

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 398 151**

51 Int. Cl.:

**G01N 23/20** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.04.2006 E 06742691 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.10.2012 EP 1877760**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para la determinación en línea del contenido de cenizas de una sustancia transportada en un sistema transportador y dispositivo para llevar a cabo dicha determinación en línea**

30 Prioridad:

**30.04.2005 DE 102005020567**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**14.03.2013**

73 Titular/es:

**KATZ, ELISABETH (100.0%)  
AHORNWEG 8  
72226 SIMMERSFELD, DE**

72 Inventor/es:

**KLEIN, ALBERT**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 398 151 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento y dispositivo para la determinación en línea del contenido de cenizas de una sustancia transportada en un sistema transportador y dispositivo para llevar a cabo dicha determinación en línea.

### Campo técnico de la invención

- 5 La invención se refiere a un procedimiento para la determinación en línea del contenido de cenizas de una sustancia transportada en una cinta transportadora según el preámbulo de la reivindicación 1.

### Estado de la técnica

10 En la técnica minera y siderúrgica es conocido emplear métodos radiométricos para el análisis en línea de materiales transportados, por ejemplo, en cintas transportadoras. Una cuestión que se plantea aquí e, por ejemplo, la pregunta por el contenido de cenizas de una sustancia, en particular el contenido de cenizas de coque o carbón. Para ello es conocido, por ejemplo, el método llamado de doble energía. En él, la sustancia a ser medida es irradiada con dos rayos gamma o X de diferente energía. Por ejemplo, se emplea una fuente de Cs<sup>137</sup> para el trayecto de medición de alta energía y una fuente de Am<sup>241</sup> para el trayecto de medición de baja energía. La porción de cenizas de la sustancia irradiada, por ejemplo del carbón, se puede calcular en base a los diferentes comportamientos de absorción de ambos rayos. Este método está descrito, por ejemplo, en YAZDI M et. al.: "Dual-energy gamma-ray technique for quantitative measurement of coal ash in the Shahroud mine, Iran" INT. J. COAL GEOL.; INTERNATIONAL JOURNAL OF COAL GEOLOGY AUGUST 2003, Bd. 55 Nr. 2-4, agosto 2003 (2003-08), páginas 151-156.

20 El método se basa en determinar el peso superficial de la sustancia por el comportamiento de absorción del rayo de alta energía y a partir del comportamiento de absorción del rayo de baja energía puede deducirse adicionalmente el número atómico medio de los átomos presentes en la sustancia. Este método trabaja sin contacto y puede ser empleado con tamaños de grano de hasta 10 mm, en casos especiales incluso superiores. No proporciona resultados exactos satisfactorios en todos los casos.

25 En el documento GB 2 223 574 A se describe un método para la determinación del contenido de cenizas en un lodo de carbón, en el que en una célula de medición es medida la transmisión de un rayo gamma de alta energía y en otra célula de medición es irradiada la muestra con un rayo gamma de baja energía y medida la señal dispersada de retorno.

### Contenido de la invención

30 Partiendo de aquí el objeto de la invención es proporcionar un procedimiento con el que pueda conseguirse una mayor precisión en la determinación en línea del contenido de cenizas de una sustancia.

Este objeto se lleva a cabo por un procedimiento con las características de la reivindicación 1.

35 Se ha descubierto que la precisión de los resultados de medición a menudo es insatisfactoria cuando cambia la composición química de las cenizas. En particular cuando cambia la concentración de elementos pesados, como por ejemplo calcio o hierro, así como elementos con un número atómico mayor, y esto conduce a una determinación errónea del contenido de cenizas.

