



Utilisation d'un analyseur carbone-soufre (multi EA® 4000) dans l'industrie du verre

Auteur : Dr. Tony Szuppa, chimiste d'applications, Analytik Jena AG, Konrad-Zuse-Str. 1, 07745 Jena, www.analytik-jena.de

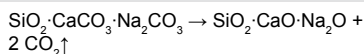
Dans la production de verre, c'est principalement le paramètre soufre total qui joue un rôle important pour l'assurance qualité. La teneur en soufre est calculée comme teneur en SO₃ et fournit des informations importantes sur la qualité, la stabilité et la facilité d'utilisation du verre. Dans la fabrication des verres cellulaires utilisés comme isolants thermiques, la détermination du soufre total est importante. La teneur en carbone du matériau de départ (mélange suie-gaz) donne une indication sur le pouvoir isolant qu'aura le produit fini et est donc de toute première importance quant à l'assurance qualité.

Introduction

On utilise dans de nombreux domaines de l'industrie, de l'environnement et de la recherche des analyseurs pour la détermination du carbone et du soufre dans les solides comme le multi EA® 4000. Dès qu'il s'agit de contrôle qualité, les paramètres Carbone total (TC) et Soufre total (TS) jouent un rôle important. Dans la cimenterie par exemple, les teneurs en TC et TS ne sont pas seulement analysés dans le produit brut (brique réfractaire, ciment brut), mais également dans les combustibles secondaires nécessaires pour la production d'énergie dans la production de ciment. Dans les incinérateurs d'ordures, le multi EA® 4000 a également une grande importance. Dans ce cas, les paramètres carbone et soufre total ne doivent pas seulement être déterminés dans le matériau de départ (ordures). Le taux de carbone et de soufre du résidu de combustion (scories) est important pour la déposéabilité du matériau.

Détermination du soufre dans l'industrie du verre

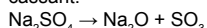
Lors de l'utilisation d'analyseurs élémentaires dans l'industrie du verre, en plus du TC, le paramètre TS est à prendre en compte. Dans la production de verre (verre sodocalcique), on utilise principalement les matières premières sable de quartz (SiO₂), chaux (CaCO₃) et soude (Na₂CO₃). Ce mélange fond à environ 1200 °C et des bulles de dioxyde de carbone se forment alors (CO₂).



Pour mieux mélanger cette masse épaisse, on injecte de plus des gaz (bubbling), ce qui produit une sorte d'écume. Mais la viscosité élevée du verre fondu empêche l'élimination complète des bulles de gaz. C'est pourtant nécessaire car sinon lors du refroidissement, des poches de gaz se forment et la qualité du verre est réduite. Pour retirer les bulles de gaz du mélange, on a recours à l'affinage. On ajoute au verre fondu du sulfate de sodium (Na₂SO₄) qui se transforme en dioxyde de soufre gazeux (SO₂).



Le SO₂ entraîne avec lui en remontant les autres composants gazeux du verre fondu, ce qui améliore la qualité du verre. Le taux de Na₂SO₄ joue un rôle important. Si l'on en ajoute trop au mélange, des plaques de trioxyde de soufre liquide (SO₃), se forment lors du refroidissement, ce qui rend le verre cassant.



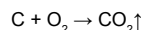
C'est pourquoi les fabricants définissent des valeurs limites de SO₃ dans le verre fini afin de contrôler et de garantir la qualité de leurs produits. Le multi EA® 4000 permet de déterminer le taux de soufre en quelques minutes et de le convertir facilement en taux de SO₃.

$$\text{SO}_3 = \text{TS} \cdot \frac{M(\text{SO}_3)}{M(\text{S})} \approx \text{TS} \cdot 2,50$$

Détermination du carbone dans l'industrie du verre

À la différence de l'analyse largement répandue du soufre, la détermination du taux de carbone dans le verre constitue une application spéciale. L'effet décrit plus haut, par lequel le CO₂ provoque une réduction de la qualité du verre, peut également être mis à profit de manière ciblée pour la production de verres cellulaires. Les verres cellulaires sont des matériaux poreux à grande surface en contact avec l'air et

qui possèdent d'excellentes propriétés isolantes. Contrairement aux autres matériaux isolants, les verres cellulaires sont stables à long terme et recyclables. Lors de leur production, les matières premières sont transformées en poudre fine avec du verre de recyclage dans des broyeurs à billes. Ensuite, le carbone élémentaire sous forme de suie est ajouté afin d'obtenir lors de la fonte le plus possible de bulles par formation de CO₂.



