

# Innen hui und außen pfui – Smarte Prozess-Sensoren in der gegenwärtigen Automatisierungslandschaft der Prozessindustrie

*Michael Maiwald, Patrick Gräßer, Lukas Wander, Svetlana Guhl, Klas Meyer, Simon Kern  
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin, Deutschland  
Richard-Willstätter-Str. 11, D-12489 Berlin, Deutschland  
michael.maiwald@bam.de*

## Zusammenfassung

Der Wandel von der aktuellen Automation zum smarten Sensor ist im vollen Gange. Automatisierungstechnik, sowie die Informations- und Kommunikationstechnik (IKT) verschmelzen zunehmend. Eine Topologie für smarte Sensoren, die das Zusammenwirken mit daten- und modellbasierten Steuerungen bis hin zur Softsensorik beschreibt gibt es bis heute jedoch noch nicht. Um zu einer störungsfreien Kommunikation aller Komponenten auf Basis eines einheitlichen Protokolls zu kommen sollte die Prozessindustrie die Weichen für eine smarte und sichere Kommunikationsarchitektur stellen. Sie verwehrt stattdessen die Entwicklungen ihrer Zulieferer und wartet lieber ab. Der Beitrag greift die Anforderungen der Technologie-Roadmap „Prozess-Sensoren 4.0“ [1] auf und zeigt Möglichkeiten zu ihrer Realisierung am Beispiel eines Online-NMR-Analysators, der im Rahmen eines EU-Projekts entwickelt wurde.

**Keywords:** Smarte Feldgeräte, Process Control, Modulare Produktion, Online NMR Spektroskopie, Indirect Hard Modelling.

## Die Prozessindustrie lässt Industrie 4.0 von ihren Zulieferern gestalten

Auch in der Prozessindustrie kommt Industrie 4.0 langsam an. Industrie 4.0 führt auch dort zu erheblichen Veränderungen im Denken und Handeln der Menschen, und die gravierenden Veränderungen im Umfeld der Informations- und Kommunikationstechnik erreichen mit hoher Geschwindigkeit die Prozessautomation dieser automatisierten Branche. Wenn die Automatisierer und Anlagenspezialisten nicht gestalten, tun es andere. Es werden sich auch hier neue Geschäftsmodelle für Anwender, Gerätehersteller und Dienstleister ergeben und gleichzeitig alte Geschäftsmodelle untergehen – wie es mit der zunehmenden Verbreitung des Internets beobachtet werden kann.

Eine Prozessindustrie, die auf Industrie 4.0 aufbaut, sichert zukünftig unseren Wettbewerbsvorteil. Man spricht von Cyber-physischen Produktionssystemen. Die folgende Formulierung von Lee [2] veranschaulicht das.

“Cyber-Physical Systems (CPS) are integrations of computation with physical processes. Embedded computers and networks monitor and control the physical pro-

cesses, usually with feedback loops where physical processes affect computations and vice versa”.

Grundlegend auf CPS aufgebaute Konzepte werden die Produktionsverfahren verändern und zum Beispiel neue Topologien von Anlagenmodulen ermöglichen, die sich heute nicht lohnen oder aus Steuerungs- oder Sicherheitsgründen gar nicht möglich sind. So können Eigenschaften und Parameter von Produkten und Prozessen zukünftig gemessen werden, für die es keinen Sensor gibt und niemals einen geben wird und mit der Sensorfusion wird die Generierung von mehr Wissen aus weniger Sensoren ermöglicht. Ein Soft Sensor ist eine Kombination mehrerer physischer Sensoren und eines Algorithmus zur Echtzeitberechnung dieser „neuen“ Größen in einem Prozess.

Auch sind flexible Änderungen der Produktspezifikationen nach aktuellem Kundenbedarf möglich, denn Prozesse von Spezialprodukten laufen mit beschleunigtem Produktwechsel durch vorausschauende Spezifikationsanpassung und nach Markttrends. Vielfach wird Industrie 4.0 mit Modularisierung [3] übersetzt, was zwar nicht falsch ist, jedoch nur eine

von vielen Ausprägungen von Industrie 4.0 darstellt. Mit Modularisierung nimmt die Flexibilität, Verfügbarkeit und Auslastung von Anlagen zu.

