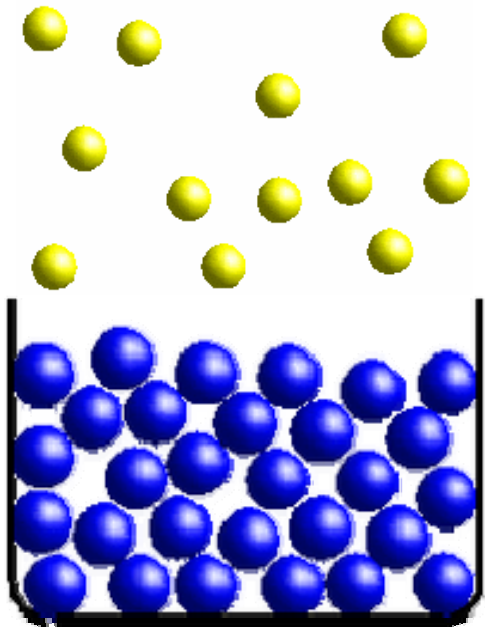




## Grundlagen der Infrarottrocknung in der Praxis

## Grundlagen der Materialfeuchtebestimmung



- Begriffserklärung
- Physikalische Grundlagen
- Funktionsprinzipien

## Warum ist es so wichtig, den Feuchtegehalt zu ermitteln?

"Feuchte" ist ein Bestandteil fast aller Roh- und Endprodukte und hat einen entscheidenden Einfluß auf die Qualität eines Produkts, z.B.:

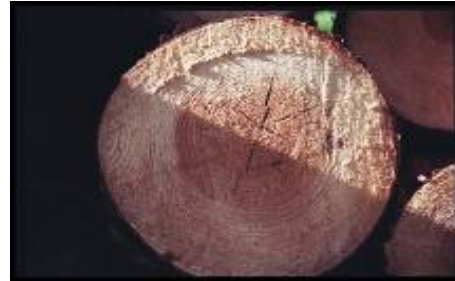
- Verderblichkeit (mikrobiologische Stabilität)
- Lagerfähigkeit
- Physikalische und chemische Eigenschaften (Fließeigenschaften, Viskosität)
- Handelsübliche Qualität + Preis

## Einsatzgebiete für IR - Feuchtemeßgeräte

Verwendung innerhalb der Überwachung zeitkritischer Abläufe:

- Als einfach zu handhabende Schnellmethode für feste/ pastöse Materialien und Lösungen mit Feuchtegehalten von 0,05 - 100 %.
- Wareneingang
- Produktion
- Qualitätskontrolle
- Handel

## Einsatzgebiete für IR - Feuchtemeßgeräte



- Keine branchenspezifische Einschränkung

- Universell einsetzbar:

- Lebensmittelindustrie
- Chemie/ Pharmazie
- Umweltschutz
- Baustoffindustrie
- Handel

