



AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP G 01 N / 279 663 6	(22)	14.08.85	(44)	22.10.86
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71)	Akademie der Wissenschaften der DDR, 1080 Berlin, Otto-Nuschke-Straße 22/23, DD
(72)	Thümmel, Hans-Wolf, Dr. sc. nat. Dipl.-Phys., DD

(54)	Verfahren zur Gehaltsbestimmung mittels Gammastrahlenrückstreuung
------	---

(57) Die Erfindung löst die Aufgabe, das Verfahren zur Gehaltsbestimmung einer Stoffkomponente in einem Zweistoffsystem mit schwankender Schichtdicke mittels Gammastrahlenrückstreuung auch auf Schichtdicken unterhalb der Sättigungsrückstreudicke anwendbar zu machen. Das wird erreicht, indem sowohl die Energielage eines Peaks im Rückstreupektrum als auch die Intensität dieses Peaks bestimmt werden und daraus der Gehalt der Komponente berechnet wird. Die Erfindung eignet sich besonders für die Aschegehaltsbestimmung von Kohle auf Transportbändern.

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur Gehaltsbestimmung einer Stoffkomponente in einem Zweistoffsystem mit schwankender Schichtdicke nach dem Prinzip der Gammastrahlenrückstreuung an nichtsättigungsdicken Schichten, **dadurch gekennzeichnet**, daß sowohl die Energielage E_s eines Peaks im Rückstreupektrum als auch die Intensität I_s dieses Peaks bestimmt werden und durch Auswertung eines quadratischen Ansatzes der Form
$$c_A = A \cdot I_s^2 + B \cdot E_s^2 + C \cdot I_s \cdot E_s + D \cdot I_s + E \cdot E_s + F$$
 die Konzentration der Stoffkomponente c_A ermittelt wird, wobei die Konstanten A bis F durch Kalibriermessungen an Proben bekannter Dicke und bekannter Zusammensetzung einmalig für die eingestellte Meßgeometrie bestimmt werden.
2. Verfahren nach Punkt 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß Quantenstrahlung im Energiebereich von 15 keV bis 1,4 MeV eingesetzt wird.
3. Verfahren nach Punkt 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Bestimmung von E_s und I_s mit zwei Einkanalanalysatoren erfolgt, deren Kanäle auf die nieder- bzw. hochenergetische Flanke des Rückstreupeaks eingestellt sind.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gehaltsbestimmung einer Stoffkomponente in einem Zweistoffsystem mit schwankender Schichtdicke nach dem Prinzip der Gammastrahlenrückstreuung, wenn die Schichtdicke außerdem kleiner als die Sättigungsrückstreudicke ist. Das Verfahren eignet sich besonders zur Aschegehaltsbestimmung von Kohle auf Transportbändern.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Verfahren zur radiometrischen Gehaltsbestimmung an Schüttgütern auf Transportbändern sind bekannt und werden nach unterschiedlichen Methoden durchgeführt (z. B. A. M. Oniscenko, P. J. Grabow Koks i Chimija 1979, Heft 10, S. 7; C. C. Clayton Nucl. Techniques and Mineral Resources, IAEA 1977, S. 85; S. Koch Handbuch der Betriebsmeßtechnik [Ed. J. Stanek] Akad. Verlagsges. Geest. u. Portig 1969, Bd. 5 [Ed. W. Hartmann] S. 541).

Die meisten von ihnen haben jedoch den Nachteil, daß die mit ihnen erzielten Meßergebnisse zu ungenau sind. Das liegt besonders daran, daß die durch wechselnde Schütthöhe und Materialbeschaffenheit (z. B. Körnigkeit) bedingten Einflüsse bei den Messungen nicht oder nur ungenügend berücksichtigt werden.

Bei Verfahren auf der Basis der Quantenstrahlungs-Rückstreuung kann der Einfluß der Schichtdicke des Schüttgutes eliminiert werden, wenn man ständig bei einer Schichtdicke arbeitet, die oberhalb der Sättigungsrückstreudicke liegt. Dafür sind aber technisch relativ aufwendige Meßgutdarbietungseinrichtungen erforderlich, die meist nur unter Nebenstrombedingungen realisierbar sind und die die Verfahren komplizieren.