Hinzu kommt noch, dass durch die virtuelle Beschreibbarkeit aller Komponenten in der Landschaft von Industrie 4.0 zukünftig das „durchgehende Engineering“ unterstützt wird. Auf diese Weise werden sich eine geplante Produktionseinheit oder schon bald eine ganze Fabrik virtuell dynamisch simulieren und optimieren lassen, bevor diese realisiert und physisch aufgebaut werden.

Bezogen auf Sensoren und Aktoren bedeutet das, neben den physischen Komponenten auch virtuelle Modelle für die Planung, Simulation und Überwachung zur Verfügung zu bekommen – bis auf Ebene der Mess- und Implementierungsdaten und Kennlinien herunter. Ein wesentliches Element der Automatisierungskonzepte in der Prozessindustrie sind „smarte“ Feldgeräte, die Dienste innerhalb eines Netzwerks bereitstellen, als auch Informationen daraus beziehen und nutzen.

### Was tun?

Es gibt solche smarten Feldgeräte bereits, aber in der gegenwärtigen Automatisierungslandschaft der Prozessindustrie werden sie noch wie Eindringlinge betrachtet und mit sehr konventionellen Argumenten erschlagen. Dem Wandel zu Industrie 4.0 mit den bereits heute verfügbaren technischen Möglichkeiten steht also vor allem noch eine konservative Betriebskultur und eine innovationsfeindliche Entscheiderstruktur entgegen.

Aktuelle und zukünftige öffentliche Förderung von Industrie 4.0-Projekten sind eine gute Investition. Wegen der hohen Komplexität und Interdisziplinarität gelingt die Umsetzung nur gemeinsam zwischen Anwendern aus der Prozessindustrie, Software- und Geräteherstellern und Forschungsgruppen. Anwender sind gefragt, diese neue Technologie durch eine beschleunigte Validierung und Akzeptanz umzusetzen. Sie erhalten die einzigartige Chance, ihre Prozesse und Anlagen wettbewerbsfähig zu halten. Kooperativ betriebenen F&E-Zentren und gemeinsam anerkannten Applika-

tionslaboren kommt dafür eine hohe Bedeutung zu.

Im Folgenden werden die Anforderungen an smarte Feldgeräte anhand von Sensoren beschrieben und Möglichkeiten zu ihrer Realisierung am Beispiel eines Online-NMR-Analysators vorgestellt, der den Forderungen nach Modularität auch mit seinen kalibrierfreien, aus Komponenten zusammengesetzten Modellen zur Datenanalyse entgegenkommt.

### Prozess-Sensoren 4.0

Die Technologie-Roadmap Prozess-Sensoren 4.0 [1] ist eine gesondert stehende Ergänzung der zuvor 2006 und 2009 veröffentlichten Technologie-Roadmaps, bei denen die rasanten Veränderungen der Informationstechnologie (IT) noch nicht abzusehen waren. Es gibt eine Reihe von Anforderungen an Prozess-Sensoren, die im Folgenden erläutert und in Abb. 1 schematisch dargestellt sind. Werden diese zukünftig erfüllt sein, ergeben sich eine Reihe lohnender Eigenschaften hinsichtlich Aussagekraft, erhöhter Ausfallsicherheit oder Messgenauigkeit. Dieses vermeidet Betriebsstörungen.

Darüber hinaus generieren die Prozess-Sensoren im Verbund völlig neue Informationen, die über die Summe der Informationen der Einzelsensoren hinausgehen.

**Konnektivität und Kommunikationsfähigkeit.** Eine der größten Chancen des Zukunftsprojekts Industrie 4.0 ist das Ordnen der Kommunikationsstandards. Fast die gesamte Messdatenkommunikation ist heute noch analog, meist 4–20 mA, unidirektional, sternförmig und hierarchisch.

Das Nebeneinander unterschiedlicher, teils proprietärer Kommunikationsstandards mit sehr unterschiedlicher Komplexität oder Wartungsbedarf (Treiber, Komplexität der Fehlersuche) ist für den Anwender ein großer Nachteil. Weniger wäre mehr. Um zu einer störungsfreien Kommunikation aller Sensoren untereinander zu kommen, muss mindestens ein einheitliches Protokoll her, das alle Sensoren sprechen und verstehen.

