

Kundeninformation

Version 1

NANOCOLOR® NanOx Metall als Mikrowellenaufschluss

Die Anleitung sieht die Durchführung des NANOCOLOR® NanOx Metall Aufschlusses (REF 918978) im Thermoblock vor. Alternativ kann die Durchführung auch in der Mikrowelle erfolgen.

1. Allgemeine Arbeitshinweise

Das Aufschlussgefäß immer an die gleiche Stelle an den äußeren Rand des Mikrowellentellers stellen. Für ein leichteres Arbeiten empfehlen wir, das Sicherheitsauffanggefäß mit Filterflocken oder Zellstoff zu füllen und ggf. mit einem Rundfilter abzudecken, außerdem den Abluftschlauch am Ausgleichsbehälter ganz zu entfernen. Nach ca. 5 Aufschlüssen sind die Filterflocken oder der Zellstoff zu erneuern. Nach einem Reißen der Folien das Sicherheitsauffanggefäß vor dem nächsten Einsatz trocknen, bzw. Filterflocken oder Zellstoff erneuern. Bei Aufschlusslösungen, die zu Siedeverzügen neigen, empfiehlt sich der Einsatz von PTFE-Siedehilfen. Nach dem Aufschluss die Aufschlusslösung aus dem Aufschlussgefäß entfernen. Bei starker Verschmutzung und nach mehrfachem Gebrauch das Aufschlussgefäß mit einer Flaschenbürste reinigen und mit dest. Wasser ausspülen.

2. Benötigtes Material

REF	Bezeichnung
	Mikrowellenherd, z. B. Siemens 750 Watt oder Panasonic 900 Watt mit digitaler Anzeige (sekundengenaue Einstellung)
91640	PTFE-Druckaufschlussgefäß 20 mL mit Sicherheitsauffanggefäß, Dicht- und Berstfoliensatz
91643	PTFE-Druckaufschlussgefäß 20 mL
91640.1	PFA-Sicherheitsauffanggefäß
91646	PFA-Schlauchverbindung mit Verschraubung
91644	20 PFA-Dichtfolien
91645	10 PTFE-Berstfolien
91628	3 PTFE-Siedehilfen
481100	Filterflocken 500 g
481110	Filterflocken 1000 g

3. Durchführung

- 10 mL Probelösung in Aufschlussgefäß pipettieren.
- 2 gestrichene orangefarbene Messlöffel NanOx Metall Aufschlussreagenz AR zugeben und verschließen .
- Gründlich schütteln.
- Aufschlussgefäß in Mikrowellengerät auf den äußeren Rand des Drehtellers stellen und 23 s mit 900 Watt oder 28 s mit 750 Watt erhitzen.
- Aufschlussreagenz einmal auf den Kopf schwenken.
- 10 min abkühlen lassen.
Ist die Flüssigkeit trüb oder nicht farblos, erneut aufschließen.
- Aufschlussreagenz einmal auf den Kopf schwenken und vorsichtig öffnen.
- Aufschlusslösung auf Peroxidfreiheit prüfen (z. B. mit QUANTOFIX® Peroxid 25, REF 91319).
Ist noch Peroxid nachweisbar, Schritt 3-8 wiederholen.
- 6 gestrichenen weißen Messlöffel NanOx Metall Neutralisationsreagenz NR hinzufügen.
Der pH-Wert 3-7 betragen. Ggf. mehr Neutralisationsreagenz hinzugeben.
- Aufschlussgefäß verschließen und gründlich schütteln.

Die aufgeschlossene Lösung kann nun als Probe für Folgeanalytik verwendet werden.

4. Mögliche Störungen

Ein leicht nitroser Geruch beim Öffnen des Aufschlussgefäßes oder eine nicht klare Aufschlusslösung deutet auf einen unvollständigen Aufschluss hin. Hier muss gegebenenfalls mehrmals aufgeschlossen werden oder bereits vor dem Aufschluss in den richtigen Messbereich verdünnt werden.

Es können darüber hinaus andere Störungen vorliegen, die sich durch den Aufschluss mit *NanOx* Metall nicht ohne Weiteres eliminieren lassen.

5. Anpassung der Bestrahlungszeiten

Die Leistung von Mikrowellengeräten auch gleicher Bauart kann von Gerät zu Gerät schwanken oder sich mit der Zeit verändern. Beim Aufschluss mit *NanOx* Metall kommt es aber auf eine genaue Dosierung der Energiezufuhr an. Um die Mikrowellenzeit zu optimieren, wird immer die höchste Leistungsstufe des jeweiligen Gerätes gewählt (max. 1000 Watt). Bei einer Mikrowelle mit 900 W Leistung beträgt die Aufschlusszeit ca. 23 s. Folglich wird die Aufschlusszeit bei einer Mikrowelle mit 750 W Leistung ca. 28 s betragen.

Eine sehr zuverlässige und einfache Methode, die erforderliche Mikrowellenleistung festzustellen, stellt folgende Vorgehensweise dar:

Einen 100-mL-Erlenmeyerkolben mit genau 100 mL Wasser (ca. Raumtemperatur) füllen und mit einem Thermometer die Temperatur ermitteln (z. B. 21 °C). Jetzt den mit Wasser gefüllten Erlenmeyerkolben (ohne Thermometer) auf den äußeren Rand des Mikrowellentellers (gleicher Standort wie das Aufschlussgefäß) stellen und mit der zuvor berechneten Zeit (z.B. 28 s) bestrahlen. Sofort danach den Erlenmeyerkolben entnehmen und die Wassertemperatur unter leichtem Rühren bestimmen (z. B. 53 °C). Die Temperaturdifferenz muss 30 °C betragen. In diesem Beispiel beträgt die Differenz 53 - 21 = 32 °C. Um diesen abweichenden Betrag ist die Bestrahlungsdauer zu korrigieren.

Soll / Ist x Zeit = korrigierte Zeit

$$30 / 32 \times 28 \text{ s} = 26,25 \text{ s} \rightarrow 26 \text{ s}$$

Diese Zeit nochmals in derselben Art und Weise überprüfen.