, system performance tests, multipoint calibrations, standard additions and precolumn derivatizations, which are normally carried out by a laboratory assistant. After the sample preparation, the samples are then examined by liquid chromatography.

Corresponding systems for automatic sample preparation have furthermore been disclosed by Journal of Chromatography A, 730 (1996), 39-46, "Automation of sample preparation as a preliminary stage in the high-performance liquid chromatographic determination of polyphenolic compounds in sherry wines", D. A. Guillén et al., and in Journal of Automatic Chemistry, Vol. 17, No 1 (January-February 1995), pages 21-24, "A PC-controlled module system for automatic sample preparation and analysis", Östen Einarsson.

A disadvantage common to such previously known automatic sample preparation systems is that they are suitable only for sample preparation for chromatography. Such automatic sample preparation systems are not hence flexibly usable for other analysis methods, but rather are only usable in a manner dedicated to chromatography. Another disadvantage is that samples to be analyzed have to be taken manually from the process and must be delivered to the sample preparation. A further disadvantage is that the analysis result is primarily only of an informative nature, and is not therefore used directly in the control of the process.

It is therefore an object of the invention to provide an improved process analysis system and an improved method and computer program product for controlling a process.

Summary of the invention

The invention provides an analysis system which allows fully automatic integration of the sample analysis with upstream liquid sample preparation into a process control system. To this end, samples are automatically taken from the process by a suitable device. A sample which has been taken is processed by automatic sample preparation and then analyzed. The analysis result is then transmitted, for example via a field bus, to a process control system. The latter can then adjust the process accordingly. The present invention hence allows online conduct of sample preparation and analysis as an integral part of a process control system.

Detailed description

The steps required in order to prepare the sample for the analysis are carried out by the automatic sample preparation. Depending on the analysis method which is employed, these may for example comprise the following steps:

- filtration of the sample in order to prevent obstruction of lines, valves and columns,
- dilution of the sample with one or more solvents, in which case the dilution may be carried out in one or more steps; the concentration of a sample is thereby brought into the measurement range of the analyzer being used; in particular, dilution series with different concentrations are possible, for example in order to carry out multipoint calibrations,
- addition of an internal standard; the evaluation of the results is thereby facilitated, and a more accurate result is achieved in many cases;

- cooling or thermal regulation of the sample in order to obtain a suitable temperature for the analysis; this is necessary in particular for temperature-sensitive substances as well as for substances which entail problems owing to their viscosity and, for example, which can be measured properly only when heated;
- stripping of the sample with a gas, in order to remove unwanted volatile components;
- stripping of the sample with a gas and analysis of the gas phase; volatile components, for example from waste water, can thereby be determined;
- extraction of constituents by addition of suitable solvents;
- precipitation of sample constituents, for example for purification or separation of other substances which are present;
- derivatization, for example silylation of the sample, in order to convert the sample into a chemical form which is suitable for the analysis of the sample: in the case of reactive compounds, for example, without derivatization there is a risk that the sample may decompose on the chromatography column.

According to a preferred embodiment of the invention, a controllable bypass module is used for taking a sample from the process. The bypass module is connected to an automatic sample preparation system. This makes it possible to obtain a sample directly from the process via the bypass module, and to deliver it automatically to the sample preparation.

After the automatic sample preparation, the prepared sample is then delivered to an analyzer. The analysis result is then transmitted to a process control system, for example via a field bus.

According to a preferred embodiment of the invention, the automatic sample preparation apparatus is modularly constructed and comprises a plurality of modules. The modules are, for example, sample valves, burettes, dosing valves and the like, which are connected to one another via lines. The automatic sample preparation is

hence carried out through appropriate operation of the individual modules by a control unit.

Preferably, the sampling unit for taking the sample from the process, as well as the analyzer, are modularly constructed and connected via such lines to the modules for the sample preparation. This provides a modularly constructed and integrated system for taking the samples, for the sample preparation and for the sample analysis. This modular construction has the advantage, in particular, that the automatic sample preparation can be adapted to different analyzers without great outlay.

According to a preferred embodiment of the invention, this modular construction is also reflected in the control program of the system. Driver software for each module is stored in the control unit of the system. The control program accesses this driver software in order to carry out the steps of the automatic sample preparation and analysis according to a working procedure predetermined by the user.

