



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 103 01 421 A1** 2004.07.29

(12)

Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **103 01 421.7**

(22) Anmeldetag: **16.01.2003**

(43) Offenlegungstag: **29.07.2004**

(51) Int Cl.⁷: **G01N 1/28**

(71) Anmelder:
Bayer AG, 51373 Leverkusen, DE

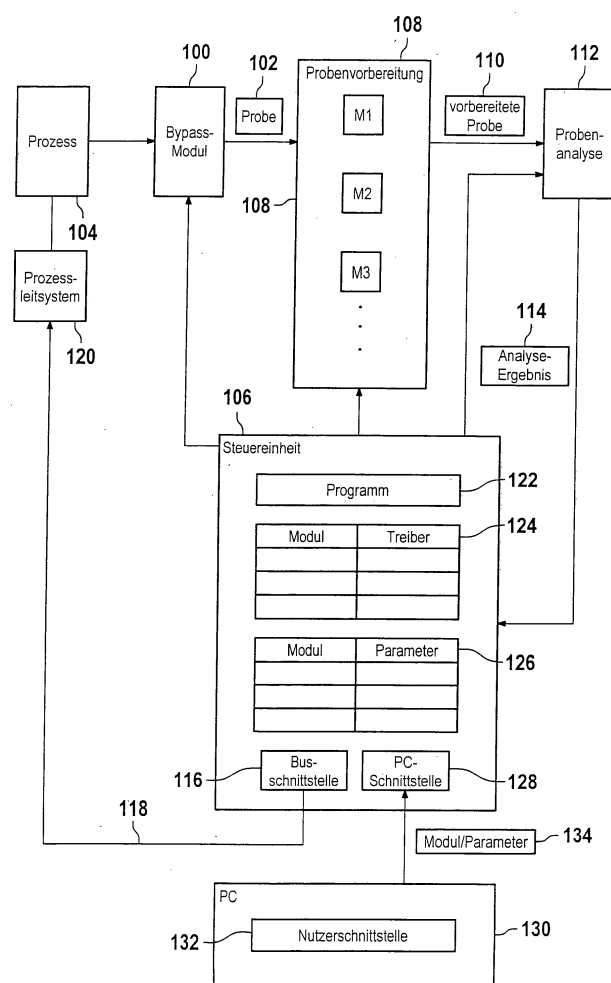
(72) Erfinder:
Wimschneider, Andrea, Dr., 40597 Düsseldorf, DE; Gerlach, Martin, Dr., 41539 Dormagen, DE; Frisch, Burkhard, 51377 Leverkusen, DE; Lahme, Michael, 40599 Düsseldorf, DE; Schmitz, Bernd, 47829 Krefeld, DE; Sommer, Karsten, Dipl.-Ing., 47800 Krefeld, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Prozessanalysensysteme mit automatischer Flüssigprobenvorbereitung und Anbindung zu Prozessleitsystemen**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Regelungssystem für einen Prozess mit:

- Mitteln (100; 300) zur Entnahme einer Probe aus dem Prozess,
- Mitteln (108; 302, 304, 306, 307, 308, 310, 312, 314, 316, 317, 318) zur Probenvorbereitung,
- Mitteln (112) zur Analyse der Probe,
- Mitteln (106, 116) zur Übertragung eines Analyseergebnisses (114) zu einem Prozessleitsystem (118, 120).



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft modulare Analysensysteme für Prozesse, beispielsweise chemische, physikalische, biochemische, biotechnologische oder sonstige verfahrenstechnische Prozesse, sowie eine entsprechende Anbindung an Prozessleitsysteme zur Regelung dieser Prozesse und ein Computerprogrammprodukt.

[0002] Aus dem Stand der Technik ist es bekannt, dass zur Überwachung eines Prozesses beispielsweise zur Herstellung eines chemischen Produkts dem Prozess regelmäßig Proben entnommen werden, die dann analysiert werden. Hierzu ist es bislang in vielen Fällen erforderlich, dass ein Laborant oder Techniker manuell eine Probe entnimmt. Im Allgemeinen kann eine solche Probe nicht unmittelbar analysiert werden, sondern bedarf einer Probenvorbereitung, bevor die eigentliche Analyse z. B. durch einen Chromatographen, einen massenspektrometrischen Detektor oder einen anderen Analysator durchgeführt werden kann. Als Chromatographen kommen dabei z. B. Gaschromatographen oder High Performance Liquid Chromatographen (HPLC) zum Einsatz. Das Analyseergebnis wird dann von dem Laboranten an den Bediener eines Prozessleitsystems gemeldet, sodass dieser erforderlichenfalls entsprechende Anpassungen in das Prozessleitsystem eingeben kann.

Stand der Technik

[0003] Die erforderlichen manuellen Arbeitsschritte eines Laboranten zur Durchführung der Probenvorbereitung können recht umfangreich sein. Um hier Abhilfe zu schaffen, sind für die Probenvorbereitung für Chromatographie, z. B. die HPLC automatische Probenvorbereitungssysteme entwickelt worden. Aus Laborpraxis, Würzburg, 1990, 14, 11, 936, „Automatische Probenvorbereitung in der HPLC“, Wolfgang Vogel, ist ein solches automatisches Probenvorbereitungssystem für die HPLC bekannt geworden. Das System führt vollautomatisch Verdünnungsreihen, Systemeignungstests, Mehrpunktkalibrierungen, Standardadditionen und Vorsäulenderivatisierungen durch, die üblicherweise manuell von einem Laboranten durchgeführt werden. Nach der Probenvorbereitung werden die Proben dann flüssigkeitschromatographisch untersucht.

[0004] Entsprechende Systeme zur automatischen Probenvorbereitung sind ferner aus 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. und aus Journal of Automatic Chemistry, Bd. 17, Nr. 1 (Januar-Februar 1995), Seiten 21-4, „A PC-controlled module system for automatic sample preparation and analysis“, Östen Einarsson bekannt geworden.

[0005] Ein gemeinsamer Nachteil solcher vorbekannter automatischen Probenvorbereitungssysteme ist, dass diese nur für die Probenvorbereitung für die Chromatographie geeignet sind. Solche automatischen Probenvorbereitungssysteme sind also nicht flexibel auch für andere Analyseverfahren einsetzbar, sondern sind nur dediziert für die Chromatographie verwendbar. Ein weiterer Nachteil ist, dass zu analysierende Proben manuell dem Prozess entnommen werden und der Probenvorbereitung zugeführt werden müssen. Ebenfalls ist nachteilig, dass das Analyseergebnis zunächst nur informativen Charakter hat und nicht unmittelbar in die Regelung des Prozesses eingeht.

Aufgabenstellung

[0006] Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde ein verbessertes Prozessanalysensystem sowie ein verbessertes Verfahren und Computerprogrammprodukt zur Regelung eines Prozesses zu schaffen.

[0007] Die der Erfindung zugrunde liegenden Aufgaben werden jeweils mit den Merkmalen der unabhängigen Patentansprüche gelöst. Bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung sind in den abhängigen Patentansprüchen angegeben.

