



OXEA[®]

Online X-Ray Elemental Analyzer

Features

- Schnelle Qualitätskontrolle
- Für Elemente oberhalb Mg
- Keine radioaktiven Quellen
- Zuverlässig und sicher
- Niedrige Betriebskosten
- Schnelle Amortisation

INDUTECH GmbH
Ahornweg 6-8
D-72226 Simmersfeld

fon: + 49 7484 -92 97-40
fax: + 49 7484 -92 97-33
email: info@indutech.com

Dr. Albert Klein
cell phone: + 49 171 431 35 63
internet: www.indutech.com

OXEA[®] - Online-Elementaranalysator

OXEA (Online X-ray Elemental Analyzer) basiert auf der im Laborbereich bekannten Röntgenfluoreszenztechnik (RFA, XRF).

Mit Hilfe eines patentierten Verfahrens wurde diese Methode online-fähig gemacht. Das Gerät ist in verschiedenen Varianten erhältlich und wird an unterschiedlichsten Materialien, z.B. Kohle, Erz und Zement, oder auch im Lebensmittelbereich erfolgreich eingesetzt.

Die OXEA-Geräte haben ein sehr leistungsfähiges Softwarepaket, mit dem die Röntgenfluoreszenzspektren erfasst und genau analysiert werden. Die ermittelten Konzentrationen werden grafisch dargestellt, in einer Datenbank gespeichert und stehen dem Anwender auf Wunsch als Datentelegramm zur Verfügung.

Optional kann die RFA Analysator mit dem Mikrowellen-Feuchtemessgerät PMD 2450 kombiniert werden. Die Daten beider Geräte werden zentral von der Software ausgewertet. Durch die Anforderungen an die Messgeometrie wird die Messung vorzugsweise an einem repräsentativen Bypass durchgeführt, wobei der entnommene Teilstrom dem Messgerät auf einem kleinen Förderband zugeführt wird.

Eine Installation über dem Hauptförderband mit Hilfe eines speziellen Schlitten ist auch möglich.

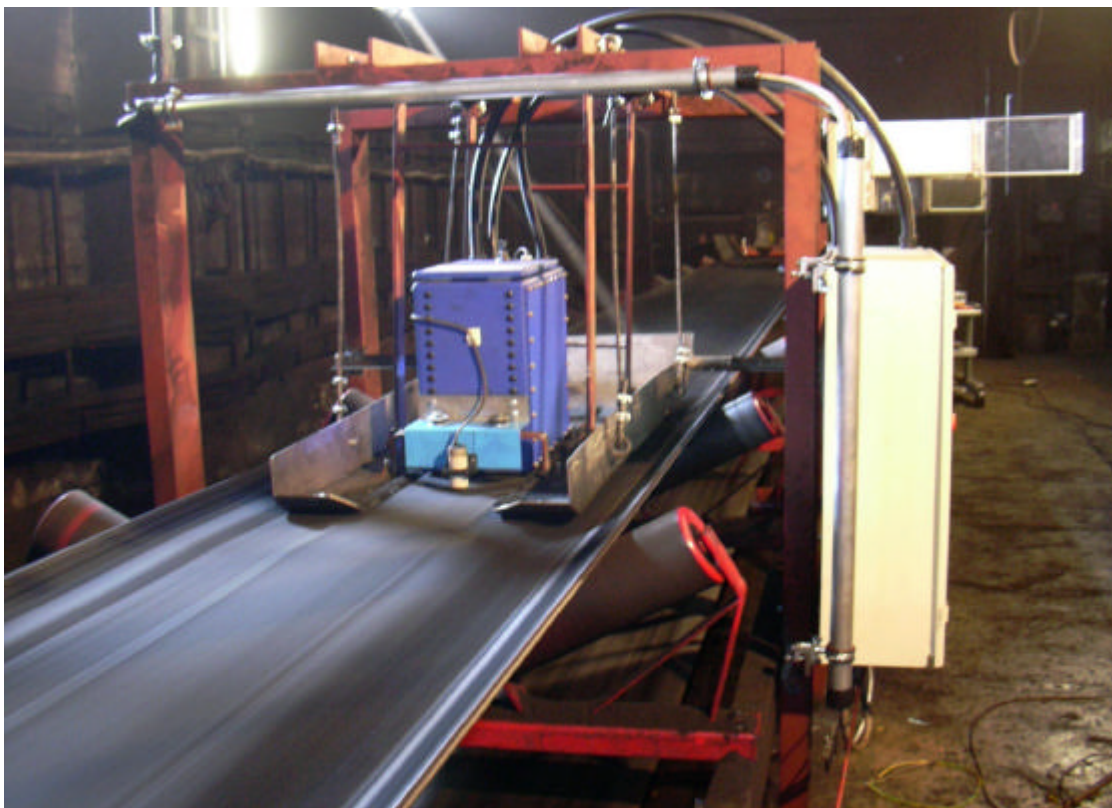


Bild 1: OXEA 3000 auf Schlitten

Das Messprinzip

Durch die anregende Röntgenstrahlung wird die bestrahlte Materie ionisiert. Bei ausreichender Anregungsenergie werden auch die inneren Elektronen aus dem Atomverband herausgelöst. Um die auftretenden Lücken aufzufüllen, rücken Elektronen aus den äußeren Schalen der Elektronenhülle nach. Die hierbei freiwerdende Energie wird als Photon, d.h. als Röntgenstrahlung abgegeben. Die Energie dieser Strahlung ist charakteristisch für das Element, das das betreffende Photon erzeugt hat.

Mit den eingesetzten Detektoren wird die Röntgenstrahlung in elektrische Impulse umgewandelt, wobei die Impulshöhe proportional zur Energie der Photonen ist. Bei der energiedispersiven Röntgenspektroskopie wird nun von jedem Photon die Impulshöhe bestimmt und als Ereignis jeweils einem Kanal zugeordnet. Diese Vorrichtung wird Vielkanalanalysator genannt. Liest man nach ausreichender Messzeit die im Vielkanalanalysator gespeicherten Daten aus und trägt die Zahl der Ereignisse über der Kanalzahl auf, so erhält man das Spektrum.

Dieses lässt sich aufteilen in Untergrund und charakteristische Linien. Die Intensität der Linie ist ein Maß für die Konzentration des betreffenden Elementes. Bei der Konzentrationsbestimmung muss man aber berücksichtigen, dass charakteristische Photonen auf dem Weg vom emittierenden Element zum Detektor von anderen Elementen absorbiert werden können. Die Linie des analysierten Elements wird hierdurch verkleinert und die Linien niederenergetischer Elemente werden überhöht dargestellt.

Diese gegenseitige Beeinflussung wird Matrixeffekt genannt. Der Matrixeffekt kann mit mathematischen Methoden kompensiert werden. Die entsprechenden Korrekturfaktoren können bei der Kalibrierung des Gerätes produktspezifisch bestimmt werden. Bei genauer Kenntnis der Messgeometrie sowie erforderlicher Daten der Röntgenröhre und des Detektors können diese Korrekturfaktoren auch berechnet werden auf Basis sogenannter Fundamentalparameter, die sich aus Tabellenwerken entnehmen lassen.

OXEA benutzt die energiedispersive Methode der Röntgenfluoreszenz unter Einsatz hochauflösender Detektoren und erlaubt sowohl die produktspezifische Matrixkompensation als auch die Nutzung der Fundamentalparameter.

Vergleiche mit anderen Messmethoden

Die Messgenauigkeit der OXEA-Geräte kann mit PGNAA-Geräten, die wesentlich aufwendiger sind und zur Anregung eine hochenergetische Neutronenstrahlung benötigen, verglichen werden.

