



EXCELLENCE IN ELEMENTAL ANALYSIS

GRUNDLEGENDE ANWENDUNGSGRUNDLAGEN

BASIC APPLICATION INFORMATION

INHALTSVERZEICHNIS

1 Einführung.....	6
1.1 Allgemeine Empfehlungen.....	7
1.2 Vor dem Analysenbeginn.....	8
1.3 Grundlegende Anwendungsinformationen für alle Analysatoren.....	9
2 O/N/H-Analyse via Trägergasheiextraktion.....	12
2.1 Typisches Verbrauchsmaterial und Zubehr.....	14
2.2 Typische Einstellungen und bentigte Hilfsmittel fr Standardanwendungen.....	15
2.3 Verwendung verschiedener Tiegel.....	19
2.4 O/N/H-Analyse von unterschiedlich geformten Proben.....	20
2.4.1 Analyse fester Proben.....	20
2.4.2 Analyse von granularen und abgedrehten Proben.....	21
2.4.3 Analyse von pulverfrmigen Proben.....	23
2.5 Verwendung von Flussmittel.....	27
2.5.1 ON-Analyse in Titanproben.....	27
2.5.2 H-Analyse in Titanproben.....	28
2.6 Typische Fehler der ONH-Analyse.....	29
3 Induktionsofen-Analysator fr die C/S-Analyse.....	30
3.1 Typisches Verbrauchsmaterial und Zubehr.....	32
3.2 Typische Einstellungen und bentigte Hilfsmittel fr Standardanwendungen.....	34
3.3 Einsatz von Beschleunigern.....	35
3.4 Anwendung des korrekten Probengewichts.....	36
3.5 Verwendung von Tiegeln.....	37
3.6 Verwendung von Deckeln.....	39
3.7 Einsatz eines Trgergasreinigungsofens.....	39
3.8 Typische Fehler bei C/S-Messungen.....	40
4 Widerstandsofenanalysator fr die C(H)S-Analyse.....	42
4.1 Typisches Verbrauchsmaterial und Zubehr.....	44
4.2 Typische Einstellungen und erforderliche Hilfsmittel fr Standardanwendungen.....	45
4.3 Allgemeine Hinweise zur Verwendung von Verbrennungsschiffchen.....	46
4.4 Anwendung von "Beschleunigern".....	48
4.4.1 Verwendung von Combsolid.....	48
4.4.2 Verwendung von Quarzsand.....	49
4.5 Typische Fehler bei C/H/S-Messungen.....	50
5 Anhang.....	51
5.1 Verfgbare Anwendungshinweise fr ltere Analysatoren.....	51
5.3 ELTRA-Analysatoren und konforme Normen.....	57

1 Einführung

Dieses Dokument enthält grundlegende Anwendungsinformationen für ELTRA-Elementaranalysatoren. Die angegebenen Informationen gelten für die folgenden Analysengeräte:

Typ des Analysators	Aktuelle ELTRA ELEMENTRAC-Analysatoren	Ältere ELTRA Analysatoren
ONH-Analysator (Trägergasheiß- Extraktion)	ONH-p 2	ELEMENTRAC ONH-p 1 ONH 2000 ON 900 OH 900
CS-Analysator (Induktion)	CS-i CS-d (Induktionsofen)	CS 800 CS 2000 (Induktionsofen)
CS-Analysator (Widerstand)	CS-r / CHS-r CS-d (Widerstandsofen)	CS 580 CHS 580 CS 2000 (Widerstandsofen)

Zusätzliche Informationen zu den ELTRA-Analysatoren finden Sie in den folgenden Dokumenten:

- Bedienungsanleitung
- Software-Handbuch (ELEMENTS Software; UNI Software)
- Software-Tutorial für ausgewählte Funktionen (ELEMENTS Software)
- Application Notes (verschiedene Analysatoren)

Für weitere Informationen wenden Sie sich bitte an Ihren lokalen ELTRA-Vertreter oder schreiben eine E-Mail: info@eltra.com

Haftungsausschluss

Dieses Dokument wurde nach dem neuesten Stand der Technik über die ELTRA-Analysatoren und relevante Normen (z. B. ASTM E 1019) erstellt. ELTRA haftet nicht für Tippfehler in diesem Dokument, Änderungen in den Normen oder Schäden am Analysator aufgrund falscher Anwendung von Einstellungen, Verbrauchsmaterialien, CRMs oder Proben.

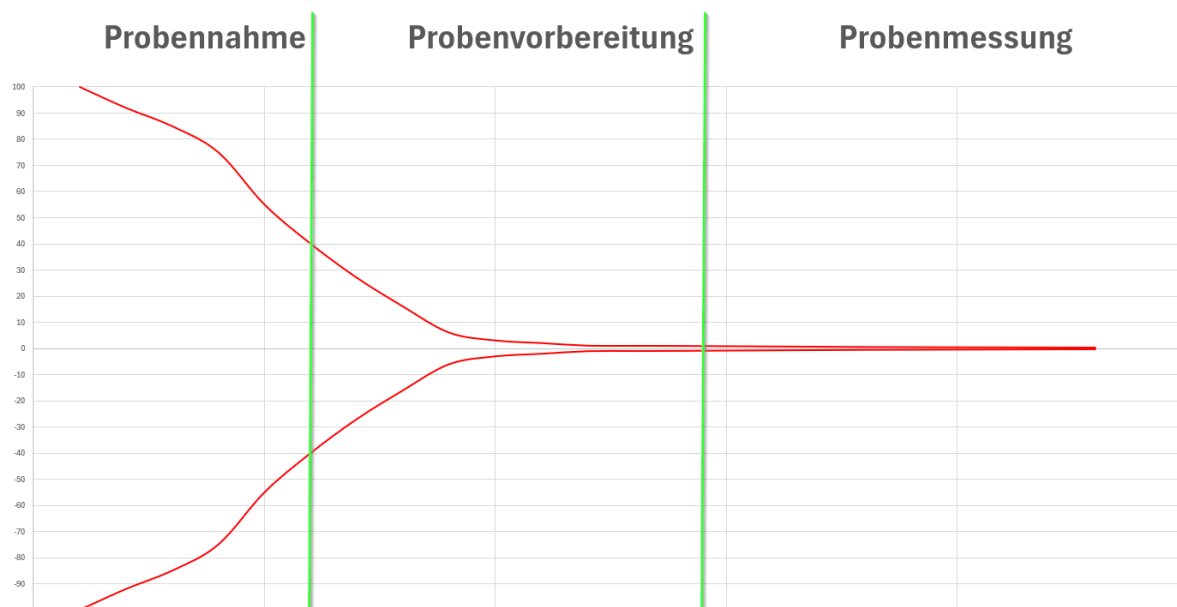
1.1 Allgemeine Empfehlungen

Eine zuverlässige und präzise Bestimmung von Sauerstoff, Stickstoff, Wasserstoff oder Kohlenstoff und Schwefel beschränkt sich nicht auf die richtigen Einstellungen im Analysegerät oder die Verwendung von normgerechten Verbrauchsmaterialien. Es muss immer der gesamte Analyseprozess berücksichtigt werden.

Schritt	Mögliche Fehlerquellen (Beispiele)
Probenahme	- Entnahme einer falschen / nicht repräsentativen Stichprobe
Probenvorbereitung	- Eintrag des zu messenden Elements - Präparation einer nicht geeigneten Probe (Form, Größe, Gewicht) - Verlust des zu analysierenden Elements durch zu große Hitzeeinwirkung
Lagerung	- Die Probe korrodiert, wird nass, altert, ändert ihre chemische Zusammensetzung
Vorbereitung vor der Analyse	- Möglicherweise ist eine zusätzliche Reinigung vor der Analyse erforderlich - Verwendung von Flussmitteln / Beschleunigern
Analyse	- Korrekte Anwendung von Temperatur- und Kanaleinstellungen
Bericht	- Bericht über die korrekten Ergebnisse

Im Allgemeinen ist das Fehlerrisiko zu Beginn des analytischen Prozesses höher als am Ende des Prozesses.

FEHLER IM ANALYTISCHEN PROZESS



Darstellung von Fehlern im analytischen Prozess

1.2 Vor dem Analysenbeginn

Bevor Sie mit der Analyse beginnen, sollten Sie zunächst die folgenden Details berücksichtigen:

Thema	Fragen	Beispiel
Sicherheit	Setzt die Probe bei der Verbrennung / Zersetzung Stoffe frei, die den Benutzer oder das Analysegerät schädigen können?	Freisetzung von Säuren, Halogenen, Metaldämpfen, usw.
Laborausstattung	Können gefährliche Stoffe gewogen, angewendet und sicher entsorgt werden? Sind die Proben hygroskopisch? Stehen geeignete Waagen (z. B. für Mikromengen) zur Verfügung?	Je nach Zusammensetzung der Probe müssen verschiedene Beschleuniger, Hilfsmittel oder eine Halogenfalle eingesetzt werden. Sind alle erforderlichen Zubehörteile im Labor vorhanden?
Eignung der Analysemethode	Ist die verwendete Analysetechnik für die analytische Anforderung geeignet?	Zusätzliche Informationen finden Sie in den Kapiteln zum Analysator. Z.B. dürfen keine Flüssigkeiten im ONH-p2 analysiert werden
Anwendung - Hardware -	Vor der Analyse ist zu klären, ob die gewünschte Anwendung durchgeführt werden kann (benötigte Hilfsmittel zur Probenvorbereitung, Analyse und Kalibrierung)	Beschleuniger, Hilfsstoffe (Graphit, Sand), Kapseln, Körbchen sind Materialien, die eventuell benötigt werden, ebenso wie geeignetes Kalibriermaterial.
Anwendung - Software -	Legen Sie die geeigneten Einstellungen fest und kalibrieren Sie im richtigen Analysebereich.	Analyseleistung, Analysezeit, Kalibrierung
Anforderungen der Normen (siehe Liste im Anhang)	Wird eine standardkonforme Analyse verlangt?	Bitte lesen Sie die Norm intensiv bezüglich - Probennahme - Probenvorbereitung - Kalibrierung - Messung

1.3 Grundlegende Anwendungsinformationen für alle Analysatoren

Eine zuverlässige Analyse von Kohlenstoff, Schwefel, Sauerstoff, Stickstoff und Wasserstoff erfordert eine "passende" Kombination von Verbrauchsmaterialien und Einstellungen in der Software. In der folgenden Tabelle sind die grundlegenden Details für die Verbrennungsanalyse zusammengefasst:

	C/(H)/S Analyse mittels Widerstandsofen	C/S Analyse mittels Induktionsofen	O/N/H Analyse mittels Elektrode / Impulsofen
Geeignete Proben	Kohle, Koks, Öl, Erze, Baumaterialien, Pflanzen, Böden	Stahl, Eisen, Legierungen, Keramiken, Erze, Baustoffe	Stahl, Eisen, Legierungen, Keramiken
Nicht geeignete Proben	Stahl, Metalle	Öl, Kraftstoffe, Pflanzenmaterial	Kohle, Koks, Lebensmittel, flüssige Proben
Typische Probengewichte	60 - 500 mg	60 – 1000 mg	10 – 2000 mg
"Hardware-Anforderungen"			
Probenträger	Keramische Schiffchen - Einweg (klein) - Wiederverwendbar (klein) - Wiederverwendbar (groß)	Keramiktiegel - Ausgeglüht? - Mit Folie umwickelt? - Verpackt in Tüte - Anwendung von Deckeln?	Graphit-Tiegel - Einzel - Innen + außen - Zinn / Nickel - Kapseln für die Analyse von Pulver
Beschleuniger / Flussmittel	- Quarzsand - Combsolid	- Wolfram - Eisen - Eisen (hoher Reinheitsgrad) - Zinn - Kupfer - ELTRACell	- Nickel-Körbchen - Zinnplättchen - Nickelzuschlag - Graphit
"Software-Einstellungen"			
Angewandte Temperatur	Kann in Grad C eingestellt werden; typischerweise von 600 -1550°C	Kann nicht direkt eingestellt werden; die Verbrennung von Probe und Beschleuniger ergibt Temperaturen von > 2000°C	Anwendung von elektrischer Leistung. Typischerweise 3000- 6000 W; resultierende Temperaturen bis zu 3000 °C
Kanal-Einstellungen	- Element oder Kanal ein/aus - Integrationsverzögerung - Min & Max Zeit - Komparator-Faktoren		
" Kalibrierung "			
Geeignetes Kalibriermaterial	Kohle, Koks, Erde, Erze, Kalkstein, CaCO ₃ , ZnS, BaSO ₄	Stahl, Gusseisen, Kalkstein, Erde, Erze, CaO ₃ , ZnS, BaSO ₄	Stahl, Titan, Kupfer, Keramiken

Hinweis

Empfehlungen von ELTRA für die korrekte Analyse (z.B. bzgl. Beschleuniger, Probenträger, Temperatur,...) in den ELTRA Application Notes basieren üblicherweise auf der chemischen Zusammensetzung der Probe. Das bedeutet, dass die Application Notes in der Regel die Einstellungen für eine typische "Basis" wie Stahl, Eisen oder Kalkstein gültig sind. Je nach den im Labor untersuchten Proben können jedoch Anpassungen in den empfohlenen Einstellungen erforderlich sein. So könnte z. B. die Anwendung höherer Probeneinwaagen im ONH-p2 auch die Anwendung einer höheren Leistung erfordern. Eine höhere Leistung im Vergleich zur Application Note könnte auch erforderlich sein, wenn eine Probe höher legiert ist (z. B. rostfreier Stahl mit hohem Chromgehalt). Je nach den örtlichen Gegebenheiten und der erwarteten Konzentration können weitere Anpassungen (Stabilisierungszeit, verwendeter Beschleuniger und Menge) im Vergleich zur offiziellen Application Note erforderlich sein:

Anmerkungen zum verwendeten Probengewicht

Die Verwendung eines geeigneten Probengewichts zur Analyse in einem ELTRA-Analysator ist immer ein Kompromiss aus verschiedenen Faktoren. Die grundsätzlichen Effekte bei der Anwendung von hohen und niedrigen Probeneinwaage werden im folgenden Beispiel illustriert.