[0008] Die Erfindung ermöglicht eine voll automatische Integration der Probenanalyse mit vorgeschalteter Flüssigprobenvorbereitung in ein Prozessleitsystem. Hierzu werden dem Prozess durch eine geeignete Vorrichtung automatisch Proben entnommen. Eine entnommene Probe wird durch eine automatische Probenvorbereitung verarbeitet und danach analysiert. Das Analyseergebnis wird dann beispielsweise über einen Feldbus an ein Prozessleitsystem übertragen. Dieses kann dann den Prozess entsprechend nachregeln. Die vorliegende Erfindung ermöglicht also eine online Durchführung von Probenvorbereitung und Analyse als integralen Bestandteil eines Prozessleitsystems.

[0009] Durch die automatische Probenvorbereitung werden die zur Vorbereitung der Probe für die Analyse erforderlichen Schritte durchgeführt. Je nach dem zur Anwendung kommenden Analyseverfahren, kann es sich zum Beispiel um die folgenden Schritte handeln:

- Filtration der Probe, um eine Verstopfung von Leitungen, Ventilen und Säulen zu verhindern,
- Verdünnung der Probe mit einem oder mehreren verschiedenen Lösungsmitteln, wobei die Verdünnung in einem oder mehreren Schritten erfolgen kann; dadurch wird die Konzentration einer Probe in den Messbereich des verwendeten Analysators gebracht; insbesondere sind Verdünnungsreihen mit verschiedenen Konzentrationen möglich, um zum Beispiel Mehrpunktkalibrationen durchzuführen,
- Zugabe von internem Standard; damit wird die Auswertung der Ergebnisse erleichtert und in vie-

len Fällen ein genaueres Ergebnis erzielt;

- Kühlung oder Temperierung der Probe um eine geeignete Temperatur für die Analyse zu erzielen, dies ist insbesondere bei temperaturempfindlichen Stoffen erforderlich sowie bei Stoffen, die wegen ihrer Viskosität Probleme bereiten und erst durch z. B. Erwärmung gut vermessbar sind;
- Ausstrippen der Probe mit einem Gas, um störende leichtflüchtige Komponenten zu vertreiben;
- Ausstrippen der Probe mit einem Gas und Vermessen der Gasphase; damit können leichtflüchtige Verbindungen, z. B. aus Abwasser bestimmt werden;
- Extraktion von Inhaltsstoffen durch Zugabe von geeigneten Lösungsmitteln;
- Umfällung von Probeninhaltsstoffen, z. B. zur Aufreinigung oder Abtrennung von anderen Begleitstoffen;
- Derivatisierung, z. B. Silylierung der Probe, um die Probe in eine chemische Form zu überführen, die sich für die Analyse der Probe eignet, z. B. besteht bei reaktiven Verbindungen ohne Derivatisierung die Gefahr der Zersetzung der Probe auf der chromatographischen Säule.

[0010] Nach einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird zur Entnahme einer Probe aus dem Prozess ein steuerbares Bypassmodul verwendet. Das Bypassmodul ist mit einem automatischen Probenvorbereitungssystem verbunden. Dies ermöglicht es unmittelbar aus dem Prozess durch das Bypassmodul eine Probe zu gewinnen und diese automatisch der Probenvorbereitung zuzuführen.

[0011] Nach der automatischen Probenvorbereitung wird die vorbereitete Probe dann einem Analysator zugeführt. Das Analyseergebnis wird dann z. B. über einen Feldbus an das Prozessleitsystem übertragen.

[0012] Nach einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist die automatische Probenvorbereitung modular aufgebaut. Bei den Modulen handelt es sich z. B. um Probenventile, Büretten, Dosierventile und dergleichen, die durch Leitungen miteinander verbunden sind. Durch entsprechende Ansteuerung der einzelnen Module von einer Steuereinheit wird so die automatische Probenvorbereitung durchgeführt.

[0013] Vorzugsweise sind auch die Entnahmeeinheit zur Entnahme der Probe aus dem Prozess sowie der Analysator modular aufgebaut und über solche Leitungen mit den Modulen für die Probenvorbereitung verbunden. Dadurch wird ein modular aufgebautes und integriertes System zur Entnahme der Proben, zur Probenvorbereitung und zur Probenanalyse geschaffen. Dieser modulare Aufbau hat insbesondere den Vorteil, dass die automatische Probenvorbereitung für unterschiedliche Analysatoren ohne großen Aufwand anpassbar ist.

[0014] Nach einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung spiegelt sich dieser modulare Aufbau auch in dem Steuerungsprogramm des Systems wi-

der. In der Steuereinheit des Systems ist für jedes Modul eine Treibersoftware hinterlegt. Auf diese Treibersoftware greift das Steuerungsprogramm zu, um nach einem vom Nutzer vorgebbaren Arbeitsablauf die Schritte der Probenentnahme, der automatischen Probenvorbereitung und Analyse vorzunehmen.

[0015] Nach einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird der Ablauf des Steuerungsprogramms durch vom Nutzer definierbare Parameter festgelegt. Beispielsweise kann der Nutzer über eine grafische Nutzerschnittstelle eines üblichen Personalcomputers (PC) zur Verfügung stehende Module und von diesen auszuführende Aktionen auswählen. Dadurch können in tabellarischer Form Ablaufsequenzen für die Probenentnahme, Probenvorbereitung und Probenanalyse mit Hilfe der Module definiert werden.

[0016] Die diesen Ablauf beschreibenden Parameter werden dann von dem PC exportiert und an die Steuereinheit des Regelungssystems übertragen. Dort legen diese Parameter den Programmablauf des Steuerungsprogramms fest. Die Parameter bestimmen also die Reihenfolge in der das Steuerungsprogramm einzelne Treiberprogramme aufruft sowie auch die Steuerungsparameter, die das Steuerungsprogramm an die Treibersoftware übergibt, um ein bestimmtes Modul zu einer bestimmten Aktion zu veranlassen.

[0017] Von besonderem Vorteil ist hierbei, dass zur Festlegung eines Programmablaufs des Steuerungsprogramms kein Computerexperte erforderlich ist, da der Programmablauf in intuitiver Art und Weise über die grafische Benutzerschnittstelle durch Auswahl von Modulen und den durchzuführenden Aktionen erfolgen kann. Insbesondere kann so ein Laborant oder Techniker die zuvor von ihm manuell durchgeführten Schritte über die grafische Benutzerschnittstelle beschreiben. Diese Beschreibung dient dann als Parametrisierung für das Steuerungsprogramm, sodass dieses die jeweils erforderliche Treibersoftware in der benötigten Reihenfolge anspricht.

[0018] Nach einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung dient als Steuereinheit eine Automatisierungskomponente, wie beispielsweise eine Simatik S7 der Firma Siemens AG. Eine solche Automatisierungskomponente ist für den störungsfreien Dauereinsatz in einer industriellen Umgebung ausgelegt und kann daher nicht wie ein üblicher PC „abstürzen“. Von besonderem Vorteil ist hierbei, dass der PC, mit Hilfe dessen der Benutzer den Ablauf eingibt, und die Steuereinheit beim Betrieb des Systems voneinander getrennt werden können, d. h. nachdem die Parameter, die den Programmablauf festlegen, von dem PC an die Steuereinheit übertragen worden sind, kann der PC von der Steuereinheit getrennt werden. Dadurch ist ein Betrieb der Steuereinheit unabhängig vom PC möglich.

