



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 10 2006 014 065 B4** 2007.10.04

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2006 014 065.6**
(22) Anmeldetag: **27.03.2006**
(43) Offenlegungstag: **10.05.2007**
(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: **04.10.2007**

(51) Int Cl.⁸: **H05B 6/80** (2006.01)
H05B 6/76 (2006.01)
B01L 3/00 (2006.01)
B01L 9/00 (2006.01)

Innerhalb von drei Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 2 Patentkostengesetz).

(66) Innere Priorität:
10 2005 053 017.6 07.11.2005

(73) Patentinhaber:
Mikrowellen-Systeme MWS GmbH, Heerbrugg, CH

(74) Vertreter:
**Mitscherlich & Partner, Patent- und
Rechtsanwälte, 80331 München**

(72) Erfinder:
**Lautenschläger, Werner, 88299 Leutkirch, DE;
Metzger, Martin, 88316 Isny, DE; Bismor, Frank,
87480 Weitnau, DE**

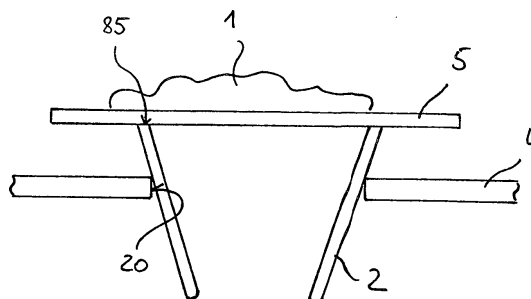
(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:
DE 198 27 465 A1
DE 195 43 401 A1
DE 40 23 483 A1
EP 05 92 654 B2
JP 09-0 17 566 A

(54) Bezeichnung: **Verfahren und Vorrichtung zum Erwärmen von Probenmaterial mit Mikrowellen**

(57) Hauptanspruch: Vorrichtung zum Erwärmen von Probenmaterial, aufweisend

- einen Mikrowellenraum (70),
- einen in dem Mikrowellenraum (70) angeordneten Probensteller (4), wobei der Probensteller wenigstens einen definierten Stellplatz (20) für ein Heizelement (2) in Form eines Tiegels oder einer Hülse aufweist, wobei das Heizelement (2) aus mikrowellenabsorbierendem Material besteht und zur direkten oder indirekten Kontaktierung mit dem Probenmaterial (1) ausgebildet ist, und wobei das Heizelement (2) in den Stellplatz (20) einstellbar ist,

wobei der Probensteller (4) aus im Wesentlichen mikrowellendurchlässigem Material besteht.



Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Erwärmen von Probenmaterial unter Eintrag von Mikrowellen, sowie eine Vorrichtung mit einem Mikrowellenraum zum Erwärmen von Probenmaterial.

[0002] Derartige Verfahren und Vorrichtungen zum Behandeln von Probenmaterial sind aus der Labortechnik an sich bekannt. Beispielsweise dienen entsprechende Vorrichtungen dazu, Probenmaterial im Rahmen chemischer Analysen zu erwärmen, um Verdampfungsvorgänge auszulösen.

[0003] Zur Bestrahlung des „Mikrowellenraums“ oder „Behandlungsraums“ ist üblicherweise ein Mikrowellenstrahler bzw. Mikrowellensender in Form eines Magnetrons vorgesehen. Der Mikrowellenraum ist in der Regel mit metallischen Innenwänden versehen, die aufgrund ihrer Materialeigenschaften Mikrowellenstrahlung reflektieren. Es kann sich also insoweit um einen „Mikrowellenofen“ handeln.

[0004] Die Intensität der vom Mikrowellenstrahler ausgestrahlten Mikrowellenstrahlung kann üblicherweise, beispielsweise „stufenlos“, verändert werden, so dass auf diese Weise Einfluss auf den Energieeintrag in den Mikrowellenraum genommen werden kann. Insbesondere ist die Absorption von Mikrowellen durch einen zumindest teilweise mikrowellenabsorbierenden Körper von der Intensität der auf ihn treffenden Mikrowellen-Strahlung abhängig, so dass durch Veränderung der Intensität der Mikrowellenbestrahlung Einfluss auf das Temperaturverhalten dieses Körpers genommen werden kann.

[0005] Zur Aufnahme von Probenmaterial sind üblicherweise Probenbehälter oder kurz „Behälter“ vorgesehen. Diese Behälter werden mit dem darin eingebrachten Probenmaterial in den Behandlungs- bzw. Mikrowellenraum gegeben, wo sie dann einer Mikrowellenbestrahlung ausgesetzt werden.

[0006] Wenn das Probenmaterial an sich (zumindest teilweise) mikrowellenabsorbierend ist, erwärmt es sich bei Bestrahlung mit Mikrowellen, indem es diese Strahlung absorbiert. Eine solche Vorrichtung kann also insbesondere zu einer Behandlung von mikrowellenabsorbierendem Probenmaterial dienen.

[0007] Wenn das Probenmaterial nicht oder nur unwesentlich mikrowellenabsorbierend ist, kann vorgesehen sein, dass das Probenmaterial indirekt erwärmt wird, und zwar indem beispielsweise der Probenbehälter aus mikrowellenabsorbierendem Material besteht. Hierbei kommt es also bei Mikrowellenbestrahlung zu einer Erwärmung des Behälters und die dort entstehende Wärme wird dann durch Wärmeleitung oder eventuell auch durch Konvektion an das in

dem Behälter befindliche Probenmaterial weitergegeben.

[0008] Selbstverständlich ist auch eine Mischform der beiden genannten Vorgänge – direkte und indirekte Erwärmung des Probenmaterials – möglich.

[0009] Im Folgenden soll mit der Bezeichnung „indirekte Erwärmung“ des Probenmaterials zum Ausdruck gebracht werden, dass das Probenmaterial selbst nicht oder nur unwesentlich mikrowellenabsorbierend ist und die Erwärmung zumindest überwiegend durch Wärmeaufnahme aus der Umgebung erfolgt. Die „Umgebung“ kann dabei insbesondere ein Festkörper sein, wie beispielsweise ein Probenbehälter, in dem sich das Probenmaterial befindet, und/oder auch eine gasförmige Umgebung, also beispielsweise Luft, die im Mikrowellenraum das Probenmaterial umgibt.

[0010] In diesem Zusammenhang soll weiterhin mit der Bezeichnung „nur unwesentlich mikrowellenabsorbierend“ für das Probenmaterial zum Ausdruck gebracht werden, dass die oben dargestellten Erwärmungseffekte durch Wärmeaufnahme aus der Umgebung im Fall eines Mikrowelleneintrags in den Mikrowellenraum über eine gegebenenfalls stattfindende absorptionsbedingte Erwärmung des Probenmaterials selbst dominieren.

[0011] Unter „indirektem Heizelement“ wird in diesem Zusammenhang ein zumindest teilweise mikrowellenabsorbierender Körper verstanden, der über Wärmeleitung Wärme (direkt oder über einen dazwischen befindlichen Körper indirekt) an das Probenmaterial weitergeben kann. „Zumindest teilweise“ soll hierbei bedeuten, dass das indirekte Heizelement bei Mikrowellenbestrahlung jedenfalls stärker erwärmt wird als das Probenmaterial, so dass also ein Wärmestrom von dem Heizelement in Richtung auf das Probenmaterial entsteht.

[0012] Zur Bestimmung von Trocken- oder Glührückständen wird Probenmaterial einer bekannten Masse derart erwärmt oder erhitzt, dass es zu Verdampfungs- oder Verbrennungsprozessen kommt, durch die ein Teil des Probenmaterials an die Umgebung abgegeben wird bzw. verglüht oder verbrennt. Dies führt dazu, dass die Masse des verbleibenden Probenmaterials geringer ist als die Masse des ursprünglichen Probenmaterials. Anschließend wird dann diese verbleibende Masse des Probenmaterials bestimmt. Diese Daten erlauben dann bestimmte chemische Rückschlüsse.

[0013] Hinsichtlich des zeitlichen Ablaufs des Temperaturverlaufs des Probenmaterials ist es dabei in bestimmten Fällen wünschenswert oder vorteilhaft, dass sich die Temperatur des Probenmaterials in einer vorab festgelegten Art und Weise ändert, dass

also die Temperatur bei dem Behandlungsvorgang zumindest zeitweise einer vorgegebenen bzw. vorgezeichneten Temperaturverlaufskurve, oder kurz „Temperaturkurve“ folgt. Diese Kurve kann auch als „Sollkurve“ bzw. „Reaktionskurve“ bezeichnet werden.

[0014] Aus dem europäischen Patent EP 0 592 654 B2 ist eine Vorrichtung zur Verdampfungsbehandlung bekannt, die einen Mikrowellenraum aufweist. Zur Aufnahme von Probenmaterial sind dabei Behälter vorgesehen, wobei die Behälter aus einem mikrowellenabsorbierenden Material bestehen können, so dass eine indirekte Erwärmung des Probenmaterials über die Behälter ermöglicht wird.

