Einsatz der Glimmlampenspektrometrie für die Betriebsanalytik an Beschichtungsanlagen

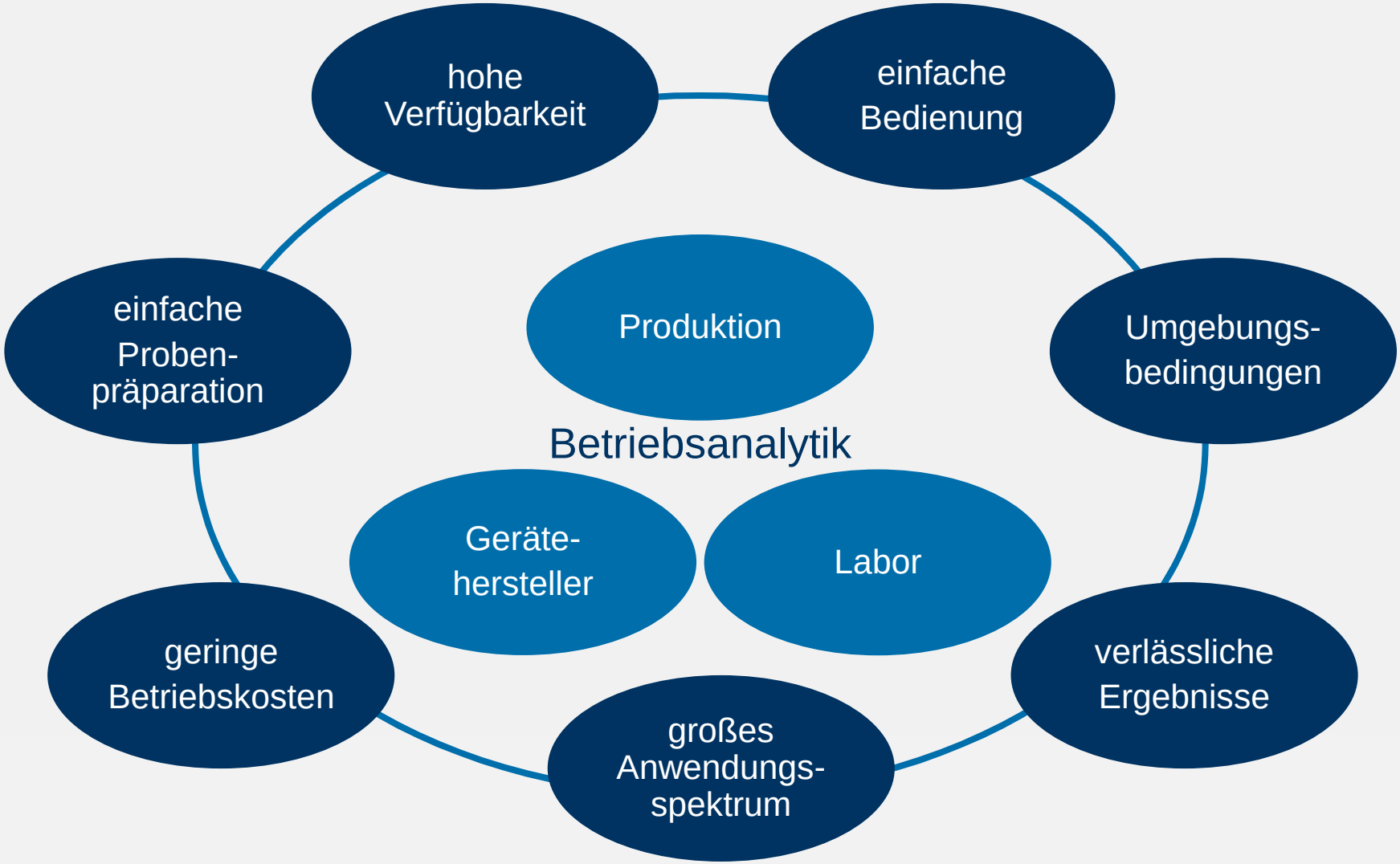
Thomas Brixius, Marcel Gosens, Juan Müller, Michael Stang, Nicole Weiher
ThyssenKrupp Steel Europe AG
GD-OES-Anwendertreffen
Dresden, 23./24.11.2011