[0019] Das erfindungsgemäße Analysensystem ist insbesondere deshalb besonders vorteilhaft, da es aufgrund seines modularen Ausbaus und seiner da-

mit erzielbaren Flexibilität für unterschiedlichste Prozesse einsetzbar ist, insbesondere für chemische, physikalische, biochemische, biotechnologische oder sonstige verfahrenstechnische Prozesse.

Ausführungsbeispiel

[0020] Im Weiteren werden bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung mit Bezugnahme auf die Zeichnungen näher erläutert. Es zeigen:

[0021] **Fig. 1** ein Blockdiagramm einer bevorzugten Ausführungsform eines erfindungsgemäßen Regelungssystems,

[0022] **Fig. 2** ein Flussdiagramm zur Darstellung einer bevorzugten Ausführungsform eines Verfahrens zur Regelung mit Hilfe des Systems der **Fig. 1**,

[0023] **Fig. 3** eine bevorzugte Ausführungsform für eine modular aufgebaute automatische Probenvorbereitung mit Bypassmodul und Probenanalysemodul,

[0024] **Fig. 4** eine perspektivische Darstellung von Beispielskombinationen der Module,

[0025] **Fig. 5** eine grafische Benutzerschnittstelle auf einem PC zur Festlegung des Programmablaufs,

[0026] **Fig. 6** ein Blockdiagramm einer bevorzugten Ausführungsform des Regelungssystems mit einer Automatisierungskomponente.

[0027] Die **Fig. 1** zeigt ein Blockdiagramm einer Ausführungsform eines erfindungsgemäßen Regelungssystems. Zu dem Regelungssystem gehört ein Bypassmodul **100** zur Entnahme einer Probe **102** aus einem Prozess **104**. Das Bypassmodul **100** ist mit einer Steuereinheit **106** verbunden, die das Bypassmodul **100** zur Entnahme der Probe **102** aus dem Prozess **104** ansteuern kann.

[0028] Das Bypassmodul **100** ist mit einer Probenvorbereitung **108** verbunden, sodass die Probe **102** von dem Bypassmodul **100** in die Probenvorbereitung **108** gelangt. Die Probenvorbereitung **108** beinhaltet verschiedene Module M1, M2, M3,..., wobei durch jedes der Module eine bestimmte Funktionalität realisiert wird.

[0029] Hierbei kann es sich beispielsweise um Probenventile, Büretten, Dosierventile und dergleichen handeln. Diese sind untereinander mit einem Leitungsnetz verbunden. Durch Ansteuerung der Probenvorbereitung **108**, d.h. einzelner Module der Probenvorbereitung, durch die Steuereinheit **106** wird so die Probe **102** einer automatischen Probenvorbereitung unterzogen. Die resultierende vorbereitete Probe **110** gelangt dann von der Probenvorbereitung **100** in den Analysator **112**. Bei dem Analysator **112** handelt es sich z. B. um einen Gas- oder Flüssigkeitschromatographen, um einen massenspektrometrischen Detektor oder um eine Analysator zur Durchführung von Ramanspektroskopie oder Nahinfrarotspektroskopie. Der Analysator **112** gibt ein Analyseergebnis **114** aus, welches beispielsweise in Form einer Datei zu der Steuereinheit **106** übertragen wird.

[0030] Statt eines Analysators **112** können auch

mehrere solcher Analysatoren in einer Parallelschaltung mit der Probenvorbereitung **108** verbunden sein.

[0031] Die Steuereinheit **106** hat eine Busschnittstelle **116**, über die die Steuereinheit **106** mit einem Feldbus **118** verbunden ist. Hierbei kann es sich z. B. um einen Profibus oder um Industrial Ethernet handeln. Daneben ist auch eine Ankopplung über konventionelle Verdrahtung (Einzelsignale) oder über serielle Schnittstellen möglich.

[0032] Über die Busschnittstelle **116** gibt die Steuereinheit **106** das Analyseergebnis **114** oder Teile hiervon auf den Feldbus **118** in Form eines Datentelegramms aus, welches als Zieladresse eine Automatisierungskomponente des Prozessleitsystems **120** hat. Die betreffende Automatisierungskomponente des Prozessleitsystems **120** verarbeitet das Analyseergebnis als Regelgröße z. B. durch Vergleich mit einer Sollgröße, um erforderlichenfalls den Prozess **104** entsprechend nachzuregeln.

[0033] Alternativ kann die Nachregelung auch so erfolgen, dass das Analyseergebnis über den Feldbus **118** zu einer Bedienkonsole übertragen wird, und dort angezeigt wird. Die Anzeige des Analyseergebnisses kann mit einem akustischen oder optischen Warnsignal verbunden sein, wenn das Analyseergebnis außerhalb eines Sollbereichs liegt. Erforderlichen falls kann dann eine Nachregelung des Prozesses zum Beispiel durch eine manuelle Eingabe zur Veränderung eines Prozessparameters durch den Benutzer erfolgen.

[0034] Alternativ kann die Regelung auch unter Verwendung einer modellbasierten automatisierten Prozessführung erfolgen, das heißt zum Beispiel durch Einsatz einer Regelung im Zustandsraum, eines neuronalen Netzes oder eines hybriden neuronalen Netzes mit rigorosen Modellanteilen.

[0035] Die Steuereinheit **106** beinhaltet ein Programm **122**, welches zur Steuerung des Programmablaufs der Probenentnahme durch Ansteuerung des Bypassmoduls **100**, der Probenvorbereitung durch Ansteuerung der Probenvorbereitung **108** und der Probenanalyse durch Ansteuerung von Analysator **112** dient. Zur Ansteuerung des Bypassmoduls **100**, der Module M1, M2, M3,..., der Probenvorbereitung **108** und des Analysators **112** greift das Programm **122** auf entsprechende Treiberprogramme **124** zu, die jeweils einem der Module zugeordnet sind. Der Programmablauf des Programms **122** wird durch Parameter **126** festgelegt, die die zeitliche Reihenfolge der Ansteuerung von Modulen und die Steuerungsparameter zur Übergabe an das jeweilige Treiberprogramm festlegen.

[0036] Zur Eingabe der Parameter **126** in die Steuereinheit **106** weist diese eine PC-Schnittstelle **128** auf. Mittels der PC-Schnittstelle **128** kann die Steuereinheit **106** mit einem PC **130** verbunden werden. Der PC **130** hat eine Nutzerschnittstelle **132**, die vorzugsweise als grafische Nutzerschnittstelle ausgebildet ist.

[0037] Über die Nutzerschnittstelle **132** gibt ein Nutzer die Parameter **126** ein. Nachdem diese Eingabe erfolgt ist, wird eine entsprechende Datei **134** exportiert und von dem PC **130** an die Steuereinheit **106** übertragen. Auf diese Art und Weise erhält die Steuereinheit **106** die Parameter **126**, die den Ablauf des Programms **122** festlegen. Nachdem die Datei **134** von dem PC **130** an die Steuereinheit **106** übertragen worden ist, kann die Verbindung zwischen dem PC **130** und der Steuereinheit **106** getrennt werden. Dies hat den Vorteil, dass die störungsfreie Funktion der Steuereinheit **106** im Weiteren nicht von dem PC **130** abhängt.

