

Mikrowellen-Aufschlüsse und Königswasser-Extraktionen

Aufschluss von Umweltproben mit neuer Technologie

Ulf Sengutta

CEM Mikrowellen-Labortechnik

Das Problem: Zeitbedarf in der Probenvorbereitung für Aufschlüsse und Königswasser-Extraktionen

Wer kennt es nicht im Laboralltag? Um die typische Umweltproben wie Böden, Schlämme, Sedimente und Abwasser oder sekundäre Brennstoffe zu lösen oder die Analyten mit Königswasser zu extrahieren, wird die Probe Stunde über Stunde, ja mitunter sogar über Nacht unter Rückfluss in Säure gekocht. Der Aufschluss ist nach der Probenahme und der mechanischen Vorbereitung (Mahlen) einer Probe der nächste Schritt in einem nasschemischen Verbundverfahren, bei dem im Gesamtverlauf die interessierenden Elemente von den restlichen Matrixbestandteilen abgetrennt und dem eigentlichen Bestimmungsschritt (z. B. AAS, MP-AES, ICP-OES und ICP-MS) in flüssiger Form als Probenlösung zugeführt werden.

Gerade bei den „Königswasser-Aufschlüssen“ erfolgt nach dem Kochen mit Königswasser noch ein zeitaufwändiger Filtrations-schritt, bevor die ungelösten silikatischen Bestandteile von der Säuremischung getrennt sind.

Die Alternative: Mikrowellen-Aufschlussgeräte

„Mikrowellenschlussysteme“ sind im Gegensatz zu Aufschlussystemen mit konvektiver Beheizung in der Lage, innerhalb von kurzer Zeit die Feststoffprobe zu lösen. Da sich die Aufschlusszeiten mit Hilfe der Mikrowellenenergie oft um ein Vielfaches verringern, bedeutet dieses gerade für den Routinebetrieb einen nicht unerheblichen Zeitgewinn und damit auch Kosteneinsparung. Nahezu jedes Probenmaterial lässt sich mit mikrowellenbeschleunigten Aufschlüssen schneller aufschließen als mit herkömmlichen Methoden: biologische und pflanzliche Materialien, Schlämme, Böden und Sedimente. Allerdings verlagern herkömmliche Mikrowellen-Aufschlussgeräte den „Flaschenhals“ des Zeitbedarfes nun auf die Reinigung der Auf-

schlussgefäße und die Filtration der Königswasser-Aufschlüsse. CEM hat sich des gesamten Themas angenommen und neben einer neuen Aufschlussbehälterentwicklung auch noch ein schnelles Filtrationsverfahren entwickelt.

Stand der Technik

Bis heute wurden diese Mikrowellen-Aufschlussgeräte mit immer neuen Werkstoffen und Sensortechnologien weiter entwickelt. Die Mikrowellen-Aufschlussgeräte wurden derart konstruiert, so dass sie platzsparend mit integriertem Abluftsystem auf die Labortische passen und nicht in den Abzug platziert werden müssen. Mit neuen Behälterwerkstoffen wurden leistungsfähigere Druckaufschlussbehälter entwickelt. Mittlerweile können sogar 40 Proben gleichzeitig unter Temperaturkontrolle aufgeschlossen werden. Die Sensortechnik zur Druck- und Temperaturmessung wurde immer präziser und einfacher zu handhaben. Mittlerweile können alle Probenarten in Mikrowellengeräten mit allen Säuremischungen aufgeschlossen werden. Bei diesen universellen Anwendungsmöglichkeiten ist es eine logische Konsequenz, dass der Mikrowellenaufschluss als etablierte Technik in die DIN, EN und ISO Normen längst Einzug gehalten hat.

Die Weiterentwicklung

Bei den universellen Einsatzmöglichkeiten rückt im Praxisalltag die einfache Bedienung in den Vordergrund. Die Zeiten des Blätterns in Handbüchern und in Applikationsordern sind längst vorbei. Anrufe im Applikationslabor des Herstellers kosten Zeit, neue Mitarbeiter einzuarbeiten kostet ebenfalls Zeit und Geld. Unter diesen Gesichtspunkten wurde das Mars 6 entwickelt und stellt einen neuen Standard im Bedienerkomfort dar (Abbildung 1).

