

⑫

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

⑲ Anmeldenummer: 84100372.6

⑤① Int. Cl.³: **H 05 B 3/68, B 01 F 13/08,**
G 01 N 31/00

⑳ Anmeldetag: 16.01.84

③① Priorität: 12.03.83 DE 3308892

⑦① Anmelder: **VEREINIGTE ALUMINIUM-WERKE**
AKTIENGESELLSCHAFT,
Georg-von-Boeselager-Strasse 25, D-5300 Bonn 1 (DE)

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung: 26.09.84
Patentblatt 84/39

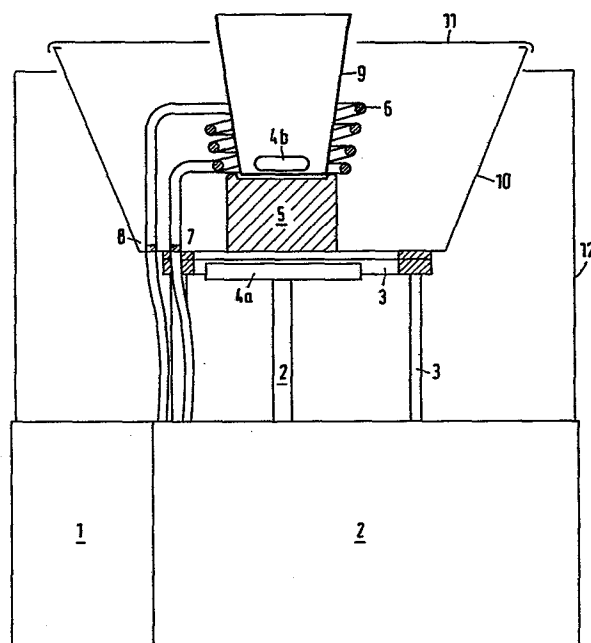
⑦② Erfinder: **Kudermann, Gerhard, Dr. Dipl.-Chem.,**
Henri-Spaak-Strasse 19, D-5305 Alfter (DE)
Erfinder: **Blaufuss, Karl-Heinz, Günterscheider**
Strasse 10, D-5461 Windhagen (DE)

④④ Benannte Vertragsstaaten: **BE CH DE FR GB IT LI LU NL**

⑦④ Vertreter: **Müller-Wolff, Thomas, Dipl.-Ing., Vereinigte**
Aluminium-Werke AG
Georg-von-Boeselager-Strasse 25 Postfach 2468,
D-5300 Bonn 1 (DE)

⑤④ **Heizbarer Magnetrührer für Hochtemperaturaufschlüsse.**

⑤⑦ Es soll ein heizbarer Magnetrührer für Hochtemperaturaufschlüsse, bestehend aus Antriebseinheit (8), Tiegelstandfläche (5) und Energiequelle (1), entwickelt werden. Die Erfindung besteht darin, daß oberhalb der Tiegelstandfläche (5), die aus keramischem Material besteht, eine Heizspirale (6) angeordnet ist, deren Durchmesser etwa dem der Tiegelstandfläche (5) entspricht.



H 1 5 0 1 5

Heizbarer Magnetprüher für Hochtemperaturaufschlüsse

Die Erfindung betrifft einen heizbaren Magnetprüher für Hochtemperaturaufschlüsse, bestehend aus Antriebseinheit, Tiegelstandfläche und Energiequelle, wie sie z.B. in der Analytik verwendet werden.

5

Für Lösevorgänge sind heizbare Magnetprüher bekannt, die eine heizbare Tiegelstandfläche aus nichtmagnetischem Stahl oder Aluminium besitzen. In der Analytik sind Lösegefäße für höhere Temperaturen aus Platin oder Glaskohlenstoff bekannt, in die hinein die Wärme über die Tiegelstandfläche übertragen werden muß.

10

Bei bestimmten, schwer aufschließbaren Stoffen, wie Korund, Titanerzen, Aschen, Stäuben, Salzen o.ägl. müssen hohe Temperaturen (über 350°C) in möglichst kurzer Zeit erreicht werden, da sonst eine Verdampfung der Aufschlußlösungen einsetzt und dies zu einer Änderung der Reaktionsbedingungen führt.

15

Eine theoretische Möglichkeit zur Durchführung dieser Aufschlüsse bietet die Verwendung eines Magnetprühers mit Heizplatte. Heizplatten sind in der Regel aus Al-Legierungen oder aus V-Stahl. V-Stahl hat einen ungünstigen Ausdehnungskoeffizienten und neigt schon bei Temperaturen unter 400°C zu Verwerfungen (Deformation).

