



Application Note AN-NIR-117

Analyse von Feuchtigkeit, Asche, Kohlenstoff und flüchtigen Bestandteilen in Kohle mittels NIRS

Nahinfrarotspektroskopie (NIRS) liefert Ergebnisse in
Sekundenschnelle

Feuchtigkeit, Asche, fester Kohlenstoff und der Gehalt an flüchtigen Bestandteilen sind die wichtigsten Parameter der Kohleanalyse. Die Standardmethoden zur Messung dieser Parameter beinhalten die Verbrennung in speziellen Öfen. Vor der Verbrennung müssen die Kohleproben pulverisiert und gewogen werden. Um den Gehalt an flüchtigen Bestandteilen in Kohle zu bestimmen, muss die Verbrennung unter einer kontrollierten Atmosphäre aus reinem Stickstoff bei Temperaturen über 900 °C erfolgen. Herkömmliche Methoden zur Bestimmung der

wichtigsten Qualitätsparameter von Kohleproben sind zeitaufwendig und aufgrund des Stickstoffverbrauchs kostenintensiv. Die Nahinfrarot-Spektroskopie (NIR) ist eine hervorragende alternative Methode zur gleichzeitigen Bestimmung aller vier Qualitätsparameter in weniger als einer Minute ohne jegliche Probenvorbereitung. Diese Application Note zeigt, dass der Metrohm NIRS DS2500 Solid Analyzer, der im sichtbaren und nahen Infrarot-Spektralbereich (Vis-NIR) arbeitet, dem Anwender einen einfacheren Weg zur Qualitätsanalyse von Kohle bietet.

EXPERIMENTELLE AUSRÜSTUNG

Verschiedene Kohlenstaubproben ($n = 30$) mit einer Partikelgröße von 0,2 mm wurden mit dem Metrohm NIRS DS2500 Solid Analyzer gemessen (**Abbildung 1**). Alle Messungen mit dem DS2500 Solid Analyzer wurden in Rotation durchgeführt, wobei ein großer Probenbecher zur Mittelung der Teilprobenspektren

verwendet wurde. Diese Probenanordnung reduziert den Einfluss der Partikelgrößenverteilung der Kohlepartikel. Die Datenerfassung und die Entwicklung von Vorhersagemodellen wurden mit dem Softwarepaket Vision Air Complete durchgeführt.

Tabelle 1. Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung.

Ausrüstung	Artikelnummer
DS2500 Solid Analyzer	2.922.0010
DS2500 Probengefäß, groß	6.7402.050
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208



Abbildung 1. Metrohm NIRS DS2500 Solid Analyzer mit einem großen Probenbecher DS2500 zur Messung von Kohleproben in Rotation.

ERGEBNIS

Alle gemessenen Vis-NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden verwendet, um ein Vorhersagemodell zur Quantifizierung der Kalibrierungsmodelle zu erstellen. Die Qualität des Vorhersagemodells wurde anhand von Korrelationsdiagrammen bewertet, die eine hohe Korrelation ($R^2 > 0,89$) zwischen der Vis-NIR-

Vorhersage und den Referenzmethoden für alle Parameter zeigen. Die jeweiligen Gütezahlen (FOM) zeigen die erwartete Präzision und bestätigen die Durchführbarkeit bei Routineanalysen (**Abbildungen 3-6**).