[0038] Über die Nutzerschnittstelle **132** kann der Benutzer auch eine Auswahl des Analysators **112** treffen, wenn mehrere parallel geschaltete Analysatoren vorhanden sind. Durch die Auswahl des Analysators **112** wird zugleich der Ablauf des Programms **122** für die für den ausgewählten Analysator **112** erforderliche Durchführung der Probenvorbereitung festgelegt.

[0039] Ferner ist es auch möglich, dass dieselbe Probenvorbereitung für verschiedene Analysatoren **112** verwendet werden kann. In diesem Fall wird eine entsprechende Menge der Probe vorbereitet und dann auf diese Analysatoren aufgeteilt. Diese Aufteilung der vorbereiteten Probe erfolgt ebenfalls durch Steuerung des Programms **122**.

[0040] Eine weitere Variante ist, dass eine für einen bestimmten Analysatortyp vorbereitete Probe noch weiterer Vorbereitungsschritte bedarf, um für einen anderen Analysatortyp verwendet zu werden. In diesem Fall kann die für den ersten Analysatortyp vorbereitete Probe in einer gewissen Menge entnommen werden, um mit der verbleibenden Probenmenge weitere Probenvorbereitungsschritte durchzuführen.

[0041] Über das Programm **122** kann also eine Probe für mehrere in den parallel geschalteten Analysatoren im wesentlichen gleichzeitig durchzuführende Analysen vorbereitet werden. Ebenso ist es möglich, die Probenvorbereitung in mehreren Stufen durchzuführen, wobei die Zwischenprodukte entsprechenden Typen von Analysatoren der Reihe nach zugeführt werden.

[0042] Das Regelungssystem der **Fig. 1** ermöglicht es also die im Stand der Technik erforderliche manuelle Entnahme einer Probe aus dem Prozess, die Probenvorbereitung und Analyse zu automatisieren und ferner das Analyseergebnis als Regelgröße in ein Prozessleitsystem einzuspeisen. Dadurch können einerseits in erheblichem Umfang personelle Ressourcen eingespart werden. Zum anderen ist das Regelungssystem durch seinen modularen Aufbau sowohl auf Hardware- als auch auf Softwareebene mit geringstem Aufwand an unterschiedliche Analyseaufgaben anpassbar.

[0043] Über die grafische Nutzerschnittstelle kann der Ablauf ferner in intuitiver Art und Weise z. B. von einem Laboranten oder Techniker definiert werden, der so sein Expertenwissen in die Automatisierung

des Ablaufs einbringen kann. Ferner wird durch das Regelungssystem auch eine verbesserte Prozessregelung ermöglicht, da einerseits die Probenentnahme in genau vordefinierten zeitlichen Abständen oder zu programmierbaren Zeitpunkten erfolgt, die Probenvorbereitung und Analyse voll automatisch mit gleich bleibender Qualität in reproduzierbarer Art und Weise durchgeführt wird und das Analyseergebnis ohne zeitliche Verzögerung als Regelgröße in die Nachregelung des Prozesses eingespeist werden kann.

[0044] Die **Fig. 2** veranschaulicht diesen Ablauf nochmals. In dem Schritt 200 wird eine Probe aus dem Prozess entnommen. Dies erfolgt durch Ansteuerung einer Probeentnahmeeinheit, beispielsweise eines Bypassmoduls, durch die Steuereinheit des Regelungssystems. Die entnommene Probe wird dann z. B. über eine Flüssigkeitsleitung in dem Schritt 102 einer automatischen Probenvorbereitung zugeführt. In dem Schritt 204 erfolgt die automatische Probenvorbereitung nach einem vorgegebenen Programmablauf. Die vorbereitete Probe wird in dem Schritt 206 in einem Analysator eingegeben und dort analysiert.

[0045] Wenn mehrere Analysatoren vorhanden sind, wird die vorbereitete Probe aufgeteilt und in zwei oder mehrere der Analysatoren für eine zeitlich parallel verlaufende Analyse eingegeben. Das bzw. die resultierenden Analyseergebnisse werden dann parallel oder sequentiell an ein Prozessleitsystem übertragen. Dies erfolgt in dem Schritt 208. Das Prozessleitsystem kann in dem Schritt 210 basierend auf dem Analyseergebnis erforderlichenfalls eine Nachregelung des Prozesses durchführen.

[0046] Die Schritte 200 bis 210 werden vorzugsweise zyklisch innerhalb vorgegebener zeitlicher Abstände durchlaufen oder nachdem die Erfüllung einer bestimmten Bedingung durch das Prozessleitsystem festgestellt worden ist und das Prozessleitsystem über den Feldbus an die Steuereinheit ein entsprechendes Anforderungssignal zur Gewinnung eines Analyseergebnisses gesendet hat.

[0047] Die **Fig. 3** zeigt eine Ausführungsform für die Probenentnahme, die automatische Probenvorbereitung und Probenanalyse eines erfindungsgemäßen Regelungssystems. Elemente der **Fig. 3**, die Elementen der **Fig. 1** entsprechen, werden dabei mit demselben Bezugszeichen gekennzeichnet.

[0048] Das Bypassmodul **100** hat einen Bypass **300**, der über verschiedene Ventile **302**, die von der Steuereinheit ansteuerbar sind, die Entnahme einer Probe aus dem Prozess **104** ermöglicht. Das Bypassmodul **100** ist über Leitungen **304** mit verschiedenen Modulen der Probenvorbereitung verbunden. Hierzu gehören das Probenvorbereitungsmodul **306**, das Kalibrierungsmodul **308**, das Spritzen-Modul **310**, sowie weitere Module **312** und **314**, das Injektionsmodul **316** und das Abfallmodul **318**. Die genannten Module sind untereinander durch Leitungen **304** verbunden oder über geeignete Ventilstellungen miteinander

der verbindbar. Die verschiedenen Module und Ventile sind von der Steuereinheit des Regelungssystems ansteuerbar.

[0049] Beispielsweise gelangt die von dem Bypassmodul **100** dem Prozess **104** entnommene Probe unmittelbar oder über eines der anderen Module in das Probenvorbereitungsmodul **306**, wo nach einem vorgegebenen Ablauf der Probe weitere Stoffe, z. B. zur Verdünnung der Probe zugeführt werden. Hierzu ist in dem Probenvorbereitungsmodul **306** ein Rührgefäß **307** vorgesehen. Ferner können in dem Probenvorbereitungsmodul **306** Elemente zur Temperierung der Probe auf eine geeignete Temperatur vorgesehen sein. Nach Abschluss der Probenvorbereitung wird die vorbereitete Probe dem Probenvorbereitungsmodul **306** entnommen und über das Injektionsmodul **316** in den Analysator injiziert.

[0050] Das Injektionsmodul **316** hat einen Injektor **319** von dem aus die vorbereitete Probe unmittelbar in den Analysator injiziert wird. Eine vorbereitete Probe erreicht den Injektor **319** zum Beispiel von dem Spritzen-Modul **310** oder von dem Probenvorbereitungsmodul **306**. In den entsprechenden Zuleitungen zu dem Injektor **319** sind Filtrationseinheiten **317** angeordnet.

