

Einsatz von Elementanalysatoren in der Inline-Prozessanalytik

Multielementanalytik von SECOPTA

- Schnell.
- Präzise.
- Robust.



Technologie: Inline-Elementanalyse mit LIBS

Die Laserinduzierte Breakdown-Spektroskopie (LIBS) ermöglicht schnelle, präzise und berührungslose Multielementanalytik. Ein intensiver Laserpuls wird auf die zu untersuchende Oberfläche fokussiert. Innerhalb des Messpunktes von etwa 100µm Durchmesser bildet sich ein Plasma, dessen Emission charakteristisch für das zu analysierende Material ist. Durch Spektralanalyse der Plasmaemission und Auswertung charakteristischer Spektrallinien können qualitative und quantitative Aussagen über die elementare Zusammensetzung im Messpunkt innerhalb weniger Millisekunden getroffen werden. Die Methode ist universell und flexibel. da der spektrale Fingerabdruck aller Elemente simultan erfasst wird.

Die positive Material-Identifikation (PMI) ist für viele industrielle Prozessabläufe von herausragender Bedeutung. Durch Einsatz von Vorablationslasern lassen sich auch verschmutzte Oberfläche ohne vorherige Probenvorbereitung schnell und präzise analysieren.

Besondere Vorteile der LIBS-Technologie

- Online Datenanalyse in Millisekunden
- Inline Berührungslose Messung und kompakte Messköpfe zur Integration in bestehende Anlagentechnik
- Insitu Direkte Messung ohne aufwendige Probenvorbereitung



Plasma auf einer Metalloberfläche

Warum LIBS einsetzen?

Im Gegensatz zur Röntgenfluoreszenz (XRF) lassen sich mit LIBS auch leichte Elemente simultan innerhalb sehr kurzer Messzeiten erfassen. Die schnelle Vielfachmessung erlaubt Mittelwertbildung über heterogene Proben. Die deutlich besser zu handhabenden Sicherheitsauflagen bei der Verwendung von Lasern anstatt von Röntgenstrahlquellen sparen Kosten und vereinfachen Arbeitsabläufe.

Im Gegensatz zu konventionellen Funkenspektrometern kann bei der LIBS die aufwendige Oberflächen-Präparation entfallen. Kurze Messzeiten und ein einziger, einfach zu automatisierender Prozessschritt sprechen für den Einsatz der LIBS-Technologie in zeitkritischen Inline-Anwendungen.

Schnelle, präzise und robuste Elementanalytik für den industriellen Einsatz: FiberLIBS*inline*

Das FiberLIBS*inline* ist speziell auf die Erfordernisse industrieller Prozessüberwachung ausgelegt. Dieses System vereint die Vorteile der schnellen und berührungslosen LIBS-Technologie mit intelligentem und robustem industrietauglichem Design.

- Der kompakte, fasergekoppelte Messkopf ermöglicht die einfache Einbindung auch in bestehende Anlagen.
- Eine Vielzahl von Industrieschnittstellen und Protokollen stellen die einfache Anbindung in die Prozessleittechnik und zu firmenweiten Datenbanken sicher.
- Zertifizierte Interlock-Technologie gewährleistet eine sichere Anbindung in bestehende Sicherheitskreise.

Technische Daten

- Messverfahren: LIBS
- Laserklasse: 4
- IP67
- Temperaturbereich +5 +40°C, erweiterbar auf Anfrage
- Abmessungen Steuergerät BxHxT = 580 x 580 x 560mm; 80 kg
- Messkopf: Fasergekoppelt, 3m-Faser (5m auf Anfrage)
- Elektrischer Anschluss 230VAC, P<750W
- Schnelle, berührungslose Messung
- Simultane Multielementanalytik
- Anbindung an gängige Industrieschnittstellen
- Sperrluft-/ Prozessgas-Führung integriert
- Einfach zu wechselndes Fenster

Vorteile des Systems

- Schnelle und präzise Elementanalytik
- Einfach in bestehende Anlagen zu integrieren
- Keine Probenvorbereitung, dank Vorablation

- Keine Stillstandzeiten durch Offlineanalytik
- Vollautomatisierte Messung
- Dokumentierte Qualitätskontrolle





Softwarepakete und Analysemethoden

Die Betriebssoftware LIBS Software Suite (LSS) steuert alle Hardware- und Software-Komponenten des Systems. In die LLS-Umgebung lassen sich individuelle Applikationsmodule für verschiedene Anwendungen flexibel laden.

