

## Asche-Thermo Schnellmethode

Ash content quick analysis with weighing in 5 minutes

### Asche-Thermo 1

mit Temperaturwahl 600° C und  
1 100° C zur Ermittlung des tatsächlichen  
Füllstoffgehaltes (z.B. Kaolin  
und Anteil CaCo<sub>3</sub>)

Nr. 6.00.00

### Asche-Thermo 2

Schnellmethode zur Bestimmung der  
Auftragsmenge bei gestrichenen und  
pigmentierten Papieren

Nr. 6.10.00

### Asche-Thermo 4

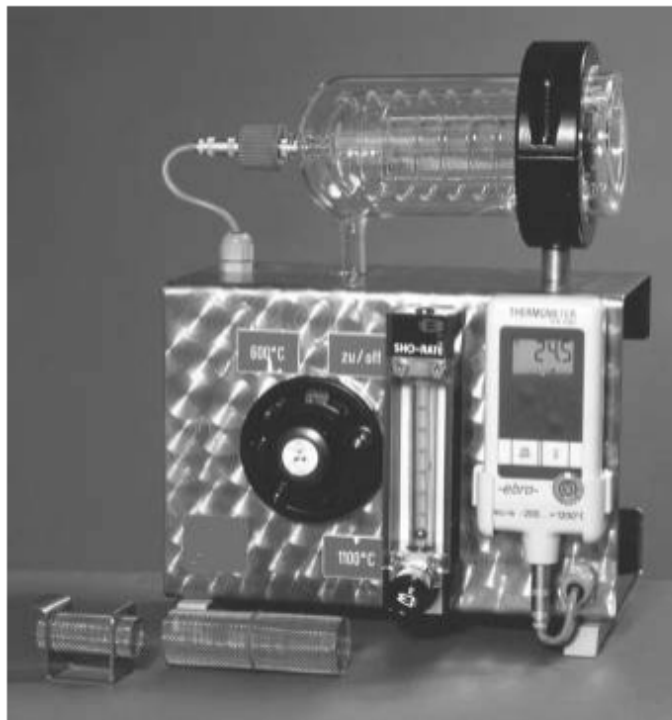
Aschegehalt-Schnellmethode mit  
Besonders großem Veraschungsvolumen  
für die Beschichtungs- und  
Strichmengenbestimmung

Nr. 6.20.00

### Asche Pharma

Schnellmethode für die Bestimmung des Aschegehaltes von Drogen  
unterschiedlicher Provenienzen, wie Kräuter – chemische Produkte – organische  
Substanzen – Tabletten – Teeblätter – Klärschlamm – Gummi

Nr. 6.10.00



# Asche-Thermo 1

## Aschegehalt-Schnellmethode bei Füllstoffmischungen, mit Temperaturwahl 600 °C und 1 100 °C

(z.B. Kaolin, CaCO<sub>3</sub>)

Bei der Papiererzeugung oder aber auch bei Versuchen im Pilot- oder Labormaßstab zur Herstellung noch aschehaltiger Druckpapiere (auch Streichpapiere) durch Einsatz von Füllstoff- oder Pigmentmischungen (z.B. Kaolin, CaCO<sub>3</sub>) ist es sehr wichtig, den tatsächlichen Füllstoffgehalt, und zwar Anteil Kaolin und Anteil CaCO<sub>3</sub>, zu wissen. Die Bestimmung beider Füllstoffkomponenten muß aber sehr schnell gehen, um unnötige Wartezeiten zu vermeiden.

Bislang bediente man sich hierzu eines Muffelofens. Genaugenommen müßte man zwei Muffelöfen haben, um den Ascheanteil bei 600 °C und bei 1 100 °C zu bestimmen.

Eine Aschebestimmung im Muffelofen dauert ca. 20-30 Minuten.

Sehr schnell, binnen weniger Minuten, kann man den Aschegehalt bei 600 °C und 1 000 °C bestimmen, wenn man sich der Aschegehalt-Schnellmethode mittels des Gerätes bedient.

