Automatisiertes Labor

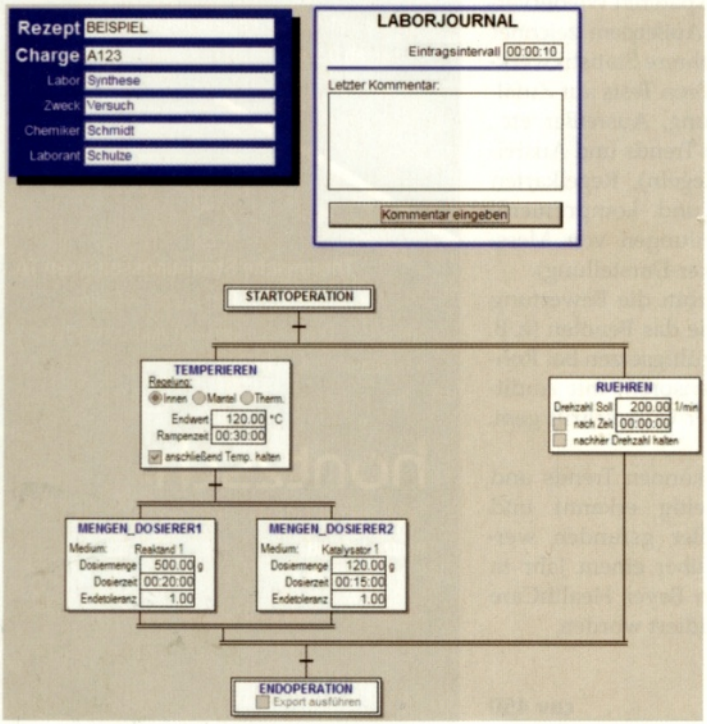
Rezeptursteuerung für Forschungsreaktoren

Die Rezeptursteuerung ist auch bei Reaktionsanlagen für Forschung und Entwicklung Grundvoraussetzung für rationelle Fahrweise und einfache Bedienung. Gleichzeitig muss eine solche Anlage aber auch den Handbetrieb gestatten. Am Beispiel der Software LabVision mit der Namur-NE-33-konformen Rezeptursteuerung HiBatch soll ein Überblick über die Funktion einer Software für die Rezeptursteuerung in F&E-Anwendungen gegeben werden.

Die Automatisierung von Reaktionsanlagen ist die Grundlage für einen sicheren und reproduzierbaren Betrieb. Die an automatisierten Forschungsanlagen gewonnenen Daten lassen sich als Basis für ein Upscaling verwenden. Ein grundsätzliches Problem bei der Automatisierung von Laboranlagen besteht in der Anpassung an die speziellen Bedürfnisse in Labor und Technikum. Zum einen kann hier nicht mit automatisierungstechnisch geschultem Fachpersonal gerechnet werden. Des Weiteren ist in Forschung und Entwicklung eine Flexibilität des Systems unerlässlich, die für die Produktion entwickelte Prozessleitsysteme nicht liefern können. Für Forschungsprozessleitsysteme ist es nach dem Namur-Arbeitsblatt NA 27 unerlässlich, Umparametrierungen und sogar Konfigurationsänderungen im Betrieb zu ermöglichen und das System so auszulegen, dass auch automatisierungstechnisch unerfahrenes Personal in der Lage ist, diese Änderungen durchzuführen.