According to another preferred embodiment of the invention, the procedure of the control program is established by parameters which can be defined by the user. For example, the user may select available modules, and actions to be carried out by them, via a graphical user interface of a conventional personal computer (PC). In this way, procedure sequences for the sampling, the sample preparation and the sample analysis can be defined with the aid of the modules in a tabular form.

The parameters describing this procedure are then exported by the PC and transmitted to the control unit of the control system. There, these parameters establish the program procedure of the control program. The parameters hence determine the order in which the control program calls up individual driver programs, as well as the control parameters which the control program gives to the driver software in order to make a particular module perform a particular action.

A particular advantage in this case is that a computer expert is not needed for establishing the program procedure of the control program, since the program procedure can be entered intuitively via a graphical user interface by selecting modules and the actions to be carried out. In particular, a laboratory assistant or technician can hence use the graphical user interface to describe the steps previously carried out manually by him or her. This description is then used as the parameterization for the control program, so that the latter addresses the respectively

required driver software in the necessary order.

According to a preferred embodiment of the invention, an automation component is used as the control unit, for example a Simatik S7 controller from the company Siemens AG. Such an automation component is designed for problem-free continuous use in an industrial environment, and is therefore not liable to "crash" like a conventional PC. A particular advantage in this case is that the PC, with the aid of which the user inputs the procedure, and the control unit can be disconnected from one another during operation of the system, i.e. the PC can be disconnected from the control unit after the parameters which establish the program procedure have been transmitted from the PC to the control unit. Operation of the control unit independently of the PC is therefore possible.

The analysis system according to the invention is particularly advantageous since, owing to its modular construction and the flexibility which can thereby be achieved, it can be used for a very wide variety of processes, in particular, for chemical, physical, biochemical, biotechnological or other industrial processes.

Brief description of the drawings

Preferred embodiments of the invention will be explained in more detail below with reference to the drawings, in which:

Figure 1 shows a block diagram of a preferred embodiment of a control system according to the invention,

Figure 2 shows a flow chart representing a preferred embodiment of the control method employing the system in Figure 1,

Figure 3 shows a preferred embodiment of a modularly constructed automatic sample preparation system with a bypass module and a sample analysis module,

Figure 4 shows a perspective representation of representative combinations of the modules,

Figure 5 shows a graphical user interface on a PC for establishing the program procedure,

Figure 6 shows a block diagram of a preferred embodiment of the control system with an automation component.

Figure 1 shows a block diagram of an embodiment of an analysis system according to the invention. The analysis system has a bypass module 100 for taking a sample 102 from a process 104. The bypass module 100 is connected to a control unit 106, which can operate the bypass module 100 in order to take the sample 102 from the process 104.

The bypass module 100 is connected to a sample preparation system 108, so that the sample 102 goes from the bypass module 100 into the sample preparation system 108. The sample preparation system 108 contains various modules M1, M2, M3,..., a particular functionality being fulfilled by each of the modules.

The modules M1, M2, M3,... may be sample valves, burettes, dosing valves and the like. They are connected to one another via a line network. Through operation of the sample preparation system 108, i.e. individual modules of the sample preparation system, by the control unit 106, the sample 102 is hence subjected to automatic sample preparation. The resulting prepared sample 110 then goes from the sample preparation system 108 into the analyzer 112. The analyzer 112 is, for example, a gas or liquid chromatograph, a mass-spectrometry detector or analyzer for carrying out Raman spectroscopy or near-infrared spectroscopy. The analyzer 112 generates an analysis result 114 which is transmitted to the control unit 106, for example in the form of a data file.

Instead of a single analyzer 112, a plurality of such analyzers may also be connected to the sample preparation system 108 in a parallel circuit.

The control unit 106 has a bus interface 116, via which the control unit 106 is connected to a field bus 118. The latter may, for example, be a Profibus or industrial Ethernet. Coupling via conventional wiring (individual signals) or via serial interfaces is furthermore possible.

The control unit 106 outputs the analysis result 114, or part of it, via the bus interface 116 onto the field bus 118 in the form of a data stream, which has an automation component of the process control system 120 as its target addresses. The relevant

automation component of the process control system 120 processes the analysis result as a control variable, for example by comparison with a setpoint value, in order to adjust the process 104 accordingly if need be.