Durch Bedienung eines Regulierventiles kann man die Sauerstoffzufuhr so regulieren, daß im Veraschungsraum sich 600 °C oder 1 100 °C einstellen. Die eingestellte Temperatur ist an einem Meßinstrument abzulesen.

### Bestimmung des Aschegehaltes bei 600 °C und 1 100 °C

Z.B. Einwaage ca. 1 – 1,5 g Papier ins Veraschungsnetz stecken und in Glasbehälter einführen. Sauerstoff-Flasche auf 1,5 bar Vordruck einstellen. Sauerstoffzufuhrventil am Veraschungsgerät bis auf Anschlag öffnen, Papier anzünden und dann Ventil auf gewünschte Temperatur (1 100 °C oder 600 °C) einstellen. Nach ca. 2 – 10 Minuten (ca. 2 Minuten bei 1 100 °C und 8–10 Minuten bei 600 °C) Glührückstand auswiegen.

### Ermittlung des Kaolin- und CaCO<sub>3</sub>-Anteils

Der Berechnung liegt folgende Überlegung zugrunde:

| Aschebestimmung im Sauerstoffstrom  |  |
|---|--|
| Bei 600 °C = 19,7 %   | Bei 1 100 °C = 12,7 %  |
| Im Veraschungsnetz verbleibt<br>Glührückstand<br>Kaolin + CaCO <sub>3</sub> | Im Veraschungsnetz verbleibt<br>Glührückstand<br>Kaolin + Calciumoxyd<br>CaCO <sub>3</sub> → CaO + CO <sub>2</sub> |

Rechenbeispiel

Asche 600 °C = 26,62 %

Asche 1 100 °C = 24,30 %

Differenz 2,32 %

Molgewichte: CaCO<sub>3</sub> = 100; CaO = 56; CO<sub>2</sub> = 44;

44 g CO<sub>2</sub> entstehen aus 100 g CaCO<sub>3</sub>

2,32 g CO<sub>2</sub> entstehen aus X g CaCO<sub>3</sub>

$X = \frac{2,32 \cdot 100}{44} = 5,27 \text{ g CaCO}_3$

26,62 % Asche aus 600 °C (Kaolin + CaCO<sub>3</sub>)

5,27 % CaCO<sub>3</sub> aus Aschedifferenz berechnet

21,35% Kaolin · 1,13 (Glühfaktor Kaolin)

= 24,13 % Kaolin = 82,1%

+ 5,27 % CaCO<sub>3</sub> = 17,9 %

29,40 % Gesamtfüllstoff = 100 %

Vergleich:

Aschebestimmung im **Muffelofen**

bei 1 100 °C = 12,7 %

bei 600 °C = 19,2 %

dies entspricht 74,1 % CaCO<sub>3</sub> = 25,9 % Kaolin

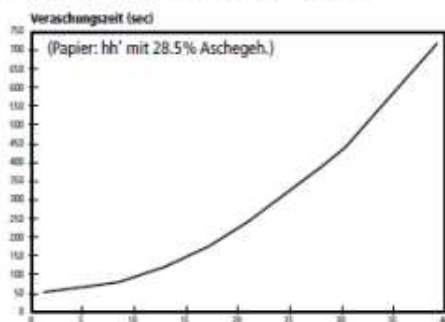
## Asche-Thermo 2 Schnellmethode zur Bestimmung der Auftragsmenge

### Asche-Thermo 2 Aschegehalt-Schnellmethode mit besonders großem Veraschungs- volumen für die Beschichtungs- und Strichmengenbestimmung

Bei der Veraschung verschiedenster Produkte, u.a. bei Papier mit geringem Aschegehalt oder geringem Strichauftrag, war die maximale Einwaage von z.B. 5 Gramm oft zu ungenau.

Das größere Veraschungsvolumen gestattet jetzt den Einsatz eines um das vierfache größeren Netzkorbes und damit Einwaagen bei Papier bis zu 40g oder – je nach flächenbezogener Masse – ein Papiermuster von über einem halben Quadratmeter.

Dadurch ist die Genauigkeit der Methode bei niedrigem Aschegehalt erheblich verbessert worden.



Allerdings wird durch die größere Einwaage die Veraschungszeit verlängert.

