

Online-RFA zur Produktionsüberwachung

Auf dem Produktionsstandort der K+S Kali GmbH, Werk Bergmannsseggen-Hugo, werden verschiedene Qualitäts-Mehrnährstoffdünger, u.a. PK-Dünger mit Konverterkalk (Thomaskali®), produziert. Die Herstellung von ca. 2000 t Thomaskali® pro Tag erfolgt mittels Aufbaugranulierung. Hierbei werden die eingesetzten Rohstoffe zunächst trocken vermischt, dann mit Granulierlösung durchfeuchtet, anschließend in Rolltrommeln granuliert, in nachgeschalteten Trockentrommeln getrocknet und schließlich zum Endprodukt abgesiebt. Nur durch die schnelle Analyse der Elementgehalte des Endproduktes kann bei Umstellung des Granulierprozesses auf andere Produkte eine zeitnahe Sortenklassifizierung für den Einspeicherungsprozess erfolgen. Hierzu musste die klassische Laboranalyse aufgrund ihrer Zeitverzögerung von ca. 2 Stunden durch ein modernes Online-Analyseverfahren ersetzt werden.

Autoren:

Michael Schröder,
Laborleiter, Werk
Bergmannsseggen-Hugo,
K+S KALI GmbH

Torsten Rest,
Leiter Zentrallabor Heringen
K+S Aktiengesellschaft

Prof. Dr. Ingo Stahl,
Bereichsleiter
Forschung und Entwicklung/
Qualitätsmanagement, Kassel
K+S Aktiengesellschaft

Online-Messsystem

Zur Sortenklassifizierung der Thomaskaliprodukte müssen online die Elementgehalte für Phosphor, Kalium, Magnesium, Schwefel und Calcium analysiert werden.

Bei der Auswahl des Messsystems wurde die Direktmessung an der Festsubstanz der Elementbestimmung im Säureextrakt vorgezogen. Dies ermöglichte die Installation einer „trockenen“ Probenvorbereitung ohne den Einsatz und die Vorhaltung von Chemikalien und Standardlösungen. Als Analysesystem kommt eine wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenzanalyse (WD-RFA) in kompakter Bauweise zum Einsatz. Bauartbedingt kann dieses System mit geringem Installations-

aufwand ohne Pressluft, Kühlwasser und ohne Zählrohrgas betrieben werden.

Die Installation des Online-Messsystems wurde nach folgendem Anlagenschema realisiert:

Probenahme: Aus dem Endproduktstrom der Rollgranulierung erfolgt die Probenahme direkt vom Förderband mittels Hammerprobennehmer. Alle 5 Minuten wird automatisch eine Probe entnommen und über eine Dosierrinne dem Probeteiler zugeführt. Im Fallrohr des Probeteilers entnimmt ein Löffelbecherprobennehmer aus jeder zweiten Probe eine weitere Teilmenge von ca. 50 g Probematerial, das pneumatisch über eine Wegstrecke



Werk Bergmannssegen-Hugo / production site Bergmannssegen-Hugo

von 25 m in einem Metallrohr zum Online-Messsystem gefördert wird.

Trocknung: Das ankommende Probenmaterial wird in einem Zyklon abgeschieden und in einem nachgeschalteten Trockner mit vier Keramikstrahlern getrocknet. Die Dauer des Trocknungsvorgangs ist durch Festzeiteinstellung auf 2 Minuten beschränkt. In dieser Zeit entwässert die Probe um ca. 2 %. Umfangreiche Mahlversuche belegen, dass die definierte und über alle Proben gleichbleibende Restfeuchte ein entscheidender Parameter für ein ausreichend feines und vor allem konstantes Mahlergebnis ist.

Mahlung: Die getrocknete Probe wird in einen Transportbecher entleert und über ein Förderband der Scheibenschwingmühle zugeführt. Eine optische Füllstandsüberwachung kontrolliert die Probenmenge, auftretende Störungen bei der Probenzuführung werden somit erkannt und als Störmeldung weitergeleitet. Bei einer Mahldauer von

60 Sekunden und dem Einsatz eines Wolframcarbid-Mahlwerkzeuges werden mittlere Korngrößen des Probengutes von ca. 15 µm für Proben mit Trocknungsverlusten von < 2 % erreicht. Die durch diesen Systemaufbau erzielte hohe Homogenität des Probengutes bei gleichbleibender Korngrößenverteilung ist Grundvoraussetzung für richtige Analyseergebnisse.

