speedwave® — Kompetenz im Druckaufschluss

Dr. Dieter Gutwerk

Berghof Products + Instruments GmbH, Harretstraße 1, 72800 Eningen, www.berghof.com

Einleitung

Zur Elementbestimmung in Feststoffen werden in der Regel nach der Probenahme und mechanischen Probenvorbereitung nasschemische Aufschlussverfahren eingesetzt. Dabei werden die Analyte vollständig in Lösung überführt und in flüssiger Form dem analytischen Bestimmungsschritt zugeführt (z.B. ICP-AES, ICP-MS, AAS oder Polarographie). Ziel aller Aufschlussverfahren ist die vollständige Lösung der Analyte und die komplette Zersetzung des Feststoffes (Matrix) unter Vermeidung von Analyt-Verlusten oder von Kontaminationen.

Für den Praktiker ist dabei von Bedeutung, dass der Aufschluss sicher, reproduzierbar und einfach ohne großen manuellen Aufwand durchführbar ist. Dies ist auch von wirtschaftlicher Bedeutung, da die Probenvorbereitung typischerweise den größten Teil der Arbeitszeit bindet.

Nasschemische Aufschlüsse werden unter Verwendung verschiedener Mineralsäuren wie HCl, HNO_3, HF, H_2SO_4, Wasserstoffperoxid und anderen flüssigen Reagenzien durchgeführt. Dies geschieht entweder bei Normaldruck in einem offenen System oder in geschlossenen Gefäßen. Die Gefäße können konvektiv oder in Mikrowellenöfen beheizt werden. Diese Verfahren werden in der Literatur mehr oder weniger synonym als Säureaufschluss, Druckaufschluss, Mikrowellen-aufschluss oder Mikrowellendruckaufschluss bezeichnet.

Der Vorteil der geschlossenen Vorgehensweise gegenüber dem offenen Säureaufschluss am Rückfluss oder mit der klassischen "Hot Plate" liegt in den deutlich höheren Arbeitstemperaturen. Während diese bei den offenen Systemen durch die Siedepunkte der Säurelösungen limitiert sind, können in geschlossenen Aufschlussgefäßen Temperaturen von typischerweise 200-260°C erreicht werden. Dies beschleunigt die Reaktionskinetik deutlich, so dass Aufschlüsse in wenigen Stunden durchgeführt werden können. Damit wird deutlich, dass die Temperatur den eigentlich bedeutsamen Reaktionsparameter darstellt. Sie bestimmt letztlich die Qualität des Aufschlusses, führt aber auch zu einem Druckanstieg im Gefäß und damit zu einem potentiellen Sicherheitsrisiko. Deshalb ist der Überwachung des Drucks eine ebenso große Bedeutung beizumessen wie der Temperaturkontrolle.

In den vergangenen Jahren hat sich die Mikrowellenheizung von Aufschlusslösungen immer mehr durchgesetzt. Die Aufschlüsse werden dabei in geschlossenen Gefäßen aus chemisch inerten und für Mikrowellenstrahlung transparenten Materialien durchgeführt. Neben der beschriebenen Beschleunigung der Reaktionskinetik durch Verwendung eines geschlossenen Systems bewirkt die direkte Beheizung der Probenlösungen eine weitere Reduzierung der Aufschlusszeiten.

