

LABORATORIO AUTOMATIZADO EN LA INDUSTRIA DEL CEMENTO

ÁNGEL SANZ

BRUKER ESPAÑOLA, S.A.

La optimización del proceso de producción de cemento implica el control del flujo de material a través del sistema de producción. Los resultados suministrados por el laboratorio, como efecto de los análisis realizados periódicamente en varios puntos del proceso de producción, proporcionan la información oportuna para el ajuste de los puntos clave en planta y sistemas de control.

El grado de automatización varía entre la opción de automatización total, desde el tratamiento de la muestra hasta el análisis incluyendo los ajustes de los parámetros del proceso de producción, y parcial en el ámbito de laboratorio.

La exigencia de precisión y reproducibilidad analítica y una eficiencia creciente del laboratorio ha motivado a una inversión en laboratorios automatizados originando datos

con información de calidad sobre las materias primas, combustible, proceso y producto final.

La moderna línea de instrumentación de rayos X de Bruker AXS está capacitada para trabajar sin fisuras en laboratorios automatizados íntegramente como lo demuestra el éxito en muchas de las instalaciones planificadas por las empresas punteras en ingeniería en el campo de los procesos de automatización en la industria del cemento.

AXSLab- la automatización del laboratorio basada en la Web

AXSLab es el nuevo programa para el análisis de muestras en laboratorios completamente automatizados. Ha sido desarrollado para proporcionar una solución completa en la integración del análisis por rayos X y la

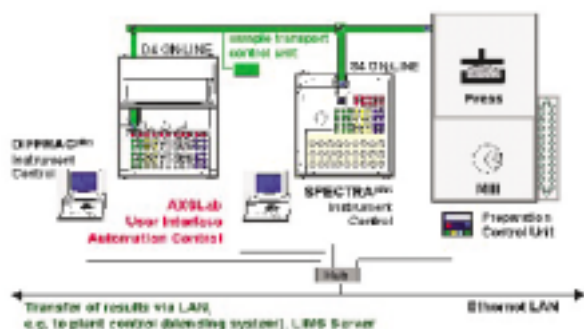
preparación de muestras. Facilita funciones como organización y puesta en marcha de análisis de series de muestras, monitorizado del estado de los componentes del sistema, almacenamiento y recuperación de datos y movimiento de muestras a través de los respectivos instrumentos de medida.

AXSLab es una aplicación cliente/servidor, utilizando comunicación TCP/IP, entre los componentes del sistema tales como los programas de control de medida y evaluación de los equipos de rayos X, y la preparación y transporte de muestras. Una de las características sobresalientes de esta solución es la interfase de usuario tipo Web: las páginas se generan por el servidor y presentadas en un explorador estándar en el PC cliente. La ventaja es obvia, se tiene acceso al sistema desde un PC en la planta o en la red interna de la compañía. Esto significa información instantánea del estado de los equipos, situación del análisis o recuperación de resultados en cualquier lugar que se requieran, sin necesidad de un software especial.

Laboratorio automatizado

En la figura 1 se presenta una configuración típica de un laboratorio automatizado incluyendo preparación de muestras y análisis por rayos X. La preparación de muestras se realiza por medio de la instrumentación de alta calidad que suministran las principales empresas comercializadoras cubriendo el rango de operación desde manual a completamente automatizado. Esta unidad está equipada con su propio sistema de control.

Figura 1.-



Las muestras son preparadas en dos pasos: primero el material es molido hasta a tamaño de partícula deseado y mezclado con un ligante. Después es prensado y conformado

en un anillo de acero para la utilización de los equipos de rayos X.

Los parámetros de operación para molino y prensa, tales como tiempo de molienda, cantidad de ligante, presión... tiene que optimizarse para los diferentes materiales y para los métodos analíticos utilizados.

Los análisis químicos se realizan por medio de la Fluorescencia de Rayos X (FRX) utilizando un espectrómetro secuencial S4 ONLINE. El difractor de rayos X D4 ONLINE es utilizado para el análisis cuantitativo de fases por medio de la Difracción de Rayos X (DRX). Figura 2.

Figura 2.-



Los instrumentos de rayos X se controlan por medio de PCs individuales por medio de los paquetes de programas para control y evaluación SPECTRA^{plus} y DIFFRACT^{plus}.

Las ventajas de esta configuración dual son primera, la operación independiente de los equipos de difracción y fluorescencia sin ningún tipo de restricción referente a la versatilidad analítica y funcionalidad y segunda, la operación simultánea de todas las tareas analíticas con la más alta capacidad de procesamiento de muestras.

