



(12) Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 232 554 A5

4(51) G 01 N 21/00
G 01 N 1/22

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) AP G 01 N / 266 169 6
(31) 522913(22) 10.08.84
(32) 12.08.83(44) 29.01.86
(33) US

(71) siehe (72)

(72) Kenney, George B., Medfield, Massachusetts 02052, 131 Green Street, US

(73) siehe (72)

(54) Sondengerät und Verfahren zur Erzeugung eines Aerosolpulvers

(57) Ein Gerät zur Erzeugung eines Aerosolpulvers von einer Schmelze besteht aus einem Zerstäubungswerkzeug (110) mit einer Bohrung (111), durch die die Schmelze (400) zur Erzeugung des Pulvers hindurchfließt. Die Bohrung weist einen Größenbereich von oder unmittelbar über der Größe auf, die gerade zur kontinuierlichen Erzeugung dieses Pulvers reicht. Das Werkzeug 110 kann sich in einer Hochtemperatursonde 100 befinden, die sich für das Eintauchen in eine Schmelze eignet, so daß an den Wandungen der Sonde angesammelte Ansätze des Pulvers durch Erhitzen der Sonde abgeschmolzen werden können. Fig. 1

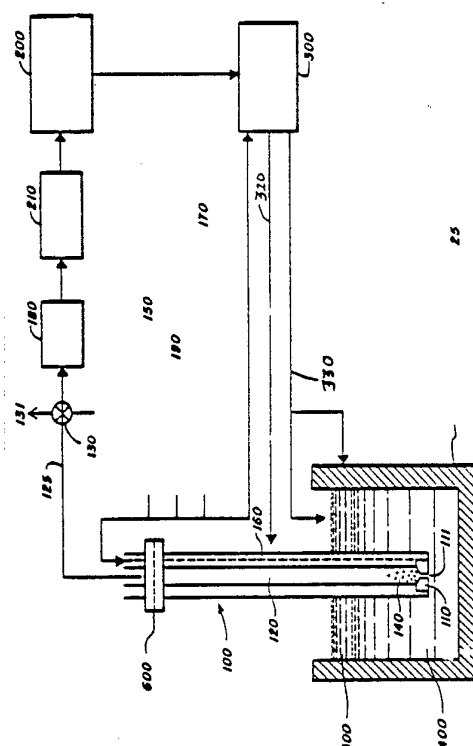


FIG. 1

Patentansprüche:

1. Sondengerät zur Erzeugung eines Aerosolpulvers von einer Schmelze, das einer Analyse während des Prozesses unterzogen werden soll, **gekennzeichnet dadurch**, daß das Gerät besteht aus:
einem Zerstäubungswerkzeug mit einer Bohrung, durch die die Schmelze zur Erzeugung eines Aerosols hindurchgeht, wobei diese Bohrung einen Größenbereich von oder unmittelbar über der Größe aufweist, die gerade für die kontinuierliche Erzeugung eines solchen Pulvers durch Hindurchfließen der Schmelze genügt und die Analyse des Pulvers während des Prozesses gestattet.
2. Sondengerät nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß es sich bei der Schmelze um ein flüssiges Metall handelt und die Bohrung einen wirksamen Durchmesser von weniger als etwa 5 Millimeter hat.
3. Sondengerät nach Anspruch 2, **gekennzeichnet dadurch**, daß es einen hohlen Sondenkörper mit einer Innenwandung aufweist, wobei diese Wandung einen Durchgang für die Beförderung des Aerosolpulvers zu einer von der Schmelze entfernten Stelle bildet, wobei der Durchgang durch die Ansammlung von Schmelzansätzen in einem Stück verstopft werden kann, und daß ein Bereich des Sondenkörpers, der dieses Stück enthält, aus einem Metall hergestellt wurde, dessen Schmelzpunkt wesentlich über dem der Schmelze liegt, so daß der Sondenkörper durch Erhitzen dieses Bereichs von verfestigten Ansätzen gesäubert werden kann, indem diese Ansätze abgeschmolzen werden.
4. Sondengerät nach Anspruch 2, **gekennzeichnet dadurch**, daß es Heizelemente um die Bohrung herum aufweist, um die Schmelze innerhalb der Bohrung in einem fließfähigen Zustand zu erhalten und die Pulvererzeugung durch eine Bohrung mit kleineren Abmessungen als sonst zu ermöglichen.
5. Gerät nach Anspruch 4, **gekennzeichnet dadurch**, daß es sich bei der Schmelze um ein eisenhaltiges System handelt.
6. Gerät nach Anspruch 4, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Bohrung einen effektiven Durchmesser von weniger als etwa zwei Millimeter hat.
7. Gerät nach Anspruch 6, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Bohrung einen Durchmesser von etwa 0,25 Millimeter aufweist.
8. Sondengerät zur Erzeugung eines Aerosolpulvers von einer Schmelze, **gekennzeichnet dadurch**, daß es besteht aus:
einem hohlen Sondenkörper mit einer Innenwandung, die einen Durchgang für die Beförderung des Aerosolpulvers zu einer von der Schmelze entfernt liegenden Stelle bildet, wobei der Durchgang infolge der Ansammlung von Schmelzansätzen in einem Stück verstopft werden kann, daß ein Bereich des Sondenkörpers, der dieses Stück enthält, aus einem Werkstoff mit einem über dem der Schmelze liegenden Schmelzpunkt hergestellt wird, so daß der Sondenkörper von solchen verfestigten Ablagerungen durch Erhitzen dieses Stückes zum Abschmelzen der Ansätze gesäubert werden kann.
9. Gerät nach Anspruch 8, **gekennzeichnet dadurch**, daß es nach beiden Richtungen wirkende Ventilvorrichtungen für die Schaffung eines gasförmigen Transportmediums besitzt, wobei die Vorrichtung in einer Richtung betätigt werden kann, um den Gasstrom zur Beförderung des Aerosolpulvers zu der von der Schmelze entfernt gelegenen Stelle bereitzustellen, und in der anderen Richtung wirksam sein kann, um den Druckgasstrom zum Austreiben der geschmolzenen Rückstände aus der Sonde zu schaffen.
10. Gerät nach Anspruch 9, **gekennzeichnet dadurch**, daß es sich bei der Schmelze um flüssiges Metall handelt und der Bereich des Sondenkörpers mit dem Stück, das verstopft werden kann, aus feuerfestem Material hergestellt ist.
11. Gerät nach Anspruch 10, **gekennzeichnet dadurch**, daß es ein Zerstäubungswerkzeug mit einer Bohrung zur Erzeugung des Pulvers durch Hindurchleiten der Schmelze besitzt.
12. Gerät nach Anspruch 11, **gekennzeichnet dadurch**, daß es die Bohrung des Zerstäubungswerkzeuges umgebende Heizelemente besitzt, um das Ausmaß, wenn überhaupt, der Metallansammlung innerhalb der Bohrung zu regulieren.
13. Gerät nach Anspruch 11, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Bohrung einen Größenbereich von oder unmittelbar über der Größe aufweist, die gerade die kontinuierliche Erzeugung dieses Pulvers durch Hindurchfließen der Schmelze und die des Pulvers während des Prozesses ermöglicht.
14. Gerät nach Anspruch 13, **gekennzeichnet dadurch**, daß es sich bei der Schmelze um flüssiges Metall handelt und die Bohrung einen effektiven Durchmesser von weniger als etwa 5 Millimeter hat.
15. Gerät nach Anspruch 14, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Bohrung einen effektiven Durchmesser von weniger als etwa 2 Millimeter besitzt.
16. Gerät nach Anspruch 15, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Bohrung einen Durchmesser von annähernd 0,25 Millimeter besitzt.
17. Verfahren zur kontinuierlichen mitlaufenden Erzeugung eines Aerosolpulvers für dessen Analyse, **gekennzeichnet dadurch**, daß, es folgende Schritte aufweist:
Eintauchen eines Teiles eines Gerätes, das ein Zerstäubungswerkzeug mit einer Bohrung besitzt, in eine Schmelze;
Ansaugen der Schmelze durch die Bohrung zur Erzeugung eines solchen Pulvers;
Beförderung des Pulvers zu einer entfernten Stelle für dessen Analyse mit Hilfe eines gasförmigen Transportmediums;
Erhöhung der Temperatur eines Teiles des Gerätes in der Schmelze, um darin angesammelte Ansätze abzuschmelzen;
Ausstoßen der geschmolzenen Rückstände aus dem Sondengerät, um das Gerät für einen weiteren Zeitraum der Pulvererzeugung einsatzbereit zu machen.
18. Verfahren nach Anspruch 17, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Bohrung des Zerstäubungswerkzeuges einen Größenbereich von oder unmittelbar über der Größe aufweist, die gerade die kontinuierliche Erzeugung des Pulvers durch Hindurchsaugen der Schmelze und die Analyse des Pulvers während des Prozesses ermöglicht, so daß der Schritt der Temperaturerhöhung zum Schmelzen von angesammelten Ansätzen weniger häufig erforderlich ist.
19. Verfahren nach Anspruch 17, **gekennzeichnet dadurch**, daß es den Schritt der Zuführung anderer Wärme als von der Schmelze in die Nähe der Bohrung umfaßt.
20. Verfahren nach Anspruch 18, **gekennzeichnet dadurch**, daß es den Schritt der Zuführung von anderer Wärme als von der Schmelze in die Nähe der Bohrung aufweist.
21. Verfahren nach Anspruch 17, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Schritt des Ausstoßens der geschmolzenen Ansätze den Schritt umfaßt, Erzeugung eines positiven Gasdruckes in dem Gerät, so daß zumindest etwas Gas aus dem Gerät ausströmt.