[0015] Die Behälter können gemäß diesem Stand der Technik aus Kunststoffmaterial, wie beispielsweise PTFE-Teflon (Polytetrafluorethylen) bestehen und sind insbesondere als druckstabile Behälter vorgesehen.

[0016] In diesem Zusammenhang ist hinsichtlich des zeitlichen Verlaufs der Temperatur des Probenmaterials allerdings Folgendes zu bemerken: Aufgrund der Wärmekapazität des Probenbehälters wird dabei die Wärme im Material des Probenbehälters in gewissem merklichem Maße gespeichert, so dass bei Reduktion der Mikrowellenbestrahlung weiterhin Wärme vom Probenbehälter auf das Probenmaterial per Wärmeleitung übertragen wird. Dies führt dazu, dass die oben genannte Verfolgung einer vorgezeichneten Temperaturkurve praktisch unmöglich gemacht wird, zumindest in den Fällen, in denen der vorgegebene Temperaturverlauf einen Abschnitt aufweist, in dem die Temperaturzunahme abnimmt.

[0017] Außerdem ist zu bedenken, dass durch die vergleichsweise materialintensive Gestaltung des Probenbehälters gemäß der EP 0 592 654 B2, die aufgrund der Druckstabilität nötig ist, die Erwärmung des Probenmaterials vergleichsweise langsam erfolgt, weil die Strahlungsenergie aufgrund der Absorption in dem Material des Probenbehälters zunächst diesen erwärmen muss, bevor die Wärme an das Probenmaterial effektiv weitergeleitet werden kann.

[0018] Weiterhin wird durch die topfartige Formgebung des Behälters ein „Hitzestau“ im Bereich des Probenmaterials hervorgerufen. Die Luft (oder allgemeiner das entsprechende Gasgemisch) in dem Behälter erwärmt sich also, beispielsweise durch die Wärmeabstrahlung des Behälters in das Innere des Behälters. Dieser „Hitzestau“ hat zur Folge, dass eine entsprechende Anpassung der Temperatur des Probenmaterials bei Reduktion der eingestrahlten Mikrowellen in der Regel merklich verzögert wird. Auch dies steht also einer präzisen Steuerung der Probenmaterialtemperatur gemäß einer vorgegebenen

Reaktionskurve entgegen.

[0019] In diesem Zusammenhang ist weiterhin zu bedenken, dass es gemäß der EP 0 592 654 B2 bei Temperaturen ab etwa 200 bis 500°C zu Festigkeitsproblemen beim Behältermaterial kommen kann.

[0020] Der genannte Effekt kann natürlich nicht nur bei druckstabilen Probenbehältern auftreten, sondern prinzipiell auch bei sonstigen Behältern oder anderweitigen zumindest teilweise mikrowellenabsorbierenden Teilen, die das Probenmaterial entsprechend umgeben.

[0021] Auch die Erfassung der Temperatur des Probenmaterials, wie sie z. B. per Infrarot-Messung aus dem Stand der Technik, z. B. aus der genannten EP 0 592 654 B2 an sich bekannt ist, ändert an den oben dargestellten Prinzipien bzw. Effekten nichts. Die so gemessene Temperatur ermöglicht, im Nachhinein festzustellen, welchen zeitlichen Verlauf die Temperatur des Probenmaterials genommen hat. Eine präzise und zuverlässige steuernde Regelung des Temperaturverlaufs erfordert jedoch zuallererst, dass die Temperatur des Probenmaterials schnell und gezielt verändert werden kann. Dem stehen die oben genannten Effekte entgegen.

[0022] Die Regelung der „Heizrate“ gemäß der Sollkurve von selbst nicht oder nur unwesentlich mikrowellenabsorbierenden Probenmaterial ist daher im Allgemeinen nur mit erheblicher Ungenauigkeit möglich. Dies führt im Weiteren im Allgemeinen – abhängig von der speziellen Anwendung – zu einer entsprechenden Ungenauigkeit bei einer hierauf basierenden Analyse.

[0023] Die DE 40 23 483 A1 zeigt eine Vorrichtung zur Trockensubstanzbestimmung von Proben mit einer Mikrowellenheizung und mit einer Waage, deren Waagschale sich innerhalb des Mikrowellenheizraumes befindet. Eine im Mikrowellenraum angeordnete Drehscheibe besitzt mehrere Löcher, die in gleichem Abstand zur Drehachse angeordnet sind und in die Probenschalen eingesetzt und mittels der Waage gewogen werden können.

[0024] Die DE 195 43 401 A1 zeigt eine Vorrichtung zur Wärmebehandlung einer Probe durch die Bestrahlung von Mikrowellen, mit einer mit den Mikrowellen beaufschlagbaren Heizkammer, einem in die Heizkammer auf einen Stellplatz stellbaren Probenbehälter, der ein topfförmiges Behälterunterteil und einen Deckel aufweist und aus einem wenigstens teilweise mikrowellenabsorbierenden Material hergestellt ist, und einem im Probenbehälter angeordneten ersten Magnet, der durch eine inerte Hülle umgeben ist und der durch einen außerhalb des Probenbehälters angeordneten zweiten Magneten drehbar ist.

[0025] Die DE 198 27 465 A1 zeigt eine Vorrichtung zum Behandeln von Stoffen mittels Mikrowellen in wenigstens einem hohlzylindrischen Gefäß.

[0026] Die JP 09-017566 A zeigt einen plattenförmigen, quaderförmigen Probenhalter bestehend aus einem mikrowellenabsorbierenden Material zur Behandlung einer Probe mittels Mikrowellen, der zahlreiche Löcher zur Aufnahme von Proben aufweist.

[0027] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Behandeln von insbesondere nicht oder nur unwesentlich mikrowellenabsorbierendem Probenmaterial unter Nutzung von Mikrowellenbestrahlung anzugeben, mit dem bzw. mit der zeitliche Verlauf der Temperatur des Probenmaterials besser kontrollierbar ist.

[0028] Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch die Merkmale der unabhängigen Ansprüche gelöst. Die abhängigen Ansprüche bilden den zentralen Gedanken der Erfindung in besonders vorteilhafter Weise weiter.

[0029] Gemäß der Erfindung ist ein Verfahren zum Erwärmen von Probenmaterial vorgesehen, das die folgenden Schritte umfasst: Das Probenmaterial wird in einem Mikrowellenraum bezüglich eines Heizelements aus mikrowellenabsorbierendem Material derart angeordnet, dass sich das Heizelement im Wesentlichen nicht über das Niveau des Probenmaterials erstreckt und dass das Probenmaterial in direktem oder indirektem Wärmeleitkontakt zu dem Heizelement steht. Als weiterer Schritt ist der Eintrag von Mikrowellen zur Erwärmung des Heizelements vorgesehen.

[0030] Bei Bestrahlung mit Mikrowellen erwärmt sich das Heizelement im Mikrowellenraum aufgrund seiner mikrowellenabsorbierenden Eigenschaften. Aufgrund des Wärmeleitkontakts wird dann die so entstandene Wärme von dem Heizelement auf das Probenmaterial übertragen und auf diese Weise das Probenmaterial erwärmt.

[0031] Dadurch, dass sich das Heizelement nicht oder zumindest nicht nennenswert über das Niveau des Probenmaterials hinaus erstreckt, wird erzielt, dass nach einer Reduktion der Intensität der in den Mikrowellenraum eingestrahlten Mikrowellenstrahlung keine weitere Wärmeabgabe von im Heizelement gespeicherter Wärme („Nachheizen“) von seitlich oder oberhalb des Probenmaterials erfolgt. Infolgedessen kann sich die Temperatur des Probenmaterials bei Mikrowellenreduzierung schneller anpassen.

[0032] Außerdem wird erzielt, dass die Mikrowellenstrahlung auf dem Weg zwischen dem Sender, also z. B. dem Magnetron und dem Heizelement nicht

durch Absorption geschwächt wird. Auch hierdurch wird also ein besonders schnelles Ansprechen der Temperaturveränderung des Heizelements aufgrund einer Veränderung der Bestrahlungsstärke bewirkt.

[0033] Weiterhin kann das Heizelement mit vergleichsweise geringem Materialaufwand gefertigt werden, so dass es eine entsprechend kleine Wärmekapazität aufweist. Hierdurch wird eine besonders rasche Erwärmung und Abkühlung bzw. allgemein Temperaturanpassung des Heizelements und somit auch des Probenmaterials in Abhängigkeit von einer Intensitätsänderung der eingestrahlten Mikrowellen möglich.

[0034] Insgesamt kann sich also durch das erfindungsgemäße Verfahren die Temperatur des Probenmaterials bei Veränderung der Intensität der eingestrahlten Mikrowellenbestrahlung besonders schnell anpassen. Die Verfolgung einer Sollkurve wird daher mit wesentlich größerer Genauigkeit und mit schnellerem Ansprechverhalten möglich. Im Kern wird also eine gleichsam „hysteresefreie“ Regelung der Temperatur des Probenmaterials bewirkt, wobei unter „Hysterese“ hier das Zurückbleiben der Temperaturanpassung des Probenmaterials gegenüber einer Änderung der Mikrowellenbestrahlung verstanden sein möge. Mit anderen Worten wird also die Zeitdauer der Temperaturanpassung gegen Null verlagert.