As an alternative, the adjustment may also be carried out by transmitting the analysis result via the field bus 118 to a control panel, where it is displayed. The display of the analysis result may be combined with an acoustic or optical warning signal when the analysis result lies outside a setpoint range. Adjustment of the process may then be carried out if need be, for example through manual input by the user in order to modify a process parameter.

As another alternative, the control may also be carried out by using model-based automated process control, i.e. for example by using control in state space, a neural network or a hybrid neural network with rigorous model components.

The control unit 106 contains a program 122, which is used to control the program procedure of the sampling by operation of the bypass module 100, the sample preparation by operation of the sample preparation system 108 and the sample analysis by operation of the analyzer 112. In order to operate the bypass module 100, the modules M1, M2, M3,..., the sample preparation system 108 and the analyzer 112, the program 122 accesses corresponding driver programs 124 which are respectively assigned to the respective modules. The program procedure of the program 122 is established by parameters 126 which establish the chronological order of the operation of modules and the control parameters to be given to the respective driver program.

In order to input the parameters 126 into the control unit 106, the latter has a PC interface 128. The control unit 106 can be connected to a PC 130 by means of the PC interface 128. The PC 130 has a user interface 132, which is preferably designed as a graphical user interface.

A user inputs the parameters 126 via the user interface 132. After this input has been carried out, a corresponding file 134 is exported and transmitted from the PC 130 to the control unit 106. In this way, the control unit 106 receives the parameters 126 which establish the procedure of the program 122. After the file 134 has been transmitted from the PC 130 to the control unit 106, the link between the PC 130 and the control unit 106 can be disconnected. This has the advantage that unimpaired

function of the control unit 106 is no longer dependent on the PC 130.

The user can also carry out selection of the analyzer 112 via the user interface 132, when there are a plurality of analyzers connected in parallel. The procedure of the program 122 for the conduct of the sample preparation necessary for the selected analyzer 112 is established at the same time by the selection of the analyzer 112.

Furthermore, it is also possible for the same sample preparation to be usable for different analyzers 112. In this case, an appropriate quantity of the sample is prepared and then apportioned to these analyzers. This apportioning of the prepared sample is likewise carried out under the control of the program 122.

Another variant is that a sample prepared for a particular type of analyzer requires further preparation steps in order to be used for another type of analyzer. In this case, a certain quantity of the sample prepared for the first type of analyzer may be extracted before carrying out further sample preparation steps with the remaining quantity of sample.

Via the program 122, it is hence possible for a sample to be prepared for a plurality of analyses to be carried out essentially simultaneously in the analyzers connected in parallel. It is likewise possible for the sample preparation to be carried out in several stages, the intermediate products being delivered, in the correct order, to corresponding types of analyzers.

The control system in Figure 1 hence makes it possible to automate the manual taking of a sample from the process which was required in the prior art, and the sample preparation and analysis, and furthermore to feed the analysis result into a process control system as a control variable. On the one hand, this makes it possible to save significantly on personnel resources. On the other hand, owing to its modular construction, the control system can be adapted to different analysis tasks with very minor outlay in terms of both hardware and software.

The procedure can be defined intuitively via the graphical user interface, for example by a laboratory assistant or technician who can hence contribute his or her expertise to the automation of the procedure. Furthermore, the control system also allows improved process control since, on the one hand, the sampling is carried out in accurately predefined time intervals or at programmable times, the sample

preparation and analysis are carried out fully automatically with consistent quality in a reproducible way, and the analysis result can be fed into the adjustment of the process as a control variable with no time delay.

Figure 2 illustrates this procedure once more. In step 200, a sample is taken from the process. This is done through operation of a sampling unit, for example a bypass module, by the control unit of the control system. In step 202, the sample which has been taken is then delivered to an automatic sample preparation system, for example via a liquid line. In step 204, the automatic sample preparation is carried out according to a predetermined program procedure. In step 206, the prepared sample is put into an analyzer, where it is analyzed.

If there are a plurality of analyzers, the prepared sample is divided up and put into two or more analyzers for an analysis running simultaneously in parallel. The consequent analysis result or results are then transmitted in parallel or sequentially to a process control system. This is done in step 208. In step 210, the process control system can make an adjustment to the process based on the analysis result, if need be.

