

03/12

# LABO

Analytik - Labortechnik - Life Sciences

[www.labo.de](http://www.labo.de)

Hoppenstedt  
Publishing GmbH

**Labortechnik:**  
Sicherer Umgang  
mit Spezialgasen

**Life Sciences:**  
Biotechnologie 2012 -  
Blick voraus

**Analytik:**  
Kunststoffanalyse  
in der Praxis



# Mehr Durchblick!

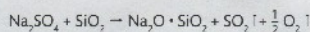
## Bestimmung des Gesamtschwefels in Behältergläsern



Dr. Tony Szuppa\*)

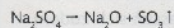
**Die Qualität von Behältergläsern kann u.a. über die Bestimmung des  $\text{SO}_3$ -Gehalts im Produkt beurteilt werden. Wie dieser Beitrag zeigt, lässt sich hierzu die Elementaranalyse zur Erfassung des Gesamtschwefels erfolgreich einsetzen.**

Bei der Herstellung von Kalk-Natron-Glas, welches über 90 % aller hergestellten Gläser ausmacht, kommen vor allem Quarzsand ( $\text{SiO}_2$ ), Soda ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) und Kalk ( $\text{CaCO}_3$ ) zum Einsatz. Bei etwa 1200 °C setzt die Verschmelzung der einzelnen Komponenten ein. Durch die Zuführung von Gasen (Bubbling) wird eine erhöhte Homogenität der Komponenten im Glas erzielt. Die Zähigkeit der Schmelze verhindert jedoch einen vollständigen Austrag der Gase, so dass kleine Blasen in der Schmelze zurückbleiben. Im sogenannten Läuterungsprozess werden dem Gemenge Substanzen zugesetzt, die mit der Glasschmelze zu gasförmigen Produkten reagieren. Diese bilden wiederum größere Blasen, welche trotz der Zähigkeit der Schmelze in der Lage sind, das Gemenge zu verlassen. Dabei werden die kleineren Blasen aus dem Schmelzprozess mitgerissen, wodurch die Qualität des Glases wesentlich verbessert wird. Bei der Sulfat-Läuterung wird Natriumsulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) zugesetzt, das gemäß folgender Reaktionsgleichung mit  $\text{SiO}_2$  oder einem anderem zugesetztem Reduktionsmittel reagiert:



Bei diesem Prozess tritt als unerwünschte Nebenreaktion der Zerfall des

$\text{Na}_2\text{SO}_4$  zum Schwefeltrioxid ( $\text{SO}_3$ ) auf, welches im Gegensatz zum Schwefeldioxid ( $\text{SO}_2$ ) bzw. Sauerstoff ( $\text{O}_2$ ) keine läuternde Wirkung besitzt:



Befindet sich zu viel  $\text{SO}_3$  im Gemisch, kommt es zur Feinbläsrigkeit des Glases und zur Bildung von Pfützen aus geschmolzenem  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . Dies führt zu Fabrikationsfehlern und somit zur Qualitätsminderung des Glases. Man kann davon ausgehen, dass der Gehalt an  $\text{SO}_3$  im fertigen Glas Auskunft über Beschaffenheit und Qualität des Glases gibt. Hierfür eignet sich die Bestimmung des Gesamtschwefelgehaltes (TS) mit Hilfe eines CS-Elementaranalysators vom Typ multi EA\* unter der Zuhilfenahme von Zuschlägen. Sie dienen dem Komplettabschluss der Gläser. Die Auswahl der Zuschläge erfolgt hierbei in Anlehnung an die DIN 51085.

### Probenvorbereitung

Es wurden zwei verschiedene Glasproben (Wanne 1 und 2) sowie der Rohstoff Kalkstein untersucht. Zur Kalibration wurde ein Glasstandard der Deutschen Glasgesellschaft (DGG) mit einem Schwefelgehalt von 0,1744 % (entspricht 0,4356 %  $\text{SO}_3$ ) verwendet.

Bei einer für die Schwefelbestimmung gewöhnlich erforderlichen hohen Temperatur von >1400 °C ist ein vollständiger Aufschluss von Gläsern nicht möglich. Die unter diesen Bedingungen vorherrschende Schmelze bedingt den Einschluss entsprechender Inhaltsstoffe, so dass es bei der Bestimmung des  $\text{SO}_3$ -Gehaltes zu Minderbefunden kommt. Unter Zuhilfenahme der DIN 51085 („Prüfung oxidischer Roh- und Werkstoffe – Bestimmung des Gehaltes an Gesamtschwefel“) wurden für

den Komplettabschluss der Gläser elementares Wolfram und Zinn im Verhältnis 1 zu 1 gemischt. Diese reagieren mit den Inhaltsstoffen des Glases, um eine vollständige Oxidation aller Schwefelverbindungen im Glas zu gewährleisten. Damit eine homogene Erwärmung der Gläser ermöglicht wird, ist eine Abdeckung der Probe mit Eisenspänen notwendig. Das Verfahren zur Probenvorbereitung wurde sowohl für die Kalibration als auch für die Glasproben durchgeführt.

