



Diskussion der richtigen Analysenstrategie bei INEOS in Köln. Ins Gespräch vertieft (v. r.): Dr. Henk van Well, Leiter Analytisch Technische Services, Andreas Koblitz, Teamleiter Sonderanalytik und Rechnergruppe, sowie Hermann-Josef Herweg, stellvertretender Teamleiter GC- und Schichtlabor.

Laboreffizienz

Proben ins System und Start gedrückt – fertig!

Analytik im digitalen Zeitalter

Die Effizienz der Laboranalytik lässt sich durch die vollständige Automatisierung zeitintensiver manueller oder teilautomatisierter Arbeitsschritte steigern. Weiteres Optimierungspotenzial erschließt sich dem, der Analysengeräte und -prozesse digital vernetzt und steuern kann und der analyse- und probenrelevante Daten automatisiert in den Fluss und Austausch bringt. Das auf die Petrochemie fokussierte Unternehmen INEOS in Köln setzt in beiden Punkten Maßstäbe.

Von Guido Deußing

In seiner Funktion als Teamleiter der Sonderanalytik und Rechnergruppe der Abteilung Analytisch Technische Services (ATS) bei INEOS in Köln kommt es vor, dass Andreas Koblitz gebeten wird, Chromatogramme und Messwerte, die in unterschiedlichen Analysenlaboren am Standort produziert werden, in Augenschein zu nehmen und zu bewerten. Dafür braucht der Chemotechniker und findige IT-Spezialist allerdings keinen Schritt aus seinem Büro zu setzen. Andreas Koblitz loggt sich kurzerhand an seinem PC in das Chromatographie-Daten-System (CDS) des Unternehmens ein und manövriert sich vom Schreibtisch aus per Mausclick zu den Daten des jeweiligen Analysensystems. Andreas Koblitz kann auf diese Weise 60 Chromatographie-Systeme ansteuern, die in das Analysennetzwerk von INEOS in Köln integriert sind.

Mehr Sicherheit und Effizienz durch Transparenz

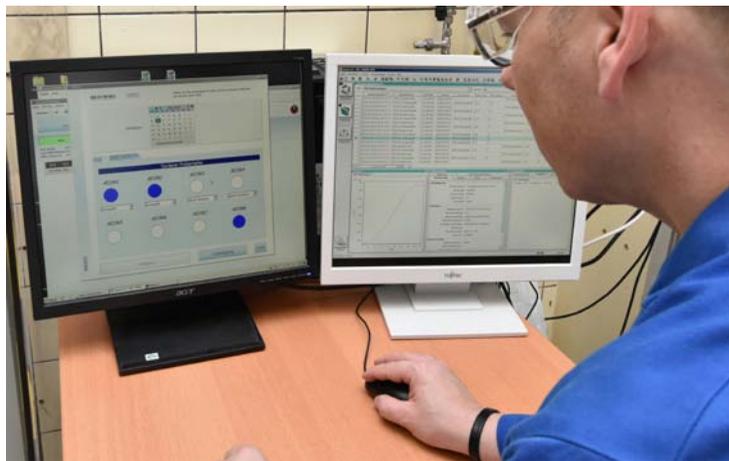
Anfang des neuen Jahrtausends wurde bei INEOS in Köln entschieden, die Analytik als Teil der Geschäfts-

prozesse in der EPR-Software (INEOS in Köln nutzt SAP) des Unternehmens abzubilden, um sie transparenter und sicherer zu gestalten. Dabei wurde das SAP-QM-Modul entsprechend der Arbeitsweise des Labors als Labor-Informations- und Management-System (LIMS) der Abteilung ATS eingerichtet. Als Anfang 2003 der vorhandene Chromatographie-Datensystem-Chemserver abgelöst werden sollte, war die Vereinfachung und Optimierung des Probenhandlings eine der zentralen Zielsetzungen. „Wir wollten vom manuellen Eintippen der Probandaten weg, um potenzielle Fehlerquellen zu reduzieren“, berichtet Andreas Koblitz.

INEOS

INEOS wurde 1998 gegründet und ist mit 18.500 Beschäftigten an 105 Standorten in 22 Ländern und einem Umsatz von 40 Milliarden US-Dollar eines der größten petrochemischen Unternehmen der Welt. INEOS in Köln ist ein wichtiger Rohstofflieferant der chemischen Industrie. Ausgangsstoff ist in erster Linie das in Raffinerien bei der Erdölverarbeitung anfallende Leichtbenzin (Naphtha). Am Standort Köln entstehen daraus Rohstoffe, die der chemischen Industrie als Grundbausteine für die Herstellung von Kunststoffen, Kautschuk und Fasern dienen. Überdies finden sie Anwendung in Lösungs- und Waschmitteln, Lacken, Düngen und Pflanzenschutzmitteln sowie in der Kosmetik und Pharmazie.