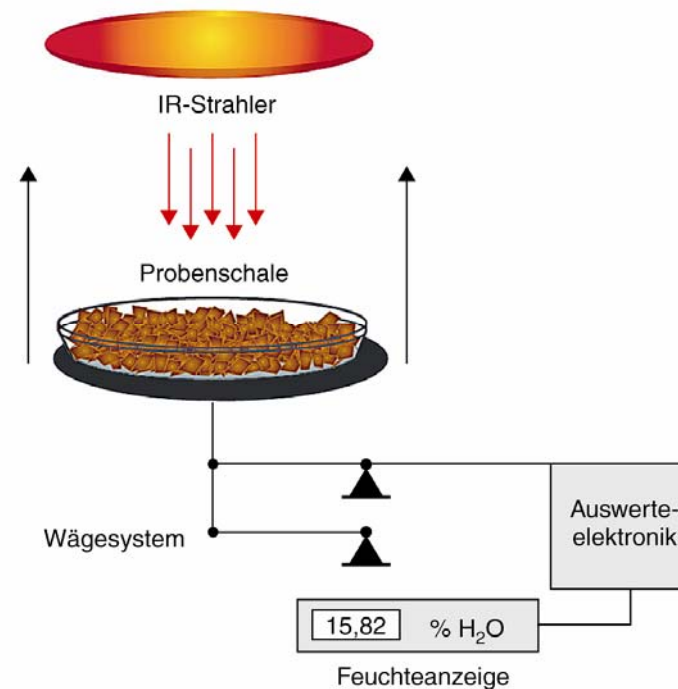


## Definition des Begriffs "Materialfeuchte"

- Als "Materialfeuchte" werden in der Thermogravimetrie alle Bestandteile bezeichnet, die sich bei Erwärmung der Probe verflüchtigen und so zu einem Gewichtsverlust führen, z.B.:
  - Wasser
  - Öle/ Fette
  - Alkohole
  - Aromastoffe
  - Zersetzungsprodukte
- Handhabungsfehler (falsche Betriebsparameter oder Probenvorbereitung) beeinflussen den Messwert. Häufig sind diese Fehler aber so reproduzierbar, dass der Messwert als korrekt angesehen wird!

## Was ist Thermogravimetrie?

- Unter der Thermogravimetrie versteht man das Verfahren, einer Probe durch Erwärmung Feuchtigkeit zu entziehen und den entstandenen Masseverlust mit Hilfe einer Waage zu bestimmen



## Formeln

$$\frac{\text{Anfangsgewicht} - \text{Endgewicht}}{\text{Anfangsgewicht}} \cdot 100 = \% \text{ Feuchte}$$

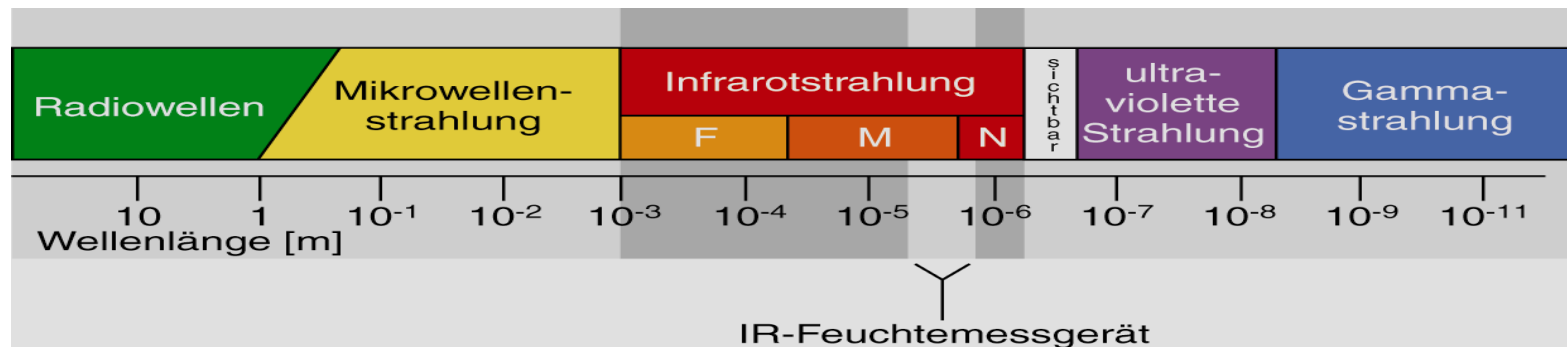
$$\frac{\text{Endgewicht}}{\text{Anfangsgewicht}} \cdot 100 = \% \text{ Trockenmasse}$$

$$\frac{\text{Anfangsgewicht} - \text{Endgewicht}}{\text{Endgewicht}} \cdot 100 = \% \text{ ATRO (1)}$$

$$\frac{\text{Anfangsgewicht}}{\text{Endgewicht}} \cdot 100 = \% \text{ ATRO (2)}$$

