



Phönix aus der Asche - der schnelle Muffelofen

Ulf Sengutta

CEM GmbH

Einleitung

Wer kennt sie nicht? Sie stehen in praktisch jedem Labor. Sie verbrauchen sehr viel Starkstrom. Sie heizen speziell im heißen Sommer das Labor auf unerträgliche Temperaturen und sie riechen recht unangenehm, da sie kein Abluftsystem eingebaut haben: Die Muffelöfen. Benutzt werden Muffelöfen zum Veraschen, Temperieren oder Glühen aller Arten von Probenmaterialien. Dabei werden durchaus Temperaturen von bis zu 1200°C eingestellt.

Unter Veraschungen und Glührückstandsbestimmung versteht man die thermische Zersetzung kohlenwasserstoffhaltiger Produkte, wobei die anorganischen Bestandteile zurück bleiben. So werden konventionelle Muffelöfen mit Heizwendeln und Heizelementen schon seit langer Zeit für die verschiedensten Veraschungen eingesetzt.

Dabei wird eine Probe in einen Tiegel eingewogen, welcher vorher getrocknet bzw. ausgeglüht und tariert wurde. Anschließend wird das Probengut in eben diesen 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, was vor allem in der Produktions- und Qualitätskontrolle ein großes Problem darstellt und ein schnelles Zugreifen in laufende Produktionen und Genehmigungsprozesse verhindert, wodurch nicht selten minderwertige Güter außerhalb der vorgegeben Spezifikation entstehen. Durch



Abb. 1: Der Muffelofen Phönix Black

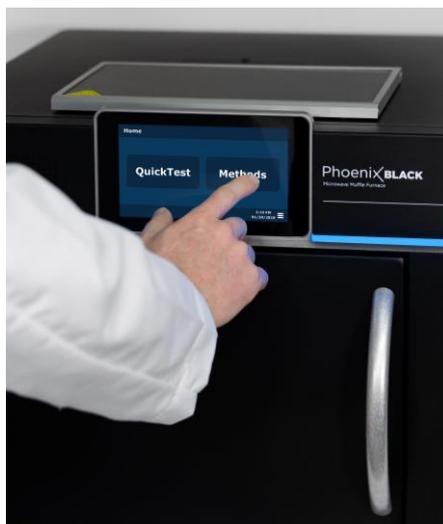


Abb. 2: Einfache Bedienung mittels Touchscreen

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.

Abhilfe schaffen hier die schnellen Muffelofensysteme von CEM: Das Phönix Black™ sowie das Phönix Black SAS™.

Die Einsatzgebiete dieser Systeme sind:

- ⇒ Trockenveraschung von Industriechemikalien, Kautschuk, Kunststoff, etc.
- ⇒ Bestimmung des Glührückstandes bzw. des Glührückstandes
- ⇒ Strukturbestimmung von Füllgütern
- ⇒ Schmelzen und Schmelzaufschlüsse z. B. für die Elementaranalyse
- ⇒ Trocknen, Glühen und Wärmebehandlungen
- ⇒ Bestimmung des Gehaltes an Sulfatasche

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

Wie funktionieren die Phönix-Muffelöfen?

CEM hat ein „Ofen-im-Ofen“ Verfahren entwickelt:

Im Edelstahl-Gerätegehäuse, in dem auch der gesamte Elektronikteil, Bildschirm mit deutschsprachiger Bedienersoftware und Funktionstasten untergebracht sind, befindet sich ein luftdurchlässiger Keramik-Isoliereinsatz, die Heizmuffel.

In dieser Heizmuffel erhitzt ein patentiertes Siliciumcarbid-Heizelement an den Innenwänden gleichmäßig den Ofenraum. Die Wärmestrahlung ist sehr

homogen verteilt und heizt den Probenraum in wenigen Minuten bis auf 1200°C auf. Diese homogene Wärmeverteilung führt bei den zu veraschenden Proben zu sehr gleichmäßigen Asche- bzw. Glührückstands-Ergebnissen.

Ein Thermoelement im Heizraum nimmt die Ist-Temperatur auf, und regelt die Aufheizung ganz präzise zum Temperatur-Sollwert. Die Abluft kühlt die Heizmuffel von der Außenseite und wird in einem geschlossenen System abgeführt.

Dieses Prinzip hat gegenüber konventionellen Öfen deutliche Vorteile: Durch die geringe Masse des Heizelements und die rasche Aufnahme der eingestrahnten Energie erreicht der Ofenraum schnell 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 weniger 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 ganz im Sinne des Arbeitsschutzes nicht belastet und die Installation muss nicht unter einem Abzug erfolgen.