25

Die Al-Legierung, in der Regel AlSi, verliert ab 470°C ihre mechanische Stabilität, wird weich und führt zu Kurzschlüssen bei den Heizelementen. Ferner muß beachtet werden, daß Heizplatten auch den Permanentmagneten des Rührers aufheizen und somit seine Magnetkraft mindern. Ab 400°C verlieren Permanentmagnete ihre Dauermagneteigenschaften.

Einer kurzen Aufheizphase mit entsprechend hohen Temperaturen sind deshalb konstruktive und werkstoffliche Grenzen gesetzt. Durch den direkten Kontakt zwischen Platintiegel und Heizplatte treten bei hohen Temperaturen Diffusionserscheinungen auf, die zu einer Legierungsbildung an der Platinoberfläche und letztlich zu einer örtlichen Beschädigung durch Aufschmelzung des Tiegels führen.

Bei Glaskohlenstoff besteht Oxidationsgefahr oberhalb von etwa 400°C. Deshalb kann eine schnelle Wärmeübertragung über eine entsprechend hoch geheizte Tiegelstandfläche zu einer Oxidation und damit zu einer Zerstörung des Tiegels führen.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, einen heizbaren Magnetrührer für Hochtemperaturaufschlüsse in der Analytik zu entwickeln, bei dem die erwähnten Nachteile vermieden und insbesondere Verunreinigungen der Aufschlußgefäße und nachfolgend der Aufschlußstoffe durch Diffusion oder Oxidation eliminiert werden. Erfindungsgemäß geschieht das dadurch, daß oberhalb der Tiegelstandfläche, die aus keramischem Material besteht, eine Heizspirale angeordnet ist, deren Durchmesser etwa dem der Tiegelstandfläche entspricht.

Mit den erfindungsgemäßen Maßnahmen wird erreicht, daß die Wärmeübertragung berührungslos über eine große Tiegelfläche verläuft, so daß auch bei Temperaturen von nahe 400°C keine örtlichen Überhitzungen auftreten können, die zu einer vorzeitigen Oxidation führen. Um die Krafteinwirkung des

Magnetrührers auf die Spirale zu vermindern, wurde diese so bemessen, daß der Durchmesser etwa der Tiegelstandfläche entspricht. Zusätzlich kann ein Strahlungsblech angeordnet sein, das aus nichtmagnetischem Werkstoff besteht und die Heizspirale zum Magnetrührer hin abschirmt.

In einer bevorzugten Ausführungsform sind die Anschlußenden der Heizspirale mit einer Energiequelle unterhalb der Tiegelstandfläche verbunden. Dieses hat den Vorteil, daß Einflüsse mechanischer und wärmetechnischer Art die elektrischen Verbindungen nicht stören können.

Im folgenden wird die Erfindung anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert. In der Figur ist schematisch ein Magnetrührer dargestellt, wobei die Zone der Heizspirale im Querschnitt gezeigt ist.

Die Antriebseinheit 2 ist über einen Ständer 3 mit der Tiegelstandfläche des keramischen Magnetrührers verbunden. Die Antriebseinheit enthält den Rührmotor, der über eine regelbare Energiequelle 1 versorgt wird.

Oberhalb der Tiegelstandfläche 5 sind die Heizspiralen 6 angeordnet. Der beheizte Tiegelraum ist von einem Strahlungsblech 10 mit in der Mitte offenem Deckel 11 umgeben, das einerseits zusätzlich die Wärmeübertragung zum Permanentmagneten und der Antriebseinheit verhindert und andererseits durch Rückstrahlung der abgestrahlten Wärme für die erforderliche Temperatur sorgt. Die Anschlüsse 7, 8 der Heizspirale sind unterhalb der Tiegelstandfläche an Energiequelle 1 angebracht.

Im Inneren der Heizspirale ist ein Tiegel aus Platin mit Rührstab 4b zu erkennen. Der Tiegel 9 wird seitlich durch die Heizspirale 6 erhitzt, wobei eine Diffusionsgefahr über eine Tiegelstandfläche ausgeschaltet ist. Die Heizspirale erreicht

Temperaturen von ca. 800°C ohne Gefahr für Tiegel, Permanentmagnet, Heizzuführungen und Antriebseinheit. Die Geräteeinheit kann mit einer Abschirmung 12 versehen werden.

