



REPUBLIK
ÖSTERREICH
Patentamt

(10) Nummer: **AT 408 050 B**

(12)

PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 89/90
(22) Anmeldetag: 17.01.1990
(42) Beginn der Patentdauer: 15.12.2000
(45) Ausgabetag: 27.08.2001

(51) Int. Cl.⁷: **H05B 6/64**

(30) Priorität:
18.01.1989 US 298553 beansprucht.
18.01.1989 US 298554 beansprucht.

(56) Entgegenhaltungen:
DE 3936267C US 4307277A

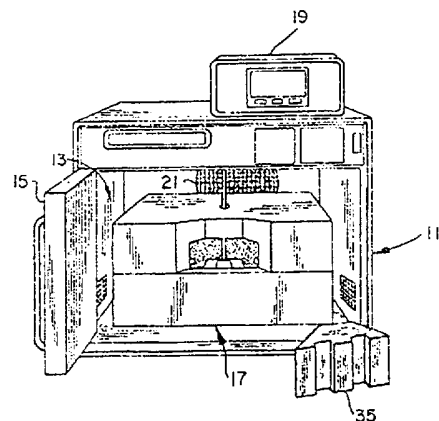
(73) Patentinhaber:
CEM CORPORATION
28105 MATTHEWS (US).

(54) MIKROWELLENVERASCHUNGS- UND ANALYSEGERÄT, KOMPONENTEN UND VERFAHREN

AT 408 050 B

(57) Mikrowellenofen mit einer verschließbaren mikrowellendichten Kammer zum Erhitzen von in dieser Kammer befindlichen Materialien durch Zuführen der von dem vorgesehenen Mikrowellengenerator erzeugten Energie und einem Behälter innerhalb der Kammer zur Aufnahme der zu erheizenden Materialien, welcher eine mikrowellendurchlässige Wand aus hitzebeständigem Material aus seinem inneren Hohlraum herum aufweist, wobei die Wand des Behälters mit mikrowellenabsorbierenden Einlagen, welche für die Veraschung der Materialien erhitzt werden können, einer Öffnung zum Einsetzen und Entfernen der zu erheizenden Materialien und einem mikrowellenabsorbierenden Verschuß aus hitzebeständigem Material zum Schließen der Öffnung versehen ist, wobei der Behälter (17; 117) einen Durchlaß zum Einleiten von Gas in den Behälter (17; 117) und zum Ableiten von Gas aus dem Behälter (17; 117) und in der Kammerwand um den Behälter (17; 117) herum angeordnete Öffnungen zum Einleiten (25; 27; 131) bzw. zum Ableiten (33; 133) von Gas aus der Kammer (23; 118) aufweist.

FIG. 1



Die Erfindung betrifft einen Mikrowellenofen mit einer verschließbaren mikrowellendichten Kammer zum Erhitzen von in dieser Kammer befindlichen Materialien durch Zuführen der von dem vorgesehenen Mikrowellengenerator erzeugten Energie und einem Behälter innerhalb der Kammer zur Aufnahme der zu erheizenden Materialien, welcher eine mikrowellendurchlässige Wand aus hitzebeständigem Material aus seinem inneren Hohlraum herum aufweist, wobei die Wand des Behälters mit mikrowellenabsorbierenden Einlagen, die für die Veraschung der Materialien erhitzt werden können, einer Öffnung zum Einsetzen und Entfernen der zu erheizenden Materialien und einem mikrowellenabsorbierenden Verschuß aus hitzebeständigem Material zum Schließen der Öffnung versehen ist.

Aus der DE-PS 3 936 267 ist ein Mikrowellenofen mit einem Einsatz zur Aufnahme von zu erwärmenden Stoffen bekannt, wobei der Einsatz aus einem die Mikrowellen absorbierenden Material besteht.

In der US 4 307 277 A wird ein Mikrowellenofen beschrieben, um Materialien auf hohe Temperaturen zu erhitzen, wie z.B. in der Produktion von Sinterkeramik. Der hierin geoffenbarte Heizofen ist jedoch nicht thermostatisch gesteuert und es wird auch kein offenzelliges Keramikmaterial für Ofenwände und -tür verwendet.

In der US 4 565 669 A werden Geräte und Verfahren beschrieben, um veraschbares Material zu veraschen. Dabei wird ein Veraschungsmittel, z.B. ein Siliciumcarbid, mit Hilfe von Mikrowellenstrahlung aufgeheizt, um die zu analysierende Probe, die auf einer Unterlage aus verbundenen Quarzfasern lagern kann, mit Hilfe der in dem Veraschungsmittel erzeugten Hitze zu veraschen. Bei diesem Gerät lagert das Siliciumcarbid auf einem hitzebeständigen Material und die zu veraschende Probe wird auf einem relativ dünnen Quarzplättchen gelagert, das in Kontakt mit dem Siliciumcarbid steht. Ein solches Gerät wird innerhalb eines Computer-gesteuerten Analysegerätes angeordnet, wie z.B. einem MDS-81 Mikrowellentrocknungs-/Aufschlußsystem, hergestellt von der CEM Corporation, welches in ihrer Broschüre "CEM Corporation Microwave Drying/Digestion System MDS-81 (laboratory microwave System)", veröffentlicht 1981, beschrieben wird.

In der US 4 565 669 A werden ein Quarzfaser-Trägerkissen und eine Abdeckung des Materials verwendet, um eine veraschbare Analysenprobe zu umgeben, die analysiert wird während der Veraschung der Probe mit Hilfe von Hitze, die dadurch erzeugt wird, daß Mikrowellenstrahlung auf das mikrowellenabsorbierende Siliciumcarbid unter dem Trägerkissen gelenkt wird. Wenn auch verschiedene Veraschungsgeräte für Analysezwecke detailliert in der Literatur beschrieben sind, verwenden die meisten von ihnen Muffelöfen, um Hitze zu erzeugen, und setzen Tiegel ein, um die zu veraschenden Proben zu halten.

Aufgabe vorliegender Erfindung ist die Schaffung von Verbesserungen gegenüber den Konstruktionen und den Verfahren der US 4 307 277 A und US 4 565 669 A und die Erzielung von verbesserten Analysenresultaten und schnelleren Veraschungen, als sie nach dem bisher bekannten Stand der Technik erzielbar sind.

Zur Lösung dieser Aufgabe ist der Mikrowellenofen der eingangs genannten Art gemäß der Erfindung dadurch gekennzeichnet, daß der Behälter einen Durchlaß zum Einleiten von Gas in dem Behälter und zum Ableiten von Gas aus dem Behälter und in der Kammerwand um den Behälter herum angeordnete Öffnungen zum Einleiten bzw. zum Ableiten von Gas aus der Kammer aufweist.

Obwohl das Mikrowellenveraschungsgerät das Verfahren des US 4 565 669 A nützlich ist, um Veraschungsverfahren und die von ihnen abhängenden analytischen Bestimmungen zu beschleunigen, stellt die vorliegende Erfindung eine weitere deutliche Verbesserung dar.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen des erfindungsgemäßen Mikrowellenofens sind in den Unteransprüchen 1 bis 9 gekennzeichnet und gehen aus der nachfolgenden Beschreibung und Zeichnung hervor.

Bei dem erfindungsgemäßen Mikrowellenofen befindet sich die zu veraschende Probe in einem Behälter, der aus mikrowellendurchlässigem (vorzugsweise im wesentlichen oder vollständig mikrowellentransparentem) Material, das ein offenzelliger keramischer Schaum ist, vorzugsweise ein offenzelliger angeschmolzener Quarzschaum (fused quartz foam). Solches Behältermaterial und die Behälterstruktur helfen die Veraschungstemperatur gleichmäßig innerhalb des Behälterhohlraums zu halten, und zusätzlich wird die Temperatur auf einem gewünschten Niveau durch ein Thermoelement-Steuersystem gehalten, dessen Geber sich in dem Behälterhohlraum befindet. Ein

gleichmäßigeres Aufheizen der zu veraschenden Probe macht den Veraschungsvorgang gleichmäßiger und genauer. Darüberhinaus wird ein möglicher Verlust von Probenmaterial, das den Mikrowellenofen durch die Luft verläßt, verringert. Es zeigte sich, daß es üblicherweise nicht nötig ist, eine Abdeckhaube aus gesintertem Quarzfaserkissen zu verwenden, um die Asche zurückzuhalten und zu verhindern, daß sie mit der Abluft ausgetragen wird. Daher kann bei Einsatz eines Mikrowellenofens gemäß der Erfindung das Taragewicht geringer und die Wägungen können somit auch genauer sein. Die Erfindung umfaßt verschiedene andere Vorteile einschließlich der einfachen Verwendung des Mikrowellenofens, der jederzeit möglichen Entfernbarekeit der Ofentür, verbesserten Abbrandes von Lösungsmittel von der der veraschbaren Probe, wobei dieses Lösungsmittel jedes der verwendeten Veraschungshilfsmittel aus Magnesiumacetat begleitet, genauer automatischer Steuerung der Veraschungsbedingungen und schnellerer Veraschungen.

Die Erfindung wird im folgenden anhand der Zeichnungen beschrieben, wobei

- Fig. 1 zeigt eine perspektivische Frontansicht des erfindungsgemäßen Mikrowellen-Veraschungsgerätes, wobei die Kammertür offensteht, die Ofentür entfernt ist und sich keine veraschbare Probe im Ofen befindet,
- Fig. 2 zeigt eine größere perspektivische Frontansicht entsprechend Fig. 1, wobei sich die Ofentür an ihrem Platz befindet in nahezu geschlossener Stellung, wobei Pfeile den Luftstrom in die Kammer, in den Ofen, aus dem Ofen heraus und aus der Kammer heraus anzeigen,
- Fig. 3 zeigt eine größere auseinandergezogene Ansicht der Baugruppe des Veraschungsofens mit einer unteren Stütze und einem Schutzschirm unter dieser Stütze,
- Fig. 4 zeigt eine Frontansicht entsprechend Fig. 1, jedoch mit zwei Behältern für veraschbares Material in dem Ofen,
- Fig. 5 ist eine perspektivische Ansicht von hinten auf das äußere des Mikrowellen-Veraschungsgerätes mit einer Temperaturreineinheit auf diesem Gerät,
- Fig. 6 zeigt einen schematischen elektrischen Schaltplan verschiedener Elemente des Mikrowellen-Veraschungsgerätes,
- Fig. 7 zeigt eine perspektivische Frontansicht eines Mikrowellen-Veraschungsgerätes, wobei die Kammertür offen und die Ofentür entfernt ist, um zwei der erfindungsgemäßen Behälter im Ofen darzustellen und wobei gegenüber Fig. 4 zusätzliche Merkmale der Erfindung dargestellt sind,
- Fig. 8 zeigt eine perspektivische Ansicht von oben und vorne auf einen mit Wänden versehenen Veraschungsbehälter der vorliegenden Erfindung und
- Fig. 9 ist eine perspektivische Ansicht von oben und vorne auf einen Veraschungsbehälter der vorliegenden Erfindung, dessen Seitenwand um eine Ronde (amerikanisch: mandrel) geformt wurde.

In Fig. 1 umfaßt ein Veraschungsgerät 11 eine mit Wänden versehene Mikrowellen zurückhaltende Kammer, wie die des CEM Corporation MDS-81 Mikrowellentrocknungs/Aufschlußsystems, welche durch einen Boden, zwei Seiten, einen Deckel, eine Rückseite, eine Vorderseite und eine Tür gebildet wird, wobei eine Kammerwand mit einem Bezugszeichen 13 versehen ist, welches, wie dargestellt, auf die Seitenwand der Kammer zeigt. Eine Tür 15 ist geöffnet dargestellt, so daß ein Veraschungsofen 17 sichtbar ist. Der Veraschungsofen wird später anhand Fig. 3 näher beschrieben. Ein Temperaturregler 19 ist an einen Geber 21 eines Thermoelementes im Hohlraum des Ofens durch eine nicht dargestellte elektrische Verbindung angeschlossen. Der Luftstrom in die Kammer, in den Ofenhohlraum und aus dem Ofenhohlraum und der Kammer heraus wird mit Bezug auf die Fig. 2 beschrieben, wie auch die Bedienungs- und Anzeigetafel des Mikrowellentails des Gerätes, wobei diese Tafeln denen des Modells MDS-81 der CEM Corporation ähneln.

In Fig. 2 wird der Luft- oder Gasstrom durch das Veraschungsgerät durch gestrichelte Pfeile angezeigt. Luft tritt in die mit Wänden versehene Mikrowellen zurückhaltende Kammer ein, die mit dem Bezugszeichen 23 versehen ist, durch Gitteröffnungen 25 und 27 in Kammerseitenwänden 29 und 31, wobei die Gitteröffnungen nahe dem Boden der Kammer angeordnet sind, und verläuft aufwärts und um den Ofen 17 herum, wobei sie dessen Äußeres kühlt, wonach sie herausgelangt durch eine Auslaßöffnung oder Kühlluftführung 33, von der aus sie durch ein Abgaskanal aus dem Gerät herausgeführt wird, wie in Fig. 5 dargestellt ist, vorzugsweise zu einer Abzugshaube oder in einer anderen zulässigen Weise. In Fig. 2 ist eine Ofentür 35, die einen im wesentlichen

trapezoiden horizontalen Querschnitt aufweist mit Handgriffabschnitten oder Fingermulden, die in die Basis des Trapezoids geschnitten sind (die Vorderseite der Tür), an ihrem Platz in der Ofenwand, aber die Türöffnung ist nicht vollständig verschlossen und erlaubt dadurch einen Luftstrom in den Ofenhohlraum (in Fig. 2 nicht dargestellt), wie durch Pfeile 37 und 38 angedeutet. Obwohl die Pfeile den Gasstrom unter der Tür her andeuten, gelangt ebenso Luft in das Ofeninnere durch die Seitenspalte zwischen der Ofentür und der Ofenwand. Ähnlich kann Luft das Ofeninnere an der Oberseite verlassen, wie durch die Pfeile 41 und 43 angedeutet, sowie durch die oberen Abschnitte der Seitenöffnungen. Ein Pfeil 45 zeigt den Weg von Luft und Verbrennungsprodukten aus dem Ofenhohlraum heraus durch eine vertikale Öffnung 47 zwischen dem Geber 21 des Thermo-

5
10
15

elementes und der Wand dieser Öffnung in dem oberen Bereich des Ofens 17. Das von der dem Ofenhohlraum abgeführte Gas gelangt durch die Kühlluftöffnung 33 heraus zu einer geeigneten Haube oder anderen Abzugsmitteln. Auf diese Weise werden Kanäle für die Luft oder andere Gase durch den Ofen und durch die Kammer und das Ofeninnere geschaffen. Es soll darauf hingewiesen werden, daß die Lufteinlaßöffnungen 25 und 27 und die Kühlluftöffnung 33 durch Abdeckmaterial (nicht im einzelnen dargestellt) abgedeckt werden, um zu verhindern, daß Mikrowellenstrahlung aus der die Mikrowellen zurückhaltenden Kammer entweichen kann.

Die Kammerwände und die Tür bestehen aus einem Metall oder einer Metall-Legierung, wie z. B. Aluminium oder rostfreier Stahl, und können mit einem strahlungsdurchlässigen Polymer beschichtet sein, wie beispielsweise Polytetrafluoräthylen (polytetrafluoroethylene). Alternativ, aber nicht ebenso erwünscht, kann die Tür glasgefüttert und beschichtet sein, um den Austritt von Strahlung zu verhindern.

Der Temperaturregler 19 umfaßt drei Steuertasten und eine Anzeige. Die Tasten sind gekennzeichnet mit "S", "Anstieg" und "Abstieg" (nicht so markiert in Fig. 2) und ihre Verwendung wird später in Verbindung mit einer Beschreibung erwähnt werden, wie der Regler programmiert wird. Der das Mikrowellensystem umfassende Abschnitt des Gerätes umfaßt Steuerungsmittel, wie die vom CEM MDS-81 Labormikrowellensystem. Sie umfassen einen Ausschalter 49 und Steuertafeln 51 und 53. Die Tafel 51 umfaßt Programmier-, Rückstell-, Eingabe- Stop- und Starttasten und die Tafel 53 umfaßt die Nummern 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 und 0 (von denen keine im einzelnen dargestellt ist). Eine Anzeige 55 ist als alphanumerischer Typ ausgelegt.