Der derzeit greifbarste offengelegte Standard,

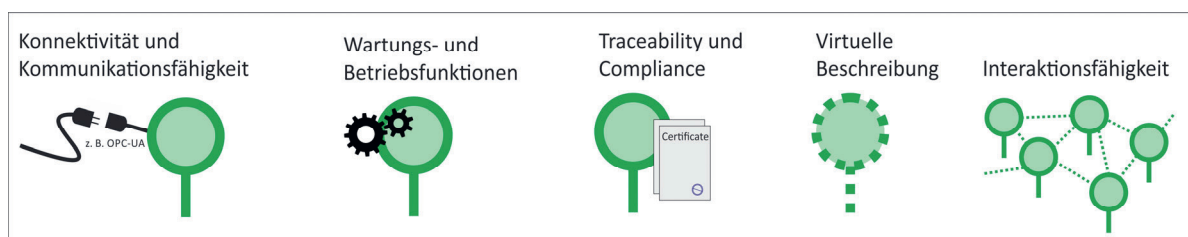


Abb. 1: Die wichtigsten smarten Funktionen zukünftiger Prozess-Sensoren [1].

der moderne Kommunikationsanforderungen erfüllt, ist OPC Unified Architecture (OPC-UA) [3]. Seit seiner Einführung 2007 steht er für eine skalierbare und plattformunabhängige Lösung und wird ständig weiter ausgebaut. Die häufig genannte Einschränkung einer hohen dafür benötigten Rechenleistung an den Knotenpunkten wird in Kürze hinfällig sein, wenn leistungsfähige Prozessoren die 1-Euro-Schwelle unterschritten haben. Hohe Rechenleistung schafft dann gleichzeitig die Leistung zur hardwareunterstützten End-to-End-Verschlüsselung der zu transferierenden Daten – übrigens die derzeit einzige Möglichkeit sicherer Kommunikation.

Über die Konnektivität ermöglichen die Prozess-Sensoren den Austausch ihrer Informationen als Cyber-physische Systeme mit anderen Feldgeräten im Netzwerk. Zuerst erhalten sie ein Benutzerinterface zu Standard-Hardware, wie Smartphone oder Smart-Pad und können so kontrolliert und ferngesteuert werden. Kabellose Übertragungswege werden rapide an Bedeutung gewinnen.

Es liegt auf der Hand, dass die Umstellung noch viele Jahre in Anspruch nehmen wird. Die Kommunikation wird für diese Übergangszeit abwärtskompatibel zur bestehenden Automationslandschaft sein und gleichzeitig innovative Topologien unterstützen. Auch analoge Messungen werden unmittelbar digitalisiert.

#### **Instandhaltungs- und Betriebsfunktionen.**

Die smarten, d.h. vorausschauenden Instandhaltungsfunktionen der Prozess-Sensoren sind allein ein gewichtiger Grund für einen Aufbruch in die neue Welt. Zuerst vereinfachen interaktive Assistenzfunktionen die Implementierung, Kalibrierung, Fehlersuche oder Instandsetzung. Dazu hält Industrie 4.0 die sogenannte Verwaltungsschale bereit – eine digitale Dokumentensammlung, die alle wichtigen Informationen abrufbar macht, von der Betriebsanleitung bis hin zu Videos zum Austausch von Bauteilen. Diese Daten können, müssen aber nicht im Sensor selbst enthalten sein. Es reicht eine eindeutige Kennung (z. B. Barcode, RFID-Tag), um die Daten vom Hersteller oder aus der eigenen Datenbank abzurufen. Für jede Benutzergruppe sind eindeutig festgelegte Funktionen nutzbar. Der Sensorzugriff erfolgt über gestufte Zugriffsrechte. Weitere smarte Funktionen ermöglichen Kalibrierung, Validierung oder Vergabe von solchen Tätigkeiten an geeignete Drittanbieter. Alle Leistungen des Sensors werden automatisch im ERP-System (Enterprise Resource Planning-System) abgerechnet und erleichtern das Kostenmonitoring. Auch die Bestellung von Ersatzteilen und Verbrauchsmaterialien für den Prozess-Sensor könnte autark erfolgen. Bei potentiellen Ausfäl-

len werden Ersatzmodule rechtzeitig beschafft. Der Austausch der Module erfolgt stark vereinfacht nach dem Plug-and-Play-Verfahren wobei dedizierte Upgrades möglich sind.