Erstellen eines Rezepts

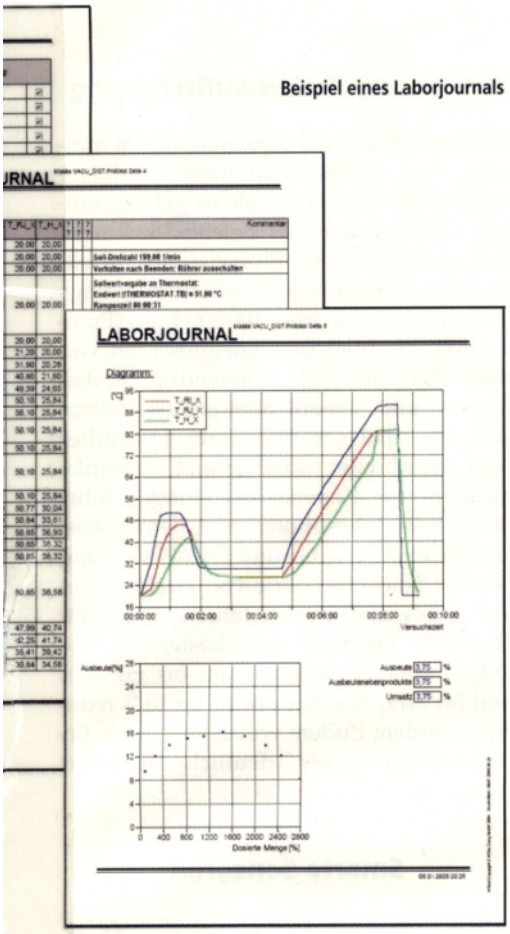
Die Anforderungen an leichte Bedienbarkeit und hohe Flexibilität wird für Anlagen im Batch-Betrieb durch die Rezeptursteuerung HiBatch realisiert. Die Steuerung erfolgt als Abfolge von sogenannten Grundoperationen nach dem Namur-Grundoperationenkonzept entsprechend der Empfehlung NE 33. Diese bilden grundlegende Operationen der Reaktoranlage ab, zum Beispiel Dosieren, Temperieren, Rühren, Destillieren, Kristallisieren und andere. Diese Grundoperationen werden mit einem einfach zu bedienenden grafischen Editor seriell oder parallel aneinander gereiht. Damit kann der Laborant oder Chemiker ohne Spezialwissen eine komplexe Synthesevorschrift in wenigen Minuten programmieren. Grundoperationen lassen sich auch mehrfach innerhalb einer Rezeptur einsetzen. Im Anschluss an die Erstellung eines Rezepts werden Sollwerte für Temperaturen, Heizraten, Dosierraten, Drücke usw. dem Rezept zugewiesen. Ablaufplan und Parametersätze werden getrennt abgespeichert. Jeder Rezeptur können so beliebig viele Parametersätze zugeteilt werden. Auch Wenn-dann-Entscheidungen, Verzweigungen und Rücksprünge lassen sich mit grafischen Elementen realisieren. Eine Grundoperationenbibliothek deckt praktisch alle im Laboralltag vorkommenden Prozesse ab. Bei speziellen Wünschen können neue Grundoperationen erstellt und die Bibliothek erweitert werden. Nach dem Start des Rezepturprogramms wird die Rezeptur auf der Anlage ausgeführt. HiBatch erlaubt es, die Parameter wie Zeiten, Mengen, Temperaturen usw. während des Versuchs zu ändern, ohne den Ablauf zu unterbrechen. So ist ein direktes Eingreifen bei unerwarteten Reaktionen möglich. Die Versuchsdaten und Messwerte werden automatisch in ein Chargenprotokoll übernommen. Grafiken und Tabellen dieses Laborjournals sind frei konfigurierbar.



Einfaches Rezepturbeispiel: die Grundoperationen wurden mit dem Mauszeiger aus der Bibliothek auf die Oberfläche gezogen und verbunden

Anlagenvisualisierung

Der Rezepturfortschritt kann sowohl direkt im Rezepturablaufplan als auch auf dem Anlagenbedienbild verfolgt werden. Das Bedienbild dient der Handsteuerung, z.B. bei Anfahrprozessen, und der Visualisierung des momentanen Anlagenzustands. Bei Parallelreaktoranlagen lässt sich eine Rezeptur beliebig vielen Reaktoren zuordnen. Jeder Reaktor kann dabei mit einem eigenen Parametersatz arbeiten. Ebenso ist es möglich, Reaktoren mit unterschiedlichen Rezepturen gleichzeitig zu betreiben. Die eigentliche Prozesssteuerung erfolgt mit dem HiTec-Zang-LAB-manager. Der LAB-manager ist ein eigenständig lauffähiges Automatisierungsgerät mit hoher Zuverlässigkeit. Das kompakte Gerät enthält die gesamte Elektronik eines herkömmlichen Schaltschranks und kann in unmittelbarer Nähe



Beispiel eines Laborjournals

der Anlage, z. B. direkt im Abzug, installiert werden. Grundlage der geforderten einfachen Handhabung sind standardisierte Steckverbinder. Daran lassen sich praktisch alle auf dem Markt erhältliche Sensoren, Aktoren und Laborgeräte anschließen.

Zur Visualisierung und Bedienung, als Massenspeicher und Auswerteeinheit kann ein PC mit Windows XP-Betriebssystem und der Prozessleitsoftware LabVision dienen. Diese Aufteilung verbindet die Leistungsfähigkeit moderner PCs mit der Zuverlässigkeit von Automatisierungssystemen. Die Reaktionskalorimetrie wird von dem LabVision-Modul KalDas unterstützt. Sowohl die Wärmefluss- als auch die Wärmebilanzkalorimetrie sind durchführbar. Reaktionskalorimeter auf LAB-manager-Basis beschränken sich nicht auf rein kalorimetrische Messungen, sie beinhalten die vollständige Funktionalität eines automatischen Laborreaktors.

Instrumentierung

HiTec-Zang bietet darüber hinaus eine reiche Auswahl spezieller Laborgeräte rund um den Reaktor an. Das gravimetrische Dosiersystem GraviDos besteht aus einem an einer Hängewaage aufgehängten Vorratsgefäß und einem Ventil. Durch den einfachen Aufbau ist es nicht nur preisgünstig, sondern auch robuster als ein Pumpe-Waage-System. ViskoPakt ist eine Serie von Messrührern mit Drehmomenten zwischen 10 und 110 Ncm. Die Präzisionsmessrührer der Serie ViskoPakt-rheo bieten besonders hohe Drehmomentauflösung – Bruchteile der Wasserviskosität sind messbar. Beide Serien zeichnen sich zudem durch geringe Abmessungen aus.

