



Application Note AN-NIR-117

Analisi di umidità, ceneri, carbonio e contenuto volatile nel carbone mediante NIRS

La spettroscopia nel vicino infrarosso (NIRS) offre risultati in pochi secondi

Umidità, ceneri, carbonio fisso e contenuto volatile sono i parametri più importanti per l'analisi del carbone. Il metodo standard per misurare questi parametri prevede la combustione in forni speciali. Prima della combustione, i campioni di carbone devono essere polverizzati e pesati. Per determinare il contenuto volatile nel carbone, la combustione deve essere eseguita in un'atmosfera controllata di azoto puro a temperature superiori a 900 °C. I metodi convenzionali utilizzati per determinare i parametri chiave di qualità per i campioni di carbone

richiedono molto tempo e, in base al consumo di azoto, sono costosi. La spettroscopia nel vicino infrarosso (NIR) è un eccellente metodo alternativo per determinare simultaneamente tutti e quattro i parametri di qualità in meno di un minuto senza alcuna preparazione del campione. Questa nota applicativa dimostra che l'analizzatore di solidi Metrohm NIRS DS2500 che opera nella regione spettrale del visibile e del vicino infrarosso (Vis-NIR) offre agli utenti un modo più semplice per eseguire analisi della qualità del carbone.

ATTREZZATURA SPERIMENTALE

Diversi campioni di carbone polverizzato (n = 30) con una dimensione delle particelle di 0,2 mm sono stati misurati sull'analizzatore di solidi Metrohm NIRS DS2500 (Figura 1). Tutte le misurazioni sull'analizzatore di solidi DS2500 sono state eseguite a rotazione utilizzando una coppa campione di grandi

dimensioni per calcolare la media degli spettri dei sottocampioni. Questa configurazione del campione riduce l'influenza della distribuzione granulometrica delle particelle di carbone. L'acquisizione dei dati e lo sviluppo del modello di previsione sono stati eseguiti con il pacchetto software Vision Air Complete.

Tabella 1. Hardware e software

Attrezzatura	Codice articolo
DS2500 Solid Analyzer	2.922.0010
DS2500 large sample cup	6.7402.050
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208



Figure 1. Metrohm NIRS DS2500 Solid Analyzer with the DS2500 large sample cup for measuring coal samples in rotation.

RISULTATI

Tutti gli spettri Vis-NIR misurati (**Figura 2**) sono stati utilizzati per creare un modello di previsione per la quantificazione dei modelli di calibrazione. La qualità del modello di previsione è stata valutata utilizzando diagrammi di correlazione che mostrano un'elevata

correlazione ($R^2 > 0,89$) tra la previsione Vis-NIR e i metodi di riferimento per tutti i parametri. Le rispettive cifre di merito (FOM) mostrano la precisione attesa e confermano la fattibilità durante l'analisi di routine (**Figure 3–6**).

RISULTATI

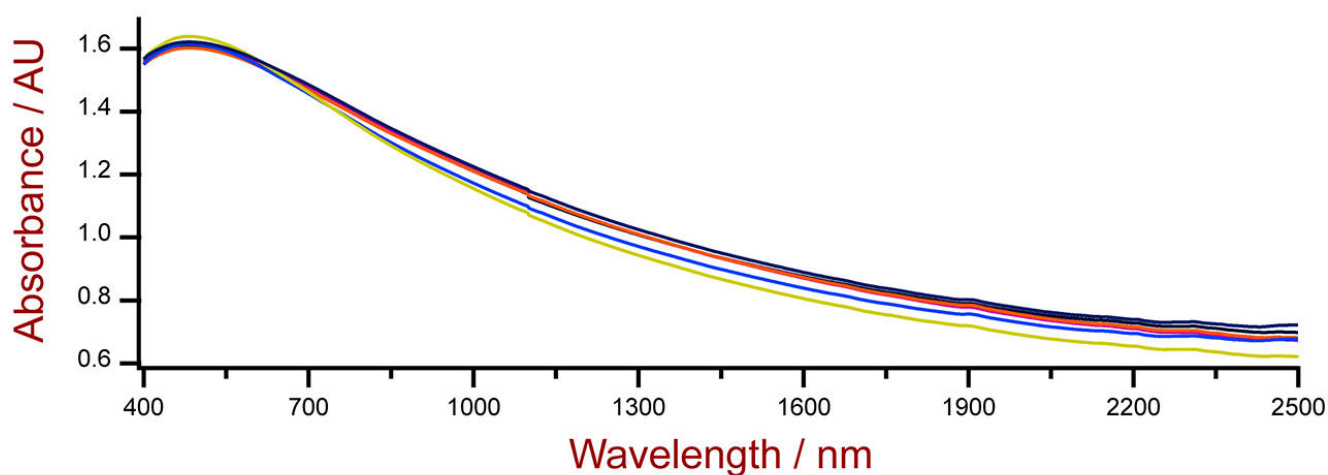


Figure 2. Selection of Vis-NIR spectra of coal samples analyzed on a DS2500 Solid Analyzer with the large sample cup.