El programa AXSLab se instala en uno de los PC de los instrumentos. No obstante, debido a la arquitectura

cliente/servidor permite la instalación en cualquier PC de la red. Los equipos de preparación de muestras y rayos X se conectan a través de cintas transportadoras. Un PLC estándar con comunicación TCP/IP controla todos los componentes. Además un modem interno permite el diagnóstico remoto y mantenimiento, por ej. cambio de parámetros de operación o descarga de actualizaciones de programas. Las unidades de control, PCs y AXSLab están conectadas a través de un *Hub*. Este a su vez permite la comunicación con otros ordenadores de la compañía. La automatización no se verá afectada por los potenciales problemas de la red, lo que significa que la comunicación entre componentes seguirá operativa aún en el caso de caídas de la red local.

Manejo flexible de muestras

El espectrómetro S4 ONLINE está equipado con una bandeja de muestras dividida en dos áreas: un área para muestras prensadas en anillos de acero y otra para portamuestras con otro tipo de muestras, por ej. líquidos. La zona destinada a muestras prensadas está conectada a la cinta transportadora para la transferencia entre los sistemas automatizados. Figura 3.

Figura 3.-



Además, la flexibilidad de AXSLab permite definir grupos de posiciones en la bandeja para diferentes propósitos tales como áreas para, muestras transportadas, muestras manuales, muestras analizadas, etc. El número y tamaño de estos grupos pueden ser determinados por el usuario. Este principio de funcionamiento se aplica también al equipo D4 ONLINE.

El propósito de esta funcionalidad es el de establecer ciertas reglas en el laboratorio para facilitar el manejo rutinario de las muestras.

Fácil de usar

El material enviado al laboratorio se carga en los portamuestras y se sitúa en la bandeja para el análisis. Posteriormente, se registra en una lista de trabajo. El esquema de identificación y procedimiento analítico puede ser definido según la práctica habitual.

El estado del sistema se presenta *on-line* indicando en que situación se encuentra (inactivo, ocupado, alarma, aviso) cada instrumento o parte del sistema. El operador puede abandonar el laboratorio y acceder al sistema desde cualquier Pc de la planta, interrumpiendo la medida si fuera necesario o lanzando un nuevo análisis si es necesario el control inmediato de una muestra. A su vez, pueden efectuarse medidas de control y verificación de parámetros de los instrumentos a intervalos definidos por el usuario.

Extraordinario rendimiento analítico

El análisis químico es la base del control en las fábricas de cemento ya que proporciona la información necesaria para el ajuste de las cantidades de materia prima, las condiciones de combustión así como la proporción de carga en la molienda.

El conocimiento sobre la abundancia absoluta de fases en el clínker es un requerimiento para la investigación y el control de calidad. La composición de la materia prima, las fases resultantes en el clínker y los procesos de hidratación tienen una influencia determinante en las propiedades físicas y químicas del cemento.

Análisis químico

Los espectrómetros secuenciales son la mejor elección para cubrir todas las necesidades del análisis químico en la industria del cemento. Todos los materiales pueden ser

analizados con un solo instrumento: análisis de rutina en materia prima, clínker, cemento y también el control de materiales reciclados, S o Cl en combustibles alternativos sólidos o líquidos, filtros, residuos sólidos...

Publicaciones recientes han demostrado el alto rendimiento del S4 ONLINE para la medida rutinaria de cementos. Además, para aumentar la velocidad del análisis incluye un método de medida para la determinación de nueve componentes en menos de tres minutos. Este tiempo incluye la carga y descarga de muestra, cambio en los parámetros instrumentales, análisis y presentación de resultados. Este incremento en velocidad no supone en modo alguno un compromiso de calidad.

El amplio rango de análisis de rutina en la industria del cemento se debe al método desarrollado que permite sin necesidad de estándares el análisis de casi todos los elementos de la tabla periódica en una muestra completamente desconocida. Cualquier muestra, piezas metálicas, minerales, rocas, residuos, filtros, líquidos, plásticos... se puede analizar con este programa precalibrado, figura 4. Otra ventaja analítica del S4 ONLINE es la optimización en las medidas de combustibles líquidos debido a la separación estanca de la cámara con la óptica y la cámara con la muestra, reduciendo el volumen evacuado y el consumo de He o N contribuyendo a unas excelentes estabilidad y fiabilidad, originadas principalmente por la permanencia continua del detector en vacío. La instalación y los costes operativos se han minimizado gracias al sistema "plug'n analyze" ya que hace innecesario el uso de aire comprimido, refrigeración o gas.

La tabla 1 presenta los resultados del análisis realizados con el S4 EXPLORER, sin estándares, sobre dos muestras de goma utilizadas como combustible alternativo. Las muestras se han preparado con prensa y utilizando una cera como ligante; el contenido en C y O se ha calculado como matriz.