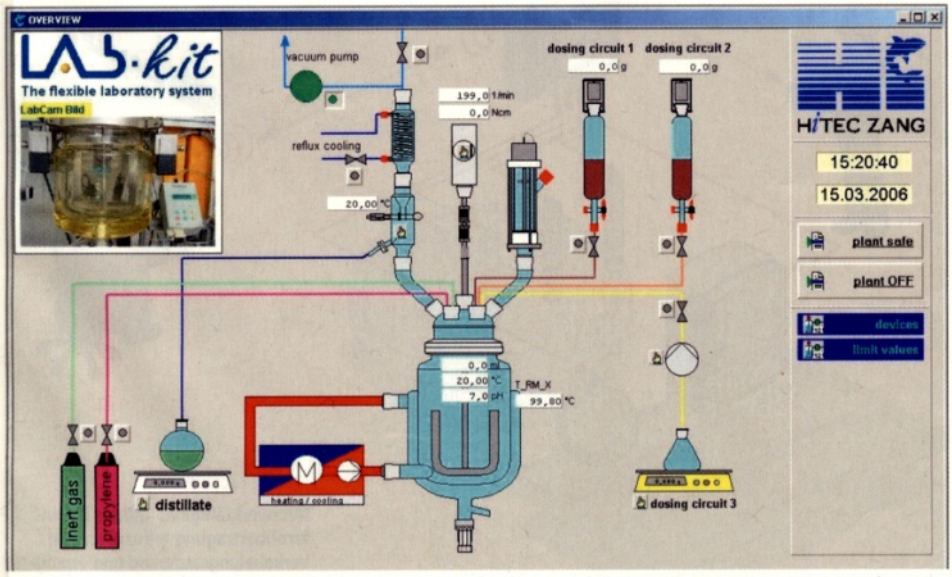
Feststoffe sicher und präzise zu dosieren gehört zu den schwierigsten Problemen im Labor. SoliDos-Feststoffdosierer dosieren Pulver und Granulate zuverlässig, selbst unter kondensierenden Bedingungen. Eine Phasentrennung, beispielsweise beim Ablassen des Reaktors, ist mithilfe des PhaDec-Phasengrenzdetektors möglich. PhaDec unterscheidet nach der Wärmeleitfähigkeit der Phasen. Daher müssen die Phasen weder leitfähig noch durchsichtig sein. Zur Dosierung von Kleinmengen sowie zur automatischen Probenahme aus einem Reaktor kann das Liquid-Handling System AutoSam eingesetzt werden. AutoSam ist mit Probentellern für Gefäße zwischen 1 und 2000 ml erhältlich.

Anlagenbeispiele

Im Folgenden soll beispielhaft ein mit Rezeptursteuerung ausgestattetes Reaktorsystem für Labor und Technikum vorgestellt werden. Mehrreaktorsysteme mit Folgereaktionen stellen die komplexesten Anlagen für den Batch- bzw. Semi-Batch-Betrieb dar. Bei der in der Abbildung dargestellten Anlage arbeiten insgesamt 13 Dosierungen auf zwei als Kaskade geschaltete Reaktoren, für einige Dosierungen war eine Beheizung von Vorlagen, Pumpen und Leitungen notwendig. Weitere Funktionen

Zweistufige Druckpolymerisationsanlage

umfassen: Inertgas auf drei verschiedenen Druckniveaus, Coriolis-Massendurchflussmessung, Destillation unter Über- und Unterdruck, druck- und hitzebeständiges Endoskop mit Kamera für den Hauptreaktor und pH-Regelung. Die Anlage kann vollautomatisch acht Reaktionen durchführen und den jeweiligen Reaktorinhalt vollständig in den Probensammler abfüllen. Nach jeder Reaktion wird die Anlage automatisch gereinigt. Da das umfangreiche Leitungsnetz von verschiedenen Grundoperationen gemeinsam benutzt wird, ist eine zentrale Verwaltung dieser Ressourcen notwendig. Ohne dass der Anwender sich darum kümmern muss, belegt die erste Anforderung einer Grundoperation die notwendigen Rohrsegmente. Andere Grundoperationen müssen so lange warten, bis das für sie benötigte Rohrsegment wieder freigegeben wird.



Bedienbild eines automatischen Laborreaktors zur Niederdruckpolymerisation: zwei gravimetrische Dosierungen mit GraviDos, eine Pumpe-Waage-Dosierung, SoliDos-Feststoffdosierer, Destillation, Gasdosierung und Vakuum

www.cav.de

Online-Info cav 451