Steps 200 to 210 are preferably performed cyclically within predetermined time intervals, or after the process control system has established that a particular condition has been satisfied and the process control system has used the field bus to send the control unit a corresponding request signal to obtain an analysis result.

Figure 3 shows an embodiment of the sampling, the automatic sample preparation and sample analysis of a control system according to the invention. Elements in Figure 3 which correspond to elements in Figure 1 are in this case denoted by the same references.

The bypass module 100 has a bypass 300 which, through various valves 302 which can be operated by the control unit, makes it possible to take a sample from the process 104. The bypass module 100 is connected via lines 304 to various modules of the sample preparation system. These include the sample preparation module 306, the calibration module 308, the syringe module 310 and other modules 312 and 314, the injection module 316 and the waste module 318. The said modules are connected to one another via lines 304 or can be connected to one another by appropriate valve settings. The various modules and valves can be operated by the control unit of the

control system.

For example, the sample taken from the process 104 by the bypass module 100 goes directly, or via one of the other modules, into the sample preparation module 306 where further substances are added to the sample according to a predetermined procedure, for example in order to dilute the sample. To this end, a mixing vessel 307 is provided in the sample preparation module 306. Elements for regulating the sample to a suitable temperature may furthermore be provided in the sample preparation module 306. After the sample preparation has been completed, the prepared sample is taken from the sample preparation module 306 and injected into the analyzer via the injection module 316.

The injection module 316 has an injector 319, from which the prepared sample is injected directly into the analyzer. The prepared sample reaches the injector 319, for example, from the syringe module 310 or from the sample preparation module 306. Filtration units 317 are arranged in corresponding feed lines leading to the injector 319.

Figure 4 shows an example of the various modules and their combination in a perspective view. For example, the following predetermined modules are available for the construction of the control system: PC electronics module 400 with an LCD display, a PC slot and a keyboard, electronics module 402 for holding the control unit, sample module 404 for fulfilling various functionalities, analyzer module 406 with an analyzer, for example a gas chromatograph, into which a prepared sample can be introduced via a dosing valve, chemicals module 408 and 410 of different sizes. The chemicals modules 408 and 410 can be used to hold various solvents, an internal standard, calibration solutions, extraction agents or derivatization reagents.

These modules may, for example, be interconnected to form the combination 412. A sample preparation system can hence be assembled flexibly according to the sample preparation required for the analysis.

It is furthermore advantageous that the modules can be planned and manufactured individually. Furthermore, a plurality of sample modules may be connected to a single analyzer, and different analyzers may also be connected to a single sample module.

Figure 5 shows a window 500 of a graphical user interface (cf. the user interface 132 in Figure 1). The window 500 contains the representation of an explorer tree 502 in which the available modules are listed, i.e. the "devices" of the automatic sample preparation system. The explorer tree 502 furthermore shows the program procedures which can be carried out with the aid of these devices.

A program procedure is input by a user in a tabular form. To this end, the program procedure is subdivided into sequences, to which a sequence number is respectively assigned. Each sequence is furthermore given a sequence name. A sequence consists of, for example, three steps. A user-defined action is carried out by one of the devices in each step. The user can hence intuitively establish the program procedure for the sample preparation by selecting devices and inputting corresponding parameters.

According to the embodiment in Figure 6, this is done by calling up a separate mask 600, 602 and 604 for each device selected by the user, for example "mixer", "valve 1" and "valve 2", respectively. The user inputs the specific device parameters via such a mask.

The device parameters are then transmitted from the PC 130 to the control unit 106, which is for example a Simatik S7 controller from the company Siemens. During the running of the program in the control unit 106, these parameters are then given to the corresponding device drivers 606, 608, 610. The corresponding hardware components are operated by means of this.

The software development is preferably carried out on the basis of function types. Function types form the basis for the compilation of procedures, i.e. they contain information and parameters pertaining to a particular functionality. The function types are used as a library and are programmed for the control unit. The function parameters are then mapped in the PC.

From the library of function types, a type is selected and specially parameterized. This provides the description of a device, which is given its own name and can be included in the procedures. The relevant device name appears in the explorer tree of the user interface (cf. Explorer tree 502 in Figure 5).

Procedures can be established on the basis of the devices defined in this way by

selecting the devices in a particular order. A procedure consists of a number of sequences, which are carried out in succession. Each sequence defines a plurality of actions. Up to three actions may preferably be defined in a sequence, and these are run in parallel. In this case, an action consists of a defined device which is started in a sequence within a procedure. A cycle is defined by the order of the procedures which is established in this way by the user.