	Hohes Probengewicht	Niedriges Probengewicht
Applikation	C/S Analyse von Kohle im Elementrac CS-r	
Beispiel	500 mg Kohle im CS-r	50 mg Kohle im CS-r
Vorteile	(Heterogene) Proben können mit einer guten Wiederholbarkeit und einer niedrigen Nachweisgrenze analysiert werden	<ul style="list-style-type: none"> - Schnelle Analyse - Geringe Wartungsintervalle
Nachteile	<ul style="list-style-type: none"> - Längere Analysenzeit - Ggf. entspricht die applizierte Masse nicht der Norm - Hoher Verbrauch von Verbrauchsmaterialien - Sättigung der Kanäle - Hohe Wartungsintervalle 	<ul style="list-style-type: none"> - Schlechte Reproduzierbarkeit - Wiegefehler - Ggf. entspricht die applizierte Masse nicht der Norm

Die in den Application Notes empfohlenen Einwaagen von Proben berücksichtigen die Vorgaben von ggf. relevanten Normen und ermöglichen eine gute Wiederholbarkeit der Messung bei einem angemessenen Verbrauch and Chemikalien und einem üblichem Wartungszyklus des Analysators. Je nach den örtlichen Gegebenheiten können jedoch immer Anpassungen erforderlich sein.

2 O/N/H-Analyse via Trägergasheißextraktion (TGHE)

ELTRA TGHE- Analysatoren eignen sich hervorragend für die zuverlässige Analyse von Sauerstoff, Stickstoff und Wasserstoff in anorganischen Proben wie Metallen, Legierungen und Keramiken.

Thema	Beschreibung
Aktueller Analysator	ELEMENTRAC ONH-p 2
Ältere Analysatoren	ONH-p ONH 2000, ON 900, OH 900
Typische Proben	Eisen, Stahl, Kupfer, Titan, Keramiken
Nicht unterstützte Proben	Brennstoffe (Kohle, Koks, Öl), Lebensmittel, Pharmazeutika, alle flüssigen Proben
Typische Probengewichte	10 - 2000 mg
Typische Analysedauer	25 - 90 Sekunden (nur Messkurven)
Typische Zyklusdauer	160 - 300 Sekunden (gesamte Analysezeit)



ELEMENTRAC ONH-p 2 mit optionalem Autoloader und Cleaner

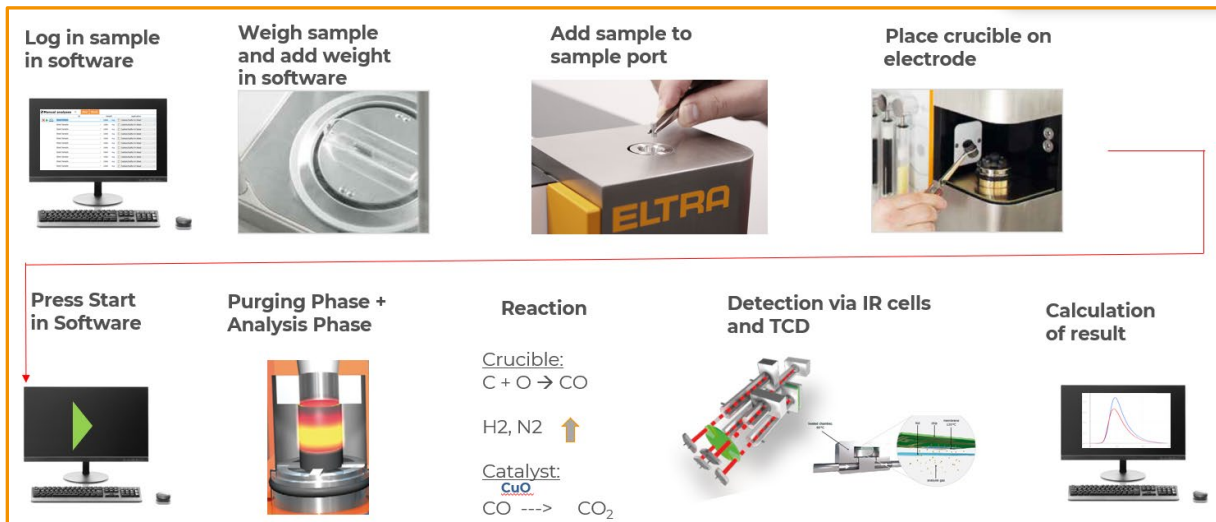
Allgemeine Anwendung:


Illustration der O/N/H Analyse

Die Probe wird mit ihrem Probengewicht in der Software angemeldet und die Probe wird der Probenschleuse zugeführt. Zu Beginn der Analyse wird der Tiegel vorgeheizt und die Schleuse mit Trägergas gespült, um atmosphärische Gase zu entfernen. Nach einer Ausgasungs- und Stabilisierungsphase fällt die Probe in den heißen Tiegel und Sauerstoff wird als CO, während Stickstoff und Wasserstoff in elementarer Form freigesetzt werden. Das Trägergas leitet die freigesetzten Gase durch einen Katalysator und anschließend zu IR- und / oder Wärmeleitfähigkeitszelle.

2.1 Typisches Verbrauchsmaterial und Zubehör

Für ELTRA TGHE-Analysatoren sind verschiedene Verbrauchsmaterialien erhältlich, die für die normgerechte Analyse verschiedener Proben verwendet werden können

Artikelnummer	Bezeichnung	Verwendungszweck
88400-0213	Pinzette, gebogen für Graphit-Tiegel	Applikation von Graphit-Tiegeln
88400-0229	Pinzette 160 mm, spitz zulaufend	Einbringen von festen Proben in die Probenschleuse
90180	Innerer Graphit-Tiegel	Kann für jede Anwendung verwendet werden
90185	Äußerer Graphit-Tiegel	
90190	Einzelne Schmelztiegel	Empfohlen für die Analyse von Kupfer und Stahl
90257	Nickel-Kapseln 3,2 x 7 mm	Messung von Pulvern bzgl. O/N/H (kleine Probenmengen)
90256	Nickel-Kapseln 4,5 x 10 mm	Messung von Pulvern bzgl. O/N/H (mittlere Probenmengen)
90252	Zinn-Kapseln 5 x 18 mm	Messung von Pulvern bzgl. N/H (große Probenmengen)
90800	Graphit	Die Verwendung von bis zu 30 mg in einem Graphit-Tiegel kann die Sauerstoffmessung verbessern
88600-0012	Nickel-Körbchen	Erforderlich für die O/N-Analyse in Titan
90251	Zinnplättchen	Erforderlich für die H-Analyse in Titan
90258	Nickel	Kann als Flussmittel für die Analyse von Proben mit einem niedrigen Schmelzpunkt verwendet werden



90190 Tiegel



90256 Nickelkapseln



90252 Zinnkapseln

2.2 Typische Einstellungen und benötigte Hilfsmittel für Standardanwendungen

Typische Anwendungen für TGHE-Analysatoren sind die O/N/H-Analyse von Metallen, Legierungen und Keramiken. In der folgenden Tabelle sind die Grundeinstellungen für die wichtigsten Anwendungen zusammengefasst:

Element	Typisches Probengewicht (mg)	Tiegel	Flussmittel	Analyseleistung
Materialien auf Eisenbasis: Stahl, Eisen				
ON	1000	90190 oder 90180+90185	NN	4000-5000 W
H	1000			3200-4200 W
Materialien auf Kupferbasis				
O	1000	90190 oder 90180+90185	NN	3000-5000 W
Materialien auf Titanbasis				
ON	100	90180+90185	Nickel- Körbchen	5500-6000 W
H	100-250		Zinnplättchen	32000-4000 W
Keramiken				
ON	10-50	90180+90185	Graphit	W

Typisches Probengewicht

Bei Stahl-, Kupfer- und vergleichbaren Proben kann das anwendbare Probengewicht je nach verwendetem Analysegerät, chemischer Zusammensetzung der Probe und Probenform unterschiedlich sein. Bei Materialien wie Titan ist das maximal zulässige Probengewicht auf 100-130 mg für die ON- und ca. 250 mg für die H-Analyse begrenzt. Bei höheren Probenmengen werden die vorhandenen Gase möglicherweise nicht komplett freigesetzt. Bei keramischen Werkstoffen ist der Messbereich des Analysators zu berücksichtigen. Hohe Probeneinwaagen können zur Sättigung der IR- oder TC-Zelle führen.

Tiegel

Die Kombination von inneren und äußeren Tiegeln ist für alle Anwendungen geeignet und bietet im Allgemeinen die beste Wiederholbarkeit. Einzelne Tiegel (90190) benötigen im Allgemeinen weniger Analyseleistung (~300 W) und werden für Kupfer- und Stahlanwendungen empfohlen. Die Anwendung einer höheren Leistung wie z.B. 5000 W oder mehr kann bei Einfachtiegeln zu Rissen im Tiegel und zum Festkleben des Tiegels an der oberen Elektrode führen.

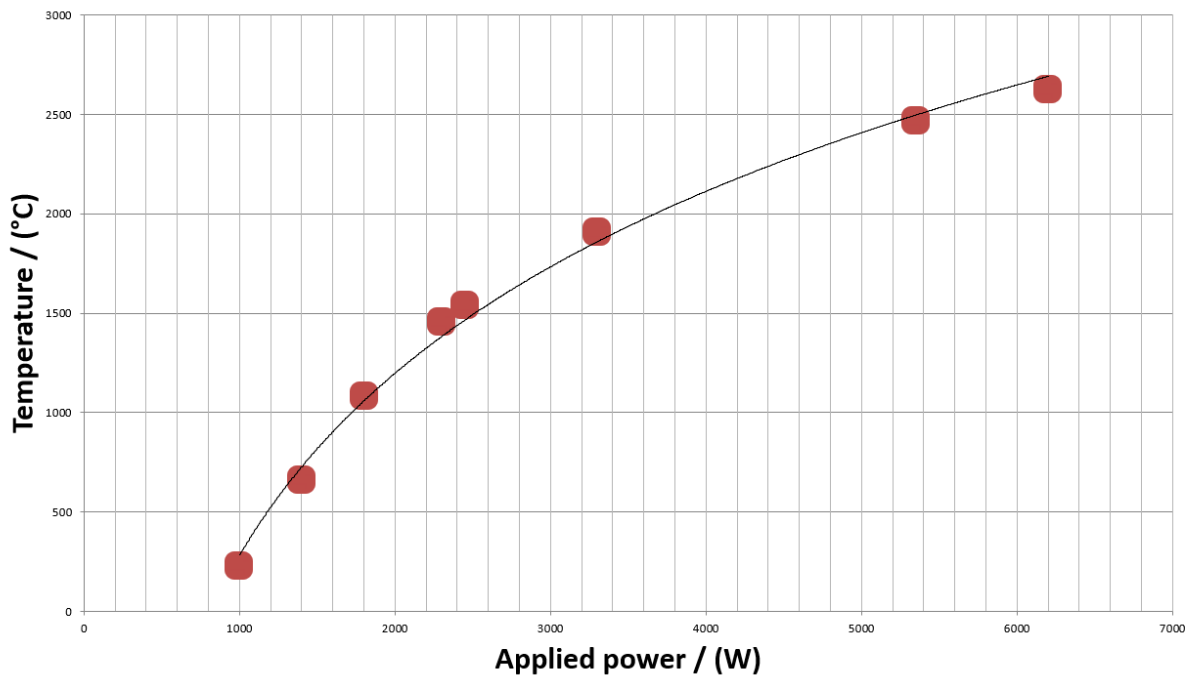
Flussmittel

Flussmittel sind manchmal für normkonforme Arbeiten erforderlich, z. B. für die O/N- oder H-Analyse in Titan. Das Flussmittel senkt den Schmelzpunkt der Probe und gewährleistet die vollständige Freisetzung der vorhandenen Gase. Bei der Sauerstoffanalyse in Keramiken oder anderen Proben mit hohem Sauerstoffgehalt (0,1 % und mehr) kann Graphit die Wiederholbarkeit der Sauerstoffmessung verbessern, da zusätzlicher fein verteilter Graphit für die Reaktion mit dem Sauerstoff der Probe bereitgestellt wird. Die Verwendung von Nickel (90258) könnte erforderlich sein, wenn die Analyse von Proben mit einem niedrigen Schmelzpunkt erforderlich ist (z. B. Zinn, Zink). In solchen Fällen wird der Schmelzpunkt heraufgesetzt und ein Spritzen der Proben unterbunden.