ThyssenKrupp Steel Europe

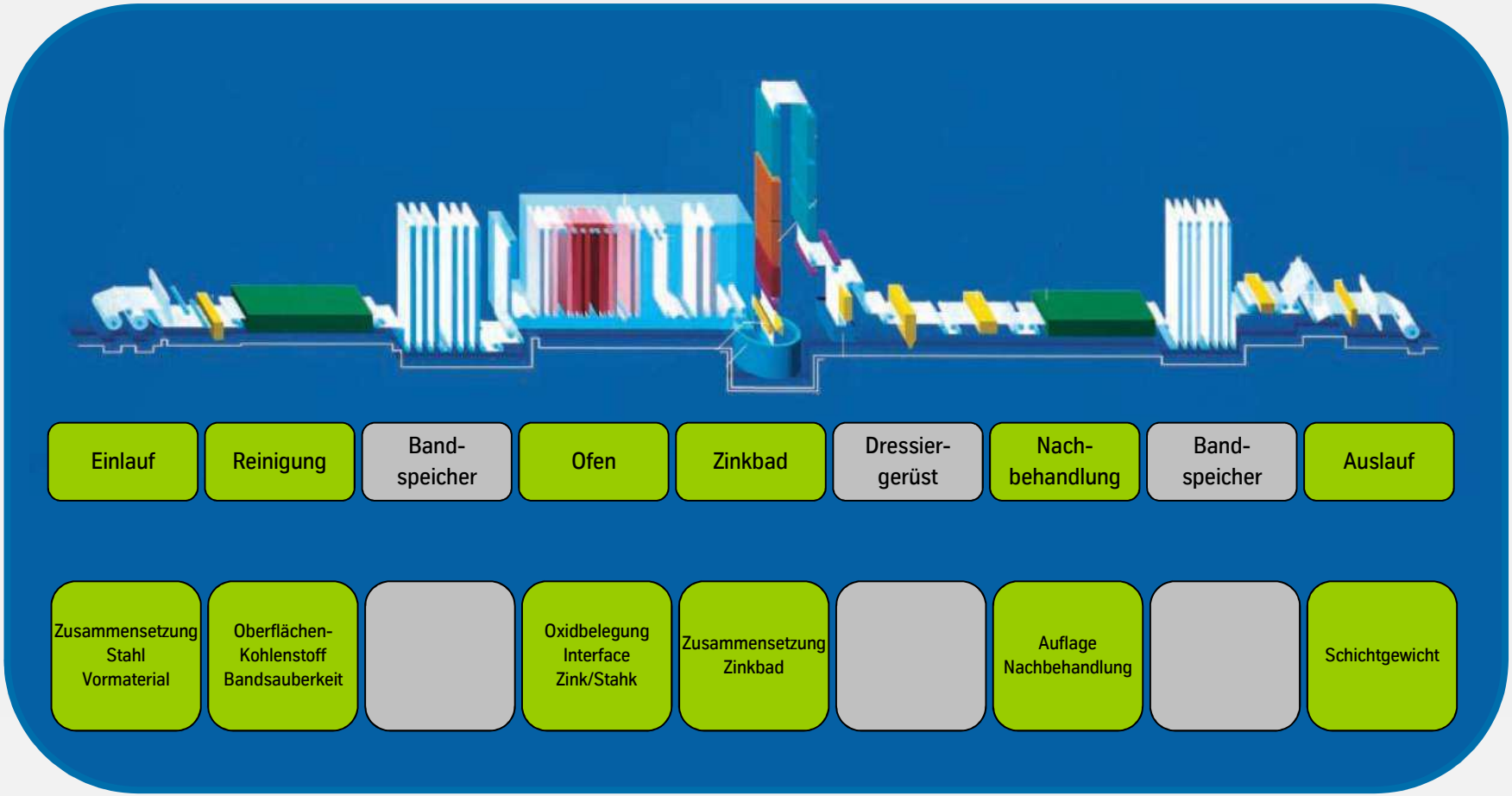
Agenda

- Anforderungen an die Analytik in Schmelztauchveredelungsanlagen
- Analytik und Spektrometer in der Stahlindustrie
- Anpassungen der GD-OES für den Betriebseinsatz
- Ergebnisse von Stück- und Schichtanalytik
- Wartung und Verfügbarkeit
- Zusammenfassung

Anforderungen an die Betriebsanalytik

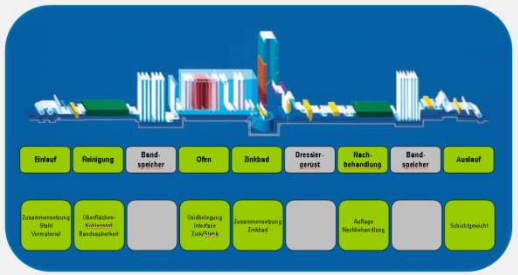


Analytik in Schmelztauchveredelungsanlagen



© Grafics by Stahlinformationszentrum

Zusammenfassung der Anforderungen



- Robuste Methode
- Ein Analysengerät für alle Applikationen
- **Computergestützte Anwendung**
- **Hoher Automatisierungsgrad**

Analytische Methoden

Methode	Analyse Stahl	Oberflächen kohlenstoff	Oxid-Belegung Interface	Analyse Zinkbad	Auflage Nach-behandlung	Schicht-gewicht
Funkenemissionsspektrometrie	✓			✓		
RFA Spektrometrie					✓	✓
Nasschemische Analyse (AAS, ICP)	✓			✓	✓	✓
Glimmentladungsspektrometrie	✓	✓	✓	✓	✓	✓

Automatisierung

Stahlwerk
hohe Dynamik

Entschwefelung	Konverter	Argonspüle	Strangguss
chemische Zusammensetzung	chemische Zusammensetzung	chemische Zusammensetzung	chemische Zusammensetzung

Probenahme	Transport	Präparation	Analyse

manuelle Arbeitsweise

Probenahme	Transport	Präparation	Analyse

automatisierte Arbeitsweise

Einsparung von Personalkosten

Schmelztauchveredelung
geringere Dynamik

Einlauf	Zinkbad	Nachbehandlung	Auslauf
chemische Zusammensetzung	chemische Zusammensetzung	Schichtgewicht	technologische Werte

Probenahme	Transport	Präparation	Analyse

manuelle Arbeitsweise

Probenahme	Transport	Präparation	Analyse

automatisierte Arbeitsweise

keine Einsparung von Personalkosten

Anpassungen für die Betriebsanalytik

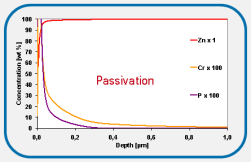
Anwendungsprogramm

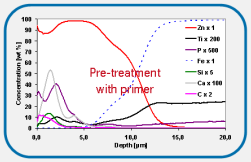
Geräteanpassungen

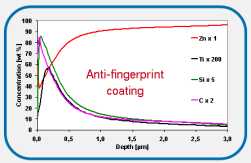
Comparison of RF-source conditions for zinc

Sample	Plasma power (4mm anode)	Aluminium		Iron	
		Average (n=10) wt %	Standard deviation wt %	Average (n=10) wt %	Standard deviation wt %
Zn-Check-Std 1	18 W RF (600 V RMS)	0,205	0,0040	0,049	0,0019
Zn-Check-Std 1	14 W RF (700 V RMS)	0,207	0,0041	0,047	0,0019
Zn-Check-Std 1	14 W DC (700 V, 20 mA)	0,208	0,0039	0,049	0,0019

