

Phönix aus der Asche: Der schnellste Muffelofen der Welt

Ulf Sengutta

CEM GmbH

Unter Veraschungen versteht man die thermische Zersetzung kohlenwasserstoffhaltiger Produkte, wobei die anorganischen Bestandteile zurück bleiben. So werden konventionelle Muffelöfen schon seit langer Zeit für die verschiedensten Veraschungen eingesetzt. Dabei wird eine Probe in einem Tiegel eingewogen, welcher vorher getrocknet bzw. ausgeglüht und tariert wurde. Anschließend wird das Probengut in einen konvektiv beheizten Muffelofen gegeben, wo es in der Regel etliche Stunden bis zur Gewichtskonstanz verbleibt. Danach wird der Tiegel aus dem Ofen entnommen und zum Abkühlen für gut eine Stunde in einen Exsikkator gegeben, ehe eine Rückwiegung erfolgen kann. Dieser relativ einfache Prozess ist äußerst arbeits- und zeitintensiv, welches vor allem in der Produktions- und Qualitätskontrolle ein großes Problem darstellt und ein schnelles Zugreifen in laufende Produktionen verhindert. Daraus entstehen nicht selten minderwertige Güter außerhalb der vorgegeben Spezifikation und durch die geminderte Produktqualität verringern sich auch die Erlöse des Herstellers. Neben der laufenden Produktion ist eine schnelle Aschegehaltsbestimmung auch bei Eingangskontrolle von Rohstoffen sowie in der Forschung und Entwicklung von großer Bedeutung.



Abb 1: Phönix™

Ahnhilfe schaffen hier die High-Tech-Muffelofensysteme von CEM: Das Phönix™ (Abb.1), das Phönix Airwave™ sowie das Phönix SAS™. Nach der Einführung des ersten Mikrowellen-Muffelofens wurde CEM mit dem „Research and Development Award“, dem Oscar für innovative Erfindungen,

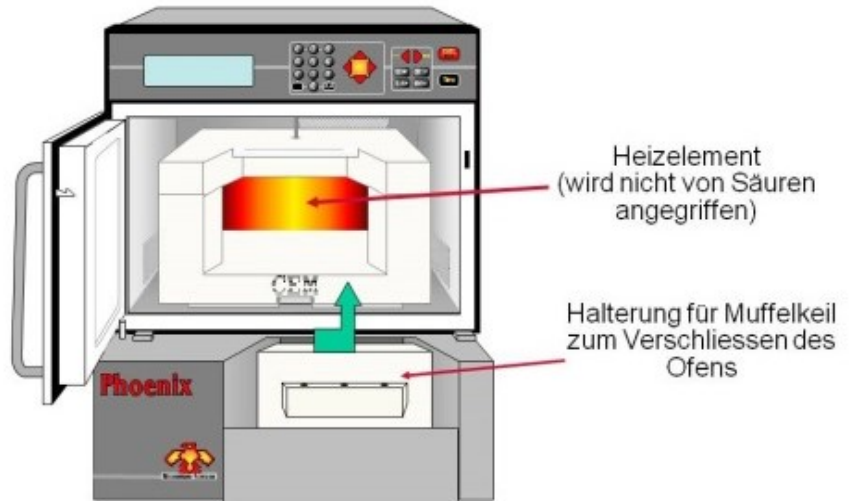


Abb. 2: Ofen-in-Ofen-Verfahren

ausgezeichnet. Die Einsatzgebiete dieser Systeme sind:

- Trockenveraschung von Lebensmitteln, Tierfutter, Getreidegütern, etc.
- Bestimmung des Glühverlustes bzw. des Glührückstandes
- Strukturbestimmung von Füllgütern
- Schmelzen und Schmelzaufschlüsse z.B. für die Elementaranalyse
- Trocknen, Glühen und Wärmebehandlungen

Die Vorteile dieser Technik sind eine drastische Zeitreduktion und ein „sauberes“ Arbeiten. Was mit der konventionellen Technik früher Stunden benötigte, wird mit der Mikrowellentechnik nun in Minuten erreicht.

Wie funktionieren die Mikrowellen-Muffelöfen?

Zunächst mag sich "Mikrowellen-Muffelofen" paradox anhören, denn die zu veraschenden Proben werden durch die Mikrowellen-Energie gar nicht angeregt – wie können sie also Verbrennungstemperaturen von bis zu 1200°C erreichen?

CEM entwickelte folgendes „Ofen-im-Ofen“ Verfahren (Abb. 2):

Im Gerätegehäuse, in dem auch der gesamte Elektronikteil, Mikroprozessor, LCD-Anzeige mit deutschsprachiger Bedienersoftware und Funktionstasten untergebracht sind, gibt ein Magnetron geregelt Mikrowellenstrahlung ab. Diese durchdringt ungehindert einen luftdurchlässigen Keramik-Isoliereinsatz und wird im eigentlichen Heizraum von einem patentierten Siliziumkarbid-Heizelement an den Innenwänden des Isolators absorbiert. Dieser gibt seine Energie als Wärmestrahlung an die Probe ab, die damit schnell, je nach Anwendung bis auf 1200 °C, aufgeheizt wird. Ein Thermoelement im Heizraum nimmt die Ist-Temperatur auf, das Magnetron wird entsprechend bis zum Erreichen des Temperatur-Sollwertes gesteuert. Die Abluft wird in einem geschlossenen System nach außen geführt.

Dieses Prinzip hat gegenüber konventionellen Öfen mit Heizwendeln gravierende Vorteile: Durch die geringe Masse des Heizelements und die rasche Aufnahme der eingestrahlten Mikrowellen-Energie erreicht der Ofenraum schnell in wenigen Minuten die Solltemperatur. Ebenso schnell lassen sich Temperaturschwankungen, z. B. beim Öffnen und Einbringen der Probe, wieder ausregeln. Der hohe Luftdurchsatz ermöglicht durch die luftdurchlässige Isolationskeramik ein

schnelles Verbrennen der Probe und sorgt für eine gute Entlüftung des Systems. CEM-Spezialtiegel bieten den Vorteil, dass sie innerhalb von wenigen Sekunden nach der Entnahme aus dem Ofen abkühlen, ohne dabei Feuchtigkeit aufzunehmen. Somit wird ein Überführen in den Exsikkator hinfällig und beschleunigt das Handling des Rückwiegens enorm. Ein Abluftrohr wird direkt am Gerät angeschlossen, das damit selbst, wie auch seine Umgebung frei von Ablagerungen bleibt. Die Raumluft und somit auch der Anwender werden nicht belastet (Arbeitsschutz) und die Installation braucht unter keinem Abzug zu erfolgen. Sogar die dreckige Vorveraschung wird im Phönix durchgeführt und muss nicht mehr im offenen Tiegel erfolgen und verschmutzt somit nicht mehr den Abzug.

Das CEM Muffelofensysteme als kompletter Arbeitsplatz

Die aktuelle Gerätetechnik des Phönix™ und Phönix Airwave™ sind mehr als nur ein "Muffelofen": Präzisionswaage und Messwertdrucker zur Protokollierung können direkt angeschlossen werden, es entsteht ein System, das die Aschegehalts-Bestimmung auf wenige, einfache Arbeitsschritte reduziert und eine schnelle sowie komfortable Auswertung der Ergebnisse sicherstellt. Damit ist dieses System gerade für den Einsatz in der Betriebskontrolle bestens geeignet.

Die menügeführte Software ermöglicht die Vorgabe von Temperatur-/Zeitprofilen mit bis zu 8 Stufen. 20 unterschiedliche Programmabläufe können netzausfallsicher gespeichert werden, so dass für jede Probe und jede Aufgabenstellung der Veraschungsprozess optimal gesteuert wird. Umfangreiche Sicherheitsvorkehrungen und Selbstdiagnostik schützen Benutzer und Gerät sowohl vor dem Austreten von Mikrowellen als auch vor thermischer Überhitzung. Für die unterschiedlichen Applikationen steht eine Vielzahl von Zubehör, z. B. spezielle Veraschungstiegel oder eine Temperaturkalibriereinheit für die Prüfmittelüberwachung zur Verfügung. Die Unterschiede zwischen dem Phönix™ und dem Phönix Airwave™ bestehen in den unterschiedlich hohen Luftdurchflüssen. Beim Phönix™ werden mittels eines Ventilatorsystems 3,3 m³/min. Luft im Ofensystem durchgesetzt. Besonders hohe Abluft-Geschwindigkeiten und -Volumina (6,6 m³/min) ermöglicht die Geräteversion Phönix AirWave™, die über eine Luftdüse ohne mechanisch bewegte Teile für eine besonders schnelle Entlüftung sorgt und speziell das Kondensieren bzw. Ablagern von Abluftdämpfen, wie z. B. von stark rußhaltiger

Tabelle 1: Typische Veraschungszeiten verschiedener Probenmaterialien

zu veraschende Substanz	konventioneller Muffelofen [min]	Mikrowellenmuffelofen MAS 7000™ [min]	Zeitersparnis
Gummi	90	20	78 %
Kohlenstoff	960	90	91 %
Katzenfutter	300	10	97 %
Kohle	240	40	83 %
Eidotter	240	20	92 %
Graphitpulver	240	35	85 %
Kaolin	120	30	75 %
Laktose	960	35	96 %
Papier	85	15	83 %
Polyester (gefüllt)	480	15	97 %
Klärschlamm	60	15	75 %
Ölschlamm	60	35	42 %
TiO ₂	60	10	83 %
Nylon	60	5	95 %

Luft oder Pyrolysegase von Mineralölprodukten verhindert.