**Traceability und Compliance.** Die bisher genannten smarten Funktionen zur Selbstdiagnose, Selbstkalibrierung oder Selbstkonfiguration müssen in geeigneter Form, wie zum Beispiel in Audittrails, dokumentiert werden. So können sämtliche Sensorinformationen auf Abruf kontextbasiert zurückverfolgt werden. Schon seit vielen Jahren sind virtuelle IT-Systeme Realität, bei denen sich auch in komplexen Systemen ein validierter Zustand durch Wiedereinspielen der letzten validierten Version in wenigen Minuten wiederherstellen lässt, wenn etwa Funktionstests nach einem Software-Patch oder eines Firmware Updates Probleme machen. Dieses wäre dann auch für Prozess-Sensoren verfügbar.

**Virtuelle Beschreibung.** Durch die virtuelle Beschreibbarkeit wird das von Industrie 4.0 geforderte „durchgehende Engineering“ unterstützt. Das Referenzarchitekturmodell RAMI 4.0 und die Industrie 4.0-Komponente [4] beschreiben sowohl dieses durchgehende Engineering als auch weitere Dimensionen des Informationsaustauschs sehr konkret. RAMI 4.0 ist ein Schlüssel für das Verständnis der verschiedenen Hierarchieebenen in Industrie 4.0, und die Lektüre ist sehr lohnenswert.

Durch die Nutzung von digitalen Planungswerkzeugen für Produktionsanlagen werden vermehrt digitale, einheitliche Beschreibungen der Sensoren notwendig und ihre technischen Daten oder Funktionalitäten müssen in Form von (dynamischen) Modellen zu Verfügung stehen. Diese Informationen stehen wiederum weiteren Hierarchie-Ebenen zur Verfügung, um etwa eine Produktionseinheit oder eine Fabrik zu simulieren, bevor diese zusammengebaut und betrieben werden.

#### **Interaktionsfähigkeit und Bidirektionalität.**

Durch die Vernetzung der Prozess-Sensoren und damit der kontinuierlichen Bereitstellung von Informationen können in Cyber-physischen Systemen viele zusätzliche Funktionen bereitgestellt werden. Die Messdaten der Sensoren (und auch ihre intern erfassten Parameter und unterstützenden Messungen) sind eine Hauptdatenquelle für Big- bzw. Smart-Data Ansätze. Sensoren sind nicht mehr Einzelmessstellen, sondern bilden Prozesszustände ab oder generieren neue Informationen durch Kombination einzelner Informationen.

Interaktionsfunktionen und Bidirektionalität sind wichtige Grundlagen für zeitgemäße Prozessführungskonzepte, wie zum Beispiel modellbasierte Steuerungen, Advanced Process Control

(APC) oder Soft Sensing. Ansätze zur Selbstkalibrierung bauen auf solchen Konzepten auf. Die stark vereinfachte Integration der Prozesssensoren in Netzwerke und ihre Interaktion mit weiteren Informationen führen zu (selbst-)organisierten Systemen und verbessern die Produktion.

Prozess-Informationen auf Basis von Thermodynamik, Kinetik und Stoffübertragung können mit Produktionsparametern (z. B. Dosieraten, Rührgeschwindigkeiten, sonstige Betriebsbedingungen) sowie mit den Spezifikationen des Produktes in Zusammenhang gebracht werden. Zeitgemäße Regelkonzepte auf Basis dynamischer Modelle, wie Model Predictive Control (MPC), haben klassische PID-Regler oder Kaskadenregelung abgelöst. Das ungeheure Potential der Verknüpfung solcher Konzepte mit Prozess-Sensoren ist in der Regel noch völlig ungenutzt. Es existiert heute auch keine standardisierte Architektur, die die oben beschriebenen Regelkonzepte integriert.