optimierte Anregungsparameter







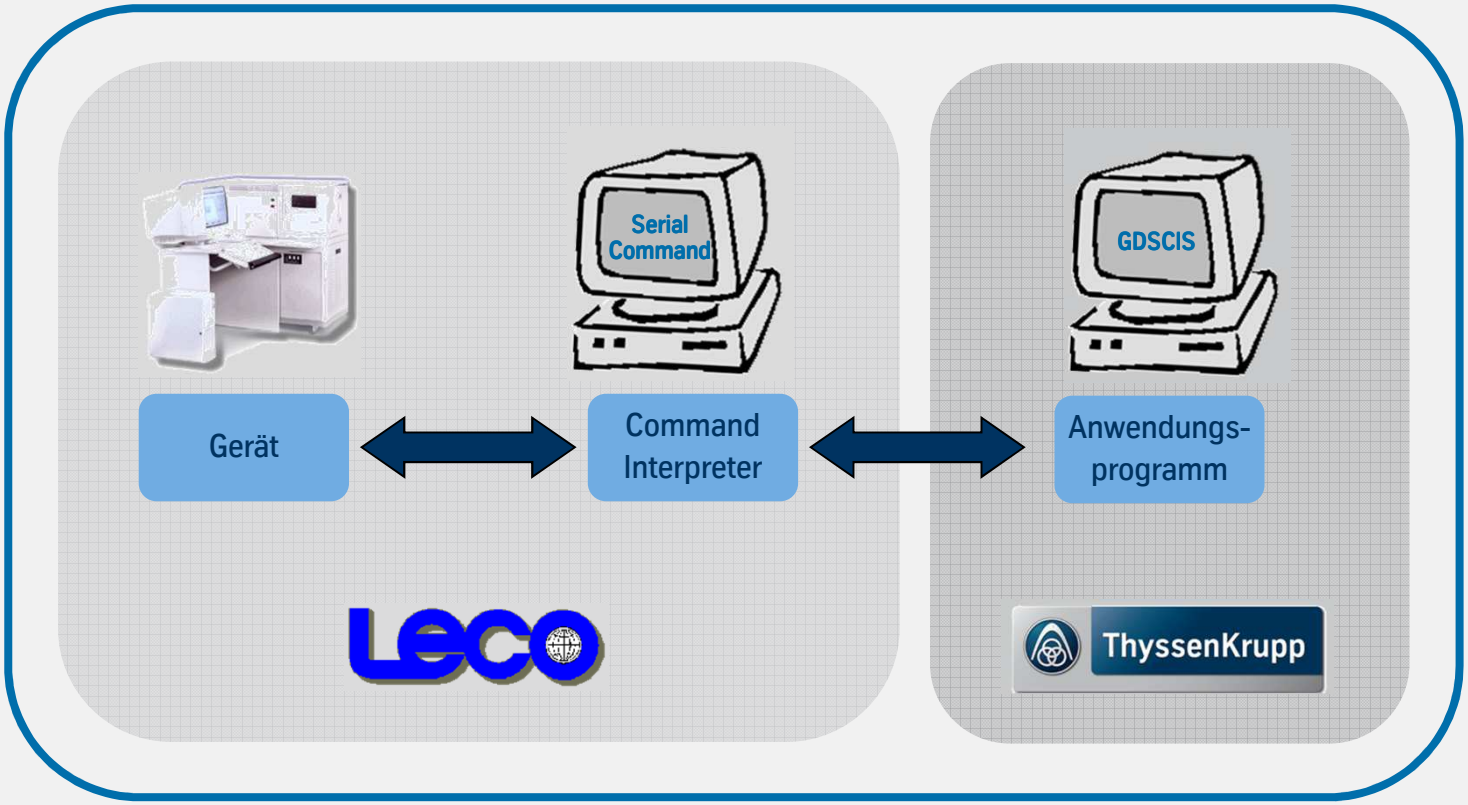
Verification

Treamtment	Results wet chemical analysis	Results GDOS
Passivation	28,7 mg Cr / m²	28,5 mg Cr / m²
Pre-treatment	9,5 mg Ti / m²	9,6 mg Ti / m²
Anti-fingerprint	12,4 mg Ti / m²	12,1 mg Ti / m²

Comparison of wet chemical results and GDOS results

erweiterte Kalibrierungen

Anwendungssoftware „GDSCIS“



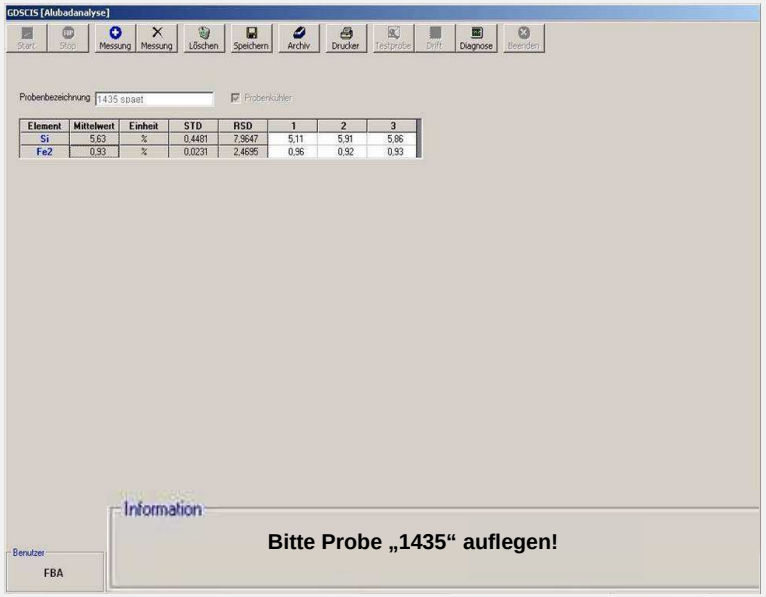
Glow Discharge Spectrometer Command Interface System

Anwendungssoftware „GDSCIS“

- ✓ nutzerabhängiger Zugriff
- ✓ Benutzerführung „Schritt für Schritt“
- ✓ kontextsensitive Onlinehilfe
- ✓ ständige Gerätediagnostik
- ✓ Plausibilitätsprüfung der Ergebnisse
- ✓ Dokumentation von Ergebnis und Status
- ✓ Übermittlung von Ergebnis und Status

Glow Discharge Spectrometer Command Interface System

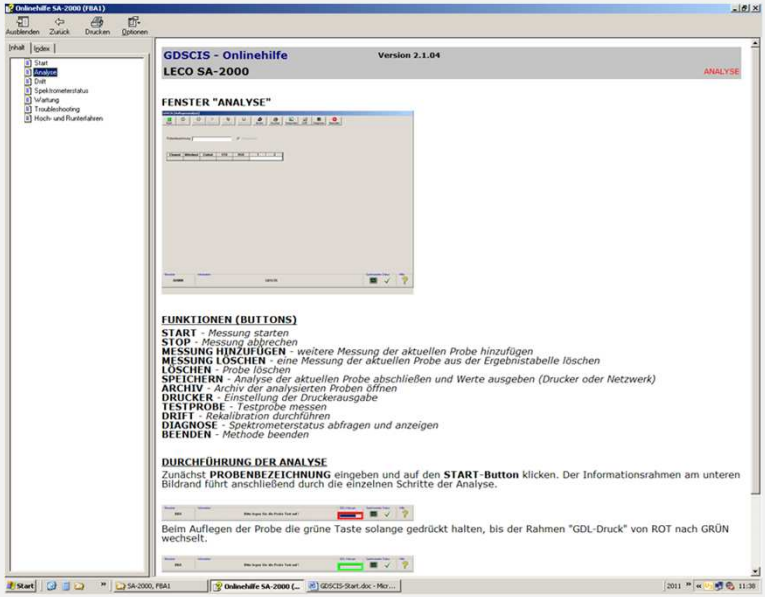
Anwendungssoftware „GDSCIS“



- ✓ nutzerabhängiger Zugriff
- ✓ Benutzerführung „Schritt für Schritt“
- ✓ kontextsensitive Onlinehilfe
- ✓ ständige Gerätediagnostik
- ✓ Plausibilitätsprüfung der Ergebnisse
- ✓ Dokumentation von Ergebnis und Status
- ✓ Übermittlung von Ergebnis und Status

