



© Chance Agrella, freerangestock.com

# Aufschluss – Aber Sicher

## Sicherheitsrelevante Aspekte des Mikrowellenaufschlusses

Kerstin Dreblow

Für Anwender im Bereich der Probenvorbereitung liegt der Hauptaugenmerk auf einer funktionierenden Applikation und dass die Ergebnisse den analytischen Anforderungen entsprechen. Damit aber Anwendungen funktionieren, ist es nicht nur notwendig die Chemie hinter dem Aufschluss zu verstehen, sondern auch konstruktionsrelevante Punkte zu betrachten, so dass beim Arbeiten mit Säuren alle Sicherheitsaspekte berücksichtigt werden.

### Blickpunkt Sensortechnologie

Bei einem Mikrowellenaufschluss wird die Probe in einem mikrowellentransparenten Druckgefäß mit einer Säuremischung auf bis zu 260°C erhitzt. Dabei zersetzt sich die Probe vollständig und geht in Lösung. Der Vorteil der Mikrowellenheizung liegt darin, dass die Probenlösung sehr schnell und gezielt erhitzt wird. Um Sicherheitsrisiken durch spontan induzierte exotherme Reaktionen zu minimieren, ist die Überwachung der Reaktionsparameter Druck und Temperatur von besonderer Bedeutung. Moderne

Sensorsysteme sind somit nicht einfach nur für die Messung von Druck und Temperatur zuständig, sondern liefern wichtige Daten für die Steuerung der Mikrowellenleistung.

### Generelle Anforderungen

Der Parameter, der von der Mikrowelle aktiv beeinflusst wird, ist die Temperatur. Druck ist nur ein Nebenprodukt, welcher allerdings in Hinblick auf die Sicherheit ebenfalls einen kritischen Parameter darstellt. Generell sind an Sensorsysteme folgende Anforderungen zu stellen:

#### *Keine Absorption*

Selbst ein starkes Mikrowellenfeld darf den Sensor nicht beeinflussen. Abgeschirmte Sensoren haben den Nachteil, dass sie nicht immer absolut störungsfrei arbeiten und ebenfalls unhandlich sind.

#### *Schnelle Reaktionszeit*

Um spontane exotherme Reaktionen wirkungsvoll kontrollieren zu können, muss

die Messgeschwindigkeit der Sensoren hoch und verzögerungsfrei sein.

#### *Keine Kontamination*

Der Sensor darf die Probe nicht verunreinigen.

#### *Keine Korrosion*

Alle Komponenten im Ofen müssen absolut korrosionsbeständig sein. Beschichtete Sensoren und Schlauchsysteme sind nachteilig.

#### *Direkte Messung*

Die Reaktionsparameter müssen in jedem Gefäß direkt in kürzester Zeit ermittelt werden, damit die Leistung effizient und sicher geregelt werden kann.

### Temperaturmessung

Die Temperaturmessung von Aufschlussgefäßen kann auf unterschiedliche Arten erfolgen.

In den vergangenen Jahren haben sich Sensoren in Referenzgefäßen verbreitet. Hierbei tauchen mit Fluorpolymeren ummantelte



*Der Vorteil der Mikrowellenheizung liegt darin,  
dass die Probenlösung sehr schnell und gezielt erhitzt wird.*

Thermofühler direkt in die Probenlösung (Abb. 1). Allerdings beschränkt sich die Reaktionskontrolle auch aus Kostengründen, nur auf dieses eine Gefäß. Bei stark inhomogenen Proben oder Proben unterschiedlicher Reaktivität ist eine ausreichende Temperaturüberwachung nicht gegeben. Zusätzlich ist die Reaktionszeit der oft mit mehreren Schutzhüllen umgebenen Sensoren, durch die Wärmeleitung der Umhüllung begrenzt. Daraus resultiert eine verzögerte Detektion, wodurch spontane exotherme Reaktionen nur schwer überwacht werden können. Aus diesem Grund werden oftmals zusätzliche IR-Sensoren eingesetzt, die die Aussentemperatur des Aufschlussgefäßes messen. Allerdings erhält man so keinerlei Informationen über die tatsächliche aktuelle Proben temperatur.

Mit *in situ* IR-Temperaturverfahren wird direkt die Proben temperatur gemessen, was sich durch folgende Vorteile zeichnet.

