

Procesos modernos para la digestión de materiales,

El Dr. Dieter Gutwerk

BERGHOF instrumentos GmbH, Harretstraße 1, 72800 Eningen, Alemania

¿Qué analista no desea para un método universal para procesar todas sus muestras? La digestión bajo presión representa tal procedimiento para las digestiones de muestras y es por lo tanto uno de los procedimientos de la preparación estándar empleados actualmente en la química analítica para la cuantificación de los elementos. El material se pone en un compartimiento sellado con una mezcla ácida y se calienta a una temperatura, típicamente entre 200 y 260°C, logrando una descomposición completa, dejando la muestra en solución.

La ventaja de este procedimiento, en comparación con la digestión abierta en dispositivos reutilizables o con la “placa caliente tradicional”, estriba en las altas temperaturas de trabajo que pueden ser alcanzadas. Mientras que en los sistemas abiertos estas temperaturas son limitadas por el punto de ebullición de la solución ácida, las temperaturas en la gama de 200 a 260°C se pueden alcanzar típicamente en recipientes sellados de digestión. Esto da lugar a una aceleración dramática de la cinética de la reacción, permitiendo que las reacciones de la digestión sean realizadas en cuestión de horas (digestión a presión usando las bombas de Tölg) o en menos de una hora (digestión por microonda). Es claro que en estos métodos el parámetro más significativo de la reacción es la temperatura, ésta es determinante en la calidad de la digestión, pero conlleva un efecto colateral, el incremento de la presión dentro del recipiente y por lo tanto un punto a tener en cuenta en cuanto a la seguridad. Por lo tanto, la presión debe también ser considerada en última instancia.

Estos efectos son independientes del método de calefacción. La siguiente es una mera discusión de las diferencias entre, y áreas de aplicación de, dos posibles métodos prácticos.

La digestión a presión en bombas “Tölg” [1]:



Cuadro 1: Sistema de la digestión a presión del acero inoxidable con un regulador del bloque y de la temperatura de la calefacción de 12 muestras

son capaces de soportar así como la rampa lenta de calefacción. En todo caso, la seguridad es garantizada por un dispositivo apropiadamente dimensionado para la liberación de la presión.

Más de 30 años han pasado desde que BERGHOF introdujo una serie de productos basados en el método de digestión a presión desarrollado por el profesor Tölg [1]. Desde entonces, BERGHOF ha distribuido estos recipientes de digestión a presión de acero inoxidable con envases internos (liner) fabricados en TFMTM PTFE bajo el nombre comercial, “DigesTec”. Los recipientes están disponibles en una variedad de capacidades que van de 25 a 250ml, con presión de funcionamiento máxima de 200 Bar (aprox. 2900 psi) y temperatura de funcionamiento máxima de 260°C. Por razones de seguridad, la calefacción ocurre en bloques especiales y no en hornos de secado. Por lo tanto, la digestión se realiza generalmente a una temperatura externa específica. La presión interna generada es prácticamente irrelevante debido a la gran capacidad de carga extrema que los recipientes de acero inoxidable

Debido a la alta presión de funcionamiento máxima de 200 Bar y a la temperatura de funcionamiento máxima de 260°C, estos sistemas son capaces de digerir totalmente casi cualquier muestra y dejarla en solución. Una ventaja decisiva de esta metodología consiste en la capacidad de prolongar el período de la digestión casi indefinidamente. Esto permite que incluso las muestras más difíciles (e.g., SiC, alfa Al₂O₃) sean disueltas totalmente (referir a la tabla1).

El sistema de digestión del DigesTec, por lo tanto, ofrece el nivel más alto posible de flexibilidad y representa una alternativa económica a las digestiones por microonda, particularmente para los laboratorios que procesan solamente un número limitado de muestras.

Matriz	Peso de la muestra	Ácido	Temperatura	Tiempo
Celulosa/almidones	1000mg	HNO ₃	140-160°C	1-2 hora.
Hojas/grano	1000 mg	HNO ₃ /HF	150-180°C	2-3 horas.
Tejido/hígado	1000 mg	HNO ₃	170-190°C	2-4 hora.
Grasas/aceites	500 mg	HNO ₃ (H ₂ O ₂)	180-200°C	3-4 hora.
Plásticos	1000 mg	HNO ₃ /H ₂ SO ₄	180-200°C	3-4 hora.
Carbón/resinas	500 mg	HNO ₃	200-240°C	3-8 hora.
Piedra	1000 mg	HF/HCl/HNO ₃	180-200°C	2-3 horas.
Cerámica/óxidos	500 mg	HCl o HF	180-250°C	2-16 hora.
SiC	250 mg	HNO ₃ , HF, H ₂ SO ₄	250°C	12-72 hora.