Der Veraschungs-ofen 17, der in Fig. 3 dargestellt ist, umfaßt kombinierbare und trennbare einteilige untere und obere Abschnitte. Ein oberer Abschnitt 57 besteht aus einem Material mit hitzebeständigen und mikrowellendurchlässigen Eigenschaften, welches ebenso eine geringe Wärmeleitfähigkeit aufweist und welches vorzugsweise ein offenzelliger verschmolzener Quarzschaum ist. Eine senkrechte Öffnung oder ein Loch 58 erlaubt den Durchlaß eines Thermo-elementgebers und der Verbindung (keines von beiden in dieser Ansicht dargestellt) durch den oberen Abschnitt. Der Veraschungs-ofen 17 umfaßt weiterhin einen einteiligen abtrennbaren unteren Abschnitt 59, aus dem selben hitzebeständigen Material, welcher eine Ausnehmung darin aufweist, die zusammen mit einer entsprechenden Ausnehmung im oberen Ofenabschnitt den Ofenhohlraum bildet. Der untere Abschnitt 59 umfaßt eine Vielzahl von Schlitzen oder Nuten 61 am Boden und andere Schlitze oder Nuten, wie sie bei 63 und 65 dargestellt sind. Die Nuten 61 dienen der Anordnung von Bodenheizelementen 62 und die Nuten 63 und 65 dienen jeweils der Anordnung von Heizelementen 64 bzw. 66. Ähnliche Nuten, die in Fig. 3 nicht sichtbar sind, sind vorgesehen für die Anordnung von Frontheizelementen 67 und rückseitigen Heizelementen 68. Deckenheizelemente (nicht dargestellt) können ebenso vorgesehen sein im oberen Abschnitt 57 des Ofens in geeigneten Schlitzen, Nuten, Kanälen oder anderen darin eingeformten Haltermitteln. Die verschiedenen Heizelemente bestehen aus mikrowellenabsorbierendem Material, welches durch Mikrowellenstrahlung bis zu einer Veraschungstemperatur aufgeheizt werden kann. Ein sehr bevorzugtes solches Material ist Siliziumcarbid, und vorzugsweise sind die Heizelemente getrennt, mit Oberflächen, die bündig mit den Innenwänden des Ofenhohlraums abschließen. Die Ofentür 35, die dargestellt ist mit einem trapezoiden horizontalen Querschnitt (aber die auch einen anderen geeigneten Querschnitt aufweisen kann) ist in ihrer Formgebung einer korrespondierenden Wandöffnung in der Front der des oberen Ofenabschnittes angepaßt, und wenn sie sich in ihrem Platz befindet, bilden ihre Innenseite und die Innenseiten der oberen und unteren Wandabschnitte den Ofenhohlraum. Die Tür weist in ihrer Frontseite ein Paar von Nuten 69 auf, die als Teile eines Handgriffs oder Griffmittels ausgebildet sind, um von Hand ein einfaches Entfernen, Schließen oder Einstellen

30
35
40
45
50
55

der Türstellung zu erlauben. Der Ofen wird durch einen hitzebeständigen Block 71 gestützt, der sich unter einem kleineren Teil der Ofenunterseite befindet. Eine solche Stütze ermöglicht eine Zirkulation von Luft oder anderem Gas unter einem Großteil der Ofenunterseite und erleichtert dadurch seine Kühlung. Unter der hitzebeständigen Stütze ist eine Zwischenlage dargestellt, wie z. B. ein Tuch oder ein Gitter, die aus temperaturbeständigem Plastik, Metall oder anderem geeignetem Material besteht. Die Funktion des Tuchs oder des Gitters besteht darin, ein Verkratzen der Oberfläche des Kammerinneren durch die hitzebeständige Stütze zu verhindern, die oft raue Oberflächen aufweist.

Da Fig. 4 im wesentlichen der Fig. 1 entspricht, mit Ausnahme der Anwesenheit von einem Paar von Behältern von Veraschungsmaterial (oder Asche) in dem Ofen inneren von Fig. 4, wird im folgenden lediglich dieser Aspekt der Fig. 4 beschrieben. In Fig. 4 besteht der Veraschungsofen 17 aus trennbaren oberen und unteren Abschnitten 57 bzw. 59, die zusammen mit den Heizelementen in Fig. 3 dargestellt sind, von denen die rückwärtigen Heizelemente 69 in Fig. 4 sichtbar sind, und diese Teile bilden den Veraschungsraum, wenn die Tür 35 sich in ihrem Platz befindet. In diesem Raum sind zwei poröse, mit Wänden versehene Behälter 75 aus einem Bandmaterial aus Quarzmikrofaser angeordnet. In den Behältern sind geeignete Ladungen von Veraschungsmaterial 77 enthalten (oder sie können die resultierende Asche enthalten). Details des Veraschungsverfahrens werden später beschrieben werden.

In Fig. 5 ist ein Veraschungsgerät 11 mit dem darauf angeordneten Temperaturregler 19 dargestellt, wobei ein Thermoelement (in dem Ofenhohlraum) an den Regler angeschlossen ist. Mit dem Bezugszeichen 79 ist das Stromversorgungskabel für das Veraschungsgerät bezeichnet, und Luftschlitze 81 und 83 sollen einen Luftstrom durch einen Luftkanal um die Kammer herum ermöglichen, um die Kühlung des Kammeräußeren zu unterstützen. Zwischen einer Außenwand 85 und der Kammer ist ein Magnetron angeordnet, von dem aus Mikrowellenstrahlung in die die Strahlung zurückhaltende Kammer gerichtet wird, wobei deren Wände aus Mikrowellen reflektierendem Material bestehen, wie z. B. Edelstahl oder andere geeignete Metalle oder Legierungen, die mit einem Lack oder einer polymerischen Schutzschicht beschichtet sein können. Das Magnetron ist ein Standardteil in Mikrowellengeräten des beschriebenen Typs und ist innerhalb von dessen Wänden verborgen. Daher ist es in der vorliegenden Zeichnung nicht dargestellt. Ebenso wenig ist ein Kühlgebläse für das Magnetron dargestellt, obwohl solch ein Gebläse im Gerät vorhanden ist. Nummer 87 bezeichnet eine Öffnung in dem Gerät, um die Luft abzuführen, die über das Magnetron geblasen wird, um dieses zu kühlen. Ein Gebläse (nicht dargestellt) ist innerhalb des Gerätes vorgesehen, um Luft und Verbrennungsgase vom Ofen abzuführen und um einen Luftstrom durch die Kammer und durch den Ofen zu erzeugen. Ein Motor für ein solches Gebläse ist durch das Bezugszeichen 89 gekennzeichnet, und der zugehörige Auslaß ist durch die Nummer 81 gekennzeichnet. Eine Aufnahme 93 ist vorgesehen für den Anschluß eines Temperaturreglerkabels 95. Ein elektrisches Stromversorgungskabel 97 ist mit dem Regler 19 bei 99 verbunden. Eine Sicherung ist bei 101 vorgesehen, und ein Netzschalter ist bei 103 dargestellt. Anschlußkabel 105 und 107 für das Thermoelement sind mit einem Anschlußstecker 109 des Thermoelements verbunden, und diese Kabel oder Verbindungen sind ebenfalls mit einem Thermoelement verbunden (nicht dargestellt in Fig. 5), welches vorzugsweise im oberen mittleren Abschnitt des Ofenhohlraumes angeordnet ist. Eine solche Verbindung führt bei 110 in das Veraschungsgerät 11.

In Fig. 6 ist die Beziehung zwischen der Bedienungstastatur (und dem alphanumerischen Display), dem Mikrowellenprozessor, dem Temperaturregler, dem Thermoelement und der Leistungsregelung zu dem Magnetron dargestellt. Die Bedienungstastatur steuert den Betrag der verwendeten Leistung und die Zeit des Heizens, welche in der alphanumerischen Anzeige angezeigt werden, nachdem sie durch die Tastaturbetätigung eingestellt sind. Der Temperaturregler regelt die Veraschungstemperatur und erlaubte Temperatur-Abweichungen (oft $\pm 2^{\circ}\text{C}$ oder $\pm 3^{\circ}\text{C}$) von der gesetzten Temperatur. Ein Thermoelement 114 liefert den Eingang für den Temperaturregler mit der Temperatur im Ofen inneren, und der Regler betätigt den Mikrowellenleistungsregler, um das Magnetron abzustellen, wenn die Temperatur höher als vorgegeben ist und um das Magnetron wieder anzustellen, wenn die Temperatur unter den gesetzten Wert fällt. Weitere Details bezüglich der Funktion der Bedienungstastatur für das Gerät und der Temperatursteuerung werden im folgenden gegeben.

In Fig. 7 umfaßt ein Mikrowellen-Veraschungsgerät 111 Ober-, Unter-, Seiten- und Rückwände,

alle mit der auf die Seitenwand weisenden Nummer 113 bezeichnet, und eine Tür 115, welche eine Mikrowellen zurückhaltende Kammer 118 bilden. Innerhalb der Kammer befindet sich ein Ofen 117, der obere und untere Abschnitte 119 bzw. 121 aufweist, und eine Ofentür 123. Diese Ofenteile sind aus mikrowellendurchlässigem offenzelligen Quarz hergestellt, der eine geringe Wärmeleitfähigkeit aufweist und hitzebeständig ist und damit bei sehr hohen Temperaturen ohne nachteilige Veränderungen verwendet werden kann. Ein solches Material ist beispielsweise ECCOFOAM Q, vorzugsweise ECCOFOAM Q-G, welches in einer Schrift beschrieben ist, die den Titel "ECCOFOAM Plastic and Ceramic Foams" trägt, von Emerson and Cumming, Canton, Massachusetts, und zwar vom März 1980. Innerhalb des Ofens ist ein Ofenhohlraum 125, und mikrowellenabsorbierendes Material 127 ist in Nuten oder Schlitzten (nicht dargestellt) in den oberen und unteren Abschnitten 119 und 121 angeordnet, wobei deren Oberflächen eben mit den inneren Oberflächen abschließen, die die Ofenausnehmung bilden. In dem Ofenhohlraum sind zwei der Behälter der vorliegenden Erfindung dargestellt, die mit 129 gekennzeichnet sind. Ebenso sind in Fig. 7 Einlässe 131 dargestellt, damit Luft in die Kammer eintreten kann, wobei ein Teil der Luft durch den Ofenhohlraum strömen wird, aber ihr größter Anteil streicht um die Kammer 118 und dient dazu, deren Wände zu kühlen. Solche Luft verläßt die Kammer durch einen Auslaß 133. Ein Thermoelement 135 ist im Ofenhohlraum angeordnet und steht durch nicht dargestellte Verbindungsmittel in Verbindung mit einem Temperaturregler 137. Sowohl die Hauptmikrowellenerzeugungseinheit des Gerätes als auch der Temperaturregler 137 umfassen Steuerungen und Anzeigen, die allgemein bekannt und daher hier nicht im einzelnen mit Nummern versehen sind.

In Fig. 8 ist einer der erfindungsgemäßen Behälter dargestellt. Ein solcher Behälter ist einteilig, wobei Boden 139 und Seitenwand 141 aus derselben Lage von porösen, nicht gewobenen Quarzmikrofaseren besteht. Der dargestellte Behälter ist aus einem rechteckigen Abschnitt des Fasermaterials hergestellt und umfaßt Nahtlinien wie die bei 143 dargestellte. In Fig. 9 ist ein Schritt in der Herstellung des Behälters 129 dargestellt. Wie dargestellt, ist die Lage von nicht gewobenem Mikrofaserquarz um die Basis einer zylindrischen Ronde 145 geformt worden, und überschüssiges Material ist entlang der Oberkante 147 abgeschnitten worden. Ein Quarzmonofilament 149 oder ein elastisches Band oder ähnliches Rückhaltemittel hält die poröse Mikrofaserquarzlage eng an der Ronde während der Formgebung, wird aber später entsprechend üblichen Herstellungsverfahren entfernt. Nach der Formgebung der Lage wird sie angefeuchtet, eng um die Ronde herumgeformt, beschnitten, von der Ronde entfernt und luftgetrocknet, wonach sie gebrannt (befeuert) wird, um den formbeständigen Behälter dieser Erfindung zu schaffen. Wenn Lufttrocknung vorgezogen wird, so kann sie jedoch manchmal auch entfallen.

Obwohl der erfindungsgemäße Behälter als ein kurzer Zylinder dargestellt ist, können andere Behälterformen ebenso hergestellt werden, wenn entsprechend geformte Ronden Verwendung finden. Auf diese Weise können Behälter von rechteckigem oder quadratischem horizontalen Querschnitt erzeugt werden. Obwohl verschiedene Formen von Behältern erzeugt werden können, wird bevorzugt, daß diese Behälter relativ flach sind, üblicherweise mit einem Verhältnis zwischen Höhe und der im wesentlichen horizontalen Abmessung von weniger als eins zu eins und vorzugsweise nicht mehr als eins zu zwei. Solche Verhältnisse, wie z. B. für Höhe/Durchmesser, können im Verhältnis von 1/10 bis 1/2 liegen, vorzugsweise im Bereich von 1/5 bis 2/5, beispielsweise um 1/5 oder 3/10. Wenn auch verschiedene Größen von Behältern verwendet werden können, wird üblicherweise bei flachen und zylindrischen Behältern ein Durchmesser von 2 bis 10 cm bevorzugt, vorzugsweise von 4 bis 6 cm und eine Höhe von 0,5 bis 4 cm, vorzugsweise 1 bis 2 cm. Flache zylindrische Behälter werden bevorzugt.

Das Gerät zur Verwendung von genug Mikrowellenenergie, um eine Materialprobe zu veraschen, kann jedes beliebige geeignete Mikrowellengerät sein, welches Mikrowellenstrahlung auf die Heizelemente im Ofen richten kann. Wie weiter oben schon angesprochen, ist ein CEM Corporation MDS-81 System nützlich, aber ähnliche Systeme können ebenfalls verwendet werden zusammen mit einem inneren Ofen, einer Temperaturregelung und einem Behälter für das zu veraschende Material. Vorzugsweise wird das System einen Mikroprozessor, einen Digitalcomputer und Steuermöglichkeiten umfassen zur Regulierung der Anwendung der Mikrowellenstrahlung auf die aufzuheizenden Elemente. Auf diese Weise kann die Mikrowellenstrahlung für gewünschte Zeiträume und zu verschiedenen Strahlungsniveaus angewendet werden, wenn dies erwünscht wird, aber oft wird das Strahlungsniveau konstant an der obersten vorgesehenen Kapazität liegen.

Schlüsselemente für das verwendete Mikrowellensystem werden ein korrekter Gas- (Luft-)strom durch dieses System sein, um den Ofen zu kühlen und keine Mikrowellenladung im System außer im Ofen. Weiterhin sollte der Ofen den Abzug von Abgasen oder Verbrennungsgasen ebenso wie den Zustrom von Frischgas (Luft oder ein geeignetes Oxydationsmittel) ermöglichen.

Es wird darauf hingewiesen, daß in einigen der erwähnten Geräte der Leistungsbereich der Mikrowellen von 1 bis 100 Prozent oder Vollast (500 bis 1500 Watt in manchen Fällen) in 1 %-Schritten gesteuert werden kann. Natürlich können ebenso geringere und größere Leistungen verwendet werden, beispielsweise bis zu mehreren Kilowatt, beispielsweise 0,3 bis 5 oder 0,4 bis 2 kw, aber 0,9 oder 1 kw werden üblicherweise ausreichen. In den Vereinigten Staaten liegt die Frequenz der verwendeten Mikrowellenstrahlung üblicherweise bei 2,45 Gigahertz, und in Großbritannien sind es üblicherweise 0,896 Gigahertz. Eine solche Frequenz kann in einem Bereich von 0,3 bis 50 Gigahertz (oder höher) liegen und liegt vorzugsweise in einem Bereich von 0,8 bis 3 Gigahertz. Die Anzeigen der beschriebenen Geräte haben bis zu 40 Buchstaben in ihrem alphanumerischen Display, und in manchen Fällen können sie hörbare Töne für eine Rückmeldung an das Bedienungspersonal beinhalten. Die Bedienungselemente umfassen eine Tastatur von bis zu 20 Tasten zur Eingabe.

Einer der Vorteile der vorliegenden Erfindung liegt darin, daß das beschriebene Mikrowellengerät zum Veraschen oder für andere Verfahren eingesetzt werden kann, für welche jedes dieser Geräte ursprünglich entworfen sein kann, wie beispielsweise Feuchtigkeitsbestimmungen. Flüchtigkeitsanalysen und die Beschleunigung von chemischen Reaktionen. Die Geräte werden, wenn sie zum Veraschen von Material verwendet werden, üblicherweise in ihrer höchsten Leistungsstufe betrieben, die oft um 560 oder 1000 Watt liegt. Die Veraschungszeiten können nach Wunsch eingestellt werden, und üblicherweise werden Veraschungszeiten von 2 bis 20 Minuten oder 5 bis 15 Minuten verwendet, aber der Ofen kann vorgeheizt werden über Zeiträume von 5 Minuten bis zu 2 Stunden, üblicherweise 20 bis 60 Minuten.

