

Mikrowellenaufschluss mit Top-Loading-Konzept für einfachste Handhabung und hohen Probendurchsatz

Dr. Dieter Gutwerk

Berghof Products + Instruments GmbH, Harretstraße 1, 72800 Eningen, www.berghof-instruments.de

Der Mikrowellenaufschluss ist heute ein Standard-Probenvorbereitungsverfahren zur Elementbestimmung in vielen analytischen Laboratorien. Beim Mikrowellenaufschluss wird das Probengut in geschlossenen, mikrowellentransparenten Druckgefäßen mit einer Säuremischung auf typischerweise 200 - 260°C erhitzt und dabei vollständig zersetzt und in Lösung gebracht. Der Vorteil von Mikrowellenaufschlüssen gegenüber konventionell beheizten Edelstahl-Druckaufschlussgefäßen liegt in der beschleunigten Aufheizphase und der Möglichkeit zum gleichzeitigen Aufschluss mehrerer Proben. Die Wirtschaftlichkeit des Gesamtsystems wird jedoch weniger durch die Probenzahl pro Lauf als vielmehr durch den Handhabungsaufwand und die dadurch erforderliche Arbeitszeit bestimmt. Diese Erkenntnis wurde bei der Entwicklung des Mikrowellenaufschlusssystems Berghof speedwave® four konsequent berücksichtigt. Die speedwave® four zeichnet sich durch einfache Handhabung und niedrige Betriebskosten aus.



Abbildung 1: Mikrowellenaufschlusssystem speedwave® four

Einfache Handhabung

Ein druckstabiler, PFA-beschichteter, runder Ofenraum stellt durch die hochsymmetrische Anordnung eine homogene Mikrowellenverteilung sicher. Dadurch wird die gleichmäßige Erwärmung aller Proben und eine reproduzierbare Aufschlussqualität erzielt.

Das Top-Loading-Konzept vereinfacht die Handhabung entscheidend. Es muss nicht mehr der komplette schwere Rotor angehoben und im Ofen platziert werden. Der Rotor verbleibt im Ofen, es werden lediglich die Gefäße einzeln eingesetzt und nach dem Aufschluss wieder entnommen. Die frei im Rotor stehenden Gefäße kühlen sich, ohne zusätzliche aktive Kühlung, innerhalb von ca. 15 Minuten ab. Anschließend kann das Mikrowellenaufschlusssystem sofort wieder mit Gefäßen bestückt und erneut gestartet werden.



Abbildung 2: Vereinfachte Handhabung durch Top-Loading-Konzept

Alternativ können die erhitzten Gefäße auch unmittelbar nach dem Aufschluss entnommen und das System neu bestückt werden. Durch die entfallende Abkühlphase wird der Probendurchsatz wesentlich erhöht.

speedwave® - Optische Sensortechnologie

Die schnelle Erwärmung im Mikrowellenfeld geht mit einem raschen Druckanstieg und gegebenenfalls mit spontan induzierten exothermen Reaktionen einher. Um eine optimale und sichere Prozessführung zu ermöglichen, muss die Temperaturentwicklung aller Proben kontinuierlich aufgezeichnet und die Mikrowellenleistung entsprechend geregelt werden. Aus Sicherheitsaspekten ist es sinnvoll, parallel hierzu die Druckentwicklung aufzuzeichnen und diese ebenfalls in die Leistungssteuerung eingehen zu lassen. Für das Mikrowellenaufschlusssystem Berghof speedwave® four sind sowohl zur Temperatur- als auch zur Druckmessung eigens für diese Anwendung entwickelte und patentierte Technologien im Einsatz.

Mit dem speedwave® DIRC Thermometer wird die Temperatur jeder einzelnen Probe direkt, berührungslos gemessen. Es tritt keine Zeitverzögerung durch aufheizen der Gefäßwandung oder der Sensoren auf. Die Sicherheit in der Prozesssteuerung und damit des gesamten Aufschluss-



Abbildung 3: Optische Sensortechnologie

systems wird wirkungsvoll erhöht. Die optionale, berührungslose optische Druckkontrolle speedwave® four OPC ermöglicht zusätzlich die Erfassung aller Gefäßinnendrucke. Der Einsatz der berührungslosen Sensortechnik vereinfacht die tägliche Arbeit und reduziert die Betriebskosten: Messungen in einem Referenzgefäß sind nicht mehr erforderlich. Sensoranschlüsse entfallen. Tauchrohre brauchen nicht mehr

montiert, abgedichtet und gereinigt werden. Es gibt keine zu Bruch gegangenen Sensoren und Tauchrohre mehr, deren aufwändige Erneuerung entfällt.