Glow Discharge Spectrometer Command Interface System

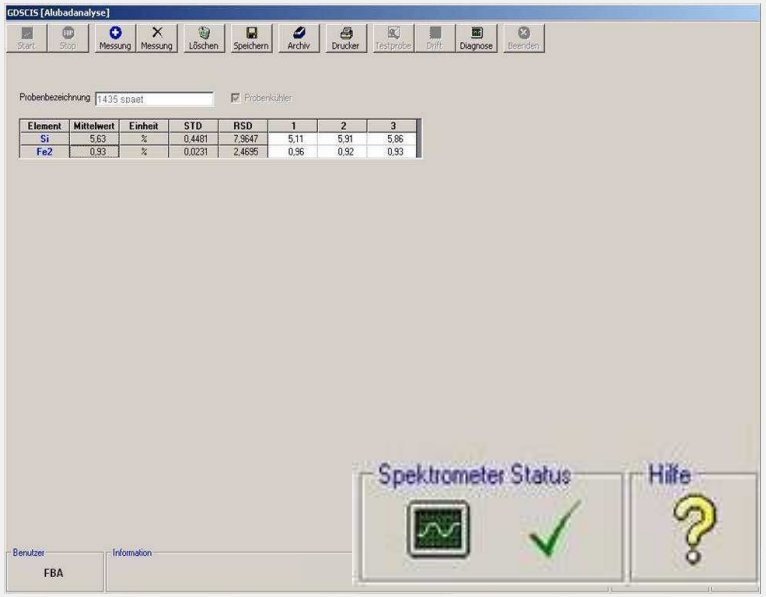
Anwendungssoftware „GDSCIS“



- ✓ nutzerabhängiger Zugriff
- ✓ Benutzerführung „Schritt für Schritt“
- ✓ kontextsensitive Onlinehilfe
- ✓ ständige Gerätediagnostik
- ✓ Plausibilitätsprüfung der Ergebnisse
- ✓ Dokumentation von Ergebnis und Status
- ✓ Übermittlung von Ergebnis und Status

Glow Discharge Spectrometer Command Interface System

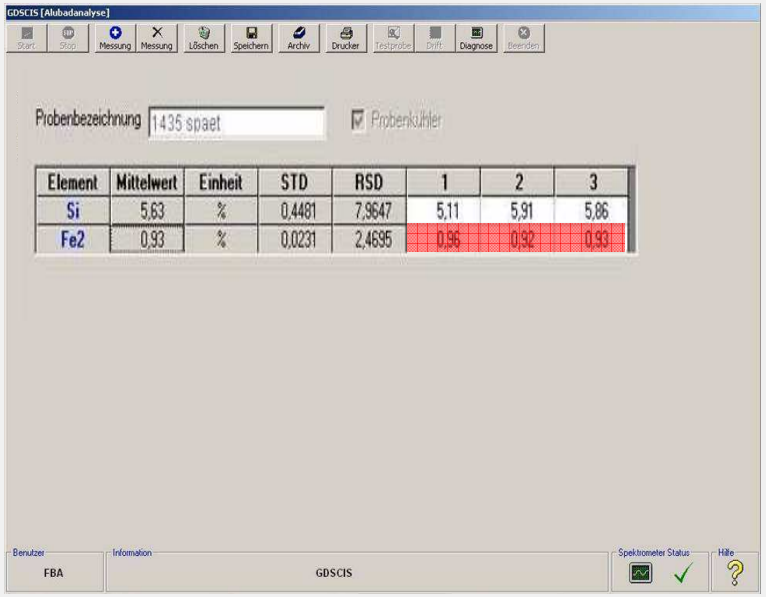
Anwendungssoftware „GDSCIS“



- ✓ nutzerabhängiger Zugriff
- ✓ Benutzerführung „Schritt für Schritt“
- ✓ kontextsensitive Onlinehilfe
- ✓ ständige Gerätediagnostik
- ✓ Plausibilitätsprüfung der Ergebnisse
- ✓ Dokumentation von Ergebnis und Status
- ✓ Übermittlung von Ergebnis und Status

Glow Discharge Spectrometer Command Interface System

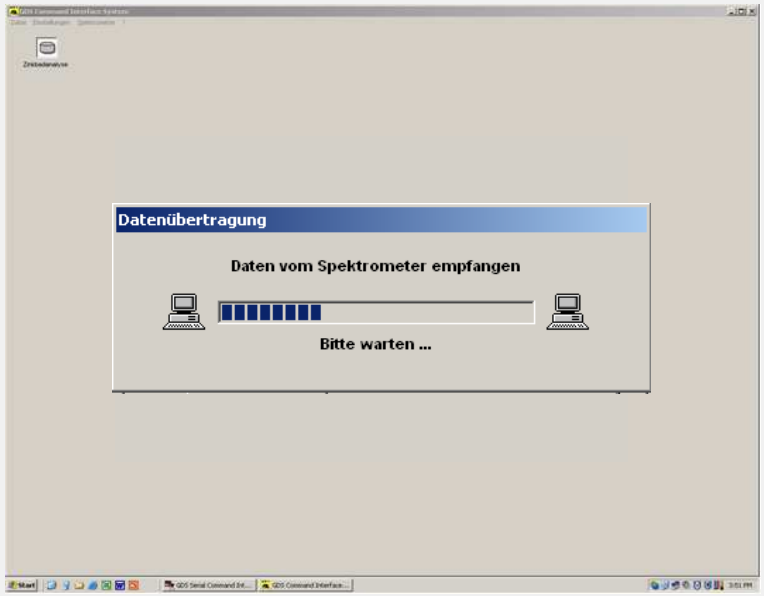
Anwendungssoftware „GDSCIS“



- ✓ nutzerabhängiger Zugriff
- ✓ Benutzerführung „Schritt für Schritt“
- ✓ kontextsensitive Onlinehilfe
- ✓ ständige Gerätediagnostik
- ✓ Plausibilitätsprüfung der Ergebnisse
- ✓ Dokumentation von Ergebnis und Status
- ✓ Übermittlung von Ergebnis und Status

