

Entwicklung eines Automaten für das CleanUp in der Dioxin-Analytik

Henry Görlitz¹, Felix Focke²

¹AIS Bad Dübén, ²Eurofins GfA Lab Service GmbH

Die Entwicklungsgeschichte ...

Das Interesse an Laborautomatisierung stieg in den letzten Jahren aufgrund des Wunsches nach schnelleren Bearbeitungszeiten stark an. Teilprozesse in der Probenvorbereitung und in der Messtechnik sind bereits automatisiert.

Es war das Ziel in der Dioxin-Analytik für das CleanUp einen Automaten verwenden zu können, der den Bedürfnissen des Unternehmens gerecht wird. Hierbei war wichtig, dass die gleichen Glasgeräte und Chemikalien wie in einem vergleichbaren manuellen CleanUp zum Einsatz kommen können. Weiterhin stand Flexibilität im Vordergrund: Es sollte dem Benutzer möglich sein, durch prozessbedingte Änderungen beispielsweise andere Halterungen einbauen zu können. Des Weiteren war ein Kriterium, dass der Anwender selbst Ablaufprogramme erstellen kann.

Die Entwicklung der heute verfügbaren Automationslösung wurde von der Eurofins GfA Lab Service GmbH in Hamburg beauftragt. Als Vorarbeit wurden intensive Studien zu einer effizienten Durchführung des CleanUps durchgeführt.

Daraus ist für die Firma AIS aus Bad Dübén / Sachsen die Aufgabenstellung entstanden, eine entsprechende Automationslösung zu entwickeln. Im Frühjahr 2015 konnte der Prototyp geliefert werden.

Durch intensive Tests und Validierungen konnte die Anlage optimiert und schließlich für den Produktionsprozess im September 2015 freigegeben werden.

Der damalige Prototyp (Abbildung 2) war ein Automat, der für einen handelsüblichen Laborabzug konzipiert war. Obwohl die Anlage, die ursprünglichen Erwartungen erfüllte, hat sich schnell herausgestellt, dass diese Bauform nicht kostengünstig gewartet und optimiert werden kann. Auch ist diese nicht wesentlich anpassbar auf sich verändernde Prozesse.

Bereits Ende 2015 kam der Auftrag für AIS die Version 2.0 zu entwickeln und zu liefern.



Abb.1: Laborautomat CUA 14

Dabei sollten die Erfahrungen aus dem Betrieb der ersten Anlage genutzt werden, um ein serienfähiges und anpassbares Produkt zu entwickeln. Die Entscheidung ist schnell auf eine eigene Einhausung gefallen. Damit konnten an allen wichtigen Stellen Wartungstüren geplant werden. Weiterhin bestand die Möglichkeit, den Schaltschrank innerhalb des Automatengerüsts zu integrieren. Außerdem konnte das Produkt modularer gestaltet werden, das heißt, dass die Prozessebenen austauschbar sind.

Der Umbau auf andere Glasgefäße, auf horizontale und vertikale Ebenen, sollte einfacher zu gewährleisten sein. Außerdem war die Chemikalienbeständigkeit einiger Baugruppen bei der ersten Anlage ein Problem, dort musste einiges nachgebessert werden.

Nach mehreren Monaten intensiver Entwicklungsarbeit ist nun ein serienreifes Produkt am Markt, das die Anforderungen des Kunden erfüllt und durch eine modulare Bauweise mit relativ geringem Aufwand auf sich verändernde Prozesse anpassen lässt.



Abb. 2: Prototyp LAE12 aus 2014

Die heutige Basis ...

Der Laborautomat CUA 14 (CleanUp Automat mit 14 Aufbauten, siehe Abbildung 1) basiert auf einem von AIS entwickelten universellen Grundgestell welches sich perfekt in eine vorhandene Laborinfrastruktur integrieren lässt. Mit seinen Abmessungen von 1800 x 900 x 2770 mm (BxTxH) entspricht er den Abmessungen üblicher Automatenabzüge und Labortische. Aufgrund der abnehmbaren Medienebene und der unterhalb der Versorgungsebene integrierten Heberollen, lässt sich dieses Grundgestell bequem durch Aufzüge und Türen bis zum Aufstellort transportieren und kann dort in kurzer Zeit komplettiert werden. Die Ausführung der gesamten Anlage in

eloxiertem Aluminium sichert einen hohen Grad an Chemikalienbeständigkeit.