So erfolgt die Bedienung des Laborgerätes Mars 6 mit SmartPhone analoger Technik: Vergleichbar zu den SmartPhone Apps verfügt das Gerät über eine Mikrowellen-App.

Diese Mikrowellen-App, genannt „One Touch“, ermöglicht den Mikrowellen-Aufschluss mit nur einem Knopfdruck auf dem eingebauten Touch Screen (Abbildung 2). Hinter dieser Neuheit steht die einprogrammierte Erfahrung von 30 Jahren Mikrowellen-Aufschlusstechnik in den automatischen Aufschlussmethoden. Das Mars 6 erkennt alle relevanten Aufschlussparameter selbst, so dass nach nur einem Knopfdruck auf diese „One Touch“ App der Aufschluss automatisch erfolgt. Dieses beinhaltet die Steuerung der Reaktionsparameter Zeit, Druck und Temperatur, das Zählen der Behälter, die optimale Mikrowellenleistung und den Behältertyp. Außerdem werden die Temperaturen sämtlicher Behälter auf dem Touch-Screen visuell dargestellt. Die neuartige Sensortechnik kontrolliert direkt die Reaktionskinetik der Aufschlussreaktionen und regelt daraufhin die optimale Mikrowelleneinwirkung. Ein eingebauter Drucker ermöglicht die Ausgabe aller Daten und die



Abbildung 1



Abbildung 2

USB Schnittstellen eine Anbindung an PCs. Eine eingebaute Kamera überwacht zudem die Reaktionsverläufe der Aufschlüsse. Eine weitere Besonderheit stellen die integrierten Schulungsfilme dar. Aufwändiges Blättern in Handbüchern entfällt, da alle Arbeitsschritte abgefilmt sind und auf Knopfdruck vom Anwender angeschaut werden können. Einfacher geht es nicht!

Neben den Softwareentwicklungen wurden mit den neuen Xpress Plus Aufschlussbehältern und der LabXpress Filtrierstation zwei weitere nützliche Technologien zur kompletten Arbeitserleichterung konzipiert. Die Xpress Plus Behälter (Abbildung 3) wurden um Standard-Reagenzgläser herum konstruiert (Abbildung 4). Die Probe und das Königswasser werden in das Glas gegeben und dann in den Aufschlussbehälter fest verschlossen. Diese Reagenzgläser minimieren das Reinigen oder können wahlweise nach Gebrauch sogar entsorgt werden, da sie kostengünstig sind. Der eigentliche Aufschlussbehälter bleibt dabei sauber und muss nicht mehr wie bei klassischen Mikrowellen-Aufschlussbehältern aufwändig gesäubert werden. Gerade bei Königswasser-aufschlüssen von sekundärem Brennstoff, Kunststoffmüll oder Fluff, welches einen klebrigen, zähen Rest nach dem Königswasser-aufschluss hinterlässt, haben sich diese XpressPlus Behälter mit den Glas-einsätzen nach kurzer Zeit amortisiert.

Da nach Aufschlüssen von Bodenproben mit Königswasser der silikatische Rest im Behälter zurück bleibt, muss dieser Bestandteil vor der spektrometrischen Messung abfiltriert werden. Die klassische Faltenfiltertechnik nutzt die Gravitation und trennt das Filtrat Tropfen für Tropfen von der Aufschlüsselung ab – ein Vorgang der häufig bis zu 30 min. dauert. Mit dem LabXpress von CEM kann dieser Vorgang binnen 2 min. erledigt werden (Abbildung 5 und 6). Mit der speziell entwickelten Filtrierstation wird so das arbeits- und zeitaufwändige Abfiltrieren



Abbildung 3

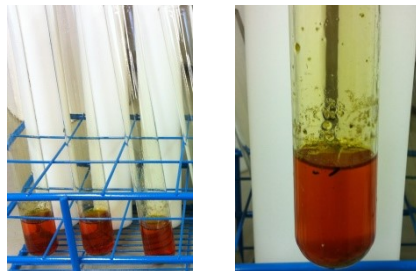


Abbildung 4



Abbildung 5

schnell und bequem erledigt. Es können Messkölbchen mit einem Volumen von bis zu 250 ml eingesetzt werden.

