



### Herausforderung

Automatisierte Lösung zur präzisen und reproduzierbaren Bestimmung des Parameters Gesamtkohlenstoff in Prozessproben aus der Schaumglas-Produktion

### Lösung

Elementaranalyse – leistungsstarke Hochtemperatur-Verbrennung in Kombination mit nachweisstarker NDIR-Detektion für Kohlenstoff

### Zielpublikum

Produzenten von Schaumglas, Industrielle Qualitätssicherung, Auftragslabore für Baustoffe wie Schaumglas

## Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehalts in Schaumglas und verwandten Proben durch verbrennungsbasierte Elementaranalyse gekoppelt mit NDIR-Detektion

### Einleitung

Auf Grund seiner exzellenten Eigenschaften zur Wärme- und Schallisolierung, seines geringen Gewichtes und dabei sehr hoher mechanischer Stabilität ist Schaumglas ein beliebter, geschlossenzelliger Dämmstoff für Gebäude. Er wird aus Recyclingglas und partikulärem Kohlenstoff gewonnen. Neben diesen Hauptkomponenten finden weitere Zuschlagstoffe, darunter Dolomit, Feldspat, Kalk, und Quarzsand, Verwendung, die den Schmelzprozess unterstützen. In einem ersten Schritt wird aus dem Recyclingglas und den mineralischen Zuschlagstoffen eine Glasschmelze hergestellt, welche nach dem Erkalten mit Hilfe von Kugelmøhlen zu einem feinen Pulver vermahlen wird. In einem zweiten Schritt werden dem Glas-Pulver kleine Mengen von Ruß (Kohlenstoff) zugefügt. Diese Mischung wird dann erneut aufgeschmolzen, bei einer Temperatur von 1000 °C kommt es dann zur Umsetzung des

reinen Kohlenstoffs zu gasförmigen CO<sub>2</sub>, dass auf Grund der hohen Viskosität der Glasschmelze nicht entweichen kann. Die Schmelze wird so zu einem Schaum, der auch nach dem Erkalten seine poröse Struktur beibehält.

Da der Rußanteil wesentlich für Bildung der CO<sub>2</sub>-Blasen und somit auch für die Eigenschaften und Qualität des späteren Dämmstoffs verantwortlich ist, ist die exakte Dosierung bzw. die genaue Kenntnis seiner Konzentration im Glas/Ruß-Gemisch von entscheidender Bedeutung und darum ein wichtiger Prüfparameter für die Prozesssteuerung und Qualitätssicherung.

Zur Bestimmung von Kohlenstoffgehalten haben sich neben TOC-Analysatoren, die hauptsächlich zur Bestimmung von Kohlenstoff-Summenparametern im Bereich der Umweltanalytik von Wasser and Boden eingesetzt

werden auch elementspezifische, verbrennungsbasierte Elementaranalysatoren etabliert.

Der multi EA 4000 ist ein solcher Analysator, der für die schnelle Bestimmung von Kohlenstoff (TC) in einem weiten

Konzentrationsbereich in Gemischen aus anorganischen und organischen Materialien, wie sie zur Produktion von Schaumglas verwendet werden, entwickelt wurde.

## Material und Methoden

Ein verbrennungsbasierter Elementaranalysator des Typs multi EA 4000 wurde für die Bestimmung der Kohlenstoffgehalte verwendet. Das Gerät basiert auf dem Prinzip der Hochtemperatur-Verbrennung für den quantitativen Probenaufschluss in einem robusten Keramikrohr. Der multi EA 4000 ist ein offenes System, der Verbrennungsofen und das Verbrennungsrohr sind horizontal angeordnet. Die Probenzuführung ist dadurch sehr einfach über eine Gasschleuse möglich, was die Automatisierung der Analytik sehr vereinfacht und Wartung und Pflege auf ein absolutes Minimum reduziert. Für die hier beschriebenen Untersuchungen wurde ein Feststoffprobengeber des Typs FPG 48 verwendet. Er überführt die in Keramikschißchen eingewogenen Proben in den Ofen und entfernt und entsorgt sie danach wieder, ebenfalls völlig automatisch.

Der Parameter Gesamtkohlenstoff (TC) wurde nach der Verbrennung der Probe im reinen Sauerstoffstrom bei 1060 °C bestimmt. Hierzu wurden für die Proben und die Standards jeweils ca. 300 mg in Probenschißchen eingewogen. Die Standards wurden direkt analysiert. Für die Proben erfolgte zuvor ein zusätzlicher Schritt zur Probenvorbereitung. Dazu wurden sie vorsichtig mit 10 %-iger  $H_3PO_4$  betropft, bis ihre gesamte Oberfläche durch die Säure befeuchtet war. Dies geschah, um das aus der Umgebungsluft aufgenommene  $CO_2$  zu entfernen. Danach wurden die Proben bei 130 °C vollständig getrocknet und anschließend bei 1060 °C im reinen Sauerstoffstrom verbrannt. Das entstandene Reaktionsgas wurde nach Trocknung und Aufreinigung zur Kohlenstoffbestimmung in den NDIR-Detektor (non-dispersive infrared) überführt.