22. Verfahren zur Durchführung der kontinuierlichen mitlaufenden Erzeugung eines Aerosolpulvers für dessen Analyse, **gekennzeichnet durch** folgende Schritte:
Eintauchen eines Teiles eines Gerätes, das ein mit einer Bohrung versehenes Zerstäubungswerkzeug aufweist, in die Schmelze;
Ansaugen von Metall durch die Öffnung zur Erzeugung des Pulvers;
Zuführung von anderer Wärme als von der Schmelze in die Nähe der Bohrung; und
Beförderung des Pulvers mit Hilfe eines gasförmigen Transportmediums zu einer entfernten Stelle zur Analyse des Pulvers.
23. Verfahren nach Anspruch 22, **gekennzeichnet dadurch**, daß das Pulver durch einen Bereich des Gerätes, in dem Verstopfung durch die Ansammlung von Ansätzen darin auftreten kann, befördert wird, und daß das Verfahren die weiteren Schritte aufweist:
Erhöhung der Temperatur dieses Bereiches des Gerätes, um die darin angesammelten Rückstände abzuschmelzen; und
Ausstoßen der geschmolzenen Rückstände aus dem Sondengerät, um das Gerät für einen weiteren Zeitraum der Pulvererzeugung vorzubereiten.
24. Sondengerät nach Anspruch 3, **gekennzeichnet dadurch**, daß es außerdem Vorrichtungen zum Kühlen der Innenwandung aufweist, so daß die Innenwandung berührende und daran klebende Partikel erstarren und fest daran haften bleiben.
25. Sondengerät nach Anspruch 8, **gekennzeichnet dadurch**, daß es Vorrichtungen zum Kühlen der Innenwandung aufweist, damit die Innenwandung berührende und daran klebende Partikel erstarren und fest daran kleben bleiben.
26. Sondengerät nach Anspruch 24, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Vorrichtung zum Kühlen eine Reihe Kanäle im hohlen Sondenkörper und Vorrichtungen zur Zirkulation eines Kühlmittels durch die Kanäle aufweist.
27. Sondengerät nach Anspruch 25, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Kühlvorrichtung eine Reihe Kanäle in dem hohlen Sondenkörper und Vorrichtungen zur Zirkulation eines Kühlmediums durch die Kanäle aufweist.

Hierzu 2 Seiten Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Sondengerät zur Erzeugung eines Aerosolpulvers von einer Schmelze, das einer Analyse während des Prozesses unterzogen werden soll, sowie ein Verfahren zur Erzeugung des Aerosolpulvers.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Durch das chemische Gleichgewicht oder die Elementzusammensetzung eines Materials werden die Merkmale des Mikrogefüges dieses Materials sowie die anschließenden Eigenschaften und die Leistungsfähigkeit bestimmt. Die endgültige Elementzusammensetzung eines Metalls wird im allgemeinen durch Legieren und/oder das Hauptverfahren, durch das das Material erzeugt wird, bestimmt. Daher ist es unbedingt erforderlich, daß die endgültige Elementzusammensetzung von Werkstoffen, wie z. B. Stahl, genau kontrolliert wird, um die Übereinstimmung seiner physikalischen, mechanischen, elektrischen und magnetischen Eigenschaften sowie seine Leistungsfähigkeit im Einsatz zu gewährleisten. Durch die Möglichkeit, die Elementzusammensetzung eines primären, in flüssiger Phase ablaufenden Metallprozesses, wie es die Stahlherstellung ist, während des Prozesses überwachen zu können, sowie auch die anschließenden Legierungsarbeiten, würden die chemische Zusammensetzung, die anschließenden Eigenschaften und die Leistungsfähigkeit des Produktes garantiert.