Ergebnisse...

In der Zusammenarbeit mit ausgewählten Analytik-Laboren hat CEM die typischen Proben durchgetestet. Hier sind die „Königswasser-Aufschlüsse“ des Bodens „BCR 141R“ dargestellt, der als Referenzmaterial mit einem klassischen Aufschluss (DIN 38414-S7) sowie im MARS Xpress gemäß

Vergleich mit Standardreferenzmaterial
Boden BCR 141R

Elemente	Zertifizierter Gehalt [mg/kg]	Gemessener Gehalt [mg/kg]	Wiederfindung %
Cd	14.0 ± 0.5	13.68	97.7
Co	9.2 ± 0.5	9.6	104.3
Cr	138 ± 5	139.6	101.1
Cu	46.9 ± 1.8	47.08	100.4
Hg	0.24 ± 0.03	0.25	104
Mn	653 ± 16	640	98
Zn	270 ± 8	278.8	103.3

Abbildung 7

Vergleich mit Standardreferenzmaterial
Domestic Sludge NIST SRM 2781

Elemente	Zertifizierter Gehalt [mg/kg]	Gemessener Gehalt [mg/kg]	Wiederfindung %
Ag	86.3 ± 1.7	87.32	101.1
Cd	11 ± 2	10.82	98.4
Cr	143 ± 14	139.5	97.5
Cu	601 ± 16	591	98.4
Mn	745 ± 33	780.6	104.8
Ni	72.3 ± 6.3	72.2	99.9
Pb	183 ± 15	187.9	102.7
V	81.9 ± 3.8	81.7	99.7
Zn	1120 ± 34	1192	106.4

Abbildung 8

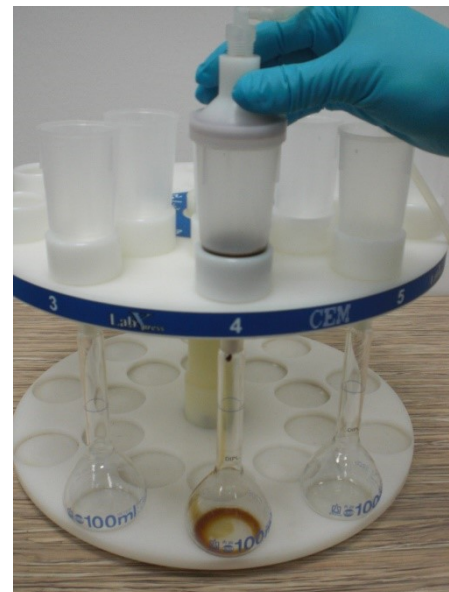


Abbildung 6

der Norm DIN EN 13346 bearbeitet wurde. Zudem wurde der Klärschlamm „Domestic Sludge NIST SRM 2781“ untersucht. Hier wurden auch Aufschlüsse mit Königswasser gemäß der Norm DIN EN 13346 durchgeführt. In beiden Fällen wurden mit der klassischen Prozedur 20 Proben in Heizblöcken und mit Rückflusskühlern in 4 Stunden abgearbeitet, während mit dem Mars Xpress 40 Proben in nur 45 min. erfolgreich bearbeitet wurden. In anderen Worten: Der Probedurchsatz erhöht sich auf über das 10fache!

In den Abbildungen 7 und 8 sind die Ergebnisse der Königswasser-aufschlüsse dargestellt. Die gute Wiederfindungsrate des Standardreferenzmaterials belegt die Richtigkeit des neuen Verfahrens.