Das Hauptmaterial für den Aufbau des Ofens, welcher in das oben beschriebene Mikrowellensystem eingesetzt wird und Teil des beschriebenen Geräts ist, ist hitzebeständig, von geringer Wärmeleitfähigkeit und durchlässig für Mikrowellenstrahlung. Es wurde ermittelt, daß solche Materialien Keramik, Glas und Quarzschäume umfassen, wobei die Quarzschäume stark bevorzugt werden, da sie Verfahren bei höheren Temperaturen erlauben, da sie eine geringe Wärmeleitfähigkeit aufweisen und außergewöhnlich durchlässig für Mikrowellenstrahlung sind, wobei sie im wesentlichen oder komplett durchlässig für solche Strahlung sind. So wird z. B. angenommen, daß über 99 % der Mikrowellenstrahlung durch die Wände der beschriebenen Öfen gelangen, so lang sie nicht durch die die Mikrowellen absorbierenden Heizeinrichtungen im Ofen absorbiert werden. Bei den Quarzschläumen sind die offenzelligen und angeschmolzenen oder gesinterten (amerikanisch: fused) wiederum am meisten zu bevorzugen.

Solche Materialien sind bei Emerson and Cuming in Canton, Massachusetts erhältlich und werden unter den eingetragenen Warenzeichen ECCOFOAM Q vermarktet. Zwei Sorten von ECCOFOAM Q werden verkauft, ECCOFOAM Q-G und ECCOFOAM Q-R. Der letztere ist schwerer und stärker, aber für die Zwecke der vorliegenden Erfindung wird es bevorzugt, den ersten zu verwenden. Die Eigenschaften solcher verschmolzenen offenzelligen Quarzschäume sind beschrieben im technischen Heft 6-2-12 A, herausgegeben von dieser Gesellschaft. Verschmolzene Schaummaterialien der genannten Typen werden für nützlich angesehen für die Herstellung der beschriebenen Öfen, insbesondere, wenn sie eine Dichte im Bereich von 0,3 bis 0,8 g/cm³ aufweisen, ein Bruchmodul (modulus of rupture) im Bereich von 10 bis 50 kg/cm² und eine Wärmeleitfähigkeit im Bereich von 0,5 bis 1,5 BTU/hr./sq. ft./°F./in. Solche Materialien sollten weiterhin funktionsfähig bei den Veraschungsanwendungen der vorliegenden Erfindung bei entsprechenden Veraschungstemperaturen sein, die vorzugsweise im Bereich von 800 bis 1000°C liegen. Der Schaumquarz, der im wesentlichen aus purem Siliciumdioxid besteht oder Schaumkeramik, sollte sich nicht zersetzen oder merklich altern, wenn er solchen Temperaturen ausgesetzt wird. Wenn Veraschungen bei höheren Temperaturen unternommen werden sollen, wird ein entsprechendes Hochtemperaturbaumaterial verwendet werden und die erwähnten ECCOFOAMS werden bevorzugt, da sie bis 1650°C für relativ kurze Zeiträume stabil sind und da sie für noch stabiler angesehen werden bei 1090°C, welcher Temperatur sie für längere Zeiträume ohne nachteilige Effekte

ausgesetzt werden können. Die erwähnten ECCOFOAM-Produkte sind in Blatt- oder Lagenform erhältlich, wobei diese Lagen Abmessungen von 30,5 x 45,7 x 7,6 cm für ECCOFOAM Q-G aufweisen und 30,5 x 45,7 x 11,4 cm für ECCOFOAM Q-R. Solche Lagen oder Platten werden bis zur Erreichung der gewünschten Form bearbeitet, wobei abtragende, schneidende und schleifende Techniken verwendet werden. Obwohl ECCOFOAM mit sich selbst und anderen Materialien verklebt werden kann, wird eine solche Verklebung meistens bei der Herstellung der erfindungsgemäßen Öfen vermieden, da die Kleber üblicherweise bei höheren Temperaturen in ihrer Wirkung nachlassen oder bei solchen Temperaturen abgebaut werden.

Das Veraschungsmittel besteht aus einem mikrowellenabsorbierenden Material, welches nicht eine Curie-Temperatur aufweist, die unterhalb der gewünschten Veraschungstemperaturen liegt und welches durch Mikrowellenstrahlung bis zu einer Temperatur im Bereich von 400 oder 500°C bis 1650 oder 1700°C aufgeheizt werden kann. Manchmal kann der Veraschungsbereich sogar noch höher liegen, wobei er begrenzt wird durch den Schmelz-, Sublimations- oder Zersetzungspunkt der verwendeten Gerätematerialien oder der zu veraschenden Substanz oder ihrer Oxyde, aber normalerweise ist ein Bereich von 600 bis 1000°C angemessen und 800 bis 950, 975 oder 1000°C wird häufiger bevorzugt. Die Veraschungseinrichtung ist bei den angestrebten Einsatztemperaturen stabil und ist bei dieser Temperatur im wesentlichen oder komplett nicht oxydierbar. Sie sollte weiterhin bei dieser Einsatztemperatur strukturell gesund sein, indem sie sich nicht zersetzt, nicht aufgeschlossen wird und nicht zerstaubt. Obwohl verschiedene Materialien Mikrowellenstrahlung aufnehmen können und zu Temperaturen in den beschriebenen Bereichen aufgeheizt werden können, ist Siliciumcarbid das nützlichste und am stärksten bevorzugte solcher Materialien. Siliciumcarbid in Pulver-, granulierter oder anderer Partikelform (wobei die effektiven Durchmesser der Partikel üblicherweise bis 0,5 oder 1 cm reichen) kann durch Mikrowellenstrahlung aufgeheizt werden, aber in dieser Form ist es nicht wirksam genug, um als ein Veraschungsmittel für eine Vielzahl von veraschbaren Materialien zu dienen, wie sie verwendet werden und für deren Analyse das erfindungsgemäße Gerät vorgesehen ist. Jedoch liefert Siliciumcarbid, welches in einer kontinuierlichen gesinterten oder festen Nichtpartikelform vorliegt, sehr gute Ergebnisse und ist erfolgreich bei Analysen verschiedener Materialien auf Aschegehalte verwendet worden.

Das Veraschungsmittel aus einstückigem Siliciumcarbid kann in verschiedenen Formen oder Gestalten vorliegen, um angemessen in die Ausnehmung einer Ofenwand zu passen, aber regelmäßige Parallelepipeds sind bevorzugt, wie flache Prismen oder rechtwinklige Querschnitte. Passende Materialien können handelsübliche "finishing sticks" sein, die dazu verwendet werden können, Schleifscheiben abzuziehen. Von diesen werden die von Norton Company unter dem Warenzeichen "CRYSTOLON", insbesondere deren Sorte 37 C 220 bevorzugt, welche ein keramisch gebundenes Siliciumcarbid darstellt, aber andere Siliciumcarbidprodukte können ebenso verwendet werden. Unter diesen befinden sich Norton Company's JKV "finishing sticks" und Siliciumnitridgebundene Siliciumcarbide, bezeichnet CN 137 und CN 233. Auch wenn solche Produkte sich nach vielen Einsätzen physikalisch verschlechtern, sind sie relativ billig, so daß ein planmäßiger periodischer Austausch, z. B. nach ungefähr jeder tausendsten Analyse vorgenommen werden kann, aber bis jetzt haben Anwender noch niemals irgendein Crystolon Siliciumcarbid ersetzen müssen. Andere mikrowellenabsorbierenden Heizelemente, die Verwendung finden können, umfassen Ferrite, Granatsteine und ähnliche zum Stand der Technik gehörende Materialien.

Das Thermoelement, welches Verwendung findet, um die Temperatur im Ofen während dessen Mikrowellenaufheizung zu messen, kann ein beliebiges geeignetes solches Thermoelement sein, welches der Veraschungstemperatur widersteht und von beliebigen Verbrennungsprodukten und anderen Gasen nicht beeinflusst wird, die von dem Veraschungsmaterial während dessen Veraschung freigesetzt werden. Ein Thermoelement vom Typ K (chromel-alumel) ist für erfindungsgemäße Geräte als zufriedenstellend ermittelt worden. Während des Einsatzes umfaßt das Thermoelement eine feste Hülle, welche elektrisch mit der Kammerwand geerdet ist. Es hat sich in der Praxis herausgestellt, daß die Funktionsfähigkeit und Genauigkeit des Thermoelementes nicht nachteilig durch die Mikrowellenstrahlung beeinträchtigt wurde. An Stelle des Thermoelementes können andere Temperaturmeßeinrichtungen verwendet werden (mit der Temperaturregelung), um den Magnetronstrom an- und auszustellen und dadurch die Ofentemperatur zu regeln. Sie können Infrarotsensoren, dampfdruckabhängige Schalter, Bimetallschalter und ausdehnungsabhängige Anzeigen sein, die alle jeweils angemessen in dem Gerät angeordnet werden und an einen

empfindlichen Temperaturregler angeschlossen werden, welcher jedes beliebige empfangene Signal in An-/Ausimpulse oder Anweisungen an den Magnetronscharter umsetzen kann.

Der Temperaturregler ist ein elektronisches Instrument von herkömmlichem Zuschnitt, welches eine elektrische Versorgungsleitung für das Magnetron öffnet und schließt in Abhängigkeit von einem elektrischen Signal von dem Thermoelement. Darauf wird später weiter eingegangen werden, wenn dessen Programmierung genauer beschrieben wird. Jedoch können auch andere Formen von Reglern verwendet werden mit anderen Temperaturmeßeinrichtungen.

Die zu veraschende Probe sollte nicht direkt auf den Heizelementen oder dem mikrowellendurchlässigen Wandmaterial des Ofens angeordnet werden, wie offensichtlich ist, und daher wird eine Unterlage für die Probe verwendet. Eine solche Unterlage sollte vorzugsweise leichtgewichtig sein und muß den hohen Veraschungstemperaturen widerstehen. Weiterhin sollte sie mikrowellendurchlässig, vorzugsweise mikrowellentransparent oder im wesentlichen mikrowellentransparent sein (üblicherweise 95 % und vorzugsweise über 99 % dieser Strahlung durchlassen), und sie sollte keinen Durchlaß für die zu veraschende Probe oder die sich daraus ergebende Asche gewährleisten. Ein geeignetes Stütz- oder Behältermaterial für die zu veraschende Probe ist ein leichtgewichtiges Filtermaterial aus Quarzmikrofasern (Mikron-Größe). Die Mikrofaserquarzlage wird vorzugsweise eine Dicke im Bereich von 0,2 bis 0,7 mm aufweisen und eine solche Porosität, daß der Druckabfall an ihr 1 bis 5 mm Quecksilber bei 5 cm/sec Anströmgeschwindigkeit von Luft beträgt, daß sie hochtemperaturbeständig ist, beispielsweise bis zu 500°C ohne nachteilige Effekte, daß sie mikrongroße Partikel zurückhält, daß sie Mikrowellenstrahlung durchläßt und daß ihr Gewicht im Bereich von 50 bis 200 g/m² liegt. Das Material wird vorzugsweise eine Dicke im Bereich von 0,3 bis 0,6 mm aufweisen und einen Druckabfall von 2 bis 4 mm Quecksilber bei 5 cm/sec Anströmgeschwindigkeit von Luft, daß es hohen Temperaturen bis zu 1000°C, wenn auch mit einer gewissen Versprödung widersteht und über 99 % von mikrongroßen Partikeln zurückhält, daß es transparent für Mikrowellenstrahlung ist und ein Gewicht im Bereich von 75 bis 125 g/m² aufweist. Ein solcher Behälter wird üblicherweise im Bereich von 0,2 bis 0,6 g wiegen, vorzugsweise 0,3 bis 0,5 g.

Ein sehr geeignetes Konstruktionsmaterial für die erfindungsgemäßen Behälter wird von Whatman Laboratory Products, Inc., Clifton, New Jersey, verkauft für den Einsatz als Luftverschmutzungsfilter unter dem Namen "Whatman Ultra-Pure QM-A Quartz Filters", die in deren Veröffentlichung Nr. 860-QM-AA beschrieben sind. Entsprechend dieser Veröffentlichung ist das beschriebene Material ein ultrareines Quarzmikrofaserfilterblatt, welches einen kleinen Anteil (5 %) von konventionellen Borosilicat-Glasmikrofasern enthält, die in diesem Blatt für Zwecke der Papierherstellung enthalten sind. Die Veröffentlichung beschreibt nicht die Verwendung des erwähnten Materials als Behälter oder schlägt diese nicht vor, bezieht sich auch nicht auf Veraschung von Analysenproben und erwähnt nicht die Verwendung von Mikrowellenaufheizung für die Veraschung solcher Proben oder für die Veraschung anderer Materialien. Entsprechend der Whatman-Veröffentlichung beträgt das Gewicht des QM-A-Quarzfilters 85 g/m², seine Dicke beträgt 0,45 mm, es hält 99,999 % von 0,6 mikron großen Partikeln bei 5 cm/sec Anströmgeschwindigkeit von Luft zurück. Es weist eine Trockenreißfähigkeit für einen 1,5 cm breiten Streifen von 250 bis 300 g auf, und es kann maximal Temperaturen von 500°C widerstehen.

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Behälter wird ein relativ einfaches Verfahren verwendet, bei dem eine nicht gewobene Lage des beschriebenen Mikrofaserquarzes gestaltet, befeuchtet, geformt, beschnitten, von einer Ronde entfernt, luftgetrocknet und gebrannt wird. Wenn die Rückhalte- und Rondenmaterialien ausreichend hitzebeständig ist bzw. sind, kann das Brennen stattfinden während das Lagenmaterial auf der Ronde in seiner Stellung gehalten wird. Ein solches Erhitzen muß mit ausreichend hoher Temperatur erfolgen, um einen formbeständigen Behälter zu erhalten, wobei die Temperaturen normalerweise mindestens 400°C aber vorzugsweise im Bereich von 500 bis 1200°C betragen werden. Die Heizzeit und die erwünschte Behandlungstemperatur werden normalerweise im Bereich von 1 bis 20 Minuten liegen, wobei Bereiche von 1 bis 15 Minuten und 5 bis 12 Minuten vorgezogen und besonders vorgezogen werden. Zum Beispiel wird eine 10-minütige Heizdauer bei ungefähr 800 bis 900°C oft verwendet. Es wurde die Theorie erstellt, daß während dieses Behandlungsverfahrens die Borosilicat-Glaskomponente des mikroporösen Quarzfiltermaterials entfernt wird und einen geformten Behälter von Quarzfasern zurückläßt, welche noch porös sind und die sogar hitzebeständiger sind als das Ausgangsmaterial.

Das beschriebene Aufheizen oder Brennen des Behälters kann in verschiedenen Heizeinrich-

tungen bewirkt werden einschließlich Öfen und Muffelöfen, aber vorzugsweise wird es in einem Mikrowellenveraschungs-Ofen von dem Typ durchgeführt, in dem der Behälter hauptsächlich eingesetzt werden soll. Vorzugsweise wird das Aufheizen bis zu einer Temperatur stattfinden, die zumindest so hoch ist wie die, zu welcher der Behälter während den Veraschungsverfahren aufgeheizt werden wird, aber niedrigere Temperaturen können ebenso ausreichen. Das Lagenmaterial kann vor der Formgebung angefeuchtet werden, ebenso wie nachher, und dieses Anfeuchten kann durch Besprühen, Aufstreichen oder Eintauchen erfolgen. Es wird üblicherweise vorgezogen werden, den Betrag der auf das zu verformende mikroporöse Quarzmaterial aufzubringenden Feuchtigkeit auf den Betrag zu begrenzen, der wirksam seine Verformung in die gewünschte Behälterform erleichtert, wobei dieser Betrag üblicherweise der sein wird, welcher ausreicht, um das gesamte Material anzufeuchten. Das Trocknen vor dem Brennen kann auf der oder entfernt von der Ronde durchgeführt werden und kann durch Heißluft, Strahlungsaufheizung oder andere Mittel erfolgen, zusätzlich zu einem Umgebungslufttrocknen.

Wenn eine Ronde oder eine andere Form für die mikroporöse Lage nicht während des Brennens zu einer formbeständigen Anordnung verwendet wird, z. B. wenn eine Form einer sich nach oben erweiternden Schüssel erwünscht wird, kann die Lage zu solch einer Form verformt werden, und während des Heizens können ihre äußeren Kanten nicht unterstützt oder unterstützt werden, wie durch die Oberwände eines größeren Zylinders. Verschiedenste Typen von Formen können verwendet werden einschließlich Röhren, zwischen denen die gewünschten Behälterwände während des Heizens gehalten werden, aber für die Herstellung der bevorzugten relativ kurzen zylindrischen Behälter wird vorzugsweise eine zylindrische Ronde ähnlich der in Fig. 9 dargestellten verwendet werden. Eine solche Ronde kann aus jedem geeigneten Material bestehen einschließlich verschiedener Gläser, Kunststoffe, Metalle und Legierungen, wie beispielsweise Kupfer, Messing, Stahl und rostfreier Stahl, aber wenn die Ronde während des Brennens an ihrer Stelle verbleiben soll, sollte sie ebenfalls hitzebeständig sein. Wenn das Aufheizen der verformten Lage an der Form in einem Mikrowellenveraschungsgerät durchgeführt werden soll, in dem die Anwesenheit von Metallen oft vermieden werden wird, besteht die Form vorzugsweise aus einem mikrowellentransparenten Material, wie Quarz, obwohl verschiedene Keramiken und Gläser ebenso unter den geeigneten Umständen verwendet werden können. Welches Brennverfahren auch immer angewendet werden wird, es wird zufriedenstellend sein, so lange die Behälterwand nicht zusammenbricht oder sich unerwünscht verformt.

Das Aufheizen oder Brennen wird vorzugsweise in einem Mikrowellenveraschungsgerät vorgenommen, wie dem in dieser Anmeldung beschriebenen, dessen Funktionsweise zufriedenstellend ist und die hergestellten Behälter einem Test aussetzt, der nahezu die wirklichen Einsatzbedingungen nachahmt. Das Heizen in einem solchen Gerät wird üblicherweise im Bereich von 800 bis 1000°C, beispielsweise 850 oder 950°C, stattfinden, aber kann auch in dem oben erwähnten Bereich von 500 bis 1200°C stattfinden und kann ebenso bei niedrigen Temperaturen wie 400°C oder bei hohen wie 1600°C unter einigen Umständen erfolgen.

Von den oben genannten Temperaturen liegen viele oberhalb der Maximaltemperatur, die von dem Hersteller der Quarzfilter angegeben worden ist und die bei 500°C liegt. Der Anmelder hat überraschend herausgefunden, daß solche Behälter formbeständig gemacht werden können, in dem sie auf Temperaturen aufgeheizt werden, die nahe an oder oberhalb der Temperatur liegen, welche von dem Hersteller als die Maximaltemperatur angegeben worden ist, bis zu welcher die Filter angehoben werden sollten. Während solcher Heizverfahren wird das ursprünglich flache Blatt von Filtermaterial in einen formbeständigen Behälter verwandelt, der dazu dient, zu veraschende Proben für Mikrowellenveraschungsverfahren aufzunehmen. Eine solche Dauerverformung des Blattmaterials findet bei Temperaturen unterhalb des Schmelzpunktes von Quarz statt, und das poröse Blatt verliert seine Porosität nicht aufgrund von Verschmelzung. Es scheint, daß die Anwesenheit des kleinen Anteils von Borosilicat-Glasmikrofasern in der Quarzlage bei der Herstellung der erfindungsgemäßen Behälter hilfreich ist, aber es wird nicht angenommen, daß dieses wesentlich ist, um das gewünschte Ergebnis zu erzielen. Es wird angenommen, daß andere Gläser das Borosilicatglas ersetzen können oder das solche Gläser weggelassen werden können und immer noch nützliche formbeständige Behälter für Mikrowellenaschenanalyse hergestellt werden können, aber es wird vorzugsweise das beschriebene Ausgangsmaterial verwendet, welches einen kleinen Anteil, zwischen 1 und 10 % üblicherweise, von Borosilicat-Glasmikrofasern enthält.

Nachdem das Heizen beendet ist, wird der Behälter von der Hitzequelle entfernt und an der Luft bei Raumtemperatur abgekühlt. Ein langsames Abkühlen wird bevorzugt, um Spannungen zu mildern und starke Versprödung zu verhindern. Abkühlzeiten (bis auf Raumtemperatur) von 30 Sekunden bis 10 Minuten werden als sinnvoll angesehen, um zufriedenstellende Mikrowellenveraschungsbehälter herzustellen.

Ein relativ geringer Nachteil des erwähnten Quarzfiltermaterials liegt darin, daß es anscheinend kristallisiert und spröde wird, wenn es für relativ lange Zeit höheren Temperaturen, wie denen über 500°C ausgesetzt wird. Jedoch kann es verwendet werden, um die zu veraschende Probe aufzunehmen und es kann wiederholt verwendet werden, wenn entsprechende Vorsicht waltet. Es wird geschätzt, daß zwischen 5 und 50 Analysen durchgeführt werden können, bevor ein neuer Behälter von Quarzfiltermaterial in Dienst gehen sollte. Diese Gegenstände sind relativ preiswert, und dementsprechend wird dieser "Nachteil" als nicht schwerwiegend angesehen. Ein bevorzugter Behälter für die zu veraschende Probe wird in den Fig. 4 und 7 bis 9 dargestellt.

Andere Behälter aus nicht porösem Material können verwendet werden, um zu veraschende Proben während der Veraschung aufzunehmen, wie beispielsweise Tiegel, die aus Quarz, Borosilicatglas, Keramik, Porzellan und Platin bestehen, aber die Verwendungen dieser sind normalerweise auf bestimmte Verschmelzungen und "Trockenveraschungen" beschränkt. Aus weiter unten ausgeführten Gründen sind solche Behälter nicht für normale Mikrowellenveraschungen geeignet wie Unterlagen und Behälter, die aus dem beschriebenen Quarzmikrofaserfiltermaterial hergestellt sind.

Praktisch alle Materialien, die innerhalb des dem erfindungsgemäßen Gerät zugänglichen Temperaturbereiches verascht werden können, können in diesem zufriedenstellend verascht werden. Unter diesen Materialien können z. B. die erwähnten synthetischen organischen Polymere, Abwasserschlämme, belebte Schlämme, Industrieabfälle, Fluß-, See- und Strombodensedimente, Kohlen, Lebensmittel, Papiere und Baustoffe sein. Oft liegt der Aschenanteil solcher Materialien so niedrig wie weniger als 1 oder 0,1 %, aber er kann auch höher sein, sogar 10 % oder mehr, und das erfindungsgemäße Gerät wird reproduzierbar und genau solche verschiedenen Materialien veraschen und alle Asche in den beschriebenen porösen Behältern zurückhalten.

Um das dargestellte und beschriebene Gerät aufzubauen und zu betreiben, sollte dem folgenden Verfahren gefolgt werden:

1. Wenn das Thermoelement nicht an Ort und Stelle ist, sollte es in die die Mikrowellen zurückhaltende Kammer eingesetzt werden, wie in den Fig. 1, 2, 4 und 5 dargestellt und wie oben beschrieben. Die feste Hülle des Thermoelementes sollte korrekt mit der Kammerwand oder anderen Erdungsorten geerdet werden, um einen möglichen Schaden des Temperaturreglers zu verhindern,
2. das Gitter 73 und den hitzebeständigen Stützblock 71 auf dem Boden der Kammer anordnen,
3. den oberen Abschnitt 57 des Veraschungsofens entfernen und ihn in der Kammer unter dem Thermoelement anordnen,
4. das Loch in dem oberen Abschnitt des Ofens mit dem Thermoelement ausrichten und den oberen Abschnitt aufwärts bewegen, so daß das Thermoelement in dem Ofenhohlraum 23 liegt, welcher durch das Einsetzen des unteren Ofenabschnittes 59 geschaffen wird,
5. während der obere Abschnitt des Ofens hochgehalten wird, den unteren Abschnitt in die Kammer schieben und ihn mit dem oberen Abschnitt ausrichten,
6. den oberen Abschnitt des Ofens absenken auf den unteren Abschnitt. Das Thermoelement sollte sich in den Hohlraum des Veraschungsofens ungefähr 1 cm weit erstrecken, aber diese Entfernung kann nach Wunsch eingestellt werden, abhängig von den Auswertungen der Analysenresultate, und kann innerhalb von 0,8 bis 5 cm von der Oberkante des Ofeninnenraumes liegen, vorzugsweise 0,8 bis 3 cm für den beschriebenen Ofen,
7. die Tür 35 in ihrer geschlossenen Stellung an dem Veraschungsofen anbringen,
8. den Temperaturregler oben auf der die Mikrowellen zurückhaltenden Kammer anordnen und den Thermoelementstecker in die Rückseite des Reglers einsetzen und das Temperaturreglerkabel an das Mikrowellensystem anschließen, wie in Fig. 5 dargestellt,
9. die Netzkabelstecker (nicht dargestellt) des Mikrowellensystems und des Reglers in passende elektrische Anschlüsse einsetzen und den Netzschalter des Reglers in die "Ein"-

Stellung stellen,

10. um die erforderliche Zeit für das Erhitzen der zu veraschenden Proben zu minimieren, den Veraschungs-ofen von der Raumtemperatur auf die gewünschte Veraschungstemperatur vorheizen, wobei die gewünschte Veraschungstemperatur in den Temperaturregler eingegeben wird, wie weiter unten beschrieben. Anschließend das Mikrowellensystem auf 60 Minuten von Mikrowellenerhitzung programmieren und die Leistung auf 100 % einstellen. Die Starttaste drücken und den Ofen vorheizen lassen. Der Ofen wird üblicherweise eine Betriebstemperatur von ungefähr 950°C innerhalb von 30 Min. erreichen oder eine von ungefähr 1200°C innerhalb einer Stunde. Falls die Ofentemperatur länger als 60 Minuten gehalten werden soll, können die Mikrowellensystemregler für eine solch längere Zeit programmiert werden. Ebenso kann die Veraschungs-ofentemperatur umprogrammiert werden entsprechend dem Steuerungsprogrammverfahren, wie weiter unten beschrieben,
11. die Menge der zu veraschenden Probe in den Behälter geben, oder wenn mehrere Proben gleichzeitig verascht werden sollen, diese in mehrere Behälter geben,
12. die Stoptaste drücken, die Kammertür öffnen, die Ofentür entfernen und den oder die Behälter der zu veraschenden Probe oder Proben in das Ofeninnere einbringen, unter der Verwendung von Zangen. Die Ofentür wieder einsetzen, wobei sie geschlossen oder leicht geöffnet bleibt, falls dies vorgezogen wird, und dann die Kammertür schließen,
13. Reset-Knopf drücken und die Starttaste drücken, wodurch das Magnetron angestellt wird und das Aufheizen der Probe oder Proben beginnt,
14. nach Beendigung der Veraschung, die üblicherweise um 10 Minuten bei der gewünschten Temperatur dauert, die Stop-Taste drücken, die Kammertür öffnen und die Ofentür entfernen (was trotz der hohen inneren Ofentemperatur einfach von Hand erfolgen kann). Zangen verwenden, um den oder die Aschebehälter zu entfernen und diese oder diesen auf Raumtemperatur abkühlen lassen. Die Ofentür nach dem Entfernen des oder der Behälter wieder einsetzen, um einen Hitzeschaden der Kammertür zu verhindern. Dann die Kammertür schließen und die Starttaste drücken, um den Ofen auf Veraschungstemperatur zu halten.

Es folgt eine Beschreibung des Verfahrens, welches angewendet werden soll, um den Temperaturregler zu programmieren.

1. Den Thermoelementstecker in den Regler einsetzen, die S-Taste des Reglers drücken, und 0 wird auf der Regleranzeige erscheinen. Die Erhöhungstaste drücken und sie festhalten, bis 28 auf der Anzeige erscheint, wenn über 28 hinausgegangen wurde, die Absenktaste drücken, bis 28 erreicht ist,
2. die S-Taste drücken und Grad Celsius oder Grad Fahrenheit wird angezeigt
 - a) wenn °C angezeigt wird und °C die gewünschte Anzeige ist, mit Schritt 3. fortfahren,
 - b) wenn °C erscheint und °F die gewünschte Anzeige ist, die Absenktaste drücken und °F wird angezeigt werden, anschließend mit Schritt 3. fortfahren,
 - c) wenn °F erscheint und °F die gewünschte Anzeige ist, mit Schritt 3. fortfahren,
 - d) wenn °F erscheint und °C die gewünschte Anzeige ist, die Erhöhungstaste drücken und °C wird angezeigt werden, anschließend mit Schritt 3. fortfahren,
3. die S-Taste drücken und SP1H wird momentan erscheinen. Die Erhöhungs- oder Absenktaste drücken, bis der gewünschte Temperatureinstellpunkt erscheint. Dieses stellt die obere Temperaturgrenze SP1H ein. Die maximale Betriebstemperatur ist in den Reglerschaltkreis integriert, beispielsweise kann sie bei 1200°C in einigen Fällen liegen oder bei 1650°C in anderen, abhängig von der Konstruktion des Gerätes,
4. die S-Taste drücken und SP1L wird momentan erscheinen. Dann die Erhöhungs- oder Absenktaste drücken bis 0 erscheint. Dieses setzt die untere Temperaturgrenze SP1L,
5. die S-Taste drücken und SP2H wird momentan erscheinen. Dann die Erhöhungstaste drücken, bis 2499, der maximale Wert, erscheint. Dieses setzt den oberen Grenzwert SP2H, welcher in dem Programm nicht verwendet wird, der aber nötig ist, um die Einheit korrekt zu betreiben,
6. die S-Taste drücken und SP2L wird momentan erscheinen. Dann die Anstiegs- oder Absenktaste drücken bis 0 erscheint. Dieses setzt den unteren Grenzwert SP2L, der ebenfalls nicht in dem Programm verwendet wird, der aber nötig ist, um die Einheit zu korrekt zu

betreiben,

7. die S-Taste drücken und HYS wird momentan erscheinen. Dann die Anstiegs- oder Absenktaste drücken, bis 1 erscheint, dieses setzt die Betriebsschwankungsbreite auf maximale Verfahrensgenauigkeit,

5 8. schließlich die S-Taste drücken und RUN erscheint momentan, die wirkliche Temperatur des VeraschungsOfens wird dann erscheinen. Die Programmierung des Reglers ist nun beendet. Eine solche Programmierung muß innerhalb von 2 Minuten beendet sein oder der Regler wird den Programmiermodus beenden, und es wird nötig sein, die Schritte 1 bis 8 zu wiederholen.

10 Durch die Ausführung der unmittelbar vorher beschriebenen Anleitungen (Schritte 1 bis 8) zum Programmieren des Reglers werden obere und untere Temperaturgrenzen in das Reglerprogramm eingegeben. Diese festgelegten Punkte können identisch sein, wobei in diesem Fall dann, wenn die gemessene Temperatur unter einen vorgegebenen Hysterese-Wert fällt (welcher üblicherweise 2 oder 3°C beträgt), das Magnetron wieder angeschaltet wird, und es wird ausgeschaltet, wenn die

15 gemessene Temperatur über denselben Wert oberhalb der festgelegten Temperatur ansteigt.
Das erfindungsgemäße Veraschungsgerät wird gesteuert durch eine Kombination von Temperaturregler und einem Ein-Chip-Mikroprozessor. Der Mikroprozessor führt Anweisungen von vorgegebenen Werten in einem integrierten EPROM aus. Während des Betriebes empfängt der Mikroprozessor Befehle und Zeitdaten von einer Bedienperson durch das Mikrowelleninstrument oder die Systemtastatur. Die Bedienperson kann eine Antwort auf die meisten Befehle an dem zugehörigen 20-stelligen alphanumerischen Display ablesen.

20 Wenn die Bedienperson die Zeitdaten an der Tastatur eingibt, werden diese Daten in einem zeitweiligen RAM-Speicher gespeichert. Nachdem die Zeit für die Stufe 1 eingegeben ist, ermöglicht der Mikroprozessor die Eingabe eines Startbefehles. Wenn Start gedrückt wird, ändert der
25 Mikroprozessor eine seiner Ausgangsleitungen von "Hoch" nach "Niedrig" und beginnt mit einem Zeitcountdown. Dieses digitale "Niedrig" ist durch einen Satz von normalerweise geschlossenen Kontakten im Temperaturregler und dann mit dem Mikrowellen-Festkörperrelais (SSR) verdrahtet. Dieses "Niedrig" stellt das SSR an, welches die Mikrowellenleistung steuert. Das SSR wiederum schaltet dann den Wechselstrom (AC) zu dem Mikrowellen-Hochspannungsbereich an, und das
30 Magnetron erzeugt Mikrowellenenergie.

In den Ofenhohlraum gerichtete Mikrowellenenergie heizt die Heizelemente des VeraschungsOfens auf, wobei diese den Ofenhohlraum und die zu veraschende Probe aufheizen. Das Thermoelement ermittelt die Temperatur des VeraschungsOfens, und der Ausgang des Thermoelementes ist mit dem Temperaturregler verbunden, der ständig die gemessene Temperatur mit der festgesetzten Temperatur vergleicht, die vorher eingegeben worden war. Wenn die gemessene Temperatur dem festgesetzten Temperaturpunkt gleicht, öffnet der Temperaturregler den normalerweise geschlossenen Kontakt und unterbricht das Digitalsignal, das vorher das SSR eingeschaltet hatte. Ohne dieses Signal endet die Mikrowellenenergie, und der VeraschungsOfen hält an diesem festgelegten Temperaturpunkt und beginnt langsam abzukühlen. Wenn die gemessene Temperatur
35 unter einen vorgegebenen Hysterese-Wert (üblicherweise 2 bis 3°C) fällt, schließt der Regler den geöffneten Kontakt, und das SSR wird eingeschaltet. Die Mikrowellenenergie hebt dann die Temperatur des VeraschungsOfens bis auf den vorgegebenen Temperaturwert an. Diese Vorgänge wiederholen sich, bis die gesamte Heizzeit, wie sie von der Bedienperson festgelegt wurde, herabgezählt worden ist auf 0. Der Mikroprozessor ändert das Digitalsignal zurück auf einen hohen Zustand, und die Mikrowellenerhitzung und Regelung enden. Zu jedem beliebigen Zeitpunkt während des "count downs" kann die Bedienperson die Stoptaste drücken, um den "count down" anzuhalten und den Heizvorgang zu beenden, wenn dieses gewünscht werden sollte.

40 In der obigen Beschreibung ist der Temperaturregler von dem Mikrowelleninstrument (CEM Mikrowellentrocknungs/Aufschlußsystem MDS-81) getrennt, da das MDS-81 System eine verfügbare "Hardware" darstellte, die in Verbindung mit einem weniger komplexen neuen Regler verwendet werden konnte. Es liegt jedoch im Rahmen der Erfindung, den Temperaturregler in das Mikrowelleninstrument einzubinden.

45 Eine zu veraschende Probe in dem erfindungsgemäßen Gerät zu veraschen, stellt einen einfachen Vorgang dar. Es muß lediglich die Probe in einen geeigneten Behälter gebracht werden
55 von dem oben beschriebenen Typ und in das Ofeninnere eingesetzt werden, die Ofentür und die

Kammertür geschlossen werden und der Startknopf gedrückt werden. Nachdem die Veraschungstemperatur erreicht worden ist, werden die meisten Proben innerhalb von 10 Minuten komplett verascht sein, aber eine Beendigung der Veraschung kann dadurch kontrolliert werden, daß die veraschte Probe (im Behälter, nach dem Abkühlen) gewogen und anschließend wieder gewogen wird, nachdem sie zusätzlich den veraschenden Bedingungen ausgesetzt worden ist. Wenn das Gewicht nicht weiter abnimmt, ist die Veraschung beendet, und ebenso ist die Zeit beendet, die nötig ist, um die Veraschungen zu beenden, obwohl üblicherweise zusätzliche Zeit, beispielsweise eine Zugabe von 20 % verwendet wird, um sicher zu gehen. Bei diesen Wägungen sollten die veraschte Probe und der Behälter nicht gewogen werden, sondern sollten für eine Wägung konditioniert werden, wie es im Stand der Technik bekannt ist, aber solche Konditionierungen geschehen sehr schnell mit der erfindungsgemäßen Unterstützung.

Normalerweise wird das erfindungsgemäße Gerät und Verfahren dazu verwendet, Materialien auf ihren Aschegehalt zu analysieren. In solchen Verfahren wird der Behälter ohne und mit der zu veraschenden Probe vor der Veraschung gewogen, und der Behälter mit der Asche wird nach abgeschlossener Veraschung gewogen. Der Prozentsatz von Asche in der ursprünglichen Probe kann dann einfach berechnet werden, in dem das Aschegewicht durch das Probengewicht geteilt und mit 100 multipliziert wird. Jedoch ist es bei einigen Veraschungsvorgängen üblich, einen Dispergierstoff zu verwenden, wie beispielsweise Magnesiumacetat, welches mit seiner Wirkung die Entstehung eines gläsernen oder glasähnlichen Rückstands in dem Veraschungsbehälter verhindert, wobei dieser Rückstand unveraschte Probenanteile enthalten kann. Ohne die Verwendung eines solchen Dispergierstoffes können falsche hohe oder niedrige Werte des Aschegehaltes erhalten werden. Wenn der Dispergierstoff verwendet wird, wird normalerweise zunächst ein Leerdurchgang durchgeführt, um zu bestimmen, wieviel von dem anscheinenden Aschengewicht in Wirklichkeit veraschter Dispergierstoff ist, und dieses Gewicht wird von dem scheinbaren Aschengewicht abgezogen, um das wahre Aschengewicht zu ergeben.

Obwohl in erfindungsgemäßen Veraschungsgeräten verschiedene Probengewichte und verschiedene Behälterzahlen zu veraschender Proben verwendet werden können, wird man in ein typisches solcher Geräte, in welchem der Ofeninnenraum ungefähr 14 x 14 cm oder ungefähr 200 cm² groß ist, bis zu 4 oder 5 poröse, hitzebeständige und mikrowellendurchlässige Behälter für zu veraschende Proben laden, wobei diese Behälter vorzugsweise eine kurze zylindrische Form aufweisen mit einer Grundfläche von ungefähr 15 bis 25 cm² jeweils, z. B. 20 cm² und eine Höhe im Bereich von 0,8 bis 2 cm, z. B. ungefähr 1 oder 1,5 cm. Erwünscht ist ein so geringes Gewicht der Behälter wie möglich, üblicherweise im Bereich von 0,2 bis 1 g jeweils, vorzugsweise 0,3 bis 0,6 g, z. B. ungefähr 0,4 oder 0,5 g. Das Gewicht der zu veraschenden Probe wird üblicherweise im Bereich von 1 bis 10 g liegen, vorzugsweise im Bereich von 1,5 bis 6 g, z. B. um 2 oder 5 g. Die Aschenanteile können hoch oder niedrig sein bis zu einem Maximum von ungefähr 50 % und einem Minimum von 0,001 % oder sogar geringer. Dieser wird für Materialien wie ungefüllte synthetische Polymerkunststoffe und Kornmehlarten (grain flours) üblicherweise vergleichsweise niedrig liegen, normalerweise weniger als 5 % und häufig weniger als 1 %, wie beispielsweise von 0,01 bis 0,8 %. Für die Ladungen von erwähntem zu veraschenden Material mit einem Aschegehalt in den erwähnten Bereichen wird normalerweise Magnesiumacetat als Dispergierungsstoff verwendet, gelöst in Äthanol (95 %), so daß die Äthanol-Lösung eine Magnesiumacetatkonzentration von ungefähr 15 g pro Liter aufweist. Ungefähr 3 ml dieser Lösung werden auf die zu veraschende Probe getropft, während sie sich in dem Behälter befindet, und wenn der verwendete Behälter porös ist und aus leichtgewichtigen, hitzebeständigen und mikrowellendurchlässigen Quarzmikrofaseren besteht, wird diese Lösung die gesamte zu veraschende Probe befeuchten und ebenso die Fasern des Behälters aufgrund der Behälterporosität, der Eigenschaft von Mikrofaserquarz und des Behälterdesigns, und der Alkohol entweicht während des Aufheizens in einer "sanften" Art, ohne Asche oder Probenanteile aus dem Behälter zu tragen, während bei der Verwendung undurchdringlicher oder herkömmlicher Behälter, wie z. B. Platintiegel, die Verdampfung und Verbrennung des Alkohols oft plötzlich erfolgt und manchmal Mengenanteile der Proben aus dem Behälter ausgetragen werden und zu falschen Aschebestimmungen führen.

Die Veraschungstemperatur, wie sie für das Ofeninnere festgelegt ist, liegt normalerweise im Bereich von 400 bis 1600°C, aber diese Temperatur sollte im Hinblick auf die Eigenschaften der zu veraschenden Probe und des Mikrowellenveraschungsgerätes gewählt werden. Viele Veraschun-

gen und Analysen sind unterhalb von 1200°C durchführbar, und eine große Anzahl ist durchführbar im Bereich von 600 bis 1000°C, wie beispielsweise 950°C. Daher können Veraschungen von Weizen und anderen Kornmehlsorten bei ungefähr 870 oder 950°C durchgeführt werden, und Veraschungen von Polyäthylen und Polypropylen können bei ungefähr 550°C stattfinden. Die Veraschungszeiten können dementsprechend eingestellt werden, aber werden normalerweise im Bereich von 5 bis 20 Minuten, vorzugsweise 8 bis 15 Minuten, z. B. um 10 Minuten liegen. In einigen Fällen wird das Veraschungsgerät programmierbar sein, so daß die Ofentemperatur während des Verfahrens geändert werden wird. In einer solchen Situation kann die erste Heiz- oder Anstiegs-temperatur vergleichsweise niedrig liegen, z. B. um 100°C um die Probe zu trocknen, wonach sie angehoben werden kann zur vollen Veraschungstemperatur.

Die vorliegende Erfindung weist viele deutliche Vorteile auf gegenüber Geräten und Verfahren zum veraschen von Materialien, die zum Stand der Technik gehören und die solche Materialien auf Aschegehalte analysieren. Es erfolgt automatisch und erlaubt einer einzelnen Bedienperson eine Vielzahl von Veraschungsvorgängen und Analysen in einer Vielzahl von Veraschungsgeräten zu betreiben, wobei jede eine Vielzahl von Veraschungsproben enthalten kann. Das kontrollierte Aufheizen der zu veraschenden Probe ist sehr gleichmäßig, wobei wenig Hitze vom Ofeninneren verlorengeht, da dessen Wände eine sehr geringe Wärmeleitfähigkeit aufweisen (und ebenso widerstandsfähig gegenüber chemischen Reaktionen mit Verbrennungsprodukten und Zersetzungsprodukten des veraschten Materials sind). Wenn der Behälter für die zu veraschende Probe aus einem porösen Blatt von Quarzmikrofasern besteht, kann - wie oben erwähnt - die Entfernung von Äthanol (und des zugehörigen kleinen Anteils von Wasser) von der Probe, die mit Dispergierungsstoff behandelt wurde, ohne die Notwendigkeit einer externen Zündung des Äthanol und ohne den Verlust von Probenmaterial in einer Art Explosion erfolgen, wie diese auftreten kann, wenn konventionelle Tiegel verwendet werden wie in konventionellen Muffelöfen. Zusätzlich dazu, daß die Analysen unter kontrollierbaren Bedingungen vorgenommen werden können, sind sie ebenso deutlich schneller als konventionelle Muffelöfenanalysen und die Resultate sind ebenso genau (tatsächlich wird angenommen, daß sie sogar noch genauer sind).

Das Gerät ist einfach aufzustellen und einfach zu verwenden. Es ist nicht nötig, über lange Zeit zu warten, bis Teile soweit abkühlen können, daß sie durch die Bedienperson gehandhabt werden können. Beispielsweise kann die Ofentür vom Ofen unmittelbar nach der Beendigung des Veraschungsvorganges von Hand entfernt werden, da trotz der hohen Innentemperaturen des Ofens die Tür und auch seine Außenwände nicht heiß genug sind, die Finger einer Bedienperson zu verbrennen, welche diese berührt. Dieses ist der geringen Wärmeleitfähigkeit des Baumaterials dieser Tür und der Ofenwände zuzuschreiben und der ständigen Kühlung dieser Oberflächen durch Luft, welche in der die Mikrowellen zurückhaltenden Kammer zirkuliert.

Der Luftstrom in den Ofen ist ebenso steuerbar und trägt zu einer schnelleren Veraschung bei als sie bisher erzielt wurde. Der Anteil der Luft, die in die Kammer gezogen wird, gelangt durch den Ofen, teilweise aufgrund eines Kamineffektes. Dadurch steigen Gase auf, die während der Veraschung der Probe entstanden sind und verlassen den Ofen durch dessen obere Abschnitte, wobei sie Ersatzluft nach sich in den Ofen durch dessen untere Abschnitte ziehen. Der Entlüftungskanal in dem Oberteil des Ofens (durch welchen der Geber des Thermoelementes verläuft) trägt Verbrennungsgase aus dem Ofen hinter dem Thermoelement aus, wobei die Bereiche des Thermoelementensensors eher in Kontakt mit dem zirkulierenden Gas als mit stillstehendem Gas gehalten werden, so daß die Temperatur an dem Sensor der tatsächlichen Ofentemperatur entspricht (und der Temperatur, die die zu veraschende Probe beaufschlagt). Die Durchflußrate der Luft durch den Ofen kann verwendet werden, um die Veraschungsrate der zu veraschenden Probe zu regulieren. Diese Rate wird einfach dadurch eingestellt, daß die Ofentür einen Spalt weit offen bleibt, welches sogar während des Hochtemperaturheizens des Ofens durch Handbedienung erreicht werden kann, wobei ein Fingerkontakt mit dem Türgriff oder den Greifelementen hergestellt wird. Die Geschwindigkeit des Lüfters oder Gebläses kann ebenso geändert werden, um die Durchflußrate der Luft durch den Ofen zu ändern, aber dieses ist unnötig, da die Öffnung der Ofentür eine gute Steuerung ermöglicht.

Es mag überlegt werden, daß bei dem erfindungsgemäßen Gerät das "Mikrowellensystem" mit der Kammer, dem Gebläse, den Luftführungen und zugeordneten Teilen als eine Rauchhaube für den darin enthaltenen Mikrowellenofen dient, und zwar ohne die üblichen Platzerfordernisse einer

solchen Rauch- oder Dunsthaube, ohne das unerwünschte Aufheizen des Laboratoriums aufgrund des Gebrauchs eines Muffelofens und ohne die Gefahr von Verbrennungen für das Bedienpersonal bei Kontakten mit aufgeheizten Teilen.

Zusätzlich zu diesen Vorteilen der Aspekte des Hauptgerätes und des Verfahrens gemäß der Erfindung schafft der Veraschungsbehälter darüber hinaus spezielle Vorteile, um die Einfachheit der Analysen, die Geschwindigkeit und die Genauigkeit zu verbessern. Obwohl die Veraschungstemperatur in dem Mikrowellenveraschungsgerät über 500°C hinaus gehen kann, die als Maximaltemperatur von dem Filterhersteller genannt sind, wurde herausgefunden, daß die erfindungsgemäßen Behälter zufriedenstellend bei Hochtemperaturveraschungen ohne eine Alterung verwendet werden können, die ausreichen würde, nachteilig die Genauigkeit der Aschegehaltsbestimmung zu beeinflussen. Tatsächlich kann derselbe Behälter für eine Vielzahl von Mikrowellenveraschungsanalysen, oft mehr als 5 und bis zu 50, z. B. 10, verwendet werden. Bei zunehmenden Gebrauch mag der Behälter spröder werden, aber wenn er sorgfältig gehandhabt wird, kann er in der genannten Anzahl von Analysen verwendet werden, ohne die erwünschte Porosität für diese Veraschung zu verlieren, ohne zu brechen und ohne Proben- oder Aschenverluste aufgrund eines Lecks.

Zusätzlich zu dem unerwarteten Vorteil der Hochtemperatureignung besitzen die erfindungsgemäßen Behälter verschiedene andere unerwartete Vorteile und Eigenschaften, die sie ideal für die Mikrowellenveraschung und Mikrowellenveraschungsanalysen geeignet sein läßt. Das verwendete Mikrofaserquarzmaterial ist porös und ermöglicht es der Luft, hindurchzustreichen, ohne einen Verlust von Probematerial oder Asche zu bewirken. Dies ist wichtig, da es die Zündung und Oxydation der Probe begünstigt. (Der größte Teil der Asche liegt in der Form von Oxyden vor.) Wenn ein Dispergierungsstoff, wie Magnesiumacetat in Äthanol verwendet wird, um die zu veraschende Probe vor der Veraschung zu behandeln, trägt die Porosität des Behältermaterials (welche trotz seiner Hochtemperaturerhitzung in dem Formverfahren beibehalten wird) wahrscheinlich eher zu einem sanften Abflammen des Lösungsmittels bei als zu einer explosiven Verbrennung des Lösungsmittels, welche einiges des Probenmaterials wegtragen könnte. dieses sanfte Abflammen scheint dadurch aufzutreten, daß das Äthanol der Magnesiumacetatlösung über den Behälter verteilt wird aufgrund der aufsaugenden Eigenschaften des Behälters. Das sanfte Abflammen oder diese sanfte Verbrennung kann ebenso teilweise der relativ geringen Höhe der Behälterwand zugeschrieben werden, die den Zustrom von Luft zu der Probe und zu dem anwesenden Äthanol erleichtert. Bei den erfindungsgemäßen Behältern kann dieses Abflammen im Ofen des Mikrowellengerätes während des automatisierten Veraschungsvorgangs bewirkt werden, während bei der Verwendung von herkömmlichen nicht porösen Tiegeln aus Quarz, Porzellan oder Platin in Muffelöfen - oder wenn dies geeignet ist, in Mikrowellenveraschungsöfen - es üblicherweise wünschenswert ist, den Alkohol von der Probe zu entfernen, indem dieser außerhalb des Ofens abgeflammt wird, bevor der Veraschungsvorgang beginnt.

Zusätzlich dazu, daß sie porös sind, sind die erfindungsgemäßen Behälter leichtgewichtig und von geringer Wärmeleitfähigkeit. Aufgrund ihrer Leichtgewichtigkeit liegt ihr Gewicht oft deutlich unterhalb dem der Probe und kann in einigen Fällen sogar geringer sein als das Aschengewicht, welches zu genaueren Wiegungen der Probe und der Asche führt. Darüber hinaus kühlt der leichtgewichtige und poröse Behälter trotz seiner thermischen Leitfähigkeit schneller ab, wenn er aus dem Veraschungsofen entfernt wird, so daß Zeit beim Abkühlen des Behälters und der Asche vor der Wiegung gespart wird, verglichen mit der Verwendung eines herkömmlichen Tiegels. Die erfindungsgemäßen Behälter, die dünner als herkömmliche Tiegel und andere Behälter sind, geben Hitze von äußeren Hitzequellen leichter an veraschbare Proben ab, wie z. B. von mikrowellenabsorbierenden Heizelementen und hitzebeständigen Muffelöfenwänden.

Da die erfindungsgemäßen Behälter Seitenwände aufweisen, sind sie den flachen blattartigen Stützkissen überlegen, die in dem US-Patent 4 565 669 beschrieben sind und benötigen keine Abdeckkissen, um den Verlust von Feinstasche in die herausgeführte Luft zu verhindern, welche durch den Ofen und die Rückhaltekommer des Mikrowellenveraschungsgerätes streicht. Die Wand weist den gewünschten Effekt auf, oxydierende Luft zu der Probe zuzulassen, während sie gleichzeitig deren Geschwindigkeit verringert, um so einen Verlust von Asche aus dem Behälter zu verhindern. Als Sicherheitsmaßnahme kann jedoch, falls dies gewünscht wird, auf den erfindungsgemäßen Behältern eine Abdeckung verwendet werden, welche aus demselben Material hergestellt

sein kann und welche passend geformt sein kann oder der aus einem offeneren poröseren Material oder Gitter hergestellt sein kann, vorzugsweise aus Quarzfilamenten oder Fasern.

Die folgenden Beispiele illustrieren, beschränken jedoch nicht die Erfindung. Wenn nicht anders angegeben, sind alle Anteile als Gewichtsanteile und alle Temperaturen in °C angegeben.

Beispiel 1

Eine offizielle Probe von Getreidemehl wurde auf Asche analysiert, wobei das erfindungsgemäße Mikrowellenveraschungsgerät, wie oben beschrieben, verwendet wurde, und die erhaltenen Ergebnisse wurden mit denen verglichen, die von Standardanalysen resultierten, in denen eine Aufheizung mit Muffelöfen verwendet worden war. Zehn experimentelle Durchgänge wurden durchgeführt, wobei entweder einzelne Behälter der Testprobe oder eine Vielzahl von solchen Behältern in dem Veraschungsgerät gleichzeitig verwendet wurden. Das verwendete Weizenmehl entsprach dem Standard. Es war eine Kontrollprobe, die von der American Association of Cereal Chemists erhalten worden war. Das verwendete Veraschungsgerät war ein 1000 Watt CEM Corporation MDS-81 Mikrowellentrocknungs-/Aufschlußssystem, abgeändert wie oben beschrieben und in Verbindung mit einem Thermoelement, einem Temperaturregler und einem Ofen der oben beschriebenen Typen verwendet. Die Baumaterialien des Ofens waren ECCOFOAM Q-G für den Ofenkörper und die Tür, und Norton Co. Crystallon Grade 37C220 Siliciumcarbid für die Heizelemente. Die Grundfläche des Ofens ist ungefähr 200 cm² groß, wobei der Ofeninnenraum ungefähr 14 x 14 cm im horizontalen Querschnitt mißt und etwa 5 cm hoch ist. Das Thermoelement ist ein "chromel-alumel" Typ, und der Schaltkreis entspricht dem von Fig. 6.

Das Mikrowellenveraschungsgerät ist auf eine Temperatur von 950°C eingestellt und ist auf diese Temperatur für etwa eine halbe Stunde vorgeheizt. Dann wird die Kammertür und die Ofentür geöffnet und ein mit Wand versehener Behälter mit der Probe wird in den Ofen eingesetzt, wobei Zangen verwendet werden. Der Behälter besteht aus einer Quarzmikrofaserfilterlage, die vom Hersteller Whatman Laboratory Products Inc. QM-A bezeichnet wird und weist eine Form eines flachen Zylinders auf, der 5 cm im Durchmesser mißt mit einer Wandhöhe von etwa 1,5 cm. Er enthält 2,1241 g einer Weizenmehlprobe und ungefähr 3 cm³ einer 15 g/l Magnesiumacetatlösung in Äthanol (95 %), welche auf die Probe getropft worden war, um sie und die angrenzenden Behälterboden und -wände zu befeuchten. Nach dem Einsetzen des Probenbehälters wird die Ofentür wieder eingesetzt in eine solche Stellung, daß ein Spalt von ungefähr 0,3 cm Breite zwischen der Tür und der Ofenwand verbleibt. Kurz nach der Zugabe des Behälters und der Testprobe zum Ofen brennt der Alkohol ohne Zwischenfälle ab. 10 Minuten nachdem der Ofen mit der Probe beladen wurde, werden die Türen geöffnet, und der Behälter wird entfernt, wobei Zangen verwendet werden, und in einem Trockner abgekühlt, was ungefähr 60 Sekunden dauert. Der Behälter wird dann mit der Asche und dem Rückstand an Magnesiumoxyd (von dem Magnesiumacetat) gewogen. Vorhergehend war der Behälter leer gewogen worden, und ein entsprechender Rückstand von Magnesiumoxyd war bestimmt worden für den Betrag von Magnesiumacetatlösung, der verwendet worden war. Der Betrag an Asche lag bei 0,0112 g, und das Probengewicht war 2,1241 g, so daß der prozentuale Aschengehalt in der Probe 0,527 % betrug.

Die obige Aschebestimmung wurde neunmal wiederholt zu insgesamt 10 solcher Bestimmungen. Die Ergebnisse dieser 10 Durchläufe sind in der Tabelle 1 unten wiedergegeben.

Tabelle 1

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
Bezeichnung des Durchlaufs										
Gewicht des Behälters + Asche	0.5015	0.5014	0.5228	0.5890	0.4878	0.4940	0.5173	0.5060	0.5790	0.4753
+ MgO (g)										
Gewicht des Behälters (g)	0.4893	0.4808	0.5024	0.5668	0.5656	0.4732	0.4967	0.4856	0.5567	0.4528
Gewicht von Asche + MgO (g)	0.0212	0.0206	0.0204	0.0222	0.0222	0.0208	0.0206	0.0204	0.0223	0.0225
Gewicht des MgO (g)	0.0100	0.0100	0.0100	0.0115	0.0115	0.0100	0.0100	0.0100	0.0115	0.0115
Gewicht der Asche (g)	0.0112	0.0106	0.0104	0.0107	0.0107	0.0108	0.0106	0.0104	0.0108	0.0110
Gewicht der Probe (g)	2.1241	2.0392	2.0142	2.0144	2.0305	2.0659	2.0378	2.0276	2.0529	2.0426
Aschegehalt (Gewichtsprozent)	0.527	0.520	0.516	0.531	0.527	0.523	0.520	0.513	0.526	0.539

Wie von Tabelle 1 ersichtlich, liegt die höchste Bestimmung bei 0,539 % und die niedrigste bei 0,513 %. Der Durchschnitt liegt bei 0,524 %. Nach Angaben der American Association of Cereal Chemists ergaben 51 Analysen mit Muffelöfenaschungstechniken, wobei eine Ofentemperatur von 871°C für eine Stunde verwendet wurde, ein höchstes Ergebnis von 0,550 % und ein niedrigstes von 0,504 % mit einem Durchschnitt von 0,530 %. Es scheint daher, daß das Mikrowellenveraschungsgerät konstantere Ergebnisse erzielte und daß bewiesen wurde, daß es ausreichend genau ist, um als Ersatz für das Veraschungsverfahren mit Muffelöfen zu dienen.

Beispiel 2

Zwei zusätzliche Weizenmehlproben, die als B und C bezeichnet werden, wurden der Mikrowellenveraschung unterzogen, und die Aschgehalte dieser Proben wurden bestimmt und mit den Resultaten verglichen, die aufgrund der Standardanalysen mit Muffelöfen erhalten wurden. Die dabei angewendeten Verfahren waren dieselben wie die von Beispiel 1. Für die Probe B wurden drei Testdurchgänge gemacht, und die Ergebnisse des Aschgehalts waren 0,508, 0,512 und 0,520 % mit einem Durchschnitt von 0,513 %. Der Aschgehalt aufgrund der Standardanalyse mit Muffelöfen lag bei 0,512 %.

In drei Mikrowellenveraschungsanalysen der Probe C waren die Ergebnisse 0,724, 0,724 und 0,739 % mit einem Durchschnitt von 0,729 %. Die Standardanalyse derselben Probe ergab einen Aschgehalt von 0,730 %.

Beispiel 3

Eine Polyäthylen-Probe wurde auf Asche untersucht, wobei die in Beispiel 1 beschriebenen Geräte und Methoden verwendet wurden, jedoch das Magnesiumacetat vermieden wurde. Drei Proben desselben Polyäthylens wurden getestet mit einer Veraschungstemperatur, die bei 550°C +/- 3°C für 10 Minuten gehalten wurde. Aschgehalte von 0,008 %, 0,008 % und 0,006 % wurden erhalten mit einem Durchschnitt von 0,007 %. Die verschiedenen Wiegunen für die drei durchgeführten Durchgänge sind in Tabelle 2 wiedergegeben, ebenso wie die Aschgehalte.

Tabelle 2

<u>Bezeichnung des Durchlaufs</u>	<u>Q</u>	<u>R</u>	<u>S</u>
Gewicht des Behälters + Asche (g)	0,6032	0,5972	0,5874
Gewicht des Behälters (g)	0,6028	0,5968	0,5869
Gewicht der Asche (g)	0,0004	0,0004	0,0005
Gewicht der Probe (g)	5,0187	5,0082	8,0695
Aschgehalt (Gewichtsprozent)	0,008	0,008	0,006

In der beschriebenen Weise für eine Ascheanalyse von Polyäthylen wurden 3 Proben von Polypropylenmaterial auf ihren Aschgehalt analysiert, wobei Gerät und Verfahren dieser Erfindung verwendet wurde. Die dann bestimmten Aschgehalte lagen bei 0,024 %, 0,025 % und 0,024 % mit einem Durchschnitt von 0,024 %. Die verschiedenen Wiegunen sind in Tabelle 3 ebenso wie die Aschgehalte wiedergegeben.

Tabelle 3

<u>Bezeichnung des Durchlaufs</u>	<u>I</u>	<u>U</u>	<u>Y</u>
Gewicht des Behälters + Asche (g)	0,5984	0,5939	0,5903
Gewicht des Behälters (g)	0,5972	0,5926	0,5884
Gewicht der Asche (g)	0,0012	0,0013	0,0019
Gewicht der Probe (g)	5,0103	5,1606	8,0431
Aschgehalt (Gewichtsprozent)	0,024	0,025	0,024

Beispiel 4

Die beschriebenen Geräte und Verfahren zum Mikrowellenveraschen sind nützlich, um Mikro-
 wellenascheanalysen von verschiedenen anderen Materialien durchzuführen einschließlich ande-
 5 ren Lebensmitteln und anderen synthetischen organischen Polymeren, verschiedenen Schlämmen
 und Wasserwegablagerungen, Papieren, Kohlesorten und Baumaterialien. Die Aschegehalte, die
 in Analysen dieser Materialien gefunden wurden, rangieren oft von weniger als 0,1 % bis 10 %
 oder mehr, und solche Analysen sind einfach durchzuführen und erzielen genaue Resultate
 10 verglichen mit Standardanalysen im Muffelofen. Natürlich sind die Veraschungszeiten wesentlich
 reduziert, verglichen mit den Zeiten der Muffelofenveraschung. Andere Veraschungstemperaturen
 sind anwendbar und reichen von 400 bis 1200°C, und Temperaturen sogar bis 1600°C sind durch-
 führbar, wobei die Veraschungszeiten von 5 bis 20 Minuten reichen. Um Materialien bei solchen
 Höchsttemperaturen zu veraschen, können einige Änderungen des Gerätes und des Mikrowellen-
 instrumentes wünschenswert sein.

15 Für die Durchführung dieser zusätzlichen Analysen kann die Gerätegröße geändert werden,
 die Wattleistung kann verändert und die Veraschungsverfahren können abgewandelt werden.
 Daher wird in manchen Fällen eine 600 Watt oder 900 Watt Grundeinheit (CEM MDS-81) verwen-
 det werden, oder eine solche Basiseinheit wird ersetzt durch andere geeignete Mikrowelleninstru-
 mente eines solch allgemeinen Typs, die nach den Bedürfnissen abgeändert sind. An Stelle der
 20 Verwendung des porösen Quarzmikrofaserbehälters, um die zu veraschende Probe aufzunehmen,
 kann ein Porzellan- oder Quarzbehälter oder ein aus einem anderen geeigneten Material geschaf-
 fener Behälter verwendet werden. In diesen Fällen kann das Veraschungsverfahren abgewandelt
 werden durch die Zündung des Alkohols, der das Magnesiumacetat begleitet (wenn solches ver-
 25 verwendet wird), wobei dies außerhalb des Ofens geschieht (um einen Verlust der Probe aufgrund der
 manchmal plötzlichen Zündungen im Ofen zu verhindern). Manchmal, selbst wenn der poröse
 Quarzmikrofaserbehälter verwendet wird, kann es als wünschenswert angesehen werden, wenn
 irgendein vorhandener Alkohol nicht zunächst durch Verdampfung bei dem Aufheizen auf eine
 niedrige Temperatur verdampft wird, die Ofentür während des Anheizens der Probe zu entfernen,
 30 so daß das Abflammen des Alkohols besser gesteuert und auf diese Weise ein Verlust des Pro-
 benmaterials verhindert werden kann.

Wie oben ausgeführt, können die Durchflußraten für die Luft durch den Ofen eingestellt wer-
 den, indem die Ofentür geöffnet oder geschlossen wird. Solche Durchflußraten hängen von dem
 Grad einer solchen Öffnung ab und ebenso von der Gesamtdurchflußrate durch die Kammer, die
 35 üblicherweise im Bereich von 1 bis 5 m³/min (Cu.m./min.) liegen. Die Gesamtluftströmung und die
 verschiedenen Öffnungen in und aus dem Ofen heraus werden in ihrer Zusammenwirkung ständig
 Luft in die Nähe des Materials transportieren, welches gerade verascht wird, so daß, wenn die
 Verbrennungsprodukte entfernt werden, diese durch frische Luft ersetzt werden. Trotz des relativ
 starken Luftstroms durch die Kammer kann die Veraschungstemperatur innerhalb des Ofens auf-
 40 rechterhalten werden, aufgrund der guten isolierenden Eigenschaften der Ofenwände und -tür und
 aufgrund des relativ kleinen Anteils von Gas, welches den Ofen während der Veraschung erreicht
 und verläßt, wobei das meiste der Luft um den Ofen herumstreicht.

Andere Abwandlungen des Gerätes und des Verfahrens schließen die Verwendung anderer
 strahlungsabsorbierender Materialien an Stelle von Siliziumcarbid ein, z. B. Ferrite, oder das Instal-
 45 lieren eines Quarzfasersicherheitsgitters über dem Veraschungsbehälter, die Verwendung einer
 strahlungsdurchlässigen Drehscheibe, um eine noch gleichmäßigere Aufheizung der zu veraschen-
 den Probe zu erreichen, und eine Abwandlung der Größe und Form des Ofens, um eine gleich-
 mäßige Heizung und Steuerung des Luftstroms durch diesen zu verbessern. Obwohl eine Dreh-
 scheibe eine gleichmäßigere Aufheizung der die Mikrowellen absorbierenden Heizelemente för-
 50 dern würde, wurde herausgefunden, daß die Ofentemperaturen im wesentlichen durchgängig
 gleichmäßig sind und daß eine Vielzahl von zu veraschenden Proben gleichmäßig verascht wer-
 den. Dies kann den exzellenten isolierenden Eigenschaften des Quarzschlammes (ECCOFOAM)
 Ofenmaterials zugeschrieben werden. Dementsprechend werden Drehscheiben und spezielle
 Strahlungsmischer nicht benötigt, aber in manchen Fällen verwendet.

Beispiel 5

Dieses Beispiel und die Beispiele 6 bis 8 beziehen sich auf die Herstellung und den analytischen Gebrauch der erfindungsgemäßen Veraschungsbehälter. Ein 9 x 9 cm großes Quadrat, bestehend aus Whatman Ultra-Pure QM-A Quarzfiltermaterial, welches eine nicht gewobene Lage von Quarzmikrofasern ist, wird um eine im wesentlichen zylindrische Glasform geformt zu einem flachen Zylinder mit einer Basis von ungefähr 6 cm Durchmesser, und dann wird der Zylinder mit etwa 3,0 g Wasser angefeuchtet, welches dadurch aufgebracht wird, daß es im wesentlichen gleichmäßig über die Oberflächen des Filtermaterials gesprüht wird. Ein elastisches Band wird dann auf die Zylinderwand aufgebracht, wie in Fig. 9 dargestellt, um diese Wand in ihrer Stellung zu halten. Die Zugabe von Wasser zum Filter hilft, diesen in der zylindrischen Form zu halten. Anschließend wird der Filter beschnitten und das elastische Band entfernt. Dann wird der Zylinder entfernt, luftgetrocknet und dann in einem Muffelofen für ungefähr 10 Minuten bei ungefähr 870°C geheizt (oder gebrannt), um ihn auszuhärten und zu trocknen, wonach er aus dem Muffelofen entfernt wird und an Luft mit Raumtemperatur abgekühlt wird. Das Ergebnis ist ein formbeständiger, hitzegeformter, kurzer zylindrischer Behälter, nützlich für die Mikrowellenveraschung von veraschbaren Materialien, wie z. B. analytischen Proben. Der Behälter sieht aus wie der aus Fig. 8 und diejenigen aus Fig. 7. Obwohl der Behälter formbeständig ist, behält er sogar während der Verwendung bei erhöhten Temperaturen als Behälter für veraschbare Materialien, während deren Mikrowellenveraschung seine gewünschte Porosität.