[0051] Die **Fig. 4** zeigt ein Beispiel in perspektivischer Ansicht für die verschiedenen Module und deren Kombination. Beispielsweise stehen für den Aufbau des Regelungssystems die folgenden vorgegebenen Module zur Verfügung: PC-Elektronikmodul **400** mit einer LCD-Anzeige, einem PC-Einschub und einer Tastatur, Elektronikmodul **402** zur Aufnahme der Steuereinheit, Probenmodul **404** zur Realisierung unterschiedlicher Funktionalitäten, Analysatorenmodul **406** mit einem Analysator, wie z. B. einem Gaschromatographen, in den über ein Dosierventil eine vorbereitete Probe eingebracht werden kann sowie Chemikalienmodule **408** und **410** in unterschiedlicher Größe. Die Chemikalienmodule **408** und **410** können zur Aufnahme von verschiedenen Lösungsmitteln, internem Standard, Kalibrationslösungen, Extraktionsmitteln oder Derivatisierungs-Reagenzien dienen.

[0052] Diese Module können z. B. zu der Kombination **412** miteinander verknüpft werden. Je nach der für die Analyse erforderliche Probenvorbereitung lässt sich so flexibel ein Probenvorbereitungssystem zusammenstellen.

[0053] Vorteilhaft ist ferner, dass die Module einzeln geplant und gefertigt werden können. Ferner können mehrere Probenmodule an einen Analysator angeschlossen werden, ebenso wie auch verschiedene Analysatoren an ein Probenmodul angeschlossen werden können.

[0054] Die **Fig. 5** zeigt ein Fenster **500** einer grafischen Benutzerschnittstelle (vergleiche Nutzerschnittstelle **132** der **Fig. 1**). Das Fenster **500** beinhaltet die Darstellung eines Explorerbaums **502**, in dem die zur Verfügung stehenden Module, d. h. die „Geräte“ der automatischen Probenvorbereitung aufgelistet sind. Ferner zeigt der Explorerbaum **502** die

mit Hilfe dieser Geräte durchführbaren Programmabläufe.

[0055] Ein Programmablauf wird von einem Nutzer in tabellarischer Form eingegeben. Hierzu wird der Programmablauf in Sequenzen unterteilt, denen jeweils eine Sequenznummer zugeordnet ist. Ferner erhält jede Sequenz einen Sequenznamen. Eine Sequenz besteht aus z. B. drei Schritten. In jedem Schritt wird von einem der Geräte eine nutzerdefinierte Aktion durchgeführt. Durch die Auswahl von Geräten und die Eingabe entsprechender Parameter kann der Nutzer so in intuitiver Art und Weise den Programmablauf für die Probenvorbereitung festlegen.

[0056] Gemäß der Ausführungsform der **Fig. 6** erfolgt dies so, dass für jedes vom Benutzer ausgewählte Gerät wie z. B. „Rührer“, „Ventil 1“ und „Ventil 2“ eine separate Maske **600**, **602** bzw. **604** aufgerufen wird. Über eine solche Maske gibt der Nutzer die konkreten Geräteparameter ein.

[0057] Die Geräteparameter werden dann von dem PC **130** an die Steuereinheit **106** übertragen, wobei es sich beispielsweise um eine S7-Steuerung der Firma Siemens handelt. Beim Programmablauf in der Steuereinheit **106** werden diese Parameter dann an die entsprechenden Gerätetreiber **606**, **608**, **610** beim Programmablauf übergeben. Hierdurch werden die entsprechenden Hardwarekomponenten angesteuert.

[0058] Vorzugsweise erfolgt die Softwareentwicklung auf der Basis von Funktionstypen. Funktionstypen bilden die Grundlage für die Erstellung von Abläufen, d. h. sie beinhalten Informationen und Parameter zu einer bestimmten Funktionalität. Die Funktionstypen dienen als Bibliothek und werden für die Steuereinheit programmiert. Die Funktionsparameter werden dann im PC abgebildet.

[0059] Aus der Bibliothek der Funktionstypen wird ein Typ gewählt und speziell parametrisiert. So entsteht die Beschreibung eines Geräts, das einen eigenen Namen erhält und in die Abläufe eingebunden werden kann. Der betreffende Gerätenamen erscheint in dem Explorerbaum der Nutzerschnittstelle (vergleiche Explorerbaum **502** der **Fig. 5**).

[0060] Auf der Grundlage der so definierten Geräte können durch Auswahl der Geräte in einer bestimmten Reihenfolge Abläufe festgelegt werden. Ein Ablauf besteht aus einer Anzahl von n-Sequenzen, die nacheinander abgearbeitet werden. Vorzugsweise können in einer Sequenz bis zu drei Aktionen definiert werden, die parallel ablaufen. Eine Aktion besteht dabei aus einem definierten Gerät, das in einer Sequenz innerhalb eines Ablaufs gestartet wird. Durch die vom Anwender so festgelegte Reihenfolge der Abläufe wird ein Zyklus definiert.

[0061] Auf der Basis von Funktionstypen, d. h. einer abstrakten Beschreibung von Geräteklassen, lassen sich so in effizienter Art und Weise Gerätebeschreibungen für die konkreten Geräte einer Probenvorbereitung erstellen.

Bezugszeichenliste

100	Bypassmodul
102	Probe
104	Prozess
106	Steuereinheit
108	Probenvorbereitung
110	vorherbereitete Probe
112	Analysator
114	Analyseergebnis
116	Busschnittstelle
118	Feldbus
120	Prozessleitsystem
122	Programm
124	Treiberprogramme
126	Parameter
128	PC-Schnittstelle
130	PC
132	Nutzerschnittstelle
134	Datei
300	Bypass
302	Ventil
304	Leitungen
306	Probenvorbereitungsmodul
307	Rührgefäß
308	Kalibrierungs-Modul
310	Spritzen-Modul
312	Modul
314	Modul
316	Injektionsmodul
317	Filtrationseinheit
318	Abfallmodul
319	Injektor
400	PC-Elektronikmodul
402	Elektronikmodul
404	Probenmodul
406	Analysatorenmodul
408	Chemikalienmodul
410	Chemikalienmodul
412	Kombination
500	Fenster
502	Explorerbaum
600	Maske
602	Maske
604	Maske
606	Gerätetreiber
608	Gerätetreiber
610	Gerätetreiber

Patentansprüche

1. Analysensystem für einen Prozess mit:

- Mitteln (**100**; **300**) zur Entnahme einer Probe aus dem Prozess,
- Mitteln (**108**; **302**, **304**, **306**, **307**, **308**, **310**, **312**, **314**, **316**, **317**, **318**) zur Probenvorbereitung,
- Mitteln (**112**) zur Analyse der Probe,
- Mitteln (**106**, **116**) zur Übertragung eines Analyseergebnisses (**114**) zu einem Prozessleitsystem (**118**, **120**).

2. Analysensystem nach Anspruch 1, wobei die Mittel zur Entnahme einer Probe als steuerbarer Bypass (**300**) zur Entnahme einer flüssigen Probe ausgebildet sind.

3. Analysensystem nach Anspruch 1 oder 2, wobei die Mittel zur Probenvorbereitung modular aufgebaut sind.

4. Analysensystem nach Anspruch 3, wobei die Mittel zur Probenvorbereitung eine Steuereinheit (**106**) aufweisen, und die Steuereinheit ein Steuerungsprogramm (**122**) und Treiberprogramme (**124**) für die Module der Mittel zur Probenvorbereitung aufweist.

