



SIEBTECHNIK TEMA



Pyknometrie im Labor

Wie gehe ich richtig vor und vermeide Fehlerquellen?
Mit Standard Gaspiknometern oder dem BULKINSPECTOR.

Pyknometrie im Labor

Worauf ist zu achten?

Warum hängt die Qualität einer Analyse häufig von der Person ab, die sie durchführt?
Und warum gibt es in Laboren bestimmte Aufgaben, die oftmals nur von einer bestimmten Person erledigt werden (dürfen)?

IN VIELEN FÄLLEN IST DIE ANTWORT KNOW-HOW, ÜBUNG & EFFIZIENZ.

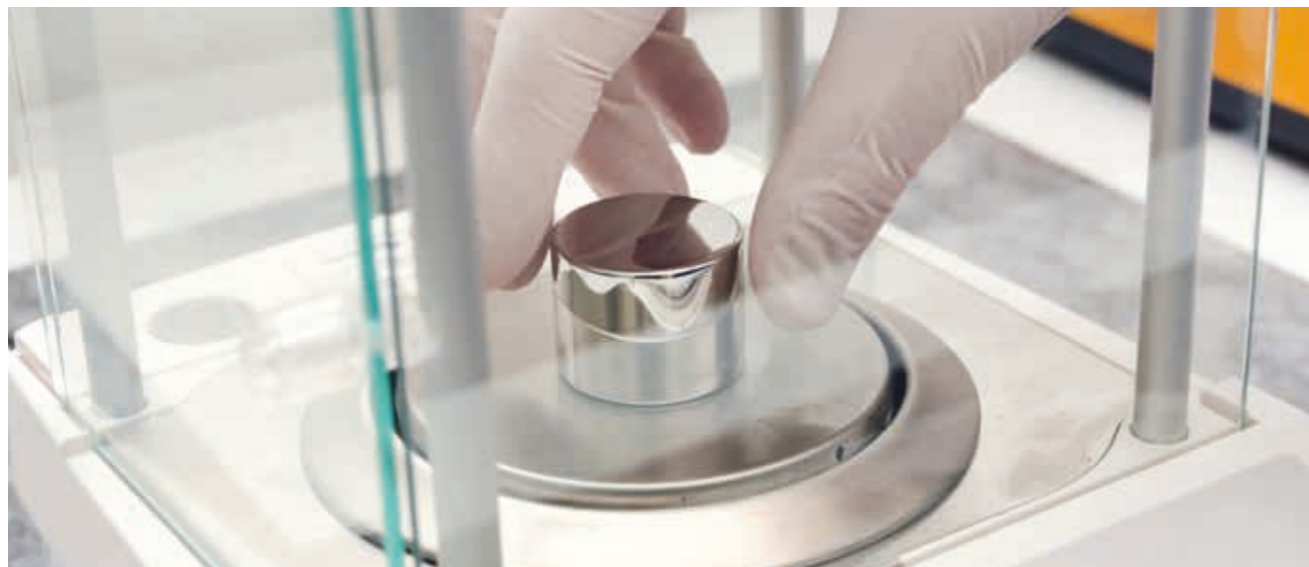
Man benötigt das Wissen, wie man vorgeht und Fehler im Allgemeinen vermeidet (Know-how). Routine und gute Planung des Tätigkeitsablaufs helfen ebenfalls Fehlerquellen zu vermeiden und sparen darüber hinaus Zeit (Übung & Effizienz).

Eigentlich besteht die Dichtebestimmung aus zwei einzelnen Messungen an zwei unterschiedlichen Geräten - einer Waage zur Bestimmung der Probenmasse und dem eigentlichen Gaspyknometer, dem Gerät für die Volumenbestimmung.

Deswegen kann sogar das Handling zwischen beiden Geräten zu Messungenauigkeiten führen und selbst kleinste Kontaminationen verfälschen das Ergebnis.

Darüber hinaus sind, bei einem Standard-Gaspyknometer, die Laborant*innen für die gesamte Zeit des Messvorganges gebunden.