Gegenwärtig wird die Elementanalyse des flüssigen Metalls oder der Legierung in der metallurgischen Praxis durch die physikalische Entnahme einer flüssigen Probe aus der Schmelze, die schnell verfestigt und entweder durch chemische oder spektrometrische Verfahren analysiert wird, vorgenommen. Wenn die verlangte chemische Zusammensetzung erreicht ist, wird der metallurgische Prozeß beendet und das Metall abgegossen. Ist die verlangte chemische Zusammensetzung noch nicht erreicht, wird das Schmelz- oder Feinungsverfahren weitergeführt und die Durchführung der chemischen Analyse wiederholt. Zum Beispiel reicht die Elementanalyse einer gezogenen Probe bei vielen Schmelzen des Sauerstoffaufblasverfahrens aus, um bestätigen zu können, daß der Stahl den Spezifikationen entsprechend hergestellt wurde. Wenn die chemische Zusammensetzung jedoch nicht entspricht und ein erneutes Blasen erforderlich ist, muß eine weitere gezogene Probe entnommen und analysiert werden. Im Durchschnitt werden 1,5 Proben je Schmelze gezogen, die bis zu 20% der durchschnittlichen, zum Feinen einer Stahlschmelze erforderlichen 60 Minuten-Zykluszeit darstellen. Die bei der Stahlherstellung und anderen metallurgischen Prozessen infolge der jetzigen Elementanalyseverfahren entstehenden Verzögerungs- oder Totzeiten, beeinträchtigen nicht nur die Produktivität und Leistungsfähigkeit des Prozesses, sondern können auch zu irreführenden Ergebnissen führen, weil die chemische Aktivität des Prozesses während der zur Durchführung der Analyse erforderlichen Halteperiode andauert. Durch ein schnelles Elementanalyse-Verfahren während des Prozesses würden die Produktivität, der Energiewirkungsgrad, die Qualität und die Wirtschaftlichkeit vieler metallurgischer und anderer Flüssig-Phasen-Prozesse und Produkte ganz erheblich verbessert.

Bei den meisten bisherigen Versuchen, eine rasche, während des Prozesses durchgeführte Elementanalyse von flüssigen Metallsystemen zu schaffen, wurde von der Anwendung eines Emissions-Spektrometers, bei dem die Daten der Spektralenergie direkt von der Oberfläche des geschmolzenen Metalls entnommen wurden, oder eines Plasma/Ultraviolett-Spektrometers, bei dem vom geschmolzenen Metall erzeugtes Pulver analysiert wird, ausgegangen. Versuche zur Durchführung der spektrometrischen Analyse direkt von der Oberfläche der geschmolzenen Systeme werden in den US-PS'n 3.645.628; 3.659.944; 3.669.546 und 3.672.774 beschrieben. Das der praktischen Anwendung dieser Methode entgegenstehende Hindernis ist das Problem der Nachbarschaft; das heißt, die Haltbarkeit und Funktionalität der Spektrometergeräte kann nicht in unmittelbarer Nähe eines in Betrieb befindlichen Sauerstoffaufblaskonverters und vieler anderer metallurgischer Prozesse aufrechterhalten werden.

Britische Versuche, eine Spektralanalyse zu schaffen, die auf von flüssigem Stahl erzeugten Metallpulvern basiert, sind in der US-PS 3.606.540 zu finden. Das Problem bei dieser Technik ist die Unterbrechung des Partikelstromes durch Verstopfen der Lanze sowie Schwierigkeiten bei der Einstellung des Blasrohres. Durch das Problem der Lanzenverstopfung wird dieses Sondenverfahren auf eine einzige Analyse mit einer Dauer von drei Minuten oder weniger beschränkt. Sobald diese Lanze verstopft ist, muß sie ersetzt werden, wodurch das Verfahren weder kosten- noch zeitgünstig ist. Bei einer Abänderung dieser Technik (US-PS 3.602.595) wird Metallpulver durch die Anlegung eines Lichtbogens an die Oberfläche des flüssigen Metalls

erzeugt. Auch die Spektralanalyse dieser durch Lichtbogen erzeugten Metallpulver hat sich als unzuverlässig erwiesen. Wenn auch umfangreiche Laboratoriumsarbeiten im Vereinigten Königreich und Frankreich in den 60-er und Anfang der 70-er Jahre in Verbindung mit diesen und anderen Techniken durchgeführt wurden, so konnte doch noch keine Technik für die routinemäßige Anwendung in einer Industrieumgebung entwickelt werden.

Darlegung des Wesens der Erfindung:

Die Erfindung betrifft ein Sondengerät zur Erzeugung eines Aerosolpulvers von einer Schmelze. In einer bevorzugten Ausführungsform weist die Erfindung ein Zerstäubungswerkzeug mit einer Bohrung auf, durch die die Schmelze hindurchfließt, damit ein Aerosolpulver erzeugt wird; die Bohrung weist bei diesem Ausführungsbeispiel einen Größenbereich von oder unmittelbar über der Größe auf, die gerade ausreicht, um die kontinuierliche Erzeugung eines solchen Pulvers durch Hindurchfließen der Schmelze und die Analyse eines derartigen Pulvers während des Prozesses zu ermöglichen. Das Werkzeug kann sich in einer für das Eintauchen in die Schmelze geeigneten Hochtemperatursonde befinden, so daß angesammelte Pulveransätze an den Wandungen der Sonde durch Erhitzen der Sonde abgeschmolzen werden können.

Ausführungsbeispiele

Diese und andere Aufgaben und Merkmale der Erfindung werden durch die folgende ausführliche Beschreibung in Verbindung mit der beigefügten Zeichnung besser verständlich werden. In den Zeichnungen stellen dar:

Fig. 1 eine schematische Übersicht der für flüssiges Metall verwendeten Zerstäubungssonde, die zur Erzeugung der feinen Metallaerosolpulver verwendet wird, die einer Plasmaflamme zur Analyse unter Einsatz eines Emissionsspektrometers zugeführt werden. Die Ergebnisse dieser Spektralelementanalyse stellen dann die Daten dar, die für die automatische oder manuelle Rückkopplungsregelung des analysierten Prozesses gebraucht werden;

Fig. 2 eine detaillierte Ansicht einer bevorzugten erfindungsgemäßen Ausführungsform, die den Hauptsondenkörper, Gaszerstäubungswerkzeug und Gaszuführungssystem zeigt;

Fig. 3 eine detaillierte Ansicht einer anderen bevorzugten erfindungsgemäßen Ausführungsform, die die inneren Gaskühlkanäle zeigt, die zur Regelung der Temperatur in Innenwandung der Sonde herangezogen werden;

Fig. 4 eine detaillierte Ansicht einer weiteren bevorzugten erfindungsgemäßen Ausführungsform, die das Gaszerstäubungswerkzeug mit einem Heizelement für die Bohrung zur Ausschaltung von Erstarrung zeigt.

Die bevorzugten erfindungsgemäßen Ausführungsbeispiele werden in Verbindung mit der Analyse geschmolzener Metalle und Legierungen, speziell eisenhaltiger Systeme beschrieben. Die Erfindung ist jedoch auch in gleicher Form für die Analyse jeder Flüssigkeit anwendbar, von der ein feines Aerosol erzeugt werden kann. Dazu zählen zum Beispiel geschmolzene Metalle, Legierungen, Schlacken, elektrolytische Bäder und andere Schmelzen oder Verarbeitungslösungen, die Erfindung ist aber nicht darauf beschränkt. (Unter der hier in der Beschreibung und den Ansprüchen gebrauchten Bezeichnung „Schmelze“ soll jede für die erfindungsgemäße Verarbeitung geeignete Flüssigkeit zu verstehen sein).