## Was ist Infrarotstrahlung?

- Die Infrarotstrahlung ist ein Teilbereich im elektromagnetischen Wellenspektrum
- Diese nicht sichtbare Wärmestrahlung tritt an der langwelligen Seite des optischen Spektrums auf, also im Anschluß an das rote Licht



- Infrarotstrahlung unterliegt den Gesetzen der Optik und kann z.B. mittels eines Hohlspiegels gebündelt werden

## Wellenbereiche verschiedener Infrarotstrahler

Strahlertyp	Scheitelwellenlänge (µm)	Oberflächentemperatur (°C)	Spektralbereich
Metallrohrstrahler	2,8 – 4,4	400 – 750	mittleres bis fernes Infrarot
Rotlichtlampe	> 1,3	< 1950	nahes Infrarot
Keramikstrahler	2,8 – 5,0	310 – 750	mittleres Infrarot
Halogenstrahler	< 1,4	< 2200	nahes Infrarot
Quarzglasstrahler	2,1	1100	mittleres Infrarot

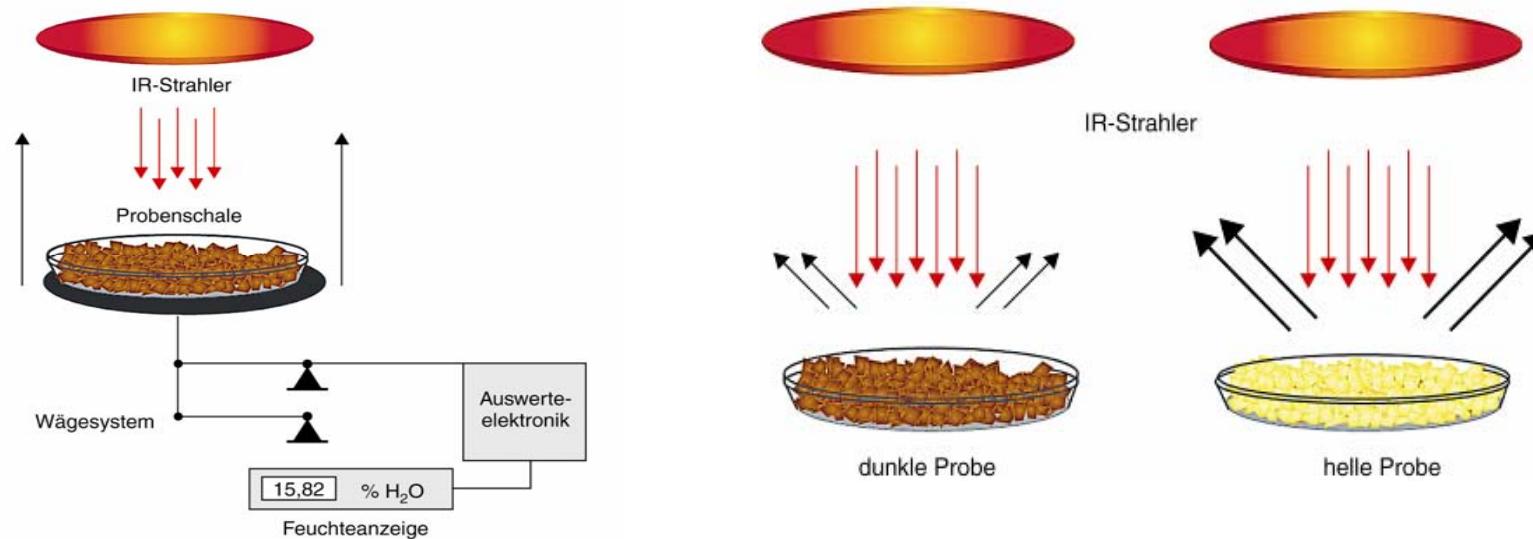
## Was ist ein Halogenstrahler?