### Bestimmung

Auf Grund der zu erwartenden niedrigen Schwefelgehalte in den Proben wurden die Keramikscheffchen (= Probenträger) vor der Messung ausgeglüht. Nach dem Abkühlen wurden etwa 500 mg Probenmaterial eingewogen und mit 300 mg des Wolfram-Zinn-Gemisches (1:1) gut vermischt. Die so vorbereitete Probe wurde mit ca. 1000 mg Eisenspäne abgedeckt. Die Messung erfolgte mit dem C/S-Analysator vom Typ multi EA\* und mit Hilfe eines automatischen Feststoffprobengebers. Bei 1350 °C wurden die Proben im Sauerstoffstrom vollständig oxidiert und das entstehende Messgas zum Detektor überführt. Für die Bestimmung des Schwefelgehaltes ist eine Kalibration des Gerätes notwendig. Die Kalibrierung des Analysators erfolgte mit Hilfe unterschiedlicher Einwaagen (ca. 50...500 mg) eines Glasstandards (TS = 0,1744 %), der wie die Glasproben vorbehandelt wurde. Bild 1 zeigt die entsprechende Kalibrationskurve.

### Ergebnisse und Diskussion

Mit dem C/S-Analysator vom Typ multi EA\* lässt sich der Gehalt an Schwefel in einer Probe bestimmen. In der Glasindustrie ist es jedoch üblich, den  $\text{SO}_3$ -Gehalt eines Glases anzugeben. Folglich ist der erhaltene Wert

\*) Analytik Jena AG, Analytical Instrumentation, Konrad-Zuse-Str. 1, 07745 Jena.

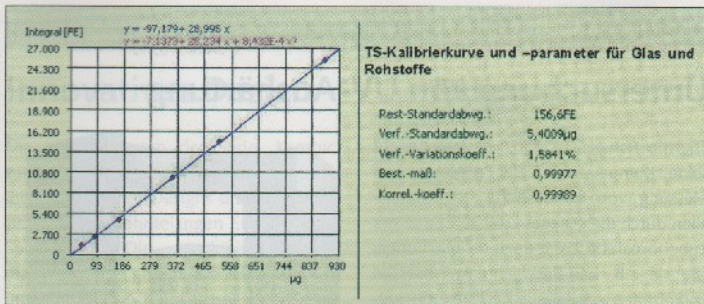


Bild 1: TS-Kalibrierkurve.

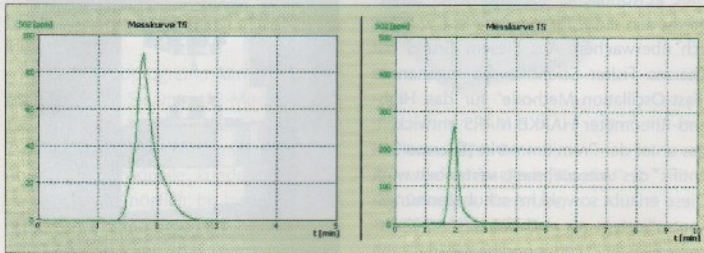


Bild 2: Messkurven für eine Gesamtschwefel-Bestimmung. Linkes Bild: TS-Messung für Glas, rechts: TS-Messung für Kalkstein.

Tab. 1: Messwerte und Auswertung.

Probenbezeichnung	Schwefelgehalt in % ± SD	SO <sub>3</sub> -Gehalt in %
Glas Wanne 1	0,05 ± 0,005	0,125
Glas Wanne 1	0,02 ± 0,005	0,005
Kalkstein (Rohstoff)	0,09 ± 0,005	0,225

für den Gesamtschwefel-Gehalt mit einem Faktor f zu multiplizieren:

$$f = \frac{M(\text{SO}_3)}{M(\text{S})} = \frac{80,08}{32,06} = 2,498$$

Demnach ergeben sich die in Tab. 1 gezeigten Messwerte, die jeweils aus drei Wiederholmessungen ermittelt wurden. Eine Blindwertkorrektur wurde nicht durchgeführt, da der Blindwert der Zuschlagsstoffe vernachlässigbar klein ist.

#### Zusammenfassung

Es konnte gezeigt werden, dass sich der SO<sub>3</sub>-Gehalt und damit die Qualität von Gläsern mit Hilfe des Elementaranalysators vom Typ multi EA<sup>®</sup> bestimmen lässt. Dabei wird zuerst der Gesamtschwefel-Gehalt ermittelt, welcher sich in den SO<sub>3</sub>-Gehalt (Faktor f = 2,498) umrechnen lässt. Da Glas bereits bei Temperaturen <1000 °C zu schmelzen beginnt, ist es unter „normalen“ Bedingungen (hohe Temperaturen ohne Zuschlagstoffe) schwierig, alle Schwefelverbindungen quantitativ zu erfassen. Die Verwendung von Zuschlagstoffen hat sich jedoch als erfolgreiche Methode zur Bestimmung des Gesamtschwefels unter reproduzierbaren Bedingungen erwiesen.

◆ Kennziffer 138  
**Elementaranalysator multi EA**  
 Analytik Jena, Jena,  
 Tel. 03641/77-70,  
 Fax 77-9279,  
[www.analytik-jena.com](http://www.analytik-jena.com)

#### WWW INFO

- Link zum IGR Institut für Glas- und Rohstofftechnologie: [www.igrmbh.de](http://www.igrmbh.de)
- Eine Fernseh-Reportage über „Extrem-Glas“ finden Sie unter <http://www.prosieben.de/tv/galileo/videos/clip/21854-extrem-glas-1.1615274/> bzw. <http://bit.ly/yMvWQF>.

## Mikrowellen-Druckaufschluss



speedwave

Einfachste Bedienung

Größtmögliche Sicherheit

Niedrigste Betriebskosten

LAB-SUPPLY

Wir stellen aus:  
 Leverkusen  
 14. März 2012



Weitere Informationen gibt es bei

**BERGHOF**

realizing your ideas.

Labortechnik  
[laboratorytechnology@berghof.com](mailto:laboratorytechnology@berghof.com)  
[www.berghof.com](http://www.berghof.com)  
 Tel.: +49 7121 894-202