5. Analysensystem nach Anspruch 4, wobei ein Programmablauf des Steuerungsprogramms durch von einem Computer (**130**) importierte Daten (**134**) bestimmt ist.

6. Analysensystem nach Anspruch 5, wobei der Computer eine Repräsentation (**502**) für jedes Modul der Mittel zur Probenvorbereitung aufweist, und eine Nutzer-Schnittstelle (**132**) zur Eingabe einer Analyse-Sequenz, wobei die Schnittstelle so ausgebildet ist, dass die Eingabe durch Auswahl von Repräsentationen der Module und von den durch die ausgewählten Module auszuführenden Aktionen erfolgt, und der Computer Mittel zum Export von die Analyse-Sequenz beschreibenden Daten (**134**) für das Steuerungsprogramm aufweist.

7. Analysensystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 6, wobei die Mittel zur Analyse der Probe einen Chromatographen, eine Kombination aus Chromatograph und massenspektrometrischen Detektor (GC-MS oder HPLC-MS) oder einen anderen Analysator aufweisen.

8. Analysensystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 7, wobei die Mittel zur Übertragung als Schnittstelle (**116**) zu einem Bussystem (**118**) des Prozessleitsystems (**120**) ausgebildet sind.

9. Verfahren zur Regelung eines Prozesses mit folgenden Schritten:

- Entnahme einer Probe aus dem Prozess durch Ansteuerung einer Probenentnahmeeinheit, die mit einer Vorrichtung zur automatischen Probenvorbereitung gekoppelt ist,
- Zuführung der Probe von der Probenentnahmeeinheit zu der automatischen Probenvorbereitung,
- Ansteuerung der automatischen Probenvorbereitung mit einem Steuerungsprogramm,
- Zuführung der vorbereiteten Probe zu einer Analyseeinheit,
- Ausgabe eines Analyseergebnisses von der Analyseeinheit an ein Prozessleitsystem zur Nachregelung des Prozesses.

10. Verfahren nach Anspruch 9, wobei die automatische Probenvorbereitung modular aufgebaut ist und das Steuerungsprogramm auf Treibersoftware der Module entsprechend einer von einem Nutzer vorgebbaren Parametrisierung zugreift.

11. Verfahren nach Anspruch 10, wobei Parameter von einem Computer an eine Steuereinheit der automatischen Probenvorbereitung zur Parametrisierung des Steuerungsprogramms vor dem Start des Steuerungsprogramms übertragen werden.

12. Verfahren nach Anspruch 11, wobei von einem Nutzer über eine Benutzerschnittstelle des Computers in tabellarischer Form Module und von den Modulen durchzuführende Aktionen ausgewählt werden und die Auswahl des Benutzers in Form von Parametern zur Übertragung an die Steuerungseinheit exportiert werden.

13. Computerprogrammprodukt, insbesondere digitales Speichermedium, für eine Steuereinheit eines Analysensystem für einen Prozess zur Durchführung der folgenden Schritte:

- Ansteuerung von Mitteln zur Entnahme einer Probe aus dem Prozess,
- Ansteuerung von Mitteln zur Probenvorbereitung zur automatischen Durchführung einer Probenvorbereitung für die entnommene Probe,
- Ansteuern eines Analysators zur Analyse der vorbereiteten Probe,
- Ausgabe eines Analyseergebnisses auf ein Bussystem eines Prozessleitsystems zur Nachregelung des Prozesses auf der Basis des Analyseergebnisses durch das Prozessleitsystem.

14. Computerprogrammprodukt nach Anspruch 13, wobei das Computerprogramm für die automatische Probenvorbereitung auf Modulen der Mittel zur Probenvorbereitung zugeordnete Treiberprogramme zugreift.

15. Computerprogrammprodukt nach Anspruch 14, wobei der Programmablauf für die Ansteuerung der Mittel zur automatischen Probenvorbereitung durch von einem Computer importierte Daten festgelegt ist.