- Erzeugen Halogenstrahler wirklich keine Infrarotstrahlung, sondern stellen eine eigene Art der Strahlung dar, wie es einige Anbieter von Feuchtemessgeräten suggerieren?
  - Nein ...
  - Halogenstrahlung ist im elektromagnetischen Spektrum unbekannt. Die Verwendung dieser Bezeichnung ist irreführend!
- Alle warmen/ heißen Körper geben Infrarotstrahlung ab, auch ein Halogenstrahler
- Die Bezeichnung Metallrohr-, Keramik-, Quarz- oder Halogenstrahler beschreibt nur das wichtigste Bauteil, aus dem der Strahler besteht



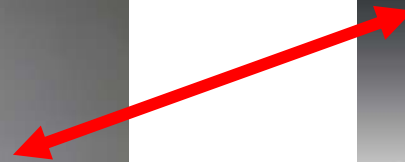
## Funktioneller Aufbau eines Feuchtebestimmers

- Die Erwärmung der Probe ist abhängig von:
  - Absorption/ Reflexion/ Transmission
  - Wärmeleitvermögen
  - Konsistenz
  - Menge



## Einsatzgebiete für IR - Feuchtemeßgeräte

- Trocknungswaagen sind eine Ergänzung zu den bestehenden - teilweise zeitraubenden oder technisch aufwendigen Normverfahren



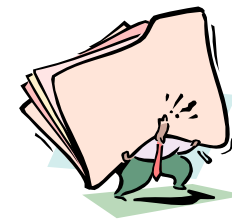
## Methoden im Vergleich

### Trockenschrank

- Probeschale wiegen
- Probe einwiegen
- Probe 1 Stunde trocknen
- Probe 20 Min. im Exsikkator abkühlen
- Probe zurückwiegen
- Manuelle Ergebnisberechnung
- Probe 30 Min. nachtrocknen
- Probe 20 Min. im Exsikkator abkühlen
- Probe zurückwiegen
- Erneute Ergebnisberechnung
- Schritte wiederholen, bis die Probe gewichtskonstant ist

### Trocknungswaage

- Probeschale tarieren
- Probe ungewogen aufgeben
- Gerätehaube senken
- Die Messung endet automatisch
- Automatische Berechnung des Messwerts