Das Grundgestell teilt sich in drei Ebenen:

- In der **Medienebene** befindet sich ein Luftleitblech für die effiziente Absaugung der Prozessebene. Weiterhin sind die Arbeitsraumbeleuchtung und die Schiebetürmechanik hier untergebracht. Außerhalb gibt es eine Mehrfarbleuchte mit Akustikmodul, um dem Bediener den Anlagenzustand zu signalisieren. Alle Medienanschlüsse befinden sich auf dem Dach, damit ist eine Versorgung mit Energie, Daten, Stickstoff usw. von oben über vorhandene Medienhimmel gewährleistet.
- In der **Prozessebene** ist Raum für prozessspezifische Komponenten. Im vorderen Teil der Prozessebene befindet sich der Arbeitsraum, welcher sich durch eine Glasschiebefront verschließen lässt. Der Arbeitsraum ist der Bereich in dem die Anlage mit Proben bestückt wird und die fertigen Proben entnommen werden können. Aufgrund der fingersicheren Ausführung kann die Bestückung auch bei geöffneter Schiebetür erfolgen.
- In der **Versorgungsebene** sind der Schaltschrank und ein Sicherheitsunterschrank untergebracht. Außerdem finden in der Front, sehr wartungsfreundlich, die Dosierpumpen und pneumatische Komponenten ihren Platz. Auch der Hauptschalter, Servicesteckdosen und diverse Schnittstellen sind bedienerfreundlich an der Front angeordnet und somit leicht zugänglich.

Die Technologie ...

Im universellen Herzen unseres Roboters verorten einige innovative Anlagenteile ihr Werk.

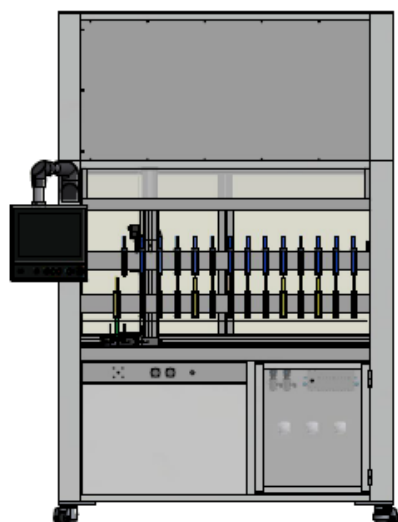


Abb. 3: Schema des Grundgestells

Warum universell ???

Der modulare Aufbau des komplexen Innenlebens ermöglicht eine schnelle und kostengünstige Anpassung an sich ändernde Prozesse (z.B. andere Glasgeräte).

Um dieser Flexibilität gerecht zu werden, wurde ein Achsportal entwickelt, das den maximalen Arbeitsbereich des Basic-Grundgestelles in drei Dimensionen bedienen kann. Dafür wurden insgesamt 4 geregelte Achsen implementiert. Diese ermöglichen es, bis zu 14 voneinander zeitlich unabhängige Clean Up Prozesse durchzuführen. Außerdem ist es möglich, bis zu 3 Säulen für jeden Aufbau übereinander aufzubauen. Diese werden auf horizontaler Ebene verfahren. Dabei ist die Halterung für die Gefäße (Material PTFE) schnell austauschbar, um den Prozess anzupassen – der Rest wird über die Software gesteuert (siehe weiter unten).

Auf der untersten Ebene befinden sich die Probenschlitten, welche vertikal verfahren werden können. Diese können mit bis zu zwei Heizmodulen und/oder einer Stickstoffzufuhr ausgestattet werden, um die fertigen Proben direkt im Automaten einzuengen. Hier ist es möglich bis zu zwei Fraktionen zu erhalten.

Die Ankopplung an die verschiedenen Module erfolgt nach einem alten aber sehr bewährten Prinzip: elektromagnetisch. Auch die mechanische Fixierung der Positionen der Module wird magnetisch und berührungsfrei realisiert. Dazu sind Neodym Magneten in den Linearführungen eingearbeitet. In allen eingesetzten Linearführungen kommen Gleitlager aus igludur® zum Einsatz, einem extrem resistenten Werkstoff, somit annähernd wartungsfrei.

Der Dosierkopf ist in der Lage bis zu drei verschiedene Lösungsmittel an jeder beliebigen Position in frei wählbarer Menge und Geschwindigkeit zu dosieren. Alle Schläuche in

der Prozessebene bestehen aus PTFE und sind damit weitestgehend chemikalienresistent, lediglich an den Pumpenköpfen muss ggf. der zum Lösungsmittel passende Schlauch eingesetzt werden. Dieser befindet sich im Wartungsbereich der Fronttür.