Es folgen 6 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

Fig. 1

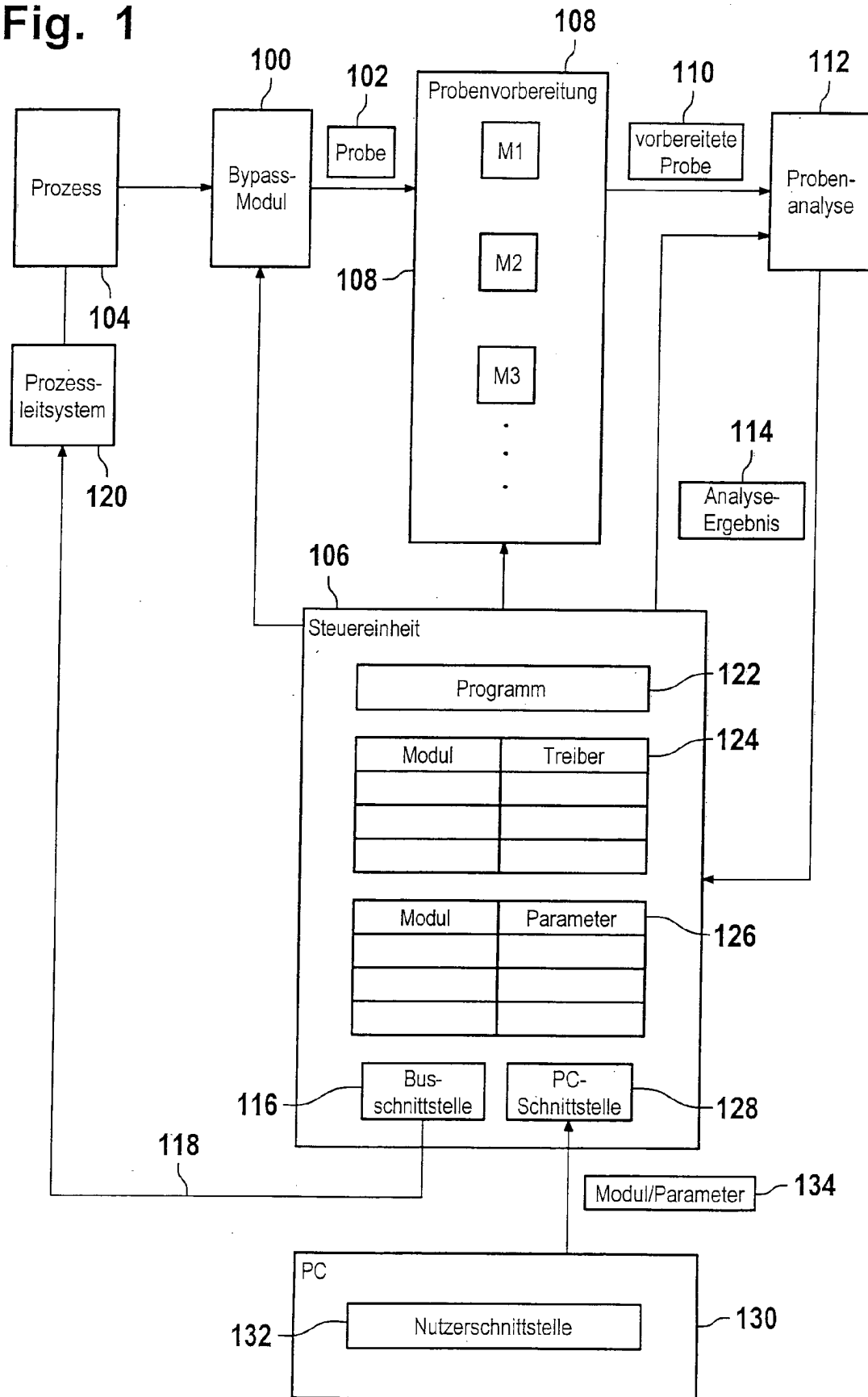


Fig. 2

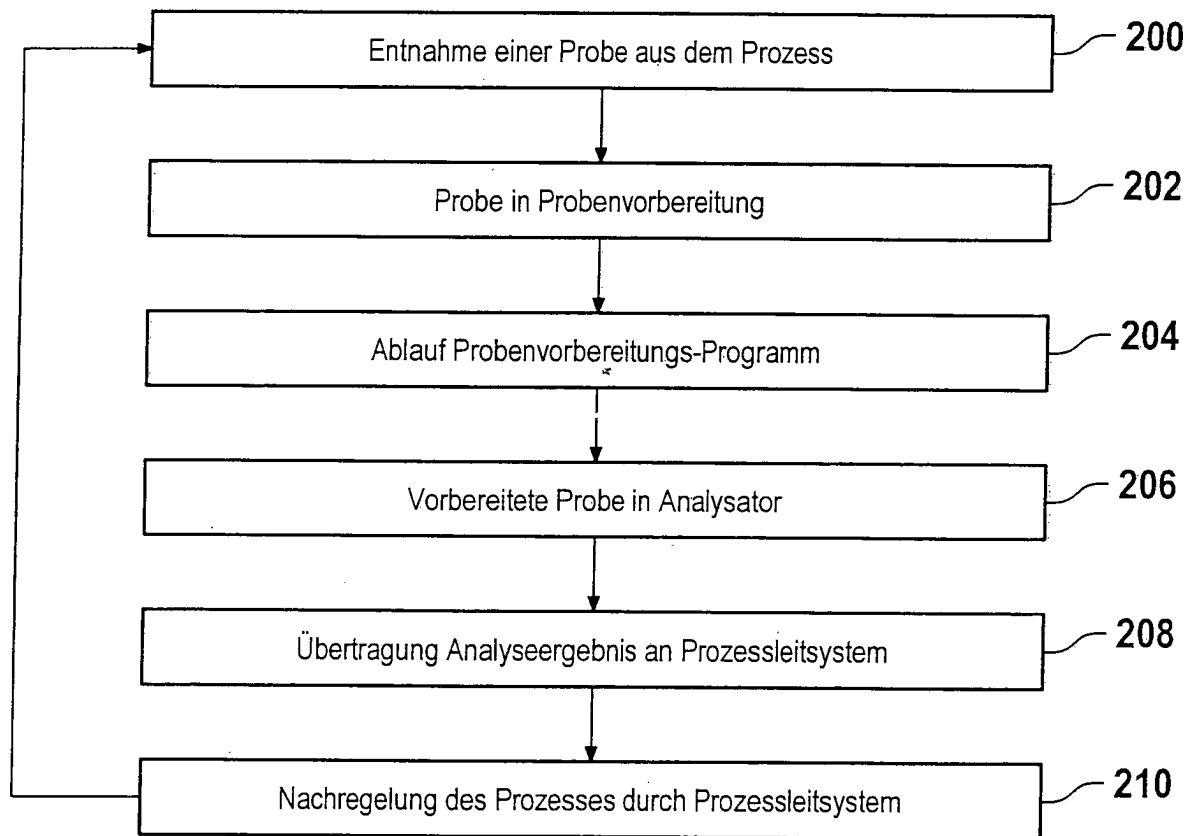


Fig. 3

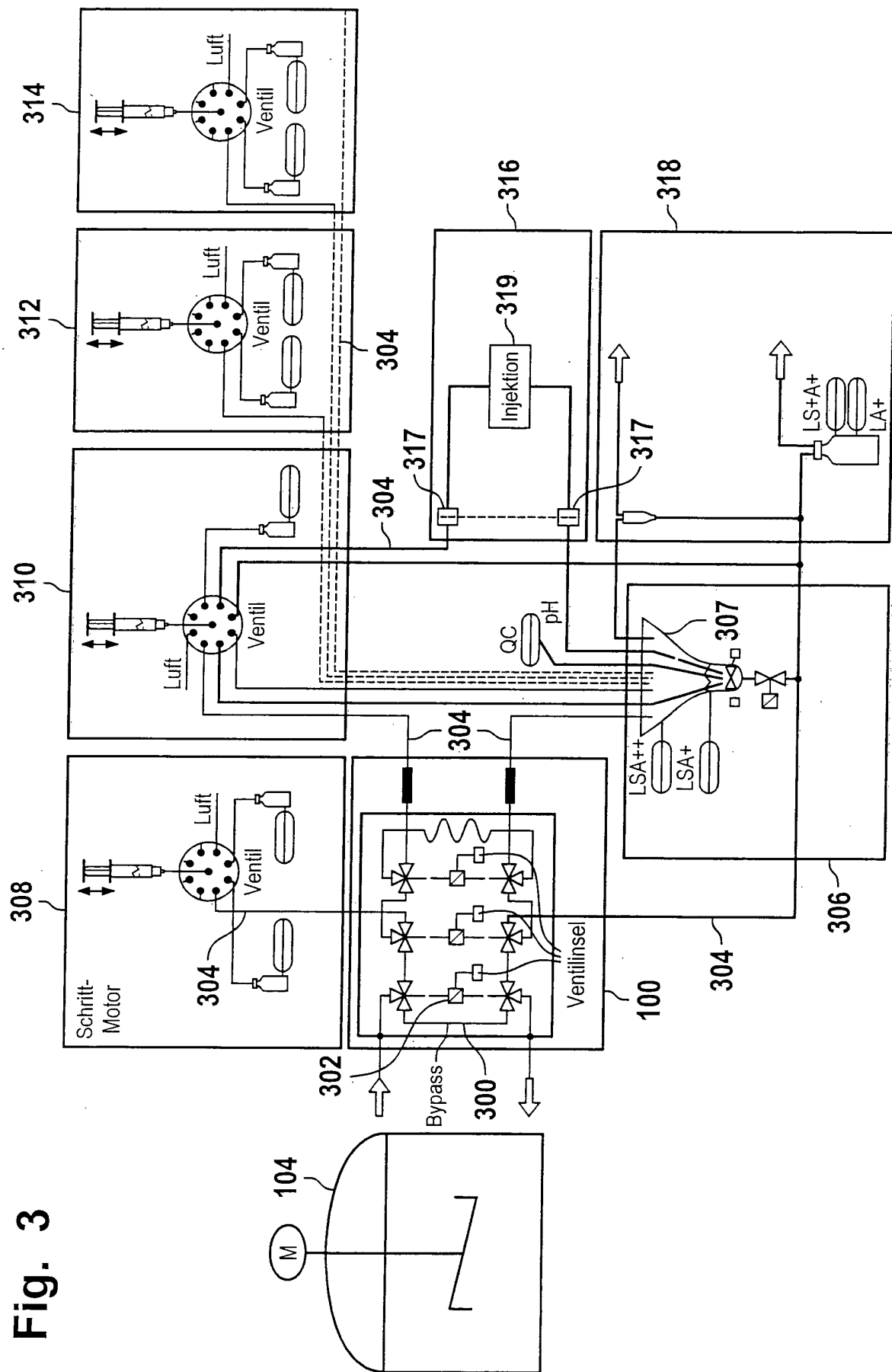


Fig. 4

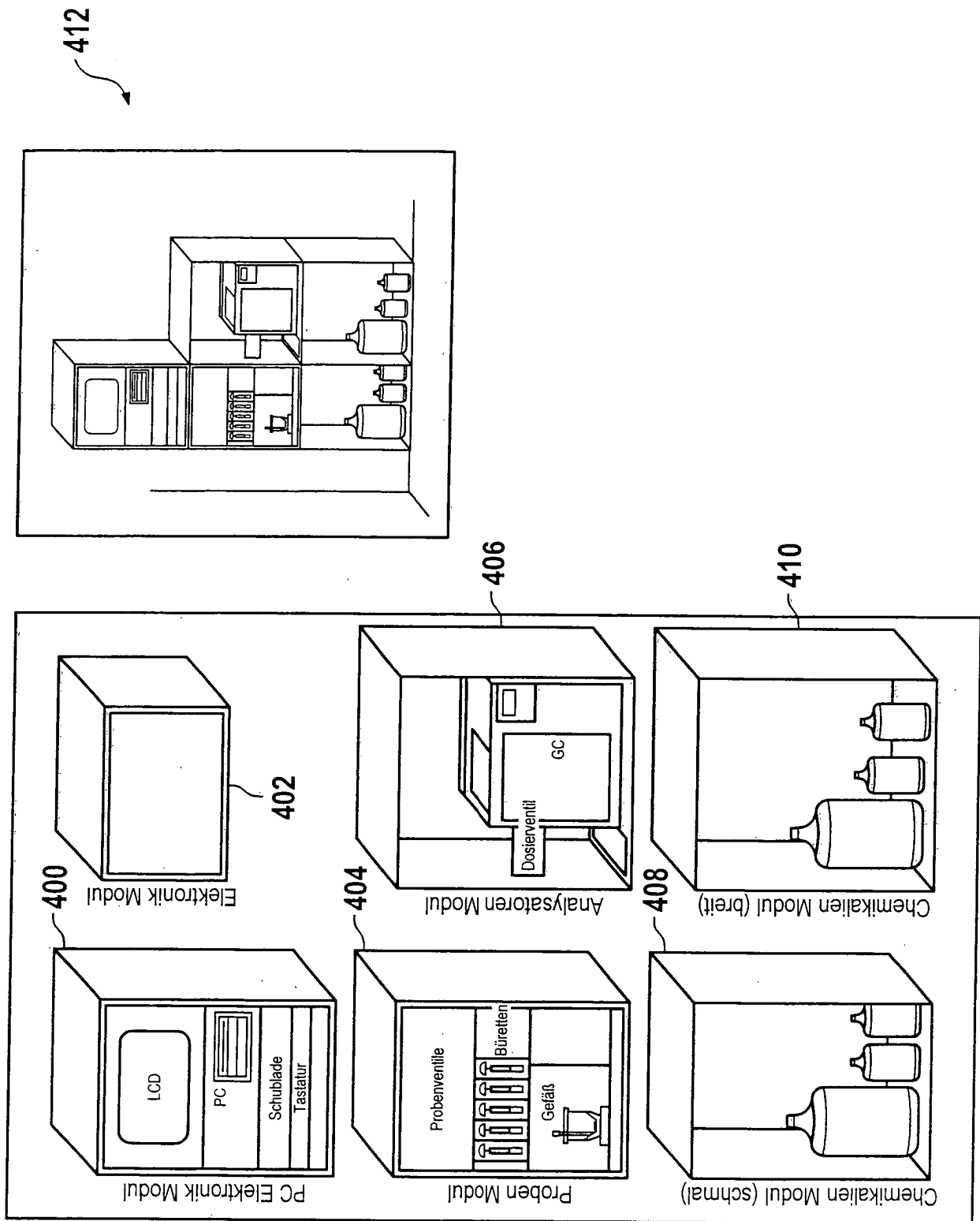


Fig. 5

☒ BAYER AG: Online-HPLC-Bisphenolbetrieb
Optionen Info

☒ HPLC Config

☒ HPLC
☒ Gerätetypen
☒ Geräte
☒ 1 Injektor: MVP1 und Bü
☒ 2 HCL MVP2 und Bürett
☒ 3 Methanol MVP3 und B
☒ 4 Kal. und Produkt: MVP
☒ 5 Probenahme vor Desti
☒ 6 Probenahme nach De
☒ 7 Rühren
☒ 8 Ablassventil
☒ 9 Methode laden
☒ 10 HPLC starten
☒ Programmabläufe
☒ 1 Vor Destillation [Lang]
☒ 7 Vor Destillation [kurz]
☒ 8 Nach Destillation [Lang]
☒ 9 Nach Destillation [kurz]
☒ 10 Kalibrierung [lang]
☒ 11 Kalibrierung [kurz]
☒ 12 IH-Tätigkeiten
☒ Systemeinstellungen

Sequenz-Konfiguration

Programm: 1 Vor Destillation (Lang)

Sequenz Nr.	Sequenzname	Schritt 1	Schritt 2	Schritt 3
1	Produkt ausschleusen [Vg]	Probenahme Vg	Leerschritt	Leerschritt
2	Produkt verwerfen 1	Methanol einfüllen	Probe einfüllen	Leerschritt