Ergebnisse des Veraschungs-Vergleichs

Die folgende Tabelle zeigt die drastisch reduzierten Veraschungszeiten für eine Vielfalt von Materialien. Neben den in der Tabelle 1 aufgeführten Materialien können auch alle anderen in konventionellen Muffelöfen eingesetzten Substanzen im Mikrowellenverascher bearbeitet werden, z. B. Aluminiumoxid, Ruß, Zitronensäure, Mineralölprodukte, Kaugummi, Milchpulver, Harze, Polycarbonat, Polyetherimid, Polyethylen (TiO₂ gefüllt und ungefüllt), Zucker, Talkum, etc.

Die Zeitersparnis bei diesen aufgeführten Substanzen ist analog zu den in Tabelle 1 aufgelisteten Beispielen.

Nassveraschung mit dem Sulfatasche-System SAS

Neben den bisher aufgelisteten Beispielen zur Trockenveraschung gibt es für Nassveraschungen Vorschriften zur Bestimmung des Glührückstandes nach Säure-Behandlung der Probe (Sulfatasche). Das Deutsche Arzneimittelbuch (DAB) beschreibt die Sulfatveraschung für Pharmazeutika sowie Produkte in der Veterinärmedizin. Für die Prüfung von Kautschuk, Elastomeren und Kunststoffen ist die Sulfatasche gemäß DIN 53568, Teil 2 sowie ISO 247 (Rubber - Determination of ash) vorgeschrieben.

Die Sulfataschebestimmung gemäß der vorgenannten Vorschriften ist bedingt durch die einzelnen Arbeitsschritte ein mühseliger und langwieriger Prozes und zudem für den Bediener äußerst unangenehm. Das Proben-gut wird dabei in einem Porzellan- oder Platintiegel mit Schwefelsäure versetzt, danach auf offener Flamme vorverascht und anschließend im konventionellen Muffelofen bei ca. 600°C bzw. 950°C (je nach Vorschrift) verascht. Neben den aufwendigen Arbeitsschritten, die bis zu 12 Stunden dauern können, ist das Handling mit der abrauchenden Schwefelsäure äußerst umständlich und gesundheitsbeeinträchtigend. Nach der Beendigung des Schwefelsäure-abrauchens sind vielfach aufwändige Reinigungsarbeiten am Abzug vorzunehmen.

Eine Alternative bezüglich der Schnelligkeit, des Arbeitsschutzes und des Bedienerkomforts stellt das neue Phönix SAS™ (Abb. 3) dar. Die komplette Veraschung inklusive Vorveraschung wird im Phönix-Veraschungssystem durchgeführt, d. h. einfachstes und vor allem sicheres Handling für den Anwender. Durch die bereits beschriebene "Ofen-im-Ofen-Technik" in Kombination mit einer Vakuumabsaugung aus dem Veraschungseinsatz wird eine doppelte Absaugung der teilweise toxischen Verbrennungsprodukte gewährleistet. Die Veraschungsdauer verkürzt sich deutlich auf ca. 50 Minuten bei gleichzeitiger Veraschung von 15 Proben. Dabei wird die Probe im Tiegel mit H₂SO₄ versetzt und in den vorgeheizten Phönix-Ofen gegeben. Mit dem Start der

Methode heizt das Phönix SAS™ innerhalb von 10 min. auf 250°C auf und hält diese Temperatur präzise für 10 Minuten konstant. Während dieser Zeit findet die Vorveraschung im Mikrowellenofen statt. Anschließend erfolgt automatisch die weitere Erhitzung auf 850°C statt, die dann konstant gehalten wird.

Die besondere Arbeitssicherheit und der Bedienerkomfort des Phönix SAS™ wird durch eine spezielle Absaugtechnik gewährleistet, die CEM auch in anderen Produkten erfolgreich verwendet. Dabei führt aus dem Veraschungseinsatz mit den zu bearbeitenden Proben ein Quarzrohr zu einer Abscheide- und Neutralisationseinrichtung, bestehend aus Waschflaschen und Aktivkohlefilter. Die Rauchgase werden dabei mittels einer Vakuumpumpe abgesaugt und in den Waschflaschen mit NaOH neutralisiert. Der Bediener ist dabei *keiner* Exposition mit den Verbrennungsprodukten ausgesetzt und durch die Aktivkohlefilter zudem vor Geruchsbelästigungen geschützt. Die Anordnung dieser Neutralisationseinrichtung ist wartungsarm und einfach zu bedienen. Durch den Anschluß von Waage und Drucker an das Veraschungs-System als komplette Arbeitsstation ist eine Dokumentation zur Qualitätssicherung gewährleistet.



Abb.3: Phönix SAS™