Alternativ kann der Behälter in einem Mikrowellenveraschungsofen wie dem in Fig. 7 dargestellten bei einer höheren Temperatur, 950°C, gebrannt werden, und das Ergebnis ist das gleiche.

Beispiel 6

Ein Veraschungsbehälter in einer flachen zylindrischen Form, die im wesentlichen der der Beispiele 5 und 8 entspricht, wird hergestellt, indem ein 9 x 9 cm großes Quadrat desselben QM-A Filtermaterials mit derselben Wassermenge befeuchtet wird, mit Hilfe einer Quarzronde, wie in Fig. 9 dargestellt, geformt wird zu einem flachen Zylinder, wobei dieser Zylinder zu der gewünschten Höhe von 1,5 cm beschnitten wird und wobei seine Seitenwand an der Ronde mit Hilfe eines Quarzfadens gehalten wird, wie ebenfalls in Fig. 9 dargestellt ist. Der geformte Zylinder auf der Quarzronde wird dann einem Aushärteaufheizen bis zu einer Temperatur von 950°C für 10 Minuten in einem Mikrowellenofen wie dem von Fig. 7 unterzogen, wonach das Heizen beendet wird und die Ronde und der flache zylindrische Behälter aus dem Mikrowellenofen entfernt werden und in Luft mit Raumtemperatur abgekühlt werden. Nach dem Abkühlen wird der Behälter von der Ronde entfernt und ist gebrauchsfertig, wobei der Faden an seiner Stelle verbleiben kann oder nachdem dieser entfernt worden ist.

Beispiel 7

Dem in Beispiel 5 beschriebenen Behälter, der 0,50 g wiegt, wurden 2,01 g einer Kontrollprobe von Weizenmehl (von der American Association of Cereal Chemists) zugegeben, und dieser Probe in dem Behälter wurde ungefähr 3 ml einer 15 g/l Äthanollösung (95 % von Magnesiumacetat) zugegeben, um die gesamte Probe zu befeuchten (und auch, um einen Teil des Behälters zu befeuchten). Der Behälter der Testprobe, befeuchtet mit der Magnesiumacetatlösung, wird in den Mikrowellenveraschungsofen von Fig. 7 verbracht, nachdem dieser Ofen auf eine Temperatur von 935°C gebracht worden ist und nachdem das Heizen bei dieser Temperatur für 10 Minuten fortgesetzt worden ist. Dieses Heizen wird dann beendet und der Aschebehälter entfernt. Das Gewicht von Mehlasche und Magnesiumoxyd beträgt 0,02 g, und das Gewicht des Magnesiumoxyds (vorher experimentell für die Menge der verwendeten Lösung erhalten) beträgt 0,01 g. Daher wiegt die Getreideasche 0,01 g, welches einem Ascheanteil von 0,05 % entspricht, was sich mit den Ergebnissen deckt, die durch die Veraschungen mit einem Standardmuffelofen derselben Probe (über einen Zeitraum von 90 Minuten) erhalten wurden.

In Abwandlungen dieses Experiments werden Behälter, die nach dem in Beispiel 5 als alternativ beschriebenen Verfahren hergestellt worden sind und nach dem Verfahren, welches in Bei-

spiel 6 illustriert ist, ausgetauscht, und die Ergebnisse sind die gleichen. Wenn eine Vielzahl von Proben gleichzeitig verascht wird in einer Vielzahl von solchen Behältern, in einem Mikrowellenveraschungsgerät, wie in Fig. 7 dargestellt, sind darüber hinaus genaue Ergebnisse für jede Probe ebenso erzielbar.

Beispiel 8

Erfindungsgemäße Behälter, die aus einem Mikrofaserfilterpapier hergestellt worden sind, welches kein Borosilikatglas enthält (welches in dem QM-A Filtermaterial anwesend ist), können ebenfalls in den beschriebenen Verfahren hergestellt werden, wobei geeignete Heiztemperaturen im Bereich von 500 bis 1000°C verwendet werden, wie beispielsweise 950°C, und werden zufriedenstellend sein, selbst wenn nur die Hälfte des Wassers zugefügt wird, oder wenn gar kein Wasser vorher zugefügt wird (andere geeignete Flüssigkeiten, wie Äthanol können ersetzt sein). Solche Behälter können in Mikrowellenveraschungsgeräten, wie dem in Fig. 7 dargestellten verwendet werden, und genaue Analysenergebnisse sind erzielbar, wie durch Vergleich mit Standardmuffelofenanalysen derselben Testproben belegt werden kann.

Darüber hinaus können Ascheanalysen von anderen Materialien einschließlich anderen Getreidemehlsorten, synthetischen organischen polymerischen Kunststoffen, wie Polyäthylen und Polypropylen, Stromsedimenten, Abwässerschlamm, Kohle, Milchpulver und vielen anderen veraschbaren Materialien erfolgreich durchgeführt werden unter Verwendung der beschriebenen Verfahren und Geräte. In solchen Veraschungen wird die Veraschungstemperatur innerhalb eines Bereiches von 500 bis 1000°C verändert, und die Veraschungszeiten werden ebenso verändert, üblicherweise von 8 bis 20 Minuten, was von der Materialsorte, die verascht werden soll, und ihrer Veraschungstemperatur abhängt. In all diesen Fällen sind zufriedenstellende Veraschungen und Analysen die Ergebnisse, welche mit den Bestimmungen übereinstimmen, die aufgrund von Verfahren mit Standardmuffelöfen erzielt wurden, die auf dieselben Testproben angewandt wurden. Diese guten Ergebnisse werden ebenso erzielt, wenn der Zylinder durch eine flache zylindrische Abdeckung aus dem QM-A Filtermaterial abgedeckt wird, jedoch ist die Verwendung einer solchen Abdeckung nicht notwendig (obwohl es als eine Sicherheitsmaßnahme angesehen werden kann, um sicherzustellen, daß keine Asche in der Abluft verloren geht).

Die Erfindung wurde mit Bezug auf Zeichnungen, Ausführungsbeispiele und deren Beschreibungen beschrieben, ist aber nicht auf diese beschränkt, da es offensichtlich ist, daß ein Fachmann unter Zuhilfenahme der vorliegenden Beschreibung Ersatzmittel und Äquivalente verwenden kann, ohne sich von der Erfindung zu entfernen.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Mikrowellenofen mit einer verschließbaren mikrowellendichten Kammer zum Erhitzen von in dieser Kammer befindlichen Materialien durch Zuführen der von dem vorgesehenen Mikrowellengenerator erzeugten Energie und einem Behälter innerhalb der Kammer zur Aufnahme der zu erheizenden Materialien, welcher eine mikrowellendurchlässige Wand aus hitzebeständigem Material aus seinem inneren Hohlraum herum aufweist, wobei die Wand des Behälters mit mikrowellenabsorbierenden Einlagen, welche für die Veraschung der Materialien erhitzt werden können, einer Öffnung zum Einsetzen und Entfernen der zu erheizenden Materialien und einem mikrowellenabsorbierenden Verschuß aus hitzebeständigem Material zum Schließen der Öffnung versehen ist, dadurch gekennzeichnet, daß der Behälter (17; 117) einen Durchlaß zum Einleiten von Gas in den Behälter (17; 117) und zum Ableiten von Gas aus dem Behälter (17; 117) und in der Kammerwand um den Behälter (17; 117) herum angeordnete Öffnungen zum Einleiten (25, 27; 131) bzw. zum Ableiten (33; 133) von Gas aus der Kammer (23; 118) aufweist.
2. Mikrowellenofen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Behälter (17; 117) einen Temperatursensor, vorzugsweise ein Thermoelement (21; 114; 135) zur Messung der Temperatur im Behälter (17; 117) und eine auf den Temperatursensor ansprechende Steuereinrichtung zur Steuerung der Mikrowellen-Strahlenquelle und somit der Tempera-

- turregulierung im Behälter (17; 117) aufweist.
3. Mikrowellenofen nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß sich der Temperatursensor durch eine dem Durchlaß zugehörige Öffnung (47; 58) in einem oberen Teil (57; 119) des Behälters (17; 117) erstreckt, wobei die Öffnung (47; 58) größer als der Temperatursensor ist.
 4. Mikrowellenofen nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Steuereinrichtung zur Steuerung der Temperatur im Behälter (17; 117) in Stufen von 10°C, vorzugsweise 5°C, ab einer eingestellten Temperatur bis zu 1000°C, vorzugsweise zwischen 600 und 1000°C, ausgebildet ist, wobei die Mikrowellen-Strahlenquelle eingeschaltet ist, wenn die Temperatur im Behälter (17; 117) geringer als die eingestellte Temperatur ist, und ausgeschaltet ist, wenn die Temperatur im Behälter (17; 117) größer als die eingestellte Temperatur ist.
 5. Mikrowellenofen nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Wand des Behälters (17; 117) aus einem Quarz- oder Keramikschaum besteht, der bei Ofentemperaturen bis 1000°C stabil ist und daß das mikrowellenabsorbierende Material (127) Siliciumcarbid ist.
 6. Mikrowellenofen nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Quarzschaum offene Zellen aufweist und angeschmolzen ist, eine Dichte im Bereich von 0,3 bis 0,8 g/cm³ aufweist und bis zu einer Temperatur von 1650°C stabil ist.
 7. Mikrowellenofen nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Behälter (17; 117) aus einem unteren einteiligen und einem entsprechend geformten oberen einteiligen Stück (59, 57 bzw. 121, 119) Quarzschaum besteht, wobei der Verschuß (35; 123) ebenfalls aus einem einteiligen Stück Quarzschaum besteht.
 8. Mikrowellenofen nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Stücke (7, 59 bzw. 119, 121) Quarzschaum sowie der Verschuß (35; 123) an ihren dem Inneren des Behälters (17, 117) zugekehrten Seiten mit erhitzbaren Einlagen (62, 64, 66, 67, 68) aus mikrowellenabsorbierendem Material, insbesondere aus Siliciumcarbid, versehen sind, wobei im Bodenabschnitt (59; 121) des Behälters (17; 117) Nuten (61, 69) zur Aufnahme entsprechend geformter Materialstreifen ausgebildet sind.
 9. Mikrowellenofen nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Verschuß (35; 123) des Behälters (17; 117) als Türe ausgebildet und in einer vorbestimmten Relativstellung zur Öffnung des Behälters (17; 117) feststellbar ist, in der eine zusätzliche Durchtrittsöffnung für Gas gebildet ist.

