

# ERFOLGREICH REALISIERT

**Automatisierte Probenahme aus Miniplant-Anlagen** Durch die Wettbewerbssituation auf dem Markt chemischer Produkte müssen die Herstellungsprozesse immer wieder optimiert werden, um kostengünstig produzieren zu können. Dies bedeutet für die Forschungs- und Entwicklungsabteilungen ständige Anstrengungen, die angewandten Verfahren zu verbessern, um das Ergebnis kostengünstiger und besser zu realisieren. Dies gilt auch für die Probenahme.

**S**altigo ist als erfahrener Anbieter auf Dienstleistungen im Bereich Custom Synthesis und Custom Manufacturing spezialisiert. In diesem Geschäft verfügt das Unternehmen über jahrzehntelange Erfahrung. Die spezifischen Bedürfnisse der verschiedenen Kunden werden von zwei Geschäftssegmenten bzw. Business Lines bedient: pharmazeutische Chemie sowie Agro- und Spezialchemie.

Für die Nachbildung von Produktionsprozessen werden im Labor häufig Miniplant-Anlagen aufgebaut, um Prozesse zu optimieren. Hier wurde eine Möglichkeit gesucht, nicht nur Reaktanden kontrolliert dem Prozess zuzuführen, sondern auch während des Reaktionsprozesses automatisch Proben entnehmen zu können. Vier, so dass mit geringem personellem Aufwand die Rückverfolgung des Versuchsfortschrittes möglich wird.

## Aufgabenstellung: kontinuierliche Probenahme

Aufgabe war das Realisieren einer kontinuierlichen Probenentnahme aus einer Miniplant-Anlage, bestehend aus einer vierstufigen Kesselkaskade. Betrieben wurde die Versuchsanlage im 24-h-Rhythmus von Montag bis Freitag. Alle zwei Stunden sollte aus jedem der Reaktoren eine Analysenprobe von

ungefähr 2 ml entnommen werden. Erschwerend kam hinzu: Eine manuelle Probenentnahme sollte aus Gründen der Arbeitssicherheit und der Arbeitshygiene auf ein Minimum beschränkt werden. Darüber hinaus sollte der einzelne Reaktor für eine Probenahme nicht ständig geöffnet werden.

Ein vollständiges Automatisieren aller Schritte durch einen Pipettierroboter wäre in diesem Fall wünschenswert, jedoch gleichzeitig auch mit sehr hohen Kosten verbunden. Aus diesem Grund wurde eine Möglichkeit gesucht, vorhandenes Equipment einzusetzen, um während des Reaktionsprozesses automatisch Proben aus dem Reaktor entnehmen zu können.

Dosimaten werden seit Jahren als elektronische Tropftrichter für das Automatisieren in der Synthese eingesetzt und in letzter Zeit sukzessive durch den neuen Dosino ersetzt. Im Gegensatz zum Dosimaten besitzen diese Geräte ein sehr flexibel einsetzbares 4-Port-System, das nicht nur erlaubt, von einem Vorratsgefäß in einen Reaktor zu



Dosiereinheit 807 mit 4-Port-System

pumpen, sondern diesen Weg auch umgekehrt nutzt. Damit wird es möglich, nach den Probenahmen die produktführenden Teflonschläuche mit Luft oder Inertgas leer zu drücken. Auf eine Spülung kann verzichtet werden.

## Probenziehung komplett automatisiert

Es wurde nun versucht, zwei Dosino 800 zur Probenentnahme aus einer Miniplant-Anlage mit vier Reaktoren unter Ausnutzung aller Port-Systeme einzusetzen. Jeder Reaktor wurde mit einem Glas-Steigrohr versehen und mithilfe eines Teflonschlauchs an die Ports der Dosinos angeschlossen. Über die PC-Software Tiamo wurden alle System-Ports der beiden Dosinos 800 so programmiert, dass nacheinander aus jedem Reaktor eine Probe mit dem Volumen gezogen wird. Dabei wird auch die Länge der Teflonschläuche berücksichtigt. Der Anlagenfahrer stellt nur

## ENTSCHEIDER-FACTS

### Für Anwender

- Durch den Einsatz von modernen Liquid-Handling-Systemen konnte eine automatische Probenahme aus einer Miniplant-Anlage, bestehend aus vier Reaktoren, realisiert werden.
- Der Einsatz der Dosinos 800 erfolgte während des Versuchsverlaufs über 1.300 Stunden. In regelmäßigen Abständen oder auch nach Versuchsfortschritt konnten über diesen Zeitraum störungsfrei rund 1.000 Analysenproben entnommen werden.
- Nach Abschluss des erfolgreichen Einsatzes in einer kontinuierlichen Miniplant-Anlage kam der Dosino 800 zusammen mit einem Hamilton Mehrwegeventil in einer automatischen Laboranlage zum Einsatz.
- Zusammen mit einer geeigneten Probenstation können unabhängig von anwesendem Personal bis zu acht Proben vollautomatisch entnommen und gegebenenfalls verdünnt werden.
- Alternativ kann auch ein Autosampler für den Wechsel der Gefäße eingesetzt werden, da auch dieser über die Anwendung Tiamo programmierbar ist. Mit dieser Lösung ist eine Probenahme von bis zu 128 Proben realisierbar.

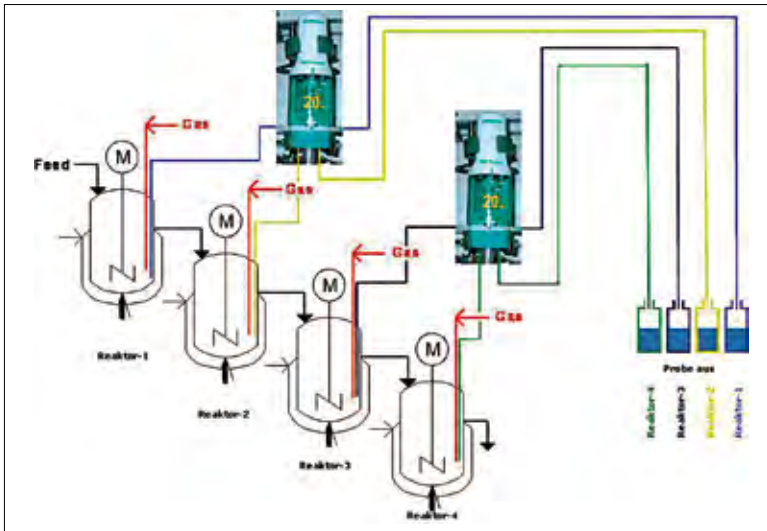


### Autor

**Uwe Böger**, Laborleiter  
Verfahrensentwicklung Saltigo



**Jochen Wollenhaupt**,  
Großkundenbetreuer Metrohm



Vierstufige Kesselkaskade – Anschlusschema der Dosiereinheiten



Die Probenahme wurde komplett automatisiert

Bilder: Metrohm

noch vier vorbereitete Probengefäße an die zentralisierte Abfüllstation und kann dann mit einem Knopfdruck in der Software Tiamo die komplette Probenziehung starten. Darüber hinaus ist

es auch möglich, die Probenahme aus zwei Reaktoren gleichzeitig zu realisieren, da dies durch das Spurkonzept der Software ermöglicht wird. Bei Einsatz von vier Dosinos wäre auch eine simul-

tane Probenahme in allen vier Reaktoren der Kaskade zu realisieren. ■

infoDIRECT chemietechnik.de  
Kontakt zur Firma CT 607