Figura 4.-



Con este método se ha conseguido la determinación de la composición de combustibles alternativos, aditivos, así como metales en aceites para conocer el tipo de fallo de la máquina. Después de 10 minutos de barrido por toda la tabla periódica se evalúan automática o interactivamente los datos obtenidos.

Por otra parte, la escasa disponibilidad de materiales de referencia para materiales plásticos, caucho, PE y PP, hace de un programa precalibrado el primer paso para un control fiable de tales combustibles. No obstante, para mejorar la precisión analítica es importante calificar la matriz de las muestras en composición y preparación.

Para facilitar el control de calidad de estos materiales se ha desarrollado el programa OilQuant. Este programa analiza cuantitativamente combustibles sólidos y líquidos (carbón, aceites, gasoil, gasolina, etc.) Aunque optimizado para combustibles líquidos se puede aplicar a combustibles con matrices ligeras compuestas principalmente por C. Se han calibrado 26 elementos, desde el Na hasta el Pb, pudiendo extenderse a más elementos. Para el S y Cl hay dos tipos de

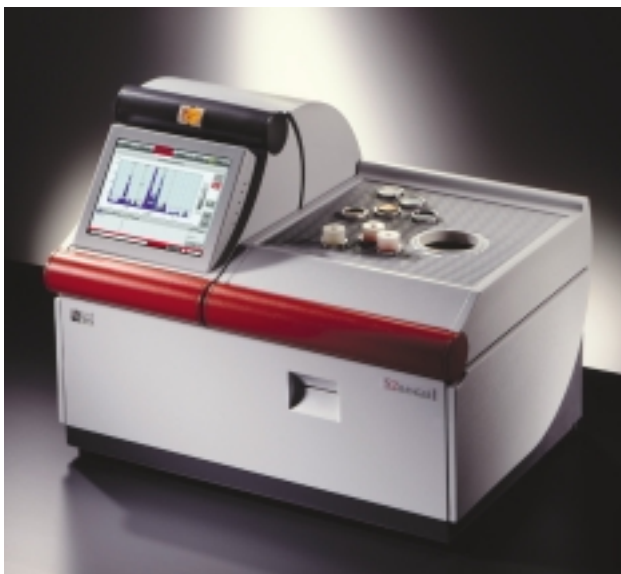
Tabla 1.- Análisis sin estándares realizado por Fluorescencia de rayos X sobre gomas utilizadas como combustible alternativo.

conc. in %	C	O	Mg	Si	P	S	Cl	K	Ca	Fe	Zn	Pb
rubber1	88,1	3,0	0,021	0,86	0,006	5,25	0,013	0,007	0,71	0,016	1,98	0,011
rubber 2	87,6	3,9	0,025	0,91	0,005	4,90	0,015	0,007	0,74	0,016	1,92	0,009

calibraciones; una con un rango de hasta 1000ppm y otra para el rango 0.1-5%.

El nuevo S2 RANGER es otra solución ideal como analizador flexible de muestras no-rutinarias, por ejemplo para combustibles alternativos líquidos y sólidos. Con el espectrómetro S2 RANGER, de tipo "benchtop", el manejo es muy fácil, basado en la intuitiva pantalla táctil combinado con revolucionarios métodos de evaluación para muestras de rutina y totalmente desconocidas. El S2 RANGER (figura 5) sirve también como primer paso en la determinación elemental por FRX, como "back-up" de los equipos grandes de FRX por dispersión de longitud de onda en cementeras o como analizador universal en terminales mezcladores ("blending terminals").

Figura 5.-



Análisis cuantitativo de fases por el método de Rietveld

El método tradicionalmente aplicado para la determinación de cal libre es por medio de la medida de un solo pico de difracción y preparando una línea de regresión según los datos extraídos por el método de absorción-difracción.

En general, cuando se preparan estándares cuidadosamente la composición de una muestra desconocida puede

ser determinada con alta precisión. Debido a que la difracción de rayos X (DRX) esta relacionada con la estructura cristalográfica de todas las fases presentes en una muestra, la DRX es una herramienta única para el análisis cualitativo y cuantitativo del clínker. La práctica común para el análisis cuantitativo del clínker es el método de Bogue, a partir de la composición química, y la microscopía óptica. No obstante, las propiedades del producto están definidas por su mineralogía y no por su composición elemental.