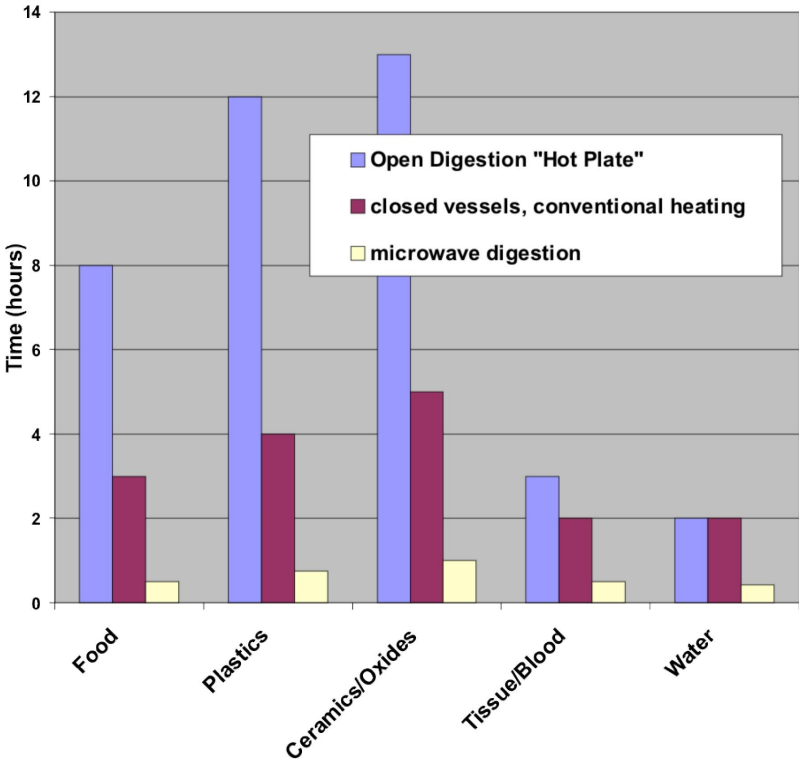

Abbildung 1: Typische Aufschlusszeiten mit verschiedenen Verfahren

Für jede Anwendungen das geeignete Aufschlusssystem

Berghof bietet Aufschlusssysteme für unterschiedliche Anwendungen an (Abbildung 2). Das Mikrowellenaufschlusssystem MWS-2 wurde speziell für Routineanwendungen in Umwelt-laboratorien oder der Lebensmittelanalytik entwickelt, während die 'speedwave® four' den gesamten Anwendungsbereich des Mikrowellenaufschlusses abdeckt (Tabelle 1). Beide Systeme bestechen durch innovative, berührungslose Sensorsysteme zur Temperatur und Drucksteuerung in allen Gefäßen. Die Temperatur aller Proben wird direkt erfasst. Dabei tritt keine Zeitverzögerung durch Aufheizung der Gefäßwandung oder von Sensoren auf. Da ein Referenzgefäß nicht erforderlich ist, wird dadurch die Handhabung deutlich vereinfacht.

Matrix	Einwaage	Säure	Temperatur	Zeit
Zellstoff / Stärke	500 mg	HNO_3	160°C	25 min
Blätter / Getreide	500 mg	HNO_3 / HF	190°C	30 min
Gewebe / Haar / Blut	50-250 mg	HNO_3	170-190°C	25 min
Fett / Öl	700 mg	HNO_3 (H_2O_2)	180-210°C	30-40 min
Kunststoffe	700 mg	HNO_3 / H_2SO_4	180-210°C	45-60 min
Kohle / Koks	250 mg	HNO_3, HF, H_2SO_4	200-240°C	45-60 min
Gestein	1000 mg	HF / HCl / HNO_3	180-200°C	30 min
Keramik / Oxide	500 mg	HNO_3 / HF / HCl	180-250°C	45-90 min

Tabelle 1: Applikationsbeispiele zum Druckaufschluss in Mikrowellen-Druckaufschlusssystemen