Quelle: INEOS



Die Software zeigt, welche Positionen im Proben tray am jeweiligen Tag zu besetzen sind. Ein auf den Ablauf geschulter Kollege aus dem Betrieb, in dem die Proben genommen wurden, bringt die Vials ins Labor und stellt sie gemäß Vorgabe auf ihre Position. Ist jede Probe wie geplant an ihrem Platz, startet das Laborpersonal die Analyse einfach per Mausclick.

Die hieraus resultierende Einfachheit besticht: Proben erhalten bei INEOS in Köln eine fortlaufende Probennummer, die als Barcode auf dem Probenetikett ausgedruckt wird. Über die Probennummer können sämtliche relevanten Informationen, etwa zu welcher Zeit und in welchem Betrieb die Probe entnommen wurde, sowie die durchzuführenden Analysen aufgerufen werden. Der Barcode wird somit zum „Türöffner“. Sämtliche Arbeitsabläufe, vom Wägeschritt über Titrationsprozeduren bis zur Chromatographie und Auswertung der Analysendaten, verlaufen automatisiert und digital vernetzt. Klingt simpel, ist es aber nicht.

Denn es genügt nicht, die Hardware mit Datenkabeln zu verbinden, erklärt Andreas Koblitz. Die im Netz eingebetteten Maschinen unterschiedlicher Hersteller müssen nämlich in der Lage sein, miteinander zu kommunizieren. Das ist selten von vornherein der Fall, sondern muss erst eingerichtet werden.

Jede Maschine spricht im Zweifel ihre eigene Sprache. Viel Programmierarbeit ist zu leisten, um eine Verständigung untereinander und einen Datenaustausch zu ermöglichen. Tatkräftige Unterstützung erfuhr Andreas Koblitz von erfahrenen Hard- und Softwareexperten, unter anderem von GERSTEL, etwa bei der Automatisierung und Netzwerkintegration komplexer Analysenprozesse. Welche Herausforderungen hierbei zu meistern waren, macht der langjährige und erfahrene Mitarbeiter von INEOS in Köln anhand der Untersuchung einer im Kölner Werk hergestellten leichtflüchtigen toxischen Chemikalie deutlich.

Bei den Produkten, die INEOS am Standort Köln erzeugt, handelt es sich zum Teil um Stoffe, die ein gewisses Ge-

sundheitsrisiko bergen. Im Umgang damit im Allgemeinen und bei INEOS in Köln im Besonderen gilt: safety first! Auch im Rahmen der Produkt- und Qualitätskontrolle wird der Arbeitsschutz großgeschrieben. Andreas Koblitz: „Je weniger eine Probe in die Hand genommen werden muss, desto sicherer sind die Analyse und die Anwendung.“ Dies gelte vor allem, wenn es sich bei der zu analysierenden Substanz um eine toxische leichtflüchtige Verbindung handelt.

Automatisierungsbedarf erkennen und umsetzen

Mit seiner Vorstellung eines ideal automatisierten Analysensystems konfrontierte Andreas Koblitz die Experten von GERSTEL, namentlich Dirk Bremer (Leiter Entwicklung), Bernd Rose (Leiter mechanische Entwicklung) und Dr. Manfred Schwarzer (Leiter Software-Entwicklung): Alle prozessrelevanten Schritte, die bislang manuell durchgeführt wurden, sollten miteinander verknüpft und in einem Arbeitsgang automatisiert vorstattgehen. Die in SAP hinterlegten Probenaten sollten dem Analysensystem zur Verfügung gestellt, automatisch eingelesen und grafisch dargestellt werden. Sowohl der Säure- als auch der Wassergehalt des bei Raumtemperatur flüchtigen Produkts sollten titrimetrisch und dessen Zusammensetzung mittels GC-FID quantitativ bestimmt werden. Schließlich ging es darum, die Titrations- und Chromatographie-Analysen zu starten und dabei die Probenaten in Richtung Titrationsdatensoftware (tiamo von Metrohm) und Chromatographie-Software (Agilent Technologies) zu exportieren, um damit den Export der Ergebnisdaten der beiden Softwareprogramme in SAP zu ermöglichen.

Die Tatsache, dass es die Substanz, um die es hier geht, bereits bei Raumtemperatur in die Gasphase verschiebt, erforderte aus Sicht von Andreas Koblitz eine besondere Analysenstrategie unter Einsatz zweier Spritzen (Titrationsprobenaufgabe [mL-Format] und GC-Probenaufgabe [μ L-Format]), die über eine Kühl-



Rund zwei Jahre hat die Entwicklung dieses bei INEOS in Köln installierten GERSTEL-Analysensystems von der Idee bis zur Realisierung in Anspruch genommen. Zentrale Elemente sind die integrierten Titratoren (Metrohm) zur Bestimmung von Säure- und Wassergehalt sowie die gekühlten Spritzen (GERSTEL-CoolSy).