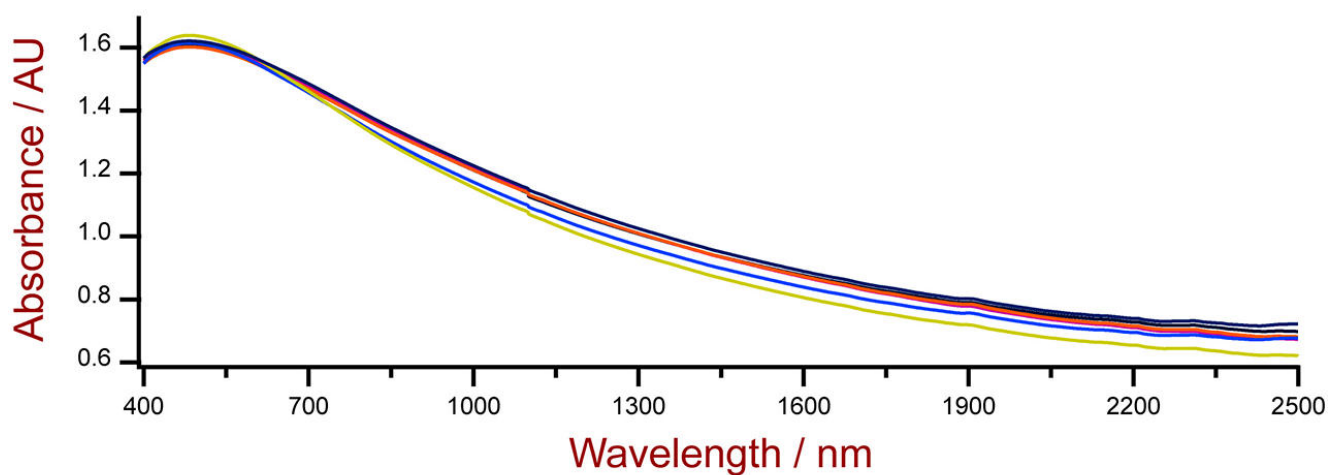


Abbildung 2. Auswahl von Vis-NIR-Spektren von Kohleproben, die auf einem DS2500 Solid Analyzer mit einem großen Probenbecher analysiert wurden.

ERGEBNIS ASCHEGEHALT

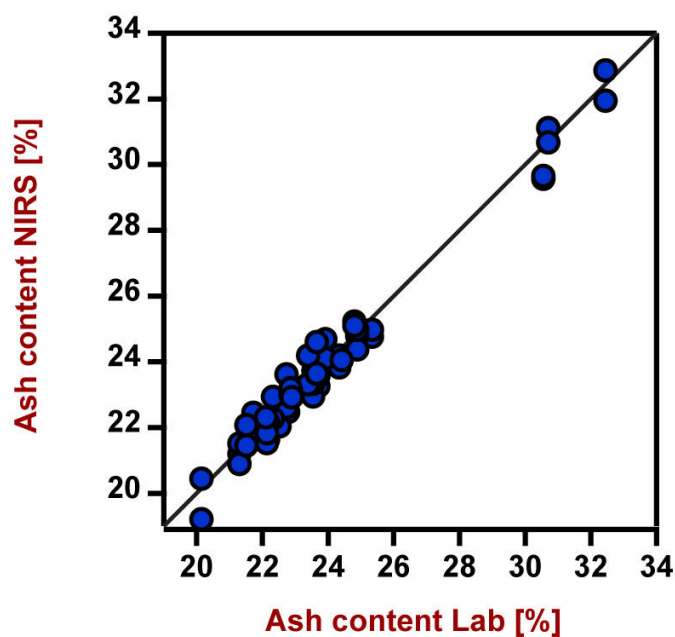


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm und die entsprechenden Gütezahlen für die Vorhersage des Aschegehalts in Kohle mit einem DS2500 Solid Analyzer. Der Laborwert wurde gemäß ASTM D3174 bewertet.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.973

Standardfehler der Kalibrierung	0.48%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.73%