40 Según la invención se realiza, por tanto, adicionalmente una medida de fluorescencia de rayos x en cuyo espectro se encuentran en particular las líneas K<sub>α</sub> de estos elementos. Esta información es empleada después para la corrección de los resultados de medida. Puesto que únicamente se tiene que medir la radiación K<sub>α</sub> de elementos relativamente pesados, cuya energía es relativamente alta y no se ve perturbada esencialmente por la absorción de aire, la realización de la medición de fluorescencia de rayos X se lleva a cabo de forma relativamente fácil con la técnica de medición y es realizable una distancia relativamente grande del detector de fluorescencia de rayos respecto a la superficie superior de la muestra. Una distancia típica es aproximadamente 20 cm de la superficie superior de la sustancia.

45 El peso superficial de la sustancia y el número atómico medio son determinados mediante la llamada medición de doble energía ya mencionada antes. Para ello la sustancia es irradiada con rayos X o gamma de diferente energía.

50 Preferentemente el detector de fluorescencia de rayos X necesario se asienta por la misma cara de la muestra que la fuente de excitación, empleándose preferentemente una de las dos fuentes de la medición de doble energía simultáneamente como fuente de excitación. Por tal disposición resulta una dependencia geométrica de los resultados de medida que debe ser compensada, además la distancia entre la superficie superior de la muestra y el detector de fluorescencia de rayos X es medida constantemente.

La invención se explicará ahora en detalle en virtud de ejemplos de realización. Muestran:

**Breve descripción de los dibujos:**

- Fig. 1, una representación esquemática de un dispositivo para la realización del procedimiento según la invención;
- Fig. 2, una segunda forma de realización del dispositivo para la realización del procedimiento según la invención en una representación esquemática, y
- Fig. 3, un corte a lo largo del plano A-A de la Fig. 2.

**Descripción de formas de realización preferidas**

La Fig. 1 muestra esquemáticamente un dispositivo para la determinación en línea del contenido de cenizas de la sustancia S transportada en la cinta transportadora 10. En primer lugar la sustancia S es allanada por medio del rastrillo 12, de modo que dependiendo de la granulación de la sustancia S puede seguir quedando una cierta desigualdad superficial.

Por encima de la cinta transportadora 10 están dispuestos una fuente de Cs<sup>137</sup> 20, una fuente de Am<sup>241</sup> 24, un detector de fluorescencia de rayos X 28 y un medidor de distancia 30. Por debajo de la cinta transportadora 10 se encuentra un primer detector de transmisión 22 y un segundo detector de transmisión 26. El primer detector de transmisión 22, el segundo detector de transmisión 26, el detector de fluorescencia de rayos X 28 y, eventualmente el medidor de distancia 30, están unidos a la unidad de evaluación 40 que a partir de los datos de medición suministrados a ella y con ayuda de otras curvas de calibración almacenadas calcula el contenido de cenizas de la sustancia S transportada en la cinta transportadora 10 y lo emite a través de una salida 42.

La fuente de Cs<sup>137</sup> 20 y el primer detector de transmisión 22 forman el trayecto de transmisión de alta energía que sirve para la determinación del peso superficial. Para ello la sustancia es irradiada de arriba abajo, aunque es posible también una estructura invertida. La energía de la radiación gamma emitida por la fuente de Cs<sup>137</sup> es de 660 keV. La fuente de Am<sup>241</sup> y el segundo detector de transmisión 26 forman el trayecto de medición de transmisión de baja energía para la determinación del número atómico medio. La energía de la radiación gamma que sale de la fuente de Am<sup>241</sup> es de 60 keV. Estos dos tramos forman la disposición de medición de doble energía "clásica" con la que puede ser determinado al menos esencialmente el contenido de cenizas de la sustancia S. En lugar de fuentes gamma pueden ser empleados también tubos de rayos X con tensiones de aceleración diferentes. Los tubos de rayos X para el trayecto de medición de alta energía deberían tener una tensión de aceleración por encima de 300 kV, los tubos de rayos X para el trayecto de medición de baja energía una tensión de aceleración por debajo de 100 kV.

Cómo se realiza la determinación del contenido de cenizas en base a los datos así obtenidos es conocido en la técnica, y será expuesto a continuación otra vez brevemente.

