

Espectrómetro multicanal de rayos X, MRS-2, para la automatización de procesos

R. GERSTBERGER

Siemens Industria Eléctrica, S. A.

En los espectrómetros de rayos X empleados hasta ahora para análisis químicos de rutina se trata, fundamentalmente, de equipos automatizados parcialmente, en los cuales la muestra a ensayar es introducida a mano en el instrumento de análisis y los resultados son obtenidos en números de impulsos o concentraciones en tantos por ciento (según el grado de desarrollo de la electrónica de evaluación).

La alta seguridad de este espectrómetro de rayos X y su gran exactitud de medida indujeron a las industrias de materias primas, sobre todo, a combinar estos aparatos con un ordenador de procesos y utilizarlos no solamente para el análisis químico, sino también para la dirección total del proceso. Por lo tanto, el espectrómetro multicanal de rayos X, MRS-1, utilizado hasta ahora con gran éxito en análisis, se amplió al MRS-2 para el funcionamiento totalmente automático.

Para funcionamiento totalmente automático en una fábrica de cementos, por ejemplo, son necesarios (fig. 1):

- dispositivo para toma representativa de muestras en el curso del material. Preparación apropiada para análisis del material de muestra y transporte hasta la prensa;
- prensa de pastillas automática. Transporte de las pastillas fabricadas con ayuda de una cinta al espectrómetro;
- espectrómetro multicanal MRS-2. (Para funcionamiento del tubo de rayos X es necesario el Kristalloflex 4).
- Equipo medidor de radiaciones para determinar las dosis de impulsos para los elementos individualmente.
- Ordenador de procesos para valoración y mando del proceso.

TOMA Y PREPARACION DE LA MUESTRA

El equipo para la toma representativa de la muestra y la preparación apropiada para el análisis de la misma debe ser diferente en cada instalación. Para alcanzar constantemente una buena exactitud de medida es necesario que el material a analizar sea molido a un granulado menor de 10μ ; el transporte de este material a la prensa automática se realiza en la mayoría de los casos por medio de una instalación de correo neumático.

La toma del material se regula desde el ordenador.

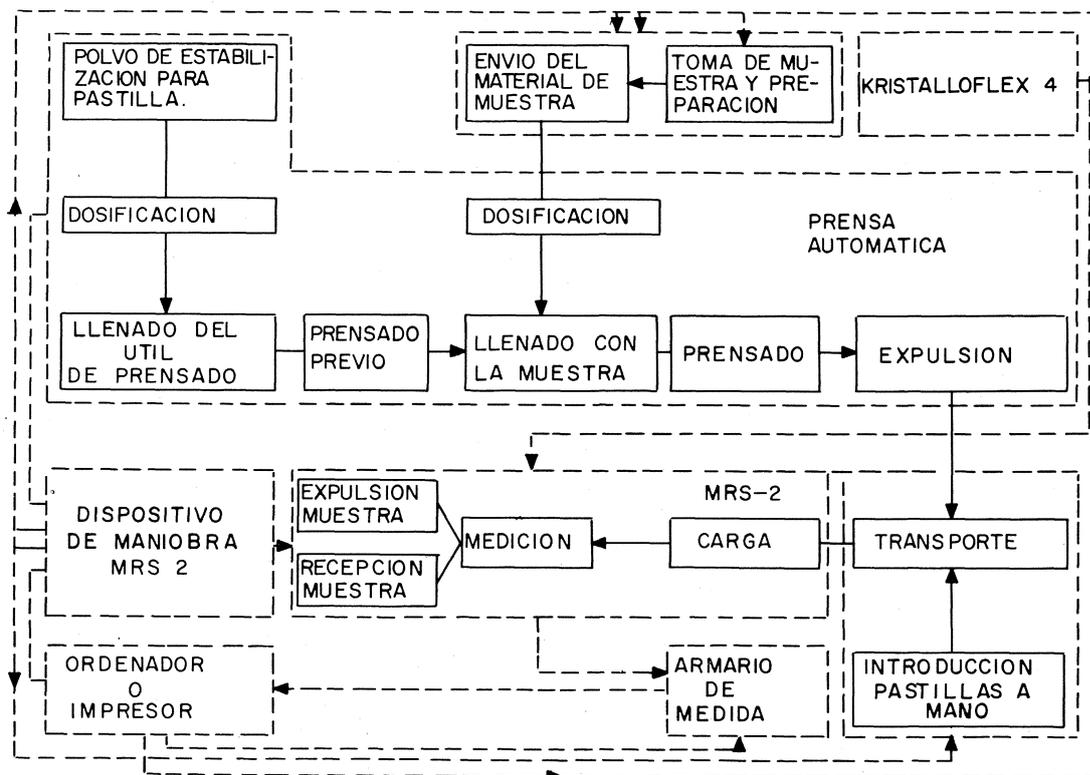


Fig. 1.—Esquema de un equipo de análisis totalmente automático con el espectrómetro multicanal MRS-2 como elemento fundamental.