In Fig. 1 wird in perspektivischer Ansicht das schnelle mitlaufende Element-Analysiersystem gezeigt, das aus dem Metallzerstäubungs-Sonden-Probenahmegerät 100 und einem Elementanalysesystem besteht, wobei letzteres eine Plasmaflamme 210, ein optisches Emissionsspektrometer 200 und eine Prozeßrückkopplungsregelung 300 umfaßt. Die Sonde ist mit einem gasbetätigten Metallzerstäubungswerkzeug 110, einem Metallaerosolleitungs-/Abgabesystem 120 und einer Sonden-/Aerosolleitungs-Zwischenverbindung 600 versehen. In der gesamten Beschreibung der Vorrichtung sind die Teileziffern gleich, so daß die in einer Figur zur Identifizierung eines Merkmales des Gerätes verwendete Zahl auch das gleiche Merkmal des Gerätes in einer nachfolgenden Figur kennzeichnen wird.

Außerdem dürfte dem Fachmann klar sein, daß die Erfindung für eine Wärmeumgebung gedacht ist, in der starke und abrupte Temperaturveränderungen auftreten werden, so daß der Schutz gegen Wärmestoß die Anwendung von im allgemeinen abgerundeten oder sich verjüngenden Konturen an den Vorrichtungen in bestimmten Bereichen verlangen wird. Wenn auch in den Zeichnungen aus Darstellungsgründen allgemein die Anwendung von rechtwinklig zylindrischen Komponenten, abgeschrägten Winkeln und rechtwinkligen Zylindersenkungen gezeigt wird, so ist doch vorgesehen, daß das Gerät im allgemeinen Konturen aufweisen wird, durch die die Komplikationen infolge Wärmestoß in einer im Fachgebiet bekannten Weise auf ein Mindestmaß beschränkt werden.

Nach Fig. 1 wird Metallaerosolprobe 140 dadurch hergestellt, daß Druckschutzgas 150 wie Argon oder Stickstoff durch das Zerstäubungswerkzeug 110 geleitet wird. Das Schutzgas 150 wird durch den Gaszuleitungskanal 160 an dem Sondenkörper 100 entlang dem Zerstäubungswerkzeug 110 zugeführt. Dieses Hochdruckgas 150 tritt aus dem Zerstäubungswerkzeug 110 mit hoher Geschwindigkeit aus, wodurch flüssiges Metall 400 durch die Zerstäubungswerkzeugbohrung 111 nach oben in die Sonde 100 gesaugt wird. Nach dem Verlassen des Werkzeuges 110 wird das flüssige Metall 400 zerstäubt und rasch durch den mit hoher Geschwindigkeit auftreffenden Gasstrom verfestigt. Das auf diese Weise geschaffene Metallaerosol 140 wird anschließend durch den Sondenkernkanal 120 durch das Strömen von Schutzgas 150 zu dem Aerosolzuführungssystem 125 geleitet. (Unter der in der Beschreibung und den anschließenden Ansprüchen gebrauchten Bezeichnung „Aerosol“ ist eine Dispersion von feinen Teilchen in einem beliebigen geeigneten Gas oder Gasgemisch zu verstehen).

Die Aerosolprobe wird von dem Schutzgas 150 mit Unterstützung durch die Gaspumpe 180 transportiert und zu einem induktiv gekoppelten Plasmabrenner 210 geleitet. Das Plasma erhitzt und erregt die Metallpulver, so daß diese Partikel Atomspektren ausstrahlen, die charakteristisch für die enthaltenen Elemente sind. Die spezifischen Frequenzen der emittierten Spektren identifizieren die Bestandteilelemente, während die Strahlungsintensitäten die Mengen jedes vorhandenen Elementes anzeigen. Da das Metallaerosol 140 gänzlich aus dem zerstäubten, direkt aus dem Bad stammenden flüssigen Metall 400 besteht, entspricht die Elementzusammensetzung des Aerosolpulvers 140 genau der des flüssigen Metallbades 400.

Die Spektralelementanalyse des Aerosolpulvers 140 kann mit einem üblichen Emissionsspektrometer 200 vorgenommen werden, das zur Betrachtung der Emission des Plasmabrenners 210 eingestellt wurde. Ein Standard-Emissionsspektrometer ist normalerweise mit einem eingebauten Computer versehen, der die Datenanalyse ausführt und die Daten wiedergibt. Der Computer kann erweitert oder ergänzt werden, so daß ein Prozeß-Rückkopplungs-Regelungssystem 300 geschaffen wird. Die gewonnenen Ergebnisse der Elementanalyse kann der Prozeßsteuerungscomputer 300 mit den verlangten Elementspezifikationen vergleichen und dann, entweder direkt oder durch einen Bedienungsman, spezifische Maßnahmen einleiten. Diese können im Falle der Stahlherstellung im Sauerstoffaufblaskonverter (BOF) Unterbrechung des Blasens, Entfernen der Sonde und Gießen der Charge, wenn die Analyse den Spezifikationen entspricht, oder Fortsetzung der Erwärmung, Legierungszugabe, Zusetzen von Flußmitteln und Durchführung von Elementanalysen sein, wenn die Analyse und die Spezifikationen nicht übereinstimmen.

Fig. 2 zeigt den Gaszerstäubungsbereich der Sonde 100. Obwohl die Sonde 100 immer in einer vertikalen Stellung mit dem Zerstäubungswerkzeug 110 unten gezeigt wird, kann die Sonde in diesem Ausführungsbeispiel in jeder Position über der Horizontalen wirksam angewandt werden, so lange ihre Spitze in ein Schmelzbad eingetaucht bleibt. (Bei anderen erfindungsgemäßen Ausführungsbeispielen kann sie in umgekehrter Stellung eingesetzt werden). Außerdem kann die Sonde bei jeder Badtiefe oder Position angewandt werden.

Die Sonde zur raschen mitlaufenden Elementanalyse beruht auf dem Prinzip, daß ein feines Metallpulveraerosol 140 erzeugt wird, das für die kontinuierliche Analyse in einem induktiv gekoppelten auf Plasma basierenden Emissionsspektrometer geeignet ist. Das Metallaerosol 140 wird unter Verwendung eines zweiteiligen Gaszerstäubungswerkzeuges 110 erzeugt. Hochdruckschutzgas 150 wird durch eine Leitung 160, die sich vorzugsweise innerhalb des Sondenkörpers 100 befindet, dem Zerstäubungswerkzeug 110 zugeführt. Das Schutzgas 150 füllt den ringförmigen Kern 112 des Zerstäubungswerkzeuges 110 und geht mit hoher Geschwindigkeit durch eine geneigte ringförmige Düse 113, die die Oberseite der Zerstäubungsformbohrung 111 umgibt, in den Kern der Sonde 120. Da das Schutzgas 150 mit hoher Geschwindigkeit über die Oberseite der Zerstäubungsformbohrung 111 strömt, wird der Druck innerhalb des Bohrungskanals 111 verringert, wodurch das Steigen des flüssigen Metalls 400 durch die Bohrung 111 unterstützt wird. Das flüssige Metall 400 wird mit Unterstützung durch den oben auf dem flüssigen Metallbad herrschenden Druck durch die Bohrung 111 gesaugt. Wenn das angesaugte flüssige Metall aus der Bohrung 111 austritt und in den Sondenkern 120 gelangt, wird es durch den aufrallenden Schutzgasstrahl 114, der aus der Zerstäubungsdüse 113 austritt, zerstäubt. Der Neigungswinkel des aufrallenden Gasstromes kann je nach dem betreffenden flüssigen Metall verändert werden, um die Ansaugbewirkung auf dem flüssigen Metall und die anschließende Zerstäubung des flüssigen Metallstromes zu optimieren. Das zerstäubte flüssige Metall 140 wird durch diese hohe Geschwindigkeit, die den Schutzgasstrom 114 ausdehnt, rasch verfestigt. Das Schutzgas strömt an dem Körper der Sonde 120 entlang, hebt und befördert das fein zerstäubte Metallpulver, so daß ein Metallaerosol 140 entsteht, das zu dem induktiv gekoppelten Plasmabrenner 210 zur Elementanalyse geht.