ERGEBNIS FLÜCHTIGER INHALT

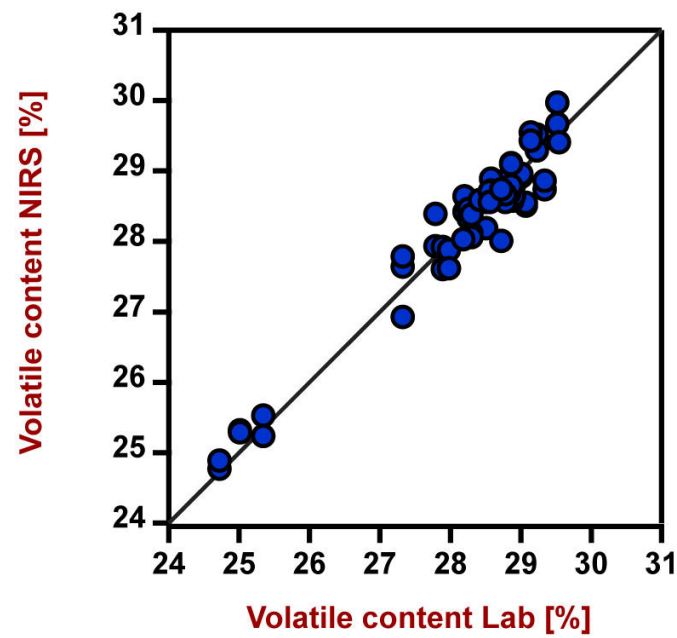


Abbildung 4. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Leistungszahlen für die Vorhersage des Gehalts an flüchtigen Bestandteilen in Kohle mit einem DS2500 Feststoffanalysator. Der Laborwert wurde gemäß ASTM D3175 bewertet.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.944
Standardfehler der Kalibrierung	0.29%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.38%

ERGEBNIS GEHALT AN GEBUNDENEM KOHLENSTOFF

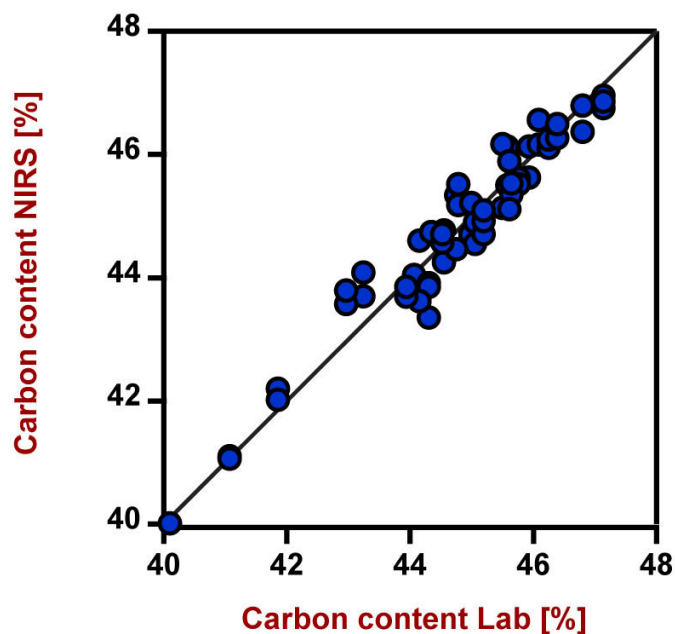


Abbildung 5. Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Leistungszahlen für die Vorhersage des festen Kohlenstoffgehalts in Kohle mit einem DS2500 Solid Analyzer. Der Laborwert wurde gemäß ASTM D3172 (Ofenverbrennungsmethode) bewertet.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.937
Standardfehler der Kalibrierung	0.40%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.52%