[0035] Damit sich der gewünschte Effekt ausbilden kann, darf sich also das Heizelement „im Wesentlichen“ nicht über das Niveau des Probenmaterials hinaus erstrecken. Es muss also gewährleistet werden, dass oberhalb dieses Niveaus ein entsprechender Freiraum ohne Heizelement geschaffen ist. Beispielsweise könnte in diesem Sinne also gesagt werden, dass das Verhältnis zwischen einer ersten Vertikalerstreckung zwischen dem Auflageniveau des Probenmaterials und dem Niveau der Obergrenze des Heizelements zu einer zweiten Vertikalerstreckung zwischen dieser Obergrenze des Heizelements und der oberen Begrenzung des Mikrowellenraums einen vorgegebenen Wert, beispielsweise „1:1“ oder „1:2“ nicht überschreiten darf.

[0036] Im Folgenden wird unter der Bezeichnung „Probenaufgabe“ bzw. „Probenaufnahme“ ein Mittel zur Halterung des Probenmaterials im Mikrowellenraum verstanden. Mit der Bezeichnung soll zum Ausdruck gebracht werden, dass dieses Mittel beispielsweise als „Auflage“ gestaltet sein kann, und zwar im Sinne von „Platte“ oder dergleichen, also mit einer im Wesentlichen planen Oberfläche, auf die das Probenmaterial einfach aufgetragen werden kann, oder aber als „Aufnahme“ in dem Sinne, dass auf einer entsprechenden Auflage ein Rand vorgesehen ist, der das aufgetragene Probenmaterial gegen ein seitliches Ausbrechen sichert. Es kann sich also bei der

„Probenaufgabe/Probenaufnahme“ um eine „Probenplatte“ mit einer ebenen Oberfläche handeln oder um eine beispielsweise tellerförmige Probenaufnahme, die sich von der Probenplatte durch eine gewisse Randerhebung unterscheidet. Eine „Probenplatte“ eignet sich beispielsweise für festes Probenmaterial, während sich beispielsweise für eine eher zähflüssige Probe in diesem Sinne eine „Probenaufnahme“ eignet.

[0037] Das erfindungsgemäße Verfahren lässt sich vorteilhaft gestalten, indem das Probenmaterial auf einer Probenaufgabe/Probenaufnahme im Mikrowellenraum angeordnet wird. Dadurch wird ermöglicht, den oberen Halbraum um das Probenmaterial herum frei von Festkörpern zu halten. Durch diesen so gebildeten Freiraum wird die Bildung eines Hitzestaus vermieden. Auch dies trägt somit zur Verkürzung der Reaktionszeit bei der Temperaturanpassung des Probenmaterials aufgrund einer Änderung der Intensität der eingestrahelten Mikrowellenstrahlung bei. Dies gilt natürlich für jeden Festkörper, unabhängig von dessen mikrowellenabsorbierender Eigenschaft. Insbesondere muss also beispielsweise kein „topfförmiger“ Körper, etwa in Form von Seitenwänden eines Probenbehälters um das Probenmaterial herum vorgesehen werden. (Auch für diesen Freiraum könnte in Analogie zu den obigen Ausführungen eine Angabe über eine minimale Vertikalerstreckung gemacht werden.)

[0038] Das Probenmaterial kann in direktem Kontakt mit dem Heizelement stehen oder aber in indirektem. Beispielsweise kann eine Probenaufgabe/Probenaufnahme selbst als Heizelement vorgesehen sein, auf der direkt das Probenmaterial angeordnet wird. In diesem Fall findet die Wärmeleitung direkt zwischen dem Heizelement in Form der Probenaufgabe/Probenaufnahme und dem Probenmaterial statt. Die Kontaktfläche, über die die Wärmeleitung erfolgt, ist in diesem Fall vergleichsweise groß (sozusagen „maximal“), weil sie sich über die gesamte Auflagefläche des Probenmaterials erstreckt.

[0039] Bei direktem Wärmeleitkontakt zwischen dem Heizelement und dem Probenmaterial ist eine große Kontaktfläche zur Wärmeleitung hinsichtlich einer schnellen Erwärmung offensichtlich vorteilhaft. Allerdings ist andererseits zu berücksichtigen, dass bedingt durch diese „große“ Kontaktfläche bei einer Reduktion der Mikrowelleneinstrahlung ein „Nachheiz-Effekt“ durch Abgabe der in dem Heizelement gespeicherten Wärme an das Probenmaterial ebenfalls vergleichsweise groß ist, so dass also eine Temperaturanpassung des Probenmaterials in diesem Fall entsprechend verzögert wird.

[0040] Vorteilhaft wird das Probenmaterial im Mikrowellenraum auf einer Probenaufgabe/Probenaufnahme aus im Wesentlichen mikrowellendurchlässigem

Material angeordnet. Dadurch lässt sich die Form der Probenaufgabe/Probenaufnahme unabhängig vom Heizelement optimieren, also insbesondere eine entsprechende Oberflächenvergrößerung für das aufzunehmende Probenmaterial erzielen.

[0041] Es kann also vorteilhaft eine Probenaufgabe/Probenaufnahme aus im Wesentlichen mikrowellendurchlässigem Material vorgesehen sein, auf der das Probenmaterial angeordnet wird, wobei diese Probenaufgabe/Probenaufnahme andererseits in direktem oder indirektem Wärmeleitkontakt mit dem Heizelement steht, so dass das Probenmaterial in indirektem Wärmeleitkontakt zu dem Heizelement steht. Das Heizelement kann dadurch unabhängig von der Probenaufgabe/Probenaufnahme hinsichtlich seiner Wärmekapazität optimiert werden, also insbesondere derart dimensioniert werden, dass im Sinne der obigen Darstellungen eine besonders rasche Temperaturanpassung ermöglicht wird.

[0042] Vorteilhaft wird ein direkter Kontakt zwischen dem Heizelement und der Probenaufgabe/Probenaufnahme hergestellt, weil dies wiederum hinsichtlich einer möglichst raschen Temperaturanpassung vorteilhaft ist. Beispielsweise kann das Heizelement unterhalb der Probenaufgabe/Probenaufnahme vorgesehen werden und die Probenaufgabe/Probenaufnahme beispielsweise einfach auf dem Heizelement angeordnet werden. In diesem Fall kann durch die Formgebung der Probenaufgabe/Probenaufnahme einerseits und des Heizelements andererseits die Größe der Kontaktfläche zur Wärmeleitung praktisch frei gewählt werden, so dass auf diese Weise der Wärmeleiteffekt beeinflusst werden kann.

[0043] Beispielsweise kann die Kontaktfläche zwischen der Probenaufgabe/Probenaufnahme und dem Heizelement vorteilhaft etwa ringförmig gestaltet werden. In diesem Fall legt die Wärme bei einer Wärmeabgabe des Heizelementes nur kurze Ausbreitungswege zu dem Probenmaterial zurück, so dass die Erwärmung schnell erfolgt. Bei einer Reduktion der Temperaturzunahme bzw. bei einer Temperaturabnahme des Heizelementes ist andererseits der „unerwünschte“ Nachheizeffekt vergleichsweise gering, da aufgrund der ringförmigen Gestaltung die Kontaktfläche und damit der Wärmeleiteffekt vergleichsweise gering ist.

[0044] Dementsprechend ist in diesem Fall das Material der Probenaufgabe/Probenaufnahme also „im Wesentlichen“ mikrowellendurchlässig in dem Sinne, dass die Erwärmung des Heizelements bei Mikrowellenbestrahlung jedenfalls merklich schneller erfolgt als die Erwärmung der Probenaufgabe/Probenaufnahme.

[0045] Die Probenaufgabe/Probenaufnahme soll die über die Kontaktfläche aufgenommene Wärme rasch

an das Probenmaterial weitergeben, so dass insoweit ein Material mit guter wärmeleitender Eigenschaft besonders gut geeignet ist. Beispielsweise kann hierfür eine Probenaufgabe/Probenaufnahme vorgesehen sein, die zumindest teilweise aus Glasfaser- und/oder Quarzfasermaterial besteht.

[0046] Vorteilhaft wird die Temperatur des Probenmaterials oder des Heizelements bzw. der Probenaufgabe/Probenaufnahme erfasst. Weiterhin vorteilhaft erfolgt dabei die Temperaturerfassung während des Mikrowelleneintrags in den Mikrowellenraum wiederholt. Auf der Basis dieser Temperaturmessung kann eine Temperaturkurve angefertigt werden. Aufgrund der schnellen Temperaturanpassung kann bei einer Erfassung der Temperatur des Heizelements davon ausgegangen werden, dass diese Temperatur quasi repräsentativ für die Temperatur des Probenmaterials ist.