Ein kritisches Problem bei bisherigen Versuchen, bei denen zerstäubte Metallpulver bei kontinuierlichen Elementanalyseverfahren von flüssigen Metallen verwendet wurden, war die Ansammlung von Metall an der Innenseite der Sondenwandung 121, wodurch der Sondenkern 120 innerhalb von wenigen Minuten vollkommen verstopft werden kann. Sobald diese früheren Sonden verstopft waren, mußten sie oft schon nach einer Analysendurchführung weggeworfen werden. Um dieser Metallansammlung an den inneren Sondenwandungen bei bisherigen Ausführungen entgegenzuwirken, wurden von anderen Fachleuten Verfahren mit außergewöhnlich starken zusätzlichen Gasströmen und andere Maßnahmen mit geringen Erfolgen angewandt.

Die Erfindung bietet eine Lösung des Verstopfungsproblems und ist für die Anwendung für zahlreiche aufeinanderfolgende Analyseverfahren ausgelegt. Die jetzige Sonde 100 ist im wesentlichen aus keramischen Werkstoffen herstellt, die den Einsatz von Schutzgas oder die Flüssigkeitskühlung für den Sondenkörper 100 oder das Zerstäubungswerkzeug 110 ausschließen. Dadurch wird jedoch die Ansammlung von Metall an den Innenwandungen der Sonde 121 an sich nicht ausgeschlossen. Aber die Ansammlung von Metall kann während oder zwischen den Analysenverfahren beseitigt werden. Nach Beendigung eines bestimmten Analyseverfahrens wird das Vierwegeventil 130 der Metallaerosolleitung geschlossen (Fig. 1) und mit Hilfe der Schutzgasleitung 160 ein positiver Schutzgasdruck innerhalb der Sonde 120 aufrechterhalten. Bei einer Gasströmung von annähernd Null durch die Sonde 100, nimmt sie rasch die Temperatur des flüssigen Bades, in das sie eingetaucht ist, an. Folglich schmilzt das an den Sondenwandungen 121 angesammelte Metall und sammelt sich am Boden der Sonde 120. Durch den positiven Schutzgasdruck innerhalb der Sonde 120 wird das flüssige Metall aus der Sonde 120 durch die Bohrung 111 herausgedrückt. Bei der BOF-Stahlherstellung könnte dieser Vorgang beispielsweise vor irgendeiner Analyse vorgenommen werden, um die innerhalb der Sonde während der vorhergehenden Probenahme angesammelten Ansätze abzuschmelzen. Speziell die Elementanalyse der Stahlcharge wird erst kurz vor Abschluß des 60-Minuten-Schmelzyklus verlangt. Dadurch steht mehr als genügend Zeit zur Säuberung der Sonde von allerlei Metallrückständen, die von der vorhergehenden Charge zurückgeblieben sind, zur Verfügung, indem die Erwärmungskapazität der neuen Schmelze dafür genutzt wird. Diese Verfahrensweise ist bei den bisher eingesetzten gekühlten Sonden unmöglich, weil die zulässigen Innentemperaturen durch die innere Metallkonstruktion stark begrenzt wurden.

Bisherige Versuche, Gaszerstäubungssonden in Verbindung mit der Spektralanalyse der Elemente einzusetzen, haben gleichfalls nicht zum Erfolg geführt oder waren durch das Metallerstarren innerhalb des Gaszerstäubungswerkzeuges stark eingeschränkt. Bisherige Versuche der Metallerstarrung innerhalb des Zerstäubungswerkzeuges waren auf die Vergrößerung des Innendurchmessers der Bohrung (in der Größenordnung von 6 mm bis 13 mm) gerichtet, wodurch das Volumen des Metallstromes vergrößert wurde. Dieses vergrößerte Volumen des Metallstromes gibt zusätzliche Wärme an das Zerstäubungswerkzeug ab, das gleichzeitig durch den Zerstäubungsgasstrahl gekühlt wird. Ein solcher Metallstrom, der weit größer ist als zur Gewinnung von Proben für die Plasmaspektroskopie erforderlich ist, erhitzt im Effekt das Werkzeug und bewahrt die Bohrung vor Erstarrungen. In der Praxis ist der Innendurchmesser der Werkzeugbohrung wahrscheinlich infolge der Bildung einer verfestigten Metallmanschette innerhalb der Bohrung während des Zerstäubungsvorganges etwas verkleinert. Die Regulierung der Dicke dieser Metallschicht und somit des betriebsmäßigen Bohrungsdurchmessers hat sich als schwierig erwiesen. Durch den größeren Bohrungsdurchmesser sind auch höhere Gasströmungsgeschwindigkeiten erforderlich, und durch die daraus folgenden größeren Mengen erzeugten Metallpulvers wird das Problem der Metallansammlung innerhalb der Sonde noch verstärkt. Die funktionelle Einsetzbarkeit bisheriger Versuchsonden war auf weniger als drei Minuten beschränkt, bevor der Sondenkern verstopft wurde, wodurch ihr Austausch oder ihre Vernichtung erforderlich war.

Wie bereits erläutert, war für die bisherigen Sondenausführungen eine große Zerstäubungswerkzeugbohrung 111 notwendig. Erfindungsgemäß wurde aber festgestellt, daß durch eine kleinere Bohrung 111 nicht nur die Erzeugung eines gleichmäßiger und sehr feinen Metallpulvers 140 möglich ist, sondern auch die Geschwindigkeit der Metallansammlung an der Innenwandung der Sonde 121 infolge der geringeren Metallpulver-Erzeugungsmenge herabgesetzt wird. Mit Hilfe der Erfindung wird der Durchmesser der Werkzeugbohrung 111 auf einem Medium gehalten, er reicht gerade aus, um nur das kontinuierliche Volumen von Metallaerosol, das zur leichteren Emissionsspektroskopie erforderlich ist, zu liefern. Die untere Grenze für den Durchmesser der Bohrung 111 ist der kleinste Durchmesser, durch den das zu analysierende Metall infolge des Knopfdruckes des Schmelzbades und der Ansaugkraft der Zerstäubungsgasstrahles, die gegen die Oberflächenspannung des flüssigen Metalls wirken, fließen wird.