- 5 Die Tiegelstandfläche 5 kann so ausgebildet sein, daß sich verschiedene Tiegelstandhöhen ergeben. Dadurch können kleine Tiegel in die Heizspirale so eingesetzt werden, daß der obere Rand aus dem Deckel 11 herausragt. Andererseits ist es bei großen Tiegeln möglich, die Wärmeeinflußzone durch verschiedene Tiegelstandhöhen zu verändern.
- 10

- Es wurde nun ein Vergleichsbeispiel mit einem üblichen Magnetrührer durchgeführt. Um die nötige Aufschlußtemperatur zu erreichen, mußte die Heizplatte an den Seitenflächen mit Mineralwolle isoliert werden, so daß die Stahlplatte eine Temperatur von ca. 500°C erreichen konnte.
- 15

- Ein Platintiegel mit ca. 50 ml Fassungsvermögen wurde mit 85%-iger Phosphorsäure als Lösungsmittel gefüllt und darin schwer aufschließbares Aluminiumoxid unter Rühren eingebracht. Auf 1 g Aluminiumoxid kamen 12 g Phosphorsäure.
- 20

- Nach einer Aufheizung von 15 Minuten zeigte sich eine beginnende Anschmelzung der Tiegel. Als nach 20 Minuten der Aufschluß beendet wurde, blieb der Platintiegel beim Versuch, ihn von der Heizplatte abzunehmen, hängen. Offensichtlich hatte sich eine intermetallische Phase durch Diffusion gebildet.
- 25

- Das Reaktionsgemisch hatte schon während des Aufschlusses zur Verspritzung geneigt. Nach Beendigung des Aufschlusses hatten sich in der Phosphorsäure - vermutlich durch örtliche Überhitzung - unlösliche Niederschläge gebildet, die später als Polyphosphate identifiziert werden konnten.
- 30

-5-

Bezugszeichen zu "Magnetrührer für Hochtemperaturaufschlüsse"

- 1 = Energiequelle
- 2 = Antriebseinheit
- 3 = Ständer
- 4 = (4b) Rührstab
- 5 = Tiegelstandfläche
- 6 = Heizspirale
- 7, = Anschlußenden (im Text auch "Anschlüsse")
- 8 = dto.
- 9 = Tiegel
- 10 = Strahlungsblech
- 11 = Deckel
- 12 = Abschirmung