Verpressung: Das gemahlene Probengut wird in den Transportbecher rückgeführt, zur Tablettenpresse transportiert und in einen 40-mm Stahlring „frei“ verpresst. Die Oberfläche der Presstablette wird an-

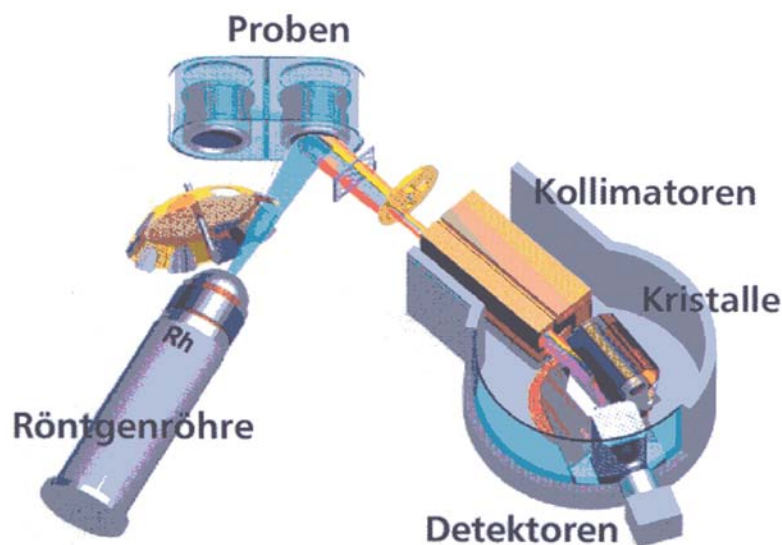


Online-Messaufbau / online measurement system

schließend mit Druckluft von Staubpartikeln befreit.

Messung: Die Presstablette wird über ein Transportband zur Übergabestelle an das Röntgenfluoreszenzspektrometer befördert und vom Magnetgreifer der RFA übernommen. Danach erfolgt die automatische Zuführung der Tablette zur Messkammer sowie der abschließende Messvorgang. Der Messzyklus von Probe zu Probe beträgt 10 min und der hieraus resultierende maximale Probendurchsatz 144 Proben pro Tag. Parallel zur RFA-Messung wird sowohl die Scheibenschwingmühle als auch die Tablettenpresse automatisch gereinigt sowie die nachfolgende Probe getrocknet und für den nächsten Messzyklus bereitgestellt.

Der tägliche Wartungsaufwand durch das Laborpersonal beträgt ca. 30 min, zusätzlich fallen Reinigungsarbeiten von 2 Stunden pro Woche an. Größere Wartungs- und Kalibrierarbeiten werden - wenn



RFA-Messprinzip / X-ray fluorescence (XRF) – measurement principles

möglich – in Produktionsstillstandszeiten durchgeführt.

Datenübertragung: Das Messergebnis der getrockneten Probe wird über einen bekannten mittleren Trocknungsverlust auf Originalsubstanz berechnet.

Das Endergebnis wird automatisch über eine Schnittstelle an das Labordatenverwaltungssystem übertragen und von dort über Netzwerk an 7 Monitore in Produktion, Fabrik, Betriebsbüro und Labor weitergeleitet. Im Labordatenverwaltungssystem werden zusätzlich über einen Jobserver Stundenmittelwerte gebildet, gespeichert und ebenfalls automatisch versendet.

Röntgenfluoreszenzanalyse

Das eingesetzte wellenlängen-dispersive Röntgenfluoreszenzspektrometer nutzt als Anregungsquelle eine 1-kW-Rhodium-Endfensterröhre.

Die Probe wird in Messposition angestrahlt, die entstehende elementspezifische Röntgenfluoreszenzstrahlung gelangt durch den Kollimator auf den sogenannten Analysatorkristall. Hier wird die

Strahlung in ihre elementspezifischen Wellenlängen dispergiert und anschließend sequentiell von den nachgeschalteten Detektoren erfasst. Gemessen wird Röntgenfluoreszenzstrahlung, die beim Elektronenübergang zwischen den inneren Atomschalen (K-, L- und M-Schalen) entsteht. Die Auswertung der Rohdaten erfolgt anhand von produktspezifischen Kalibriermodellen, denen ca. 100 reale Proben als Bezugsstandards hinterlegt sind. Die Messergebnisse sind stark von der Zusammensetzung (Matrix) der Proben beeinflusst. Um diesen Matrixeffekt auszugleichen, werden außer den zur Produktanalyse erforderlichen Elementen, weitere Haupt- und Nebenbestandteile analysiert und rechnerisch über das Kalibrationsmodell berücksichtigt. Die Erhöhung der Gesamtmesszeit ist dabei nur gering, da Komponenten zur Matrixkorrektur mit geringerer Präzision und somit kürzerer Messzeit bestimmt werden können. Mit der produktspezifischen Kalibration liegt die Messtoleranz des Gesamtsystems im Bereich von 1–2 Prozent relativ im

Vergleich zur Referenzmethode.

Zur Festlegung der Messparameter sowie der Randbedingungen für Präparation, Lagerung und Analyse der Standardproben war ein großer Applikationsaufwand erforderlich. Hier konnte auf Erfahrungen mit dieser Messtechnik aus unserem Laborbereich zurückgegriffen werden. Die Referenzanalytik der Standardproben erfolgte in verschiedenen Säureauszügen mittels ICP-OES. Zur Rekalibrierung der Röntgenfluoreszenzanalyse werden die vorgegebenen Elementlinien mit 5 unterschiedlichen, fest im Gerät installierten Glas-Referenztabletten überprüft und ggf. korrigiert. Bei Glasbruch kann auf mehrere Reservesätze zurückgegriffen werden, die zeitgleich vermessen wurden.

Verfügbarkeit der Anlage

Die beschriebene Anlage arbeitet zur Zeit mit einer Verfügbarkeit von ca. 90 % im vollkontinuierlichen Betrieb. Eine Verbesserung auf 95 % scheint realistisch.

Die häufigsten Störungen traten im Bereich des Proben transports vom Löffelbecher zum Trockner auf. Hier wird zur Zeit das Metalltransportrohr durch einen flexiblen Kunststoffschlauch mit größerem Durchmesser ersetzt und der pneumatische Proben transport auf Ansaugen über einen Injektor umgestellt. Eine weitere Schwachstelle ist die Abflussleitung der Scheibenschwingmühle. Hier auftretende Verstopfungen verhindern nach dem nassen Reinigungszyklus das vollständige Trocknen des Mahlräumens. Zurückbleibende Feuchtigkeit beeinträchtigt das Mahlergebnis und somit das Messergebnis der nachfolgenden Probe.

Änderungen im Reinigungszyklus sowie Umstellungen auf andere

Reinigungsmittel (z. B. Koks) sollen hier zur Verbesserung führen. Vereinzelt kam es durch Störungen beim Bechertransport (Trockner-Mühle-Press) zu Ausfällen, die durch beschichtete Transportbecher und verbesserte Einfülltrichter zukünftig verhindert werden sollen.

Die RFA selbst arbeitet mittlerweile weitgehend störungsfrei. Während der Einfahrzeit mussten für den Probengreifer hochflexible Kabel nachgerüstet werden. Störungen beim Datentransfer innerhalb der RFA-Steuerung und vom RFA-Rechner zur Labordatenverwaltung führten vereinzelt zu Ausfällen.

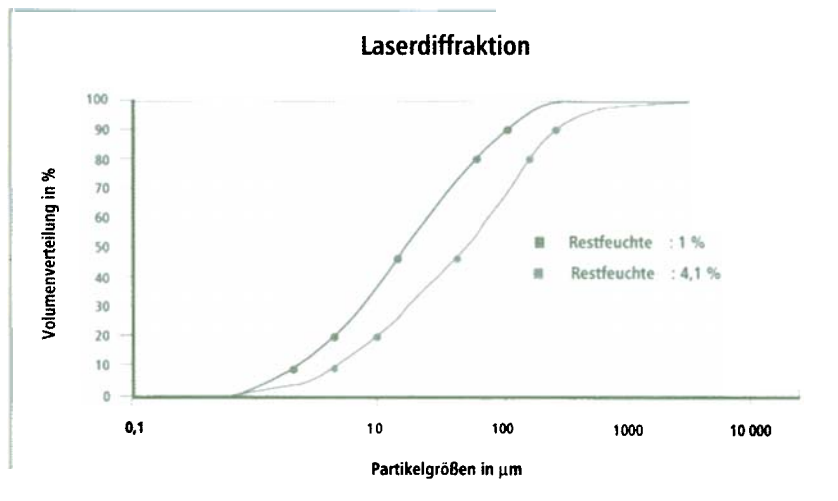
Kostenbetrachtung

Durch die Zeitverzögerung der klassischen Laboranalyse kam es in der Vergangenheit immer wieder zu Übergehalten bei einzelnen Wertstoffen sowie zu daraus resultierenden Mehrkosten für eingesetzte Rohstoffe.

Nach heutigem Stand können diese Mehrkosten zukünftig halbiert werden, so dass eine Amortisierung des Online-Messverfahrens innerhalb von 2-3 Jahren realistisch erscheint.

Ausblick

Geprüft wird zur Zeit die Möglichkeit zur Erweiterung der Anlage mit einem Online-Messsystem zur Was-



Korngrößenverteilungen bei gleicher Mahldauer und unterschiedlicher Restfeuchte / particle size distribution, same grinding time, different moisture levels

serbestimmung im Produktstrom der Thomaskaligranulierung und der vorgetrockneten Analysenprobe. In naher Zukunft sollen weitere Produktlinien an das Onlinesystem angebunden werden.

Zusammenfassung

Vorgestellt wird die Einbindung einer Online-Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) zur Produktionsüberwachung. Nach Einführen des Messsystems in der Thomaskaligranulierung werden Prozessabweichungen schneller erkannt und ein sofortiges Gegensteuern im Prozess ermöglicht. Bereits heute hat die Anlage in der Produktion eine hohe Akzeptanz und wird insgesamt sehr positiv beurteilt. Eine

Anlagenverfügbarkeit von 95 Prozent wird angestrebt. Von einer Amortisierung der Anlage in 2-3 Jahren wird ausgegangen. Die Analyseergebnisse sind genau und haben beim Personal im Thomaskali-Leitstand zu einer Vereinfachung der Prozesssteuerung geführt.

Literaturhinweis

Granacher, G.; Schmidt, R.; Uhlig, S.: Laboratory Automation in the cement industry, in: World Cement Journal 2002 (to be published)
 Uhlig, S.: Recent advances in X-ray fluorescence (XRF) analysis, in: Charact. Tech. Glasses Ceram. 1999, 187-198.