[0047] Vorteilhaft wird dann die Intensität der Mikrowellenbestrahlung in Abhängigkeit der erfassten Temperatur geregelt.

[0048] Vorteilhaft erfolgt im Mikrowellenraum ein Luftdurchsatz. Dadurch wird beispielsweise eine Entfernung von Feuchtigkeit oder Lösemitteldämpfen ermöglicht.

[0049] Gemäß einem weiteren Aspekt der Erfindung ist eine Vorrichtung zum Erwärmen von Probenmaterial vorgesehen, die einen Mikrowellenraum und eine in diesem zur Aufnahme des Probenmaterials angeordnete Probenaufgabe/Probenaufnahme aufweist. Weiterhin weist die Vorrichtung ein mikrowellenabsorbierendes Heizelement auf, das in direktem oder indirektem Wärmeleitkontakt mit der Probenaufgabe/Probenaufnahme steht. Dabei erstreckt sich das Heizelement im Wesentlichen nicht über das Niveau der Probenaufgabe/Probenaufnahme oder gegebenenfalls des darauf befindlichen Probenmaterials.

[0050] Die Probenaufgabe/Probenaufnahme und das Heizelement können einstückig oder zweistückig ausgebildet sein. Vorteilhaft ist jedoch im Allgemeinen eine zweistückige Ausführungsform, weil in diesem Fall für das Heizelement und für die Probenaufgabe/Probenaufnahme einfach unterschiedliche Materialien gewählt werden können. Vorteilhaft besteht die Probenaufgabe/Probenaufnahme aus einem im Wesentlichen mikrowellendurchlässigen Material.

[0051] Insbesondere kann in diesem Fall für die Probenaufgabe/Probenaufnahme ein Material gewählt werden, das die Wärme vergleichsweise gut leitet (wegen der oben dargestellten Zusammenhänge) und zudem möglichst inert ist, so dass unerwünschte Reaktionen mit dem aufliegenden Probenmaterial quasi ausgeschlossen werden können.

[0052] Außerdem kann für die Probenaufgabe/Probenaufnahme ein Material gewählt werden, das vergleichsweise schlecht Wärme speichert, also eine vergleichsweise geringe Wärmekapazität aufweist, so dass auch dadurch eine Temperaturabnahme bzw. eine Reduktion einer Temperaturzunahme besonders rasch erfolgen kann und somit eine schnelle und gut kontrollierbare Temperaturregelung unterstützt wird. Als Material eignet sich hierfür beispielsweise Glasfaser und/oder Quarzfaser besonders gut.

[0053] Vorteilhaft besteht die Probenaufgabe/Probenaufnahme zumindest teilweise aus einem Material, das folgende Eigenschaften hat: (i) es ist chemisch möglichst inert, um nicht mit dem aufliegenden Probenmaterial in unerwünschte Wechselwirkung zu treten, (ii) es ist in dem bei der Behandlung vorgesehenen Temperaturbereich wärmebeständig, und (iii) aus den oben angeführten Gründen ist es bei geringerer Wärmekapazität gut wärmeleitend. In diesem Sinn eignet sich das genannte Glasfaser- und/oder Quarzfasermaterial in besonderem Maße.

[0054] Vorzugsweise sind die Probenaufgabe/Probenaufnahme und das Heizelement im Mikrowellenraum derart frei angeordnet, dass die Probenaufgabe/Probenaufnahme zumindest im Wesentlichen seitlich und oberhalb nicht von mikrowellenabsorbierendem Material umgeben ist. Dies führt dazu, dass eine Veränderung der vom Magnetron ausgestrahlten Intensität unmittelbar, also insbesondere ohne zeitliche Verzögerung und ungeschwächt, eine entsprechende Veränderung der auf das Heizelement einfallenden Mikrowellenstrahlung zur Folge hat. Auch dadurch wird ein besonders schnelles Ansprechen des Temperaturverhaltens bei Veränderung der Mikrowellenstrahlung begünstigt.

[0055] Es ist also diesbezüglich insbesondere von Vorteil, wenn um die Anordnung Probenaufgabe/Probenaufnahme/Heizelement herum kein Probenbehälter oder ähnliches aus einem Material angeordnet ist, das zumindest teilweise Mikrowellen absorbiert.

[0056] Außerdem kann bei einer entsprechend freistehenden Anordnung die vom Mikrowellenstrahler kommende Mikrowellenstrahlung ungeschwächt in das Material des Probenplattenhalters eindringen und auf diese Weise eine besonders schnelle Erwärmung hervorrufen.

[0057] Vorzugsweise sollte also das Heizelement derart im Mikrowellenraum angeordnet sein, dass seine Oberfläche zumindest teilweise direkt der Mikrowellenstrahlung ausgesetzt ist, die entweder direkt vom Mikrowellenstrahler stammt oder beispielsweise einmal (so gut wie verlustfrei) an einer der Innenwände des Mikrowellenraums reflektiert worden ist.

[0058] Weiterhin ist in dem Mikrowellenraum vorteilhaft im oberen Halbraum um das Probenmaterial ein Freiraum gebildet, so dass sich kein Hitzestau ausbilden kann.

[0059] Bei der Wahl des Materials für das Heizelement sollte im Sinne der obigen Ausführungen darauf geachtet werden, dass das Material entsprechend nennenswerte Absorptionseigenschaften bezüglich Mikrowellenstrahlung aufweist. Bei sehr geringer oder allzu geringer Absorptionsfähigkeit des Materials kann sich der gewünschte schnelle Erwärmungseffekt nicht ausbilden, weil dann die Erwärmung des Heizelements bei Mikrowellenbestrahlung zu langsam erfolgt. Wie dem Fachmann bekannt ist, sind die absorbierenden Eigenschaften von verschiedenen Faktoren abhängig, wie z. B. insbesondere vom Material selbst, von der Wellenlänge (bzw. den Wellenlängen) der einfallenden Strahlung und von der Temperatur.

[0060] Vorteilhaft besteht das Heizelement aus einem Halbleitermaterial bzw. aus einem Isolator-Material mit darin fein verteiltem leitenden Material, bevorzugt zumindest teilweise aus Siliziumcarbid. Dieses Material ist sehr temperaturbeständig, beispielsweise können dabei Systemtemperaturen zwischen Raumtemperatur und 1400°C erreicht werden.

[0061] Vorteilhaft besteht das Heizelement aus einem inerten Material.

[0062] Vorteilhaft ist das Heizelement zumindest im Wesentlichen hülsen- oder ringartig oder zylindrisch geformt. Dies ermöglicht bei insgesamt materialsparender Ausführung eine gute und stabile Auflagefläche für die Probenaufgabe/Probenaufnahme und erlaubt darüber hinaus, die Kontaktfläche zur Wärmeleitung mit geeigneter Größe zu gestalten.

[0063] Eine in etwa ringförmige Kontaktfläche, wie sie sich bei einer im Wesentlichen ring- oder hülsenartigen oder zylindrischen Form des Heizelements ergibt, ist dabei besonders vorteilhaft, weil in diesem Fall der Wärmestrom nur vergleichsweise kurze Ausbreitungswege zurücklegen muss, um das gesamte Volumen der Probenaufgabe/Probenaufnahme zu durchdringen. Dadurch wird wiederum eine besonders rasche Ausbreitung der Wärme ermöglicht. Beispielsweise kann also vorgesehen sein, dass die Probenaufgabe/Probenaufnahme im Horizontalschnitt etwa kreisförmig ist und die Kontaktfläche zwischen dem Heizelement und der Probenaufgabe/Probenaufnahme ringförmig vorgesehen ist, wobei dieser Ring im Wesentlichen zentrisch bezüglich der Probenaufgabe/Probenaufnahme ist und einen mittleren Radius aufweist, der etwa dem halben Radius der Probenaufgabe/Probenaufnahme entspricht.

[0064] Vorteilhaft ist das Heizelement zumindest in

seinem unteren Bereich konisch geformt. Beispielsweise kann es nach unten verjüngend ausgebildet sein, so dass einerseits oben eine vergleichsweise stabile Auflagefläche für die Probenaufgabe/Probenaufnahme gebildet werden kann und andererseits unten ein Einsetzen in eine Aufnahmeöffnung eines Magazins oder dergleichen besonders leicht möglich ist.

[0065] Vorteilhaft ist das Heizelement als eine Tiegelhülse ausgebildet.

[0066] Vorteilhaft weist die Vorrichtung weiterhin eine Temperaturmessenrichtung zur Erfassung der Temperatur von auf der Probenaufgabe/Probenaufnahme befindlichem Probenmaterial und/oder zur Erfassung der Temperatur der Probenaufgabe/Probenaufnahme und/oder zur Erfassung der Temperatur des Heizelements auf.

[0067] Vorteilhaft umfasst die Temperaturmessenrichtung einen Infrarotsensor. Damit kann berührungslos die Temperatur schnell erfasst werden. Dadurch kann der Temperaturverlauf quasi ohne Zeitverlust kontrolliert werden.