Glow Discharge Spectrometer Command Interface System

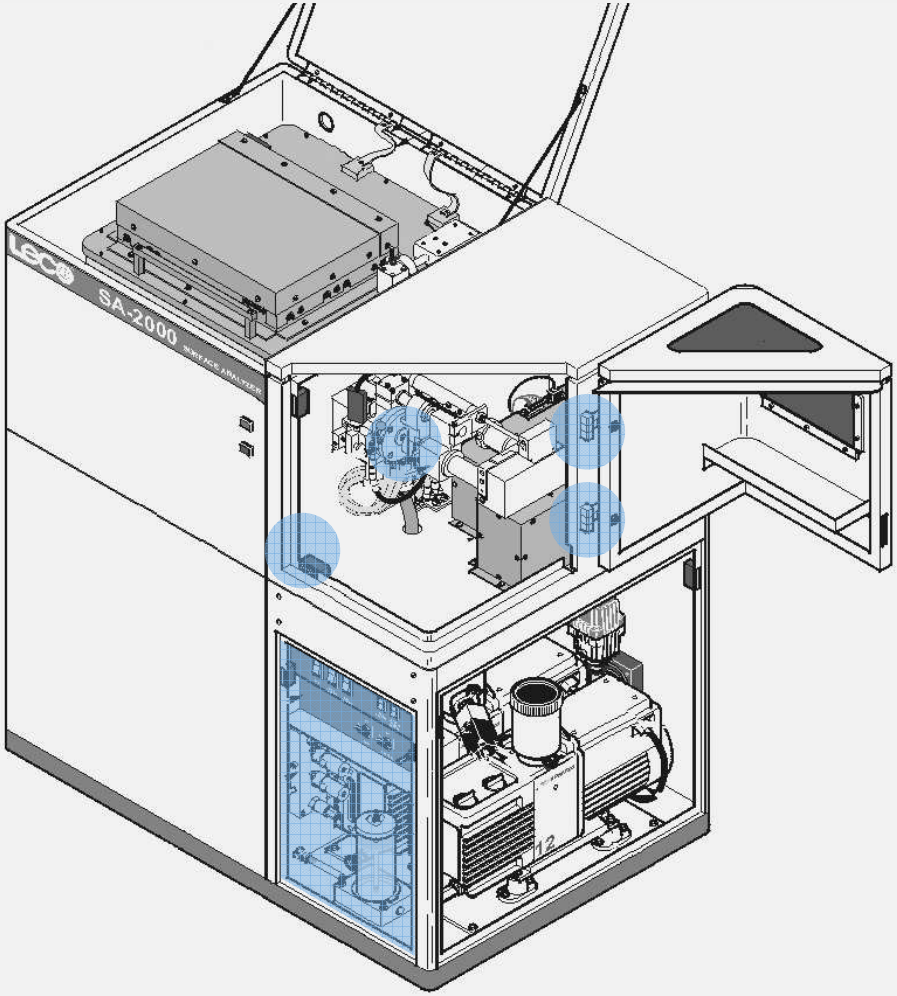
Anwendungssoftware „GDSCIS“



- ✓ nutzerabhängiger Zugriff
- ✓ Benutzerführung „Schritt für Schritt“
- ✓ kontextsensitive Onlinehilfe
- ✓ ständige Gerätediagnostik
- ✓ Plausibilitätsprüfung der Ergebnisse
- ✓ Dokumentation von Ergebnis und Status
- ✓ Übermittlung von Ergebnis und Status

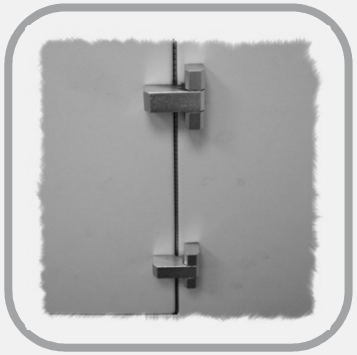
Glow Discharge Spectrometer Command Interface System

Geräteanpassungen für die Betriebsanalytik



© Grafics by Leco Instrumente GmbH

Geräteanpassungen für die Betriebsanalytik



Türscharniere

Türschalter

Ausrichtung der Lampe

Kühlung

Optimierte Anregungsparameter

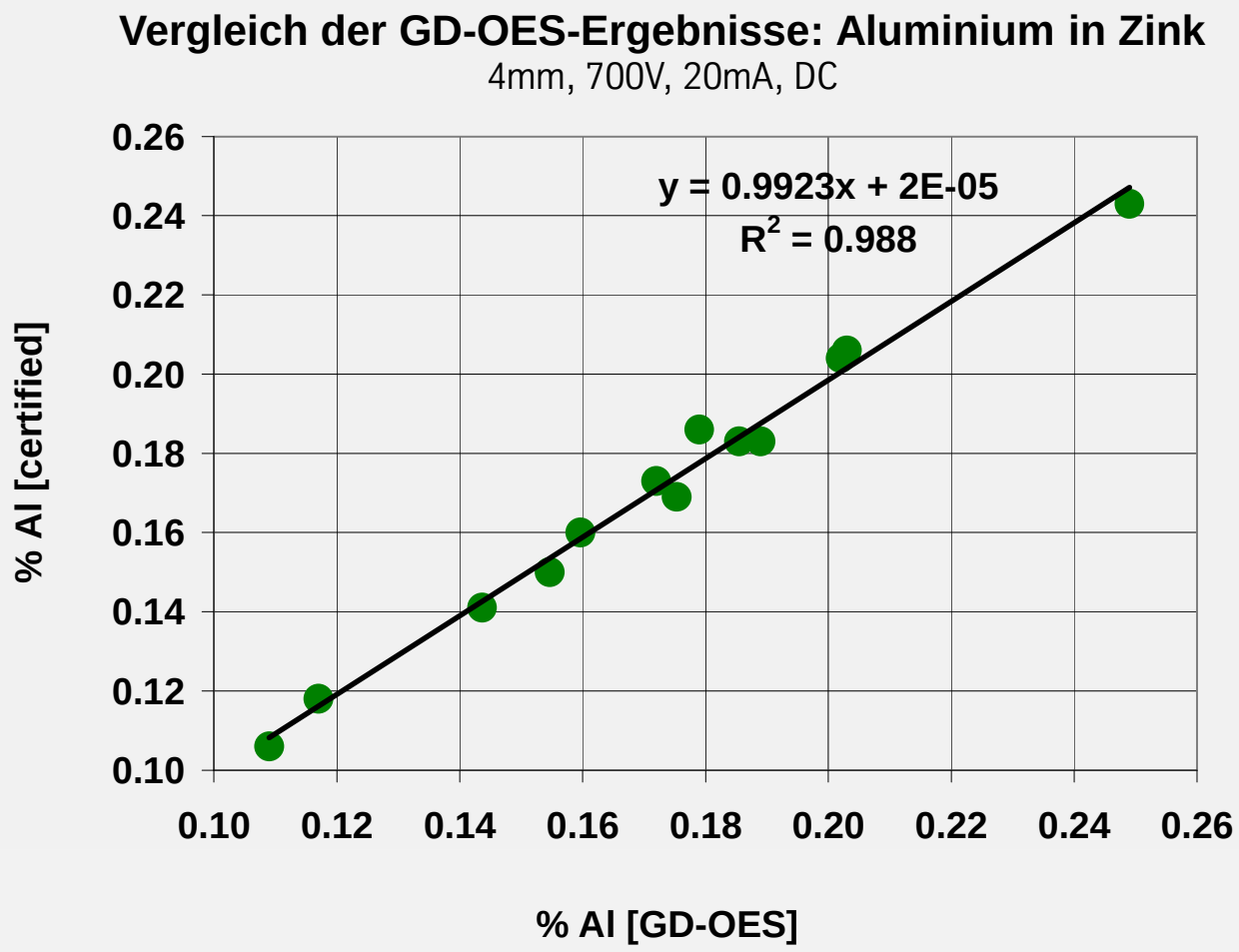
Vergleich der Anregungsbedingungen für Zink

