

# **Mikrowellenaufschluss für die Pflanzen- und Fruchtanalyse**

**Elmar Stimpfl, Aldo Matteazzi  
Versuchszentrum Laimburg**

**Linz, am 26. November 2007**

# Übersicht

- Mikrowellenaufschluss im offenen System
- Mikrowellenaufschluss im geschlossenen System
  - Druckaufschluss
  - Hochdruckaufschluss
  - Ultraclave

# Kjeldahl-Aufschluss von Fruchtproben

- 15 - 20 Äpfel homogenisieren
- ca. 7 - 9 g Einwaage
- 7 g Katalysator ( $\text{CuSO}_4/\text{NaSO}_4$ )
- 20 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (95 - 97 %ig), 8 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$  (30 %ig)
- Aufschluss bei 380 °C, 3 - 4 Stunden

# Mikrowellenaufschluss im offenen System

- Ethos MOD (Milestone), IR-Temperaturkontrolle
- Rotor mit 8 Plätzen
- ca. 5 - 7 g Einwaage
- kein Katalysator
- 16 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (95 - 97 %ig)
- 32 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$  (30 %ig) werden laufend zudosiert
- Aufschluss bei max. 235 °C, 70 Minuten

# Mikrowellenaufschluss im offenen System

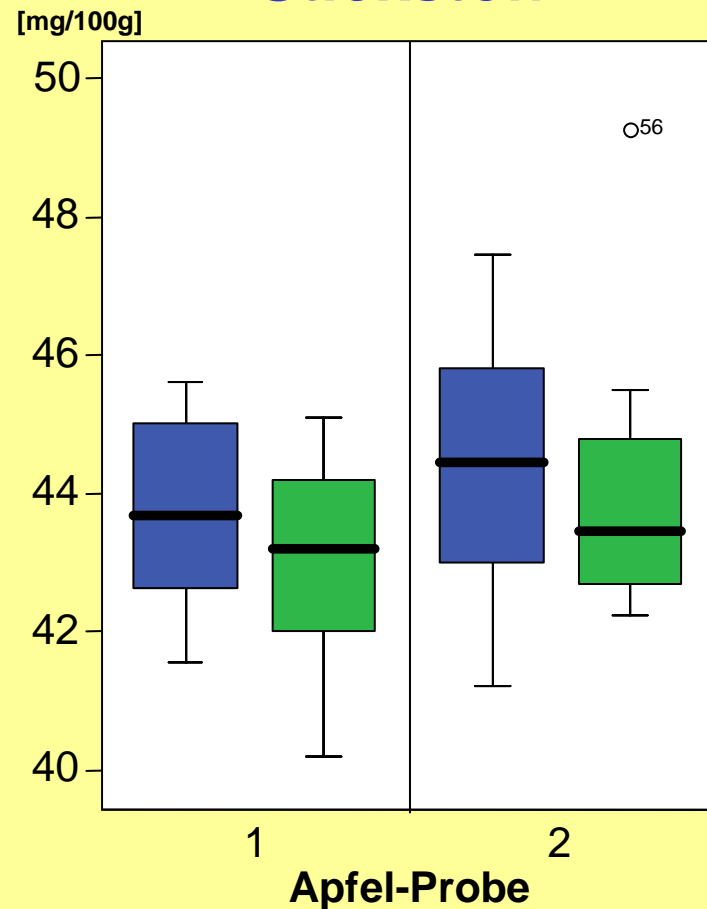


# Endbestimmung

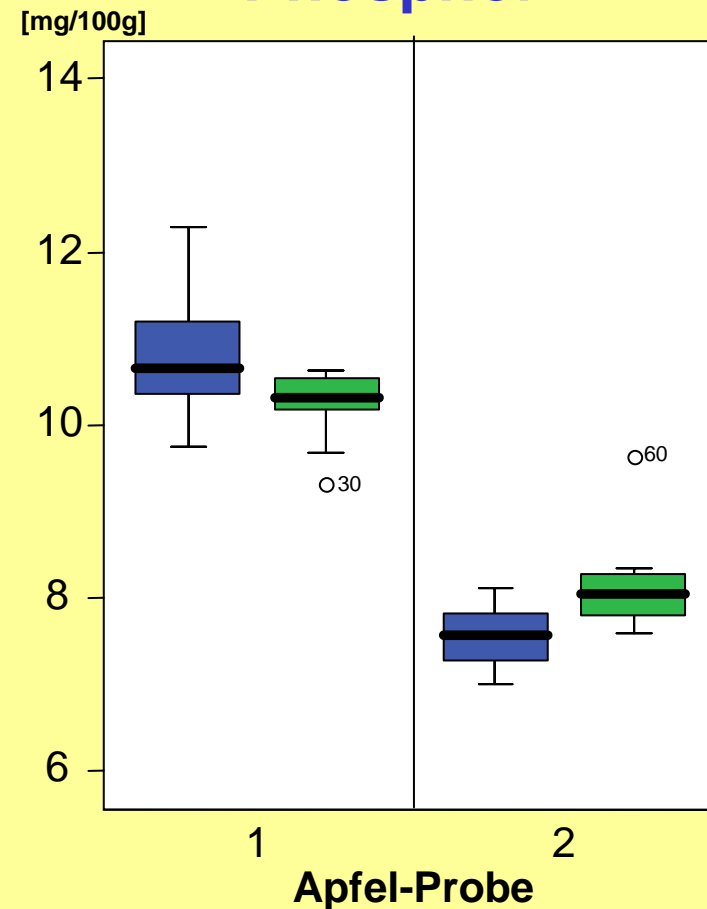
- Autoanalyzer: N
- ICP-OES: P, K, Ca, Mg, B, Mn, Cu, Zn, Fe