Bekannt sind Verfahren, bei denen zur Messung und Eliminierung der Schichtdicke zusätzlich eine weitere Rückstreu- oder Transmissionsmeßstrecke eingesetzt wird (z. B. DD-WP 217 029).

Es sind auch Verfahren bekannt, die mit einer Strahlungsquelle, die ein einheitliches Energiespektrum besitzt, und einem Strahlungsdetektor in Rückstreuengeometrie arbeiten, wobei das Rückstreupektrum in verschiedenen Energiebereichen, die unterschiedliche Informationen über die Eigenschaften des Meßgutes liefern, mittels mehrerer Einkanalanalysatoren ausgewertet wird. So benutzen L. P. Starcik u. a. (Ugol' 1981, Nr. 5, S. 58) eine Primärenergie von 660 keV und werten das Rückstreupektrum in den Energiebereichen von 30 bis 40 keV hinsichtlich Eisengehalt, von 60 bis 80 keV hinsichtlich Aschegehalt und von 120 bis 300 keV hinsichtlich Dichte aus, so daß der berechnete Aschegehalt auf Eisengehalt- und Dichteschwankungen korrigiert ist. Die erforderliche Mindestdicke des Stoffstromes muß bei diesen Messungen etwa 30 cm betragen.

Ähnlich arbeitet das Verfahren nach Watt und Gravitis (AU 3079-80; DE-05 3114668), bei dem eine Strahlungsquelle, die jedoch mindestens zwei Gammaenergien emittiert, und ein Detektor eingesetzt werden. Das Rückstreupektrum wird bei zwei Energien ausgewertet, die so gewählt werden, daß ein erheblicher Unterschied in der Absorption der Strahlung (pro Gewichtseinheit) durch die Kohle bzw. das mineralische Material mit und ohne Eisen besteht. So wird z. B. Gd-153 eingesetzt, das Gammastrahlung bei 97 und 103 keV und Röntgen-K-Strahlung des Europiums bei 41 und 47 keV emittiert. Die Auswertung des Rückstreupektrums erfolgt zwischen 81 und 107 keV und zwischen 27 und 44 keV. Zur Eliminierung des Dickeneinflusses wird die Anwendung eines weiteren unabhängigen Verfahrens vorgeschlagen.

Die Auswertung des Rückstreupektrums der Co-60-Gammastrahlung ($E_0 = 1,25$ MeV) in drei Energiebereichen (70–130 keV), 300–500 keV, 700–900 keV) zur Erfassung der Eisengehalts-, Dichte- und Bohrlochdurchmessereinflüsse wurde bereits von Charbucinski u. a. zur Eisengehaltsbestimmung bei Eisenerzkundungen beschrieben (Proc. Austral. Inst. Min. Metall, Nr. 262, P. 29, 1977). Dabei ist jedoch zu beachten, daß bei den Messungen im Bohrloch stets Sättigungsrückstreudicke garantiert ist. Es gibt auch Verfahren, die auf der Erkenntnis basieren, daß die Energielage des Schwerpunktes des Streupeaks im Gamma-Rückstreupektrum bei Messungen mit Ba-133-Gamma-Strahlung (z. B. A. M. Oniscenko, Koks i Chimija 1979, Heft 10, S. 7; Nucl. Instr. Methods **193** [1982], 269) von der Zusammensetzung des Meßgutes abhängt. Da die Peaklage aber auch von der Schichtdicke beeinflusst wird, sind diese Verfahren bei Schüttguthöhen unterhalb der Sättigungsrückstreudicke nicht ohne weiteres einsetzbar.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung ist eine schichtdickenunabhängige Gehaltsbestimmung einer Stoffkomponente in einem Zweistoffsystem unter Anwendung der Rückstreuung von Gammastrahlung an nichtsättigungsdicken Schichten.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren anzugeben, das auch im Falle von schwankenden Schichtdicken, die außerdem unterhalb der Sättigungsrückstreuendicke liegen, ein schichtdickenkorrigiertes Signal hoher Genauigkeit für den Gehalt einer Komponente in einem Zweistoffsystem liefert.