In der nachfolgenden Tabelle sind die für die Kohle relevanten Größen bzw. Elemente aufgeführt. Wie ersichtlich können mit dem RFA System OXEA nur wenige Elemente zu Beginn des Periodensystems nicht gemessen werden. Alle anderen Elemente werden von beiden Methoden ähnlich gut erfasst. Zur Bestimmung des Heizwertes ist bei beiden Verfahren eine Online-Wassergehaltsbestimmung erforderlich.

| Messgröße | PGNAA | RFA |
|-----------------------------|-------|-----|
| Standard-Analyse | | |
| ▪ Wasser | ✓ | ✓ |
| ▪ Asche | ✓ | ✓ |
| ▪ Schwefel | ✓ | ✓ |
| ▪ Heizwert (Btu/lb.) | ✓ | ✓ |
| ▪ lb. SO ₂ /MBtu | ✓ | ✓ |
| Elementaranalyse | | |
| ▪ Kohlenstoff | ✓ | |
| ▪ Wasserstoff | ✓ | |
| ▪ Stickstoff | ✓ | |
| ▪ Schwefel | ✓ | ✓ |
| ▪ Chlor | ✓ | ✓ |
| ▪ Silizium | ✓ | ✓ |
| ▪ Aluminium | ✓ | ✓ |
| ▪ Eisen | ✓ | ✓ |
| ▪ Titan | ✓ | ✓ |
| ▪ Kalzium | ✓ | ✓ |
| ▪ Kalium | ✓ | ✓ |

Mit Geräten, die nach der Dual-Energy Methode arbeiten, kann nur der Aschegehalt bestimmt werden. Dieses Messprinzip basiert auf der Absorption von Am- und Cs-Strahlung durch aschebildende chemische Elemente. Da hier eine Pauschalabsorption gemessen wird, ist die Messung stark abhängig von den Schwankungen der Asche-Zusammensetzung.

Auch durch Einsatz einer dritten Energiequelle können diese Schwankungen nur teilweise kompensiert werden. In jedem Fall ist eine RFA-Messeinrichtung zur Bestimmung des Aschegehalts vorzuziehen, da sie wesentlich mehr Möglichkeiten und eine höhere Messgenauigkeiten bietet.

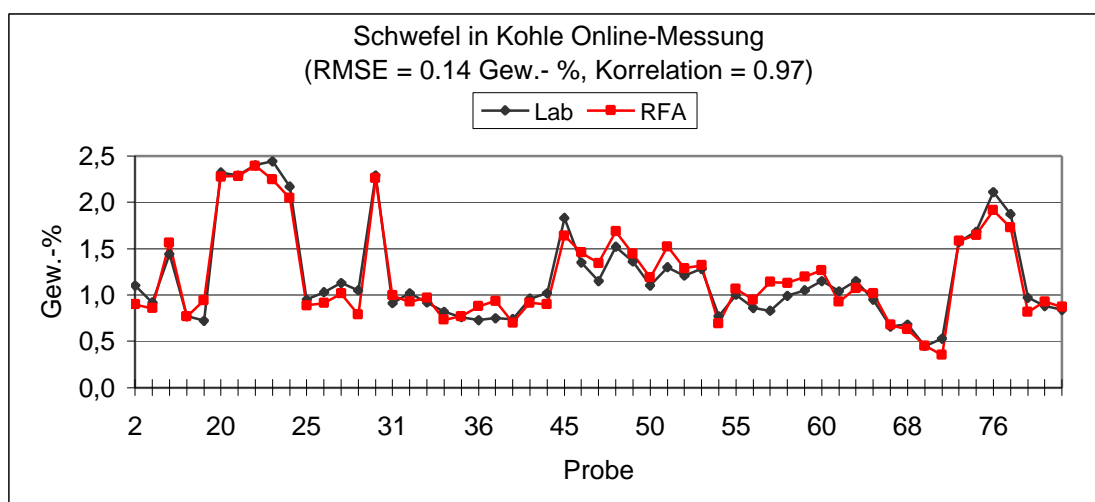
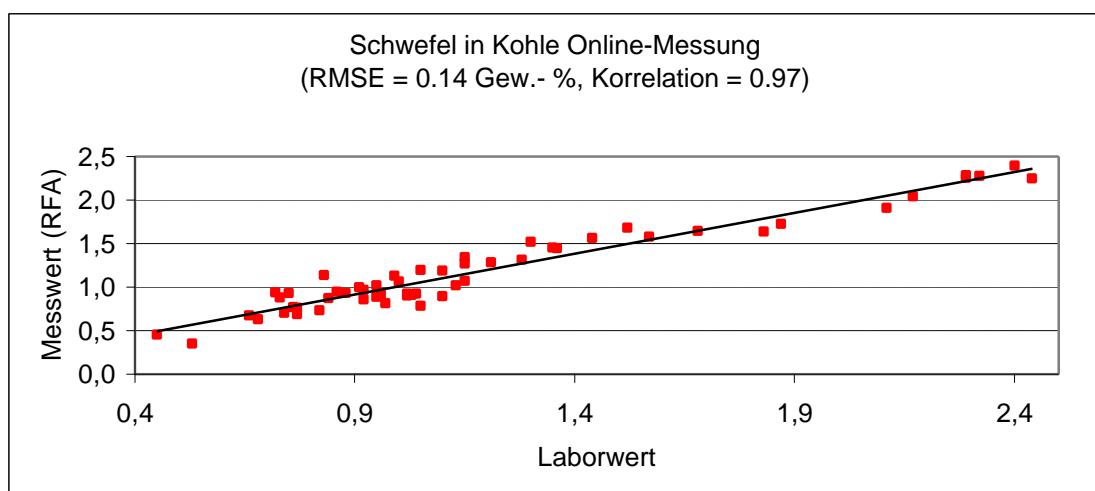
Anwendungsbeispiele

1 Kohle

1.1 Schwefelgehalt / Schadstoffe

Die „end of the pipe“ Methode, d.h. die Erfassung des SO_2 -Gehaltes der Abgase, ermöglicht keine optimale Nutzung der Rauchgasentschwefelung, da der Schwefelgehalt des sich bereits im Bunker befindenden Brennstoffes nicht mehr beeinflusst werden kann und Maßnahmen zur Minderung von SO_2 nur erheblich verzögert erfolgen können. Durch eine kontinuierliche Überwachung der Kohlemischung vor den Bunkern mit OXEA können diese Maßnahmen rechtzeitig vorgenommen und die Schwankungen des Schwefelgehaltes im Abgas wesentlich besser ausgeregelt werden.

Das Messgerät OXEA kann hinter dem Hauptprobenehmer installiert werden, der die Standardproben für die Qualitätssicherung entnimmt. Diese können ebenfalls zur Kalibrierung des Online-Gerätes herangezogen werden. Weitere Schadstoffe der Kohle, wie Chlor oder Arsen sind gleichzeitig ermittel- und damit beeinflussbar. Unten ist eine Schwefelgehaltmessung in Kohle zu sehen.