Applikationsmodule

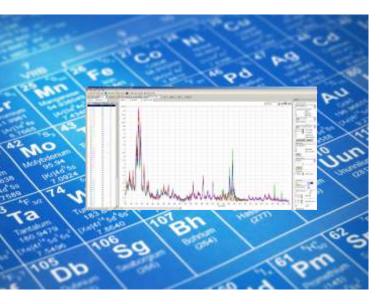
- GetSpectra (Aufnahme neuer Kalibrierdaten)
- Vollautomatiserte Spektrenanalyse und Datenübertragung als Standardmodul
- Custom Measure: Speziell an die jeweiligen Kundenbedürfnisse angepasst.

Im Inline-Betrieb erfolgt die Steuerung des Systems über die Anlagensteuerung des Anwenders (Anlagenleitrechner, SPS). Neben den verfügbaren Standardkalibrierungen für Aluminium und niedriglegierte Stähle können auf Basis von Kalibrierproben flexible kundenspezifische Methoden erstellt werden. Als Methode wird dabei die Übersetzungsmathematik vom Spektrum zu einem quantitativen oder qualitativen Ergebniss verstanden, oft auch als Chemometrie bezeichnet.

Folgende **Methoden** können standardmäßig erstellt werden:

- Quantitative Analysen (Multivariat, PLS)
- Qualitative Analysen (Univariat, PCA)
- Klassifikation auf Basis Neuronaler Netze
- Klassifizierung anhand von Kundenspezifikationen, Kundenklassen im Betrieb flexibel änderbar.

Alle Methoden können in einer Baumstruktur beliebig kombiniert werden.



SEC-Viewer

Mit dem SEC-Viewer können die Rohdaten des FiberLIBS*inline* Systems betrachtet und ausgewertet werden. Die light-Version des SEC-Viewers ist im Lieferumfang jedes Gerätes enthalten.

SEC Viewer light

- Daten laden, Spektren betrachten und Auswerten
- Datensätze ordnen, beschriften und mit Referenz-Werten versehen

SEC Viewer full

- Anwenden von Analysemethoden
- Visualisieren von Ergebnissen und Statistik
- Überprüfen von Kalibrierungen durch Laden von Validierdaten
- Bestimmen der Messmittelgenauigkeit
- Erzeugen von Korrekturparametern zur Kompensation eventueller Parameter-Drift

Schnelle, vollautomatisierte Verwechslungskontrolle: Stahl und Edelstahl

Niedrig- und hochlegierte Stähle werden in einer schon heute nahezu unüberschaubaren Anzahl an verschiedenen Legierungen angeboten. Der Trend zu immer spezielleren Werkstoffen wird sich dabei zukünftig weiter fortsetzen. Die Zusammensetzung bestimmt die Werkstoffeigenschaften des Materials. Die komplexer werdende Materialführung im Rahmen der "Industrie 4.0" Revolution lässt dabei Fehler wahrscheinlicher werden.

Eine Verwechslung bei sicherheitsrelevanten Teilen kann schwerwiegende Folgen nach sich ziehen. Jede indirekte Verfolgung des Warenstromes birgt Fehlerquellen. Somit ist in vielen Fällen die direkte Analyse der Elementzusammensetzung erforderlich. Heute eingesetzte at-line Verfahren, wie Funkenspektrometer oder XRF-Handpistolen erfordern aufwendige Probenvorbereitung, benötigen einen Kontakt zum Messpunkt und sind oftmals nicht in die Prozessleittechnik, die Qualitätsüberwachung und Dokumentation des Unternehmens eingebunden.

Applikationen Stahl/Edelstahl

- Stahlproduktion
- Edelstahlproduktion
- Walzwerke (Barren/Coils), auch heiß!
- Strangguss, Bleche und Halbzeuge
- Fertigteile
- Automotive
- Luftfahrtindustrie

Die vollautomatiserte Elementanalyse mit dem FiberLIBS*inline* erlaubt die vollständige Prozessüberwachung, ob im Wareneingang, während der Produktion oder vor der Auslieferung.

Vorteile des Verfahrens

- Keine Probenvorbereitung
- Berührungsloses Messverfahren
- Vollständig automatisiert

- 100% Qualitätsüberwachung
- Keine Anwenderfehler
- Investitionssicherheit: Universelles System



Typische Applikation: 100% Warenausgangskontrolle

Vollautomatisierte Verwechslungskontrolle Aluminium-Legierungen

Aluminium ist als Werkstoff unverzichtbar. Der Einzug in den Automotive-Bereich lässt die Vielzahl der verfügbaren Legierungen weiter ansteigen. Eine effektive Verwechslungskontrolle ist unerlässlich. Warenverfolgungssysteme sind jedoch nicht zu 100% zuverlässig, sodass eine Bestimmung der Legierungszusammensetzung in den Abschritten Wareneingang, Fertigung und Warenausgang oftmals erforderlich ist. Derzeitige Technologien erfüllen diesen Bedarf nur sehr unzureichend. Während XRF für die genaue Bestimmung leichter Elemente lange Messzeiten benötigt, sind für die Funkenspektroskopie saubere Oberflächen erforderlich.

Das FiberLIBS*inline* System bestimmt auch weniger verbreitete Aluminiumlegierungen zuverlässig anhand der Elemente Si, Mg, Mn, Cu, Fe, Zn, Cr und natürlich Al.

Anwendungsbereiche

- Aluminiumproduktion (Barren)
- Rolled Products (Coils, Barren und Bleche)
- Halbzeuge
- Fertigprodukte
- WE/WA-Kontrolle
- Automotive
- Luftfahrtindustrie
- Schrott-Analytik



Verwechslungskontrolle: Aluminium-Coils

Vorteile des Verfahrens

- Simultane Bestimmung aller Elemente
- Verlässliche Legierungsanalyse
- Schnelle Messung, berührungslos

- 100% Qualitätskontrolle, dokumentiert
- Kein Anlagenstillstand
- Keine Anwenderfehler

Prozessüberwachung von Ablationsprozessen, z.B. bei der Reinigung von tailored blanks

Für eine Reihe von Prozessen ist eine gründliche Oberflächenreinigung von entscheidender Bedeutung. So müssen Flächen für Schweißnähte an Stahlblechkanten von Korrosionsschutzschichten befreit werden. Oft ist vollständiger Materialabtrag allerdings nur schwer zu gewährleisten, da die Schutzschichten stark variierende Materialstärken aufweisen. Als sicherer Kompromiss wird hier häufig eine, die Produktivität einschränkende, geringere Reinigungsgeschwindigkeit gewählt.

Mit dem FiberLIBSinline Elementanalysator lässt sich die Reinheit von Oberflächen im laufenden Prozess überwachen. Sobald eine vom Kunden einstellbare Schwelle der spektralen Abweichung von einem Normwert überschritten ist, wird ein Alarmsignal an die Anlagensteuerung ausgegeben. Alternativ kann mit einer quantitativen Kalibrierung eine Prozessteuerung mit Sensordaten versorgt werden. Die Prozessgeschwindigkeit kann an die tatsächlichen Erfordernisse angepasst werden, sodass die Anlage deutlich gesteigerte Durchsätze erzielt.

Vorteile des Verfahrens

- Berührungslose, schnelle Diagnostik
- Für alle Oberflächen und Schichten geeignet
- Direkte Einbindung in die Prozesssteuerung

- Saubere Oberflächen, dokumentiert
- Höhere Prozessaeschwindiakeit
- Einfache Nachrüstung in bestehende Anlagen



Inline Monitoring von Ablationsprozessen hier: Ablationskanten

Überwachung von Beschichtungsprozessen, z.B. bei der Herstellung von Solarzellen

Oberflächenbeschichtungsprozesse sind in vielen Produktionsprozessen unterschiedlichster Branchen qualitätsentscheidende Bearbeitungsschritte. Die elementare Zusammensetzung der Beschichtung ist dabei häufig ein wichtiges Qualitätskriterium. Stand der Technik ist oftmals noch die Probennahme mit anschließender Laboranalytik.

Mit dem FiberLIBSinline Elementanalysator lassen sich direkt im Prozess Oberflächenbeschichtungsprozesse überwachen. Die Messung erfolgt schnell und berührungslos. Neben der reinen Qualitätskontrolle wird somit auch die Regelung des Prozesses möglich.

Im Bereich der Solarzellenherstellung sind Beschichtungsprozesse von herausragender Bedeutung. Hier ist die Bestimmung von Elementen, wie Na, K, Rb und der Matrix Si, Cu, In, Ga, Se gefragt.

Applikationen in der Beschichtungstechnik

- Solarindustrie
- Antikorrosionsschichten (Automotive)
- Halbleiterindustrie
- Displaytechnologie
- Galvanisierung
- PCB-Produktion
- Life-Science
- Verpackungstechnik
- Textilfertigung



LIBS ermöglicht die Inline-Qualitätskontrolle bei der Produktion von Solarzellen

Vorteile des Verfahrens

- Keine Probennahme
- Alle Elemente, auch leichte, simultan
- Schnelle Messung, hohe Ortsauflösung

- Schnelle Prozesse ohne "Laborhalt"
- Prozesssteuerung wird möglich
- 100% Qualitätskontrolle, dokumentiert

Nährstoffe und Verunreinigungen in Pflanzen, Futter- und Nahrungsmitteln

Elemente wie K, Na, Ca und N sind wichtige Marker für die Nährstoffversorgung von Pflanzen und anderem biologischem Material.

LIBS kann in Inline-Anwendungen schnelle Durchschnittswerte von großen Probenströmen generieren.

Im Gegensatz zur Laboranalytik entfallen lange Wartezeiten und die fehleranfällige Probennahme wird vermieden.

Eine andere wichtige Anwendung ist die Erkennung und Bestimmung des Anteils von Schwermetallen, etwa in Fischen. Im Einzelfall muss hier allerdings geprüft werden, bei welcher Prozessgeschwindigkeit sich welche Nachweisgrenzen realisieren lassen.

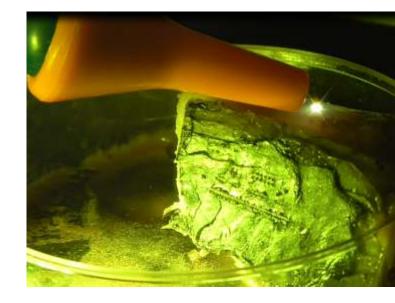
Applikationen im biologischen Bereich

- Pflanzenbestandteile
- Zuckerrübenschnitze
- Obst. Gemüse
- Tiermehl
- Getreide
- Tierfutter
- Bodenproben

Vorteile des Verfahrens

- Berührungslose, schnelle Diagnostik
- Simultane Erfassung der relevanten Elemente
- Direkte Einbindung in die Prozesssteuerung

- Wegfall von Probennahmen
- Viele Messungen in kurzer Zeit
- Präzise Qualitätsüberwachung



LIBS-Analyse auf biologischem Material, hier: Fisch-Probe

Vor-Ort Baustoffanalytik: Messung der Eindringprofile für Cl, Na und S in Beton

Elementanalytik ist ein wichtiger Bestandteil der Baustoffanalytik. Das Eindringen von Störstoffen in Beton kann schwerwiegende Bauwerksschäden hervorrufen. So beschädigen Cl-Einträge die Armierung von Stahlbeton, etwa von Brücken und Parkhäusern. Na- und K-Anteile führen durch Alkalikieselsäurereaktionen zu Schäden an Betonfahrbahnen (Betonkrebs). Schäden durch S verursachen hohe Kosten im Bereich von Abwasserbehandlungsanlagen. Mit LIBS-Analytik lassen sich sowohl im Baustofflabor als auch direkt vor Ort zuverlässig Elementkonzentrationen im Beton bestimmen. Es können Tiefenprofile zur Ermittlung der Eindringtiefe aufgenommen werden. Die Daten dienen zur Bewertung der Schädigungen und zur fachgerechten und kostenoptimierten Reparatur.

Die Baustoffoberfläche wird mit einem 2D-Raster abgescannt. Zeilenweise werden dann die Mittelwerte der einzelnen Elemente bestimmt. Eine vorgeschaltete Analytik erlaubt bei der punktweisen Messung das Herausrechnen der Zuschlagstoffe, so dass sich die Elementkonzentrationen der beweglichen Ionen in der Zementmatrix bestimmen lassen. Dies ist neben der deutlich höheren Ortsauflösung und der Geschwindigkeit der Hauptvorteil der Messme-

Die Messungen der Konzentrationen direkt auf der Baustelle erlauben schnelle Entscheidungen bzgl. des weiteren Vorgehens bei der Sanierung.

thode gegenüber etablierten nasschemischen



FiberLIBS bei der Vor-Ort Chloridbestimmung im Beton eines Nordsee-Sperrwerkes

Vorteile des Verfahrens

- Messung direkt vor-Ort
- Hochauflösende Tiefeinformation
- Automatisches Ignorieren der Zuschlagstoffe

Kundennutzen

Verfahren.

- Schnelle Einschätzung Bauwerksschädigung
- Zielgerichtete Sanierung, kostenoptimiert
- Verlässliche, auf den Zement bezogene Werte

Inline-Elementanalytik in Schmelzen

Durch den berührungslosen LIBS-Messvorgang werden Anwendungen möglich, die mit herkömmlichen Elementanalyseverfahren nicht zu realisieren sind. Die schnelle Bestimmung der Zusammensetzung von Metallschmelzen ermöglicht es dem Anwender zeitnah regelnd in den Prozess einzugreifen.

Ein Sondermesskopf erlaubt in Kombination mit dem bewährten FiberLIBS*inline* Elementanalysator schnelle, berührungslose Multielementanalytik aus der Distanz. Aus 1000mm Messabstand wird die LIBS-Messung innerhalb eines gespülten Kanals aus Feuerfestmaterial durchgeführt. Auch in dieser Anwendung lässt sich das FiberLIBS*inline* System über eine Vielzahl von Industrieschnittstellen und Protokollen in vorhandene Prozessleittechnik einbinden.

Stand der Technik ist die Probennahme, Aufbereitung und nachfolgende Laborananlytik mittels XRF oder anderer Verfahren. Die direkte Inline-Analyse mittels LIBS ermöglicht die vollständige Elementbestimmung innerhalb von Sekunden.

Zielmaterialien können sein

- Ferroguss
- Hochlegierte Stähle
- Niedriglegierte Stähle
- Aluminium
- Kupferlegierungen
- Galvanik
- Schlacke

Vorteile des Verfahrens

- Schnelle Online-Analyse
- Keine Prozessunterbrechung durch Probennahme
- Homogenisierung durch viele Messpunkte

- Geringe Stillstandzeiten
- Verbesserte Prozesssteuerung
- Reduzierte Energiekosten



LIBS-Messung in einer Gusseisenschmelze

Unternehmensprofil SECOPTA analytics GmbH

Die SECOPTA analytics GmbH ist ein mittelständisches Unternehmen mit Sitz in Berlin und Brandenburg. Der Fokus liegt auf der Bereitstellung robuster laserspektroskopischer Messsysteme für schnelle und präzise Prozessanalytik. Im Bereich der industriell eingesetzten *Laser-Induced Breakdown Spectroscopy* (LIBS) ist SECOPTA der führende Anbieter.

Besonders Inline-Qualitätskontrolle und Präzisionsrecycling profitieren von den herausragenden Vorteilen des LIBS-Verfahrens. Ein großer Vorteil der LIBS-Technologie besteht im schnellen berührungslosen Messen von beliebigen Materialien selbst in hochautomatisierten Prozessen, etwa auf schnell bewegten Transportbändern. Neben robuster, wartungsarmer und langzeitstabiler Hardware bietet SECOPTA einzigartig leistungsfähige Softwaremodule auf Basis modernster chemometrischer Verfahren.

Präzise Analysen der elementaren Zusammensetzung von Teilen bzw. Materialströmen ermöglichen die Prozesssteuerung in Echtzeit, die inline-Qualitätskontrolle und die sortenreine Trennung unterschiedlicher Materialtypen in Fraktionen mit quantitativ vordefinierter Legierungszusammensetzung.

Zum Einsatz kommen Gerätetypen, die in ihrer Funktionalität und Ausstattung für die unterschiedlichsten Anwendungen optimiert wurden. Im Bereich Qualitätskontrolle werden die Multielement-Analysatoren vom Typ FiberLIBS*inline* eingesetzt.

Die besonders schnellen MopaLIBS-Systeme kommen bei der Analyse und Klassifizierung von Metalllegierungen im Präzisionsrecycling und bei der online Analyse von Primärrohstoffen zum Einsatz.



SECOPTA Standort im TelTower bei Berlin

LIBS-Systeme von SECOPTA Schnell, Präzise, Robust.

Haben Sie eine konkrete Anwendung, allgemeine Fragen zur LIBS-Messtechnik oder zu den beschriebenen Applikationen? Wir freuen uns auf ihren Anruf oder kontaktieren Sie uns via Email.Wir beraten Sie gern.

> SECOPTA analytics GmbH Rheinstraße 15b 14513 Teltow

Tel.: +49 (0)3328 35403-00 Fax: +49 (0)3328 35403-99 Mail: info@secopta.de www.secopta.com