Analyseleistung

Die Anwendung der richtigen Analyseleistung sollte die vollständige Freisetzung aller eingebetteten Gase gewährleisten. Bei unbekanntem Proben kann der Schmelzpunkt der Probe eine gute Orientierung für die Anwendung der richtigen Analyseleistung sein:

Temperature / Power Diagram ELTRA ELEMENTRAC ONH-p2



Temperatur-/Leistungsdiagramm für ONH-p 2

Metal	Schmelzpunkt (°C)	Erforderliche Leistung für das Schmelzen (W)
Zinn	231	1000
Kupfer	1085	1800
Nickel	1455	2200
Eisen	1538	2300
Chrom	1907	3200
Niobium	2469	5350
Molybdän	2623	6500

Achtung!

Neben dem Schmelzen der Probe sollte auch die erforderliche Leistung zur Freisetzung der Gase berücksichtigt werden.

Beispiel:

Reines Kupfer schmilzt schon bei einer angelegten Leistung von 1800 W. Die bereitgestellte Temperatur bei 1800 W reicht jedoch nicht aus, um den Sauerstoff der Probe freizusetzen und sie mit dem Kohlenstoff des Tiegels reagieren zu lassen. Um das Schmelzen der Kupferprobe und eine vollständige Reaktion des Sauerstoffs der Probe mit dem Graphit des Tiegels zu gewährleisten, muss die angewandte Leistung auf mindestens 3200 W erhöht werden.

Die lokal anzuwendende Analyseleistung kann unterschiedlich sein durch:

- Probenmenge (höhere Menge benötigt mehr Leistung)
- Sauerstoffgehalt der Probe (mehr Sauerstoff benötigt mehr Leistung)
- Temperatur des Ofens (Kühlwasser: Je kühler der Ofen desto mehr Leistung)
- Hoher Gehalt an anderen Elementen (z. B. Mn; je höher legiert desto mehr Leistung)

Hinweis

Die angewandte Analyseleistung sollte mit der zur Stabilisierung angewendeten Leistung übereinstimmen.

Geeignetes Kalibriermaterial für die ONH Analyse:

Anwendung	Kann auch verwendet werden für	Empfohlenes Kalibriermaterial
O/N/H-Analyse in Stahl	Nickel, Kobalt (+500 W)	Stahlstifte 91100-100x für O/N 91400-100x für H Stahlpulver für hohes O 91500-1001 Kupferstifte für O 91100-100x
Kupfer	Messing, Bronze	Kupferstifte für O 91100-100x
O/N/H-Analyse in Titan	Ti6Al4V; Zr; Hf	Titanstifte für ONH 91205-100x Titan-Stifte für H 91305-100x

2.3 Verwendung verschiedener Tiegel

Innen- und Außentiegel sind die empfohlenen Tiegel für die meisten Anwendungen. Sie gewährleisten eine zuverlässige und wiederholbare Messung. Für die Stahl- und Kupferanalyse können einzelne Tiegel verwendet werden, aber die Verwendung einzelner Tiegel für Hochtemperaturanwendungen (z. B. O/N-Analyse in Titan) kann Probleme wie Blasenbildung und Rissbildung der Tiegel verursachen. Für die Arbeit mit inneren und äußeren Tiegeln legen Sie einfach den inneren Tiegel (90180) in einen äußeren Tiegel (90185):



Illustration der Verwendung von innerem und äußerem Tiegel

Nach der Messung geben Sie einfach den inneren Tiegel in den Abfall. Der äußere Tiegel kann ca. 10mal verwendet werden.

Hinweis:

Einfachtiegel sind zu einmaliger Benutzung gedacht und werden nach einmaliger Verwendung entsorgt. Wird ein optionaler Autoloader für den ONH-p2 verwendet, sind nur Einfachtiegel geeignet (andere Artikelnummer: 88400-0471). Für Hochtemperaturanwendungen werden andere Einstellungen, sowie ein externer Chiller benötigt (siehe Application Note 1102).

2.4 O/N/H-Analyse von unterschiedlich geformten Proben

Je nach Form der Probe sind unterschiedliche Anforderungen zu berücksichtigen:

- Feste Proben müssen geprüft werden, ob sie in den Tiegel und die Probenschleuse passen oder dort zu Blockaden führen.
- Granulat und abgedrehte Proben müssen auf ihr anwendbares maximales Probengewicht getestet werden (evtl. ist eine Kapsel erforderlich, wenn die Probe viel Feinanteil enthält)
- Pulver müssen immer unter Verwendung einer Kapsel analysiert werden

2.4.1 Analyse fester Proben

Stiftproben (Pins mit einem Nenngewicht von 1 g), verursachen in der Regel keine Probleme im Analysator. Bei der Verwendung von ungewöhnlich geformten Proben (Beispiel unten) muss immer geprüft werden, ob sie in die Probenöffnung und den verwendeten Tiegel passen. Proben mit einer kritischen Form könnten im Ofen stecken bleiben oder einen Kurzschluss verursachen.



Illustration einer kritischen Probenform: Möglicherweise nicht anwendbar in Ofen und Tiegel

2.4.2 Analyse von granularen und abgedrehten Proben

Abgedrehte oder gebohrte Proben auf Eisenbasis können direkt in die Probenschleuse des ONH-Analysegerätes gegeben werden. Abhängig von der Form der Probe und dem verwendeten Analysator ist bei dem angewandten Probengewicht zu prüfen, ob die Probenschleuse durch das Auftragen einer zu großen Probenmenge blockiert werden könnte.



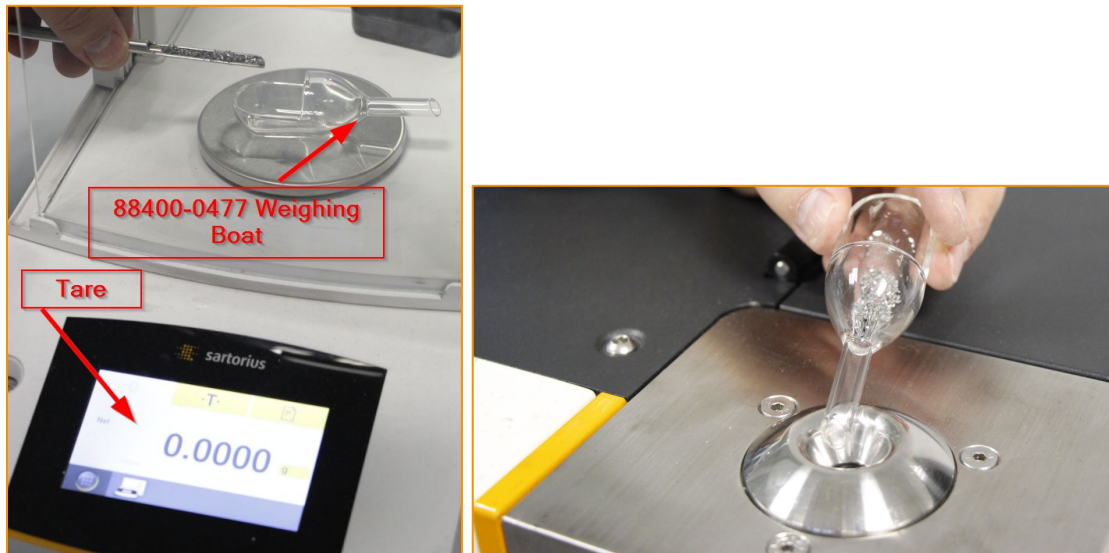
Beispiele für unterschiedlich geformte Proben: Prüfung des anwendbaren Probengewichts erforderlich

ELTRA empfiehlt die Verwendung eines Wiegeschiffchens bei der Applikation von Granulaten auf Eisenbasis

Teilenummer	Beschreibung
88400-0477	Wiegeschiffchen
23110	Spatel 6

Vorgehensweise bei der Analyse von abgedrehten Proben

- Das Wiegeschiffchen auf die Waage stellen und tarieren
- Probe wiegen und das Gewicht in die Software eingeben
- Granulat in die Probenschleuse füllen
- ELEMENTRAC ONH-p 2: Ausschalten der Einstellung: "Spülen beim Schließen" (Software)
Analyse starten



Wiegen und Applikation von Granulat in den ONH-Analysator

2.4.3 Analyse von pulverförmigen Proben

Pulvrige Proben können nicht direkt in den Ofen gegeben werden. Die Probe muss in Kapseln gefüllt werden. Die Verwendung von Pulvern ohne Kapseln kann zu verschiedenen Problemen führen, z. B. zu einer unzureichenden Bestimmung von O/N/H aufgrund eines unzureichenden Probentransports zum Tiegel. Die Verwendung von Kapseln hängt von dem verwendeten Analysegerät und der chemischen Zusammensetzung der Probe ab.

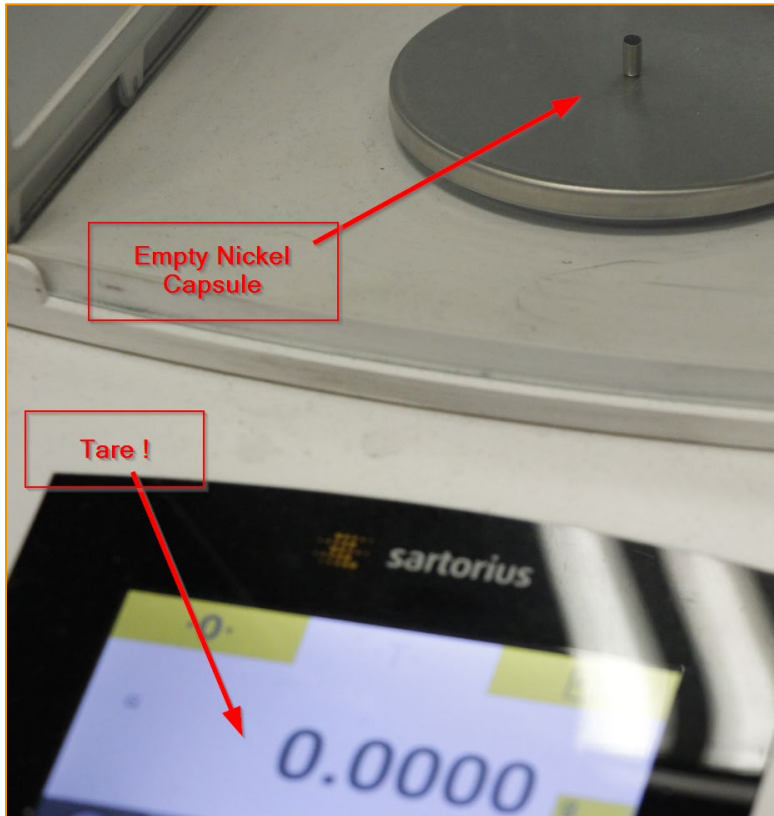
Anwendbares Probengewicht	Analysator	Geeignete Kapseln	Arbeitsablauf
Pulver auf Eisen-, Kupfer- und Nickelbasis			
100-500 mg	ELEMENTRAC ONH-p 2	90256 / 90257	Pulver in Kapsel füllen, ohne Verschluss in den Ofen geben
	ONH-p 1; ONH 2000	90256 / 90257	Pulver in Kapseln füllen, verschließen und in den Ofen geben
Pulver auf Titanbasis			
100 mg für ON; 250 mg für H-Analyse	ELEMENTRAC ONH-p 2	90256	Das Pulver in die Kapsel füllen. - ON-Analyse: Die geöffnete Kapsel in den Korb legen und das Körbchen mit der Kapsel in die Schleuse stellen. -H-Analyse: offene Kapsel in die Schleuse stellen
	ONH-p 1; ONH 2000	90256	Das Pulver in die Kapsel füllen. - ON-Analyse: Kapsel verschließen und in das Körbchen legen. Körbchen mit Kapsel in die Schleuse stellen -H-Analyse: versiegelte Kapsel in die Schleuse stellen

Empfohlene Werkzeuge für die ONH-Pulveranalyse

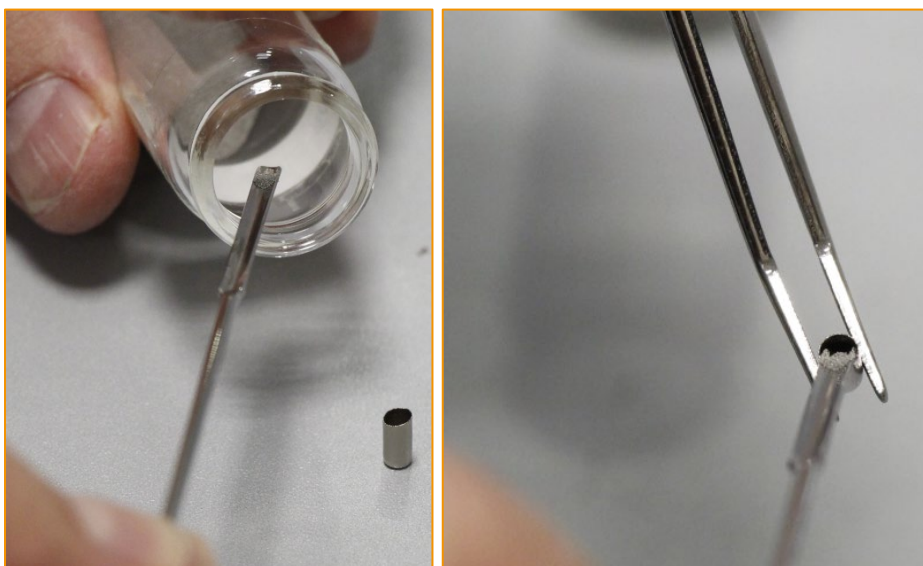
Teilenummer	Beschreibung
88400-0213	Pinzette, gebogen für Graphit-Tiegel
88400-0229	Pinzette 160 mm, spitzes Ende
90257 or 90256	Nickel-Kapsel
88400-0476	Mikrospatel
NN	Zange zum Verschließen der Kapsel
88600-0012	Nickelkörbchen: Erforderlich für die O/N-Analyse in Titan
90251	Zinntabletten: Erforderlich für die H-Analyse in Titan