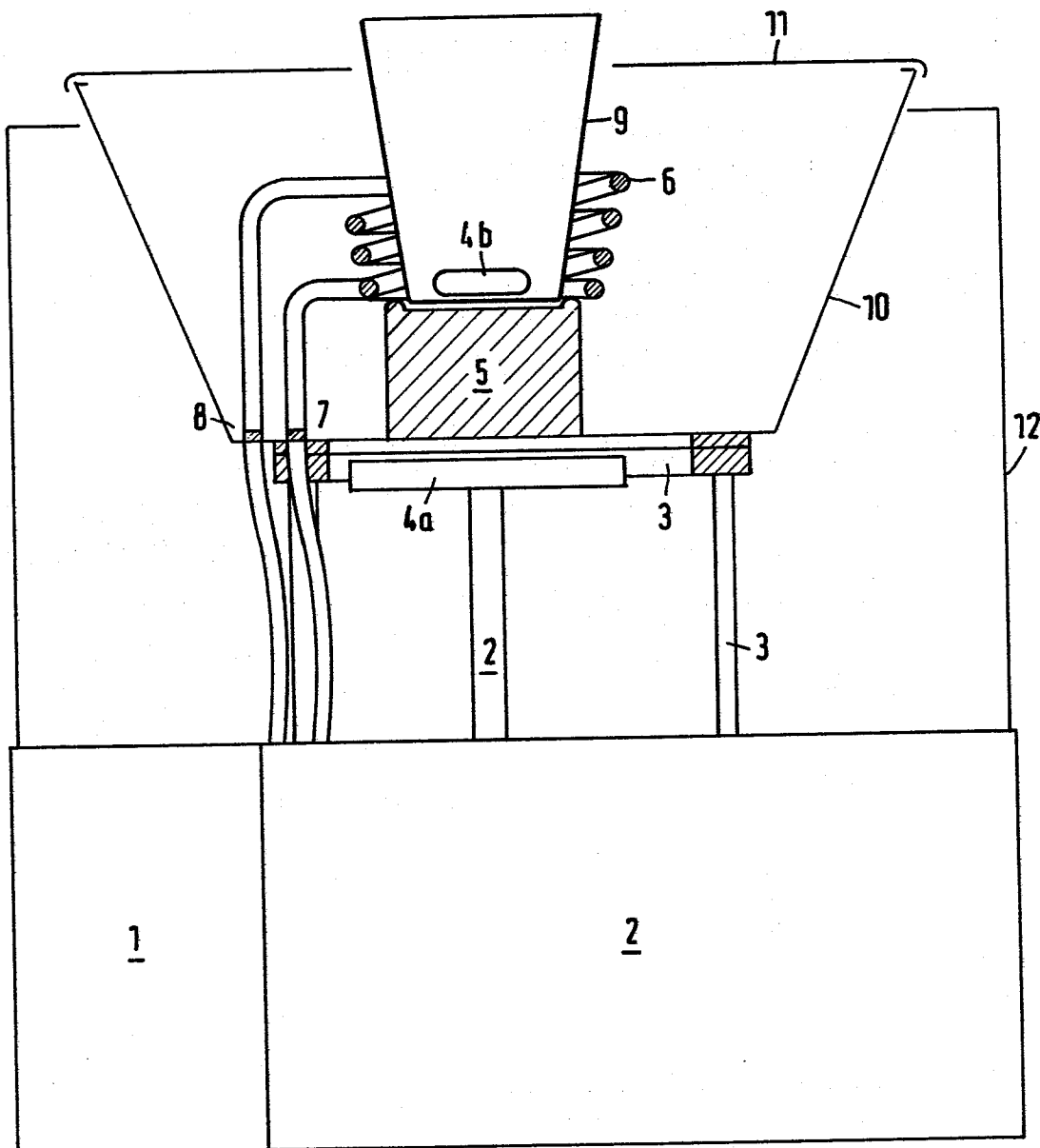
P a t e n t a n s p r ü c h e :

1. Heizbarer Magnetprüher für Hochtemperaturaufschlüsse,
bestehend aus Antriebseinheit, Tiegelstandfläche und
Energiequelle, dadurch gekennzeichnet, daß oberhalb
der Tiegelstandfläche eine Heizspirale angeordnet ist,
5 deren Durchmesser etwa dem der Tiegelstandfläche ent-
spricht.
2. Magnetprüher nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,
daß die Anschlußenden (7,8) der Heizspirale (6) mit
10 der Energiequelle (1) verbunden sind, wobei die An-
schlußstellen unterhalb der Tiegelstandfläche (5) an-
geordnet sind.
3. Magnetprüher nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
15 dadurch gekennzeichnet, daß zwischen Ständer (3) und
Tiegelstandfläche (5), die Heizspirale (6) umhüllend,
ein schüsselförmiges, nichtmagnetisches Strahlungs-
blech (10) angeordnet ist.
- 20 4. Magnetprüher nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, daß der Deckel (11) in der
Mitte eine Aussparung in Form des Tiegeldurchmessers
aufweist.
- 25 5. Magnetprüher nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, daß die Tiegelstandfläche (5)
aus einem keramischen Material besteht.

- 2 -

6. Magnetrührer nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Tiegelstandfläche (5) eine Zentrierung für die Bodenplatte des Tiegels aufweist.

1/1



0119392



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			EP 84100372.6
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 7)
X	DE - B - 1 151 246 (DR. HANS FUHR-MANN) * Fig. 2; Spalte 2, Zeile 18 - Spalte 3, Zeile 3 *	1	H 05 B 3/68 B 01 F 13/08 G 01 N 31/00
Y	DE - A - 1 638 968 (ZIPPERER) * Fig 3; Seite 6, Zeile 23 - Spalte 7, Zeile 11 *	1,2	
Y	GB - A - 982 957 (UNITED KINGDOM ATOMIC ENERGY)	1,2	
A	* Seite 2, Zeilen 7-35; Fig. *	3,5	
A	DE - B2 - 2 331 228 (INTERNATIONAL LABORATORIUMS-APPARATE GMBH) * Spalte 1, Zeilen 1-14 *	1,2	
A	DE - A1 - 2 844 040 (C. GERHARDT FABRIK)	1	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort WIEN		Abschlußdatum der Recherche 25-05-1984	Prüfer TSILIDIS
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument			