



Republik
Österreich
Patentamt

(11) Nummer: **AT 401 844 B**

(12)

PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 1032/91

(51) Int.Cl.⁶ : **H05B 6/80**
H05B 6/64

(22) Anmeldetag: 21. 5.1991

(42) Beginn der Patentdauer: 15. 4.1996

(45) Ausgabetag: 27.12.1996

(30) Priorität:

18. 3.1991 DE 4108766 beansprucht.

(73) Patentinhaber:

KNAPP GÜNTER DR.
A-8047 GRAZ, STEIERMARK (AT).
PANHOLZER FRANZ DIPL.ING. DR.
A-8010 GRAZ, STEIERMARK (AT).
ANTON PAAR KG
A-8054 GRAZ, STEIERMARK (AT).

(54) VORRICHTUNG ZUM ERHITZEN VON SUBSTANZEN UNTER ENTSTEHUNG HOHER DRÜCKE IM MIKROWELLENFELD

(57) Es wird eine Vorrichtung zum Erhitzen von Substanzen im Mikrowellenfeld beschrieben, die auf hohe Drücke ausgelegt ist und bei der diejenigen Teile, die im Mikrowellenfeld liegen, aus mikrowellentransparentem Material bestehen. Die Vorrichtung besteht aus einem druckfesten zylinderähnlichen Außenbehälter und einem zylinderähnlichen Innenbehälter, die beide mit einem Deckel bzw. einer Kappe zum Verschließen versehen sind. Zwischen der inneren Mantelfläche des Außenbehälters und der äußeren Mantelfläche des Innenbehälters ist ein Zwischenraum vorgesehen, der über Verbindungskanäle für das Heran- und Abführen eines Kühlmittels mit dem Außenraum verbunden ist.

AT 401 844 B

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Erhitzen von Substanzen unter Entstehung hoher Drücke in einem Mikrowellenfeld, bestehend aus einem druckfesten, zylinderähnlichen Außenbehälter, der durch ein topfartiges Gefäß und eine Kappe gebildet wird, die miteinander über eine Außen/Innen-Eingriffsverbindung lösbar verbunden sind, einem zylinderähnlichen Innenbehälter mit einer stirnseitigen Öffnung, einem Deckel
 5 hierfür und Dichtmitteln zum dichten Verschließen des Innenbehälters, und einem auf die Deckelaußenseite wirkenden Andrückstempel der gegen den Außenbehälter elastisch abgestützt ist, wobei diejenigen Teile der Vorrichtung, die im Mikrowellenfeld liegen, aus mikrowellentransparentem Material bestehen.

In der chemischen Labortechnik spielt die Erhitzung von Substanzen durch Mikrowellen eine zunehmend wichtige Rolle, da hierbei die Energie direkt an die zu erhitzende Substanz abgegeben wird und
 10 nicht, wie bei Erhitzung von außen, mittels Wärmeleitung durch Gefäßwandungen herangeführt werden muß. Für viele Anwendungen, bei denen hohe Temperaturen und/oder hohe Drücke erzielt werden sollen, verwendet man hierbei druckdicht verschlossene Gefäße.

Ein Beispiel für eine solche Anwendung ist der Säureaufschluß einer Substanz, beschrieben in einem Übersichtsartikel von H.M. Kingston und L.B. Jassie in *Analytical Chemistry* **58** (1986), 2534-2541. Man
 15 versteht darunter die mit Hilfe einer oder mehrerer Säuren durchgeführte Zerlegung einer Substanz in kleinste elementspezifische Moleküle oder Ionen. Diese können im Anschluß durch eine Elementanalyse qualitativ oder quantitativ bestimmt werden. Zum Säureaufschluß werden im allgemeinen hohe Temperaturen benötigt; zur Erzielung dieser hohen Temperaturen erhitzt man das Säuren-Substanz-Gemisch in einem verschlossenen Gefäß, wobei sich hohe Drücke einstellen.

Eine Vorrichtung zum Säureaufschluß einer Substanz im Mikrowellenfeld für die Elementanalyse ist in der deutschen Offenlegungsschrift **39 19 601** beschrieben. Wegen der Verwendung starker Säuren als Aufschlußreagenzien ist man auf Aufschlußgefäße aus Teflon oder Quarz beschränkt. Um ein solches Aufschlußgerät druckdicht verschließen zu können, ist es von einem Außenbehälter aus Kunststoff ummantelt. Der Außenbehälter ist zylinderähnlich, mit einem topfartigen Gefäß und einer Kappe, die miteinander
 25 lösbar verbunden sind. Das Aufschlußgefäß, im folgenden Innenbehälter genannt, ist ebenfalls zylinderähnlich und besitzt eine stirnseitige Öffnung, einen Deckel hierfür und Dichtmittel. Zum druckdichten Verschließen des Innenbehälters drückt ein gegen den Außenbehälter elastisch abgestützter Andrückstempel auf die Deckelaußenseite. Die Erhitzung erfolgt im Mikrowellenfeld eines Mikrowellenofens, wobei die ganze Vorrichtung der Einwirkung des Mikrowellenfeldes ausgesetzt ist. Alle Teile der Vorrichtung bestehen
 30 daher aus mikrowellentransparentem Material.

Die beschriebene Vorrichtung hat den Nachteil, daß sich beim Erhitzen der im Innenbehälter befindlichen Substanz aufgrund von Wärmetransport der Kunststoff-Außenbehälter aufheizt, und bei hohen Temperaturen seine Festigkeit verliert; bei Verwendung eines ganz oder teilweise aus Kunststoff bestehenden Innenbehälters trifft dies auch für diesen zu. Hohe Innentemperaturen sollten deshalb nur über kurze
 35 Zeiträume mit langen anschließenden Abkühlperioden gehalten werden. Bei längerem Erhitzen hingegen sollte die Temperatur im Innenbehälter Werte von 200-300° C nicht überschreiten. Es gibt jedoch viele, schwer aufschließbare Materialien, wie z.B. Fette, Öle, Kohle, Koks, Kunststoffe, die zum Säureaufschluß höhere Langzeit-Temperaturen benötigen. Zum Aufschluß dieser Materialien ist die beschriebene Vorrichtung nicht optimal. Die für einen Säureaufschluß benötigte Zeit nimmt im allgemeinen mit steigender
 40 Temperatur ab; viele Materialien, deren Aufschluß unterhalb des oben genannten Temperatur-Grenzwerts lange dauert, könnten bei höheren Temperaturen in wesentlich kürzerer Zeit aufgeschlossen werden.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung der eingangs geschilderten Art so auszugestalten, daß höhere Langzeit-Temperaturen erreicht werden können.

Diese Aufgabe wird mit einer Vorrichtung nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1 gelöst, die dadurch gekennzeichnet ist, daß sie einen Raum zwischen der inneren Mantelfläche des Außenbehälters und der
 45 äußeren Mantelfläche des Innenbehälters, und Kanäle für die Heran- und Abführung eines diesen Raum durchströmenden Kühlmittels aufweist.

Der Zwischenraum wird von dem Kühlmittel durchströmt und dient so zur thermischen Entkopplung von Innen- und Außenbehälter, und zur Kühlung des Innenbehälters. Vorteilhaft beträgt der Abstand von der
 50 inneren Mantelfläche des Außenbehälters zur äußeren Mantelfläche des Innenbehälters 1/50 bis 1/2 des Außendurchmessers des Innenbehälters. Der Innenbehälter wird dadurch in Position gehalten, daß die Vorrichtung mindestens einen, in der Nähe der Öffnung des Innenbehälters zwischen dem Innenbehälter oder dem Deckel des Innenbehälters und dem Außenbehälter angeordneten radialen Abstandshalter aufweist. Der Innenbehälter liegt nur mit einem Teil seiner Bodenfläche auf dem Boden des Außenbehälters
 55 auf; der nicht aufliegende Teil der Bodenfläche weist, wie die Mantelfläche des Innenbehälters, einen Zwischenraum zum Außenbehälter auf und wird von dem Kühlmittel umströmt.

Die Kanäle sind vorzugsweise so angeordnet, daß der Innenbehälter gleichmäßig von dem Kühlmittel umströmt wird. Als Kühlmittel wird vorzugsweise Luft verwendet, es können aber auch andere gasförmige

oder flüssige Stoffe, vorausgesetzt, daß sie Mikrowellen nicht oder nur schwach absorbieren, eingesetzt werden. Das Kühlmittel kann durch pumpenartige Fördermittel durch die Kanäle und den Zwischenraum gedrückt oder gesaugt werden. Gasförmige Kühlmittel können aber auch einer Druckbombe entnommen und durch die Vorrichtung geleitet werden.

5 Bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung bewahrt aufgrund der Kühlung der Außenbehälter seine Festigkeit auch bei höheren Innentemperaturen. Bei Ausführungsformen mit ganz oder teilweise aus Kunststoff bestehendem Innenbehälter wirkt sich die Kühlung auch vorteilhaft auf die Festigkeit des Innenbehälters aus. Es werden so Langzeit-Temperaturen von 400° C und darüber erreicht. Dies hat zum Beispiel beim Säureaufschluß den Vorteil, daß viele der genannten, schwer aufschließbaren Materialien
10 aufgeschlossen werden können, und daß sich die Aufschlußzeiten von bei niedrigeren Temperaturen aufschließbaren Materialien im allgemeinen erheblich verringern.

Vorteilhafterweise kann die Erhitzung im Mikrowellenfeld z.B. auch in dem eines Hohlraum- oder Hohlleiterresonators stattfinden. In diesem Fall kann die Vorrichtung so angeordnet sein, daß sie nur im Bereich des topfartigen Gefäßes, dem Mikrowellenfeld ausgesetzt ist. Der nicht dem Mikrowellenfeld
15 ausgesetzte Deckelbereich mit Drucksensorik und allem was dazu gehört, kann dann aus üblichen Materialien bestehen, die nicht mikrowellentransparent sein müssen.

Anhand Figur 1 wird eine beispielhafte Ausführungsform näher beschrieben; die Figur zeigt ein Schnittbild (Axialschnitt) einer erfindungsgemäßen Vorrichtung.

Die gezeigte Ausführungsform besteht im wesentlichen aus einem Außenbehälter (1) aus Kunststoff und
20 einem darin befindlichen Innenbehälter (5) aus Quarzglas. Der Außenbehälter (1) besteht aus einem topfartigen Gefäß (2) und einer Kappe (3), die miteinander über eine Außen/Innen-Eingriffsverbindung (4) lösbar verbunden sind. Der Innenbehälter (5) besitzt eine stirnseitige Öffnung (6) und einen Deckel (7) hierfür. Nicht gezeigt sind Dichtmittel zum dichten Verschließen des Innenbehälters (5); es kann sich hierbei z.B. um eine Ring- oder Lippendichtung handeln. Auf die Außenseite des Deckels (7) wirkt ein Andrück-
25 stempel (8), der elastisch gegen die Kappe (3) des Außenbehälters (1) abgestützt ist. Zwischen der inneren Mantelfläche (10) des Außenbehälters (1) und der äußeren Mantelfläche (11) des Innenbehälters (5) befindet sich ein kühlmittegefüllter Zwischenraum (9). Verbindungskanäle (12) verbinden den Zwischenraum (9) zur Heran- und Abführung des Kühlmittels mit einem Außenraum (13). Ein radialer Abstandshalter (14) in der Nähe der Öffnung (6) des Innenbehälters (5) zentriert den Innenbehälter (5). Zum Ausschieben
30 des Innenbehälters (5) aus dem Außenbehälter (1) weist der Außenbehälter (1) bodenseitig eine axiale Bohrung (15) auf. Der Innenbehälter (5) liegt mit seinem Boden (16) auf dem innenliegenden Öffnungsrand (17) der Bohrung (15) auf. Der größere Teil des Bodens (16) liegt frei; der Innenbehälter (5) wird somit auch im Bereich seines Bodens (16) gekühlt.

35 Patentansprüche

1. Vorrichtung zum Erhitzen von Substanzen unter Entstehung hoher Drücke in einem Mikrowellenfeld, bestehend aus einem druckfesten, zylinderähnlichen Außenbehälter, der durch ein topfartiges Gefäß
40 und eine Kappe gebildet ist, die miteinander über eine Außen/Innen-Eingriffsverbindung lösbar verbunden sind, einem zylinderähnlichen Innenbehälter mit einer stirnseitigen Öffnung, einem Deckel hierfür und Dichtmitteln zum dichten Verschließen des Innenbehälters, und einem auf die Deckelaußenseite wirkenden Andrückstempel, der gegen den Außenbehälter elastisch abgestützt ist, wobei diejenigen Teile der Vorrichtung, die im Mikrowellenfeld liegen, aus mikrowellentransparentem Material bestehen, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie einen Raum (9) zwischen der inneren Mantelfläche (10) des
45 Außenbehälters (1) und der äußeren Mantelfläche (11) des Innenbehälters (5), und Kanäle (12) für die Heran- und Abführung eines diesen Raum (9) durchströmenden Kühlmittels aufweist.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Abstand von der inneren Mantelfläche (10) des Außenbehälters (1) zur äußeren Mantelfläche (11) des Innenbehälters (5) 1/50 bis 1/2 des
50 Außendurchmessers des Innenbehälters (5) beträgt.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie mindestens einen, in der Nähe der Öffnung (6) des Innenbehälters (5) zwischen dem Innenbehälter (5) oder dem Deckel (7) des Innenbehälters (5) und dem Außenbehälter (1) angeordneten radialen Abstandhalter (14) aufweist.