Um den Vorgang der Dichtebestimmung und die Unterschiede zum BULKINSPECTOR besser zu erläutern, finden Sie hier alle notwendigen Informationen inklusive der gängigen Fehlerpotentiale.



EINRICHTUNG DES LABORS

Der komplette Vorgang der Dichtebestimmung erfolgt manuell durch geschulte Laborant*innen. Vorzugsweise immer die gleiche Person.

Um Fehler beim Handling und Transport der Probe, oder sogar eine Veränderung der Probe zu vermeiden, sollte sichergestellt sein, dass Waage und Pyknometer nah beieinanderstehen. Auf diese Weise sind die Wege kurz und das Risiko wird minimiert.

Mögliche Risiken: Niesen. Die Probe könnte verschüttet werden, oder es geraten durch andere Prozesse Partikel hinein. Da die Probenbehälter oftmals nicht beschriftet werden können, ist auch eine Verwechslung der Probe denkbar.

DIE WAHL DES RICHTIGEN MESSGASES

Wichtig ist die Verwendung des richtigen Messgases, welches wir nach Beschaffenheit der Probe und dem Zweck der Messung auswählen. Dieses sollte möglichst auf Messtemperatur temperiert sein.

Bei gängigen Laborpyknometern ist die Temperierung des Gases meist schwierig. Daher sollte zwischen Druckminderer und Messgerät eine längere Leitung im Raum verlegt sein, so dass das Messgas Raumtemperatur annehmen kann bevor es ins Gerät strömt.

Bei Helium gibt es verschiedene Qualitäten. Bitte auf keinen Fall das preiswerte He-Ballongas verwenden, weil dieses nicht entfeuchtet ist.





DIE PROBE

Streng genommen sollte jede Probe vor der Messung getrocknet und entfeuchtet werden, damit adsorbiertes Wasser, sowohl von der Oberfläche als auch aus Poren, entfernt wird. Dies kann durch ein Vakuum im Exsikkator erfolgen, oder aber im Trockenschrank bei etwas über 100 °C - wenn es die Probe verträgt.

Bei weitgehend glatten Oberflächen des Probenkörpers, oder Partikeln ohne oder mit wenigen Poren, kann diese Konditionierung jedoch entfallen.

Bei feinstkörnigem Material, ggf. sogar mit hohem Porenanteil, ist eine Entfeuchtung der Probe vor der Messung auf jeden Fall anzuraten.



TEMPERIERUNG & LUFTDRUCK

Wichtig ist, dass wir die Probe danach auf Raumtemperatur (eigentlich Messtemperatur) **abkühlen lassen und unter Luftabschluss halten**, da die Aufnahme von Luftfeuchte im Allgemeinen sehr schnell vonstattengeht.

Eine Pyknometer Messung basiert auf Druckmessungen eines Gases. **Die Thermodynamik der Gase erfordert die Einhaltung exakter Temperaturen und spezieller Gerätemaßnahmen zur Thermostatisierung.** Nicht alle Geräte haben diese Temperierung eingebaut, hochwertige Pyknometer sollten jedoch darüber verfügen.

Geräte **ohne elektronische Thermostatisierung** müssen wir in Räumen mit möglichst **gleichbleibender Raumtemperatur** betreiben. Das ist insofern wichtig, weil es sonst jahreszeitlich bedingte Messunterschiede gibt.

Auch der Umgebungsluftdruck hat grundsätzlich Einfluss auf das Messergebnis von Pyknometern.

Der Grund dafür liegt in der Gerätetechnik der Ventile und Anschlussleitungen. Grundsätzlich sollten Pyknometer daher druckkompensiert sein, damit sie bei unterschiedlichen Wetterlagen ($\pm 20 \dots 25$ hPa) genauso gut funktionieren, wie auf unterschiedlichen geodätischen Höhen (+4000 m Höhe oder Meeresspiegel).

DAS HANDLING

Ein häufig unterschätztes Problem ist der Probenbecher, der sich durch das Handling zwischen Waage und Pyknometer durch Kontakt mit den **Fingern erwärmen kann**. Daher sollten wir nach Möglichkeit dünne Gewebe-Handschuhe tragen. Darüber hinaus **verhindern sie die Verschmutzung des Probenbechers mit z.B. Körperfett**.

Die Probe kann entgleiten, umfallen und im schlimmsten Fall herunterfallen.

Weil die Oberfläche des Probenbechers (meist aus Alu oder Edelstahl) glatt ist, erschweren die Handschuhe allerdings das Handling. Der Probenbecher muss nach der Pyknometer Messung aus dem Messzylinder von Hand herausgenommen werden und sitzt vertieft in der Messzelle oder dem Füllstück (inset). Daher müssen wir den Becher am Rand der Innenseite fassen können. Die meisten Pyknometer Hersteller bieten zur Hilfe einen kleinen Drahtaken - der Probenbecher hat am oberen Rand Löcher - für die erleichterte Entnahme an.

Alles in allem braucht es also Routine und Geschick für das Handling des Probenbechers.

TARA GEWICHT DES PROBENBECHERS

Achtung: Wenn die Waage nicht elektronisch mit dem Pyknometer verbunden ist, muss die Masse der Probe von Hand eingegeben werden. Hier ergeben sich mögliche Übertragungsfehler.

Viele gängige Pyknometer verfügen über eine Datenschnittstelle, so dass die Daten der elektronischen Analysewaage direkt übernommen werden können. Da für die weitere Messung das Gewicht des Probenbechers unerheblich ist, setzen wir dieses über die Tara-Taste der Waage auf 0. Auf diese Weise wird nur das Gewicht unserer Probe an das Pyknometer übermittelt.

Hierzu stellen wir den vorher gereinigten, leeren Becher in die Waage.

Ist der leere Probenbecher gewogen und das Tara Gewicht in der Waage genullt, kann man ihn wieder aus der Waage entnehmen und mit der Probe befüllen.

BEFÜLLUNG DES PROBENBECHERS

Vorsicht: Wenn nicht die gesamte Teilprobe in den Probenbecher gelangt und Reste einfach weggeschwemmt werden ergeben sich Probenahmefehler.

Bei Schüttgütern ist darauf zu achten, dass die gesamte, vorher durch Teilung erzeugte Probenmenge in den Becher gelangt.

Ein Trichter erleichtert uns hier die Arbeit des Einfüllens. Allerdings ergibt sich hier bei Pulvern oftmals das Problem elektrostatischer Aufladung (Triboaufladung). Besonders heikel sind Toner, Pulverlack und andere feinste nichtleitende Kunststoffpartikel. Die Partikel „springen und sprühen“ ggf. unkontrolliert herum und haften an beliebigen Stellen, z.B. auch außen auf dem Probenbecher.

In jedem Fall sind anhaftende Partikel mit dem Pinsel zu entfernen. Zudem müssen wir darauf achten, dass keine Partikel außen oder unten am

Bitte auch den Potentialausgleich zwischen Analysewaage und Pyknometer beachten. Es kann passieren, dass Ladungen des Probenbechers mit Probe beim Transport zwischen Waage und Messgerät „sprühen“. Dadurch entstünde ein Wägeverlust, der das Messergebnis verfälscht.

Empfehlung: Der Probenbecher sollte zu 75% seines Volumens mit der Probe ausgefüllt sein, sonst wird der Gasvolumenanteil in der Messzelle gegenüber dem Probenvolumen zu groß.



Probenbecher anhaften. Diese würden sonst in die Messzelle verschleppt. Beim Entleeren der Probe aus dem Probenbecher könnte es erneut zu diesem Problem kommen, auch hier sollte auf eine entsprechende Reinigung geachtet werden.

Werden unterschiedliche Probengrößen verwendet, müssen die Insets und die entsprechenden Probenbechergößen häufiger gewechselt werden. Bei jedem Wechsel muss eine Kalibrierung mit den Kalibrierkugeln erfolgen. Das könnte leicht vergessen werden. Standard-Pyknometer erkennen nicht automatische welcher Einsatz / welcher Probenbecher gerade in Verwendung ist.