#### Von 4–20 mA zum smarten Sensor

Der potentielle Weg für eine echte Industrie-4.0-Topologie mit smarten Feldgeräten ausgehend von der heutigen Situation ist steinig. Letztendlich werden neue Geschäftsmodelle die nötige Überzeugungskraft leisten.

Derzeit etablieren sich zunächst eine Reihe zusätzliche Zugangskanäle zu den Feldgeräten mit mobilen Endgeräten (Smart-Phone, Smart-Pad) [1, 5]. Dieses ist der erste Schritt in die Industrie-4.0-Welt – Maßnahmen zur Datensicherheit und Vergabe von Zugriffsrechten vorausgesetzt. Da viele Zulieferer für Automationstechnik bereits attraktive Lösungen anbieten, wurden Teillösungen bereits erfolgreich umgesetzt.

Für komplexe Feldgeräte wäre die Nutzung von (virtuellen) Laufzeitumgebungen ein großer Gewinn. Im Laborbereich ist dieses längst Realität, und die Nutzung von zugewiesenen PCs zur Konfiguration und Pflege von Analysemethoden wurde längst abgelöst durch Embedded PCs oder speicherprogrammierbare Steuerungen (SPS) auf Feldgerätseite, die mit der Software in virtuellen Laufzeitumgebungen kommunizieren. [5, 6]

Im weiteren Ausbau wird das mobile Endgerät wohl als Brücke zu einer Datenbank oder Cloud fungieren und dadurch Dienste der Cloud (z. B. neue Kalibriermodelle, neue Stellgrößen, neue Firmware, Wartungsbedarf, fortgeschriebene Dokumentation/Handbuch) nutzen.

Die temporäre Einbindung von mobilen Endgeräten wird sich zu einer direkten bidirektionalen Kommunikation zum Firmennetzwerk weiterentwickeln. Damit wird der Aktuator oder der

Prozess-Sensor zusätzlich zu seiner konventionellen Integration Bestandteil eines Cyberphysischen Produktionssystems. Auch lassen sich so Lizenzserver mit einbinden, die die notwendige Software für anspruchsvolle Kalibriermodelle (z. B. Chemometrische Methoden) verwalten.

Durch vermehrte Nutzung und Ausbau der oben genannten Dienste wird der Bedarf an dauerhafter Verbindung zwischen Feldgerät und Cloud zunehmend größer. So entstehen feste Verbindungen zu Serververbänden und Clouds in der Anlage, im Betrieb, im Unternehmen – aber für genau festgelegt Informationen auch zu Servicedienstleistern, Sensorherstellern oder in das öffentliche Internet.

Die unterstützenden Cloud-Dienste erfordern zunächst keine hohe Verfügbarkeit oder Echtzeitfähigkeit, wie etwa für kritische Anwendungen. Sind diese jedoch zukünftig gegeben, wäre auch eine Übernahme der Prozessführungsaufgaben denkbar.

Weil Serververbände ein hohes Maß an Verfügbarkeit bieten, ließen sich kritische Automatisierungsaufgaben durchaus realisieren. Diese – teilweise virtuell abgebildeten – Topologien könnte man dann als Prozessleit-Umgebung statt Prozessleit-System bezeichnen. Zu diesem Zeitpunkt kann die konventionelle Prozessführung vollständig ersetzt werden und die Realisierung des Konzepts Industrie 4.0 für Prozess-Sensoren ist erreicht.

Gleichzeitig wird die Verfügbarkeit durch netzartige Verbindungen der Sensoren untereinander und zur Cloud massiv erhöht. Virtuelle Serververbände lassen sich ohnehin entsprechend ihrer benötigten Verfügbarkeit und Redundanz ausstatten und liefern diese dann auch.

Applikationen, die auf Cloud-Diensten basieren, können darüber direkten Zugriff auf Daten im Prozess-Sensor erhalten oder der Prozess-Sensor kann Daten selbständig aus dem Internet holen. Dadurch kann der Prozess-Sensor einerseits Dienste anbieten und andererseits Funktionen ausführen und Aktoren bedienen – sofern dieses topologisch sinnvoll ist. Es wird bei allen Szenarien davon ausgegangen, dass sich die IT-Sicherheit adäquat mit den Anforderungen weiterentwickeln wird.