CONTENUTO DI CENERI

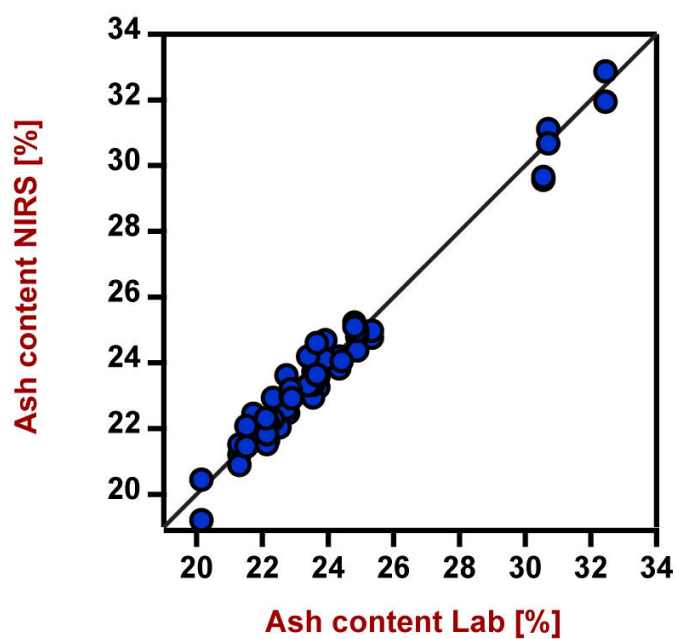


Figure 3. Correlation diagram and the respective figures of merit for the prediction of ash content in coal using a DS2500 Solid Analyzer. The lab value was evaluated according to ASTM D3174.

Figures of Merit	Value
R^2	0.973

Standard Error of Calibration	0.48%
Standard Error of Cross-Validation	0.73%

RISULTATO CONTENUTO VOLATILE

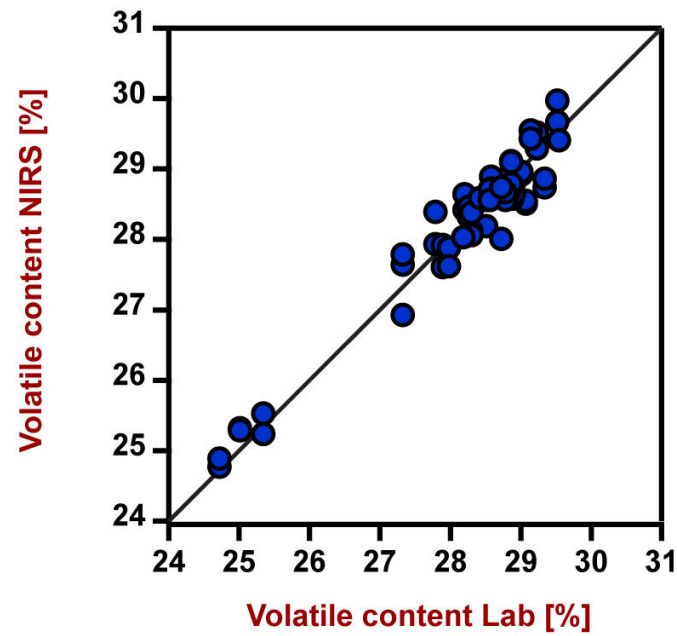


Figure 4. Correlation diagram and the respective figures of merit for the prediction of volatile content in coal using a DS2500 Solid Analyzer. The lab value was evaluated according to ASTM D3175.

Figures of Merit	Value
R^2	0.944
Standard Error of Calibration	0.29%
Standard Error of Cross-Validation	0.38%

RISULTATO CONTENUTO DI CARBONIO FISSO

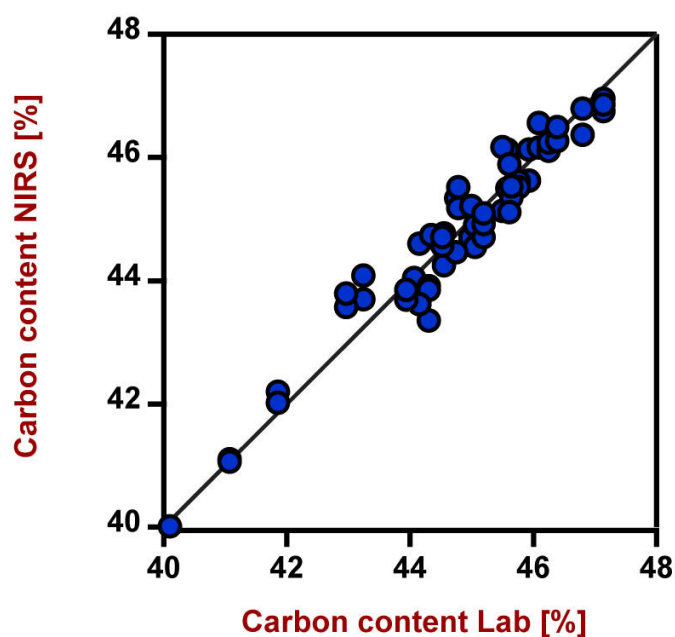


Figure 5. Correlation diagram and the respective figures of merit for the prediction of fixed carbon content in coal using a DS2500 Solid Analyzer. The lab value was evaluated according to ASTM D3172 (furnace combustion method).