Das erfindungsgemäße Verfahren besteht darin, daß das Rückstreupektrum spektrometrisch gemessen und sowohl die Energielage E_s eines Rückstreupeaks als auch die Intensität I_s dieses Peaks bestimmt werden und durch Auswertung eines quadratischen Ansatzes der Form

$$c_A = A \cdot I_s^2 + B \cdot E_s^2 + C \cdot I_s \cdot E_s + D \cdot I_s + E \cdot E_s + F$$

die zum Zeitpunkt der Messung vorliegende Konzentration c_A einer Stoffkomponente berechnet wird. Die Konstanten A bis F der obigen Gleichung werden durch Kalibriermessungen an Proben bekannter Dicke und Zusammensetzung einmalig für eine eingestellte Meßgeometrie bestimmt. Die so erhaltenen Werte für c_A sind unabhängig von der Schichtdicke.

Das erfindungsgemäße Verfahren beruht auf der Erkenntnis, daß beide Meßgrößen, also die Energielage E_s des Rückstreupeaks und seine Intensität I_s , unterschiedliche Information über Schichtdicke und Zusammensetzung der Probe enthalten.

Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich besonders zur kontinuierlichen Bestimmung des Aschegehalts von Kohle, die auf Transportbändern befördert wird. Es kann mit Gammastrahlenquellen eines breiten Energiebereichs, bevorzugt zwischen 15 keV und 1,4 MeV betrieben werden. Voraussetzung für seine Anwendung ist die deutliche Ausbildung eines Maximums des Rückstreupeaks. Für Messungen am Transportband eignet sich besonders Ba-133.

Die radiometrischen Meßstrecken sind in bekannter Weise aufgebaut und bestehen aus Strahlungsquelle, Strahlungsdetektor, Verstärker, Vielkanalanalysator, Zähler, Auswerte- und Ausgabeeinheit. Zur Detektion der Rückstreustrahlung werden z. B. Szintillations- oder Halbleiterdetektoren eingesetzt.

Die Abstände der Strahlungsquelle vom Detektor sowie der Quelle und des Detektors von der Meßprobe sind relativ unkritisch, sie liegen jedoch bevorzugt im Bereich von 10–20 cm. Die Rückstreugeometrie ist so zu gestalten, daß die Zählrate weitgehend dichteunabhängig ist, da hinsichtlich Dichte und Dicke keine mathematische Symmetrie besteht und die Meßgenauigkeit bei größeren Dichteschwankungen herabgesetzt würde.

Bei Messungen an bewegtem Meßgut, z. B. Schüttgut auf einem Transportband, bei dem (in der Regel) während einer Meßperiode eine häufige Änderung der Schichtdicke auftreten kann, wird die Meßperiode in eine Vielzahl von Elementarmeßzeiten zerlegt und am Ende der Meßperiode ein Mittelwert angezeigt, der dem zu diesem Zeitpunkt vorliegenden Gehalt der Komponente entspricht.

Um Verfälschungen der Peaklage durch elektronische Drifts auszuschließen, wird in vielen Fällen eine Impulsgrößenstabilisierung nach bekannten Verfahren in der Form durchgeführt, daß entweder eine außerhalb des Meßbereiches liegende zweite Energie eingestrahlt oder alternierend mit der gleichen Energie gemessen wird.

Ein spezieller Anwendungsfall des erfindungsgemäßen Verfahrens, der einen geringeren apparativen Aufwand erfordert, stellt der Einsatz von zwei Einkanalanalysatoren statt eines Vielkanalanalysators dar. Energielage und Intensität des Rückstreupeaks werden mit Hilfe dieser Analysatoren, deren Fenster auf die nieder- bzw. hochenergetische Flanke des Peaks eingestellt sind, ermittelt. In diesem Falle liefern die Differenz bzw. die Summe der Zählraten der beiden Kanäle die erforderlichen Informationen über Lage und Intensität des Rückstreupeaks. Auch hier erfolgt die Verknüpfung dieser beiden Signale (vorteilhafterweise mit einer entsprechenden Auswerteeinheit, z. B. einem Mikrorechner) über eine Kalibrierfläche zweiter Ordnung, deren Konstanten wiederum durch Messungen an Proben bekannter Dicke und Zusammensetzung einmalig bestimmt werden. Das Ergebnis, der Gehalt c_A einer Komponente, ist praktisch dichteunabhängig. Die Empfindlichkeit gegenüber Konzentrationsänderungen ist nur geringfügig herabgesetzt.

Für die Einstellung der beiden Kanäle wird folgendes vorgeschlagen: die obere Energieschwelle des auf die niederenergetische Flanke des Rückstreupeaks eingestellten Kanals soll etwas niedriger als die kleinste auftretende Lage des Maximums des Rückstreupeaks, die für den kleinsten Gehalt und die größte Schichtdicke (Sättigungsrückstreuendicke) erreicht wird, liegen; die dazugehörige untere Energie wird — zur Erzielung einer großen Kanalbreite — unter Berücksichtigung von Untergrundintensität, Peakbreite und Peakform so gewählt, daß sie möglichst weit entfernt von der oberen liegt. Für den auf die hochenergetische Flanke des Rückstreupeaks eingestellten Kanal gilt, daß die untere Energieschwelle etwas höher als die größte auftretende Lage dieses Peaks (höchster Gehalt der Komponente c_A und geringste auftretende Schichtdicke) liegt. Die dazugehörige obere Energieschwelle wird so eingestellt, daß die Kanalbreite etwa der des anderen Kanals entspricht.

Bei stark asymmetrischen Peaks sind gewisse Unterschiede in den Kanalbreiten notwendig, um bei mittleren Gehalten in mittleren Schichtdicken in etwa gleiche Zählraten in beiden Kanälen zu erhalten.

Ausführungsbeispiel

Mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens soll der Aschegehalt von Braunkohle auf einem Transportband bestimmt werden. Aufgrund der Beladetechnologie ist die Schichtdicke der Kohle auf dem Band ständig Schwankungen unterworfen.

Zur Durchführung des Verfahrens wurden unter dem Transportband eine Gammastrahlungsquelle (Ba-133) in einem Kollimator und ein Szintillationsdetektor installiert. Der Detektor ist durch eine Abschirmung vor der direkten Strahlung der Quelle geschützt. Der Abstand zwischen Quelle und Detektor beträgt 15 cm. Der Detektor ist mit einem Verstärker, zwei Einkanalanalysatoren, zwei Zählern und einem Mikrorechner verbunden.

Vom Detektor werden die durch die Kohleschicht rückgestreuten Gammaquanten registriert und über den Verstärker den beiden Analysatoren zugeführt. Die obere Diskriminatorschwelle D_2 des Analysators, der die niederenergetische Flanke des Rückstreupeaks erfaßt, ist auf die Energie $E_2 = 45$ keV, die untere Diskriminatorschwelle D_1 dieses Analysators auf die Energie $E_1 = 20$ keV eingestellt. Die Kanalbreite beträgt somit 25 keV. Der zweite Analysator hat ebenfalls eine Kanalbreite von 25 keV, die durch die Energien $E_3 = 75$ keV und $E_4 = 100$ keV begrenzt wird. Die den Analysatoren nachgeschalteten Zähler erfassen die jeweiligen Zählraten z_1 und z_2 in diesen beiden Kanälen und geben sie an den Mikrorechner weiter. Dieser bildet zunächst das Differenzsignal $z_2 - z_1$ und das Summensignal $z_1 + z_2$ und berechnet dann über eine Eichfläche zweiter Ordnung den Aschegehalt c_A der Kohle:

$$c_A = A (z_2 - z_1)^2 + B(z_1 + z_2)^2 + C(z_2 - z_1) (z_1 + z_2) + D(z_2 - z_1) + E(z_1 + z_2) + F$$

Die Parameter der Eichfläche, die Konstanten A bis F werden einmalig an Proben mit unterschiedlichen, aber bekannten Aschegehalt und unterschiedlichen, aber ebenfalls bekannten Schichtdicken vorher bestimmt (bei diesen Messungen steht das Transportband) und in den Mikrorechner eingegeben.