# Vergleich: Mikrowelle - Kjeldahl

## Stickstoff



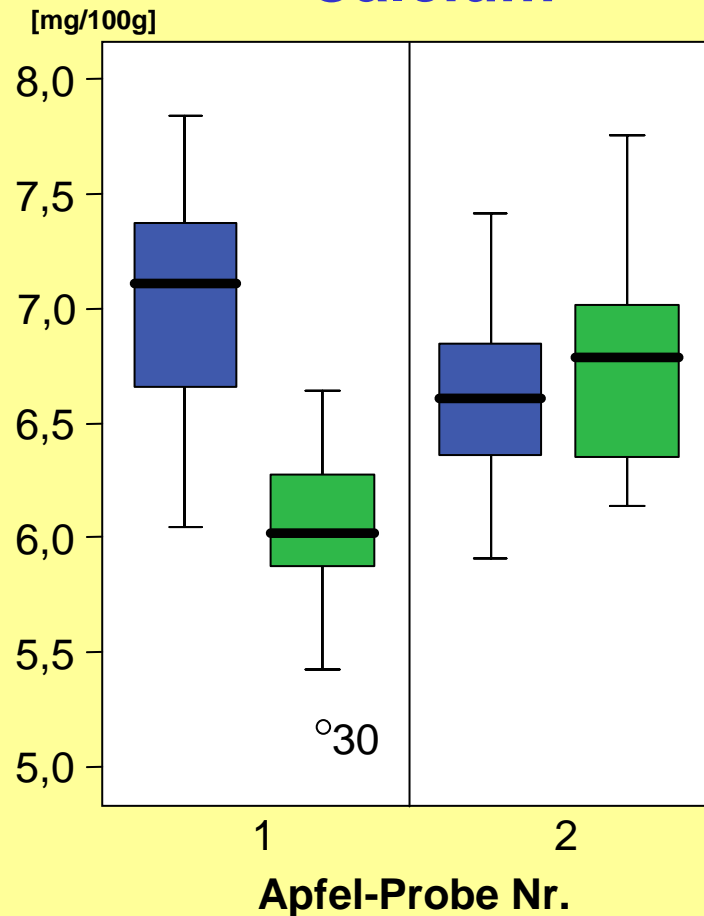
## Phosphor



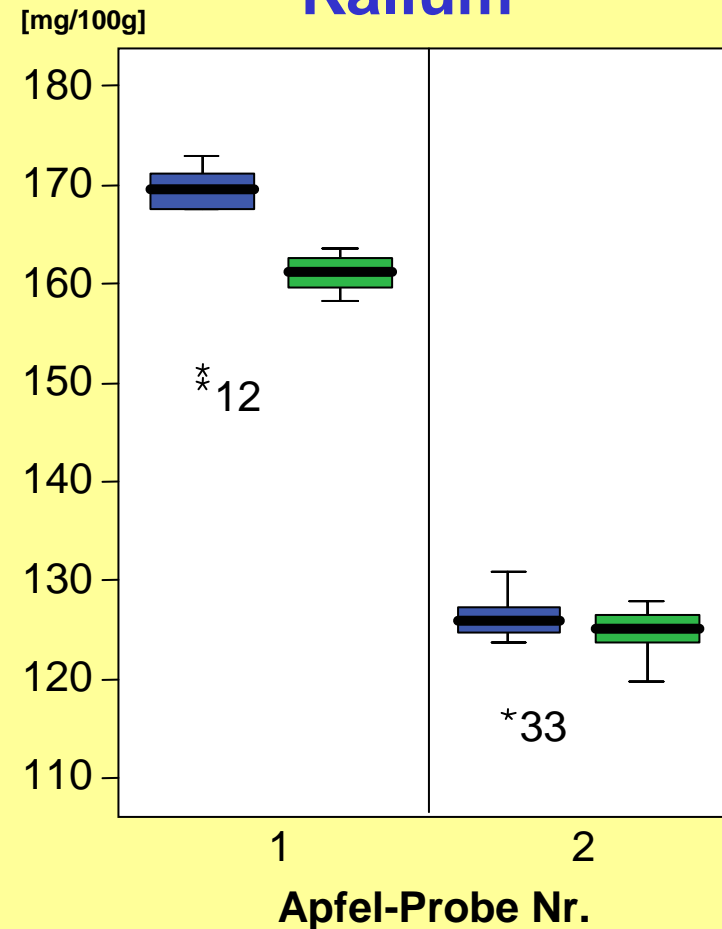
■ Kjeldahl ■ Mikrowelle

# Vergleich: Mikrowelle - Kjeldahl

## Calcium



## Kalium



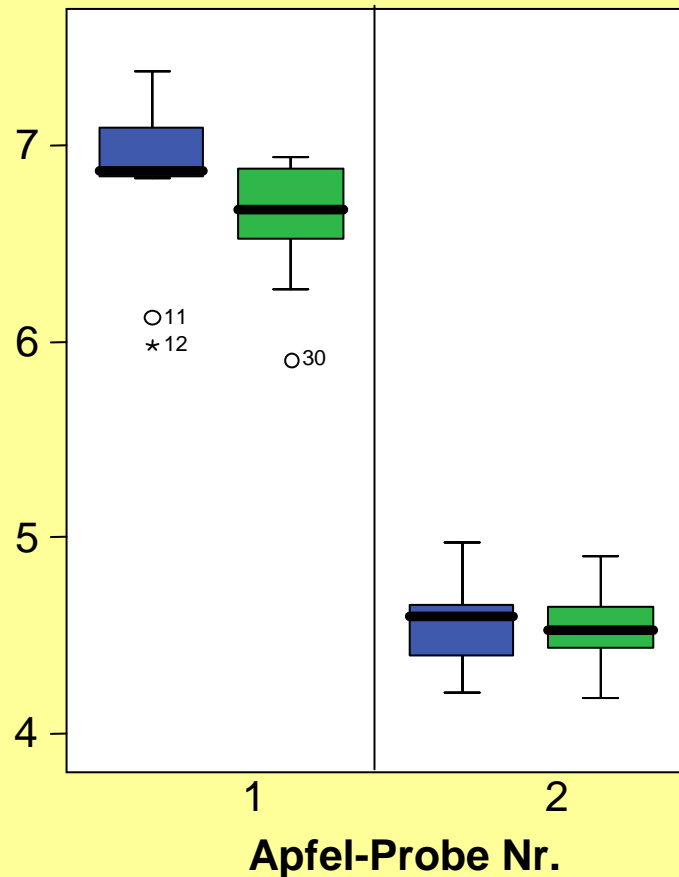
■ Kjeldahl ■ Mikrowelle



# Vergleich: Mikrowelle - Kjeldahl

## Magnesium

[mg/100g]



■ Kjeldahl ■ Mikrowelle

# Mikrowellenaufschluss im offenen System

## Vorteile

- Aufschlusslösung kristallisiert nicht aus
- Salzgehalt ist deutlich geringer, weniger Störungen bei ICP-OES
- Wiederholbarkeit ist vergleichbar
- tendenziell niedrigere Werte als bei Kjeldahl
- Cu, Na bestimmbar (weil kein Katalysator)

## Nachteile

- H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> enthält oft Verunreinigungen, kann sogar bei Makroelementen Probleme machen

# Mikrowellenaufschluss im geschlossenen System

## Normaler Druckaufschluss

- geschlossenes System, bis 30 bar
- Rotor mit 10 oder 24 Plätzen
- Temperaturkontrolle, QP Reaktion Sensor (Messung der sauren Dämpfe)
- Höchsttemperatur: 180 °C
- Aufschlussdauer: 55 min, Abkühlung ca. 1 h
- Einwaage: max. 0.5 g Trockenmasse