Probe	Leistung (4mm Anode)	Aluminium		Eisen	
		Mittelwert (n=10) wt %	STD wt %	Mittelwert (n=10) wt %	STD wt %
Zn-Check-Std 1	18 W RF (600 V RMS)	0,205	0,0040	0,049	0,0019
Zn-Check-Std 1	14 W RF (700 V RMS)	0,207	0,0041	0,047	0,0019
Zn-Check-Std 1	14 W DC (700 V, 20 mA)	0,208	0,0039	0,049	0,0019

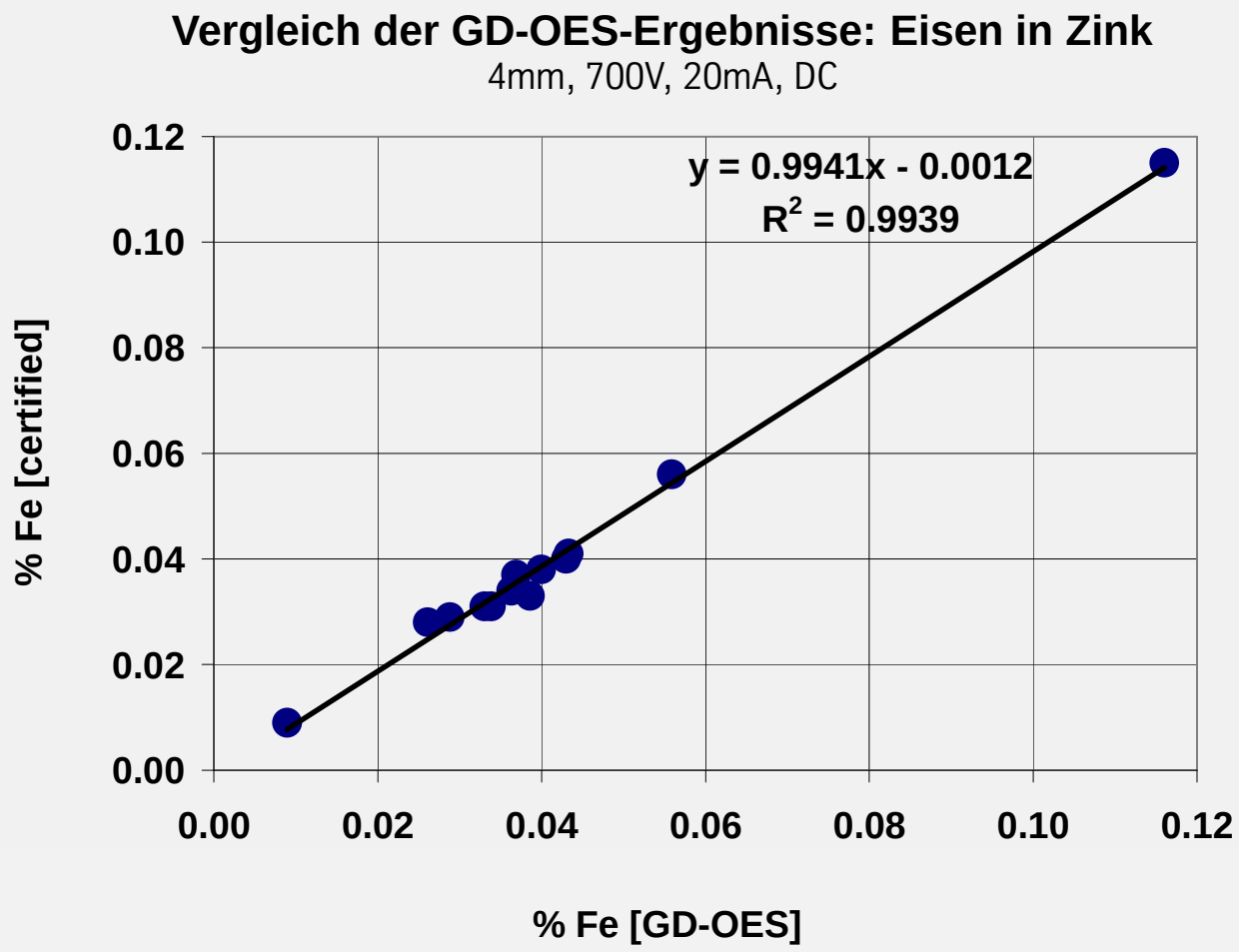
➔ geringere Leistung erhöht die Standzeit der Lampe