Figures of Merit	Value
R^2	0.937
Standard Error of Calibration	0.40%
Standard Error of Cross-Validation	0.52%

RISULTATI CONTENUTO ACQUA

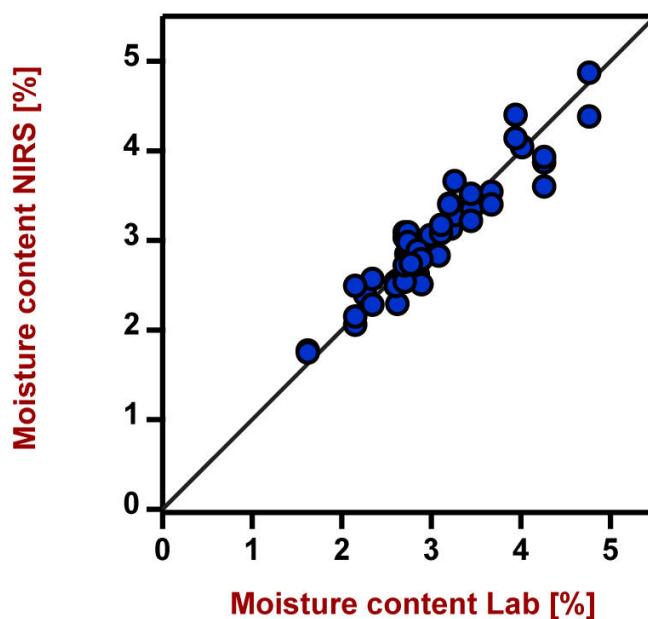


Figure 6. Correlation diagram and the respective figures of merit for the prediction of moisture content in coal using a DS2500 Solid Analyzer. The lab value was evaluated according to ASTM D3173 (furnace drying method).

Figures of Merit	Value
R^2	0.896
Standard Error of Calibration	0.23%
Standard Error of Cross-Validation	0.28%

CONCLUSIONI

Questa nota applicativa dimostra la fattibilità dell'analizzatore di solidi Metrohm NIRS DS2500 per la determinazione di ceneri, umidità, carbonio fisso e contenuto volatile nel carbone. La spettroscopia Vis-

NIR consente una determinazione rapida (Tabella 2) senza alcuna preparazione del campione. Inoltre, l'uso del gas azoto è obsoleto e ciò riduce i costi di analisi.

Tabella 2. Panoramica dei tempi per ottenere risultati per diversi parametri di qualità del carbone utilizzando metodi di analisi standard.

Parametro	Metodo	Tempo al risultato
Ash content	Volatile matter furnace	1–2 h: grinding, weighing, combustion
Volatile content	Volatile matter furnace	0.5 h: grinding, weighing, combustion
Fixed carbon content	Volatile matter furnace	0.5 h: grinding, weighing, combustion
Moisture content	Volatile matter furnace	0.5 h: grinding, weighing, combustion

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



DS2500 Solid Analyzer

Robusta spettroscopia nel vicino infrarosso per il controllo di qualità in laboratorio e nell'ambiente di produzione.

DS2500 Analyzer è la soluzione comprovata e flessibile per l'analisi di routine di sostanze solide, creme ed eventualmente anche liquidi lungo tutta la catena produttiva. Il design robusto rende lo strumento DS2500 Analyzer insensibile a polveri, umidità, vibrazioni e oscillazioni di temperatura e quindi ideale per l'utilizzo in ambienti di produzione difficili.

DS2500 copre l'intero campo spettrale da 400 a 2.500 nm e fornisce risultati precisi e riproducibili in meno di un minuto. DS2500 Analyzer soddisfa i requisiti dell'industria farmaceutica e supporta gli utenti, grazie alla facilità di utilizzo, nelle loro attività di routine quotidiane.

Grazie agli accessori perfetti per l'apparecchio, è possibile ottenere risultati ottimali anche con i tipi di campioni più impegnativi, quali per esempio sostanze solide a grana grossa come i granulati oppure i campioni semisolidi-liquidi come creme. Nella misurazione delle sostanze solide è possibile migliorare la produttività grazie all'impiego di MultiSample Cup, che consentono misure automatiche in serie fino a 9 campioni.