3	Produkt verwerfen 2	Rührgefäß ablassen	Leerschritt	Leerschritt
4	Produkt verwerfen 3	Methanol einfüllen	Leerschritt	Leerschritt
5	Produkt verwerfen 4	Rührgefäß ablassen	Leerschritt	Leerschritt
6	Probe vorbereiten	Methanol vorlegen	HCL vorlegen	Produkt vorlegen
7	HPLC vorbereiten	Methode laden	Injektor laden	Leerschritt
8	HPLC starten	Start HPLC	Rührgefäß ablassen	Leerschritt
9	Rührgefäß reinigen 1	Methanol einfüllen	Leerschritt	Leerschritt
10	Rührgefäß reinigen 2	Rührgefäß ablassen	Leerschritt	Leerschritt
11	Rührgefäß reinigen 3	Methanol einfüllen	Leerschritt	Leerschritt
12	Injektion reinigen	Injektor laden	Leerschritt	Leerschritt
13	Warten auf nächsten Auftrag	Rührgefäß ablassen	Leerschritt	Leerschritt

Neue Sequenz anfügen
Sequenz löschen
Sequenz vor Selektierung einfügen

Editor ...

Hinweis:
Dies ist eine Übersicht des Programmablaufs. Die Konfiguration der Sequenzen bzw. der einzelnen Schritte einer Sequenz erfolgt in den entsprechenden Unterknoten des Exploretabaus.

1 von 13

2001-12-04 19:44:08

Online-HPLC in Automatikbetrieb

500

502

Fig. 6