On the basis of function types, i.e. an abstract description of device classes, device descriptions can hence be compiled efficiently for the specific parameters of a sample preparation.

List of references

bypass module	100
sample	102
process	104
control unit	106
sample preparation system	108
prepared sample	110
analyzer	112
analysis result	114
bus interface	116
field bus	118
process control system	120
program	122
driver programs	124
parameters	126
PC interface	128
PC	130
user interface	132
file	134
bypass	300
valve	302
lines	304
sample preparation module	306
mixing vessel	307
calibration module	308
syringe module	310
module	312
module	314
injection module	316
filtration unit	317
waste module	318
injector	319
PC electronics module	400
electronics module	402
sample module	404
analyzer module	406
chemicals module	408

chemicals module	410
combination	412
window	500
explorer tree	502
mask	600
mask	602
mask	604
device driver	606
device driver	608
device driver	610

We claim:

1. Analysis system for a process, having:
 - a sampling unit,
 - a sample preparation system,
 - an analyzer, and
 - a control unitwherein said sampling unit is adapted to take a sample from a sample source and provide said sample to said sample preparation system, said sample preparation system is adapted to prepare said sample for analysis and provide the so prepared sample to said analyzer, and said analyzer is adapted to analyze said prepared sample and communicate the results of said analysis to said control unit, and said control unit is adapted to provide a signal to a process control unit in accordance with the results of said analysis.
2. Analysis system according to Claim 1, wherein said sampling unit is a controllable bypass for taking a liquid sample.
3. Analysis system according to Claim 1 or 2, wherein said sample preparation system is a modular system comprising a plurality of modules.
4. Analysis system according to Claim 3, wherein said control unit is adapted to communicate with said sample preparation system and comprises a control program and driver programs for the modules of the sample preparationsystem.
5. Analysis system according to Claim 4, wherein said control program comprises a program procedure which is determinable in accordance with data imported from a computer.
6. Analysis system according to Claim 5, wherein said computer comprises a representation for each module of the sample preparationsystem, and a user interface through which representations of the modules and the actions to be carried out by the selected modules are selectable to assemble an analysis sequence, and the computer is adapted to export data defining said analysis sequence to the control program.

7. Analysis system according to claim 1, wherein said analyzer comprises a chromatograph or a combination of a chromatograph and a mass-spectrometry detector (GC-MS or HPLC-MS).
8. Analysis system according to claim 1, wherein said control unit comprises a bus interface and said analyzer communicates with said process control system through said interface with a bus system of the process control system.
9. Method for controlling a process, comprising the steps of:
 - taking a sample from the process by operation of a sampling unit, which is coupled to an automatic sample preparation system,
 - delivering the sample to the automatic sample preparation system,
 - carrying out an automatic sample preparation under the the control of a control program,
 - delivering the so prepared sample to an analysis unit, and analyzing said sample to produce an analysis result, and
 - transmitting said analysis result to a process control system which adjusts said process in accordance with said analysis result.
10. Method according to Claim 9, wherein the automatic sample preparation system is modularly constructed, comprises a plurality of modules, said modules comprising driver software, and the control program is adapted to access the driver software of the modules in accordance with parameters which are predeterminable by a user.
11. Method according to Claim 10, comprising transmitting parameters from a computer to a control unit of the automatic sample preparation system for parameterization of the control program before the start of the control program.
12. Method according to Claim 11, comprising selecting modules and actions to be carried out by the modules by a user via a user interface of the computer in a tabular form, and exporting the user's selection in the form of parameters for transmission to the control unit.
13. Digital storage media having stored thereon a computer program product for

a control unit of an analysis system for a process, for carrying out the following steps:

- operation of a sampling unit for taking a sample from the process,
- operation of a sample preparation system for automatically carrying out a sample preparation of the sample which has been taken,
- operation of an analyzer for analysis of the prepared sample,
- outputting an analysis result onto a bus system of a process control system, for adjustment of the process by the process control system in accordance with the analysis result.

14. Digital storage media according to Claim 13, wherein the computer program accesses modules of the sample preparation system for the automatic sample preparation through driver program modules.
15. Digital storage media according to Claim 14, on which the program procedure for the carrying out the automatic sample preparation is established by data imported from a computer.