[0068] Mit einem derartigen Infrarotsensor kann die Temperatur quasi permanent, also beispielsweise in kurzen zeitlichen Abständen, erfasst werden, was insbesondere in Zusammenhang mit der möglichen schnellen Temperaturänderung von Vorteil ist. Die Ergebnisse einer derartigen Temperaturmessung können unterstützend hinsichtlich einer besonders zuverlässigen Regelung des Temperaturverlaufs wirken, insbesondere, weil bei etwaigen Abweichungen von Sollwerten eine sofortige Gegensteuerung in Form einer Änderung der Intensität der Mikrowellenstrahlung erfolgen kann.

[0069] Vorteilhaft weist die Vorrichtung weiterhin ein Mittel zur Erzeugung eines Luftdurchsatzes in dem Mikrowellenraum auf. Die Mittel können beispielsweise eine Absaugvorrichtung zur Entfernung von Feuchtigkeit und/oder Dampf, beispielsweise Lösungsmitteldampf, aus dem Behandlungsraum umfassen. Beispielsweise kann vorgesehen sein, dass die Absaugvorrichtung hierfür einen entsprechenden Luftdurchsatz zur Abschirmung des Behandlungsraums erzeugt.

[0070] Vorteilhaft weist die Vorrichtung einen im Mikrowellenraum angeordneten „Probenteller“ oder ein „Magazin“ oder dergleichen zur Aufnahme des Heizelements auf. Dieses Magazin kann insbesondere auch zur Aufnahme von mehreren Heizelementen vorgesehen sein. Vorteilhaft kann das Magazin hierzu wenigstens eine Aufnahmeöffnung zum Einsetzen des Heizelements aufweisen. Eine konische Formgebung des Heizelements ist in dieser Hinsicht vorteilhaft, weil es einfach von oben in eine derartige Auf-

nahmeöffnung eingesetzt werden kann.

[0071] Das Magazin kann aus einem mikrowellentransparenten Material gefertigt sein. Allerdings ist es alternativ auch möglich, das Magazin selbst als „Heizelement“ im obigen Sinne auszubilden, also insbesondere hierfür ein Material mit entsprechend mikrowellenabsorbierenden Eigenschaften zu wählen.

[0072] Vorteilhaft ist das Magazin drehbar im Behandlungsraum angeordnet. Durch eine Drehung wird das Heizelement im Allgemeinen durch Raumbereiche geführt, die mehr oder weniger stark von Mikrowellenstrahlung durchsetzt sind, so dass insgesamt eine gleichmäßige Erwärmung gewährleistet wird.

[0073] Vorteilhaft ist der Mikrowellenraum innenseitig mit einem Isoliermaterial geschützt. Dies kann beispielsweise zum Schutz eines Mikrowellen-Metallgehäuses vorgesehen sein. Das Isoliermaterial ist vorteilhaft mikrowellendurchlässig und beispielsweise unmittelbar auf metallischen Innenwänden des Mikrowellenraums angebracht.

[0074] Gemäß einem weiteren Aspekt der Erfindung ist eine Vorrichtung zum Erwärmen von Probenmaterial vorgesehen. Die Vorrichtung umfasst einen Mikrowellenraum und einen in dem Mikrowellenraum angeordneten, beispielsweise mikrowellendurchlässigen Tiegel zur Aufnahme des Probenmaterials. Weiterhin umfasst die Vorrichtung eine mikrowellenabsorbierende Hülse zur Aufnahme des Tiegels. Die Hülse kann als Heizelement im Sinne der obigen Ausführungen vorgesehen sein.

[0075] Gemäß einem weiteren Aspekt der Erfindung ist eine Vorrichtung zum Erwärmen von Probenmaterial vorgesehen. Die Vorrichtung weist einen Mikrowellenraum auf und einen Probenteller, der in dem Mikrowellenraum angeordnet ist. Der Probenteller kann beispielsweise in Form eines Magazins vorgesehen sein. Der Probenteller weist wenigstens einen definierten Stellplatz für ein Heizelement auf. Der Stellplatz kann beispielsweise durch eine Öffnung oder „Aufnahmeöffnung“ in dem Probenteller vorgesehen sein. Das Heizelement besteht aus mikrowellenabsorbierendem Material und ist zur direkten oder indirekten Kontaktierung mit dem Probenmaterial ausgebildet. Das Heizelement ist in den Stellplatz beispielsweise von oben einstellbar.

[0076] Das Heizelement kann in Form eines Tiegels, einer Hülse oder einer Tiegelhülse vorgesehen sein.

[0077] Gemäß einem weiteren Aspekt der Erfindung ist ein Verfahren zum Erwärmen von Probenmaterial vorgesehen, das folgende Schritte aufweist: Anordnen des Probenmaterials bezüglich wenig-

tens eines Heizelements aus mikrowellenabsorbierendem Material derart, dass das Probenmaterial in direktem oder indirektem Wärmeleitkontakt zu dem Heizelement steht; Einstellen des Heizelements, beispielsweise von oben in einen dafür vorgesehenen Stellplatz eines Probentellers; Anordnen des Probentellers, des Heizelements und des Probenmaterials in einem Mikrowellenraum; und Eintrag von Mikrowellen zur Erwärmung des Heizelements.

[0078] Weitere Merkmale, Vorteile und Eigenschaften sollen nunmehr anhand einer detaillierten Beschreibung eines Ausführungsbeispiels und mit Bezug auf die Figuren der beigefügten Zeichnungen erläutert werden. Es zeigen:

[0079] [Fig. 1](#) einen schematischen Querschnitt durch ein Heizelement und eine Probenplatte, eingesetzt in ein Magazin oder einen Probenteller, und

[0080] [Fig. 2](#) einen schematischen Querschnitt durch ein Probenwechslersystem mit einem Heizelement, eingesetzt in ein Magazin und mit einem Infrarot-Temperaturmessgerät.

[0081] [Fig. 1](#) zeigt einen schematischen Querschnitt durch ein Heizelement, das gemäß diesem Ausführungsbeispiel als Tiegelhülse **2** ausgestaltet ist und eine Probenaufgabe/Probenaufnahme in Form einer „Probenplatte“ oder eines „Probenträgers“ **5**, der oben auf der Tiegelhülse **2** angeordnet ist und zum Auflegen von Probenmaterial **1** dient. In diesem Sinne dient gemäß diesem Ausführungsbeispiel das Heizelement auch als „Probenplattenhalter“. Die Tiegelhülse **2** ist in [Fig. 1](#) in einer Aufnahmeöffnung **20** eines (nur teilweise gezeigten) Magazins **4** aufgenommen bzw. eingesetzt dargestellt.

[0082] Das Magazin **4** stellt hierbei einen Probenteller dar und durch die Aufnahmeöffnung **20** in dem Magazin **4** bzw. dem Probenteller wird ein definierter Stellplatz für die Tiegelhülse **2** bzw. das Heizelement in dem Magazin **4** bzw. in dem Probenteller gebildet.

[0083] Das Heizelement bzw. die Tiegelhülse **2** ist gemäß diesem Ausführungsbeispiel von oben in die Aufnahmeöffnung **20** einstellbar oder einsetzbar. Es kann jedoch auch vorgesehen sein, dass das Heizelement auf andere Weise in die vorgesehene Position an dem Stellplatz gebracht wird, beispielsweise durch seitliches Einschieben. In diesem Fall kann die Aufnahmeöffnung beispielsweise in Form einer U-förmigen Aussparung vorgesehen sein, die sich vom Rand des Probentellers einwärts erstreckt.

[0084] Die Tiegelhülse **2** besteht aus einem mikrowellenabsorbierenden Material, der Probenträger **5** aus einem zumindest im Wesentlichen mikrowellendurchlässigen Material. Tiegelhülse **2** und Probenträger **5** sind dafür vorgesehen, in einem (in [Fig. 1](#) nicht

dargestellten) Mikrowellenraum oder Behandlungsraum verwendet zu werden, der Teil einer Vorrichtung zum Behandeln von Probenmaterial ist. Der Behandlungsraum kann dabei mit einem Mikrowellenstrahler, also beispielsweise mit einem Magnetron bestrahlt werden.

[0085] Wird die Tiegelhülse **2** im Behandlungsraum einer Mikrowellenbestrahlung ausgesetzt, so erwärmt sie sich aufgrund ihrer mikrowellenabsorbierenden Eigenschaft. Die Wärme wird über die ringförmige Berührungs- oder Kontaktfläche mit dem Probenträger **5** durch Wärmeleitung an letzteren weitergegeben, so dass sich der Probenträger **5** erwärmt und seinerseits die Wärme an ein auf dem Probenträger **5** befindliches Probenmaterial **1** weiterleitet. Das System eignet sich also insbesondere für Probenmaterial **1**, das selbst nicht oder nur unwesentlich mikrowellenabsorbierend ist.