praktische Arbeit

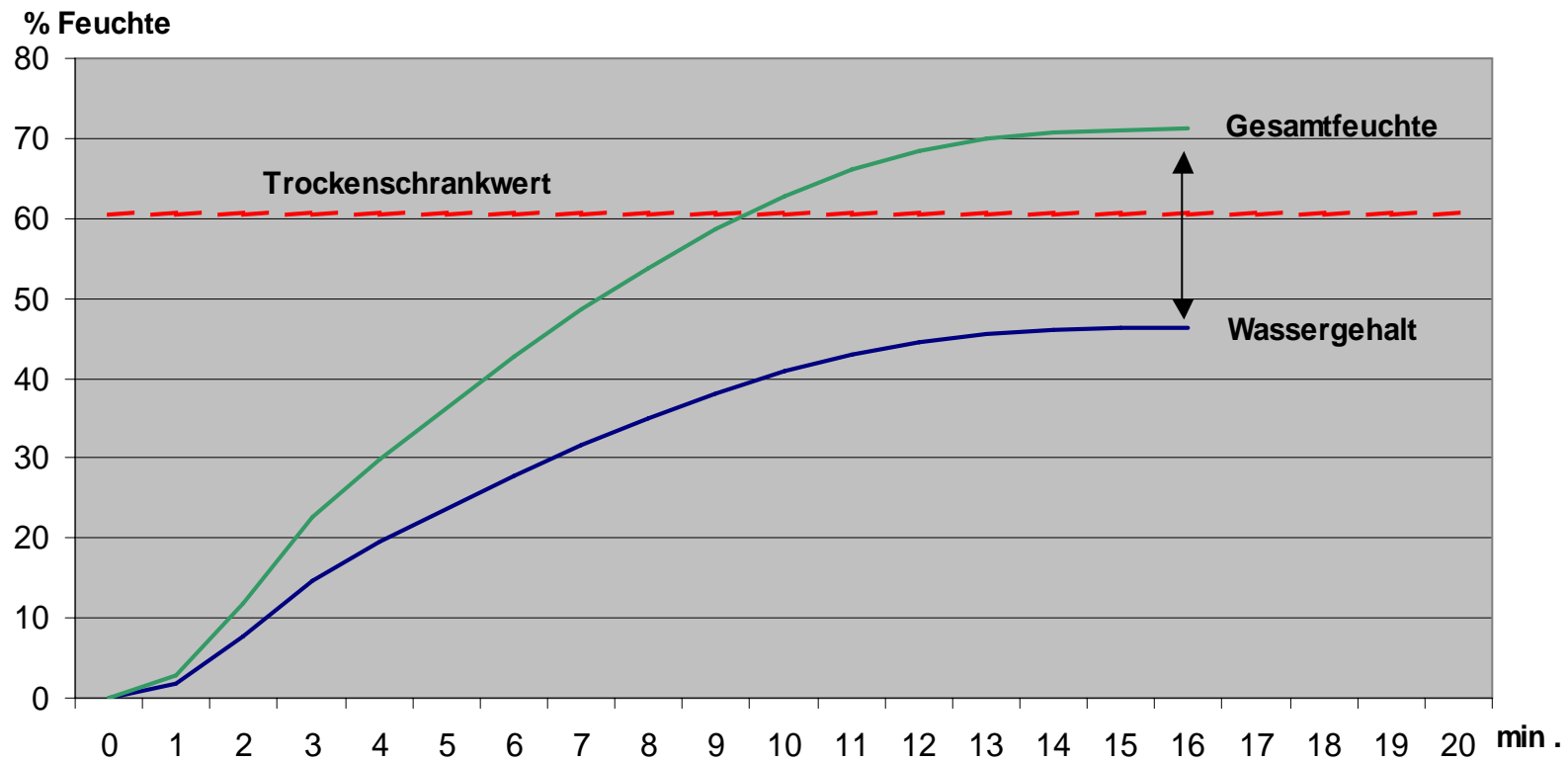
## Warum ermitteln unterschiedliche Methoden unterschiedliche Materialfeuchten?

- Der Trockenschrank verdampft neben dem Wasser auch leicht flüchtige Bestandteile. Durch die schwache Erwärmung mittels Konvektionstrocknung wird die Probe oft nicht vollständig getrocknet. Der Messwert liegt oberhalb des Wassergehalts, aber unterhalb des Gesamtfeuchtegehalts.
- Der Infrarottrockner verdampft neben dem Wasser auch leicht und schwer flüchtige Bestandteile. Durch die intensive Erwärmung mittels Absorptionstrocknung wird die Gesamtfeuchte der Probe ermittelt. Der Messwert liegt meist oberhalb des Referenzverfahrens Trockenschrank.

## Warum ermitteln unterschiedliche Methoden unterschiedliche Materialfeuchten?

- Ein Mikrowellentrockner verdampft neben dem Wasser nur geringe Mengen leicht flüchtiger Bestandteile. Durch die - auf Dipole ausgerichtete - Absorptionstrocknung liegt der Messwert sehr dicht am Wassergehalt und damit unterhalb vom Trockenschrank - wert.
- Die Karl - Fischer - Titration ermittelt durch eine chemische Reaktion die Anzahl der Wassermoleküle. Der Messwert entspricht hochgenau dem Wassergehalt.