Para la transmisión de rayos gamma se aplica la ley de absorción

$$I = I_0 e^{-\mu \rho d}$$

I: Intensidad

I<sub>0</sub>: Intensidad en un trayecto de medición en vacío

μ: Coeficiente de absorción

ρ: Espesor del material

d: Espesor de la capa de material

Para rayos de baja energía, por ejemplo para el segundo trayecto de medición de transmisión con la fuente de Am<sup>241</sup>, el coeficiente de absorción depende del número atómico Z. El coeficiente de absorción de una mezcla de material se puede representar como sigue:

$$\overline{\mu(x)} = \sum c_i \cdot \mu_i(x)$$

$$\sum c_i = 1$$

donde c<sub>i</sub> es la concentración y se tiene

En el caso de una medición del contenido de cenizas de doble energía clásica el contenido de cenizas A se calcula de acuerdo con:

$$A = \alpha \cdot \frac{\ln\left(\frac{I}{I_0}\right)_{LE}}{\ln\left(\frac{I}{I_0}\right)_{HE}} + k = \alpha \cdot \frac{(-\overline{\mu(x)} \cdot \rho \cdot d)_{LE}}{-\mu \cdot \rho \cdot d_{HE}} + k = \alpha \cdot \frac{\overline{\mu(x)_{LE}}}{\mu_{HE}} + k$$

donde LE designa el trayecto de medición de baja energía y HE el trayecto de medición de alta energía;  $\alpha$  y  $k$  son los coeficientes de calibración. Según la invención estos coeficientes son determinados al menos parcialmente por una medición de fluorescencia de rayos X. Para la realización de esta medición sirve el detector de fluorescencia de rayos X 28 que utiliza preferentemente la radiación de excitación de la fuente de  $Am^{241}$  24. Por este motivo es importante que la fuente de  $Am^{241}$  24 y el detector de fluorescencia de rayos X se encuentren por encima de la sustancia, ya que si no la medida de fluorescencia de rayos X se vería perturbada por la cinta transportadora. Para ello son medidas las líneas  $K_\alpha$  de algunos elementos pesados como el calcio, el hierro y el titanio. La radiación de fluorescencia de rayos X que interesa aquí es suficientemente rica en energía, ya que el detector de fluorescencia de rayos X 28 puede estar distanciado de la superficie superior de la muestra más de 10 cm, preferentemente aproximadamente 20 cm, sin que la absorción de aire adquiera una influencia demasiado fuerte. Puesto que, no obstante, la intensidad de la radiación de fluorescencia decrece con el cuadrado de la distancia, es importante conocer la distancia media entre la superficie superior de la muestra y el detector de fluorescencia de rayos X 28. Esto se puede hacer midiendo constantemente la distancia. Para ello sirve el medidor de distancia 30. No obstante, también es posible determinar el espesor de capa de la sustancia y, por tanto, para una geometría dada la distancia desde la superficie superior de la muestra a los aparatos de medición individuales a partir del comportamiento de absorción en el trayecto de medición de alta energía.

Para mantener constante la intensidad de radiación que incide sobre la sustancia incluso si cambia el espesor de capa de la sustancia S, puede disponerse entre la fuente de  $Am^{241}$ , o de un tubo de rayos X que sustituya a esta, y la superficie de la sustancia S una semilente de rayos X como colimador. La ley de los cuadrados de las distancias debe ser considerada ahora nada más que para la distancia entre la superficie superior de la sustancia y el detector de fluorescencia de rayos X, lo que puede simplificar el tratamiento matemático.