ERGEBNIS WASSERGEHALT

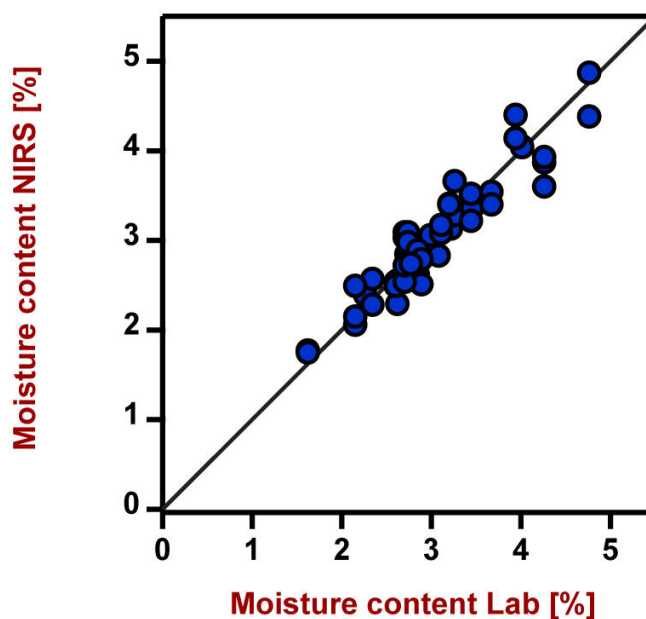


Abbildung 6. Korrelationsdiagramm und die entsprechenden Leistungszahlen für die Vorhersage des Feuchtigkeitsgehalts in Kohle mit einem DS2500 Solid Analyzer. Der Laborwert wurde gemäß ASTM D3173 (Ofentrocknungsmethode) bewertet.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.896
Standardfehler der Kalibrierung	0.23%
Standardfehler der Kreuzvalidierung	0.28%

FAZIT

Diese Application Note demonstriert die Eignung des Metrohm NIRS DS2500 Solid Analyzers für die Bestimmung von Asche, Feuchte, festem Kohlenstoff und flüchtigen Bestandteilen in Kohle. Die Vis-NIR-

Spektroskopie ermöglicht eine schnelle Bestimmung (Tabelle 2) ohne jegliche Probenvorbereitung. Darüber hinaus ist der Einsatz von Stickstoffgas überflüssig, was die Analysekosten senkt.

Tabelle 2. Übersicht über die Zeit bis zum Ergebnis für verschiedene Kohlequalitätsparameter unter Verwendung von Standardanalysemethoden.

Parameter	Methode	Zeit zum Ergebnis
Aschegehalt	Ofen für flüchtige Stoffe	1–2 h: Mahlen, Wiegen, Verbrennen
Flüchtiger Inhalt	Ofen für flüchtige Stoffe	0,5 h: Mahlen, Wiegen, Verbrennen
Fester Kohlenstoffgehalt	Ofen für flüchtige Stoffe	0,5 h: Mahlen, Wiegen, Verbrennen
Feuchtigkeitsgehalt	Ofen für flüchtige Stoffe	0,5 h: Mahlen, Wiegen, Verbrennen

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at

KONFIGURATION



DS2500 Solid Analyzer

Robuste Nahinfrarotspektroskopie für die Qualitätskontrolle im Labor sowie im Produktionsumfeld.

Der DS2500 Analyzer ist die bewährte, flexible Lösung für die Routineanalytik von Feststoffen, Cremes und optional auch Flüssigkeiten entlang der gesamten Produktionskette. Das robuste Design macht den DS2500 Analyzer unempfindlich gegen Staub, Feuchtigkeit, Vibrationen sowie Temperaturschwankungen und damit hervorragend geeignet für den Einsatz im rauen Produktionsumfeld.

Der DS2500 deckt den gesamten Spektralbereich von 400 bis 2500 nm ab und liefert in weniger als einer Minute genaue und reproduzierbare Ergebnisse. Der DS2500 Analyzer erfüllt die Anforderungen der pharmazeutischen Industrie und unterstützt durch die einfache Bedienung die Anwender in ihren täglichen Routineaufgaben.

Durch perfekt auf das Gerät abgestimmtes Zubehör werden bei jedem noch so herausfordernder Proben typ, wie z.B. grobkörnige Feststoffe wie Granulate oder halb fest-flüssige Proben wie Cremes, bestmögliche Ergebnisse erzielt. Bei Messungen von Feststoffen kann die Produktivität gesteigert werden durch Einsatz des MultiSample Cups, welches automatisierte Messungen in Serie von bis zu 9 Proben ermöglicht.