Así, la DRX en combinación con la cuantificación basada en el método de Rietveld ofrecen nuevas perspectivas en el campo del cemento, clínker y materias primas presentándose en los últimos años un gran número de publicaciones proporcionando detallada información mineralógica del producto a controlar (Wallenta (2001), Füllmann (2001), Möller (1998), Neubauer (1997))

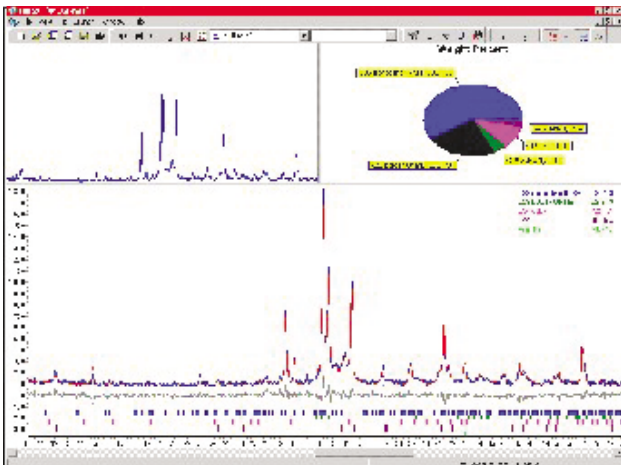
Los últimos desarrollos en la instrumentación de la DRX on-line así como el programa de cuantificación de fases por el método de Rietveld TOPAS han posibilitado un avance decisivo.

TOPAS es un programa de Rietveld completamente novedoso desarrollado con particular énfasis en la velocidad, estabilidad y convergencia eliminando así las deficiencias de los programas existentes en el pasado.

TOPAS no solo permite el análisis de mezclas de fases extremadamente complejas en el más corto tiempo posible sino que también un completo análisis on-line automatizado para el control de la producción y la gestión de la calidad.

Además utilizando la última tecnología disponible en los nuevos difractómetros los tiempos de medida y evaluación pueden reducirse a unos minutos permitiendo el control de la mineralogía del clínker en tiempo real, figura 6. Otra característica que hace único al programa TOPAS es la eliminación de aperturas de secuencias de parámetros, haciendo posible un análisis cuantitativo automatizado y un control de los parámetros del horno completamente libre de la intervención del usuario desde el primer momento.

Figura 6.-



Conclusión

Esfuerzos mínimos en la preparación de las muestras, tiempos de medida cortos, extremada flexibilidad analítica, alta precisión y una completa integración en los sistemas de automatización son las importantes ventajas de la actual instrumentación analítica de rayos X para el control de proceso y calidad.

Gracias al desarrollo y optimización de los parámetros instrumentales y analíticos es posible la determinación de la concentración de nueve analitos en muestras de cemento en menos de tres minutos, sin comprometer la calidad, con el espectrómetro de rayos X S4 ONLINE 1000W con el diseño "plug'n analyze", con requerimientos de instalación minimizados: sin aire comprimido, refrigeración o gas.

El avance experimentado en la aplicación del análisis cuantitativo por DRX por el moderno programa TOPAS, basado en el método de Rietveld, permite un análisis de fases completamente automatizado incluso de las más complejas mezclas en el más corto tiempo de medida posible sin necesidad de la intervención del usuario. Utilizando la más moderna tecnología con el difractor D4 ONLINE, el control en tiempo real de la mineralogía del clínker cierra el vacío

convencional entre la cuantificación de la cal libre y la solución total del análisis del cemento.

La solución de una automatización del laboratorio basada en la WEB propuesta por AXSLab integrando la técnica de la preparación de la muestra con la más moderna instrumentación del análisis por rayos X forma la base del control altamente reproducible y económico del material durante el proceso de producción.

La nueva instrumentación de análisis por rayos X de Bruker AXS ha hecho realidad los mínimos requerimientos en la instalación y en el espacio.

Se ha eliminado el factor humano en la automatización del laboratorio dando como resultado una preparación y análisis más reproducibles y eficientes. Ajustándose verdaderamente a las necesidades de la producción en la industria del cemento.



• Wallenta, G., Füllmann, T., Giménez, M. 'Quantitative Rietveld Analysis of Cement and Clinker', International Cement Research, June 2001, 51-54.

• Füllmann, T., Wallenta, G., Pöllmann, H., Giménez, M., Lauzon, C., Hagopian-Babikian, S., Dalrymple, T. and Noon, P. 'Quantitative Rietveld Analysis of Portland Cement Clinkers and Portland Cements using TOPAS Software -Application as a Method for Automated Quality and Process Control in Industrial Production- Part I' International Cement Research, January 2001, 41-43.

• Möller, H. 'Automatic profile investigation by the Rietveld method for standardless quantitative phase analysis' ZKG International, 1, 1998, p 40-50.

• Neubauer, J., Pöllmann, H. and Meyer, H.W. 'Quantitative X-ray analysis of OPC clinker by Rietveld Refinement', Proc. 10th Int. Congr. Cem. Chem., Göteborg, Vol. 1, 1i056, 1997, p 8