Zn-Check-Std 1 by SUS, Ulrich Nell

Optimierte Anregungsparameter



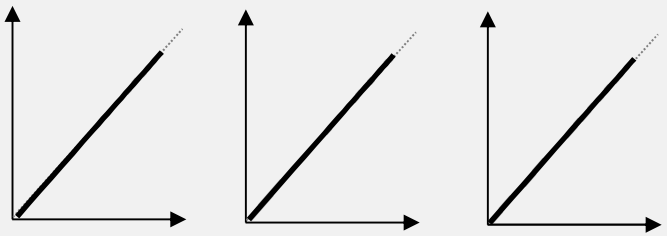
Optimierte Anregungsparameter



Erweiterte Kalibrierungen für unterschiedliche Produkte

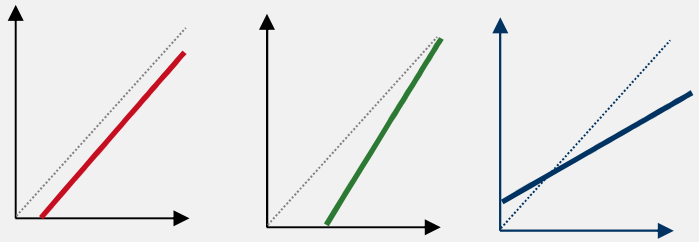
Cr(VI) - Passivierung

Produkt A | Produkt B | Produkt C



Cr(III) - Passivierung

Produkt A | Produkt B | Produkt C



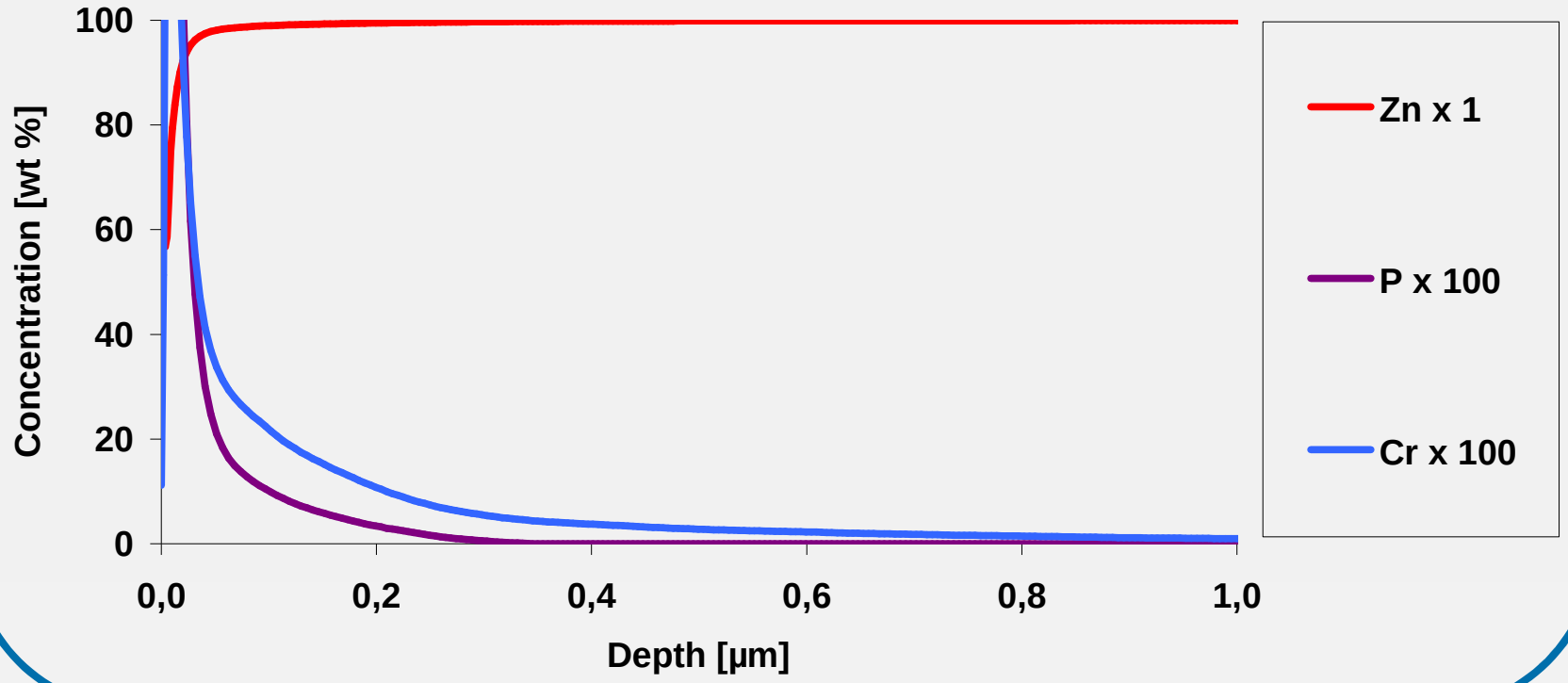
universelle Kalibrierung anwendbar

spezifische Kalibrierung notwendig

Beispiele für Tiefenprofilanalytik

Passivierung

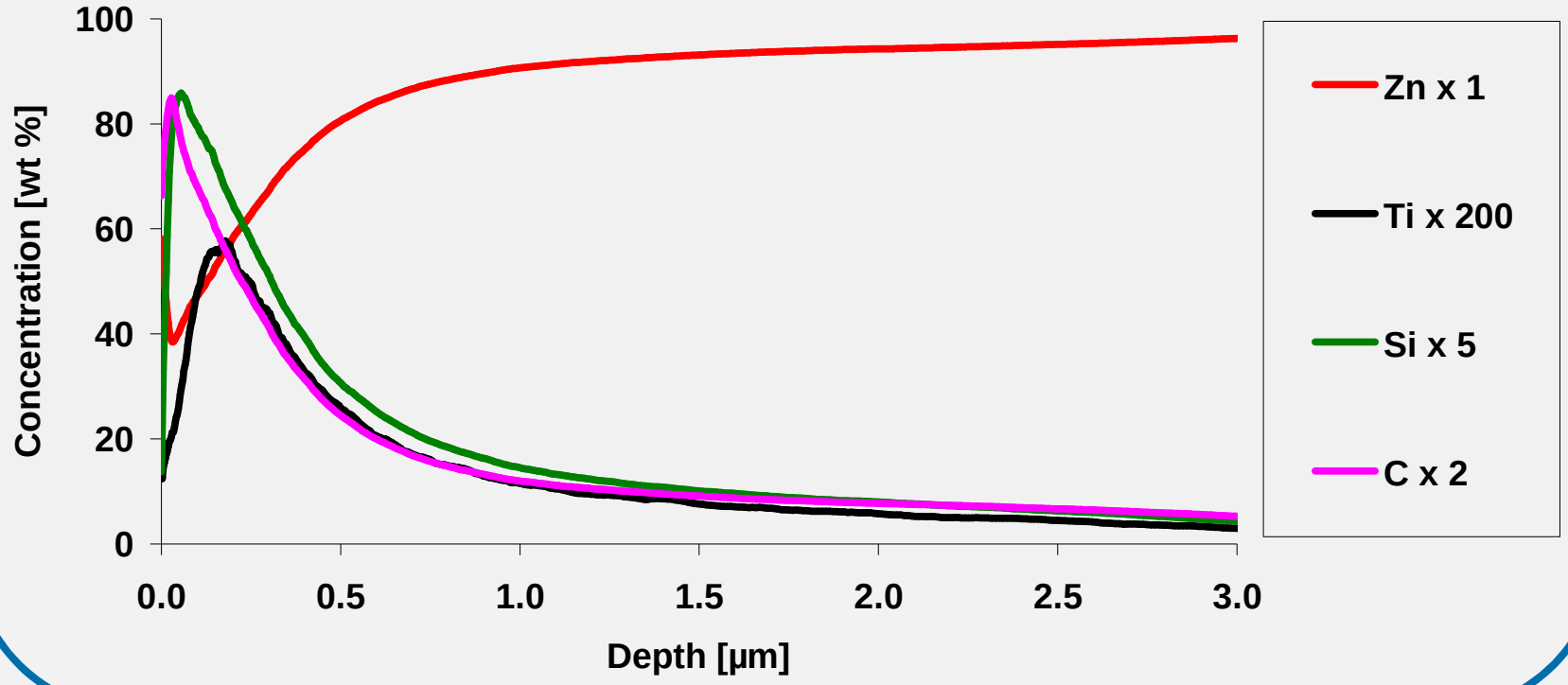
Nasschemische Analyse	GD-OES
28,7 mg/m² Cr	28,5 mg/m² Cr