1.2 Aschegehalt und elementare Zusammensetzung von Kohle

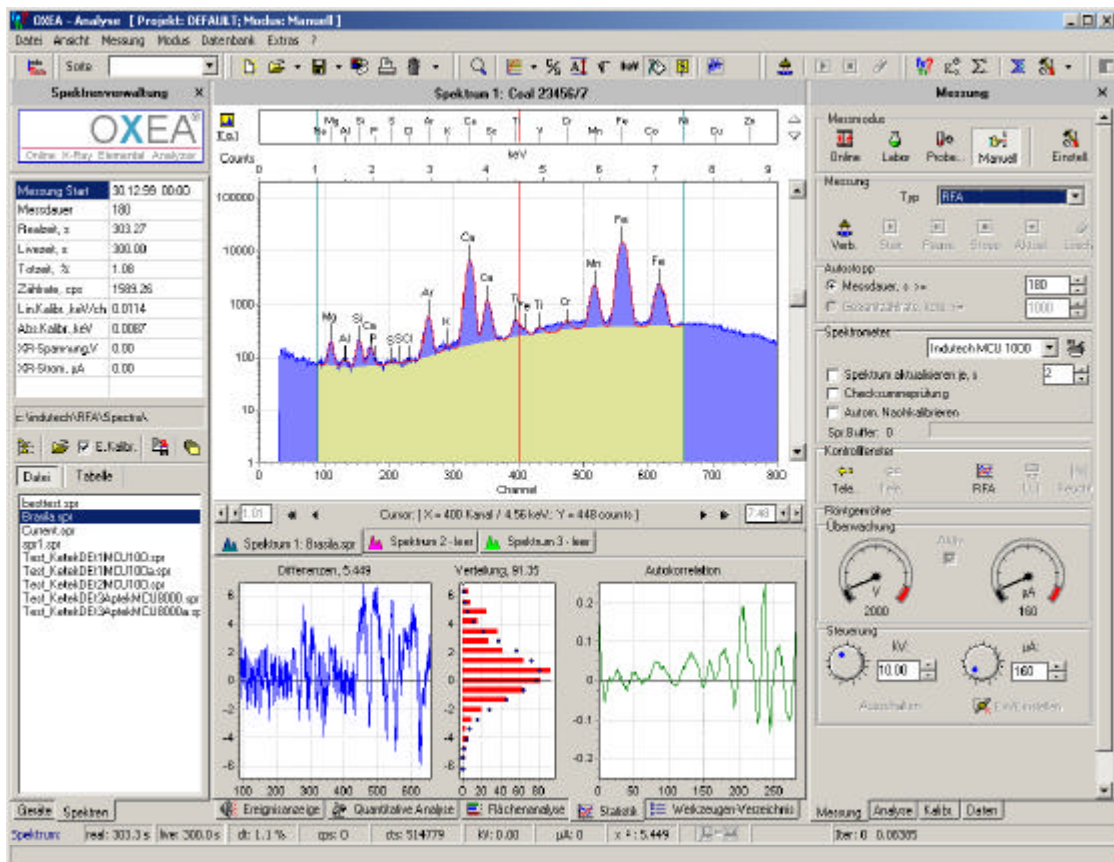


Bild 2: Benutzeroberfläche der Software OXEA Analyse

Mit OXEA wird die gesamte Asche-Zusammensetzung erfasst. In der Regel wird die aufbereitete Kohle online kontrolliert. Ein Erfahrungswert für die erzielbare Genauigkeit ist 0,3-0,7%.

In manchen Fällen ist es verfahrenstechnisch günstiger die Berge zu kontrollieren um sich so ein Bild von den Verlusten zu machen. Bild 2 zeigt ein typisches Berge-Spektrum. Anhand spezieller Algorithmen wird der Aschegehalt ermittelt. Optional können auch Elemente, die von besonderem Interesse sind, z.B. Chlor online überwacht werden. Bild 3 zeigt die Kalibrierung der Bergemessung, die mit OXEA Labor durchgeführt wird. Die Kalibrierkurve ist zusätzlich als Trendlinie dargestellt.

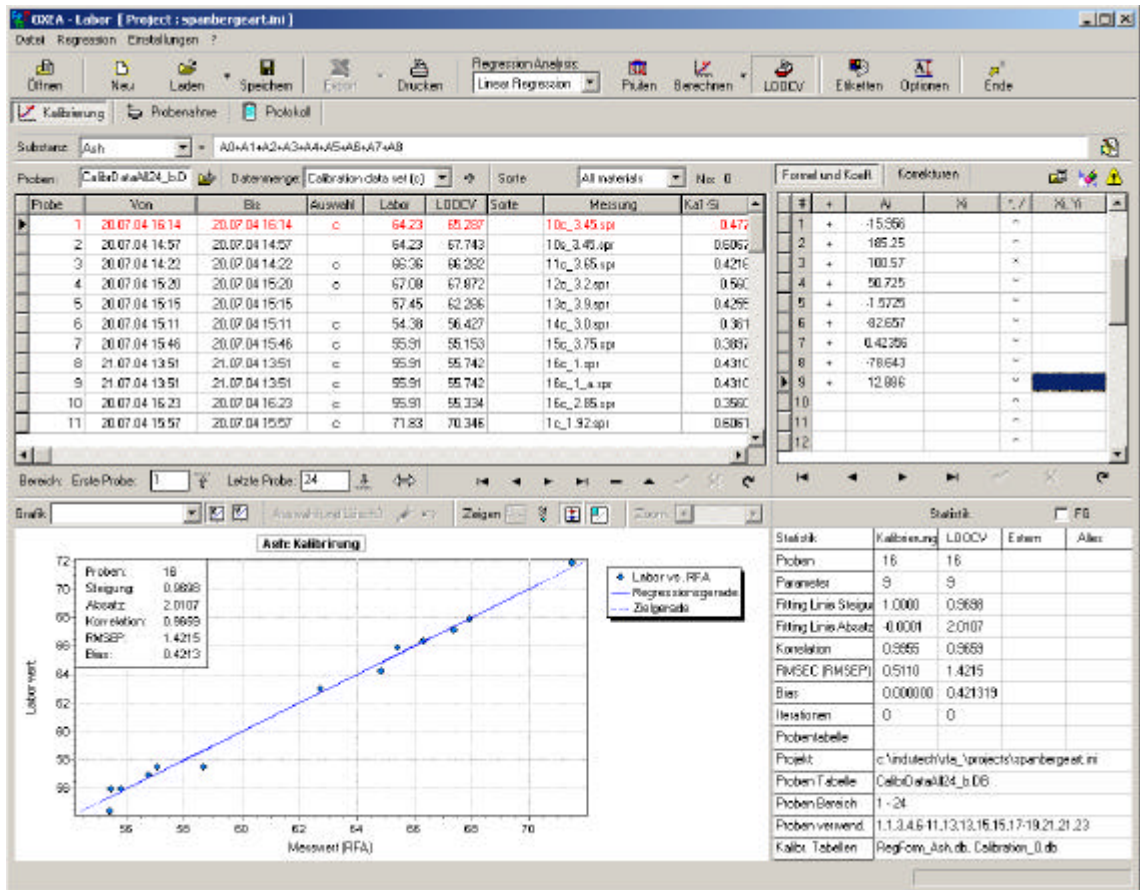
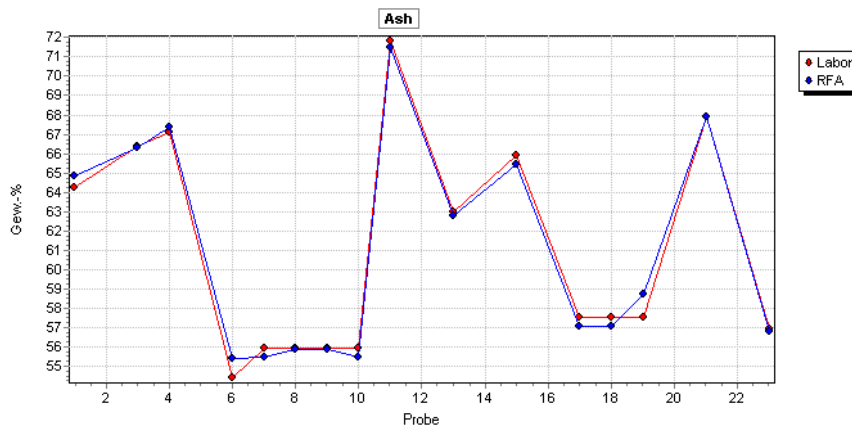


Bild 3: OXEA Labor Software, mit Asche-Kalibrierung von Bergen.