Abstract

An analysis system for a process, having:

- means (100; 300) for taking a sample from the process,
- sample preparation means (108; 302, 304, 306, 307, 308, 310, 312, 314, 316, 317, 318),
- means (112) for analyzing the sample,
- means (106, 116) for transmitting an analysis result (114) to a process control system (118, 120).

Fig. 1

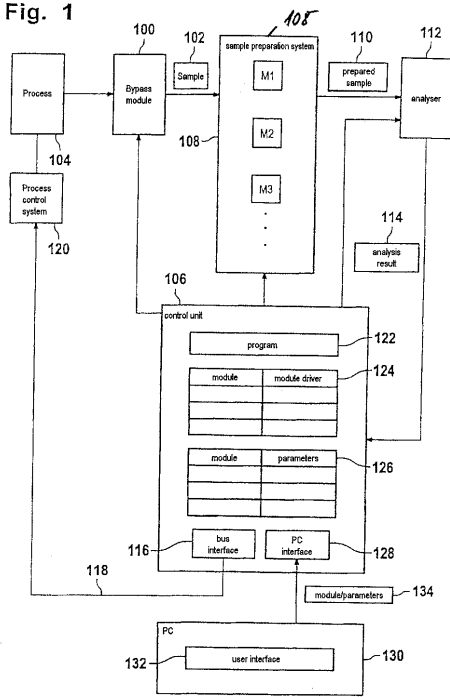


Fig. 2

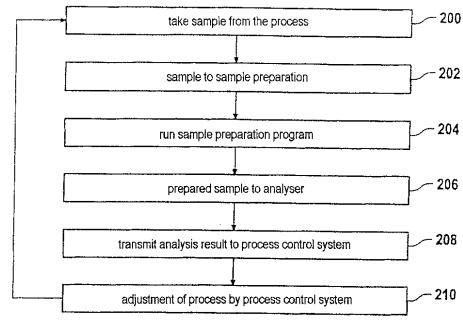


Fig. 3

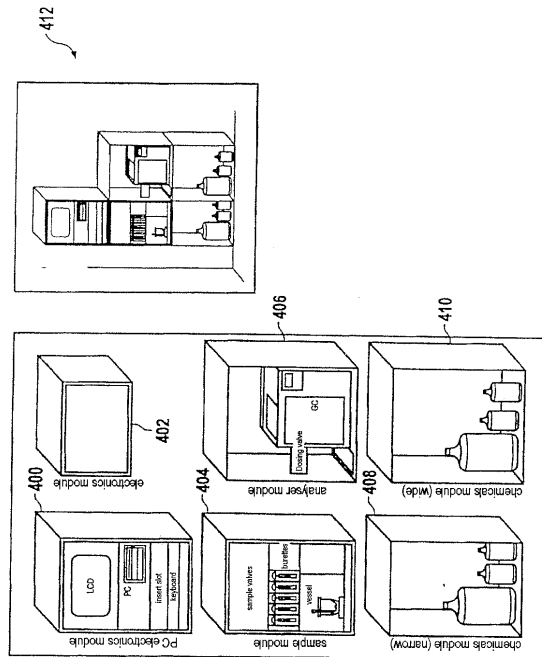
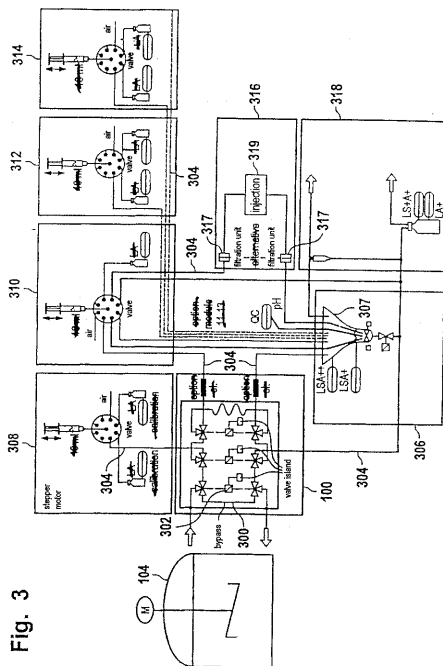


Fig. 4