Beispiele für Tiefenprofilanalytik

Anti-Fingerprint-Beschichtung

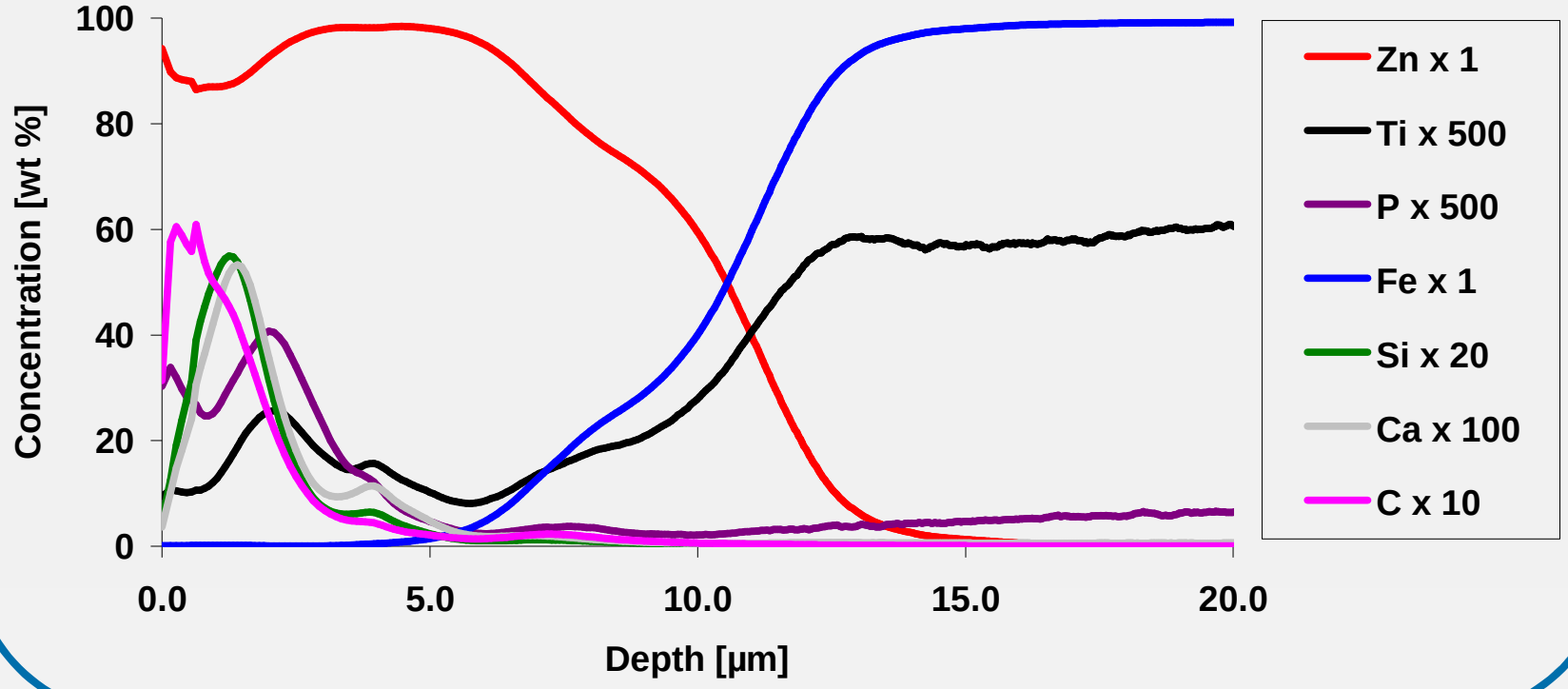
Nasschemische Analyse	GD-OES
12,4 mg/m² Ti	12,1 mg/m² Ti



Beispiele für Tiefenprofilanalytik

Vorbehandlung mit Primer

Nasschemische Analyse	GD-OES
9,5 mg/m² Ti	9,6 mg/m² Ti



Wartung und Verfügbarkeit

Bedingungen

- 24 Stunden / 7 Tage Betrieb
- Bedienung durch Anlagenpersonal
- verschiedene Probenarten
- Probenbeschaffenheit

Geräte-anpassung

Diagnose Software

Fernwartung

Wartungsintervall 3 bzw. 6 Monate

> 99 % Verfügbarkeit

Betrieblicher Einsatz von GD-OES bei ThyssenKrupp - weltweit

Zusammenfassung

- GD-OES ist eine robuste Methode für komplexe analytische Aufgaben
- GD-OES ist für die Analyse von beschichteten Stahlfeinblech und für Stückanalysen gut geeignet
- Die benutzerfreundliche GDSCIS-Software gewährleistet eine einfache Bedienung und zuverlässige Ergebnisse in Produktionsbetrieben
- Hohe Verfügbarkeit durch Hardwareanpassung und permanente Gerätediagnose

➔ GD-OES ist optimal für die Analytik an Schmelztauchveredelungsanlagen geeignet

Danksagung

- Leco Corporation, St. Joseph, Michigan, USA
- Leco Instrumente GmbH, Mönchengladbach
- SUS Ulrich Nell, Oberhausen
- Mitarbeiter der Beschichtungsanlagen von ThyssenKrupp

Danke für Ihre Aufmerksamkeit!