Auch in der Prozessebene kommt weitestgehend eloxiertes Aluminium als Hauptmaterial zum Einsatz, um eine hohe Chemikalienbeständigkeit zu gewährleisten. Die notwendigen Stahlteile, welche als Kontaktplatte für die Elektromagneten dienen, sind mit einer glanzverzinkten Oberfläche versehen.

Die Technik hinter der Technologie ...

Bereits bei der Konstruktion des Prototypen im Jahr 2014 wurde sich für die Antriebs- und Steuerungstechnik der Firma „B&R“ entschieden. Der österreichische Hersteller ist Komplettanbieter für solche Systeme und besonders im Bereich der Schrittmortertechnologie marktführend. Im CUA 14 kommen insgesamt 7 Stepperantriebe unterschiedlicher Leistungsklassen zum Einsatz.

Als zentrale Steuerung wurde ein Automation PC APC2100 ausgewählt. Dieser bietet genügend Reserven, um alle Motion Control Applikationen in Echtzeit zu berechnen, dutzende von Reglern gleichzeitig zu bearbeiten und das nicht unerhebliche Datenhandling zu bearbeiten. Die schnellsten Zykluszeiten liegen bei 0,4 ms!

Als HMI-Gerät kommt ein 18,5 Zoll Touch Widescreen Display in einem schlanken Aluminiumgehäuse zum Einsatz. Dieses ermöglicht es, den gesamten Anlagenstatus auf einer Übersichtsseite darzustellen.

Alle eingesetzten Linearführung sowie die Energieketten kommen aus dem Hause igus®. Aufgrund der Gleitlagertechnik mit igludur® Gleitlagern, ist die gesamte Lineartechnik nahezu wartungsfrei. Die mit diesen Systemen erreichbare Genauigkeit ist für unsere Anwendung sehr gut.

Die pneumatischen Komponenten kommen allesamt vom Marktführer Festo. Sie sorgen für die richtige Dosierung des Stickstoffes um die Proben einzuengen.

Eine weitere wichtige Komponente ist ein Lasermesssystem der Firma Leuze. Mit Hilfe dieser Messeinrichtung wird permanent die korrekte Position aller Glashalter und Probenschlitten überwacht. Dadurch werden Kollisionen nahezu ausgeschlossen.

Für die berührungslose Rastung aller verschiebbaren Elemente kommt ein sehr moderner Werkstoff zum Einsatz: Neodym. Oft im Zusammenhang mit seltenen Erden genannt, hat dieses Material eine außergewöhnlich hohe magnetische Haltekraft. Er sorgt dafür,

Medienebene

Prozessebene

Versorgungsebene

dass alle Elemente auf ihrer korrekten Funktion gehalten werden.

Für Dosierschläuche und die Glashalter kommt PTFE zum Einsatz. Dieses Material ist extrem chemikalienbeständig, vor allem gegen Lösungsmittel wie die hier zum Einsatz kommenden Toluol, Hexan und Dichlormethan.

Der Prozess

Der manuelle Prozess sieht wie folgt aus:

Die Probenaufgabe erfolgt über eine Kombination aus Kieselschwefelsäure- und einer Aluminiumoxid-Säule. Nach der Probenaufgabe werden an der Aluminiumoxid-Säule die Dioxine und PCB fraktioniert. Beide Fraktionen müssen evaporiert werden. Gegebenenfalls werden im Anschluss die Fraktionen an speziellen Säulen nachgereinigt, die Fraktionen ebenfalls wieder evaporiert, bevor sie dann in ein Messvial überführt werden können.

Mit dem entwickelten Automaten ist es gelungen, große Teile der Dioxin- und PCB-Analytik zu automatisieren. Es wurde sich bewusst gegen eine Vollautomatisierung entschieden, um jederzeit, im Falle von Störungen, den Prozess manuell zu Ende führen zu können.

Die Programme sind so geschrieben, dass der Benutzer ohne Verschiebungen von Halterungen o.ä. den Automat einfach bestücken kann. Im Anschluss wird ein in der Rezeptverwaltung hinterlegtes Programm gestartet.

Für die Analyse der Dioxine und PCB wird zunächst die PCB-Fraktion eluiert. Anschließend erfolgt die Elution der Dioxin-Fraktion. Im Anschluss werden unter Temperatur- und Stickstoffeinfluss nacheinander die Dioxin- und die PCB-Fraktion evaporiert. Aufgrund der Nutzung von zwei unabhängigen Heizungen, kann die PCB-Fraktion schon auf eine bestimmte Temperatur geheizt werden.

Die Dioxine können im Anschluss über eine weitere Methode nachgereinigt werden. Dafür erfolgt die Probenaufgabe manuell. Alle weiteren Schritte übernimmt wieder der Automat.