HIEZU 8 BLATT ZEICHNUNGEN

FIG. 1

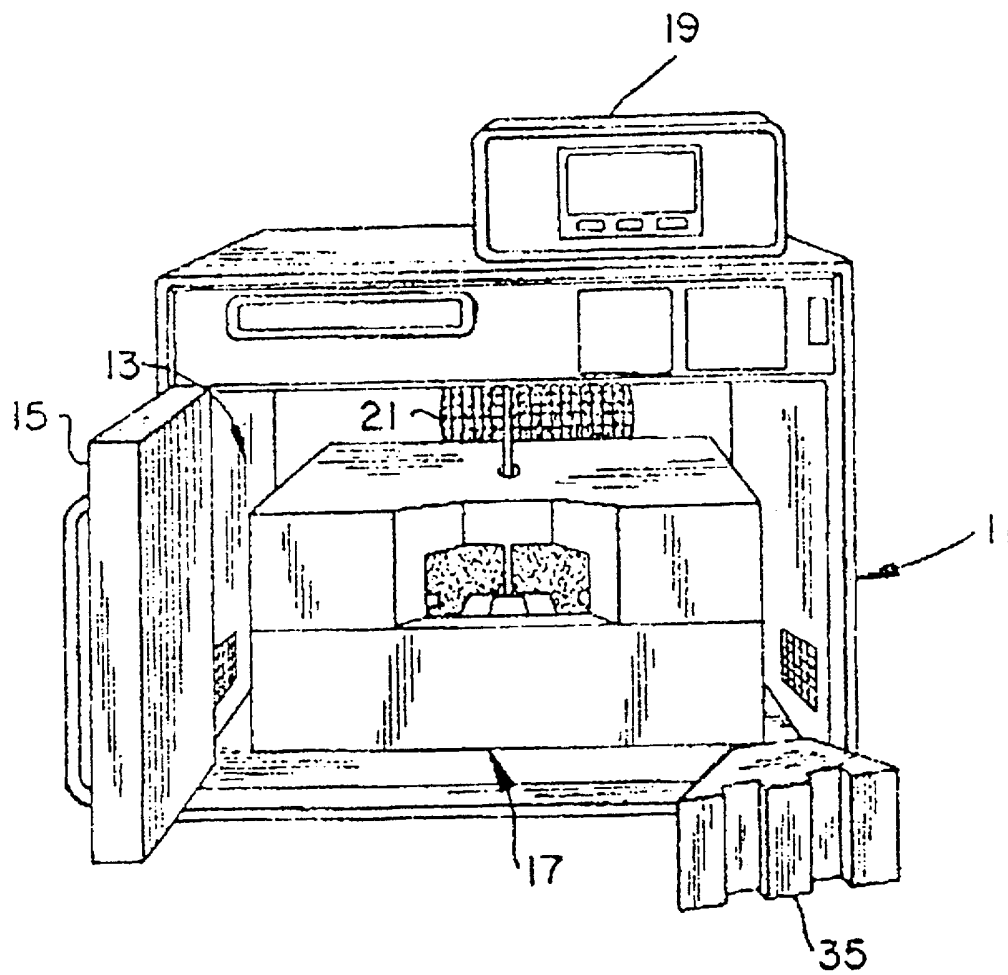


FIG. 2

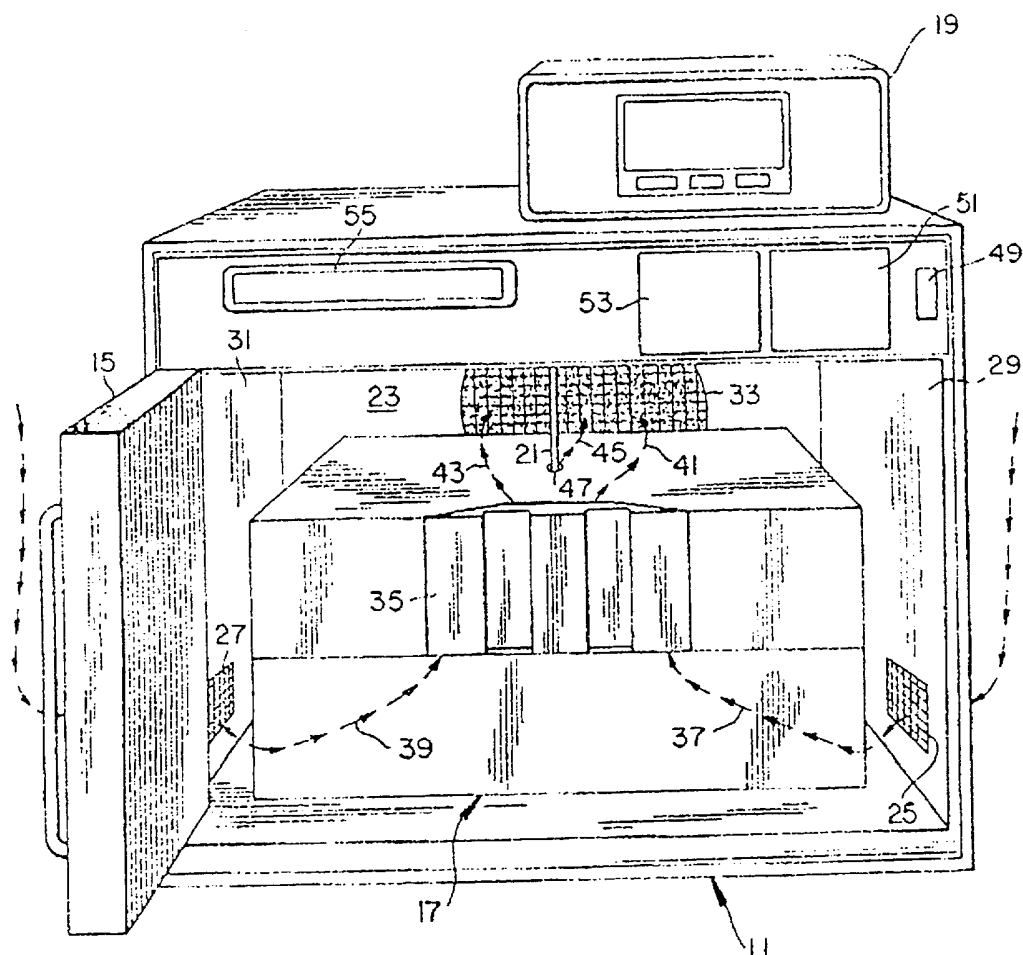


FIG. 3

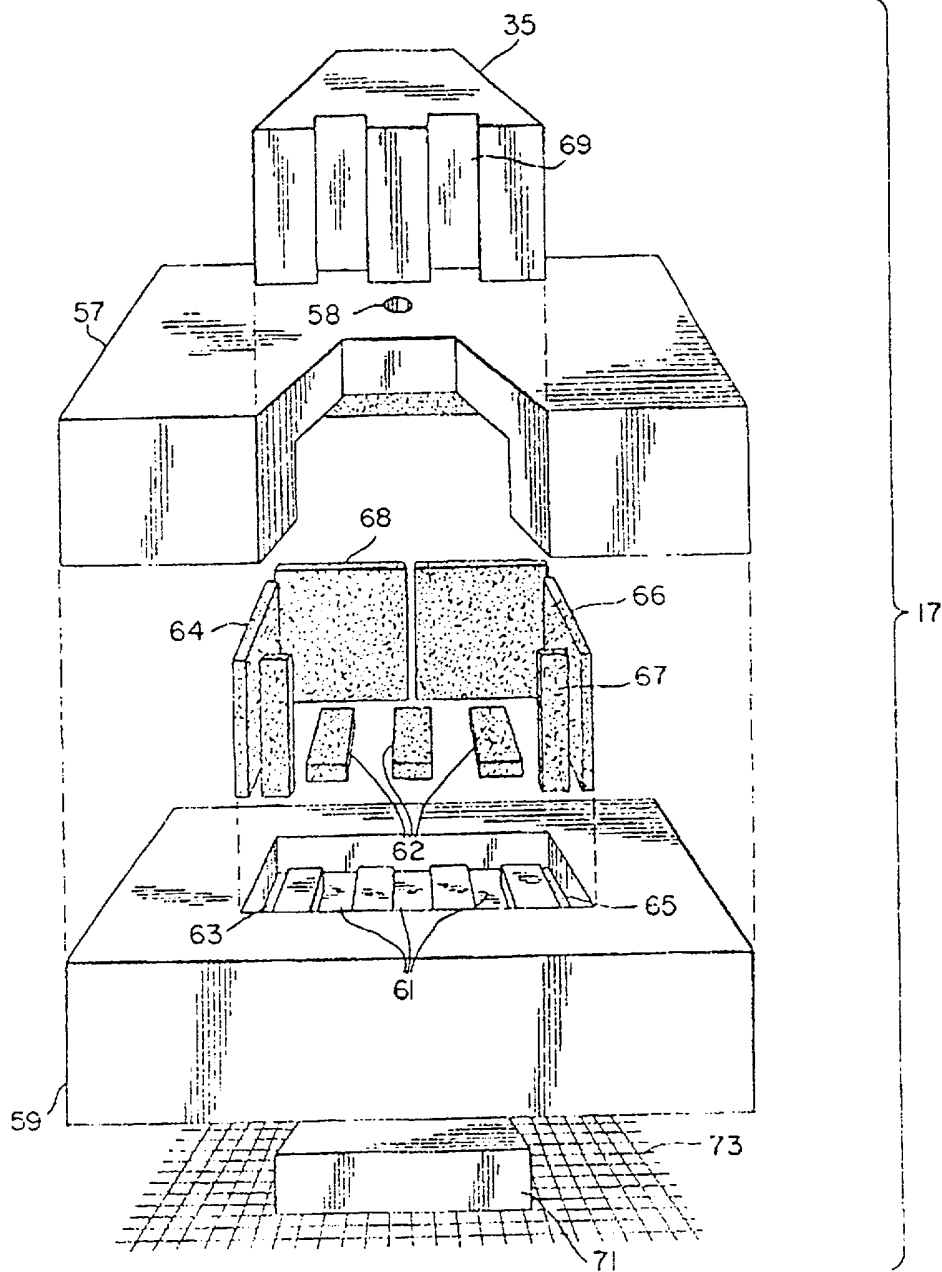


FIG. 4

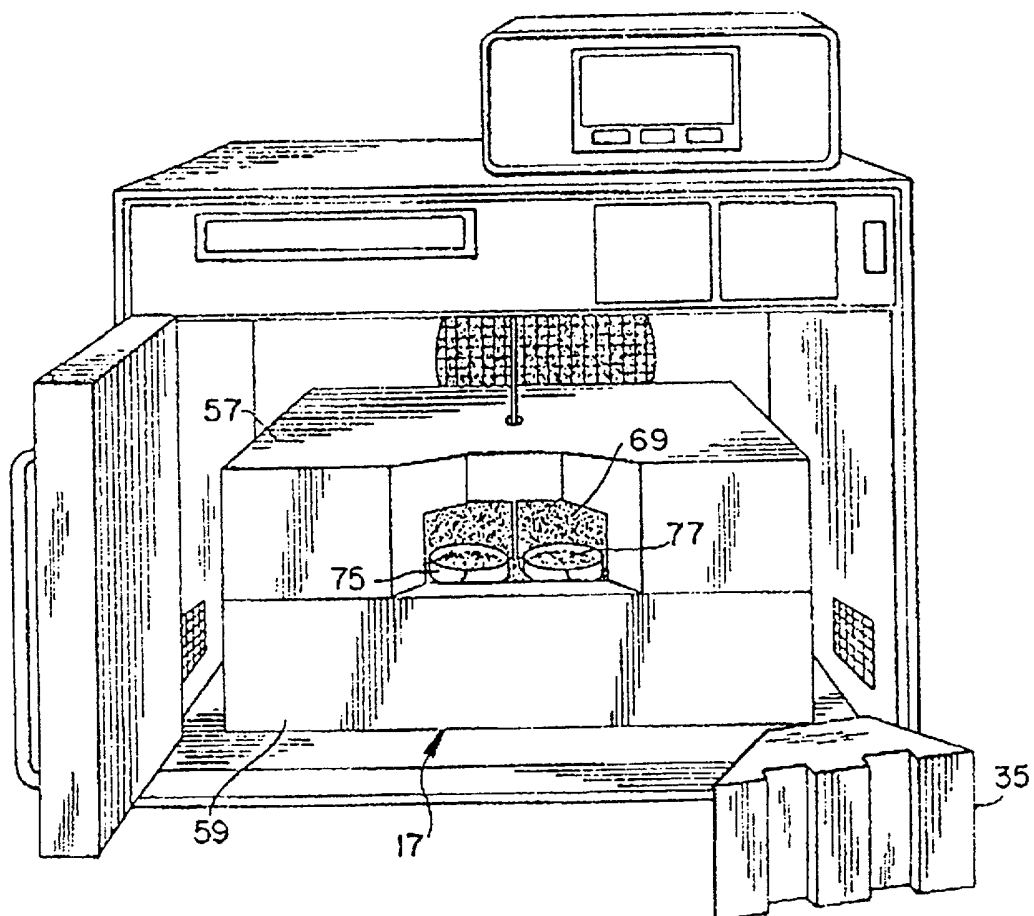


FIG. 5

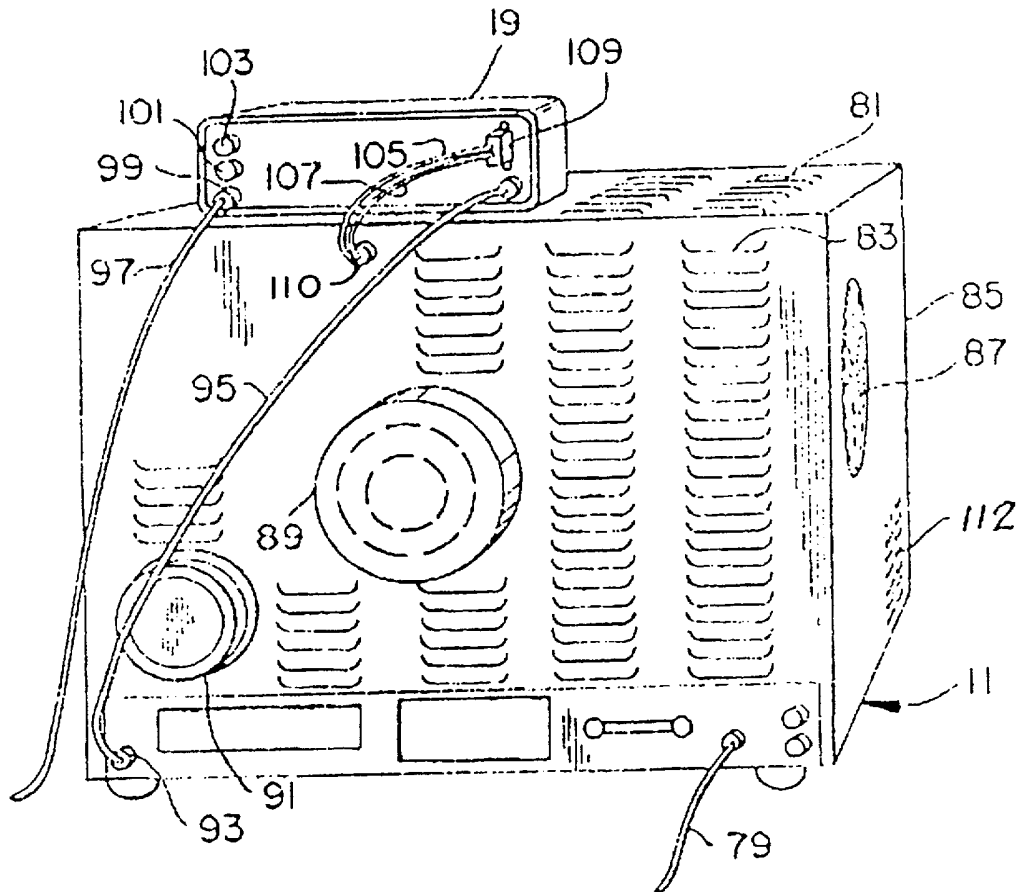


FIG. 6

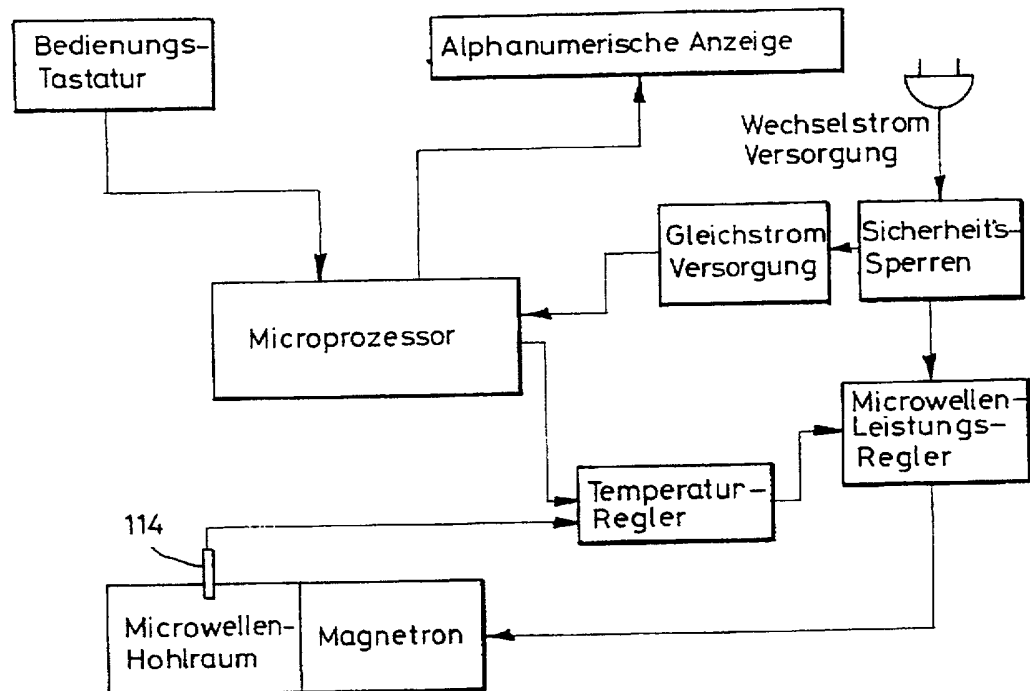
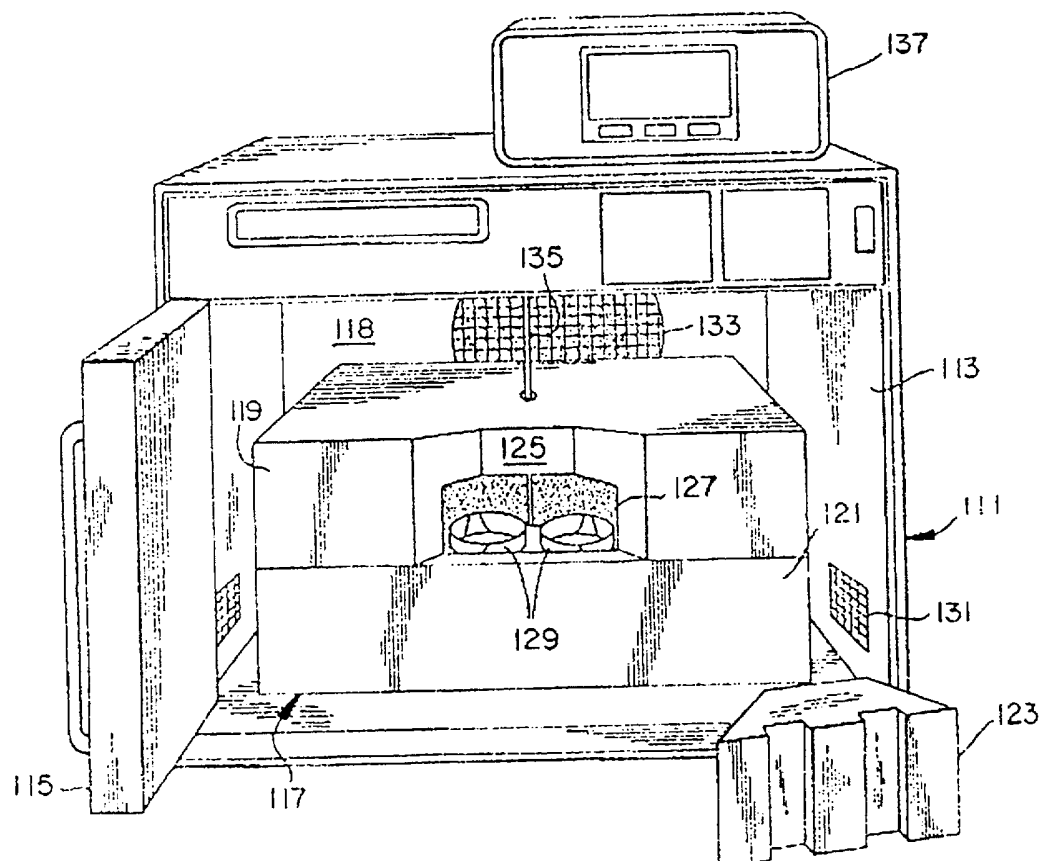


FIG. 7



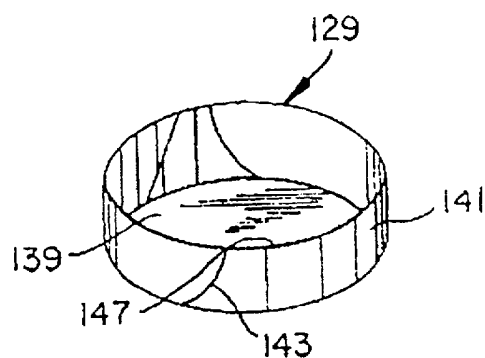


FIG. 8

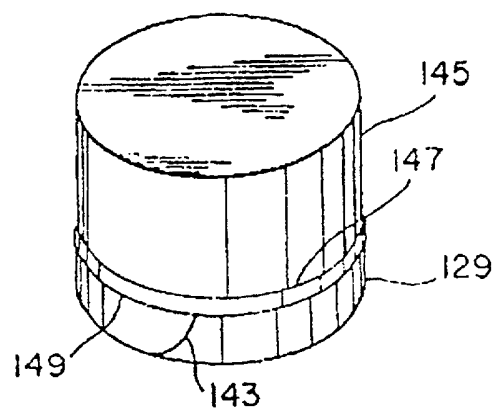


FIG. 9