2 Wertstoff- und Schadstoffgehalt in mineralischen Rohstoffen

Mit OXEA lässt sich die Konzentration chemischer Elemente mit einer Ordnungszahl >12 bestimmen. OXEA ist somit bestens geeignet, den Wertstoffgehalt mineralischer Rohstoffe in Aufbereitungsanlagen zu kontrollieren.

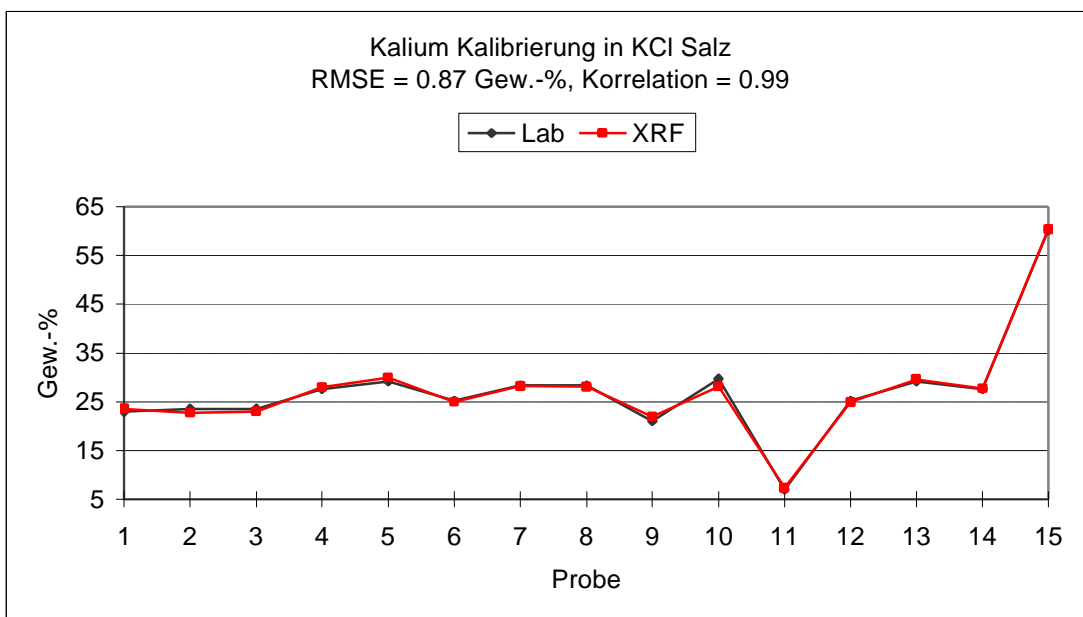
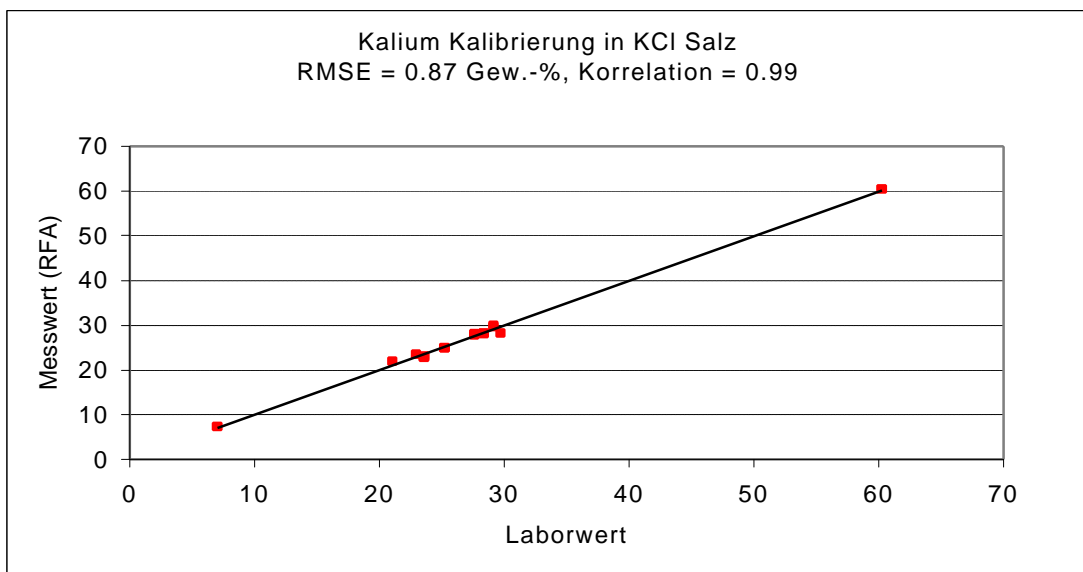
Ebenso lassen sich Leitelemente, die der Qualitätsbeurteilung dienen, bestimmen. Die Kenntnis von Schadstoffen, wie z.B. Silizium in Magnesit, Quecksilber in Eisenerz oder Blei in Kalk, ist oft wesentlich.

2.1 Kaligehalt

Die gängige Methode zur Kaligehaltsbestimmung ist die Messung der natürlichen Gammastrahlung des Isotops K-40.

Diese Methode ist aber bei hohen Konzentrationen ungenau. Insbesondere bei Konzentrat empfiehlt sich daher der Einsatz von OXEA.

Nachfolgend sind OXEA-Messungen im Bereich von 8-60% K₂O dargestellt.