Como ya se mencionó, algunos elementos pesados son determinados con la medición de fluorescencia de rayos X adicional. La calibración para estos elementos se realiza según el estado de la técnica. En el caso más sencillo se pueden tomar las intensidades de los picos  $I_p$  como medida para la concentración, siendo las  $k_i$  constantes:

$$c_i = k_i I_{p_i}$$

Para la compensación de la composición elemental de las cenizas con la calibración de la medición de doble energía se calibra a la composición elemental media de las cenizas (punto de trabajo). Las desviaciones de los elementos de las cenizas detectadas con el análisis de fluorescencia de rayos X desde el punto de trabajo son ahora compensadas según:

$$A = \alpha \cdot \frac{\ln\left(\frac{I}{I_0}\right)_{LE}}{\ln\left(\frac{I}{I_0}\right)_{HE}} - \sum \mu_i \Delta c_i + k^*$$

Aquí  $\Delta c_i$  es la desviación de la concentración del elemento  $i$ -ésimo respecto a la media,  $k^*$  es una constante.

Si en lugar de un trayecto de fluorescencia de rayos X calibrado, que determina las concentraciones de los elementos deseados, se trabaja con las intensidades pico, la calibración de la medición del contenido de cenizas puede realizarse en una regresión completa:

$$A = \alpha \cdot \frac{\ln\left(\frac{I}{I_0}\right)_{LE}}{\ln\left(\frac{I}{I_0}\right)_{HE}} + b_1 \Delta I_{p1} + b_2 \Delta I_{p2} + \dots + k^*$$

Puesto que el trayecto de medición de fluorescencia de rayos X aquí no está calibrado, únicamente se necesita para la calibración el valor de laboratorio del contenido de cenizas. El gasto de laboratorio no es por tanto mayor del que es necesario en cualquier modo en el método de doble energía.

Las operaciones de cálculo aquí presentadas son realizadas por la unidad de evaluación 40.

Como se ve, las intensidades absolutas en el caso de la medición de fluorescencia de rayos X juegan un papel. Por tanto, es muy importante conocer con precisión o mantener constante la distancia entre la superficie superior de la muestra y el detector de fluorescencia de rayos X, sería ideal también hacerlo con la distancia entre la fuente de  $Am^{241}$  y la superficie superior de la muestra. Así, puede ser medida la distancia y ser empleado este valor de medición de distancia para la corrección.

Las figuras 2 y 3 muestran una posibilidad de cómo estas distancias se pueden mantener siempre iguales sin influir negativamente en las dos medidas de transmisión. El dispositivo de medida presenta aquí una placa deslizante 50 que se desliza o flota sobre la superficie superior de la sustancia S a ser medida. Sobre el soporte 56 están unidas rígidamente a esta placa deslizante 50: una placa de fijación superior 52 y una placa de fijación inferior 54. Con ello la distancia entre la fuente de Cs<sup>137</sup> 20 y el primer detector de transmisión 22, así como la distancia entre la fuente de Am<sup>241</sup> 24 y el segundo detector de transmisión 26 es siempre igual. Además, la distancia entre la fuente de Am<sup>241</sup> 24 y la superficie de la muestra, así como entre la superficie superior de la muestra y el detector de fluorescencia de rayos X 28 es siempre igual. Puesto que tanto para la medición de doble energía como para la medición de fluorescencia de rayos X, el espesor de capa de la sustancia S a ser medida no juega ningún papel, esta disposición asegura resultados de medición constantes incluso aunque los espesores de capa varíen. Tal disposición con una placa deslizante o flotante 50 puede ser empleada también en otros casos de aplicación, en los que puedan ser usados métodos radiométricos.