PRENSA DE PASTILLAS AUTOMATICA

La prensa automática de la fábrica Herzog, Osnabrück, es una máquina compacta, preparada para una presión máxima de 60 Mp. En un yugo se encuentra un plato que gira en saltos de 60° en las fases de fabricación individuales.

El mando de la máquina puede ser puesto en funcionamiento manualmente o por medio del equipo de maniobra del MRS-2. Todos los dispositivos de transporte y dosificación son accionados neumáticamente; el prensado previo, prensado y expulsión de la pastilla confeccionada del molde se realiza hidráulicamente. La presión de prensado puede ser regulada en forma continua con un manómetro de contacto entre 5 y 60 Mp, y el tiempo de prensado puede ser prefijado con un reloj hasta 10 minutos. Por ejemplo, en crudo de cemento la presión (según exigencias de la muestra) está entre 10 y 30 Mp y el tiempo de prensado es aproximadamente 10 segundos.

Una pastilla es fabricada en la siguiente forma:

- Tiempo 1 Introducción en el molde del polvo de estabilización dosificado volumétricamente.
- Tiempo 2 Prensado previo del polvo de estabilización en forma de cazoleta.
- Tiempo 3 Introducción del material de muestra, dosificado volumétricamente, en la cazoleta de polvo de estabilización prensado previamente.

- Tiempo 4 Soplado del material sobrante y extracción con un aspirador.
Tiempo 5 Prensado de la pastilla.
Tiempo 6 Expulsión de la pastilla desde el molde, y traslado a través de un plano inclinado a la cinta transportadora en movimiento.

TRANSPORTE DE LA MUESTRA

Como eslabón de unión entre prensa y espectrómetro automático se utiliza una cinta transportadora, de aproximadamente 1,5 m de longitud, encerrada en una caja. Esta cinta se pone en marcha al finalizar un proceso de prensado y se mantiene así hasta que la pastilla ha alcanzado la canaleta en el MRS-2.

Si hay que analizar una muestra disponible ya en forma de pastilla, puede colocarse ésta mediante una trampilla situada en el recubrimiento de la cinta. Como esta trampilla está bloqueada durante un proceso de medida, se evita que, por error, se introduzcan varias muestras al mismo tiempo.

ESPECTROMETRO MULTICANAL DE RAYOS X, MRS-2

En este espectrómetro, como desarrollo posterior del acreditado MRS-1, se giró la unidad espectrométrica con los canales de medida en 180°, para poder introducir la muestra desde abajo durante el funcionamiento automático. La parte superior de la caja con el espectrómetro está cerrada con respecto a la parte inferior, de forma que el espacio encerrado de esta manera puede ser mantenido a temperatura constante con un agregado de climatización. En la parte inferior de la caja se encuentra el dispositivo de carga automático, el dispositivo electrónico de mando, las válvulas de vacío, así como regulador de presión y temperatura para los tubos contadores de gas circulante.

El dispositivo de maniobra ampliado sirve principalmente para mando de correderas y vacío, y toma la dirección de los diferentes motores de accionamiento.

Con el espectrómetro automático multicanal MRS-2 se pueden realizar:

Mediciones de rutina (Pastilla, material original en polvo).

Mediciones de control (Pastillas incorporadas en forma fija).

Mediciones standard (Pastillas preparadas disponibles).

Mediciones de cargas (Pastillas preparadas disponibles).

Las mediciones de rutina se comienzan dependiendo de la entrada de la muestra; por el contrario, las mediciones standard y de carga se comienzan a mano. Para mediciones de carga se dispone de 10 posibilidades de órdenes para el registro específico de los resultados de medida. Además, el ordenador, en caso de necesidad, puede requerir una medición de repetición o control.

ARRANQUE DE UNA MEDICION DE RUTINA O DE CONTROL

El dispositivo de mando del MRS-2 da una señal a la instalación de correo neumático, cuando la medida precedente es liberada por el ordenador, la válvula en la cinta transportadora está cerrada y no está oprimido ningún pulsador de control, standard o carga. El cilindro siguiente preparado con material de muestra se envía con el correo neumático y se vacía por medio de un embudo en el dispositivo de dosificación de la prensa. Al mismo tiempo se conecta un escalón de tiempos, se bloquea la válvula en la cinta transpor-

tadora y arranca la prensa. Después del prensado la muestra pasa una barrera luminosa al final del dispositivo en plano inclinado, y solamente entonces arranca el dispositivo de carga.