Abb. 3: Schnell abkühlende Spezialtiegel

Tab.1: Typische Veraschungszeiten verschiedener Probenmaterialien

zu veraschende Substanz	konventioneller Muffelofen [min]	Muffelofen Phönix Black™ [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 %

Aschezeiten für Gefüllte Kunststoffe

Polymer	Probe (g)	Füllstoff Typ	% Konv.	Aschezeit [min.] Ofen	Phoenix
Ethylen Vinyl Ac.	4,0	Bariumsulfat	75	30	5
Nylon 6	3,0	Ungefüllt	0,3	60	5
Nylon 66	2,5	Glas	30-35	60	6
Polycarbonat	1.0	Glas	10-20	30	10
Polyetherimid	1.0	Glas	30	120	20
Polyethylen	1.0	Talkum	12-40	60	10
Polystyrol	4.0	Pigment	40	60	10
Polysulfon	3.0	Glas	5-70	440	10
Neopren	1,3	Ruß	4	840	40

Abb. 5: Die erhebliche Zeitersparnis bedeutet entsprechende Kostensenkung

Die menügeführte Software ermöglicht die Vorgabe von Temperatur-/Zeitprofilen mit bis zu 8 Stufen, so dass für jede Probe und jede Aufgabenstellung der

Veraschungsprozess optimal gesteuert wird.

Umfangreiche Sicherheitsvorkehrungen und Selbstdiagnostik schützen Benutzer z. B. vor Verbrennungen der Hände.

Für die unterschiedlichen Applikationen steht eine Vielzahl von Zubehör, z. B. spezielle Veraschungstiegel oder eine Temperatur-Kalibriereinheit für die Prüfmittelüberwachung sowie zur Qualifizierung (IQ/OQ) zur Verfügung.



Abb. 4: Alle Tiegel können im Phönix Black eingesetzt werden

Ergebnisse des Veraschungs-Vergleichs

Tabelle 1 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 Phönix Ofen bearbeitet werden, wie beispielsweise Aluminiumoxid, Ruß, Zitronensäure, Mineralölprodukte, Kaugummi, Milchpulver, Harze, Polycarbonat, Polyetherimid, Polyethylen (TiO₂ gefüllt und ungefüllt), Zucker, Talkum, etc.

Abbildung 5 zeigt Beispiele von gefüllten und ungefüllten Kunststoffproben. Die Zeitersparnis bei diesen aufgeführten Substanzen ist analog zu den in Tabelle 1 aufgelisteten Beispielen.

Nassveraschung mit dem Sulfatasche-System Phönix Black 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) und analoge internationale Pharma-Handbücher beschreiben 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 Sulfatasche-Bestimmung (gemäß den genannten Vorschriften) ist bedingt

durch die einzelnen Arbeitsschritte ein mühseliger und langwieriger Prozess und zudem für den Bediener äußerst unangenehm. Das Probengut 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. 850°C (je nach Vorschrift) verascht.

Neben den aufwendigen, viele Stunden dauernden, Arbeitsschritten ist das Handling mit der abrauchenden Schwefelsäure äußerst umständlich und gesundheitsbeeinträchtigend. Nach der Beendigung dieser Arbeitsschritte sind vielfach aufwendige Reinigungsarbeiten am Abzug vorzunehmen.

Eine Alternative bezüglich der Schnelligkeit, des Arbeitsschutzes und des Bedienerkomforts stellt das Phönix Black SAS™ dar. Die komplette Veraschung inklusive Vorveraschung wird im Phönix-Veraschungssystem durchgeführt, was das Handling für den Anwender vereinfacht und vor allem sicherer gestaltet.

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 ungefähr 45 Minuten. Dabei wird die Probe im Tiegel mit H₂SO₄ versetzt und in den Phönix Black Ofen gegeben.

Mit dem Start der Methode heizt das Phoenix Black SAS™ innerhalb von 10 Minuten bis auf 300°C und hält diese

Temperatur präzise für 10 Minuten konstant. Während dieser Zeit findet die Vorveraschung im Phönix Black-Ofen statt. Anschließend erfolgt automatisch die weitere Erhitzung auf beispielsweise 600°C, die dann konstant gehalten wird.

Die besondere Arbeitssicherheit und der Bedienerkomfort des Phönix Black 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 somit keiner Exposition mit den Verbrennungsprodukten ausgesetzt und durch die Aktivkohlefilter zudem vor Geruchsbelästigungen geschützt. Die Anordnung dieser Neutralisationseinrichtung ist wartungsarm und einfach zu bedienen.

Eine Besonderheit stellt die Möglichkeit zur Inertgas Einleitung in den inneren Ofen des Phönix Black MIV dar. So können beispielsweise Temperierungen ohne Sauerstoff durchgeführt werden, ohne dass eine Oxidation stattfindet. Moderne Werkstoffe mit Kohlefasern oder Carbon-Nanotubes können so hinsichtlich des Füllstoffgehaltes sicher und präzise untersucht werden.