3 Erze

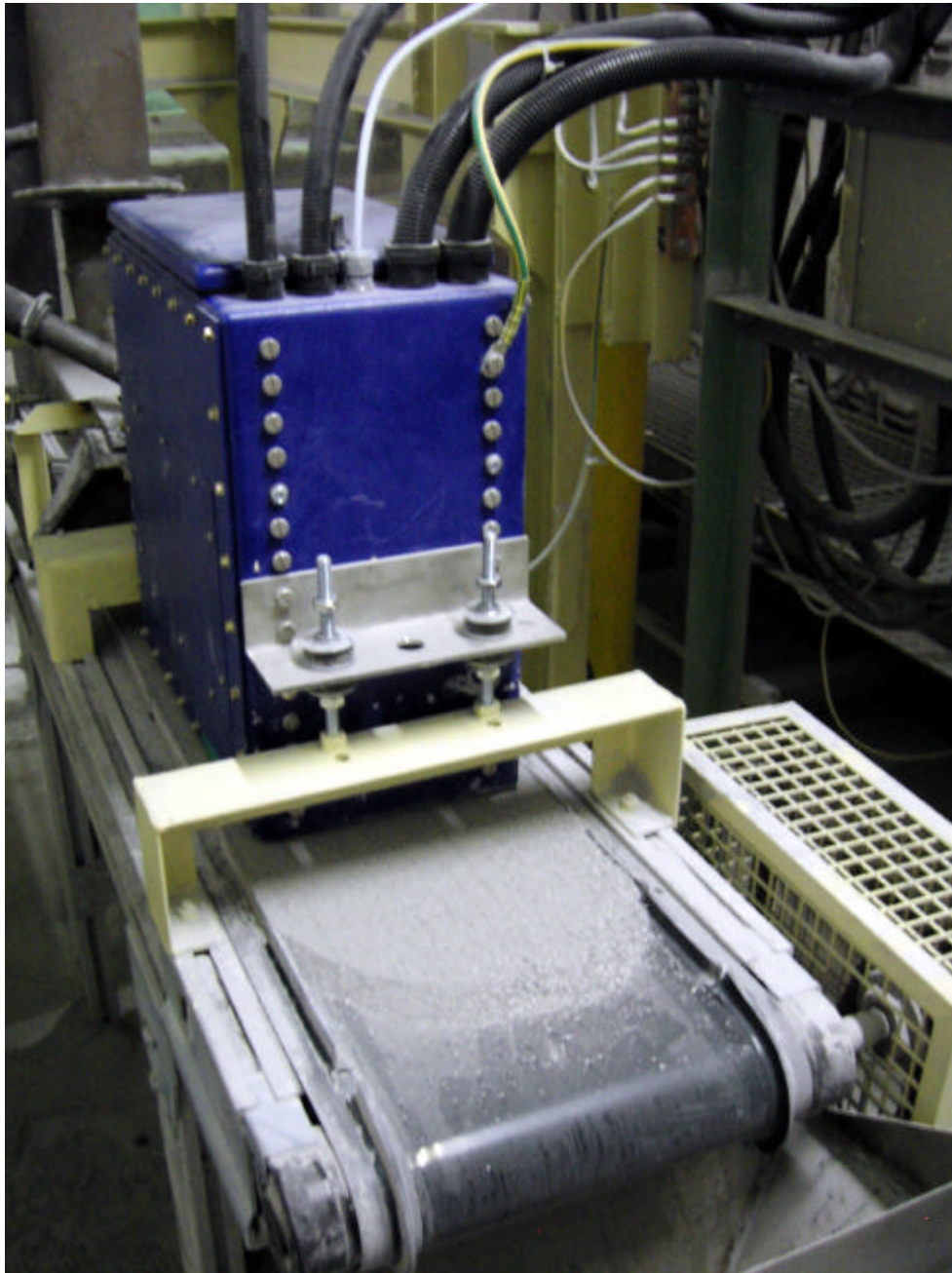
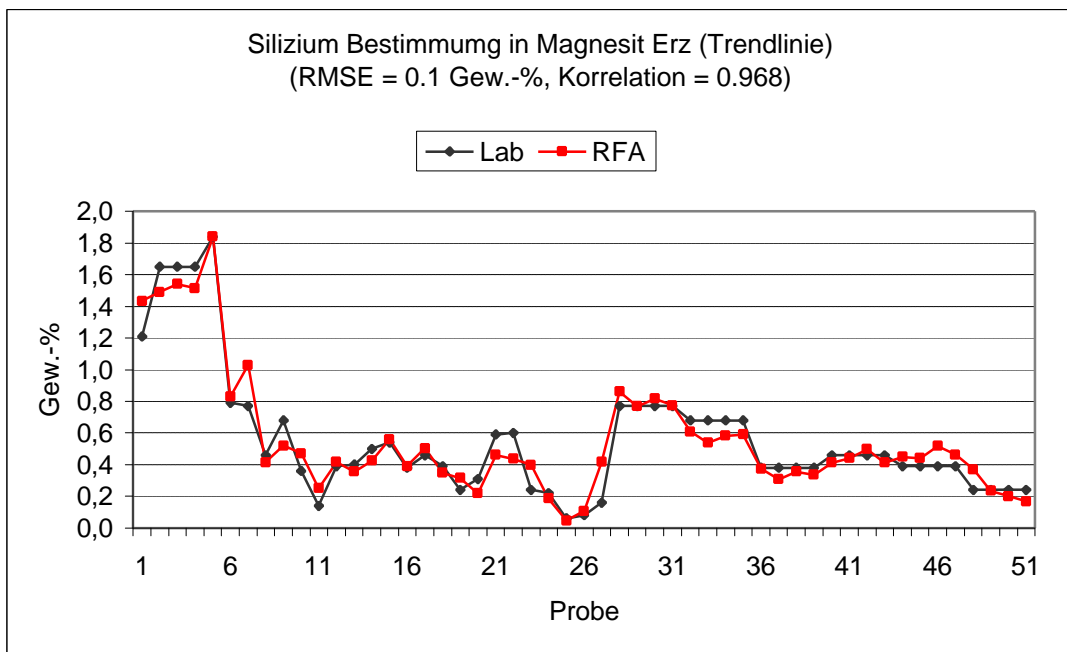
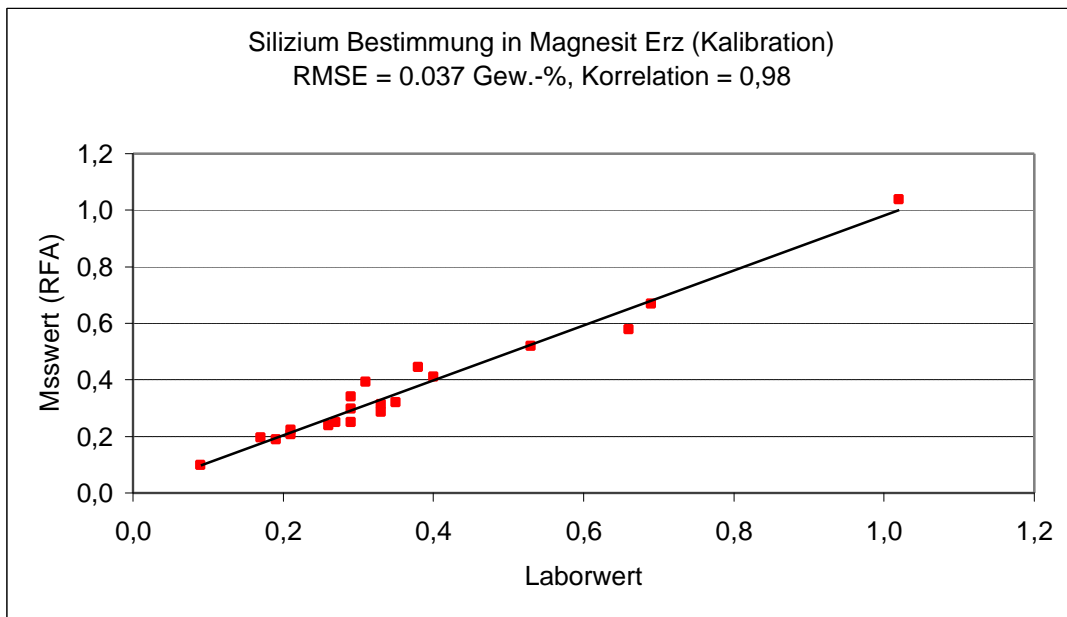


Bild 4: OXEA am Bypass Messband zur Messung von Silizium in Magnesiterz

OXEA ist bestens geeignet, den Wertstoffgehalt oder die Konzentration begleitender Mineralien von Erzen zu bestimmen. Als Beispiel ist nachfolgend der Siliziumgehalt in Magnesiterz dargestellt. Die Messungen wurden online am Messband durchgeführt, wie in Bild 4 gezeigt. Als Materialvorbereitung wurde nur eine Trocknung und Zerkleinerung des Teilstromes auf < 3 mm vorgenommen. Die Kalibrierkurve ist als x-y-Diagramm und als Trendlinie dargestellt. Die Genauigkeiten, die bei dem niederenergetischen Element Si erzielt wurden, sind hervorragend. Tabelle 1 zeigt ferner die erzielten Genauigkeiten für die wichtigsten Begleitelemente.