Durch die Minimierung des Stromes von flüssigem Metall auf den für die Elementanalyse notwendigen, wird die Geschwindigkeit der Metallsammlung an der Innenwandung der Sonde 121 reduziert und daher der Zeitraum, in dem die Sonde kontinuierlich oder intermittierend ohne Säuberung oder Austauschen betrieben werden kann, maximiert. Die Zykluszeit des kontinuierlichen Sondereinsatzes je Analysedurchführung kann für ein bestimmtes Metall ebenfalls dadurch verlängert werden, daß das Schlankheitsverhältnis des Sondenkernes 120 zum Durchmesser der Bohrung 111 vergrößert wird, das heißt, daß der Innendurchmesser der Sonde 120 so vergrößert wird, daß der Kern 120 eine längere Zeit zum Verstopfen braucht.

Ein einsatzfähiger erfindungsgemäßer Prototyp weist eine Werkzeugbohrung 111 mit einem Durchmesser von annähernd 0,25 mm auf. Das bedeutet, er ist mehr als eine Größenordnung kleiner als die kleinste, bisher spezifizierte Zerstäubungswerkzeugbohrung. Durch die keramische Ausführung des Zerstäubungswerkzeuges 110 kann es bei der Temperatur des geschmolzenen Bades arbeiten, ohne daß es eine Kühlung erforderlich wäre. Daher bildet sich keine feste Metallmanschette innerhalb der Bohrung 111. In der Praxis können das Zerstäubungswerkzeug 111 und der Sondenkörper 110 entweder aus metallischen oder feuerfesten Werkstoffen hergestellt werden, wobei die jeweilige Wahl durch die Temperatur und die Reaktionsfähigkeit der zu analysierenden Lösung bestimmt wird.

Fig. 3 zeigt ein weiteres Ausführungsbeispiel der Zerstäubungssonde 100. Bei dieser Ausführungsform ist die Zerstäubungssonde mit inneren Gaskühlkanälen 161 bis 166 ausgestattet. Diese Gaskühlvorrichtungen sind nicht als Schutz der Sonde 100 vor den hohen Temperaturen der für die Probenahme vorgesehenen flüssigen Bäder gedacht, wie es bei bisherigen Versuchen zur Entwicklung von Probenahmesonden für Elemente der Fall war. Wie oben erläutert wurde, war es diese Forderung nach Sondenkühlung, die zu dem kritischen Problem von Metallverstopfung innerhalb des Sondenkernes 120 führte. Bei früheren Bemühungen (siehe US-PS 3.606.540) zur Entwicklung von Sonden für Elementanalysen, die auf der Gaszerstäubung von flüssigem Metall basierten, wurde der weitgehenden Ausschaltung von Metallpulverkontakt mit der inneren Sondenwandung und der anschließenden Ansammlung darauf beträchtlichen Aufmerksamkeit gewidmet. Doch trotz dieser Bemühungen traten Sondenausfälle infolge von Metallverstopfung des Sondenkernes innerhalb weniger Minuten auf.

Unter dem Aspekt, daß heißes zerstäubtes Metallpulver die innere Wandung der Sonde 121 berührt und daran haften bleibt, wurden spezifische regulierte Gaskühlmaßnahmen entwickelt, um diese Metallansammlung zu bekämpfen. In dem Ausführungsbeispiel von Fig. 3 dienen die Gaskühlkanäle 161 bis 166 dazu, die Temperatur der Innenwandung der Sonde 121 während des Zerstäubungsvorganges unter der Schmelztemperatur des flüssigen Metalls 400, das analysiert werden soll, zu halten. Bei einigen Metallsystemen kann das Zerstäubungsgas allein zur ausreichenden Kühlung der Innenwandung der Sonde 121 genügen. In jedem Fall wird die Sondenwandung 121 so ausreichend gekühlt, daß heißes oder flüssiges Metallpulver, das diese berührt oder daran haften bleibt, erstarrt. Wenn die Sondenwandung 121 eine höhere Temperatur hat als die Schmelztemperatur des zu analysierenden Metalls beträgt, wird das Metallpulver, das die Sondenwand berührt oder daran haftet, schmelzen und auf den Boden der Sonde zurücklaufen, wo es den in Gang befindlichen Zerstäubungsprozeß stören kann. Durch die Gaskühlvorrichtung soll die Temperatur der inneren Sondenwandung 121 reguliert und damit die Metallsammlung und der Entfernungsvorgang gesteuert werden. Nach Beendigung des Zerstäubungsvorganges wird der Gasstrom durch die Kühlkanäle 161 bis 166 unterbrochen, wodurch die Temperatur der Sonde 100 auf die der Schmelze ansteigen kann. Etwa vorhandene Metallansammlung an der Innenwandung 121 der Sonde schmilzt dann, fließt zum Boden der Sonde und wird mit Hilfe des oben erläuterten Vorganges entfernt.

Die Temperatur der Sondenwandung 121 kann durch ein inneres Sondenthermoelement 190 überwacht werden. Das Kühlgas fließt in Kanälen des bei 161 und 165 gezeigten Typs nach unten und wird durch entsprechende Schlitze oben in dem Zerstäubungswerkzeug 110 in ähnliche zusätzliche, Kanal 166 entsprechende Kanäle (von denen nicht alle gezeigt werden) verteilt, wenn das Gas nach oben und aus der Sonde ausströmt.

Fig. 4 zeigt eine weitere Ausführungsform des Zerstäubungswerkzeuges 110. In diesem Ausführungsbeispiel ist das Gaszerstäubungswerkzeug 110 mit einem Heizelement 115 für die Bohrung ausgestattet, das die herkömmliche Schwierigkeit des Zusetzens der Bohrung beseitigt. Das Heizelement besteht aus einer einfachen Metallwendel 115, die um die mittlere Bohrungsmuffe 116 gewickelt ist. Dieses besonders ausgewählte metallische Heizelement wird durch die Betriebstemperaturbedingungen des zu analysierenden flüssigen Systems bestimmt. Zum Beispiel kann eine Zinnschmelze mit einem Chromnickel-Heizelement erhalten werden, während für ein eisenhaltiges System ein Wolfram- oder Molybdänheizfaden geeignet sein wird. Die durch die Heizwendel 115 erzeugte Wärme dient zur Abschirmung der mittleren Bohrungsmuffe 116 gegenüber der Kühlwirkung des durch die ringförmige Düse 113 des Werkzeuges 110 strömenden Schutzgases. Die Heizwendel 115 kann mit einer Wärmeregulierung verbunden sein, damit nur soviel Wärme erzeugt wird, daß das zu zerstäubende Metall bei seinem Durchgang durch die Bohrung 111 über seiner Schmelztemperatur bleibt, oder um die Geschwindigkeit oder das Ausmaß der Metallsammlung innerhalb der Bohrung 111 zu steuern.