#### *Schnelle Reaktionszeit*

Physikalisch gesehen ist die Geschwindigkeit der Messung nur durch die Geschwindigkeit be-

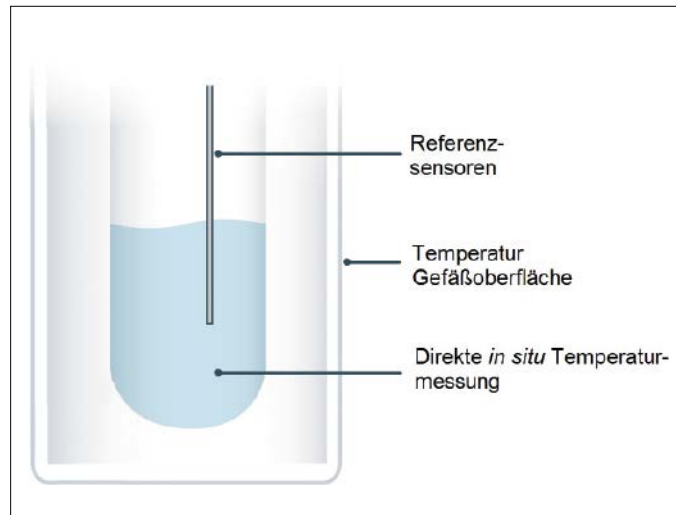


Abb. 1: Arten der Temperaturmessung

grenzt, mit der die IR-Strahlung von der Probe auf den Detektor trifft. Da sich zwischen Probe und Sensor keine Materialien befinden, wird die Temperatur verzögerungsfrei und in Echtzeit gemessen.

#### *Keine Kontamination*

Der Sensor befindet sich außerhalb des Aufschlussbehälters und des Mikrowellenfeldes.

#### *Einfache Handhabung*

Der Sensor muss nicht umständlich montiert werden.

#### *Mikrowellensteuerung bei exotherm reagierenden Proben*

Wie schnell Thermometer funktionieren müssen, kann man gut an spontan reagierenden

Proben beobachten. Typischerweise treten schnell ablaufende exotherme Reaktionen in der Aufheizphase auf. Veranschaulicht werden kann dies am Beispiel des Aufschlusses von Polymergranulat (Abb. 2, rote Markierung). Der Angriff der Säure und das beginnende Schmelzen der Partikel führen zu einem raschen Temperaturanstieg. Durch die kontinuierliche Ermittlung der Temperaturdaten, wird die Mikrowellenleistung entsprechend so reguliert, dass ein vorsichtiges Abreagieren gewährleistet werden kann.

Zusätzlich geht der Anstieg der Temperatur auch mit dem Anstieg des Drucks (blaue Kurve in Abbildung 2) einher. Dabei ergibt sich der Gesamtdruck im Gefäß aus der Summe des Dampfdrucks der Säuremischung bei der jeweiligen Temperatur und dem Partialdruck von gebildeten gasförmigen Substanzen. Im erwähnten Beispiel wird der Druck durch den Zerfall des Polymergranulates und der Bildung von  $\text{CO}_2$  als Abbauprodukt gebildet. Auch die Kontrolle des Drucks ist ein wichtiger Parameter, der für die Regulierung der Mikrowellenleistung und einer sicheren Reaktionsführung während des Aufschlusses notwendig ist.

#### *Druckmessung*

Ähnlich wie die Temperatur kann auch der Druck über externe Sensoren in Referenzgefäßen gemessen werden. Allerdings ist auch hier das Risiko von Kontaminationen oder Leckagen der größte Nachteile, so dass eine berührungslose Druckmessung mit optischen Verfahren vorzuziehen ist.