[0086] Die Tiegelhülse **2** besteht also aus einem mikrowellenabsorbierenden Material, beispielsweise aus einem keramischen Material mit darin eingelagertem elektrisch leitendem Material, beispielsweise aus Siliziumkarbid. Vorteilhaft ist es, wenn das Material vergleichsweise „gute“ mikrowellenabsorbierende Eigenschaften hat, weil dann eine rasche Temperaturzunahme bei Bestrahlung erfolgen kann. Dies ist hinsichtlich der Möglichkeit einer raschen Temperatursteuerung, durch Veränderung der Intensität der Mikrowelleneinstrahlung in den Behandlungsraum, besonders vorteilhaft. Beispielsweise kann vorgesehen sein, dass die bei der betreffenden Behandlung verwendete Mikrowellenstrahlung zu mindestens 50% von der Tiegelhülse **2** absorbiert wird.

[0087] Der Probenträger **5** kann bei der erfindungsgemäßen Anordnung zur Vergrößerung der Oberfläche beitragen, so dass die Auflagefläche des Probenträgers **5** genau an die Menge des vorgesehenen Probenmaterials **1** angepasst werden kann. Gemäß den obigen Darstellungen ist es hinsichtlich der Wahl des Materials des Probenträger **5** günstig, ein Material zu wählen, das die Wärme gut leitet und bei Reduktion der Wärmezufuhr schnell reagiert, also eine vergleichsweise geringe Wärmekapazität aufweist. Darüber hinaus muss das Material natürlich dem vorgesehenen Temperaturbereich des Systems entsprechend standhalten. Beispielsweise eignet sich hierfür Glas- und/oder Quarzfasermaterial in besonderem Maße.

[0088] Hinsichtlich des Materials von Probenträger **5** und Tiegelhülse **2** ist es weiterhin vorteilhaft, wenn ein möglichst inertes Material gewählt wird, um unerwünschte Wechselwirkungen mit dem zu behandelnden Probenmaterial **1** zu verhindern. Auch in dieser Hinsicht sind die beispielhaft angegebenen speziellen Materialien, also Siliziumkarbid und Glas-/Quarzfaser vorteilhaft.

[0089] Mit den genannten speziellen Materialien der Tiegelhülse **2** und des Probenträgers **5** gemäß dem hier dargestellten Ausführungsbeispiel lässt sich ein Temperaturbereich des Systems handhaben, der beispielsweise zwischen Raumtemperatur und 1400°C liegt. Die Obergrenze dieses Temperaturbereichs ist dabei insbesondere durch die spezielle Wahl des Materials der Tiegelhülse **2** besonders gut beeinflussbar.

[0090] Durch die Hülsenform der Tiegelhülse **2** ergeben sich insbesondere folgende Vorteile:

(i) Durch die Hülsenform der Tiegelhülse **2** weist diese eine verhältnismäßig geringe Materialmenge auf, was eine verhältnismäßig geringe Wärmekapazität der Tiegelhülse **2** mit sich bringt. Dies ermöglicht, dass eine Erwärmung der Tiegelhülse **2** bei Mikrowellenbestrahlung rasch erfolgt und außerdem eine Reduktion der Temperaturzunahme bzw. eine Temperaturabnahme der Tiegelhülse **2**, verursacht durch eine entsprechende Reduktion der Intensität der Mikrowellenstrahlung, ebenfalls besonders schnell erfolgt. Diese Eigenschaften ermöglichen also ein besonders schnelles „Ansprechen“ der Temperatur der Tiegelhülse **2** bei Veränderung der Mikrowellenbestrahlung und somit eine besonders präzise kontrollierbare Temperatursteuerung, die zudem besonders schnell anspricht.

(ii) Durch die Hülsenform kann eine in etwa ringförmige Kontaktfläche zwischen der Tiegelhülse **2** und dem Probenträger **5** gebildet werden. Wenn der Probenträger **5** dabei beispielsweise im Horizontalschnitt etwa kreisförmig geformt ist, kann diese ringförmige Kontaktfläche etwa in einem Bereich vorgesehen sein, der sich um den halben Radius des Probenträgers **5** herum erstreckt. Auf diese Weise kann sich die Wärme von der Tiegelhülse **2** auf den Probenträger **5** besonders rasch weiterleiten, weil sie im Volumen des Probenträgers **5** nur verhältnismäßig kurze Wege zurücklegen muss. Bei Reduktion der Temperaturzufuhr kann sich andererseits die Temperatur des Probenträgers **5** verhältnismäßig rasch anpassen, weil keine im Verhältnis zum Probenträger **5** großflächige Kontaktfläche gebildet ist, über die noch nennenswert nachwirkend Wärme von der Tiegelhülse **2** an den Probenträger **5** weitergeleitet werden würde. Somit wird eine rasche und kontrollierte Temperatursteuerung auch hierdurch begünstigt.

[0091] In [Fig. 2](#) ist eine schematische Darstellung der erfindungsgemäßen Vorrichtung gezeigt. In einem Mikrowellenraum **70** befindet sich ein Magazin **4** (oder „Probenteller“) mit Aufnahmeöffnungen **20**, in die Tiegelhülsen eingesetzt werden können. Das Magazin kann dabei Teil eines Probenwechslers bzw. Probenwechslersystems sein.

[0092] Zu erkennen sind zwei Tiegelhülsen **2**, von

denen eine in die – mit Bezug auf [Fig. 2](#) – rechte Aufnahmeöffnung des Magazins **4** eingesetzt ist. In der linken der Aufnahmeöffnungen **20** ist schematisch eine weitere eingesetzte Tiegelhülse **2** dargestellt, auf der eine Probenplatte **5** aufgelegt ist, auf der sich Probenmaterial **1** befindet. Durch die konische Außenform der Tiegelhülse **2** kann diese in einfacher Weise in die Aufnahmeöffnung **20** des Magazins **4** von oben eingesetzt werden. Bzgl. alternativer Stellplatzausgestaltungen (beispielsweise „Stellplatz mit seitlichem Einschub“) wird auf die diesbezüglichen Ausführungen weiter oben verwiesen.

[0093] In [Fig. 2](#) sind der Einfachheit und der besseren Übersichtlichkeit halber nur zwei Tiegelhälsen **2** und eine Probenplatte **5** eingezeichnet. In der Praxis kann natürlich vorgesehen sein, in jeder der Aufnahmeöffnungen **20** des Magazins **4** jeweils eine Tiegelhülse **2** mit einer darauf angeordneten Probenplatte **5** vorzusehen.

[0094] Besonders vorteilhaft ist es, wenn der Probenträger **5** und die Tiegelhülse **2** derart frei im Behandlungsraum **70** angeordnet sind, dass die von dem Mikrowellenstrahler **7** erzeugte Mikrowellenstrahlen auf dem Weg zur Tiegelhülse **2** nicht von mikrowellenabsorbierendem Material geschwächt wird. Insbesondere ist es daher günstig, wenn die Tiegelhülse **2** beispielsweise in einem seitlichen und oberen Bereich frei von irgendwelchen mikrowellenabsorbierenden Teilen ist.

[0095] Weiterhin ist es besonders vorteilhaft, wenn sich oberhalb des Niveaus des Probenmaterials **1** keinerlei Teile befinden, durch die sich ein Hitzestau um das Probenmaterial herum ausbilden könnte. Ein derartiger Hitzestau würde dazu führen, dass eine gewünschte Reduzierung der Temperatur (oder Temperaturzunahme) des Probenmaterials nur stark zeitverzögert erfolgen könnte. Beispielsweise kann also vorgesehen sein, dass oberhalb des Niveaus des Probenmaterials – so wie in [Fig. 2](#) dargestellt – keinerlei Teile angeordnet sind.

[0096] Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens zum Erwärmen von Probenmaterial **1** gemäß diesem Ausführungsbeispiel wird also das Probenmaterial **1** in dem Mikrowellenraum **70** auf der Probenplatte **5** angeordnet und diese auf der Tiegelhülse **2**, die als indirektes Heizelement dient.

[0097] Anschließend wird das Magnetron **7** eingeschaltet, so dass Mikrowellen in den Mikrowellenraum **70** eingestrahlt werden. Aufgrund der Absorptionseigenschaft der Tiegelhülse **2** erwärmt sich diese und gibt über die ringförmige Kontaktfläche die Wärme an die Probenplatte **5** weiter. Diese erwärmt sich aufgrund ihrer guten wärmeleitenden Eigenschaften schnell und gibt die Wärme wiederum an das Probenmaterial **1** weiter.

[0098] Bei einer Reduktion der Intensität der eingestrahnten Mikrowellenstrahlung reduziert sich die Temperatur der Tiegelhülse **2** aufgrund der vergleichsweise geringen Wärmekapazität derselben rasch. Die Wärmewiedergabe an die Probenplatte **5** über die vergleichsweise kleine, ringförmige Kontaktfläche reduziert sich ebenfalls rasch, was wiederum dazu führt, dass sich die Temperatur des Probenmaterials entsprechend schnell anpasst.