### Proben und Reagenzien

- Verschiedene Glas/Ruß-Mischungen
- Glas-Standard I – 0,273 % C (Systemprüfung)
- Glas-Standard II – 0,317 % C (Kalibrierung und Systemprüfung)
- $H_3PO_4$ , 10 % (Ansäuern der Proben)

### Probenvorbereitung

Die Glas/Ruß-Mischungen bestehen aus kleinen Partikeln mit einer großen Oberfläche. An dieser Oberfläche können Gase wie Kohlendioxid ( $CO_2$ ) aus der Umgebungsluft leicht adsorbiert werden. Für eine korrekte Analyse des Kohlenstoffgehalts der Proben muss dieses adsorbierte, zusätzliche  $CO_2$  entfernt werden, um falsche, zu hohe Analyseergebnisse zu verhindern. Dazu wird den Proben verdünnte Phosphorsäure ( $H_3PO_4$ , 10 %-ig) zugesetzt. Um den Überschuss an  $H_3PO_4$  zu entfernen, wurden die Proben bei 130 °C vollständig getrocknet.

### Kalibrierung

Der multi EA 4000 wurde vor der Analyse der Proben mit einem Feststoff-Standard kalibriert. Der angewandte Kalibriertyp ist konstante Konzentration, variable Masse. Ein fester Standard mit einem Kohlenstoffgehalt von 0,317 % C wurden hierfür verwendet, Details dazu in Tabelle 1. Um einen weiten Konzentrationsbereich abzudecken wurden verschiedene Mengen des Standardmaterials eingewogen. Die resultierende Kalibrierkurve ist in Abbildung 1 dargestellt. Die Richtigkeit wurde mittels eines zertifizierten Glasstandards bestätigt.

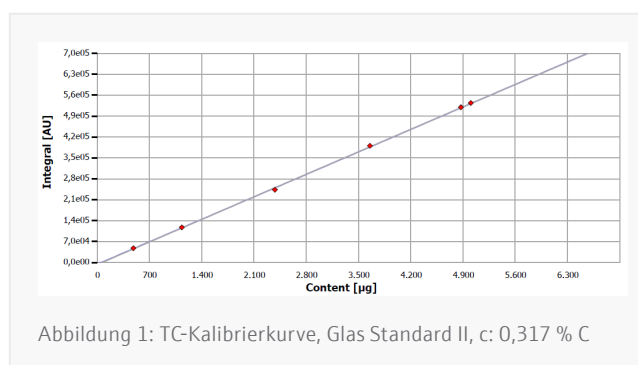


Abbildung 1: TC-Kalibrierkurve, Glas Standard II, c: 0,317 % C

Tabelle 1: Kalibrierung des multi EA 4000

Standard	Parameter	Konzentration	Masse	Kalibrierter Bereich
Glasstandard II	TC	0,317 % C	170– 1600 mg	0,54–5,01 mg C

### Methodenparameter

Die verwendeten Prozessparameter für die Probenaufgabe und Verbrennung sind in Tabelle 2 zusammengefasst.

### Auswertungsparameter

Die verwendeten Detektionsparameter sind in Tabelle 3 zusammengefasst.

Tabelle 2: Prozessparameter multi EA 4000 und FPG 48

Parameter	Einstellung
Temperatur	1060 °C
Sauerstoff	2,5 l/min
FPG 48 Parameter-Satz	TC_inorg

Tabelle 3: Parameter für die Kohlenstoffdetektion (NDIR)

Parameter	Einstellung C-Detektor
Max. Integrationszeit	600 s
Start	0,12 ppm
Stopp	5 ppm
Block	3

## Ergebnisse und Diskussion

Verschiedene Glas-/Rußproben und die zertifizierten Glasstandards wurden auf ihren Kohlenstoffgehalt untersucht. Für die Analyse wurden sowohl für die Standards als auch für die Proben Mengen um 300 mg verwendet. Die erzielten Ergebnisse sind in Tabelle 4 zusammengefasst. Es handelt sich um Mittelwerte aus Dreifachbestimmungen. Die Ergebnisse sind gut reproduzierbar und die Standardabweichungen sehr gering. Die leichten Abweichungen von den Referenzwerten liegen im Akzeptanzbereich. Die geringen Unterschiede in den Kohlenstoffgehalten der drei Proben sind kleine Schwankungen zwischen verschiedenen Produktionschargen. Die Messergebnisse sind schnell, nach nur 2 bis 3 Minuten, unabhängig von der untersuchten Kohlenstoffkonzentration, verfügbar.