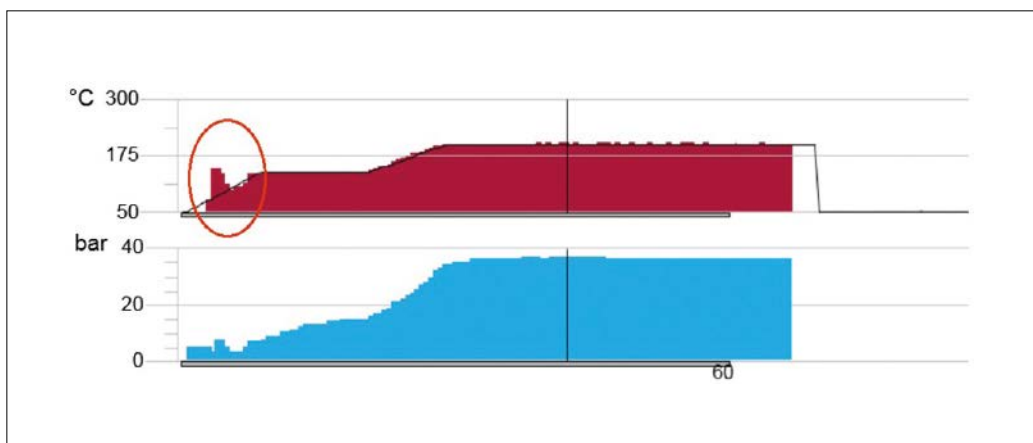


Abb. 2: Temperatur- und Druckverlauf bei spontan reagierenden Proben.

## Blickpunkt Gefäßmaterialien

Aufschlussbehälter bzw. Druckaufschlussgefäße sind eines der Herzstücke moderner Mikrowellenaufschluss-Systeme in der Probenvorbereitung und müssen einer Reihe von Anforderungen entsprechen.

### *Mikrowellentransparenz*

Damit eine verzögerungsfreie und rasche *in situ* IR-Temperaturmessung gewährleistet werden kann, darf sich zwischen Sensor und Probe kein Material befinden das die IR-Strahlung selber absorbiert. Das Material selber muss durchlässig für Mikrowellenstrahlung sein.

### *Korrosionsbeständig*

Da bei nasschemischen Aufschlüssen mit aggressiven Reagenzien (Säuren) gearbeitet wird, müssen alle medienberührten Materialien 100% chemikalienbeständig sein.

### *Druck- und Temperaturbeständigkeit*

In geschlossenen Systemen werden Temperaturen weit oberhalb der Siedepunkte der Reagenzien erzielt. Die Behälter müssen hohen Drücken und Temperaturen standhalten, um einen sicheren Aufschluss zu garantieren.

### *Einfache Handhabung*

In Anbetracht der Tatsache, dass immer mehr Proben in kürzerer Zeit bearbeitet werden müssen, ist eine einfache und werkzeugfreie Handhabung vorteilhaft.

### *Kontaminationsfrei*

Das Risiko von Kontaminationen und Verunreinigungen müssen für das Arbeiten in der Spuren- und Ultraspurenanalytik minimiert werden. Deswegen sind eine optimierte Oberflächenbeschaffenheit und reduzierte Absorptions- bzw. Adsorptionseffekte von besonderer Bedeutung.

## Gefäßmaterialien im Allgemeinen

Als Aufbewahrungsgefäße für Aufschlusslösungen bzw. als

Druckbehälter für Aufschlüsse kommen eine Reihe von Materialien in Frage (Glas, PP, PE, PFA, PTFE,...). In Hinblick auf die oben genannten Anforderungen haben sich PTFE und Quartz durchgesetzt. Darüber hinaus sind sowohl PTFE als auch Quarzglas in einem bestimmten Spektralbereich transparent für IR-Strahlung und ermöglichen die Überwachung der Gefäßinnentemperatur mit modernen optischen Sensoren. Aufgrund seiner Chemikalienbeständigkeit auch gegenüber Säuren wie HF, eignen sich Fluorpolymere (PTFE, TFM, PFA) besonders für die Herstellung von Aufschlussgefäßen. Daneben weist PTFE isolierende Eigenschaften auf. Das Material wird nur indirekt über die Probe erhitzt, wodurch Materialstress minimiert wird und sich lange Abkühlzeiten erübrigen.

Alle anderen Kunststoffmaterialien haben eine gegenüber den Fluorpolymeren reduzierte chemische Beständigkeit, weshalb deren Verwendung in Aufschlussgefäßen als kritisch bewertet werden muss. Insbesondere PEEK (PolyEtherEtherKeton) wird durch Salpetersäure angegriffen und kann in ungünstigen Fällen auch Mikrowellenstrahlung absorbieren (bedingte Mikrowellentransparenz). Hierdurch kann es zu Gefäßüberhitzungen bis hin zum Schmelzen von Gefäßen kommen.

## KONTAKT |

Ellen Dehner  
Berghof Products +  
Instruments GmbH  
Eningen



Weitere Beiträge  
zum Thema: [http://  
bit.ly/GIT-Mikrowelle](http://bit.ly/GIT-Mikrowelle)