# Vom Wassergehalt zur Gesamtfeuchte



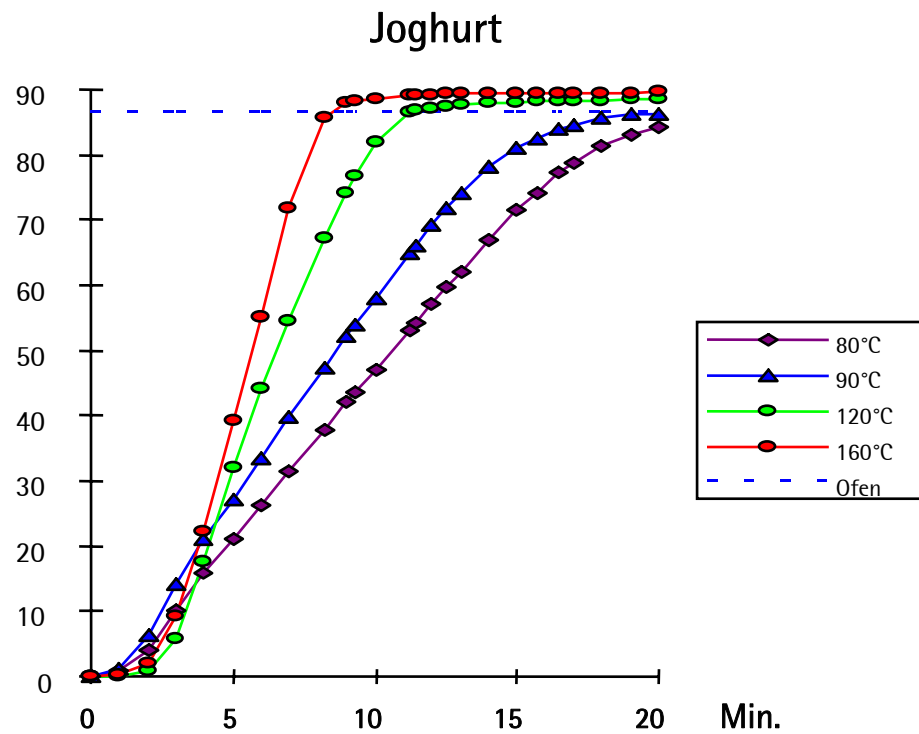
## Welche Meßmethode ermittelt die „richtige“ Materialfeuchte?

- International sind zwei Referenzmethoden anerkannt:
  - Die Trockenschrank – Methode zur Bestimmung der Materialfeuchte
  - Die Karl – Fischer – Titration zur Bestimmung des Wassergehalts
  - Alle anderen Methoden müssen – nach Bedarf – auf eines dieser beiden Verfahren abgeglichen werden!