Abbildung 2: Aufschlusssysteme

Für schwierigste Proben oder in Laboratorien mit geringem Probendurchsatz sind die 'digestec' Edelstahl-Druckaufschluss-Systeme mit TFM-Einsatz ideal. Auf Grund des hohen maximalen Arbeitsdrucks von 200 bar und der maximalen Arbeitstemperatur von 260 °C können mit diesen Systemen nahezu alle Proben vollständig zersetzt und in Lösung überführt werden. Ein entscheidender Vorteil dieser Methodik ist die Möglichkeit, die Aufschlussdauer nahezu unbegrenzt verlängern zu können. Damit können selbst härteste Proben (z.B. SiC, alpha-Al_2O_3) vollständig gelöst werden (Tabelle 2). Die Beheizung erfolgt aus Sicherheitsgründen in speziellen Heizblöcken und nicht im Trockenschrank. Der Aufschluss wird somit generell durch eine festgelegte Außentemperatur geführt, was durch die isolierende Wirkung des TFM™-PTFE Einsatzes zu einer langsamen, schonenden und damit sicheren Aufheizung der Proben führt.

Matrix	Einwaage	Säure	Temperatur	Zeit
Zellstoff / Stärke	1000 mg	HNO_3	140-160°C	1-2 h
Blätter / Getreide	1000 mg	HNO_3 / HF	150-180°C	2-3 h
Gewebe / Leber	1000 mg	HNO_3	170-190°C	2-4 h
Fett / Öl	500 mg	HNO_3 (H_2O_2)	180-200°C	3-4 h
Kunststoffe	1000 mg	HNO_3 / H_2SO_4	180-200°C	3-4 h
Kohle / Harz	500 mg	HNO_3	200-240°C	3-8 h
Gestein	1000 mg	HF / HCl / HNO_3	180-200°C	2-3 h
Keramik / Oxide	500 mg	HF oder HCl	180-250°C	2-16 h
SiC	250 mg	HNO_3, HF, H_2SO_4	250°C	12-72 h

Tabelle 2: Applikationsbeispiele zum Druckaufschluss in Edelstahl Druckaufschlusssystemen

Subboiling für garantierte Säurereinheit

Abgerundet wird die Produktpalette durch eine Subboiling Anlage zur Säurereinigung. Damit ist sichergestellt, dass die für den Aufschluss benötigten Säuren immer in ausreichender Reinheit vorliegen. Ausgehend von p.a. Qualitäten erreicht man durch einfache Subboiling-Destillation Reinheiten im sub-ppb-Bereich (Tabelle 3). Dies und das spezielle, von Berghof entwickelte isostatische Pressverfahren zur Herstellung der Druckgefäße aus hochreinem TFM™-PTFE, garantiert höchste Reinheiten bei allen Aufschlüssen, unübertroffene Lebensdauer der Gefäße, reduzierte Memory-Effekte und letztlich verlässliche Analysenergebnisse.

Element		Blindkonzentration*
Li	µg/l	<0.025
Be	µg/l	<0.25
Al	µg/l	<0.25
V	µg/l	<0.025
Cr	µg/l	<0.05
Mn	µg/l	<0.05
Co	µg/l	<0.025
Ni	µg/l	<0.025
Cu	µg/l	<0.025
As	µg/l	<0.025
Sr	µg/l	<0.025
Ag	µg/l	<0.025
Cd	µg/l	<0.025
Ba	µg/l	<0.05
Pb	µg/l	<0.05
Bi	µg/l	<0.025
U	µg/l	<0.001
Fe	µg/l	<0.25

** Mittelwerte von 6 Aufschlüssen*

Tabelle 3: Blindkonzentrationen von neuen Gefäßen
(Blindaufschluss mit 9 ml HNO_3 + 1 ml HCl, 200 °C, 15 Min.).

Die Unternehmen der Berghof Firmengruppe lösen anspruchsvolle Engineering-, Produktions- und Dienstleistungsaufgaben in den Bereichen Automation und Umwelttechnik. Die in der Dachgesellschaft ZUNDEL Holding zusammengeführte Firmengruppe besteht aus den Unternehmen Berghof Automationstechnik GmbH, Berghof Analytik + Umweltengineering GmbH & Co. KG, Berghof Filtrations- und Anlagentechnik GmbH & Co. KG sowie der Berghof Products + Instruments GmbH.