Die in Fig. 1 beschriebene Gaszerstäubungsdüse 100 ist so ausgelegt, daß eine rasche mitlaufende Elementanalyse von geschmolzenem Metall und anderen flüssigen Systemen ermöglicht wird. Da das Metallaerosolpulver genau der elementaren Zusammensetzung der Lösung, aus dem es extrahiert wurde, entspricht, kann es zur Überwachung der Zusammensetzung jedes spezifischen Bestandteilelementes oder des vollen Bereiches der in der Lösung vorhandenen Elemente analysiert werden. Die in Fig. 2 gezeigte Sonde wurde zur Probenahme bei flüssigen Zinnbädern eingesetzt. Die Emissionsanalyse der Sondenprobe wurde mit der eines festen aus der gleichen Zinnschmelze entnommenen Bolzens verglichen. Die Ergebnisse der Mehrfachsonde und die Zinnprobenvergleiche sind innerhalb der normalerweise bei der Atomemissions-Spektralanalyse auftretenden Streuung nicht zu unterscheiden. Zu diesem Vergleich wurden Antimon, Arsen, Bismut, Kupfer, Blei und Eisen in einer Zinnmatrix herangezogen.

Die Sonde ist auch für wiederholte Verwendung in dem gleichen Bad oder in aufeinanderfolgenden Bädern ausgelegt. Vor der Durchführung jeder Analyse müssen die Sondenkern 120 und die Metallaerosolleitung 125 von etwaigem zurückgebliebenem Material befreit werden, das die Analyse verfälschen könnte. Das geschieht, bevor die Sonde 100 in die Schmelze 400 eingeführt wird, Fig. 1. Das Ventil 130 wird in die Auslaßstellung 131 geöffnet. Ein Hochdruckstoß von Schutzgas 150 wird durch die SONDENGASEINLAßLEITUNG 160 und das Zerstäubungswerkzeug 110 in die Sonde 100 geführt. Dieses Gas verläßt das System durch das offene Auslaßventil 131 und in geringerem Maße durch die Bohrung 111. Das Auslaßventil 131 wird anschließend in die geschlossene Stellung gebracht, und der Schutzgasstrom 150 wird so eingestellt, daß ein mäßiger positiver Druck innerhalb der Sonde 100 herrscht. Dieser positive Sondeninnendruck ermöglicht das Eintauchen der Sonde 100 durch die Schlackenschicht 500 und die das flüssige Metall 400, ohne daß irgendwelche Schlacke oder flüssiges Metall in die Sonde eindringen kann. In der Praxis wird durch den positiven Druck innerhalb der Sonde 100 ein positiver Gasstrom aus der Bohrung 111 heraus aufrechterhalten, der dafür sorgt, daß die Sonde 100 bei ihrem Eintauchen leicht sprudelt. Das Eindringen von flüssigem Metall in die Sonde 100 wird dadurch verhindert, daß der innere Gasdruck über dem des metallostatistischen Kopfdruckes gehalten wird. Folglich kann die Sonde an jeder Stelle oder in jeder Tiefe innerhalb des flüssigen Bades angeordnet werden. Während dieses Eintauchvorganges schmilzt alles an der Sondeninnenwandung von einer vorhergehenden Analyse zurückgebliebenes Metall ab und wird wie oben erläutert aus der Sonde ausgestoßen. Alternativ können Metallablagerungen durch die Zuführung von Wärme an die Sonde von einer anderen Quelle als der Schmelze entfernt werden.

Der Gaszerstäubungsprozeß von flüssigem Metall wird eingeleitet, indem das Ventil 130 in die geöffnete Stellung gebracht wird, wodurch die Metallaerosolleitung direkt mit der Gaspumpe 180 verbunden wird und gleichzeitig der Schutzgasdruck und die Strömungsgeschwindigkeit auf den entsprechenden Wert erhöht werden, der zur Aufrechterhaltung der kontinuierlichen Zerstäubung des flüssigen Metalls erforderlich ist. Das flüssige Metall 400 wird nach oben durch die Werkzeugbohrung 111 gesaugt und nach Verlassen des Werkzeuges durch den auftretenden Gasstrahl 114 zerstäubt. Das Metallpulver wird durch den Schutzgasstrom nach oben getragen und durch die Metallaerosolleitung 120 zur Plasmaflamme 210 geführt, an der die Spektralemission erzeugt wird. Dieses Emissionsspektrum wird mit Hilfe des Emissionsspektrometers 200 und des Prozeßsteuercomputers 300 analysiert, um die Elementzusammensetzung der Aerosolprobe 140 zu bestimmen. Diese Analyse kann in Sekunden vorgenommen werden.

Der Prozeßsteuercomputer reagiert vorzugsweise auf die Analysenergebnisse und die Thermoelementanzeige 190 und führt die notwendigen Prozeßeinstellungen aus. Obwohl die Analysenergebnisse innerhalb von Sekunden zur Verfügung stehen können, kann es in vielen Fällen wünschenswert sein, die Elementzusammensetzung des Bades kontinuierlich oder intermittierend mehrere Minuten lang zu überwachen. Wenn die Analyse der gemessenen Elemente mit der für den Prozeß spezifizierten übereinstimmt, werden die Sondenanalyse und der metallurgische Prozeß abgebrochen. Der Gaszerstäubungsprozeß wird einfach durch Schließen von Ventil 130 und die gleichzeitige Verminderung der Schutzgasströmungsrate 150 beendet. Die Sonde 100 wird aus dem Bad 400 herausgezogen und wie oben beschrieben von etwaigen daran haftenden Stoffen gesäubert. Die Sonde 100 ist für mehrmaligen Gebrauch ausgelegt; das heißt, daß mit ihr mehrere Analysen ausgeführt werden können, bevor sie ausgetauscht werden muß. Bei den Stahlherstellungsverfahren kann eine einzelne Sonde aufeinanderfolgende Analysen liefern, die für eine Mindestzeit einer 8-Stunden-Schicht genügen. Die Einsatzbarkeit der Sonde wird natürlich von der Temperatur und der Reaktionsfähigkeit der Badumgebung, in der sie verwendet wird, abhängen. Es braucht nur das wirksame Ende der Sonde 100 ersetzt zu werden. Das SONDENSYSTEM ist so ausgelegt, daß ein schneller und zweckmäßiger Austausch der Sondenspitze 100 mit Hilfe der Zwischenverbindung 600 zwischen Sonde und Metallaerosolleitung vorgenommen werden kann. Bei der Zwischenverbindung 600 können die üblichen Gasleitungs- und elektrischen Anschlüsse verwendet werden, wobei besonderes Augenmerk auf eine leichte Kopplung zu legen ist, um den erforderlichen Aufwand beim Austausch auf einem Mindestmaß zu halten. Es wird deutlich geworden sein, daß die Verwendung der Sonde durch die Erfindung sogar ohne ihre Entfernung aus der Schmelze möglich ist, um die Metallsammlungen in ihrem Inneren zu beseitigen, weil das Ventil 130 zum Säubern des Systems bei eingetauchter Sonde verwendet werden kann.