Quand le verre se solidifie en refroidissant, les poches de gaz demeurent, ce qui donne au verre cellulaire son pouvoir isolant. Cependant, le taux de carbone est déterminant pour la qualité du verre cellulaire. S'il y a trop peu de carbone, il ne se forme pas assez de bulles, et le verre n'est alors pas assez poreux pour servir de matériau isolant. S'il y en a trop, des bulles trop grosses et trop nombreuses se forment, et elles sont extraites du verre fondu comme lors de l'affinage. Cela réduit également la porosité. C'est pourquoi il est important de vérifier le TC du mélange de départ afin de garantir une qualité constante à l'arrivée. Le multi EA® 4000 sert également à cela en permettant grâce à sa décomposition à haute température de déterminer rapidement la qualité du mélange.

Instruments

Pour la détermination des paramètres TC ou TS, on a utilisé un système d'analyse élémentaire du type multi EA® 4000 avec le distributeur d'échantillons solides FPG 48 (voir Figure 1). La détection du SO₂ et du CO₂ formés lors de la détermination a été effectuée par spectrométrie NDIR, un principe de mesure à grande capacité de détection et sélectif.

Étalonnage

Avant la mesure de l'échantillon proprement dite, le multi EA® 4000 doit être étalonné avec des substances appropriées. La règle est d'étalonner avec des standards les plus proches possibles de la matrice. Dans le cas du TS, on a eu recours à un standard de verre de la Société allemande du verre (DGG) à taux de soufre défini (0,1744%, soit 0,4355% SO₃). Pour l'étalonnage TC, il n'existe pas de standards de verre sur le marché. C'est pourquoi on a produit un mélange verre-suie à taux de suie défini (0,317%).

Mesure des échantillons

Pour la détermination du soufre total dans



Figure 1 : multi EA® 4000 (sans FPG 48)

différents verres, il est nécessaire d'avoir recours à des additifs afin de garantir une décomposition complète. Le choix des additifs a été fait selon DIN 51085. Pour la décomposition complète des verres, on a mélangé du tungstène et de l'étain à proportion égale. Ces substances réagissent avec les composants du verre pour permettre la décomposition complète de tous les composés de soufre contenus dans le verre. Pour permettre l'échauffement homogène des verres, il est nécessaire de recouvrir l'échantillon avec des copeaux de fer. Le processus de préparation d'échantillon a été effectué pour l'étalonnage comme pour les échantillons gazeux. La décomposition a ensuite eu lieu à 1 350 °C dans un flux d'oxygène. Les résultats des mesures sont résumés au Tableau 1.

Le déroulement graphique de la mesure TS est représenté à la figure 2. On observe que la décomposition a été complète car la courbe atteint très vite la ligne de base. En cas de décomposition incomplète, on aurait un «taillage» et la ligne de base ne serait pas atteinte.

Dans le cas de la détermination TC, on a déterminé la quantité de gaz libéré par le verre broyé et la suie. Il s'agit là d'une poudre fine capable d'absorber le CO₂ de l'air. C'est pourquoi les échantillons ainsi que le standard ont été au préalable mélangés à de l'acide phosphorique à 10 % et celui-ci retiré par séchage à environ 100 °C. La décomposition a eu lieu sans additif dans un flux d'oxygène à 1 100 °C. Les résultats sont résumés au Tableau 2.

Le déroulement de cette mesure TS est représenté à la figure 3.

Résumé

Comme on a pu le montrer, le multi EA® 4000 convient à la détermination des paramètres TS et TC, y compris dans des échantillons difficiles comme les gaz ci-dessus. En ▶▶▶



La France possède le train le plus rapide au monde. Nous proposons les équipements de laboratoire SCALA.