Mit einem solchen System ist die Einrichtung beliebiger Dienstleistungen und Funktionen auf der Basis der jeweils gängigen Methoden und Technologie des Internets möglich. Es ist anzunehmen, dass dies in verschiedenen Domänen geschieht, zum Beispiel begrenzt auf eine Anlage, auf einen Betrieb oder einen Hersteller. Beispiele für Dienstleistungen sind auf Sensordaten aufbauende Instandhaltungsdienste oder Energiedienste für Anlagen.



Spätestens hier wird noch einmal deutlich: Smarte Prozess-Sensoren führen zu neuen Geschäftsmodellen für Anwender, Gerätehersteller und Dienstleister.

### Beispiel: Smarter Online-NMR-Analysator

In einem Horizont-2020-Projekt der Europäischen Kommission CONSENS (Integrated Control and Sensing, 2015–2017, [7]) werden innovative Sensorkonzepte zur Prozessüberwachung und -regelung innerhalb modularer Produktionsanlagen implementiert. Im Zuge des CONSENS-Projekts wurde beispielhaft auch ein NMR-Sensor als smartes Modul für die Prozesskontrolle in modularen Anlagen entwickelt. Die Herausforderung hierbei bestand darin, ein kommerziell erhältliches Niederfeld-NMR-Spektrometer aus dem Laborbereich für die Anforderungen in einer chemischen Produktionsumgebung anzupassen und mit einer robusten Datenauswertung zu versehen. [6–8]

Abb. 2 zeigt das Konzept für die Einbindung des Sensors in das kontinuierliche Produktionsumfeld an einer lithiumaktivierten aromatischen Substitutionsreaktion als Beispielreaktion aus dem pharmazeutischen Bereich. Dies umfasst sowohl die Feldintegration des Laborgeräts unter Beachtung von Explosionsschutzrichtlinien (ATEX Zone 1) und Kommunikationsprotokollen, als auch die Entwicklung von robusten automatisierten Methoden für die Vorbehandlung und Auswertung der erhaltenen NMR-Spektren. Ziel war die zuverlässige Prozessüberwachung und die Nutzung der Daten für modellbasierte Regelungskonzepte. Um quantitative und strukturelle Informationen für das Beispiel der lithiumaktivierten aromati-

schen Substitutionsreaktion zu bekommen, wird ein Teil des Prozess-Stroms im Bypass durch den Magneten des NMR-Spektrometers geleitet. Da die hochentzündliche Reaktionsmischung durch nicht metallische und potentiell zerbrechliche Leitungen geleitet wird, wurde der NMR-Sensor in ein Überdruckkapselungs-System integriert, welches zusätzlich mit einer Leckagekontrolle ausgestattet ist, um auch bei einem Versagen der Analysenzelle alle Anforderungen hinsichtlich des Betriebs im explosionsgefährlichen Bereich (ATEX Zone 1) zu erfüllen. Mittlerweile wurde die Analysenzelle durch eine selbstentwickelte, 3D-gedruckte Keramikmesszelle ersetzt, die metallisch gefügt ist, womit prinzipiell auf die Leckagekontrolle verzichtet werden könnte.

Innerhalb des Online-NMR-Sensormoduls werden neben den NMR-Informationen weitere Messdaten (Temperatur, Druck, Durchflussrate, etc.) erfasst, die teilweise direkt, als auch vorausgewertet weitergegeben werden können, z. B. für Überwachungs-, Steuer-, oder Wartungsaufgaben.

Als zentrales Element dient dazu eine SPS-Steuerung, die die internen Abläufe innerhalb des Moduls steuert und alle Datenströme mit Hilfe einer SQL-Datenbank bündelt. Unabhängig davon arbeiten die Sicherheitseinrichtungen für die Überwachung des Explosionsschutzes autark mit direkter Wirkung auf eine Abschaltvorrichtung. Im Regelbetrieb können Statusmeldungen von der Sicherheitstechnik ebenfalls erfasst und weitergegeben werden, während die Kommunikation im Fall einer Sicherheitsabschaltung der Stromversorgung auf die Sicherheitskomponenten beschränkt wird. Die Übertragung erfolgt je nach Verfügbarkeit in der Produktionsumgebung bevorzugt über