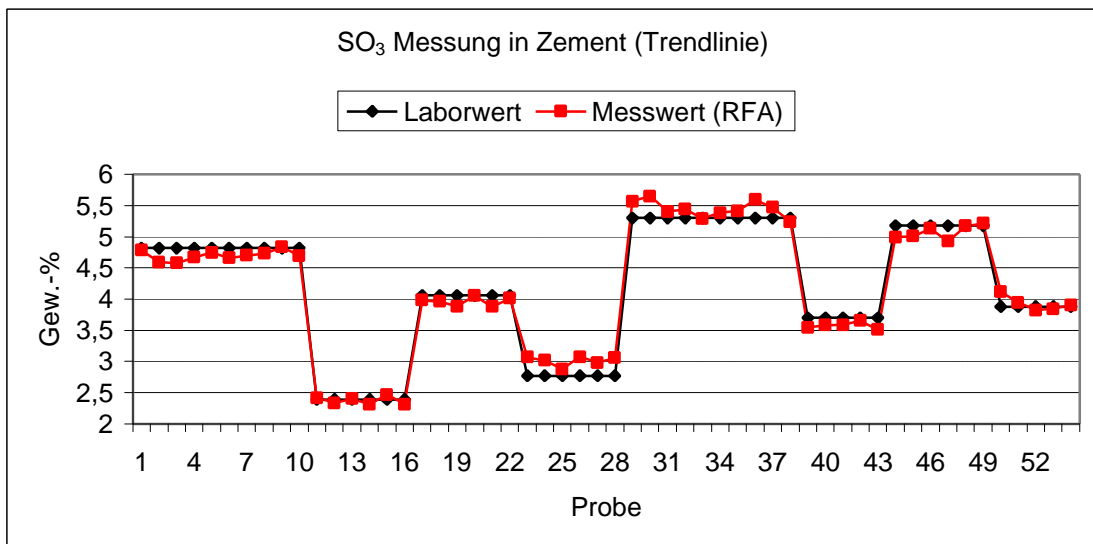
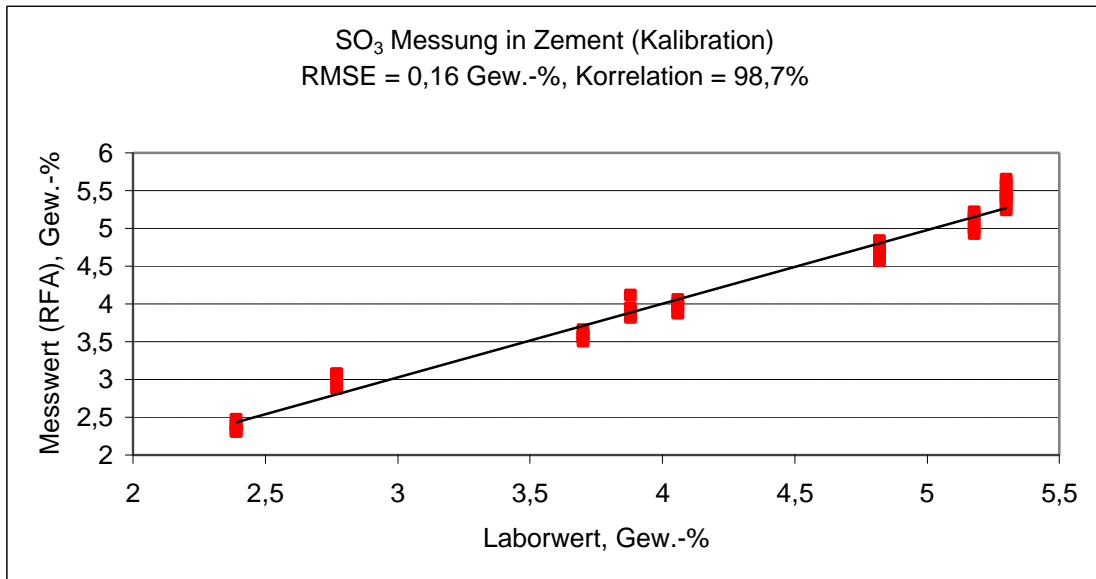


| Std. Abw. | Al ₂ O ₃ | SiO ₂ | CaO | TiO ₂ | Mn ₂ O ₃ | Fe ₂ O ₃ |
|-----------------|--------------------------------|------------------|------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| Absolut, gew.-% | 0.02 | 0.04 | 0.03 | 0.002 | 0.006 | 0.05 |
| Relativ, % | 3.8 | 3.6 | 0.1 | 4.0 | 1.7 | 1.6 |

Tabelle 1: Erreichte Genauigkeiten mit OXEA an Magnesiterz

4 Elementaranalyse von Zement

OXEA mit seiner online RFA Technologie eignet sich zur Bestimmung von verschiedenen Elementen in Zement. Dies wird nachfolgend am Beispiel einer SO_3 -Messung graphisch dargestellt und für die andere Elemente tabellarisch zusammengefasst. Die Messungen wurden unter online-ähnlichen Bedingungen mit dem OXEA 3000 Atline durchgeführt, d.h. die Messungen wurden ohne Probenvorbereitung (Pressen, Schmelzen) durchgeführt. Die Messoberfläche wurde lediglich mit einer speziellen mechanischen Einrichtung geglättet.



| Std. Abw. | Al_2O_3 | SiO_2 | SO_3 | Cl | K_2O | CaO | Fe_2O_3 |
|-----------------|-------------------------|----------------|---------------|------|----------------------|------|-------------------------|
| Absolut, Gew.-% | 0.14 | 0.35 | 0.16 | 0.04 | 0.05 | 0.38 | 0.08 |
| Relativ, % | 2.3 | 1.6 | 2.9 | 4.6 | 3.2 | 0.6 | 1.8 |

Tabelle 2: Erreichte Genauigkeiten mit OXEA Atline an Zement ohne Proben-
vorbereitung

5 Spurenelementanalyse

Sogar kleinste Mengen verschiedener Elemente wie beispielsweise Arsen oder Quecksilber können online in einer Vielzahl von Materialien bestimmt werden.

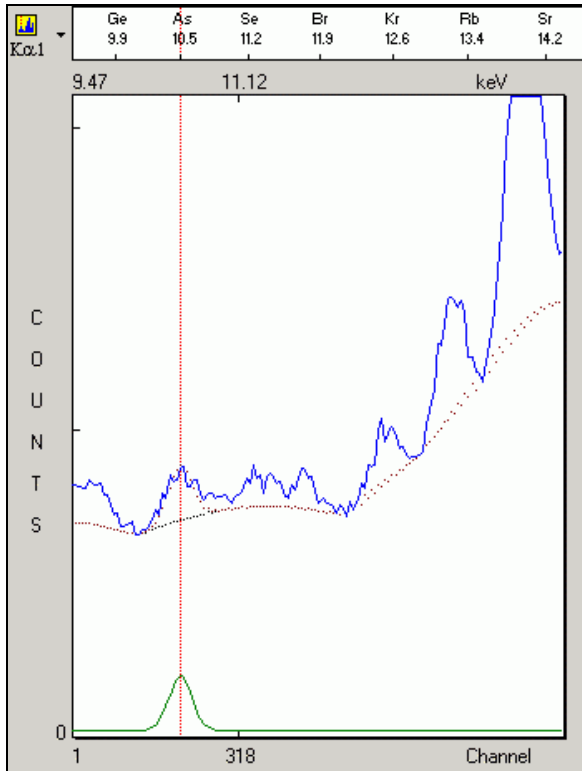
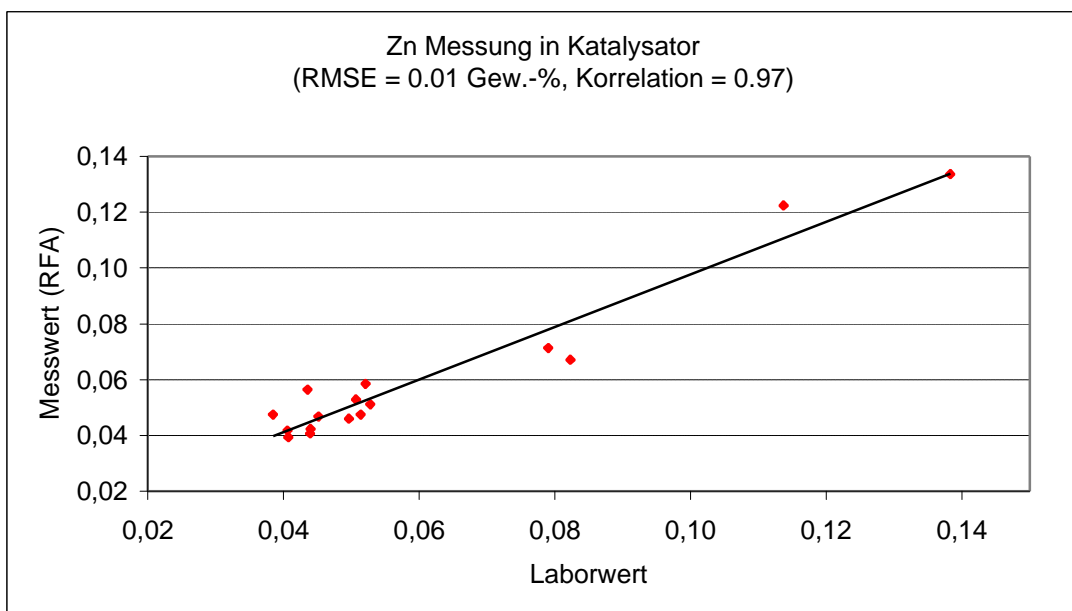