Illustration des Arbeitsablaufs für die O/N/H Analyse von Pulvern

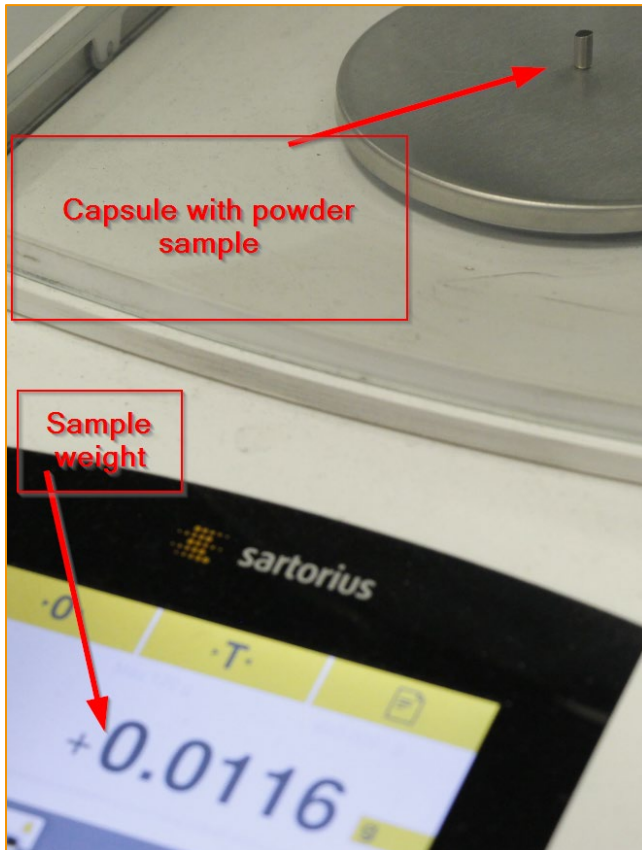
- Leere (Nickel-)Kapsel auf die Waage legen und tarieren



- Einfüllen der Probe mit Hilfe eines (Mikro-)Spatels



- Abgelegte Kapsel erneut wiegen und Gewicht in die Software eingeben



- **Hinweis:**
Je nach verwendetem Analysator und Zusammensetzung der Probe ist der weitere Arbeitsablauf unterschiedlich. Für die Analyse von Pulvern aus Kupfer, Stahl, Eisen und vergleichbaren Materialien kann die Kapsel direkt in die Probenschleuse gestellt werden. Bei der Analyse von Titan muss die Nickelkapsel in einen Nickelkorb appliziert werden.
- ELEMENTRAC ONH-p 2: Direkte Vorlage einer Kapsel ohne Verschluss (Eisen, Kupfer, Nickel und vergleichbare Proben) in die Probenschleuse



- ONH 2000 und ONH-p 1: Ein Verschluss der Kapsel ist aufgrund der rotierenden Probenschleuse erforderlich:

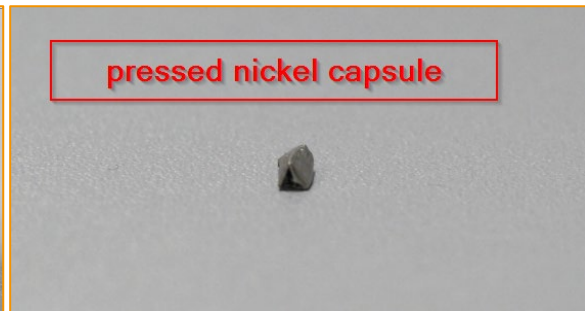
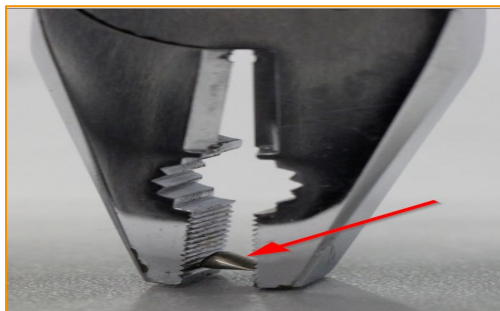
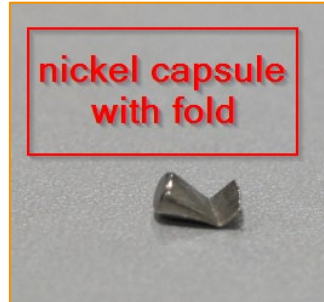
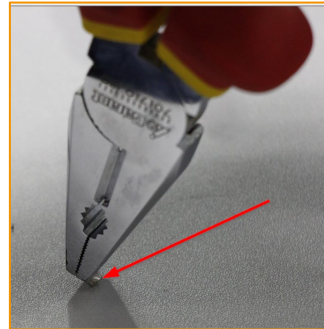
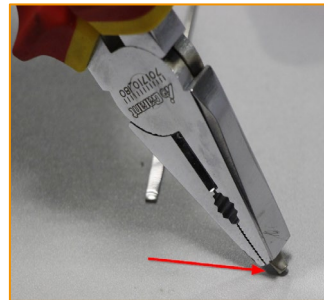


Illustration der Versiegelung einer Kapsel

- Proben auf Eisen-, Kupfer- und Nickelbasis (und vergleichbare) können direkt in die Probenschleuse gegeben werden. Proben auf Titanbasis erfordern Flussmittel (siehe unten).

2.5 Verwendung von Flussmittel

Einige Materialien wie Titan erfordern für eine korrekte und normgerechte Analyse die Anwendung von Flussmitteln wie Nickelkörbchen oder Zinnpellets. Die korrekte Verwendung wird im Folgenden erläutert.

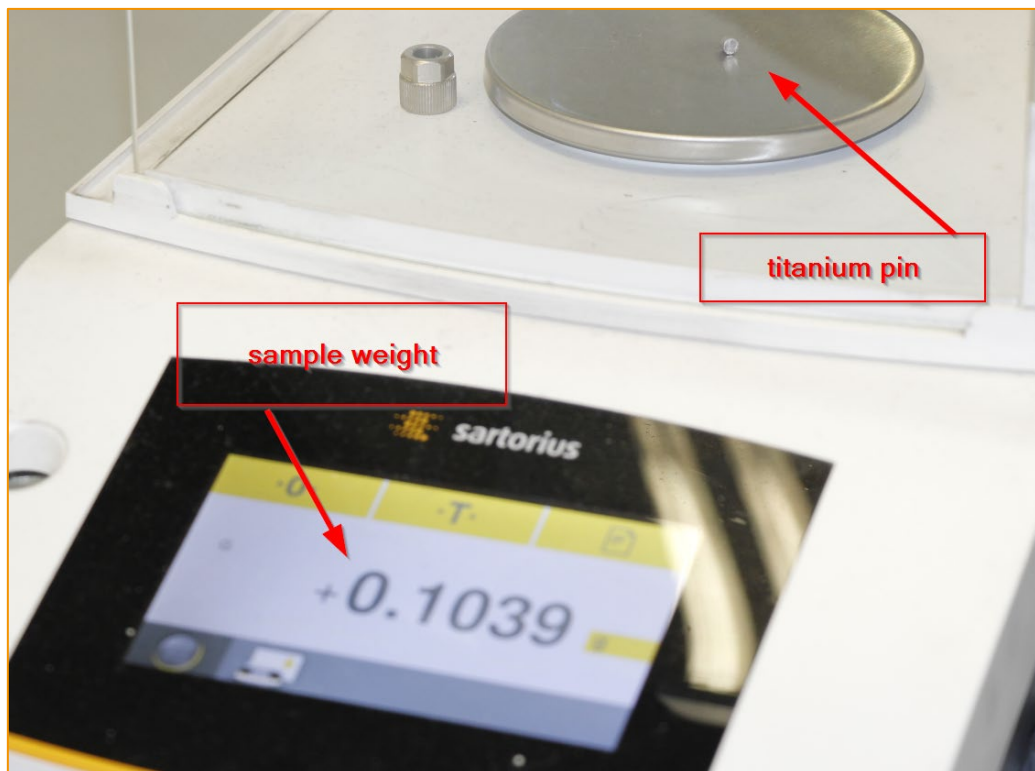
2.5.1 ON-Analyse in Titanproben

Für eine zuverlässige und normgerechte O/N-Analyse von hochschmelzenden Materialien wie Titan sind die folgenden Verbrauchsmaterialien erforderlich:

Teilenummer	Beschreibung
90250 oder	Nickelkörbchen, 1g
88600-0012	Nickelkörbchen, 1g hochrein

Darstellung des Arbeitsablaufes:

- Die Waage tarieren und die Probe oder das CRM wiegen (≤ 130 mg)



- Tragen Sie das Probengewicht in der Software ein
- Nehmen Sie ein Nickelkörbchen und legen Sie die Probe in das Körbchen



- ELEMENTRAC ONH-p 2: Direktes Einbringen von Körbchen + Probe in die Probenschleuse



- ELEMENTRAC ONH-p 1 und ONH 2000: Ein Verschluss des Körbchens ist aufgrund der rotierenden Probenschleuse erforderlich



2.5.2 H-Analyse in Titanproben

Für eine korrekte und normgerechte H-Analyse in hochschmelzenden Materialien wie z.B. Titan sind die folgenden Verbrauchsmaterialien erforderlich:

Teilenummer	Beschreibung
90251	Zinnplättchen

Illustration des Arbeitsablaufes

- Wiegen Sie die Probe oder das CRM (maximales Probengewicht ca. 250 mg)
- Das CRM oder die Probe wird mit ihrem Gewicht in die Software eintragen
- Bringen Sie die Probe in die Probenschleuse ein

- 2 Zinnplättchen (90251) in den Innentiegel einfüllen und den Tiegel auf die untere Elektrode setzen



Eintragen von Zinnplättchen in einen Graphit-Tiegel (H in Titananalyse)

2.6 Typische Fehler der ONH-Analyse

Fehler	Mögliche Gründe (in der Reihenfolge ihrer Relevanz)
Irritierende Stickstoff-ergebnisse	<ul style="list-style-type: none"> - Gesättigter Chemikalienfilter vor der WLD - Zu geringe angewandte Leistung (besonders bei Titan, hochlegiertem Stahl) oder zu niedrige Mindesttemperatur des Ofens - Verbrauchter Kupferoxid-Katalysator (rot/rosa gefärbt)
Irritierende Sauerstoff-ergebnisse	<ul style="list-style-type: none"> - Verschmutzte oder abgenutzte obere Elektrode/Ofen (obere Elektrode reinigen oder ersetzen, Ofen reinigen) - Blasenbildung (siehe Bild unten); 30 mg Graphit zugeben oder die Wartezeit nach dem Schmelzen erhöhen, um einen kalten Ofen zu gewährleisten) - Zu niedrige Ofentemperatur (45 °C in Minimum) - Verbrauchter Kupferoxid-Katalysator (rot/rosa gefärbt) - (zu hohe) Blindwerte von Kapseln und Körbchen - Verunreinigungen auf der Oberfläche der Probe (Empfehlung: mit Aceton reinigen!)
Irritierende Sauerstoff- und Stickstoff-ergebnisse	<ul style="list-style-type: none"> - Allgemeine Sauberkeit des Ofens und der Elektroden - Auswechseln der Glaswolle am Ofenausgang - Ungeeignetes Probengewicht - Nicht konstanter Arbeitsfluss (Empfehlung konstanter Ablauf: z.B. alle 5 Minuten eine Probe). Versuchen Sie alternativ, die Analyse-, Stabilisierungs- und Analyseleistung zu erhöhen
Fehlermeldung Offener Stromkreis	<ul style="list-style-type: none"> - O-Ring an der unteren Elektrode prüfen, reinigen und fetten - Zustand der unteren Elektrode prüfen (auswechseln)
Gasfluss nicht konstant	<ul style="list-style-type: none"> - Suche nach Leckagen (Chemikalienrohre, Ofen) - Druck der Gasversorgung prüfen (2 - 4 bar)



Illustration von "Blubbling": Blasenbildung; Messwerte sind dann oft unbrauchbar

3 Induktionsofen-Analysator für die C/S-Analyse

ELTRA-Verbrennungsanalysen mit Induktionsofen eignen sich für die zuverlässige Messung von Kohlenstoff und Schwefel in überwiegend anorganischen Proben wie Stahl, Eisen und Erzen oder Baustoffen.