Aufschlussgefäße

Als Aufschlussgefäße werden Druckgefäße aus massivem TFM™-PTFE eingesetzt. Gefäß und Deckel sind druckfest und vollständig aus TFM™-PTFE gefertigt. Ein Druckmantel und/oder Deckel aus einem anderen, bedingt mikrowellentransparenten und nicht säureresistenten Kunststoffmaterial (z.B. PEEK) sind nicht erforderlich. Die Lebensdauer dieser massiven TFM™-PTFE Druckgefäße ist überdurchschnittlich - Druckgefäße dieser Produktreihe sind teilweise seit mehr als 7 Jahren in Verwendung. Alle Gefäße bestehen aus nur wenigen Einzelteilen und sind dadurch entsprechend schnell und einfach zu verschließen und zu öffnen. Die Handhabung erfolgt manuell, ohne spezielles Werkzeug.

Einfach – schnell – effektiv

Mit Standardgefäßen für Routineproben (zum Beispiel Umwelt, Lebensmittel, Pharma) können pro Lauf 12 - 24 Proben aufgeschlossen werden. Typische Heizzyklen dauern 20 - 30 Minuten.

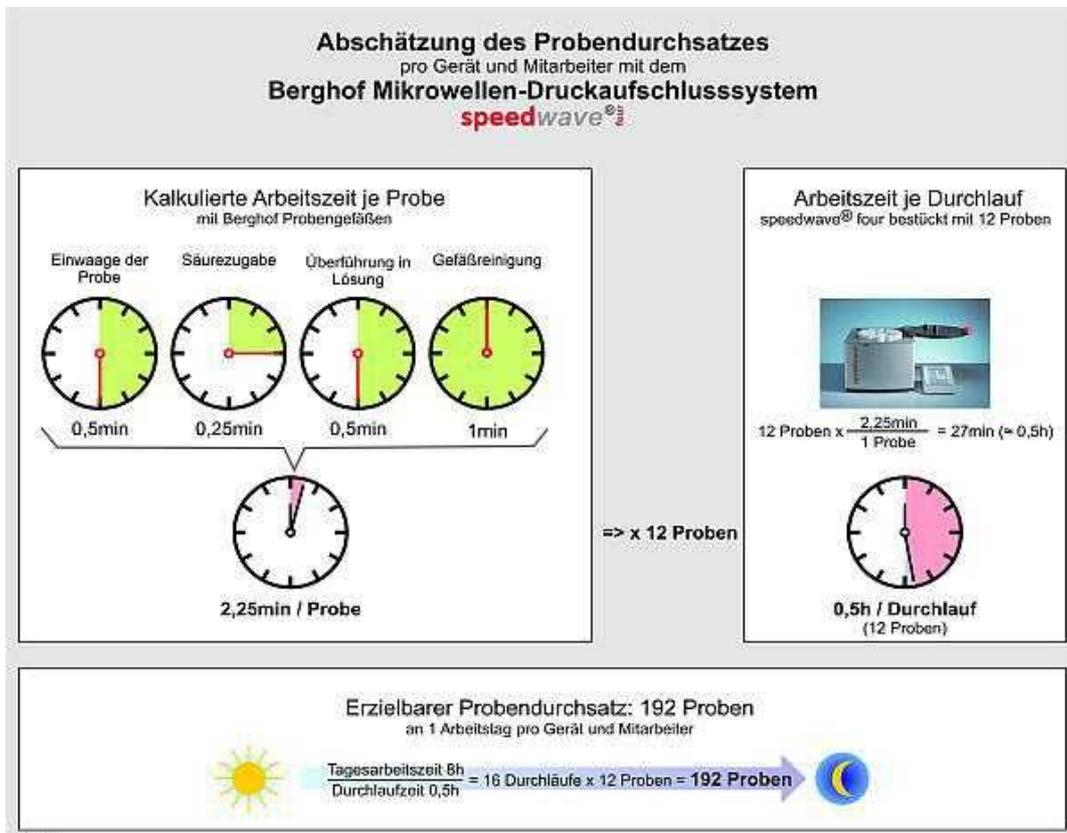
In dieser Zeitspanne können bereits die nächsten Proben vorbereitet werden. Der Anwender kann so unmittelbar nach Beendigung des Heizprogramms die Probengefäße austauschen und einen neuen Gerätelauf starten. Nach unseren Erfahrungen können mit einem 12-fach Drehteller an einem 8 Stunden Arbeitstag problemlos bis zu 192 Proben von einem Mitarbeiter bearbeitet werden. (Abbildung 5) Mit dem 24-fach Drehteller lässt sich der Durchsatz sogar verdoppeln.



Abbildung 4: Wenige Einzelteile – einfaches Gefäßhandling

Fazit:

Mit dem Mikrowellenaufschlusssystem speedwave® four von Berghof steht ein neues Geräte- und Gefäßkonzept für Mikrowellenaufschlüsse zur Verfügung, das die Handhabung des Systems stark vereinfacht und die Betriebskosten merklich senkt.



Erzielbarer Probendurchsatz: 192 Proben
an 1 Arbeitstag pro Gerät und Mitarbeiter

Tagesarbeitszeit 8h
Durchlaufzeit 0,5h

= 16 Durchläufe x 12 Proben = **192 Proben**

Abbildung 5: Abschätzung des Probendurchsatzes pro Gerät und Mitarbeiter