Am Beispiel eines Papierses mit einem Flächengewicht von 65 g/m<sup>2</sup> wurde die Veraschungszeit in Abhängigkeit von der Papiereinwaage graphisch aufgetragen.

Das untenstehende Diagramm zeigt, daß sich bei einer Papiereinwaage von ca. 40g = 1/2 m<sup>2</sup> die Zeit der Veraschung auf ca. 12 Minuten verlängert. Bei geringerem Aschegehalt ist die Zeit deutlich niedriger.

| Papierfläche<br>m <sup>2</sup> | Einwaage<br>g | Asche<br>% | Veraschungszeit<br>Sek. |
|--------------------------------|---------------|------------|-------------------------|
| 0,062                          | 1,256         | 28,7       | 55                      |
| 0,125                          | 8,780         | 28,7       | 85                      |
| 0,187                          | 13,066        | 28,4       | 125                     |
| 0,250                          | 17,411        | 28,4       | 180                     |
| 0,312                          | 21,847        | 28,5       | 260                     |
| 0,374                          | 25,974        | 28,4       | 345                     |
| 0,437                          | 30,338        | 28,5       | 445                     |
| 0,562                          | 39,030        | 28,4       | 720                     |

## Asche Pharma

Die Bestimmung des Aschegehaltes wird vorwiegend bei Drogen, unterschiedlicher Provenienzen, Kräutern, chem. Produkten, organischen Substanzen, Tabletten, Papier und Klärschlamm angewandt.

Unter Asche werden die in Prozent angegebenen, nicht flüchtigen Teile verstanden, die beim Verbrennen und anschließendem Glühen einer organischen Substanz oder einer Droge übrigbleiben.

Die Veraschung dauert, einschließlich der Verwiegung, nur wenige Minuten, wobei für die Zeit der Veraschung Sauerstoff aus der Stahlflasche (Vordruck 1,5 – 2 bar) von max. 5 l/min durch das Gerät strömt.

Im Vergleich zu der herkömmlichen Methode im Porzellan- oder Platintiegel ist die Schnellmethode sehr kostensparend und wirtschaftlich.

Die zu veraschende Probe wird in den Netzkorb (2) gesteckt und mit dem Netzkorbräger in das Veraschungsrohr aus Glas geschoben. Nach eingestelltem Vordruck von 1,5 – 2 bar am Druckminderer der Stahlflasche wird der Durchflußmesser (6) auf max. 5 l/min am Nadelventil eingestellt.

Die Probe wird mit Streichholz oder Feuerzeug an der Öffnung des Netzkorbcs entzündet. Das Feuer erlischt, wenn die Veraschung beendet ist.

Nach einigen Sekunden schließt man die Sauerstoffzufuhr, und der Netzkorb kann mit der Pinzette zum Wiegen herausgenommen werden.

### Schnellveraschung von Gummimustern

| Tara Netzkorb<br>g <sup>2</sup> | Einwaage<br>g | Auswaage<br>g | Asche<br>% |
|---------------------------------|---------------|---------------|------------|
| 16,24168                        | 1,00911       | 0,07908       | 7,84       |
| 16,24215                        | 1,00950       | 0,08350       | 8,27       |
| 16,24285                        | 1,00206       | 0,08018       | 8,00       |

Beispiele von Schnellveraschungen im Sauerstoff von Drogenmustern unterschiedlicher Provenienzen mit und ohne Festhalten der Einzelverwiegungen sowie teilweisem Vergleich mit den Arzneibuchmethoden.

|                       | Aschegehalt<br>in % | Sulfat-<br>asche<br>% | Max.<br>Asche<br>in % | Max.<br>Sulfat-<br>asche | Pharma<br>kopöe <sup>1</sup> |
|-----------------------|---------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------------|------------------------------|
| Crataegi<br>fructus   | 2,97 2,63           | 3,38                  |                       | 5,0                      | DAC                          |
| Berberidis<br>fructus | 2,79 2,79           |                       | 3,0                   |                          | EB 6                         |

1) DAC: Deutscher Arzneimittel-Codex  
EB 6: Deutsches Arzneibuch 6. Ausgabe Ergänzungsband