Thema	Beschreibung
Aktuelle Analysatoren	ELEMENTRAC CS-i
Ältere Analysator	CS 800
Typische Probe	Eisen, Stahl, Gusseisen, Kupfer, andere Metalle, Keramik, Baumaterialien, Erze
Nicht unterstützt	Brennstoffe (Kohle, Koks, Öl); Lebensmittel, Pharmazeutika
Typische Probengewichte	60 - 1000 mg
Typische Analysedauer	30 - 80 Sekunden (nur Messkurven)
Typische Zyklusdauer	60 - 180 Sekunden (Gesamtanalysezeit)



ELEMENTRAC CS-i mit optionalem 36-Positionen-Autoloader

Allgemeine Anwendung



Illustration einer C/S-Analyse mit dem ELEMENTRAC CS-i

Die Probe wird in einen Keramiktiegel appliziert und mit ihrem Probengewicht in der Software eingetragen. Nach Zugabe eines geeigneten Beschleunigers (z.B. Wolfram) wird der Tiegel auf den Tiegelträger gestellt. Mit Beginn der Analyse wird die Verbrennungszone zunächst mit dem Trägergas Sauerstoff gespült, und nachfolgend wird die Probe mit der Hilfe des Induktionsofens geschmolzen. Dies führt zu einer Verbrennung der Probe und zur Freisetzung des eingebetteten Kohlenstoffs und Schwefels als CO₂ und SO₂. Diese Gase werden in bis zu 4 IR-Zellen gemessen.

3.1 Typisches Verbrauchsmaterial und Zubehör

Für C/S-Analysatoren mit Induktionsofen sind verschiedene Verbrauchsmaterialien erhältlich:

Teilenummer	Bezeichnung	Verwendungszweck
90145	Zange für Keramiktiegel	Transport von Schmelztiegeln
88400-0229	Pinzette 160 mm, spitzes Ende	Applikation von festen Proben, Deckeln
23110 / 23111	Spatel 6 oder Spatel 8	Vorlage von (granularen) Proben
23113	Löffel	Dosierung von Beschleuniger
90149	Keramische Tiegel, in Folie verpackt, 1000 Stück	Analyse von Stahlproben
90148	Keramische Tiegel, im Beutel, 1000 Stück	Analyse von Keramiken, Kalkstein (höherer Kohlenstoffblindwert)
88600-0014	Deckel (10mm Öffnung) für Schmelztiegel	Erforderlich für Proben mit sehr staubiger Verbrennung
88600-0017	Deckel (4mm Öffnung) für Schmelztiegel	
90220	Wolfram-Beschleuniger	Standardbeschleuniger für die Analyse von Stahl und anderen metallischen Proben (1,7 g)
90260	Eisen-Beschleuniger	Zusätzlich erforderlich (0,7 g) für die Analyse von nicht metallischen Proben oder Gusseisen. Hochreiner Beschleuniger hat niedrigere C/S Blindwerte.
88600-0013	Eisen-Beschleuniger mit hoher Reinheit	
88600-0010	Eltracell-Beschleuniger	Analyse von hochschmelzenden Materialien
90280	Zinn-Beschleuniger	Kann anstelle von Eisen verwendet werden (max. 0,5 g)
90240	Kupfer-Beschleuniger	Geeignet für die Analyse von Karbiden (SiC; WC) Hinweis: Kann Schwefelmessungen unterdrücken

3.2 Typische Einstellungen und benötigte Hilfsmittel für Standardanwendungen

Für die gängigsten Anwendungen wird folgendes empfohlen:

Probe	Beschleuniger	Typisches Probengewicht	Tiegel	ZRMS
Stahl / Eisen	1,7 g Wolfram	250 -1000 mg	90149	Stahl CRMS 92400-30xx 92400-40x 92500-100x
Ti, Zr, Cr, Mo	1,7 g Wolfram 0,7 g Eisen Alternativ 2 g EltraCell	Max. 250 mg	90149	Stahl CRMS Titan CRM 91305-100x
Gusseisen	1,7 g Wolfram 0,7 g Eisen	200 - 500 mg	90149 oder 90148	Gusseisen CRM 92400 (-3090-3102)
Kupfer	1 - 2 g Kupfer	500 - 1000 mg	90149	Stahl CRM Kupfer CRM 91000-1001
Kalkstein, Erze, Böden, Stäube, Ferrolegerungen und Vergleichbares	1,7 g Wolfram 0,7 g Eisen	50 - 250 mg	90149 oder 90148	Kalkstein 90812-300x Boden 90817-300x Erz 91900-100x 91900-2001
Karbide (WC; SiC)	1g Kupfer 0,7g Eisen ----- Alternativ 1,7 g Wolfram 0,7 g Eisen	Max. 250 mg	90149 oder 90148	CaCO ₃ : 90810

3.3 Einsatz von Beschleunigern

Der Beschleuniger bedeckt einerseits die Probe, um eine Verwirbelung der Probe bei starker Sauerstoffzufuhr zu vermeiden, andererseits ermöglicht er erst die Verbrennung im Induktionsofen. ELTRA empfiehlt, zuerst die Probe vorzulegen, gefolgt von der Applikation von Eisen (falls erforderlich), gefolgt von Wolfram. Eine konstante Zugabe von Beschleuniger (z. B. 1,7 +/- 0,1 g Wolfram) kann die Wiederholbarkeit der Messungen verbessern.



Anwendung von Wolfram mit Löffel (Teilenummer 23113)

Beschleuniger	1 Löffel bedeutet	Anmerkung
Wolfram	1,7 g	Standardbeschleuniger für Stahl- und Eisenproben. Kann mit Eisenbeschleuniger für die Messung von Gusseisen und Nicht-Metallproben wie Zement, Boden, etc. kombiniert werden.
Eisen (90260)	0,7 g	Empfohlen für die Analyse von Erzen, Kalkstein; muss in Kombination mit Wolfram verwendet werden (Dieser Eisenbeschleuniger hat einen höheren C/S Blindwert und eine höhere Streuung als der hochreine Eisenbeschleuniger)
Eisen hohe Reinheit	0,7 g	Empfohlen für die präzise Kohlenstoffanalyse von Karbiden, feuerfesten Materialien (+Wolfram)
Eltracell	1 g	Geeignet für die Analyse von hochschmelzenden Materialien, Gusseisen, usw. Ermöglicht hohe Verbrennungstemperaturen, erzeugt aber viel Staub.
Kupfer	1 g	Spezialbeschleuniger für die Analyse von Karbiden und Kupfer. Kann pur oder zusammen mit Eisen / Wolfram verwendet werden. Vorteil: Gewährleistet eine reibungslose und zuverlässige Verbrennung Nachteil: Kann Schwefelmessungen unterdrücken

3.4 Anwendung des korrekten Probengewichts

In der Regel wird ein Probengewicht zwischen 60 und 1000 mg im Tiegel vorgelegt und mit Beschleuniger bedeckt. Die folgende Liste enthält einige grundsätzliche Tipps und Empfehlungen für die geeignete Einwaage für ausgewählte Proben.

Allgemeine Empfehlungen

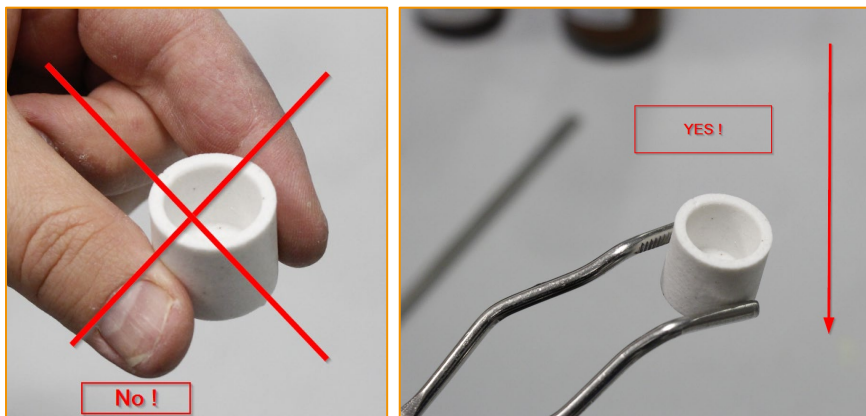
- Die Verwendung von homogenen Einwaagen bei Mehrfachmessungen (z. B. 0,5+-0,05 g) verbessert die Wiederholbarkeit der Messungen
- Analyse von Stahlproben: Bei hohen Konzentrationen anderer Elemente (Cr, Mn, Ti ...) reicht die Anwendung von reinem Wolfram möglicherweise nicht aus, um den gesamten eingebetteten Kohlenstoff und Schwefel zu lösen. Erhöhen Sie in diesem Fall die aufgetragene Wolframmenge auf 2 g, oder verwenden Sie 0,7 g Eisen + 1,7 g Wolfram oder 2 g ELTRACELL oder 1 - 2 g Kupfer (gilt nur für die C-Messung).

Art der Probe	Form	Empfehlungen bzgl. Probengewicht
Stahl	Solides Stück	Ein solides Stück sollte im Bereich zwischen 0,3 und 1 g liegen. Wenn die Anwendung von 1,7 g Wolfram nicht ausreichend ist, folgen Sie den allgemeinen Empfehlungen (s.o.)
	Granulat, abgedrehte Proben	Bei Probeneinwaagen unter 250 mg kann sich die Wiederholbarkeit für C/S Messungen verschlechtern (Einwaage erhöhen). Bei hohen Einwaagen wie 1000 mg verbessert sich i.A. die Wiederholbarkeit von Messungen im unteren ppm-Bereich.
Gusseisen	Feststoff, Granulat, Pulver	Es wird ein Probengewicht von maximal 500 mg empfohlen. Die Verwendung höherer Einwaagen führt in der Regel zu einer schlechteren Wiederholbarkeit und Wiederfindung.
Edelmetalle, Refraktärmetalle	NN	Diese Proben sind in der Regel auf eine Probenmenge von ca. 250 mg begrenzt. Auch bei Verwendung anderer Beschleuniger würde die Freisetzung von C/S nicht verbessert werden.
Kalkstein, Zement, Erze	Pulver	Diese Pulver können eine hohe Staubentwicklung oder eine Minderbestimmung von C/S aufweisen, wenn zu viel Probe aufgetragen wird. Verwenden Sie 60 - 120 (150) mg.
Karbide (WC)	Pulver	Für diese Probe verlangen die Kunden in der Regel eine sehr gute Wiederholbarkeit. Die Anwendung eines konstanten Gewichts von 250 +/- 2 mg ist dringend erforderlich.

3.5 Verwendung von Tiegeln

Bitte beachten Sie die folgenden Empfehlungen für den Umgang mit Tiegeln

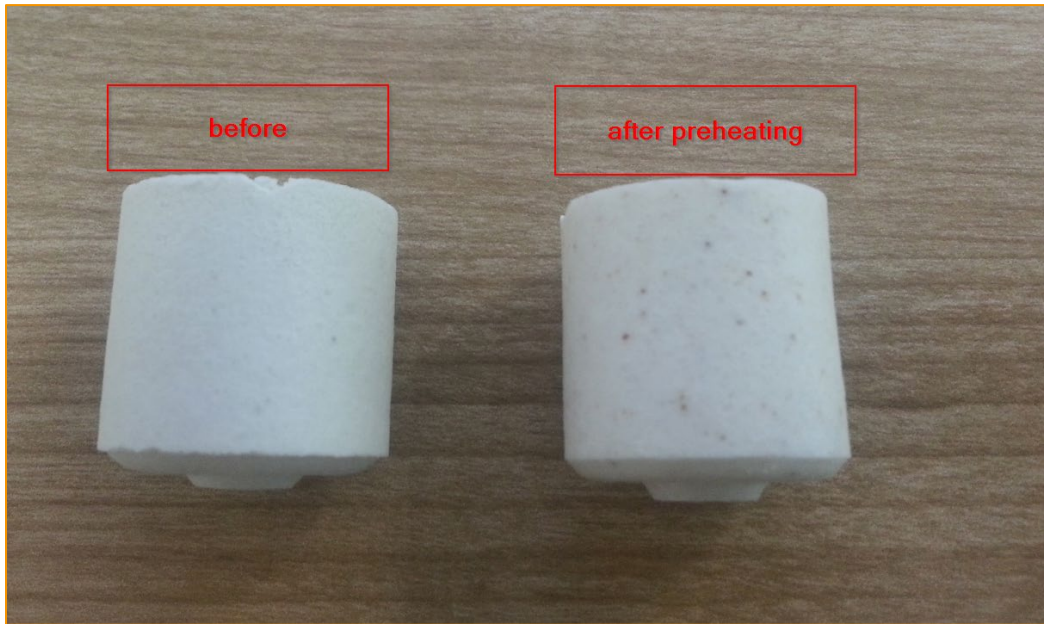
- Vermeiden Sie es, die Tiegel mit den Händen zu berühren. Der Kohlenstoffblindwert könnte erhöht werden.