**Lista de símbolos de referencia**

10	Cinta transportadora
15	12 Rastrillo
	20 Fuente de Cs <sup>137</sup>
	22 Primer detector de transmisión
	24 Fuente de Am <sup>241</sup>
	26 Segundo detector de transmisión
20	28 Detector de fluorescencia de rayos X
	30 Medidor de distancia
	40 Unidad de evaluación
	50 Placa deslizante
	52 Placa de fijación superior
25	54 Placa de fijación inferior

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Procedimiento para la determinación en línea del contenido de cenizas de una sustancia transportada en una cinta transportadora (10) con una primera medición para la determinación del peso superficial de la sustancia y una segunda medición para la determinación del número atómico medio de los átomos presentes en la sustancia, en el que para la determinación del peso superficial la muestra es irradiada con una radiación de rayos X ó gamma de alta energía (20) y para la determinación del número atómico medio la muestra es irradiada con una radiación de rayos X o gamma de baja energía (24), caracterizado porque adicionalmente es realizada una medición de fluorescencia de rayos X por medio de un detector de fluorescencia de rayos X (28) y es usada para la corrección del resultado de medida y porque la distancia entre la superficie superior de la muestra y el detector de fluorescencia de rayos X (28) es medida constantemente y utilizada para la corrección.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque para la medición de la distancia es empleada la medición de transmisión de la radiación de alta energía (20).
- 15 3. Procedimiento según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, caracterizado porque la radiación gamma de alta energía (20) es generada por una fuente de Cs<sup>137</sup>.
- 20 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la radiación gamma de baja energía (24) es generada por una fuente de Am<sup>241</sup>.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque los rayos gamma o X de baja energía (24) sirven también como radiación de excitación para la medición de fluorescencia de rayos X, en el que el detector de fluorescencia de rayos X (28) se encuentra en la misma cara de la sustancia que la fuente de radiación de rayos X o gamma de baja energía (24).
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque es medida la distancia entre la fuente de radiación de rayos X o gamma de baja energía (24) y el detector de transmisión (26) y es tomada en cuenta para la evaluación de la medición de transmisión.
- 25 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque para la medición de la distancia es empleada la medida de transmisión de la radiación de alta energía (20).