Équipements de laboratoire
Made in Germany





| Désignation de l'échantillon | Taux de soufre en % | Taux de SO ₃ en % |
|------------------------------|---------------------|------------------------------|
| Échantillon 1 | 0,09 ± 0,005 | 0,22 |
| Échantillon 2 | 0,05 ± 0,005 | 0,13 |
| Échantillon 3 | 0,02 ± 0,005 | 0,05 |

Tableau 1 : Résultats de la mesure TS dans plusieurs verres

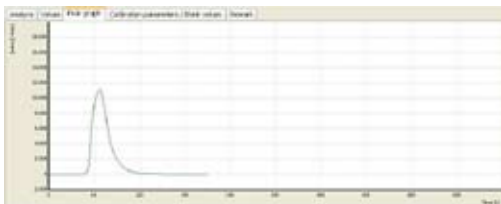


Figure 2 : Exemple pour de courbe de mesure TS avec additif

plus de la durée d'analyse réduite, l'analyseur se distingue par des écarts par défaut faibles. Il est possible de déterminer les deux paramètres non seulement séparément, mais aussi parallèlement, en une seule mesure. De plus, l'analyseur est conçu de façon modulaire, si bien qu'on peut l'étendre à l'analyse du chlore. De plus, il permet de déterminer de manière complètement automatique, outre le carbone total, différents

| Charge | TC [%] | SD [%] |
|---------------|--------|----------|
| Échantillon 1 | 0,272 | ± 0,0056 |
| Échantillon 2 | 0,275 | ± 0,0050 |
| Échantillon 3 | 0,281 | ± 0,0021 |
| Échantillon 4 | 0,279 | ± 0,0053 |

Tableau 2 : Résultats de la mesure TC de différents mélanges verre-suie



Figure 3 : Exemple de courbe de mesure TC

paramètres de carbone, tels que le carbone inorganique (TIC), le carbone organique (TOC), le carbone élémentaire (EC) ou le carbone organique dégradable (AOC).

Rencontrez Analytik Jena au Salon Analytica du 17 au 20 Avril, Hall A1, Stand 211/310.

Un rapport technique compare le « crosstalk » de puits dans les microplaques de luminescence



Porvair Sciences Ltd. a annoncé un nouveau rapport technique qui évalue le « crosstalk » de puits en puits dans des microplaques commercialement disponibles utilisées pour les mesures de luminescence.

L'utilisation d'essais et de réactifs de luminescence dans la recherche pharmaceutique a considérablement augmenté sur la dernière décennie due à une combinaison de facilité d'utilisation, très haute spécificité des essais et une bonne sensibilité aux faibles niveaux des composés testés. Les appareils photométriques modernes sont capables de mesurer avec une grande précision de très bas niveaux d'émissions des photons des substrats de luminescence et ceci a conduit à un intérêt grandissant pour le « crosstalk » optique inhérent au design des microplaques et pour le rapport signal/bruit qui peut être obtenu expérimentalement.

Le rapport technique compare les microplaques en polystyrène blanc avec des puits de faible profondeur de deux fabricants avec le design breveté Krystal 2000 en noir et

blanc de Porvair Sciences qui combine des puits individuels blancs avec une matrice noire. Un essai de luciférase Firefly a été utilisé pour cette comparaison.

Les résultats des expériences annoncés démontrent que la plaque unique Krystal 2000 en noir et blanc offre des avantages considérables pour la détermination des essais de luciférase à bas niveau dans les contrôles et le développement des médicaments. La combinaison de l'extinction efficace par le noir de carbone et l'augmentation du niveau de réfléchissement de l'agent éclaircissant du dioxyde de titane rendent un rapport signal/bruit amélioré et une meilleure gamme dynamique intra-plaques, ce qui donne aux chercheurs la capacité de chercher des « hits » plus faibles, à des niveaux de détection plus bas ou avec des concentrations réduites de réactifs.

Conçue pour être conforme au format standard de microplaque 96-puits, la microplaque noire et blanche Porvair Krystal 2000 est totalement compatible avec tous les luminomètres disponibles avec lecture par le haut, les lecteurs multi-mode, les processeurs robotiques d'échantillons et les systèmes automatisés de manipulation des fluides.