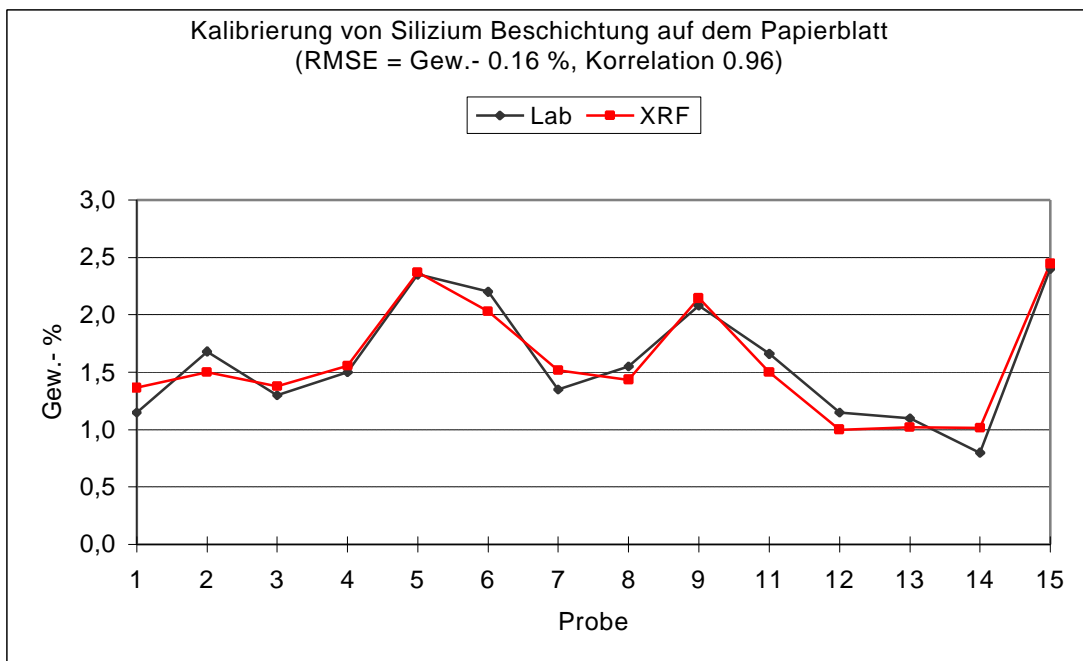
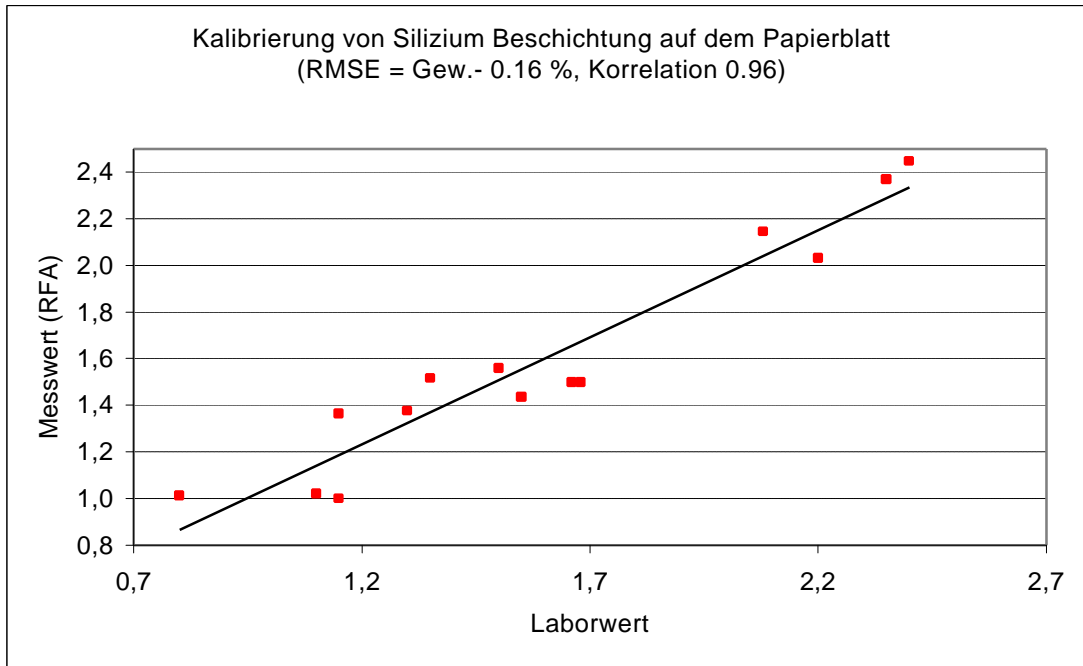
Bild 5: Ausschnitt eines RFA-Kohlenspektrums mit Arsen-Linie (20 ppm)

Ein anderes Beispiel ist die Zinkmessung im Bereich von 0,04 - 0,14 %.