55

Hiezu 1 Blatt Zeichnungen

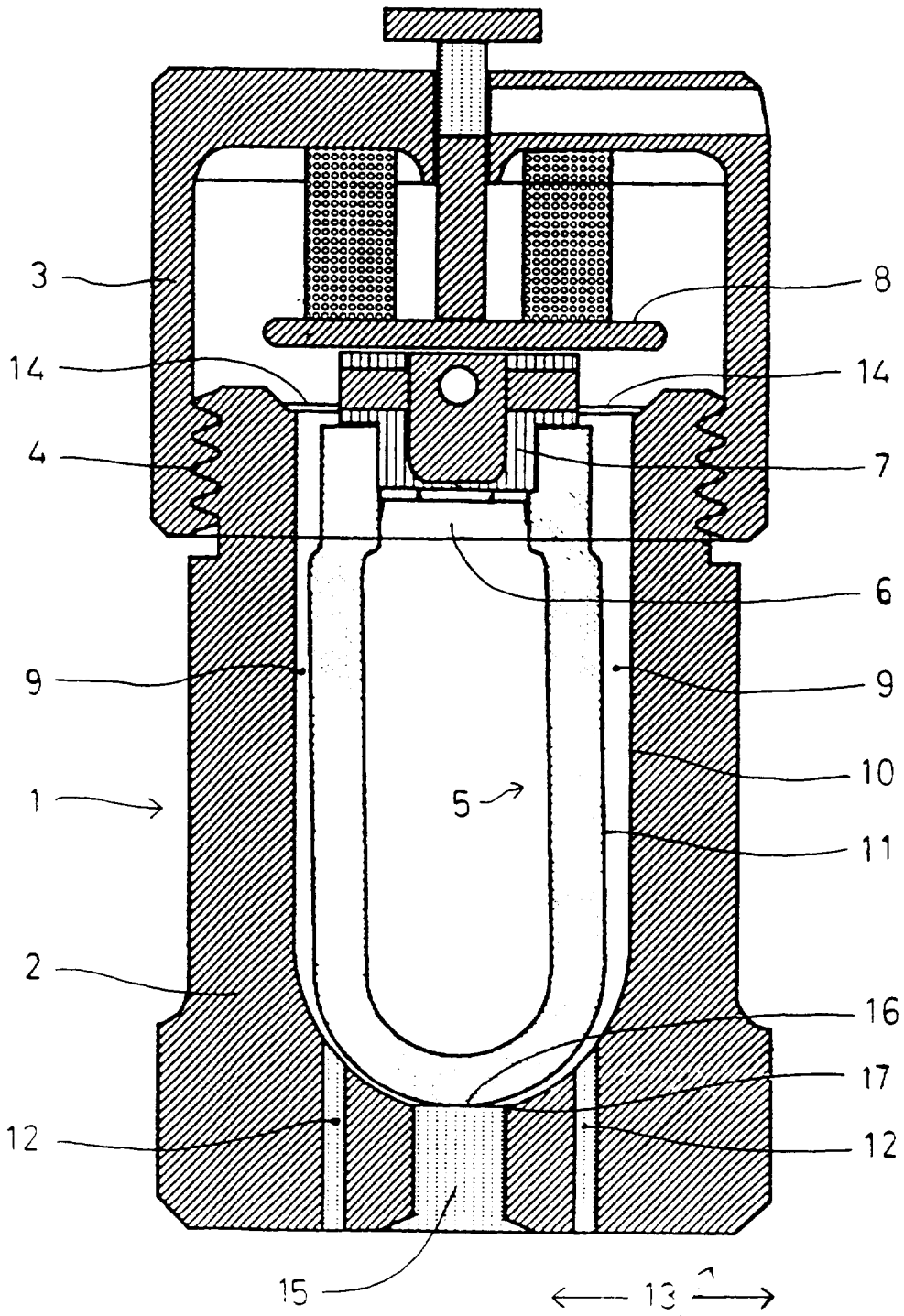


Fig. 1