



## Nasschemische Fe<sup>2+</sup>-Analysen zur Beurteilung des Redoxzustandes von Glasschmelzaggregaten

Das IGR Institut für Glas- und Rohstofftechnologie GmbH ist ein unabhängiges, neutrales Institut, welches physikalisch-chemische Analysen von Glas, Glasrohstoffen und Glasrecycling durchführt. Ebenso bietet das IGR Sachverständigengutachten zu Glassplitteridentifizierungen und Bruchanalysen an.

Im Consultingbereich berät das IGR weltweit verschiedene Glashütten, Rohstofflieferanten sowie Recyclingunternehmen in den Bereichen Gemenge, Schmelze, Formgebung, Kühlung und Vergütung. Produktionsoptimierung und Glasfehlerbehebung gehören ebenso zu unseren Dienstleistungen. Der Forschung und Entwicklung gilt unser besonderes Engagement, ebenso wie der Schulung und Ausbildung. Wichtig hierbei ist uns unser QM-System, welches der DIN EN ISO/IEC 17025 entspricht. Zusätzlich beschäftigen wir uns auch mit den Bereichen Streusalzkontrollen, Baustoffen sowie Untersuchung von gesundheitsgefährdenden Stoffen wie Asbest oder künstliche Mineralfasern.

Zu unseren analytischen Dienstleistungen zählen z.B.:

- chemische Analysen von Glas, Rohstoffen und Schwermetallen mit der ICP-OES, hierzu gehören auch die Elemente Bor und Lithium
- Nachweise von diversen organischen Verbindungen, z.B. Kohlenstoff- und CSB- Analysen
- Kunststoff- und Ölprobenanalysen sowie die OH- Analytik im Glas mit der FTIR
- Bestimmungen der Farbortkennzahlen mit der UV-VIS
- Anwendungen von Nd- Magnetabscheider zur Rohstoffaufbereitung
- Schwermineralbestimmungen inklusive Korund mit der Stoßherdtechnologie
- glasspezifische Untersuchungen wie z.B. Beurteilungen von Brüchen, Gispfen und Blasen, Einschlüssen, Korrosionstests, Glasdichten und Spannungen
- Probenahme, Analysen von Haufwerken (Lot)
- REM-EDX- Analysen für Partikel, Asbest oder künstlichen Mineralfasern

#### **Anschrift**

IGR GmbH  
Rudolf-Wissell-Str. 28a  
37079 Göttingen  
Germany

#### **Telekontakte**

Telefon: +49 551 2052804  
Telefax: +49 551 2052803  
Internet: [www.IGRgmbh.de](http://www.IGRgmbh.de)  
E-mail: [d.diederich@IGRgmbh.de](mailto:d.diederich@IGRgmbh.de)

#### **Geschäftsführer**

Dirk Diederich  
Amtsgericht Göttingen, HRB 200825  
USt-IdNr.: DE263177717  
Steuer-Nr.: 20/200/40624

#### **Bank**

Braunschweigische Landessparkasse  
Konto: 199 991 548 (BLZ 25050000)  
IBAN: DE67250500000199991548  
SWIFT: NOLADE2HXXX

### Nasschemische Fe<sup>2+</sup>-Analysen nach IGR:

In den vergangenen Jahren war die Nachfrage beim IGR nach reproduzierbaren Fe<sup>2+</sup>-Analysen in silikatischen Werkstoffen von der glasproduzierenden Branche recht hoch.

Die bekannten Probleme hierbei sind die z.T. störenden Umwelteinflüsse während der Analysendurchführung. Unter anderen wird durch die DIN EN ISO 14719 „Chemische Analyse von feuerfestem Werkstoff, Glas und Glasuren - Spektralphotometrische Bestimmung von Fe<sup>2+</sup> und Fe<sup>3+</sup> mit 1,10-Phenanthrolin (ISO 14719:2011); Deutsche Fassung EN ISO 14719:2011“ eine mögliche Analytik aufgezeigt. Jedoch zeigen aktuelle Untersuchungen - u.a. von S. Bartolomey, RWTH Aachen - Unstimmigkeiten bei der Durchführung dieser Methode.