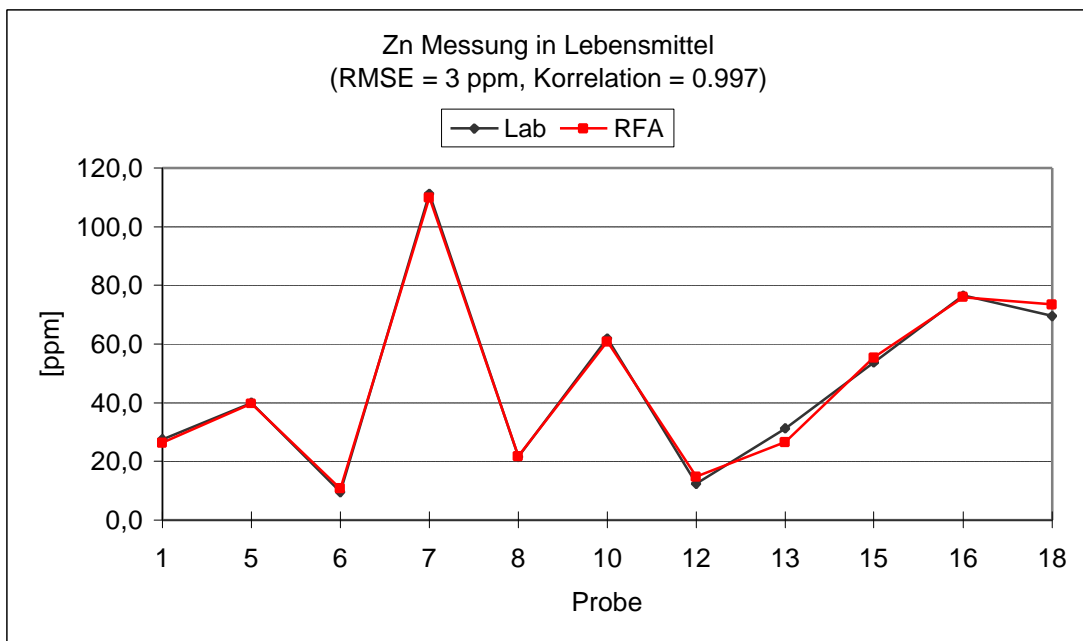
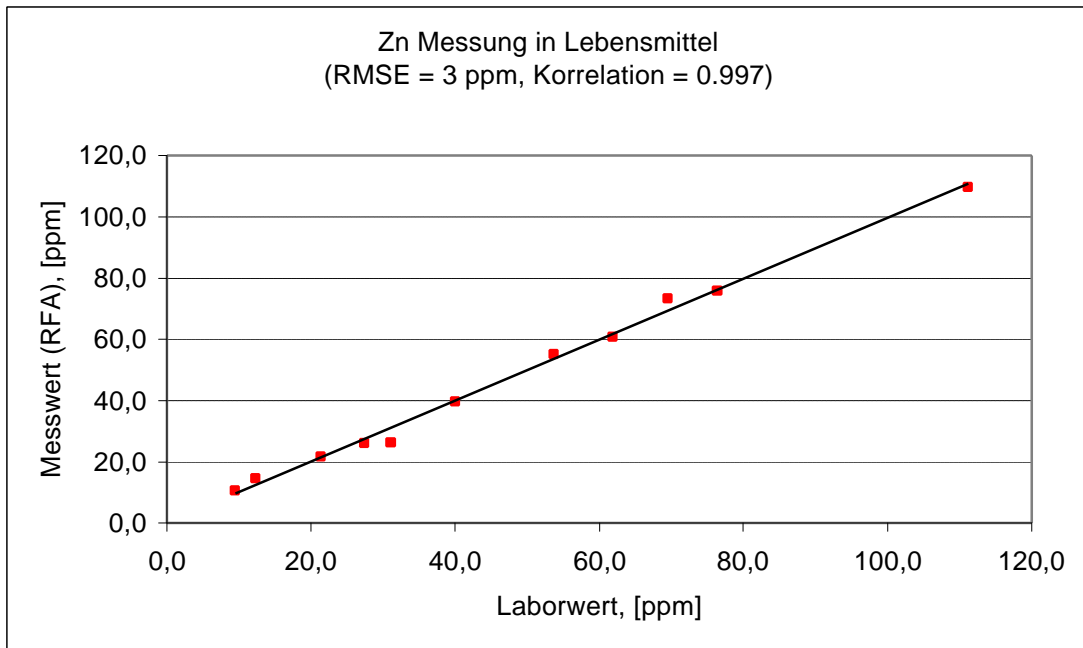
6 Schichtdickenbestimmung

Schichtdicken, die ein spezifisches chemisches Element in konstanter Konzentration enthalten, können mit OXEA sehr zuverlässig bestimmt werden. Als Beispiel wird in den nachfolgenden Diagrammen die Messung einer siliziumhaltigen Schicht auf Papier dargestellt. In Kombination mit einem optionalen Traversierrahmen kann der Sensor über die gesamte Breite der Papierbahn die Schichtdicke erfassen.



7 Applikation in Lebensmittelindustrie

OXEA kann mit Erfolg zur Qualitätskontrolle in der Lebensmittelindustrie eingesetzt werden. Das nachfolgende Bild zeigt, dass der Zinkgehalt sich sehr genau im ppm Bereich bestimmen lässt. Andere Elemente wie K, Ca, Fe können auch problemlos online bestimmt werden.



8 OXEA Atline

Manchmal wird eine Messung von einzelnen Proben, die z.B. an unterschiedlichen Betriebspunkten genommen werden, einer festinstallierten Online-Messung vorgezogen.

Für diesen Anwendungsfall wurde OXEA Atline entwickelt, das nach den gleichen Prinzipien wie das Online-Gerät arbeitet.

Unter dem Sensor ist hier ein Drehteller installiert, auf dem die Probe bewegt wird. Die Probenmenge kann im Bereich von 100 bis 1000 cm³ liegen. Die maximale Korngröße soll wie bei der Online Messung < 10 mm sein.

Mit Hilfe spezieller Auswerterroutinen können Änderungen in der Korngrößenverteilung, die normalerweise einen sehr starken Einfluss auf die Intensität des Spektrums haben, teilweise kompensiert werden. Das OXEA Atline ist ein Quasi-Vollschutzgerät.

Die Geräte der OXEA Produktlinie können an das firmeneigene Netzwerk angebunden werden. Dadurch sind die Messdaten einem Qualitätsmanagementsystem zugänglich. Die Qualitätsdaten werden in der Programmdatenbank aufgezeichnet, so dass mit den eingebauten Softwaremodulen tägliche oder schichtbezogene Qualitätsberichte erstellt werden können.



Bild 6: OXEA Atline

Technische Daten für OXEA Online-Messgeräte

| | | |
|---|---|--|
| Analysator | | |
| Abmessungen | 15"l x 14"w x 24"h | 400 x 340 x 220 mm |
| Gewicht | 50 lb | 23 kg |
| Schutzart | | |
| Hochspannungsversorgung | | |
| Abmessungen | | 600 x 600 x 210 mm |
| Gewicht | | |
| Schutzart | | IP 66 |
| Max. Korngröße | < 3/8" | < 10 mm |
| Betriebstemperatur | -22° F to 122° F | -30° C to 50° C |
| Stromversorgung | 100-240V VAC nominal, 16 A | |
| Röntgenröhre | Model: IT XR S1-25 | 25 kV 1,6 mA |
| Röntgendetektor | Peltiergekühlter Siliziumdriftdetektor Typ: IT XR D2-5/155-8.0Be | 155 eV FWHM Auflösung @5.9 keV, ⁵⁵ Fe |
| Feuchte-Messgerät | Precision Microwave Detector PMD 2450 | Transmissionsmessung (Dämpfung und Phase) |
| Computer | Intel Celeron® Prozessor, 2000 MHz oder besser | 80 GB Festplatte oder besser |
| Monitor | 17" Flachbildschirm oder vergleichbares Gerät | |
| Software | OXEA Auswertungssoftware Microsoft® Windows 2000 Pro | Microsoft® Office 2000 (Option) LapLink® |
| Modem | 56 Kbps Standard | Benötigt eine freie |
| Netzwerkkarte | oder Netzwerkkarte | Telefonleitung für Service |
| Analysezeitdauer | Kurzer Näherungswert 1-2 Minuten | Elementaranalyse 2-5 Minuten |
| Lizenzierung | Einzelgenehmigung | |
| Strahlung außerhalb des Analysators | unterhalb der Nachweisgrenze | |
| Genauigkeiten Unter normaler Bedingungen | Typische RMSD für Kohle: ± 0.4-0.7 % Asche ± 0.3-0.6 % Wassergehalt ± 0.05-0.15 % Schwefel ± 100-150 Heizwert (Btu/lb.) | Wir führen eine Laboranalyse mit Proben von Ihrem mechanischen Probenehmer durch und wir garantieren die Einhaltung der Genauigkeiten. |
| Leistungstest | In Übereinstimmung mit ISO/DIS 15239 | |
| Service (optional) | Wartungsvertrag | Überprüfung / Kalibrierung |
| Schnittstellen zum PLS-System | DeviceNet, Modbus, DUST 3964R, Profibus | optional |