Pour une copie du rapport technique ou des informations supplémentaires sur les microplaques noires et blanches Krystal 2000, contactez :

Porvair Sciences Ltd.
Tél : +44 1932 240 255
int.sales@porvair-sciences.com

Le système SARTOFLOW® Advanced combine une flexibilité totale et des performances exceptionnelles de filtration tangentielle

Sartorius Stedim Biotech, l'un des principaux fournisseurs internationaux de l'industrie pharmaceutique et biotechnologique, présente le SARTOFLOW® Advanced, un système de filtration tangentielle compact et modulable, optimisé pour des applications d'ultrafiltration, de microfiltration et de diafiltration. Le SARTOFLOW® peut être utilisé dans tous types de « Downstream Process », tels que la purification de vaccins, d'anticorps monoclonaux ou de protéines recombinantes.



Le système offre une flexibilité totale car il peut être utilisé en laboratoire, pour le développement de procédés, pour des essais cliniques ainsi que pour la production de lots à petite échelle.

Différentes options standardisées sont disponibles, afin d'offrir le système adapté à l'évolution des exigences de production. Ce système peut également être remis à niveau grâce à des options supplémentaires, en cas d'évolution des besoins au cours des étapes de développement ou de production.

Le SARTOFLOW® Advanced peut être configuré de manière à recevoir des cassettes Sartoco® Slice (0.1m²) ou des cassettes Sartoco® (0.7m²), afin de fournir à l'utilisateur une large gamme de surfaces membranaires. Toutes les cassettes de filtration tangentielle Sartoco® ont le même écoulement hydrodynamique, ce qui permet un changement d'échelle linéaire de 0,1 à 2,1 m² de surface membranaire. Grâce à sa construction compacte unique, le SARTOFLOW® Advanced a un volume recirculation très faible d'environ 200 mL, et rend ainsi possible la concentration de petits volumes.

Le système peut être équipé de différents réservoirs de recirculation : une cuve cylindrique en acier inoxydable de 10 L à double enveloppe pour le refroidissement, avec un fond conique et optionnellement un regard vitré pour contrôle visuel ; ou un support pour poches de filtration tangentielle à usage unique de 5 L, 10 L ou 20 L.

Le système de filtration tangentielle est équipé de l'unité de contrôle DCU-4 pouvant communiquer facilement avec le logiciel Sartorius BioPAT® SCADAMIFCS. L'unité et son écran tactile sont construits pour résister à une utilisation continue en laboratoire et dans la production.

Contact : Sartorius Stedim Biotech S.A.
Phone: +33.442.845600 - Fax: +33.442.845619
info@sartorius-stedim.com
www.sartorius-stedim.com

Refroidisseurs à circulation

Pour des Applications de refroidissement en Laboratoire & Industriel



Capacité de refroidissement jusqu'à 50 kW.
Technologie modulaire • Grande efficacité • Petites dimensions

Les refroidisseurs de la gamme Unichiller® sont des solutions idéales pour un environnement agréable et un refroidissement économique en laboratoire et dans l'industrie. Au choix plus de 50 modèles refroidis à l'air ou à l'eau d'une capacité de refroidissement de 0.3 à 50 kW.

- Gamme de températures de -20 °C à +40 °C
- Grandes capacités de refroidissement jusqu'à 50 kW
- Pompes de circulation puissantes 220 l/min
- Gestion d'énergie moderne
- Peu encombrant grâce à une conception en hauteur
- Fabrication robuste en inox
- Fonctionnement fiable avec contrôle de sécurité
- Contrôle précis de la température
- Technologie modulaire avec des fonctions adaptables (selon le modèle, connexion sonde Pt100, interface RS232, 5-points d'étalonnage, élément chauffant en option, extension de la gamme de température jusqu'à +100 °C, etc.)

Pour plus d'information, contactez nous au +49 781 9603-0 ou visitez www.huber-online.com.

huber

high precision thermoregulation

Peter Huber Kältemaschinenbau GmbH
Werner-von-Siemens-Strasse 1 • 77656 Offenburg / Germany
Tél. +49 781 9603-0 • Fax +49 781 57211 • www.huber-online.com