- Anwendung: Pflanzenanalyse

# Mikrowellenaufschluss im geschlossenen System

## Normaler Druckaufschluss



# Mikrowellenaufschluss im geschlossenen System

## Normaler Druckaufschluss

### Vorteile

- Schnelle Aufschlusszeiten (55 Minuten)
- 24 Proben pro Serie (ca. 100 Proben pro Tag)

### Nachteile

- Verschleiß der Bestandteile

# Mikrowellenaufschluss im geschlossenen System

## Hochdruckaufschluss

- geschlossenes System, bis 100 bar
- Rotor mit 10 Plätzen
- Temperaturkontrolle, QP Reaktion Sensor (Messung der sauren Dämpfe)
- Höchsttemperatur: 150 °C
- Aufschlussdauer: 35 min, Abkühlung ca. 2 h
- Einwaage: max. 7 g Frischmasse
- Anwendung: Frischproben, Lebensmittel

# Mikrowellenaufschluss im geschlossenen System

## Hochdruckaufschluss

### Vorteile

- schnelle Probenvorbereitung (Frischproben)
- gute Wiederholbarkeit
- lange Lebensdauer der Bestandteile

### Nachteile

- nur 10 Proben
- schneller Aufschluss, aber lange Abkühlzeiten

# Mikrowellenaufschluss im geschlossenen System

## Ultraclave

- sehr hoher Probendurchsatz (40 - 80 Proben pro Serie)
- Druck bis 200 bar, Temperatur bis 300 °C
- geringe Materialbelastung, wenig Verschleißteile