Si, por ejemplo, a causa de polvo de estabilización defectuoso se rompe una pastilla al salir de la prensa, los trozos caen por delante de la barrera luminosa a través del plano, de forma que el dispositivo de carga del MRS-2 no se pone en marcha, sino que la instalación es liberada un poco más tarde para otra medición.

Una vez en marcha el dispositivo de carga, se coloca la pastilla en uno de los tres cubiletes inclinables con ayuda de un molinete recubierto de goma.

(El cuarto cubilete colocado en forma rígida se utiliza para recepción de muestras de control). Mientras el primer cubilete se encuentra en la posición de carga, el segundo está todavía en la posición de medida y el tercero, girado 180° con respecto a la horizontal, en la posición de vaciado.

El plato giratorio para muestras con los cubiletes se baja neumáticamente después de la carga, y se sube de nuevo luego de haber girado a motor las cámaras en 120°. La cámara cargada con la muestra se encuentra entonces en la posición de medida.

Un cubilete es una caja abierta por un lado, y cuando es elevado, al colocarlo contra una junta, forma el cierre de vacío del espacio de medida. El cubilete es bombeado primeramente a vacío previo, y sólo entonces se abre una corredera de recubrimiento que sirve tanto para el cierre del vacío como para protección de las radiaciones en las posiciones de cambio. La apertura total de la corredera y el alcanzar el vacío principal ajustado dan el arranque para la medición.

Durante la medición se gira la muestra en el espacio de medida; después de la medición se cierra la corredera y el cubilete se airea de nuevo. Al mismo tiempo llega una señal al ordenador para recibir los números de impulsos producidos en los siete canales. Si los valores de medida caen dentro de las tolerancias prefijadas, el ordenador deja libre de nuevo el gobierno del espectrómetro y puede ser dispuesta una nueva medición. Sin embargo, si se sobrepasa un valor de tolerancia, entonces se requerirá, en un determinado intervalo de tiempo, una medida de repetición o de control. (La medición de control hace posible comprobar la rectitud de funcionamiento del equipo de análisis). Si estas mediciones no deben suministrar ningún resultado utilizable, la instalación permanece bloqueada y solamente puede ser liberada de nuevo manualmente.

Después de un proceso de medición normal, la muestra permanece en la posición de medida hasta que una nueva muestra ha pasado la barrera luminosa en el mecanismo de carga. Una vez ocurrido esto, el plato giratorio desciende de nuevo, la nueva pastilla se introduce en la posición de medida y el cubilete con la muestra ya medida es vaciado en un recipiente colector para muestras de rutina.

Sin embargo, si se ha efectuado una de las llamadas mediciones standard, entonces se coloca bajo la posición apropiada un recipiente acolchado en el cual se vacía la cámara de la muestra. La tableta recogida en él puede ser retirada por el analista mediante una válvula en la pared lateral del MRS-2, después de girar de nuevo el dispositivo receptor.

MANTENIMIENTO

Los trabajos de mantenimiento en el MRS-2 y en la prensa automática son pequeños. En el MRS están limitados a vaciar el recipiente colector para muestras ya medidas, limpiar

los cantos de la instalación, y control del estado del aceite en las bombas de vacío.

En la prensa automática se debe rellenar el recipiente para el polvo de estabilización según el número de muestras prensadas, así como limpiar el aspirador de polvo que recoge el material sobrante.

El estado del aceite en la instalación hidráulica y la instalación de aire comprimido deben ser controlados semanalmente.

COLOQUIO

Sr. SARABIA: *El Sr. Sterba, en su comunicación, ha desarrollado unas fórmulas de dosificación planteadas naturalmente con vistas a asegurar la calidad, pero no le he oído hablar ni citar dos cosas que a mi juicio son importantes.*

Una de ellas es la influencia de las cenizas del combustible ¿Cómo se proyectan o tienen en cuenta en la dosificación previa?

La segunda cuestión se refiere a cómo se recogen en su fórmula las influencias del arrastre de polvo que puede ocurrir en el sistema del intercambiador del horno y la consiguiente segregación de componentes prácticamente inevitable.

Esos datos experimentales abundantísimos prueban que, para obtener un valor determinado en el módulo de saturación, nos obligan habitualmente a hacer tanteos para ver si podemos conseguir un standard de cal establecido, partiendo de valores generalmente más elevados. La segregación, por ejemplo, afecta a elementos tan pesados como pueden ser las cenizas de pirita. Todo ello, naturalmente, influye en la composición del clínker, y, refiriéndonos especialmente al caso que estamos planteando aquí se intenta la automatización para llegar a una calidad de proceso extraordinaria, a una constancia definitiva de material; por tanto, me parece interesante tomar en consideración los elementos perturbadores que modifiquen la posibilidad de conseguirlo.