Das IGR hat sich seit Anfang 2013 mit der praktischen Durchführung der Fe<sup>2+</sup>-Analytik in silikatischen Roh- und Werkstoffen beschäftigt. Anfänglich wurden umfangreiche Literaturrecherchen vorgenommen, hier sind zusätzlich zur Norm besonders die Veröffentlichungen von P. Brosch und H. Hahn (1992) sowie das ICG-Verfahren (1999) zu nennen. Im Anschluss hieran hat sich das IGR mehrere Monate mit der praktischen Umsetzung der Fe<sup>2+</sup>-Analytik beschäftigt und eine an die Norm angelehnte, reproduzierbare Analysenmethode aufgebaut. Diese Analytik ist weitgehend robust und somit frei von störenden Umwelteinflüssen (UV-Strahlung, Schutzgasanwendung) sowie Störungen durch polyvalente Elemente in der Glasmatrix.

In der folgenden Tabelle sind nasschemisch ermittelte Fe<sup>2+</sup>-Analysen nach der IGR-Methode von diversen Kalknatrongläsern (KNG) sowie Borosilikatglas (Boro) aufgelistet.

In der 5. Spalte sind die traditionellen Fe<sup>2+</sup>-Werte aus den üblichen Transmissionsmessungen dargestellt. Zum direkten Vergleich sind in der Spalte 3 die nass-chemischen Fe<sup>2+</sup>-Analysenergebnisse nach der IGR-Methode abgebildet. Neben den zu erwartenden Unterschieden bei den Buntgläsern konnten hier jedoch zum Teil auch erhebliche Unterschiede bei den Weißgläsern ermittelt werden. Zusätzlich beinhaltet die Tabelle in Spalte 6 die Redoxzahlen (RZ), die aus den chemischen Fe<sup>2+</sup>-Ergebnissen nach IGR berechnet wurden und sich auf die von M. Nix und H.P. Williams (1990) beschriebenen 2000 kg SiO<sub>2</sub> beziehen. Außerdem ist in Spalte 4 eine IGR interne Fe<sup>2+</sup>-Modellierung, die sich aus Berechnungen diverser Transmissionswerte der UV-VIS-Analytik und mehreren chemischen Parametern der ICP-OES-Analytik ergeben, zum Vergleich dargestellt.


		Fe <sup>2+</sup> (%)			Redoxzahl (RZ)
Glas	Glashütte	Nasschemische Analyse nach IGR in Anlehnung an DIN EN ISO 14719	Modellierte Berechnung aus Transmission und ICP	Transmission nach Bamford / Hudson	RZ 2000 kg SiO <sub>2</sub>
KNG weiß Solar - Flachglas	GH1	22,7	23,5	24,5	9,3
KNG weiß Öko	GH2	34,3	33,5	25,4	3,8
KNG weiß - durch Altglas reduziert in kohle-gelb	GH2	65,6	64,5	26,3	-16,1
KNG weiß - durch Altglas reduziert in grün	GH3	62,5	57,3	32,1	-13,8
KNG grün	GH4	24,1	22,2	17,9	8,7
KNG braun	GH5	80,7	78,2	5,3	-26,4
Boro 3.3 weiß	GH6	30,8	27,8	7,6	5,9