[0099] Insgesamt erlaubt also die Anordnung bzw. das entsprechende Verfahren, durch Änderung der Intensität des Magnetrons eine präzise und schnell ansprechende Temperaturregelung der Temperatur des Probenmaterials. Eine vorgegebene Reaktionskurve kann also entsprechend genau verfolgt werden. Insgesamt wird dadurch mit der Erfindung eine erhebliche Qualitätssteigerung bei entsprechenden Probenbehandlungen ermöglicht.

[0100] Das Magazin **4** befindet sich also in einem Behandlungs- oder Mikrowellenraum **70**, in den mittels eines Magnetrons **7** Mikrowellenstrahlung eingestrahlt werden kann. Der Boden **75** des Behandlungsraums **70** weist zwei Durchgriffsöffnungen **71**, **72** auf, wobei die erste Durchgriffsöffnung **71** für den Durchgriff einer Waage **3**, genauer gesagt für die entsprechende Halterung einer Aufnahmeplatte **35** der Waage **3** vorgesehen ist und die zweite Durchgriffsöffnung **72** für eine Halterung **74** des Magazins **4**.

[0101] Weiter mit Bezug auf [Fig. 2](#) ist bei diesem Ausführungsbeispiel ein Motor **61** zur Drehung des Magazins **4** über dessen Halterung **74** vorgesehen. Bei dem skizzierten Beispiel ist dieser Motor **61** auf einer Montageplatte **63** befestigt, die über eine Parallelführung **66** höhenbeweglich gelagert ist. Ein weiterer Motor **60** ist dabei zum Antrieb einer Exzenter-scheibe **62** vorgesehen, wobei die Exzenter-scheibe **62** von unten gegen die Montageplatte **63** einwirkt, so dass dadurch die Montageplatte **63** und somit auch das Magazin **4** höhenverstellbar sind. Auf diese Weise ist ein Hubsystem gebildet. Durch dieses Hubsystem kann das Magazin **4** aus der in [Fig. 2](#) skizzierten Position heraus derart abgesenkt werden, dass die Tiegelhülse **2** aufgrund ihrer konischen Außenform auf der Aufnahmeplatte **35** der Waage **3** frei zu stehen kommt, so dass das Gewicht der Tiegelhülse **2** mit gegebenenfalls darauf befindlichem Probenträger **5** mit Probenmaterial erfasst werden kann. Durch das Hubsystem wird also eine vertikale Relativbewegung zwischen dem Magazin **4** und der Tiegelhülse **2** hervorgerufen, durch die die Tiegelhülse **2** auf die Aufnahmeplatte **35** der Waage **3** positioniert wird.

[0102] Zur Ansteuerung der Motoren **60**, **61** kann vorteilhaft eine Steuereinheit **65** vorgesehen sein, die über Datenleitungen mit den Motoren **60**, **61** und auch der Waage **3** verbunden ist. Weiterhin ist die Steuereinheit **65** beispielsweise integrativ mit einem

Datensystem **40** verbunden, so dass eine Steuer- und Dateneinheit gebildet ist.

[0103] Die Steuerdaten, die sich auf den Motor **61** beziehen, enthalten dabei insbesondere eine Information über die Drehstellung des Proben Tellers **4** und damit eine Information darüber, welche Tiegelhülse **2** sich aktuell über der Waage **3** bzw. deren Auflagefläche **35** befindet. Somit dient diese Information zur Probenidentifizierung. Die Steuerdaten, die sich auf den Motor **60** beziehen, liefern eine Information über die Höheneinstellung des Proben Tellers **4** und somit eine Information, die sich auf einen Wiegevorgang der Tiegelhülse **2** mit der Waage **3** bezieht.

[0104] Zur Erfassung der Temperatur ist ein Infrarot-Temperatursensor **80** vorgesehen. Die Temperaturmessung kann beispielsweise auf der Wägeposition der Tiegelhülse **2** oder in unmittelbarer Nachbarschaft davon erfolgen. Der Temperatursensor **80** ist ebenfalls mit der Steuer- und Dateneinheit verbunden, so dass auch die gemessenen Temperaturwerte dort zur Verfügung stehen.

[0105] Innenseitig kann der Behandlungsraum **70** von einer mikrowellendurchlässigen Isolierschicht **90** geschützt sein.

[0106] Weiterhin kann eine (nicht dargestellte) Absaugvorrichtung vorgesehen sein. Dadurch können beispielsweise Feuchtigkeit und/oder Lösemitteldämpfe aus dem Behandlungsraum **70** durch Erzeugung eines entsprechenden Luftdurchsatzes abgesaugt werden.

[0107] Die in [Fig. 2](#) skizzierte Anordnung eignet sich in besonderem Maße zur Bestimmung von Trocken- oder Glührückstand von Probenmaterial. Dabei kann vorteilhaft wie folgt vorgegangen werden: Neben der Temperatur wird in kurzen zeitlichen Abständen jeweils mit der Waage **3** die Gewichtsänderung des entsprechenden Probenmaterials **1** erfasst. Aus dem Taragewicht der Tiegelhülse **2** und des Proben Trägers **5** und den Gewichtsverlusten aufgrund flüchtiger Anteile des Probenmaterials kann dann eine grafische und tabellarische Auswertung der sich verflüchtigen Teile erstellt werden. Auf dieser Grundlage kann eine besonders hochwertige Qualitätskontrolle erreicht werden, da unvorhergesehene Ereignisse, wie Verspritzen etc. von Probenmaterial direkt erkennbar sind und eine exakte Messung der Proben temperatur möglich ist.

[0108] Zur Steigerung der Leistungsfähigkeit bzw. der Genauigkeit kann vorgesehen sein, dass mehrere Waagen **3** verwendet werden.

[0109] Zusammen mit der schnellen Mikrowellen-Regelung können hierbei besonders schnelle Heizraten, Trocknung von Probenmaterial durch Mi-

krowellenabsorption sowie eine besonders zuverlässige Regelung durch eine direkte Verfolgung der vorgezeichneten Reaktionskurve erreicht werden.

[0110] Neben einer indirekten Trocknung von Probenmaterial eignet sich die Vorrichtung auch für eine direkte Trocknung, wenn ein Probenmaterial verwendet wird, das selbst mikrowellenabsorbierend ist.

[0111] Anstelle von mikrowellenabsorbierenden Tiegelhülsen **2** ist es auch möglich, den Proben teller bzw. das Magazin **4** aus einem mikrowellenabsorbierendem Material zu fertigen.

[0112] Außerdem ist zu erwähnen, dass die Tiegelhülsen **2** auch zusammen mit Standardtiegeln verwendet werden können, die in die Tiegelhülsen eingesetzt werden. Zur reinen Verflüchtigung von selbst mikrowellenabsorbierendem Probenmaterial können in diesem Fall auch Standardtiegel aus mikrowellentransparentem Material verwendet werden.

[0113] Die Vorteile der Erfindung können wie folgt zusammengefasst werden:

- Es ist eine besonders präzise und schnell ansprechende Regelung der Temperatur des Probenmaterials möglich.
- Es sind besonders schnelle Heizraten möglich.
- Die besonders schnell ansprechende Steuerung des Temperaturverlaufs bei der Verfolgung einer vorgegebenen Temperaturkurve ergibt sich sowohl bei Temperaturzunahme, als auch bei Temperaturabnahme bzw. Reduktion der Temperaturzunahme.
- Die Erfindung eignet sich beispielsweise zur Bestimmung von Trocken- und Glührückstand, wobei sich das Verfahren unter Nutzung eines Probenwechslersystems automatisiert durchführen lässt.

Bezugszeichenliste

1	Probenmaterial
2	Tiegelhülse
3	Waage
4	Magazin
5	Probenplatte
7	Magnetron
20	Aufnahmeöffnung
35	Aufnahmefläche der Waage
40	Datensystem
60	Motor zur Höhenverstellung des Magazins
61	Motor zur Drehung des Magazins
62	Exzentrerscheibe
63	Montageplatte
65	Steuereinheit

66	Parallelführung
70	Behandlungsraum bzw. Mikrowellenraum
71	erste Durchgriffsöffnung
72	zweite Durchgriffsöffnung
74	Halterung des Magazins
75	Boden des Behandlungsraums
90	Isolierschicht

Patentansprüche

1. Vorrichtung zum Erwärmen von Probenmaterial, aufweisend

– einen Mikrowellenraum (**70**),
 – einen in dem Mikrowellenraum (**70**) angeordneten Probensteller (**4**), wobei der Probensteller wenigstens einen definierten Stellplatz (**20**) für ein Heizelement (**2**) in Form eines Tiegels oder einer Hülse aufweist, wobei das Heizelement (**2**) aus mikrowellenabsorbierendem Material besteht und zur direkten oder indirekten Kontaktierung mit dem Probenmaterial (**1**) ausgebildet ist, und wobei das Heizelement (**2**) in den Stellplatz (**20**) einstellbar ist, wobei der Probensteller (**4**) aus im Wesentlichen mikrowellendurchlässigem Material besteht.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Heizelement (**2**) in den Stellplatz von oben einsetzbar ist oder oben auf den Stellplatz aufstellbar ist.

3. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Heizelement (**2**) aus einem Halbleitermaterial besteht.

4. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Heizelement (**2**) zumindest teilweise aus Siliziumcarbid besteht.

5. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Heizelement (**2**) aus einem inerten Material besteht.

6. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch eine Probenaufgabe/Probenaufnahme (**5**), wobei das Heizelement (**2**) eine Kontaktfläche (**85**) zur thermischen Kontaktierung mit der Probenaufgabe/Probenaufnahme (**5**) aufweist.

7. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Probenaufgabe/Probenaufnahme (**5**) eine plane Oberseite zur Aufnahme des Probenmaterials (**1**) aufweist.

8. Vorrichtung nach Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Probenaufgabe/Probenaufnahme (**5**) aus einem im Wesentlichen mikrowellendurchlässigen Material besteht.

9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 7 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Probenaufgabe/Probenaufnahme (**5**) zumindest teilweise aus Glasfaser- und/oder Quarzfasermaterial besteht.

10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 7 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Probenaufgabe/Probenaufnahme (**5**) aus einem inerten Material besteht.

11. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch eine Temperaturmessenrichtung zur direkten oder indirekten Erfassung der Temperatur des Probenmaterials (**1**).

12. Vorrichtung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperaturmessenrichtung einen Infrarotsensor (**80**) umfasst.

13. Vorrichtung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass der Probensteller (**4**) mit einem Drehmechanismus (**61**) verbunden ist, und der IR-Temperatursensor (**80**) auf dem Niveau des Heizelements (**2**) in der Wand des Mikrowellenraums (**70**) angeordnet ist.

14. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch Mittel (**3**) zur Erfassung des Gewichts des Probenmaterials (**1**).

15. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch eine Hubvorrichtung zur relativen Vertikalbewegung zwischen dem Probensteller (**4**) und dem Heizelement (**2**).

16. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch Mittel zum Luftdurchsatz in dem Mikrowellenraum (**70**).

17. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Mikrowellenraum (**70**) eine Isolierschicht (**90**) aus mikrowellendurchlässigem Material aufweist.

18. Verfahren zum Erwärmen von Probenmaterial, aufweisend folgende Schritte:

– Anordnen des Probenmaterials (**1**) bezüglich wenigstens eines Heizelements (**2**) in Form eines Tiegels oder einer Hülse aus mikrowellenabsorbierendem Material derart, dass das Probenmaterial (**1**) in direktem oder indirektem Wärmeleitkontakt zu dem Heizelement (**2**) steht,
 – Einstellen des Heizelements (**2**) in einen dafür vorgesehenen Stellplatz (**20**) eines Probenstellers (**4**),
 – Anordnen des Probenstellers (**4**), des Heizelements (**2**) und des Probenmaterials (**1**) in einem Mikrowellenraum (**70**), und
 – Eintrag von Mikrowellen zur Erwärmung des Heizelements (**2**), wobei der Probensteller (**4**) aus im We-

sentlichen mikrowellendurchlässigem Material besteht.

19. Verfahren nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, dass bei dem Schritt „Anordnen des Probenmaterials“ das Probenmaterial (1) auf eine Probenaufgabe/Probenaufnahme (5) aufgebracht wird und die Probenaufgabe/Probenaufnahme (5) in direkten Wärmeleitkontakt zu dem Heizelement (2) gebracht wird.

20. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 oder 19, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur des Probenmaterials (1) und/oder des Heizelements (2) erfasst wird.

21. Verfahren nach Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, dass die Intensität der Mikrowellenbestrahlung in Abhängigkeit von der erfassten Temperatur geregelt wird.

22. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 21, dadurch gekennzeichnet, dass das Gewicht des Probenmaterials (1) erfasst wird.

23. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 22, dadurch gekennzeichnet, dass in dem Mikrowellenraum (70) Luft durchgesetzt wird.

Es folgen 2 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

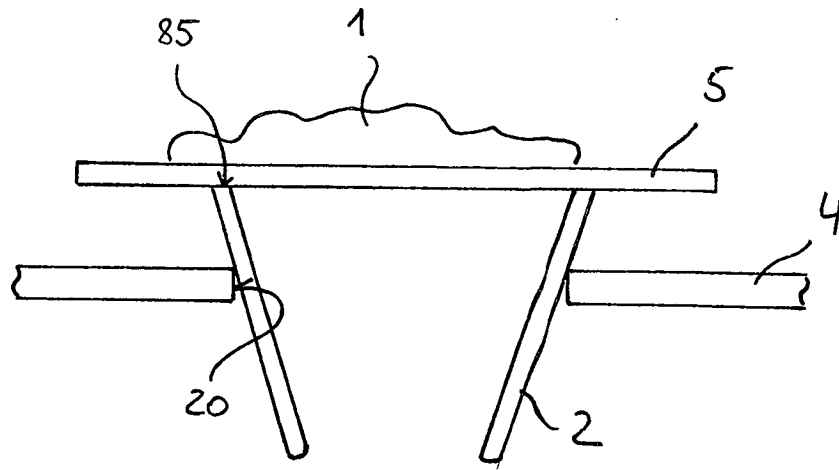


FIG. 1

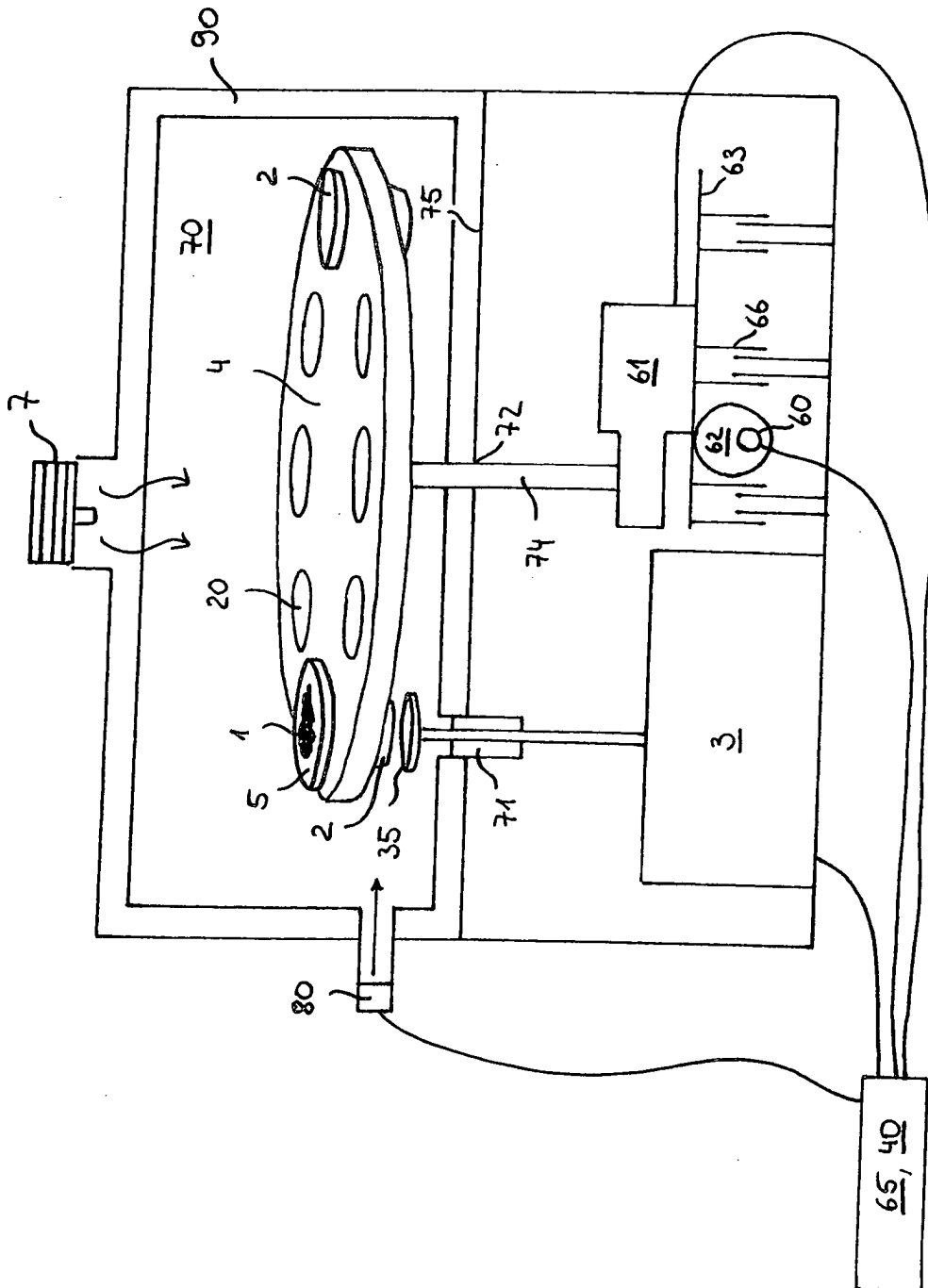


FIG. 2