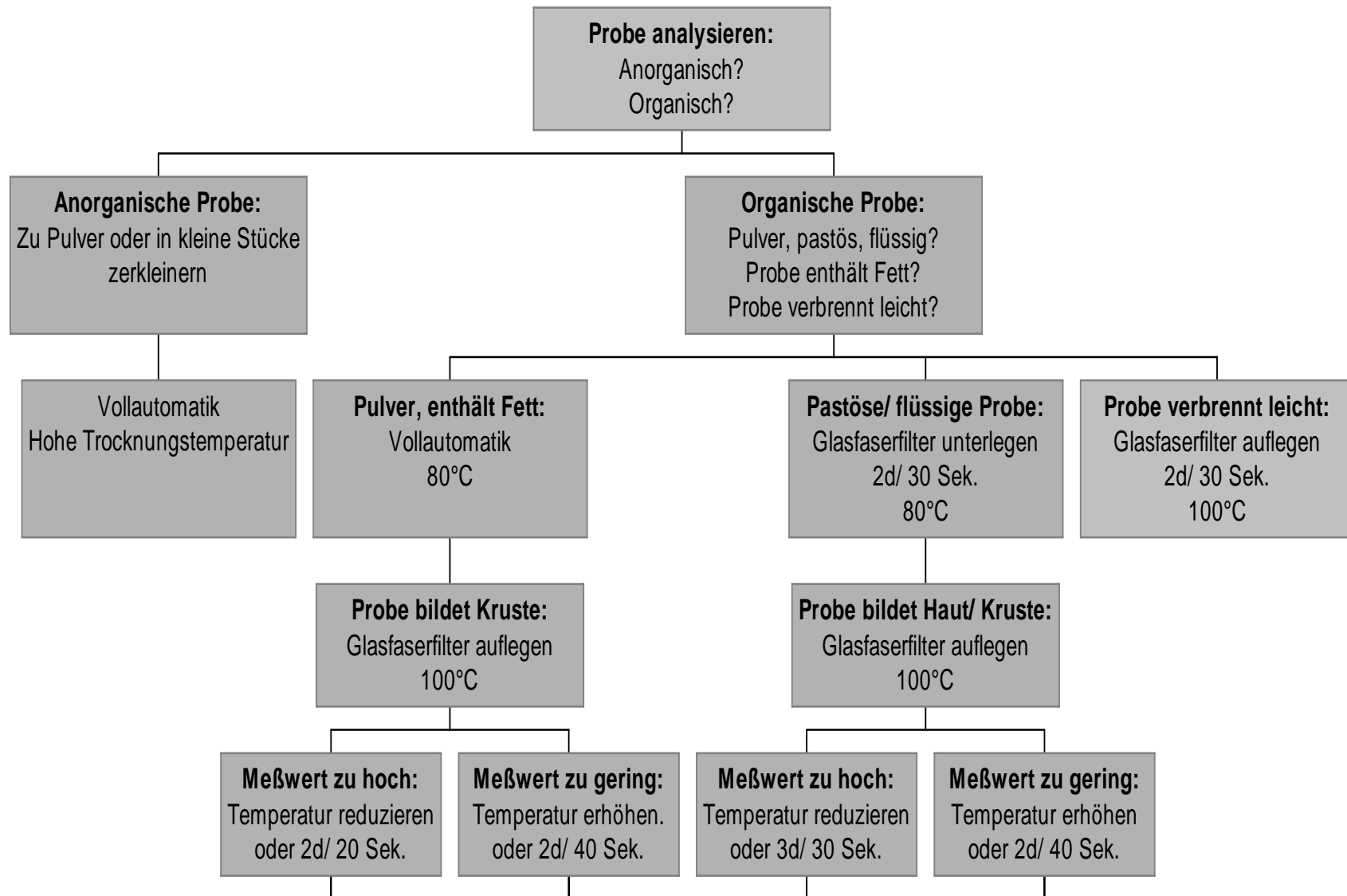
## Abgleich auf andere Referenzverfahren

- Teilung der Probe
- Bestimmung des Feuchtegehalts mit dem Referenzverfahren
- Der Messwert des Referenzverfahrens wird als Sollwert für die IR-Trocknung verwendet
- Versuchsreihe mit dem IR - Feuchtebestimmer unter ständiger Optimierung der Messparameter
- Verifizierung der Betriebsparameter durch eine Reihemessung
- Dokumentation von Versuchsaufbau und Messwerten
- Erstellung einer Arbeitsanweisung (SOP)

## Abgleich auf andere Referenzverfahren



Ofen: 5 g, 105°C, 4h	IR: 5 g, 90°C, 20 min.
Ergebnis: 86,48 ± 0,01 %	Ergebnis: 86,54 ± 0,05 %



## Betriebssicherheit

- Thermogravimetrische IR - Feuchtebestimmer sind bauartbedingt nicht explosionsgeschützt! Für Produkte, die brand-/ explosionsfördernde Stoffe freisetzen, dürfen diese Geräte nicht eingesetzt werden!
- Die Dämpfe kommen auf dem Weg aus dem Probenraum mit der bis zu 500°C heißen Oberfläche des IR – Strahlers in Kontakt. Beim "richtigen" Mischungsverhältnis mit Luftsauerstoff kann es zu einer Verpuffung oder einem Brand kommen.
- Verdunstungsprodukte gelangen direkt in die Raumluft!
- Bei der Analyse gesundheitsgefährdender Stoffe ist auf eine ausreichende Belüftung/ Schutzausrüstung zu achten, ggf. einen Abzug verwenden!