WIEGEN DER PROBE

Um den Einfluss von Luftströmungen zu vermeiden, muss immer darauf geachtet werden, dass die Türen der hochgenauen Analysenwaage nach dem Öffnen und Einstellen der Probe wieder geschlossen werden.

Nun können wir den Probenbecher mit Probe verwiegen und - nach erfolgter Beruhigungszeit - die Datenübergabe an das Pyknometer durch Betätigung einer Taste auslösen.

BEFÜLLUNG DES PYKNOMETERS

Zur Dichtebestimmung den Probenbecher vorsichtig in das Pyknometer einsetzen. Die handelsüblichen Pyknometer haben eine Messzellengröße, so dass der größte von drei möglichen Probenbechern direkt hineinpasst. Für kleinere Proben stehen zwei kleinere Probenbecher zur Verfügung. Um Messfehler durch zu großes Gas-Leervolumen gering zu halten, gibt es zu jedem der kleineren Probenbecher zwei passende, zylindrische Füllstücke (Einsätze oder auch insets), die vor der Messung in die Messzelle eingesetzt werden sollten. Bei Geräten ohne Temperierung sollten wir sicherstellen, dass die Einsätze am gleichen Ort untergebracht sind und die

Die Einsätze sollten in ausreichender Zeit vor der Messung eingesetzt werden, damit sie bis zur Messung die Messtemperatur annehmen. Die Temperierung der Einsätze kann einige Zeit in Anspruch nehmen.



gleiche Temperatur wie das Pyknometer annehmen können. Ebenso wichtig: Der Deckel zur Messzelle sollte immer aufgesetzt bleiben und auch erst direkt vor dem Einsetzen des Probenbechers geöffnet werden, damit auch er auf Messtemperatur bleibt.

Nach dem Öffnen des Deckels der Messkammer können wir den Probenbecher einsetzen und die Messzelle wieder fest verschließen. Es gibt Schraubverschlüsse für den Deckel aus Stahl, die mit mehreren Umdrehungen angezogen werden müssen, bis sich durch direkten Kontakt der Stahlflächen von Deckel und Messzelle ein erhöhter Widerstand ergibt. Die nach oben offene Kontaktfläche der Messzelle zum Deckel muss sauber und absolut partikelfrei sein.

Ein Deckel mit Bajonette-Verschluss hat den Vorteil, dass er mit einer Teildrehung festgezogen wird. Die Raststellung des Bajonettes sorgt dafür, dass der Deckel nicht mit Kraft überdreht werden kann. Über die Geometrie des Bajonettes ist also der axiale Schließweg des Deckels und bei sauberen Kontaktflächen auch die Schließkraft festgelegt. Das ist von Vorteil gegenüber Deckeln mit Gewinde.

MESSUNG & DATENAUSGABE

Jetzt können wir die eigentliche Messroutine des Pyknometers starten, deren Parameter wir schon im Vorfeld festgelegt und eingegeben haben. Dazu gehört auch eine eindeutige Probenbezeichnung. Ist die Messung abgeschlossen, so erhalten wir das Messprotokoll - je nach Pyknometermodell, z.B. am PC- welches wir ausdrucken oder in einer Datenbank speichern können.

Da wir uns für die gesamte Zeit des Messvorganges auf die Messung und Tätigkeitsabfolge konzentrieren sollten, können wir keine anderen Tätigkeiten simultan verrichten.

REINIGUNG

Nach Benutzung werden der Probenbehälter und Einfülltrichter komplett gereinigt und von Rückständen befreit. Eine Überprüfung des Deckels oder der Kontaktflächen des Pyknometers kann ebenfalls sinnvoll sein.