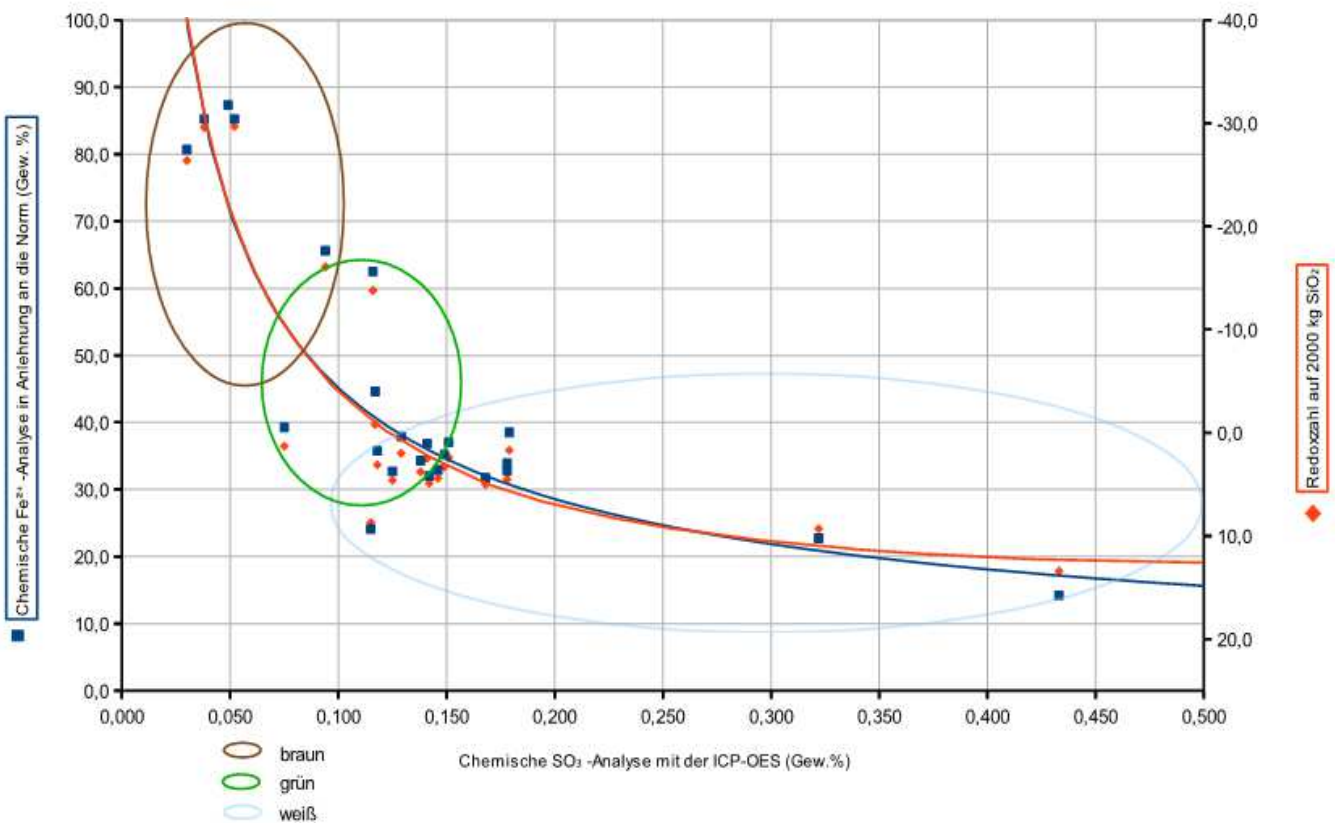
Tabelle: Gegenüberstellung von ermittelten Fe<sup>2+</sup>-Ergebnissen

Weitere Fe<sup>2+</sup>-Analysergebnisse, die nach der reproduzierbaren nasschemischen IGR-Methode ermittelt wurden, sind in der nachfolgenden Grafik, in Abhängigkeit mit den entsprechenden ICP-OES analysierten SO<sub>3</sub>-Konzentrationen zu ersehen. Zusätzlich sind noch die entsprechenden Redoxzahlen in Abhängigkeit zu den jeweiligen SO<sub>3</sub>-Konzentrationen dargestellt.

In dieser Grafik sind neben typischen Kalknatrongläsern der Farben weiß, grün und braun auch laubfarbene sowie sehr stark reduzierte Weißgläser erfasst.

So ist z.B. aus der Grafik erkennbar, dass ein Grünglas mit einem nach der IGR-Methode nasschemisch ermittelten Fe<sup>2+</sup>-Ergebnis von 36 Gew.% entsprechend eine Redoxzahl von +2 aufweist. Die dazugehörige SO<sub>3</sub>-Konzentration beträgt 0,12 Gew.%.

Die Besonderheit, die das Institut für Glas- und Rohstofftechnologie mit dieser Grafik belegt, liegt zum einen an den reproduzierbaren Zuordnungen der drei Einzelparameter Fe<sup>2+</sup>-SO<sub>3</sub>-RZ sowie in der Überlappung der entsprechenden Kurven.



Grafik 1: Redoxzustand nach IGR

**Fazit:**

Die reproduzierbaren und weitestgehend frei von störenden Einflüssen ermittelten nasschemischen Fe<sup>2+</sup>-Analysen nach der IGR-Methode führen zu deutlichen Verbesserungen für die Beurteilung der Redoxzustände von Glasschmelzaggregaten. Hierzu zählen:

- Erfassung des Redoxpotentials
- Beurteilung der reduzierenden Eigenschaften von Fremdscherben
- Vorzeitige Erkennung von ungewünschten Glasfärbungen
- Steuerung der Fe<sup>2+</sup>-Konzentration
- Einsparungsmöglichkeiten im Bereich Energie- und Rohstoffversorgung
- Reduzierung von notwendigen Entfärbungsmitteln
- Nachweis von Farbschlieren im Braunglas

**Anschrift:**

IGR-Institut für Glas- und Rohstofftechnologie GmbH  
Rudolf-Wissell-Straße 28a  
37079 Göttingen  
Tel 0551/2052804  
Fax 0551/2052803  
d.diederich@IGRgmbh.de  
www.IGRgmbh.de