- Abhängig von den verwendeten Tiegeln und der Lagerung der Tiegel ist der Blindwert für Kohlenstoff unterschiedlich und ggf. für die Messung relevant. Die folgende Tabelle veranschaulicht die Auswirkungen.

ZRM	Zertifiziert (1 Sigma Abweichung)	Ergebnisse mit vorgeheizten Tiegeln	Ergebnisse mit 90149 Tiegel (foliert)	Ergebnisse mit 90148 Tiegel (Beutel)	Ergebnisse mit 90148 Tiegel (Beutel mit verlängertem Luftkontakt)
92400-3020#312A	C: 29 ± 5 ppm S: 43 ± 3 ppm	C: 29.01 ± 0.71 ppm S: 43.00 ± 0.36 ppm	C: 49 ± 5 ppm S: 40 ± 3 ppm	C: 55 ± 7 ppm S: 43 ± 1 ppm	C: 88 ± 11 ppm S: 44 ± 1 ppm
92400-3030#320L	C: 220 ± 10 ppm S: 320 ± 30 ppm	C: 220.02 ± 2.33 ppm S: 320.00 ± 0.95 ppm	C: 235 ± 2 ppm S: 321 ± 2 ppm	C: 237 ± 5 ppm S: 319 ± 1 ppm	C: 274 ± 7 ppm S: 326 ± 5 ppm
92400-3050#814F	C: 0.1820 ± 0.002 % S: 0.0370 ± 0.002 %	C: 0.1820 ± 0.0009 % S: 0.0370 ± 0.0001 %	C: 0.1820 ± 0.0021 % S: 0.0370 ± 0.0002 %	C: 0.1837 ± 0.0019 % S: 0.0367 ± 0.0002 %	C: 0.184 ± 0.0006 % S: 0.037 ± 0.0001 %
Medium Offset zum zertifiziertem C Wert (500 mg Einwaage)	-	-	0-20 ppm	17-25 ppm	20-55 ppm

- **Hinweis:**
Die beste Wiederholbarkeit der Kohlenstoffmessung kann durch die Verwendung von kalzinierten (vorgeglühten) Tiegeln erreicht werden. Bei höheren Kohlenstoffkonzentrationen (> 0.1%) in der Probe ist der Blindwert des Tiegels üblicherweise vernachlässigbar. Diese Angaben gelten für Stahl und eine Einwaage von 500 mg.
- Das Vorheizen (Kalzinieren) von Tiegeln in einem Muffelofen für mindestens 1 Stunde bei 1000 °C könnte die Wiederholbarkeit von Kohlenstoffmessungen verbessern., wenn diese länger gelagert wurden.
- Bei einigen Tiegeln kann sich die Farbe ändern, wenn sie lange Zeit kalziniert werden. Diese Farbveränderung hat keinen Einfluss auf den Kohlenstoffblindwert:



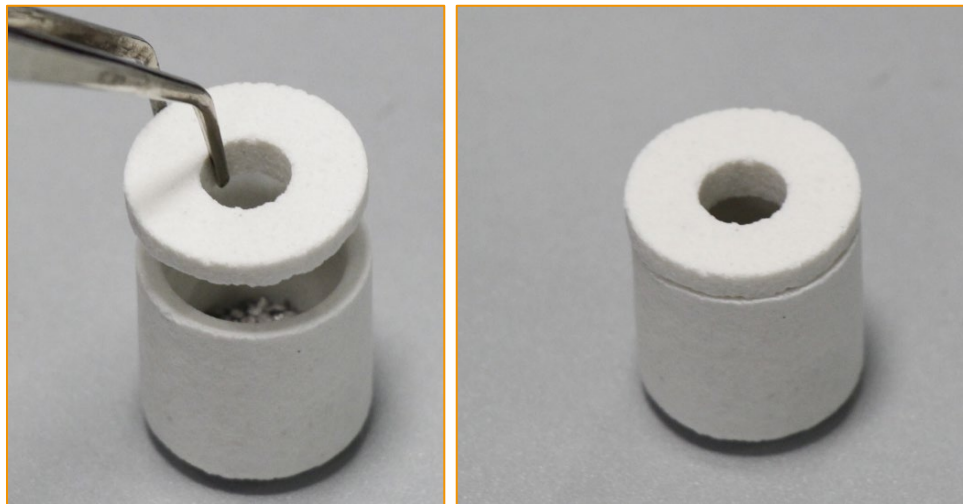
- Vorgewärmte (kalzinierte) Tiegel sollten in einem Exsikkator gelagert werden.



3.6 Verwendung von Deckeln

Einige Proben (Zinn, Ferromangan, ...) erzeugen bei der Verbrennung viel Staub. Zur Verringerung der Staubentwicklung und zur Verbesserung der Standardabweichung der Kohlenstoffmessung wird die Verwendung eines Tiegeldeckels empfohlen.

Er wird einfach oben auf den Tiegel gelegt.



Hinweis:

Die Anwendung von Deckeln kann die Wiederholbarkeit und Wiederfindung von Schwefel negativ beeinflussen. Ein hoher Sauerstofffluss sorgt im CS-i im Allgemeinen für eine hohe Verbrennungstemperatur im Tiegel. Wenn der Sauerstofffluss im Tiegel durch Aufbringen eines Deckels reduziert wird, ist die resultierende Temperatur möglicherweise nicht hoch genug, um den gesamten Schwefel freizusetzen.

3.7 Einsatz eines Trägergasreinigungsovens

Die Wiederholbarkeit der Kohlenstoffmessung im unteren ppm-Bereich ($C < 0,0005\%$) können durch mehrere Maßnahmen verbessert werden:

- Anwendung hoher Probeneinwaagen (z.B. Stahl: 1000 mg),
- Vorwärmen (Kalzinieren) von Tiegeln
- Einsatz eines Trägergasreinigungsovens (GRO 18).

Der Trägergasreinigungsoven oxidiert Spuren von Kohlenwasserstoffen, die in der üblichen Trägergasreinheit von 99,5 % vorhanden sein können. Weitere Einzelheiten finden Sie in der Anwendungsnotiz Nr. 1080.

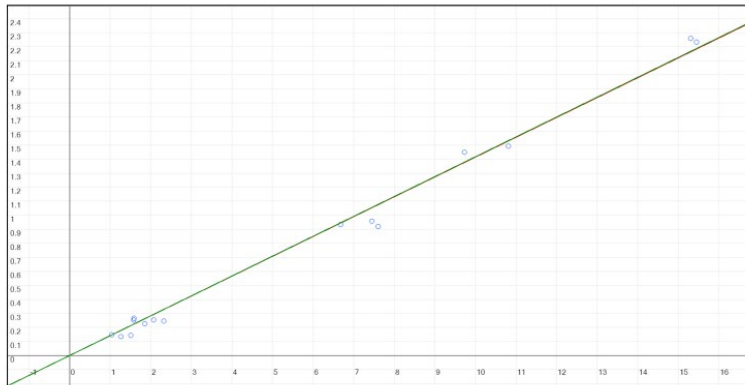
Typische Messungen von Stahlproben mit niedrigen Kohlenstoffkonzentrationen können Ergebnisse wie diese zeigen: (Tiegel wurden zuvor eine Stunde lang bei 1000 °C kalzinert)

ZRM Name	Zertifizierter Kohlenstoff Wert (ppm)	Gemessener C Wert (ppm) (N=3) ohne Trägergas-Reinigungsoven	Gemessener C Wert (ppm) (N=3) mit Trägergas-Reinigungsoven
502-401	2.6 ± 0.5	8.1 ± 0.2	3.2 ± 0.6
JSS 003-8	4.0 ± 0.6	11.5 ± 1.0	4.9 ± 0.4
502-704	5.0 ± 1.0	9.3 ± 0.6	4.4 ± 0.2

ECRM 285-2	18.0 ± 2.0	14.5 ± 1.0	19.5 ± 1.5
ECRM 284-3	25.0 ± 3.0	26.0 ± 1.9	24.7 ± 1.0
502-402	39.1 ± 0.9	34.6 ± 1.6	38.0 ± 0.5

Ein Trägergasreinigungssofen wird zwischen Gasversorgung und den Gaseingang des CS-Analysators geschaltet und hat mehrere positive Auswirkungen auf die Kohlenstoffmessung im unteren ppm-Bereich

- Weniger Kohlenstoffblindwert
- Verbesserte Wiederholbarkeit
- Lineare Kalibrierkurve im Kohlenstoffspurenbereich



Kohlenstoffkalibrierung im Spurenbereich mit
502-401, JSS 003-8, 502-704, ECRM 285-2, ECRM 284-3, 502-402

3.8 Typische Fehler bei C/S-Messungen

Fehler	Mögliche Gründe (in der Reihenfolge ihrer Relevanz)
Abweichende C/S-Ergebnisse	<ul style="list-style-type: none"> - Auftrag von zu viel Probe - Verunreinigung des Hitzeschilds (alte Probe fällt in den Tiegel) - Staubfilter muss gereinigt werden - Leckage <ul style="list-style-type: none"> - Siehe oberer Ofen: O-Ringe nicht abgedichtet - Gebrochenes oder verschmutztes Verbrennungsrohr - Verstopfte Verbindung zwischen Ofen und Staubfiter - Balston-Filter auswechseln - „Null“ Linie in den Messkurven: HF-Röhre austauschen
Geringfügige Bestimmung von Schwefel	<ul style="list-style-type: none"> - Anhydron unter der beheizten Staubfalle austauschen (keine Glaswolle darüber verwenden) - Temperatur der Staubfalle prüfen (muss mehr als "Handwarm" sein) - Prüfen, ob die Probe Kupfer enthält. Falls ja, den Ofen reinigen und für eine gleichmäßige Verbrennung sorgen (z. B. durch Einstellung des Gasflusses auf: nur Kammer: 25 Sekunden) - Balston-Filter auswechseln
Minder- Bestimmung von C/S im unteren ppm-Bereich (< 20 ppm)	<ul style="list-style-type: none"> - Analyse einer ausreichenden Probenmenge (1000 mg) - Anwendung einer geeigneten Kalibrierung (CRMS zwischen 0,0001-0,005 % C/S) - Dichtigkeitsprüfung, Wartung des Ofens und aller Chemikalien durchführen - Verwenden Sie eine geeignete minimale Analysezeit (20-30 Sekunden) und eine passende maximale Zeit (30-40 Sekunden)

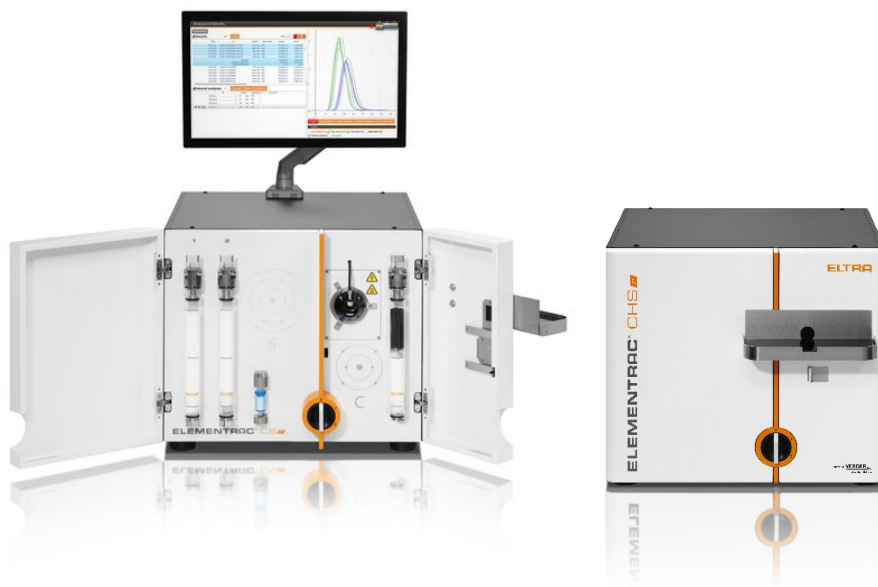
**Abweichende C-
Ergebnisse für niedrige
Konzentrationen
($< 0,005\ %C$)**

- Kalzierte Tiegel verwenden
- Verwendung einer geeigneten Einwaage (1000 mg)
- Verwendung eines Trägergas-Reinigungssofens

4 Widerstandsofenanalysator für die C(H)S-Analyse

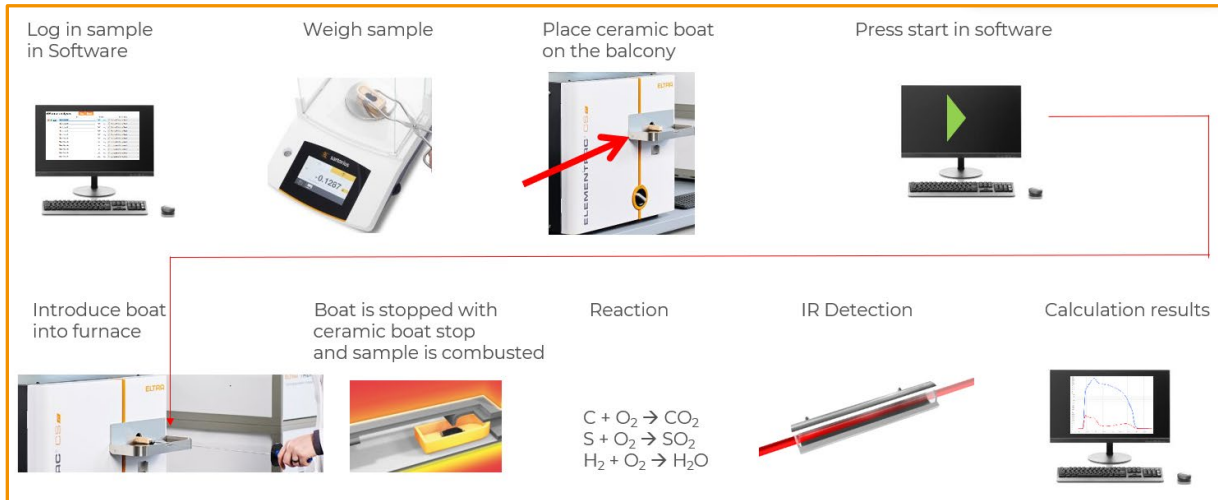
ELTRA Verbrennungsanalysatoren mit Widerstandsofen eignen sich für die zuverlässige Messung von organischen und ausgewählten anorganischen Proben.