Foto: Guido Deufling

Zur Säure- und Wasserbestimmung wurden im Bereich des MPS zwei Titratoren integriert. Dr. Manfred Schwarzer fand eine Lösung, die Software der Titratoren mit der GERSTEL-MAESTRO-Software zu verbinden.

funktion verfügen, um überhaupt eine Injektion ohne Substanzverlust zu ermöglichen. Zusätzlich sollten auch die Probenreste aus dem geschlossenen Probenvial durch Anlegen eines Vakuums entsorgt werden. Eine manuelle Version dieser Einrichtung existierte bereits, nun sollte der Vorgang automatisiert verlaufen. All diese Forderungen bekamen die GERSTEL-Entwickler ins Pflichtenheft geschrieben.

Konkrete Annäherungen bereits in der Planungsphase

Das GERSTEL-Team entwarf zunächst am CAD-System ein Analysensystem, das den Vorstellungen von Andreas Koblitz Rechnung trug, bevor sie es physisch zusammenstellen und in der Praxis auf Herz und Nieren prüfen konnten und somit die Chance erhielten, an den Details zu arbeiten, die meist erst unter realen Laborbedingungen offenkundig werden. Als Rumpfaufbau und

zur quantitativen Analyse des Produktinhalts kamen ein GC-FID von Agilent Technologies zum Einsatz sowie ein GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS) in der DualHead-Version, versehen mit zwei unterschiedlich dimensionierten Spritzen für die Titration (mL-Volumen) und die Probenaufgabe für die GC (µL-Volumen).

Und was war mit den geforderten gekühlten Spritzen? „Weil am Markt nichts Derartiges verfügbar war, haben wir eben selbst eine kühlbare Spritze entwickelt und in unser Produktsortiment (GERSTEL-CoolSy) aufgenommen“, berichtet Bernd Rose.

Zur Säure- und Wasserbestimmung wurden im Arbeitsbereich des MPS zwei Titratoren der Firma Metrohm integriert. Dr. Manfred Schwarzer fand eine intelligente Lösung, die Software „tiamo“ der Titratoren mit der GERSTEL-MAESTRO-Software zu verbinden; MAESTRO übernimmt hierbei sozusagen die Funktion einer Spinne im digitalen Netz: Die GERSTEL-Software steuert sämtliche Probenvorbereitungs- und Analysenprozesse der verschiedenen Module, sammelt dazu die vorher generierten Probeninformationen von SAP ein und trägt für deren Export an die jeweils beteiligte Software (CDS und TDS) Sorge.

Letztlich stand noch die Frage im Raum, wie sich die Restprobe nach Abschluss aller Untersuchungen aus den geschlossenen Vials entsorgen lässt. Hierfür entwickelte Bernd Rose einen besonderen Spritzenadapter, mit dem dieser Schritt unter Anlegen eines Vakuums wie bisher möglich wurde.

Softwareprogrammierung schlägt die Brücke

Rund zwei Jahre hat die Entwicklung des hier beschriebenen Analysensystems in Anspruch genommen – von der Idee bis zum Einsatz in der Routine. „Ein sehr gutes Ergebnis, vor allem wenn man sich die Komplexität der Aufgabe vor Augen führt“, stellt Dr. Henk van Well fest. Der Leiter der Analytisch Technische Services von INEOS in Köln zeigt sich höchst zufrieden mit dem Resultat der Kooperation von INEOS in Köln und GERSTEL und listet die aus seiner Sicht drei bemerkenswertesten Aspekte des Projekts auf: 1. die gelungene Kooperation zwischen Metrohm und GERSTEL bei der Anbindung der Titrationssoftware an die MAESTRO-Software, 2. die Entwicklung einer kühlbaren Spritze, um Substanzverlust zu verhindern, und 3. die Lösung der Frage, wie sich toxische Probereste am Ende der Analyse vollständig automatisiert entfernen lassen.

Dr. Henk van Well: „Die Kolleginnen und Kollegen aus dem Betrieb kommen ins Labor und stellen die Proben eigenständig auf den vorgesehenen Platz in das gekühlte Rack. Unser Laborpersonal braucht dann nur noch mit der Computermaus das Startsymbol anzuklicken – fertig. Wir brauchen nur noch die Resultate der Messung abzuwarten, die nach Verifizierung der Ergebnisse unmittelbar auf dem Bildschirm im Leitstand des Betriebs angezeigt werden. So sieht Analytik im digitalen Zeitalter aus“, fasst Dr. Henk van Well zusammen.