Diese Übersicht „Pyknometrie in Laboren mit Standard-Pyknometern“ entstand in Zusammenarbeit mit Prof. Dr. Ing. Dieter Claus Schwechten. Professor Schwechten hat, bis zu seinem Ruhestand, an der HTWG Konstanz gelehrt und Gaspyknometer sowohl beruflich als auch im Rahmen seiner Lehrtätigkeiten regelmäßig genutzt.

Auf einen Blick

Pyknometrie im Labor = manueller Vorgang



- 1. Wahl des richtigen Messgases**
i.d.R Helium
- 2. Wahl des passenden Probenbehälters**
ggf. inkl. Inset & Kalibrierung, Probe sollte diesen zu 75% füllen
- 3. Taragewicht des Probenhälters**
in der Waage auf 0 setzen
- 4. Probenbehälter befüllen**
Vorsicht vor Mengenverlust und elektrostatischer Aufladung
- 5. Probe wiegen**
gängige Wiegefehler vermeiden
- 6. Befüllung Gaspyknometer**
dabei sicherstellen, dass der Deckel richtig verschlossen ist
- 7. Volumenmessung & Datenausgabe**
- 8. Reinigung**



LABORANT*IN

Ist für die Dauer der Messung beschäftigt
Hat Einfluss auf Dauer & Qualität des Messvorgangs
schafft gelernt ca. 4 - 5 Messung pro Stunde / ungelernt ca. 2 - 3 Messungen pro Stunde



WAAGE

Um Übertragungsfehler zu vermeiden, ein Gerät mit elektronischer Datenübergabe verwenden
Steht bestenfalls in unmittelbarer Nähe zum Gaspyknometer um Transportwege kurz zu halten



PYKNOMETER

Herkömmliche Gaspyknometer variieren stark in der Ausstattung, es gibt Geräte mit Folientastaturen oder grafischen Bedienfeldern. Einige haben eine eingebaute Temperierung, andere nicht. In den meisten Fällen handelt es sich um Tischgeräte von geringer Größe mit einem Kunststoffgehäuse. Die Messkammer wird mittels Schraub- oder Bajonettverschluss verschlossen.



EINRICHTUNG DES LABORS

Der komplette Vorgang der Dichtebestimmung erfolgt automatisiert im BULKINSPECTOR selbst, daher ist eine räumliche Nähe zu anderen Geräten nicht zwingend erforderlich.

Sie benötigen lediglich ausreichend Stellfläche. Haben Sie sich für eine weitere Automatisierung mit dem optionalen Probenmagazin entschieden, so ist für dieses zusätzlicher Platz einzuplanen.

Da der BULKINSPECTOR selbst nur 85,5 cm hoch ist, bieten wir Ihnen auch Untergestelle (mit oder ohne Schallschutz) an.

Sollte am Aufstellort keine Druckluft zur Verfügung stehen, ist auch ein geräuscharmer Kompressor erhältlich, welcher z.B. im Untergestell integriert werden kann.

DIE WAHL DES RICHTIGEN MESSGASES

Wichtig ist die Verwendung des richtigen Messgases. Wählen Sie dieses nach Beschaffenheit der Probe und dem Zweck der Messung aus.

VOR DER INBETRIEBNAHME

Nach dem Einschalten werden die Achsen referenziert und die Zufuhr von Druckluft und Helium sollte sicher gestellt sein. Um präzise Messungen zu erhalten, starten Sie die Temperierung und warten bis die Mess-temperatur erreicht ist.

EINSTELLUNG DER SOFTWARE

Für die Messungen lassen sich folgende wesentliche Parameter einstellen: Messtemperatur, Messbechergöße, Messwiederholungen, Messdruck, Spülzeit und

die aus den Messungen gewünschte Zielgenauigkeit.

Abgesehen von der Messung lassen sich noch eine Vielzahl weiterer Maschinenparameter individuell konfigurieren.

Um den BULKINSPECTOR zu verwenden müssen Sie nicht direkt an der Maschine stehen. Sie können das Tablet zur Bedienung auch aus der Entfernung nutzen und so Laufwege sparen. Zum Beispiel: Arbeiten Sie mit dem Probenmagazin, können Sie das Magazin befüllen und die Einstellung direkt dort vornehmen.