Thema	Beschreibung
Aktuelle Analysegeräte	ELEMENTRAC CS-r / CHS-r
Ältere Analysegeräte	CS 580 / CHS 580
Typische Probe	Kohle, Koks, Öl, Erde, Erze, Kalkstein
Nicht unterstützt	Metalle wie Stahl, Eisen, Kupfer
Typisches Probengewicht	60 - 350 mg
Typische Analysedauer	30 - 240 Sekunden (nur Messkurven)
Typische Zyklusdauer	50 - 300 Sekunden (Gesamtanalysezeit)



ELEMENTRAC CS-r (mit optionalem Touchscreen) und CHS-r

Allgemeine Anwendung



Verwendung des ELEMENTRAC C(H)S-r

Der Widerstandsofen-Analysator ist als C;S-, C/S- oder C/H/S-Konfiguration verfügbar.

In jeder Konfiguration muss eine Probe in ein Keramikschißchen eingewogen, und das Probengewicht sowie die Proben-ID in der Software eingetragen werden. Mit Beginn der Analyse wird die Probe zur Verbrennung dem heißen Ofen zugeführt. Das freigesetzte H₂O, CO₂ und SO₂ wird in bis zu 4 IR-Zellen gemessen.

4.1 Typisches Verbrauchsmaterial und Zubehör

Für die Verbrennungsanalyse mit Widerstandsöfen sind die folgenden Verbrauchsmaterialien üblich:

Teilenummer	Beschreibung	Verwendungszweck
90145	Zange	Transport von Schiffchen
23110 / 23111	Spatel 6 oder Spatel 8	Einwiegen der Probe
90153	Wiederverwendbare Keramikschißchen, 500 Stück	Analyse von Brennstoffen und anderen schnell brennenden Proben
90160	Einweg Porzellan-schißchen, 1000 Stück	Analyse aller gängigen Proben
88600-0011	Wiederverwendbare Keramikschißchen, 95x13x10 mm, 500 Stück	Ideal geeignet für präzise C/H/S-Messungen
90840	Quarzsand	Für die Analyse von flüssigen Proben und die Abdeckung von schnell verbrennenden Proben (z.B. EDTA)
88600-0008	Comsolid	Empfohlen für die Analyse von Schwefel in Gestein, Erzen, Zement
88400-0517	Transferpipette	Applikation von flüssigen Proben



88600-0008: Comsolid (Wolframtrioxid): oxidiert Schwefel in Zement, Gesteinen, ...

4.2 Typische Einstellungen und erforderliche Hilfsmittel für Standardanwendungen

Die folgende Tabelle enthält allgemeine Einstellungen für die am häufigsten analysierten Proben im CS-r:

Probe	Empfohlenes Schiffchen	Probengewicht (mg)	Verbrennungstemperatur (°C)	Geeignete ZRMs
Kohle /Koks	90153 oder 90160 oder 88600-0011	150 – 350	1350	Kohle 92511-30xx Steinkohle premium 92550-30xx Koks premium 92560-3010 Petrolkoks 92570-30xx
Erze	90160, vielleicht 88600-0008	50 - 350	1450	Erze 91900-100x
Baumaterialien	90160 und 88600-0008	80 - 250	1500	Kalkstein 90812-30xx
Öle	90153 oder 88600-011 und 90840	30 - 150	1350	92530



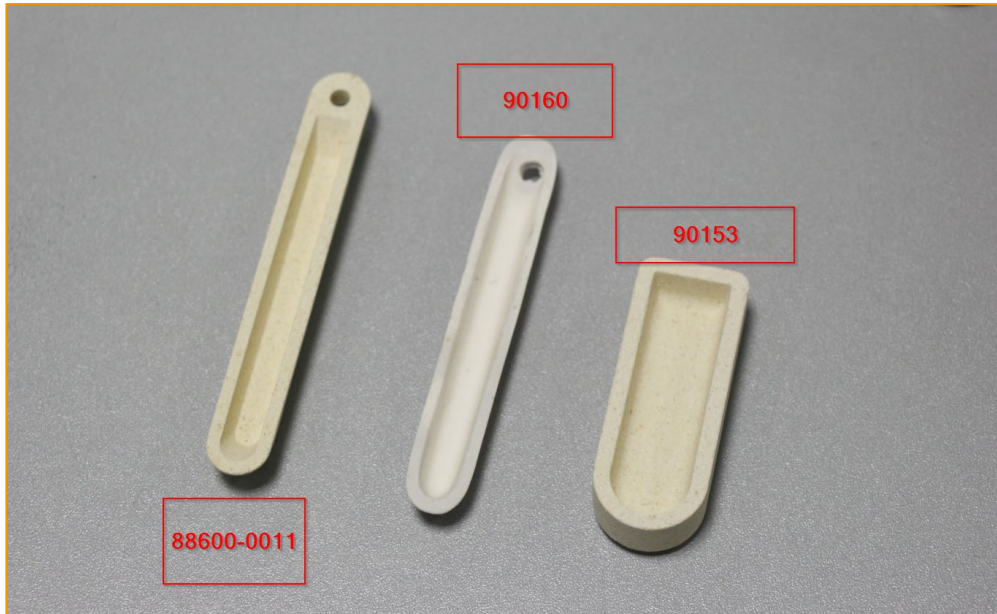
ELTRA CRM: Kohle



ELTRA CRM: EDTA

4.3 Allgemeine Hinweise zur Verwendung von Verbrennungsschiffchen

Für Verbrennungsanalytoren mit Widerstandsofen stehen mehrere Verbrennungsschiffchen zur Verfügung:

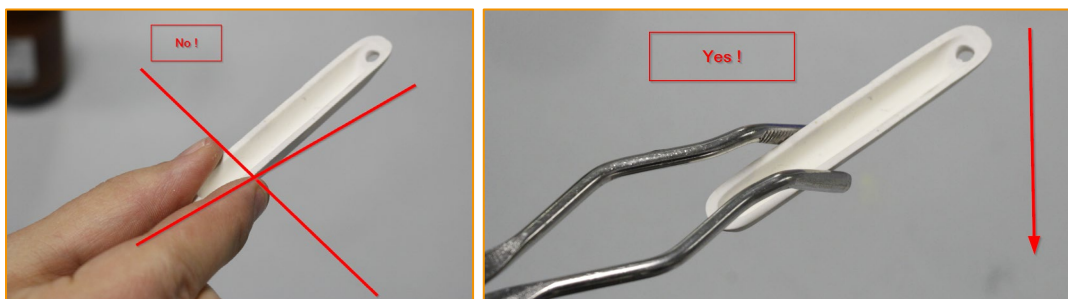


Verbrennungsschiffchen für C(H)S-Widerstandsofen-Analysator

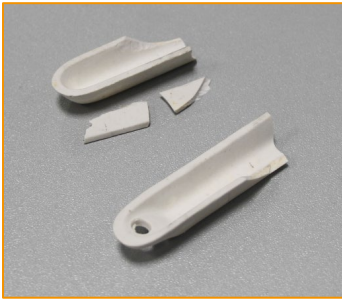
Teilenummer	Typische empfohlene Proben
90153	Kohle, Koks, Öl, Pflanzen, Kunststoffe
90160	Analyse aller gängigen Proben
88600-0011	Ideal geeignet für präzise C/H/S-Messungen

Die folgenden Empfehlungen gelten für die tägliche Praxis

- Berühren Sie die Boote nicht mit den Händen, bitte verwenden Sie eine Zange, um eine Kontamination mit Kohlenstoff zu vermeiden

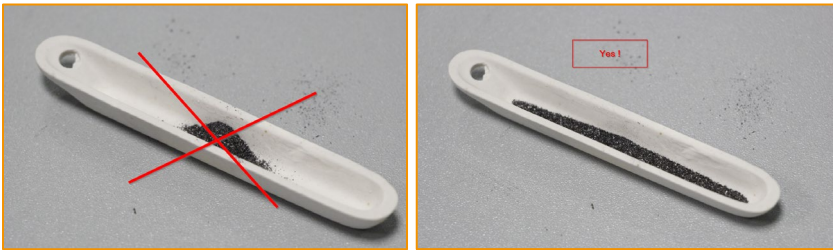


- Bei Hochtemperaturanwendungen (1400 °C und mehr) können die Einweg-Keramikschiffchen brechen



- Um ein Brechen zu vermeiden, sind folgende Schritte geeignet:

a) Vermeiden Sie es, intensiv brennende Proben (wie Chemikalien oder Brennstoffe) auf eine Stelle einzuwiegen. Verteilen Sie die Probe auf dem gleichmäßig auf dem gesamten Schiffchen



b) Bei Analysetemperaturen über 1400 °C sollten die 88600-0011 Schiffchen die erste Wahl für die Analyse von Kohlenstoff, Wasserstoff und Schwefel sein. Bei Verwendung von Einwegschißchen (90160) wird eine erhöhte Zeit zum Kalzinieren (6 Stunden bei 1000 °C) und die Lagerung in einem Exsikkator empfohlen.

4.4 Anwendung von "Beschleunigern"

Eine zuverlässige C/H/S-Analyse einiger Proben könnte die zusätzliche Verwendung von Quarzsand oder Combsolid (Wolframoxid) erfordern.

Hilfsmittel	Empfohlen für die Analyse von	Beschreibung
90840: Quarzsand	Schnell brennenden Proben wie Öl, EDTA, ...	Quarzsand absorbiert Flüssigkeiten und sorgt für eine zuverlässige Verbrennung. Feste, schnell brennende Proben können mit Quarzsand abgedeckt werden, um die Intensität der Verbrennung zu verringern. Dadurch kann die Wiederholbarkeit der Messung verbessert werden.
88600-0008: Combsolid	Langsam brennende Proben wie Zement, Kalkstein, Erze, Gestein, BaSO ₄	Combsolid beeinflusst hauptsächlich die Messung (Wiederfindung) von Schwefel. Combsolid oxidiert Schwefel, der durch die angewandte Temperatur möglicherweise nicht freigesetzt werden kann.

4.4.1 Verwendung von Combsolid

Bitte verwenden Sie ein kleines Schiffchen (90160 oder 88600-0011), geben Sie die Probe hinzu und decken Sie die Probe vollständig mit Combsolid ab. Anschließend kann es in einem Widerstandsofen analysiert werden.



Anwendung von Combsolid

4.4.2 Verwendung von Quarzsand

Ölproben oder sonstige flüssige Proben sollten nicht direkt auf das Porzellanschiffchen gegeben werden. Bitte geben Sie zuerst Quarzsand, dann die Probe, gefolgt von zusätzlichem Quarzsand hinzu



Analyseverfahren zur Analyse von flüssigen Proben wie z.B. Öl

Dieses Verfahren eignet sich auch, um die Wiederholbarkeit der C/H/S-Messung in schnell brennenden Proben (z.B. Pflanzenmaterial) zu verbessern.

Für die Analyse von schnell brennenden Proben wird die Verwendung größerer Schiffchen (90153) empfohlen.