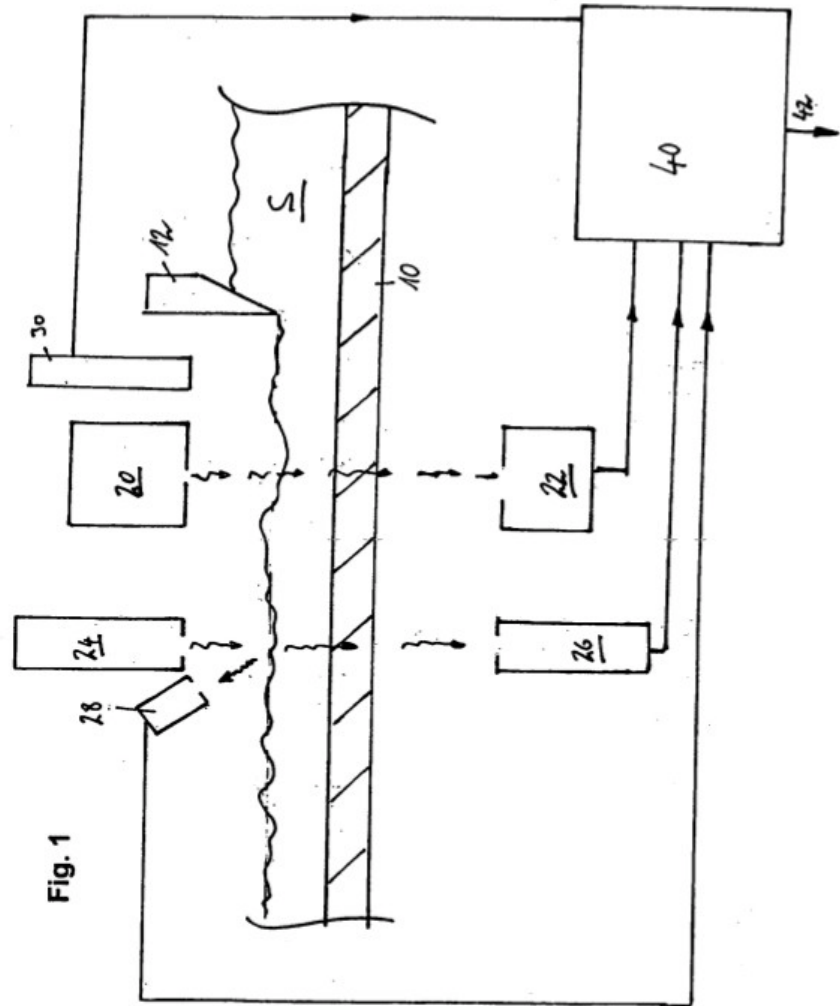


Fig. 1

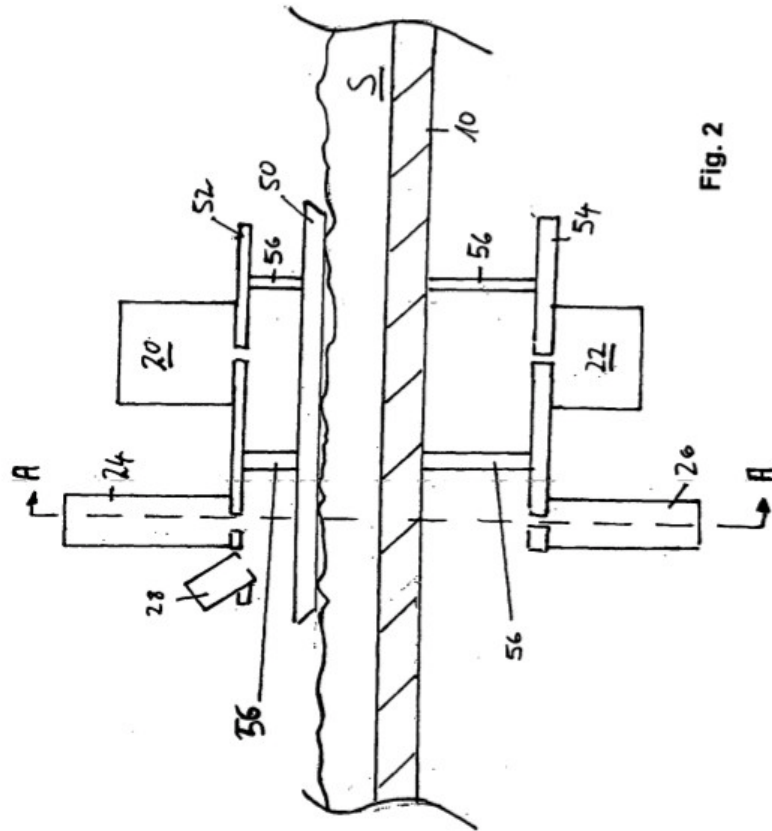


Fig. 2



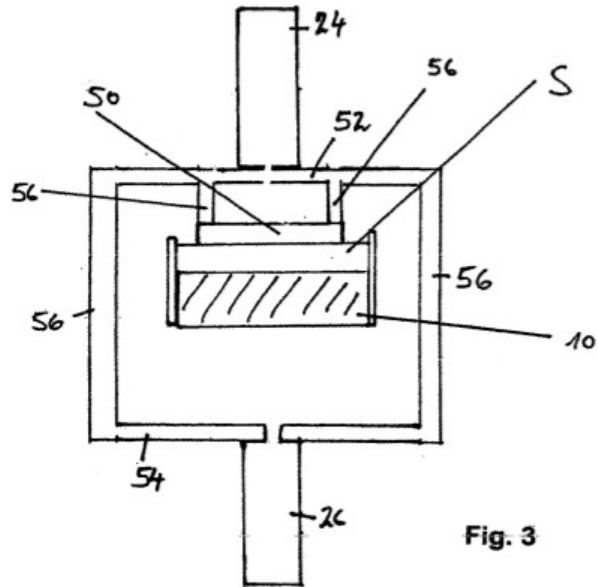


Fig. 3