Sr. STERBA: *Con respecto al primer párrafo de la pregunta, relacionado con las cenizas del combustible, podemos decir que no hemos considerado esa influencia porque hacemos los cálculos en la línea del crudo; la influencia de las cenizas se podría considerar si se dispone de datos y, naturalmente, éstos se podrían introducir en el ordenador. Sin embargo, se ha despreciado porque no se considera que influya demasiado en el resultado.*

En cuanto al segundo punto, cuando pensamos en estos módulos, estos valores, los referimos lógicamente a la preparación del crudo y no al material dentro del horno, aunque se dé la circunstancia de que lo que pasa después sea consecuencia de la preparación del crudo.

Nosotros queremos ver claramente, de una forma gráfica, si los materiales de que disponemos son lo suficientemente independientes y lo suficientemente preparados para poder incluirlos dentro de un cierto error. Naturalmente, sólo vamos a poder conseguir un límite, una variación, por ejemplo, de módulos entre 3,8 y 3,5. Es únicamente darnos una idea y, por eso, este procedimiento lo hace de una forma gráfica.

Sr. SARABIA: *El procedimiento me parece perfecto, el centrado del asunto también per-*

fecto. Pero yo me refiero también al estado físico considerado, además de la composición química.

Sr. STERBA: De momento, en estos gráficos, no se ha incluido este aspecto. Simplemente, hay unos análisis de materias primas que, más tarde, se pueden modificar con las pérdidas por cenizas. Estamos completamente de acuerdo en todo. Nuevos análisis y, en definitiva, nuevos gráficos.

Sr. PONT BIOSCA: ¿Cuáles son las desviaciones standard que se producen en los cuatro componentes (sílice, alúmina, óxido de hierro y cal), una vez pasados los datos por el ordenador?

Sr. STERBA: Depende de la maquinaria y de los elementos sobre los cuales el ordenador no tiene acceso directo y no puede actuar. Depende también del material: de las variaciones, por ejemplo, de una cantera, según su zona geográfica, si son variaciones a corto o medio plazo, etc.

Si, por lo que sea, aparece una incrustación de cuarzo que nos perturba, no se puede decir con el ordenador cuánto nos perturba. Habrá que conocer, para poder calcular unos resultados, unas variaciones de la materia. Si sabemos la riqueza exacta de una caliza, con un margen de un más-menos por ciento, podríamos decir qué error va a salir con esta desviación. Naturalmente, la desviación del silicio va a influir más que la variación del hierro en el grado de saturación, porque, en la fórmula del grado de saturación, el silicio está afectado de un coeficiente mayor. Es decir, el silicio es más crítico que el hierro, y más todavía, si no sabemos las variaciones de la sílice.

Sr. PONT BIOSCA: Mi pregunta iba encaminada a conocer si siempre, necesariamente, a pesar del ordenador, será necesaria una homogeneización posterior.

Sr. STERBA: El decidir si hace falta o no un silo de homogeneización es una consecuencia que no se puede saber si no se conoce el material con suficiente precisión. Depende de las variaciones y condiciones de dicho material, y en ese sentido no podemos decirle una cifra.

Ahora bien, lo que sí se puede decir es que con el ordenador y el espectrógrafo de rayos X se puede aumentar mucho más la frecuencia de análisis y, por lo tanto, la frecuencia de actuación sobre el proceso, cosa que a mano no puede hacerse. Entonces, lo que yo sí puedo asegurar es que el resultado con el ordenador, si el programa que le doy es correcto, puedo conseguir una aproximación mucho más exacta que si lo hago a mano. Podemos añadir que, lógicamente, si hacen falta silos de homogeneización, empleando el ordenador de procesos, aquéllos serán mucho más pequeños que si no se cuenta con un ordenador. Justamente porque el margen de variaciones es mucho más estrecho y las correcciones serán mucho menores.

Sr. ELKJAR: Hemos oído decir que en el análisis con espectrómetro de rayos X hay un cierto número de casos en los cuales el crudo no se presta para el ensayo por el método de las pastillas prensadas. Yo quería saber si tienen algunos datos estadísticos sobre el porcentaje de tales casos.

Sr. STERBA: Hasta ahora, en los casos que se nos han presentado, podemos decir que siempre el sistema de las pastillas prensadas, partiendo de la harina cruda, ha dado buenos resultados dentro de unos márgenes admisibles. Es posible que se presente algún caso en que esa desviación sea inadmisibile. De todas formas, quedan todavía muchos recursos en el ordenador para, mediante cálculos, poder ajustar estos valores. En un caso extremo habría que llegar a clinkerizar la muestra para eliminar estos defectos.