DIE PROBE | BEFÜLLUNG DES BULKINSPECTORS

Die Messbecher sollten zu 70-75% mit Probenmaterial gefüllt werden.

Mit der Anbindung des Probenmagazines kann das Pyknometer über Stunden automatisiert Proben analysieren.

Die Probenbecher werden hier zuvor komplett entnommen und separat befüllt.

Anschließend ist kein manueller Eingriff nach jeder Probe mehr nötig.

Nutzen Sie die Zeit für andere Tätigkeiten oder führen Sie die Messungen außerhalb der Laborzeiten durch!

Im Probenmagazin werden zudem die Proben bereits vortemperiert, was zu einer höheren Präzision der Messung führt.

Alternativ können Sie den BULKINSPECTOR selbstverständlich auch einzeln von Hand befüllen. Hierzu wird die Probe in die Einfülleinrichtung gegeben.

Im Lieferumfang ist ein Einsatz enthalten um das Einfüllen in das 10ml Gefäß zu erleichtern.

TEMPERIERUNG & LUFTDRUCK

Der BULKINSPECTOR ist ein in sich geschlossenes System. Der Innenraum des Geräts wird mittels Peltier Elementen temperiert. Auch der Umgebungsluftdruck (Wetterlage (+/- 20...25 hPa) oder geodätische Höhe (+4000 m Höhe oder Meeresspiegel)) beeinflusst das Messergebnis nicht.

MESSUNG & DATENAUSGABE

Die Software speichert die Messergebnisse automatisch. Sie können über die App aufgerufen, im Netzwerk gespeichert oder versendet werden (Bluetooth, WLAN) werden.

Auf einen Blick

BULKINSPECTOR = Vollautomatisch

1. Einrichtung & Inbetriebnahme
2. Befüllung des Pyknometers oder des Probenmagazins
3. Automatische Dichtemessung
Taragewicht Probenbehälter, Befüllung, Wiegen der Probe, Volumenmessung, Entleerung & Reinigung Probenbehälter



LABORANT*IN

Befüllt lediglich den BULKINSPECTOR oder das optionale Probenmagazin. Entleert bei Bedarf den Auffangbehälter. Da das Handling & die Messung vollkommen automatisch ablaufen, können währenddessen andere Tätigkeiten erledigt werden. Die Messung kann auch außerhalb der Laborzeiten durchgeführt werden.