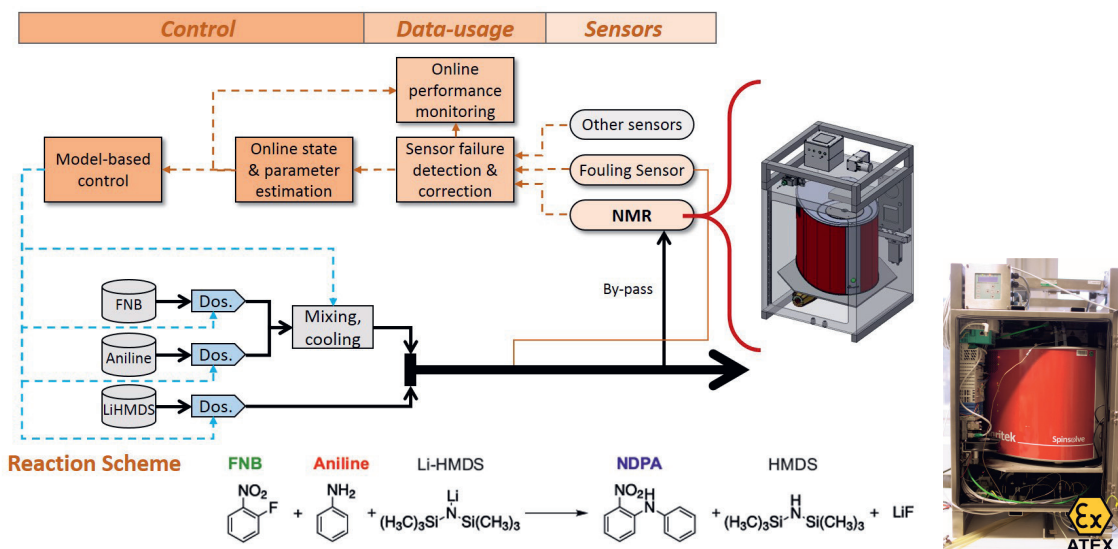


Abb. 2: Einbindung des NMR-Moduls in eine modulare kontinuierlich betriebene Fabrik [7, 8].

das Kommunikationsprotokoll OPC-UA, entweder drahtgebunden über eine eigensichere Ethernet-Leitung oder über ein ATEX-konformes Drahtlos-Netzwerk. Über OPC-UA ist der direkte Zugriff auf die intern betriebenen IT-Systeme möglich, unterschieden nach Betriebszustand. Im Wartungsmodus wird eine Fernwartung mittels geeigneter ATEX-zertifizierter Endgeräte im Kontrollraum oder auch direkt innerhalb der Anlage ermöglicht.

Damit das NMR-Modul auch in konventionellen Betrieben eingesetzt werden kann, wurden zusätzlich klassische Kommunikationsstandards zur Verfügung gestellt. So können beliebige Daten in deutlich eingeschränktem Umfang durch standardisierte, eigensichere 4–20 mA Analogsignale übertragen werden.

Wie sich in einigen Testläufen gezeigt hat, eröffnet die gleichzeitige Verfügbarkeit klassischer Kommunikationswege neben der Industrie-4.0-tauglichen Kommunikation die vorsichtige Annäherung der beiden Welten.

#### **Chemischer Sensor ohne Chemometrie.**

Üblicherweise werden Sensoren im ersten Schritt kalibriert, um eine Korrelation des Sensor-Signals mit einer physikalischen oder chemischen Eigenschaft der Probe herzustellen. Aufgrund der strikten Linearität zwischen NMR-aktiven Atomkernen und ihrer Peakfläche, welche streng matrixunabhängig ist, zeigen NMR-Methoden großes Potential für eine kalibrierfreie und zeitsparende Auswertung. Damit ist eine direkte Relativquantifizierung durch Vergleich von Signalfächern im Spektrum möglich, ohne dass die Zugabe von Standards oder eine vorherige Kalibrierung notwendig ist. Für NMR-Spektren mit stabiler Basislinie und nicht-überlappenden Signalen ist die direkte Integration der Peakflächen und die Einführung eines Konzentrations-Konvertierung-Faktors die Methode der Wahl.