Tabla 1: Los ejemplos del uso para la digestión a presión en acero inoxidable ejercen presión sobre sistemas de la digestión

Digestión a presión con calefacción por microonda:



Cuadro 2: Speedwave MWS-3+ del sistema de la digestión de la microonda

En contraste con los sistemas de la digestión a presión descritos arriba, las muestras en el equipo de la digestión calentado por microondas son calentadas directamente por la absorción de la radiación de la microonda. Esto permite una calefacción extremadamente rápida y simultánea de, típicamente, 8-12 soluciones (24 en los últimos modelos). Este es el “efecto real de la microonda” o la real ventaja de la calefacción de microonda. Una vez que se alcanza la temperatura programada, las reacciones de descomposición proceden en la misma razón que en recipientes de digestión a presión de acero inoxidable convencionalmente calentados.

Así, las digestiones típicas de microonda toman simplemente de 20 a 40 minutos. Según lo ilustrado en la tabla 2, las digestiones por microonda, se emplean hoy para todos los tipos de muestras y por lo tanto han substituido los recipientes de la digestión a presión de acero inoxidable en todos los usos con excepción de los usos especializados citados arriba. La principal característica de la digestión por microonda radica en su rendimiento de procesamiento perceptiblemente más alto de muestras resultando de la disminución de la duración de los tiempos de digestión.

Sin embargo, puesto que esta calefacción rápida es acompañada por un aumento igualmente rápido de la presión y, posiblemente, las reacciones exotérmicas espontáneamente inducidas, la progresión de la temperatura de cada muestra debe ser registrada continuamente y la energía de la microonda se debe regular por consiguiente. Un aspecto de seguridad práctico es, por lo tanto, registrar en forma paralela el registro de la progresión del incremento de la presión y que esta medida también sea empleada para influenciar la regulación

de la energía. De esta manera se puede alcanzar un control de proceso óptimo particularmente desde el punto de vista de la seguridad.

Es en base de estas consideraciones subyacentes que BERGHOF diseñó su sistema de la digestión de microonda SpeedWave MWS-3+. Las tecnologías desarrolladas y patentadas específicamente para medir temperatura y presión fueron implementadas para esta aplicación. Con la ayuda de un termómetro sin-contacto de rango medio infrarrojo (med-IR), las temperaturas de todas las muestras se miden directamente, es decir, sin retraso y sin contacto, midiendo el desarrollo de la temperatura de la muestra. El sistema óptico de medición interna de la presión opcional para todos los envases es también de tipo sin-contacto. Ninguna de las dos técnicas de medición requieren de un recipiente de referencia. Combinando la supervisión de la temperatura y la presión se logra un control de proceso óptimo, particularmente desde el punto de vista de la seguridad.

Más allá de esto, se logra una sencilla manipulación gracias al diseño único de carga de muestras por la parte superior y a los pocos componentes que utilizan los recipientes. Los recipientes de digestión construidos de materiales robustos que se han diseñado para proporcionar una vida larga de servicio.

Matriz	Peso de la muestra	Ácido	Temperatura	Tiempo
Celulosa/almidones	500mg	HNO ₃	160°C	25 Min.
Hojas/grano	500mg	HNO ₃ /HF	190°C	30 Min.
Tejido fino/pelo/sangre	50-250mg	HNO ₃	170-190°C	25 Min.
Grasas/aceites	700mg	HNO ₃ (H ₂ O ₂)	180-210°C	30-40 Min.
Plásticos	700mg	HNO ₃ /H ₂ SO ₄	180-210°C	45-60 Min.
Carbón/coque	250mg	HNO ₃ , HF, H ₂ SO ₄	200-240°C	45-60 Min.
Piedra	1000mg	HF/HCl/HNO ₃	180-200°C	30 Min.
Cerámica/óxidos	500mg	HNO ₃ /HF/HCl	180-250°C	45-90 Min.

Tabla 2: Los ejemplos del uso para la digestión a presión en microonda ejercen presión sobre sistemas de la digestión

Conclusión:

En resumen, hoy, prácticamente todos los materiales de muestra pueden ser digeridos con un sistema apropiado de digestión a presión. En la mayoría de casos, los sistemas de digestión por microondas representan la solución más económica debido a su alto rendimiento de procesamiento de muestras en un período de tiempo determinado. Donde existen muestras difíciles de digerir o donde el alto rendimiento de procesamiento de muestras no se requiere o la más alta flexibilidad posible es esencial, los “viejos” recipientes de digestión a presión de acero inoxidable continúan siendo una excelente alternativa.

Bibliografía:

1. L. Kotz, G. Kaiser, P. Tschöpel, y G. Tölg Z.; “Anal. Quím.” 260, 207-209 (1972).