Die Programme sind so erstellt, dass die Befehle nach Zeiten ausgeführt und nach dem FiFo-Prinzip (First-in-First-out) ausgeführt werden. Dafür wurden in Studien Zeiten von folgenden Prozessen genommen:

- Durchlaufdauer der einzelnen Lösemittel auf den Säulen um Verschiebe- und Dosierbefehle optimal steuern zu können
- Evaporationszeiten für Dioxin- und PCB-Fraktion mit unterschiedlichen Temperaturen und Stickstoffdrücken

Die Software ...

Die Umsetzung der Anforderungen an die Software war eine große Herausforderung. In monatelanger Arbeit wurde eine sehr komplexe Software entwickelt. Die Anforderung von Anfang an war es, zeitlich voneinander unabhängige Prozesse abzarbeiten, welche auch noch unterschiedlich in ihrem Ablauf sein sollten.

Um diese Aufgabe zu realisieren ist eine Rezepturverwaltung programmiert worden.

Hier können die berechtigten Bediener aus allen möglichen Bewegungen des Roboters völlig unterschiedliche Abläufe zusammenstellen und mit Parametern versorgen. Diese „Rezepte“ können in beliebiger Anzahl angelegt, gelöscht oder gespeichert werden.

Später werden diese dann in einen Aufbau geladen, nachdem dieser mit den vorbereiteten Proben bestückt wurde. Dabei kann in jeden Aufbau ein anderes oder auch das gleiche Rezept geladen und zeitlich voneinander unabhängig gestartet werden.

Da es unabdingbar für den korrekten Verlauf ist, alle Befehle in der korrekten Reihenfolge abzarbeiten, werden die auszuführenden Befehle in einen eigens dafür programmierten FiFo-Puffer geschrieben und von dort aus nach und nach abgearbeitet. Außerdem wird der Status jedes Befehls überwacht und gekennzeichnet, ob dieser korrekt ausgeführt oder mit einem Fehler abgebrochen wurde. Sollte das einmal der Fall sein, ist das auch kein Problem: Es erscheinen Anzeigen und Schaltflächen auf der Visualisierung und der

Bediener wird aufgefordert, genau den fehlerhaften Befehl per Knopfdruck zu wiederholen, nachdem er dessen Ursache beseitigt hat. Das ist „intelligentes“ Fehlermanagement.

Über alles Übrige braucht sich ein Bediener keine Sorgen zu machen. Die Ansteuerung aller Aggregate und Antriebe wird von der Software im Hintergrund organisiert, ausgeführt und überwacht. Sollte ein Fehler auftreten, so wird das dem Bediener optisch und akustisch als Störung signalisiert und der konkrete Fehler steht auf dem Display.

Selbstverständlich ist auch eine Benutzerverwaltung integriert, welche dafür sorgt dass nur die, für eine bestimmte Stufe vorgesehen Bediener gewisse Handlungen ausführen dürfen.

Die Zukunft...

Als nächstes soll in der Software Statistik integriert werden. Sie soll ermitteln wie die Auslastung des Roboters war, ob und wie häufig ein Fehler aufgetreten ist, wann die Anlage eingeschaltet worden ist und vieles mehr. Diesen Bericht wird die Anlage dann einmal täglich per E-Mail an eine hinterlegte Adresse senden, z.B. an den Geräteverantwortlichen.

In einer weiteren Ausbaustufe soll jede einzelne Probe dokumentiert und an ein LIMS übergeben werden. Dafür ist es allerdings notwendig, jede Probe zu scannen und auch den Benutzer, welcher den Ablauf gestartet hat, zu erfassen. Dieses soll durch einen RFID Sensor geschehen, der bereits im HMI Gerät integriert ist. Sind die Grundlagen geschaffen, ist jeder Ablauf lückenlos nachvollziehbar und kann in Datenbanken archiviert werden.

Wie bereits erwähnt, kann die modulare Bauweise der Anlage für andere Prozesse angepasst werden.

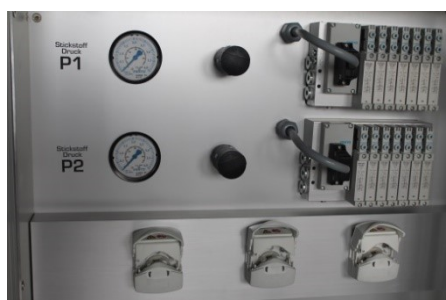


Abb. 4: Technische Details: Links: Blick in Schaltschrank, Mitte: Pumpen und Stickstoffanbindung, Rechts: Probenschlitten mit Eindampfstation