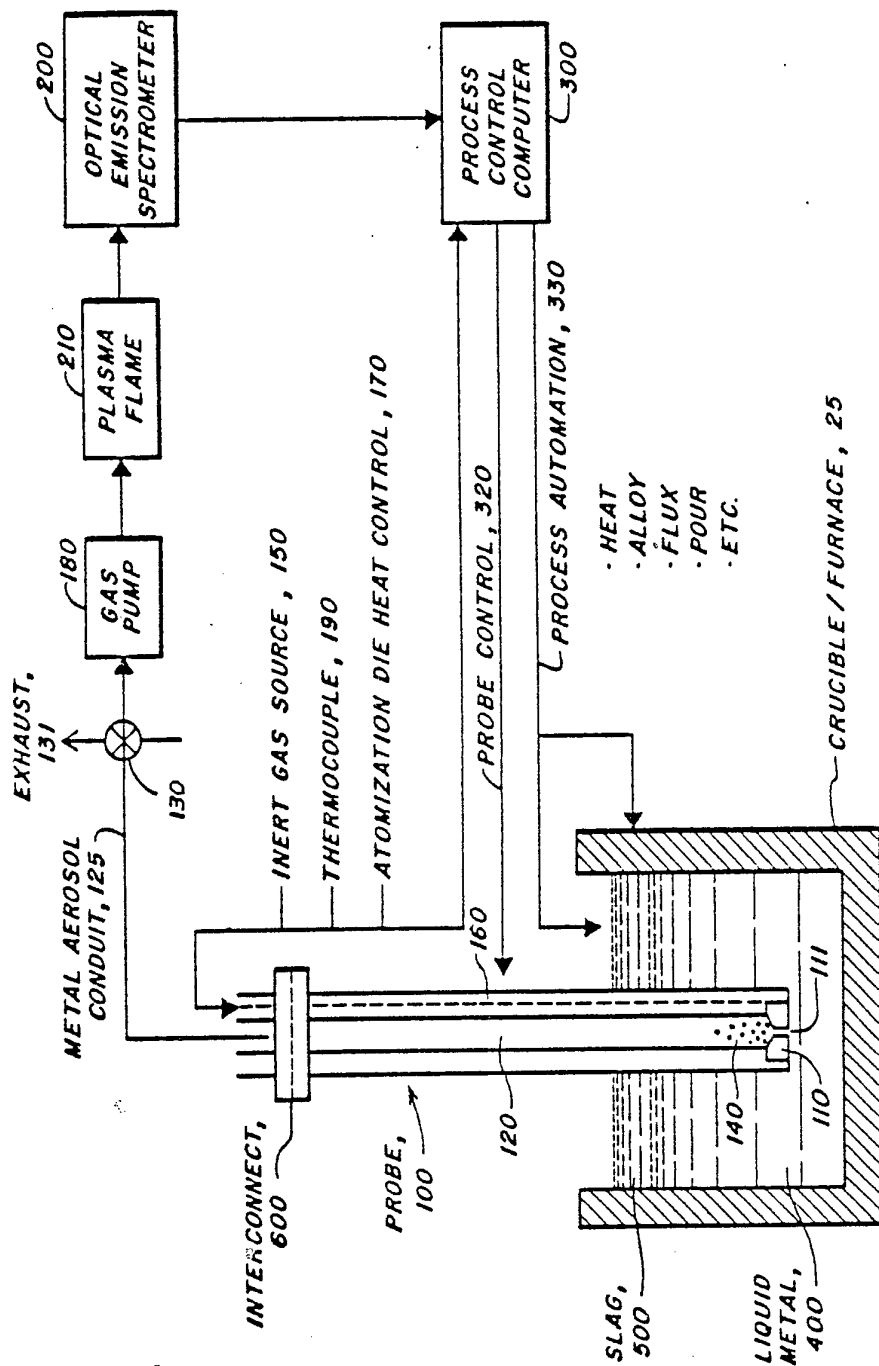


FIG. 1

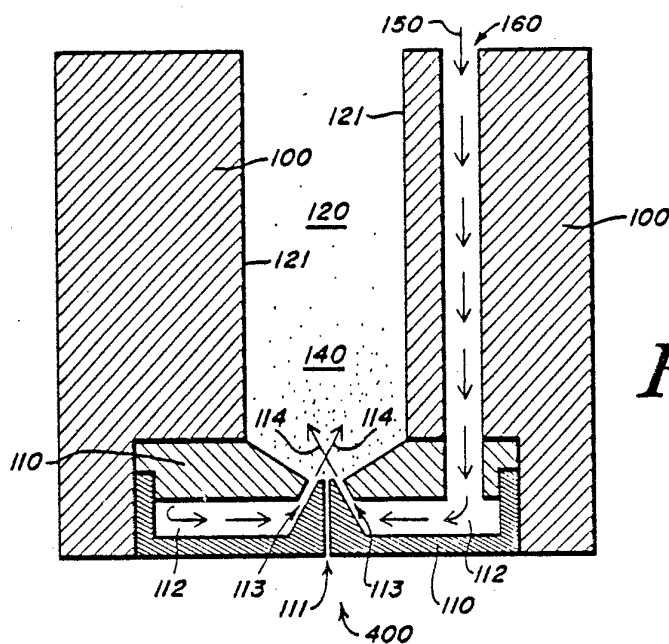


FIG. 2

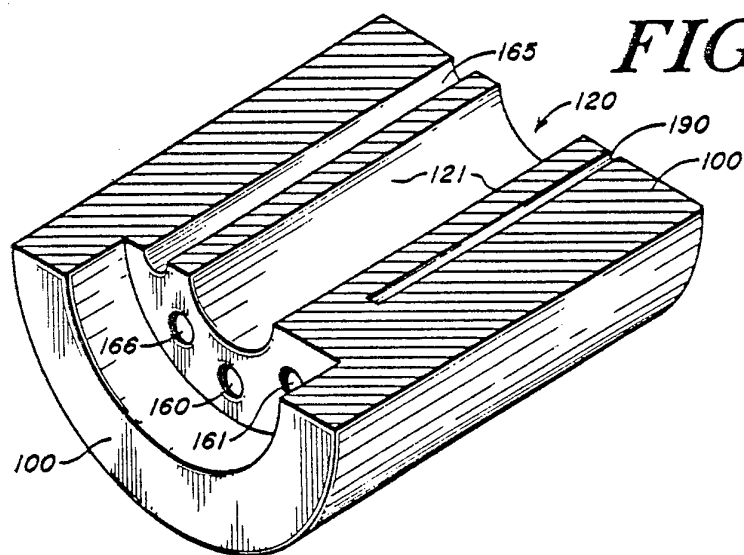


FIG. 3

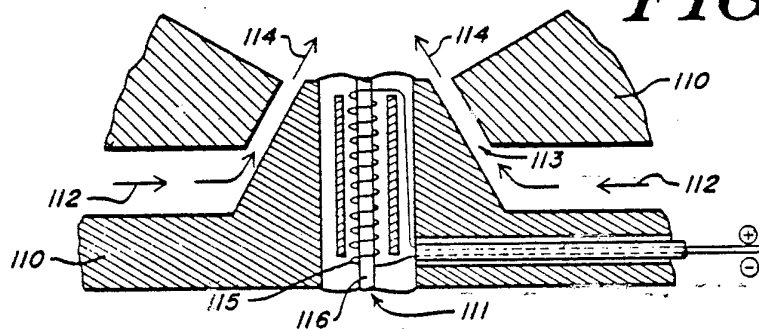


FIG. 4