Wenn die Signale mehrerer Analyten im Spektrum sehr stark überlappen, hat sich das *Indirect Hard Modeling* (IHM) [6, 10] bewährt. In einfachen Worten benötigt man auch hier lediglich die Zuordnung der Signale im NMR-Spektrum zu den einzelnen Komponenten. Aufgrund der starken Überlagerungen sind dazu die Spektren der Reinstoffe sehr hilfreich. Beim IHM werden damit zunächst Reinstoffmodelle jedes Reaktanden durch eine Reihe von Lorentz-Gauß-Signalen gebildet, die miteinander gekoppelt sind. In einem zweiten Schritt kann nun das Spektrum einer technischen Mischung als gewichtete Summe dieser Reinstoffmodelle (component weights) unter Minimierung der Residuen angepasst werden. Die gekoppelten Teilsignale der Reinstoffmodelle bleiben untereinander konstant, jedoch sind Peak-Position, Peakbreite, der Formfaktor

und die Intensität in definierten Grenzen flexibel und es ist möglich, nichtlineare Effekte (wie etwa Signaldrifts) zu berücksichtigen. Studien haben gezeigt, dass robuste Reinstoffmodelle innerhalb weniger Stunden erhalten werden können [10] und dass sich diese modular miteinander kombinieren lassen, etwa wenn Reaktionspartner variiert werden oder zusätzliche Komponenten im Prozess auftauchen. Diese Eigenschaften des IHM machen die NMR-Spektroskopie besonders interessant für Anwendungen von flexiblen, intensivierten Produktionskonzepten [6, 8, 9] mit stark verkürzten Rüstzeiten durch Wegfall der Kalibrierung.

#### **Dank**

Teile der Arbeit wurden durch das Forschungs- und Innovationsprogramm Horizon 2020 der Europäischen Union unter grant agreement N° 636942, Projekt CONSENS [7], gefördert. Dem Roadmap-Team Prozess-Sensoren 4.0 [1] sei ebenfalls sehr herzlich gedankt.

#### **Literaturnachweis**

- [1] Technologie-Roadmap Prozess-Sensoren 4.0 – Voraussetzungen für die zukünftigen Automatisierungskonzepte, Herausgegeben von VDI/VDE-Gesellschaft Mess- und Automatisierungstechnik (GMA) und NAMUR – Interessengemeinschaft Automatisierungstechnik der Prozessindustrie, Düsseldorf, November 2015.
- [2] E. A. Lee, *Cyber Physical Systems: Design Challenges*, EECS Department, University of California, Berkeley, 2008.
- [3] <http://www.opcfoundation.org>
- [4] White Paper: Modulbasierte Produktion in der Prozessindustrie – Auswirkungen auf die Automation im Umfeld von Industrie 4.0, ZVEI, Februar 2015, <http://www.zvei.org/>
- [5] M. Maiwald, *Clever und Smart – Die neuen Prozess-Sensoren 4.0*, ATP-Edition 58(3), 28–36 (2016).
- [6] K. Meyer et al., *Trends in Analytical Chemistry* 83, 39–52 (2016); doi: 10.1016/j.trac.2016.03.016.
- [7] CONSENS – Integrated Control and Sensing for Sustainable Operation of Flexible Intensified Processes, [www.consens-spire.eu](http://www.consens-spire.eu).
- [8] Kern, S., Meyer, K., Maiwald, M., *NMR-Spektroskopie im Feld – Eine neue Online-Methode für die Prozesskontrolle*, ATP Edition 58(12), 21–25 (2016).
- [9] M. Maiwald, P. Gräßer, L. Wander, N. Zientek, S. Guhl, K. Meyer and S. Kern, *Strangers in the Night—Smart Process Sensors in Our Current Automation Landscape*, *Proceedings* 1, 628 (2017). doi: 10.3390/proceedings1040628.
- [10] A. Michalik-Onichimowska, S. Kern, J. Riedel, U. Panne, R. King and M. Maiwald, “Click” analytics for “click” chemistry – A simple method for calibration-free evaluation of online NMR spectra, *Journal of Magnetic Resonance* 277, 154–161 (2017). doi: 10.1016/j.jmr.2017.02.018.