Zur Veranschaulichung sind in den Abbildungen 2 und 3 exemplarisch ausgewählte Messkurven für die Kohlenstoffbestimmung in der Probe „Glas/Ruß-Mischung 1“ und dem „Glas Standard II, c: 0,317 % C“ dargestellt.

Tabelle 4: Ergebnisse der Kohlenstoffbestimmung (TC) in Proben und Referenzmaterialien

Probe	TC ± SD [%]
Glas/Ruß-Mischung 1	0,275 ± 0,005
Glas/Ruß-Mischung 2	0,281 ± 0,002
Glas/Ruß-Mischung 3	0,279 ± 0,005
Glas Standard I (0,273 % C)	0,272 ± 0,006
Glas Standard II (0,317 % C)	0,320 ± 0,002

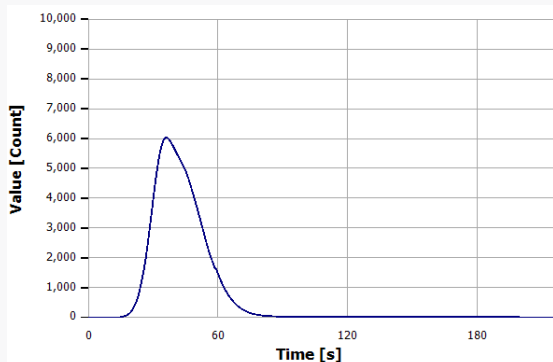


Abbildung 2: TC-Messkurve der Probe „Glas/Ruß-Mischung 1“

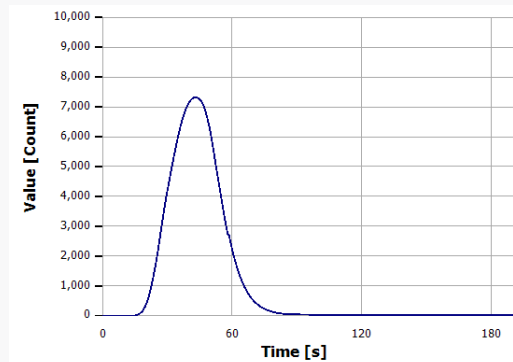


Abbildung 3: TC-Messkurve des „Glas Standards II, c: 0,317 % C“

## Zusammenfassung

Der verwendete multi EA 4000 eignet sich hervorragend für die schnelle und präzise Bestimmung von kleinsten Kohlenstoffgehalten, wie es bei der Analytik von Materialien aus der Schaumglas-Produktion erforderlich ist. In der Routineanalytik ermöglicht der Feststoffprobengeber mit 48 Positionen einen hohen Probendurchsatz bei minimalem Bedienungsaufwand. Bei geringem Probenaufkommen ist alternativ eine manuelle Probenzuführung möglich. Ein weiterer Vorteil des Analysators ist seine Matrixflexibilität, die es erlaubt, auch andere Materialien, die bei der Schaumglasherstellung verwendet werden, auf ihren Kohlenstoffgehalt zu untersuchen. Außerdem kann das System leicht für die Schwefelbestimmung oder die Bestimmung von Chlor in organischen Materialien aufgerüstet werden.



Abbildung 4: multi EA 4000 C

## Empfohlene Gerätekonfiguration

Tabelle 5: Übersicht Gerät und Zubehör

Artikel	Artikelnummer	Beschreibung
multi EA 4000 C	450-126.564	Elementaranalysator für die Bestimmung von Schwefel und Kohlenstoff in Feststoffen
FPG 48	450-126.574	Feststoffprobengeber für den multi EA 4000
Boat Deposition Station für FPG 48	450-889.728	Zubehör für den FPG 48, für die automatische Entsorgung von benutzten Probenschiffchen

Dieses Dokument ist zum Zeitpunkt der Veröffentlichung wahr und korrekt; die darin enthaltenen Informationen können sich ändern. Dieses Dokument kann durch andere Dokumente ersetzt werden, einschließlich technischer Änderungen und Korrekturen.  
 Markenrechtlicher Hinweis: Die in der Applikationsschrift genannten Markennamen von Drittprodukten sind in der Regel eingetragene Marken der jeweiligen Unternehmen.

### Unternehmenshauptsitz

Analytik Jena GmbH+Co. KG  
 Konrad-Zuse-Straße 1  
 07745 Jena · Deutschland

Tel. +49 3641 77 70  
 Fax +49 3641 77 9279

info@analytik-jena.com  
 www.analytik-jena.com

Version 1.0 · Autor: AnGr  
 de · 07/2023

© Analytik Jena GmbH+Co. KG | Bilder ©: AdobeStock/blickwinkel2511