4.5 Typische Fehler bei C/H/S-Messungen

Fehler	Beschreibung
Allgemeine Handhabung	<ul style="list-style-type: none"> - Einführen der Probe: Nach dem Start der Analyse stabilisiert der CS-r zunächst seine Basislinien. In dieser Zeitspanne darf keine Probe in den Ofen gegeben werden, - Falsche Position des Keramikschiffchens: Die Probe muss in die heiße Zone des Ofens eingebracht werden (bis zum „Boat Stop“ des Schiffchens) - Zu schnelles Einbringen der Probe: - Je nach Füllstand des Schiffchens kann ein schnelles Einführen (innerhalb von 1-2 Sekunden) zum Verlust der Probe und zu einer schlechteren Wiederholbarkeit von C/H/S Messungen führen. Eine langsame Zuführung (5- 10 Sekunden) ist hilfreich.
Minderbestimmung von Schwefel	<ul style="list-style-type: none"> - Überprüfen Sie die angewandte Temperatur (min. 1350 °C) - Überprüfen Sie die Kanaleinstellungen (Schwefel in Gestein oder Kalkstein könnte erst spät bei der Verbrennung freigesetzt werden. Manchmal ist erst nach 120 Sekunden ein Signal zu sehen - Prüfen Sie das Anhydronrohr. Das Anhydron sollte trocken sein und es darf keine Glaswolle darauf liegen.
Abweichende C-Ergebnisse im unteren Konzentrationsbereich (< 0,1%)	<ul style="list-style-type: none"> - Beachten Sie die Blindwerte der Keramikschiffchen. Kalzinieren wie bei C/S-Tiegeln wird empfohlen. - Verwenden einer geeigneten (konstanten) Einwaage
Abweichende Wasserstoffmessung	<ul style="list-style-type: none"> - Trocknen der Proben bei 105 °C (1h) - Kalzinieren der Keramikschiffchen
Sättigung der Kanäle	<ul style="list-style-type: none"> - Je nach Kanalkonfiguration können die Kanäle bei hohen Konzentrationen leicht gesättigt werden: Gewicht anpassen - Wenn die Sättigung durch eine intensive Verbrennung verursacht wird: <ul style="list-style-type: none"> # Temperatur reduzieren (wenn möglich) # Reduzieren Sie das Probengewicht (wenn möglich) # Verwenden Sie die größeren Schiffchen (90153) anstelle der kleinen Schiffchen # Probe mit Quarzsand abdecken - # Führen Sie die Probe extrem langsam in den Ofen ein (20 Sekunden)

5 Anhang

Dieser Anhang enthält zusätzliche Informationen über verfügbare ELTRA Application Notes und konforme Normen für ELTRA-Analysatoren. Wenn Sie weitere Informationen benötigen, wenden Sie sich bitte an: www.eltra.com oder Info@eltra.com.

Hinweis:

Normen und Application Notes liegen meist nur in englischer Sprache vor.

5.1 Verfügbare Anwendungshinweise für ältere Analysatoren

Nummer	Analyse von	Probe
Analysator CHS-580		
1002	C/H/S	Holz
1017	C/H/S	Öl
Analysator CS-580		
1000	C/S	Kohle
1001	C/S	Koks
1003	C/S	Holz
Analysator CS-800		
1008	C/S	Erz
1009	C/S	Reineisen
1010	C/S	Flugasche
1016	C/S	Kupfer
1023	C/S	Stahlringe
Analysator ONH-2000		
1011	O/N	Stahl via Einfachtiegel
1012	O/N	Stahl via Innen+Aussentiegel
1013	O/N	Titan
1014	O	Kupfer
1027	O/N	CeO ₂
Analysator ONH-p 1 (rotierende Probenschleuse)		
Nummer	Analyse von	Probe
1019	H	Stahl
1020	O/N	Stahl
1021	O/N	Titan
1022	H	Titan
1024	O/N	Stahlgranulate
1025	O	Kupfer
1026	O/N	Ferrochrom
1046	O/N	Titan: Reduzierte Leistung
1047	N	Siliziumnitrid

1052	O/H	TiH ₂
1057	O/N	Stahlgranulate & Pulver über manuelle Zuführung
1058	O	Kupfer mit Trägergas Argon

5.2 Anwendungshinweise für aktuelle ELTRA-Analysatoren

Nummer	Analyse von	Probe
Analysator CS-580A		
1098	C/S	Pflanzenmaterial
Analysator TGA Thermostep		
1004	Feuchtigkeit Asche	Mehl
1005	Feuchtigkeit Asche	Milch
1006	Feuchtigkeit Asche	Kekse
1007	Feuchtigkeit Asche	Würstchen
1015	Feuchtigkeit Asche / LOI	Kalkstein
1069	Feuchtigkeit Asche Flüchtiges	Kohle / Koks

ELEMENTRAC CS-i		
Nummer	Analyse von	Probe
1028	C/S	Erze
1029	C/S	Automatenstahl
1030	C/S	Einsatzgehärteter Stahl
1031	C/S	Hochlegierter Stahl
1032	C/S	Nb-stabilisierter Stahl
1033	C	Wolframkarbid
1034	C/S	Hochreines Nickel
1035	C/S	Kalkstein
1036	C/S	Gusseisen
1037	C/S	Kupfer
1038	C/S	Boden
1039	S	Silikatglas
1040	C/S	Reineisen
1041	C/S	Stahlringe
1042	C	Siliziumkarbid
1043	C/S	Ferrochrom (hochC)
1044	C/S	Ferrochrom (niedrigC)
1045	S	Zinksulfid
1048	C/S	Hochofenstaub
1049	S	Koks
1050	C/S	Elektroden-Ofenstaub
1051	C/S	Ofenschlacke
1053	C	Titan
1054	C/S	Nickellegierung
1055	C/S	Chrom
1056	C/S	Titan
1077	C/S	Hochreines Eisen
1078	C/S	Inconel
1089	C/S	Ferroniob
1090	C/S	Ferromangan
1091	C/S	Nitriertes Ferrosilizium
1097	C/S	C/S-Analyse in Stahl und Gusseisen unter Verwendung verschiedener Beschleuniger
1100	C/S	Blei-proben aus der Batterieherstellung

Nummer	Analyse von	Probe
ELEMENTRAC CS-i mit Trägergas-Reinigungsöfen		
1080	C/S	Messung von Stahl mit sehr niedrigem Kohlenstoffgehalt unter Verwendung des GRO 18
ELEMENTRAC CS-i + CS-i als Zementkonfiguration		
1065	C/S	Zement wurde mit einer CS-i - Standardkonfiguration und einer vergrößerten Anhydron-(Zement-)Konfiguration gemessen
ELEMENTRAC CS-i (Zement-Konfiguration)		
1067	C/S	Messung von Erz und Eisenerz
ELEMENTRAC CS-i / CS-d (mit Halogenfalle)		
1068	C/S	Messung von C/S in CaF ₂ -Proben mit dem CS-i und Halogenfalle
ELEMENTRAC CS-d (Widerstandsöfen)		
1059	C/S	Kohle
1060	C/S	Koks und Petrolkoks
1061	C/S	Kalkstein
1062	C/S	Erz
1063	C/S	Erde
1064	S	Zinksulfid
ELEMENTRAC CS-d (Widerstand + Induktionsöfen)		
1066	S	Messung von Kupferkonzentraten und anderen Sulfiden mit Widerstands- und Induktionsöfen
1092	C	Messung von beschichtetem Aluminiumoxid mit Widerstand und Induktionsöfen
ELEMENTRAC CS-r		
1081	C/S	Kohle
1082	C/S	Koks und Petrolkoks
1083	S	Kohle (mit extrem niedrigem Schwefelgehalt)
1084	C/S	Boden
1085	C/S	Eisenerz
1086	C/S	Kupfererz
1087	C/S	Gestein
ELEMENTRAC CHS-r		
1088	C/H/S	Kohle

Nummer	Analyse von	Probe
ELEMENTRAC ONH-p2		
1070	O	Kupfer
1071	O/N	Nickel-Pulver
1072	O/N	Stahl Analyse als Granulat und abgedrehter Probe
1073	O/N	Stahlstifte (Pins)
1074	O/N	Titan
1075	H	Titan
1076	H	Stahl
1079	O/H	Stahl
1099	O/N	Siliziumnitrid
1101	O/N	Ferrolegerungen
ELEMENTRAC ON-p 2 (Trägergas Argon)		
1093	O/N	Stahlstifte (Pins)
1094	O/N	Stahlgranulate
1095	O	Kupfer
1096	O/N	Titan
ELEMENTRAC ONH-p 2 (Autoloader)		
1102	O/N/H	O/N/H-Analyse in Stahl, Kupfer und Titan unter Verwendung des Autoloaders

5.3 ELTRA-Analysatoren und konforme Normen

ELEMENTRAC ONH-p 1 / ONH-p 2 und ONH-2000 - Serie	
Norm	Titel
ASTM E 1019-18	Stickstoff und Sauerstoff in Stahl-, Eisen-, Nickel- und Kobalt-Legierungen
ASTM E 1409-13	Sauerstoff und Stickstoff in Titan
ASTM E 1447-09	Wasserstoff in Titan und Titanlegierungen
ASTM C 1494-13 (erneut zugelassen 2018)	Stickstoff, Sauerstoff in Siliciumnitridpulver
ASTM C 1457-18	Wasserstoff in Uranoxid
ASTM C 1854-17	Wasserstoff in Mischoxiden ((U,Po)O ₂)
ASTM E 2575-19	Sauerstoff in Kupfer
ASTM E 2792-13	Wasserstoff in Aluminium
DIN EN 3976: 2007	Titan und Titanlegierungen - Bestimmung von Wasserstoff
DIN EN ISO 4491-4:2019	Metallische Pulver - Bestimmung des Sauerstoffgehalts
DIN EN ISO 10720:2007 DIN EN ISO 15351:2010	Stahl und Eisen - Bestimmung des Stickstoffgehalts
DIN EN ISO 21068-3: 2008	Chemische Analyse von Siliciumcarbid - Stickstoff, Sauerstoff
ISO 17053:2005	Stahl und Eisen - Bestimmung von Sauerstoff
SO 22963:2008	Titan und Titanlegierungen - Bestimmung von Sauerstoff
DIN 54387-3:2016	Keramische Roh- und Grundstoffe - Gesamtsauerstoff und -stickstoff in Borcarbid, Bornitrid

ELEMENTRAC CSi; CS800	
Norm	Titel
ASTM E 1019-18	Kohlenstoff und Schwefel in Stahl-, Eisen-, Nickel- und Kobaltlegierungen
ASTM C 1408-16	Kohlenstoff in Uranoxidpulvern
ASTM C 1494-13 (erneut zugelassen 2018)	Kohlenstoff in Siliziumnitridpulver
ASTM E 1915-13	Metallhaltige Erze und zugehörige Materialien - Kohlenstoff- und Schwefelanalyse
ASTM E 1941-10	Kohlenstoff in hochschmelzenden und reaktiven Metallen
DIN EN ISO 7526:2020	Ferronickel - Bestimmung des Schwefelgehaltes
DIN EN ISO 15350:2010	Stahl und Eisen - Bestimmung von Gesamtkohlenstoff und Schwefel
DIN EN ISO 15349-2:2020	Unlegierter Stahl - Bestimmung von niedrigem Kohlenstoffgehalt
DIN EN ISO 9556: 1989	Stahl und Eisen - Bestimmung des Gesamtkohlenstoffs
ISO/ TR 9686:2017	Direkt reduziertes Eisen - Bestimmung von Kohlenstoff und / oder Schwefel
ISO/TS 10719:2016	Gusseisen - Bestimmung des nicht kombinierten Kohlenstoffgehalts
ISO 21614:2008	Bestimmung des Kohlenstoffgehalts von UO ₂ ; (U,Gd)O ₂
ISO 9891:1994	Kohlenstoffgehalt in Urandioxidpulver
ISO 11873: 2005	Bestimmung des Schwefel- und Kohlenstoffgehalts in Kobaltmetallpulvern
ISO 4689-3:2017	Eisenerze - Bestimmung von Schwefel
DIN EN 24935: 1992 (identisch mit ISO 4935)	Stahl und Eisen - Bestimmung des Schwefelgehalts
ISO 13902:1997	Stahl und Eisen - Bestimmung des hohen Schwefelgehalts
SO 7524: 2020	Nickel, Ferronickel und Nickellegierungen - Bestimmung des Kohlenstoffgehalts
DIN EN 1744-1: 2013	Prüfung der chemischen Eigenschaften von Zuschlagstoffen - Schwefel
DIN 54387-3:2016	Keramische Roh- und Grundstoffe - Gesamtkohlenstoff in Borcarbid, Bornitrid
UOP Method 703-09	Kohlenstoff auf Katalysatoren durch Verbrennung im Induktionsofen

CS-d; C(H)S 580A ; C(H)S-r	
Norm	Titel
ASTM D 1552-16	Schwefel in Erdölprodukten
ASTM D 1619-16a	Prüfung in Ruß-Schwefel-Gehalt
ASTM D 4239- 18	Schwefel in Kohle und Koks
ASTM D 5016-16	Gesamtschwefel in Kohle- und Koksverbrennungsrückständen
ASTM D 6316-17	Gesamtkohlenstoff, brennbarer Kohlenstoff und Karbonatkohlenstoff in festen Rückständen aus Kohle und Koks
ASTM D 7633-13 (erneut zugelassen 2018)	Prüfung in Ruß - Kohlenstoffgehalt
ASTM D 7662-15	Kohlenstoffgehalt in Rußrohöfen
ASTM D 7679-16	Schwefelgehalt in Ruß-Rohstofföfen
ISO 15178: 2000	Bodenqualität - Bestimmung von Gesamtschwefel
ISO 19579:2006	Feste mineralische Brennstoffe - Bestimmung von Schwefel
DIN EN 15936:2020 (gilt auch für TIC-Modul)	Klärschlamm, behandelter Bioabfall, Boden und Abfall - Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC)

ABONNIEREN SIE UNSEREN NEWSLETTER!

Sie erhalten 3-4 Mal im Jahr
exklusive Informationen zu
Veranstaltungen, Applikationen
und Produktneuheiten.

Jetzt anmelden:



www.eltra.com/newsletter
(Eine Abmeldung ist jederzeit möglich)