WAAGE

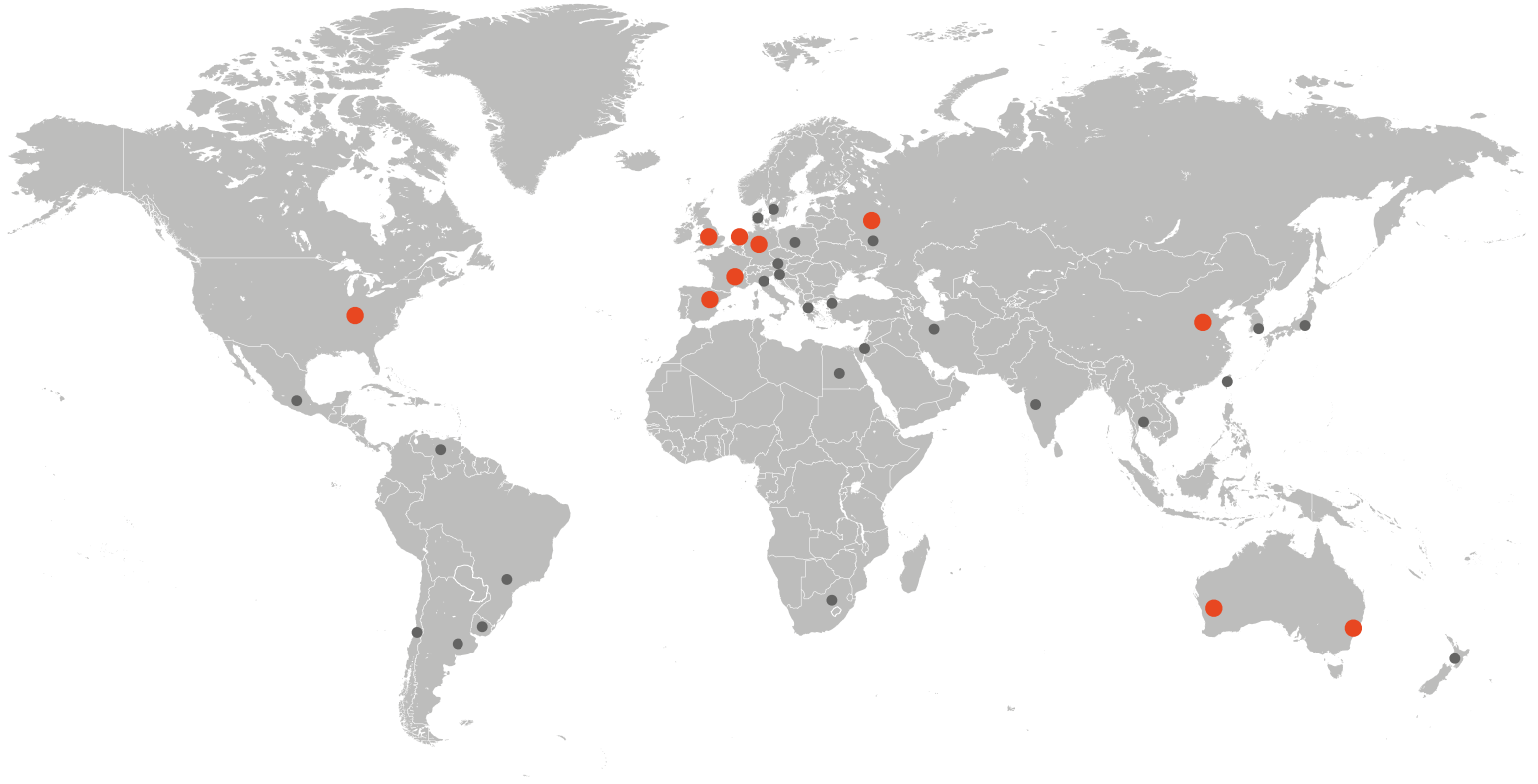
Der Wiegevorgang erfolgt automatisch im BULKINSPECTOR. Wiege- & Übertragungsfehler, sowie Kontamination können ausgeschlossen werden.



PYKNOMETER

Circa 12 Messungen pro Stunde
Mobiles Bedienteil, Datenübergabe an externe Systeme, Optional erhältliches Probenmagazin für 25/50 Proben zur automatischen Verarbeitung, Temperierung des Innenraums, Präzisionswaage, Stahlgehäuse, Gewicht 190 kg, Maße B1100 x T675 x H855 mm.

One Solution. Worldwide.



SIEBTECHNIK TEMA bietet mehr als 50 lokale Vertriebsbüros und Vertretungen weltweit mit Haupt-Niederlassungen in:

Mülheim an der Ruhr, Deutschland | Rijswijk / Den Haag, Niederlande | Daventry, Großbritannien
Mundolsheim, Frankreich | Madrid, Spanien | Sydney & Perth, Australien | Cincinnati, USA
Tianjin, China | Moskau, Russland

Wir sind Experten im Bereich der Fest-Flüssig-Trennung und in der Aufbereitung mineralischer Schüttgüter für die Chemie- und Lebensmittelindustrie.

Aufbereitungsmaschinen | Automationslösungen | Dekanter | Förderrinnen | Gleitzentrifugen
Kontrollsiebmaschinen | Laborgeräte | Probenahmeanlagen | Probenaufbereitung | Rohrpost-
anlagen | Setzmaschinen | Siebmaschinen | Siebschneckenzenrifugen | Schubzentrifugen
Schwingzentrifugen | Trockner | Zerkleinerungsmaschinen/-anlagen