

(12)

Patentschrift

(21) Anmeldenummer: A 935/2012
(22) Anmeldetag: 28.08.2012
(45) Veröffentlicht am: 15.11.2015

(51) Int. Cl.: **G01N 1/10** (2006.01)
B01J 19/00 (2006.01)
B01J 19/24 (2006.01)

(56) Entgegenhaltungen:
DE 19506577 A1
GB 1001587 A
DE 1745266 A1

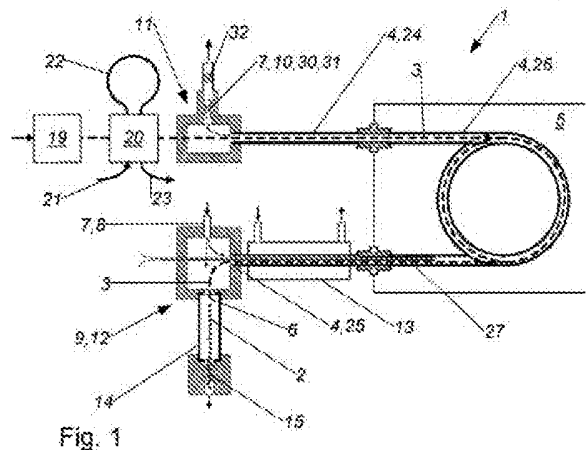
(73) Patentinhaber:
KNAPP GÜNTER DIPL.ING. DR.
8047 GRAZ (AT)

(72) Erfinder:
Wilsche Helmar Dipl.Ing. Dr.
8010 Graz (AT)
Knapp Günter Dr.
8047 Graz (AT)

(74) Vertreter:
GIBLER & POTHS PATENTANWÄLTE OG
WIEN

(54) Druckreaktor

(57) Bei einem Druckreaktor (1) zur Behandlung einer Probenflüssigkeit (2), umfassend eine Probenleitung (3), wobei die Probenleitung (3) und eine, die Probenleitung (3) umgebende, Druckleitung (4) zum Teil in einem Ofen (5) angeordnet sind, wobei die Probenleitung (3) eine Auslassöffnung (6) in die Druckleitung (4) aufweist, wird vorgeschlagen, dass die Druckleitung (4) eine Kontaminationssperrvorrichtung (7) zur Ausbildung einer zumindest bereichsweise zwischen der Auslassöffnung (6) und dem Ofen (5) angeordneten Kontaminationssperre aufweist, dass die Kontaminationssperre einen kontaminationsfreien Bereich in der Druckleitung (4) begrenzt, und dass die Auslassöffnung (6) im kontaminationsfreien Bereich (9) der Druckleitung (4) angeordnet ist.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft einen Druckreaktor zur Behandlung einer Probenflüssigkeit gemäß dem Oberbegriff des Patentanspruches 1.

[0002] Es sind derartige Druckreaktoren bekannt, welche unter anderem zur Durchführung nasschemischer Verfahren, insbesondere im Labormaßstab, vorgesehen sind, beispielsweise zum Aufschluss von organischen Proben für die Spurenelementanalyse. Hierbei wird eine Probenflüssigkeit in einer Probenleitung durch einen Ofen geleitet, wobei eine chemische Reaktion der einzelnen Bestandteile der Probenflüssigkeit innerhalb der Probenleitung abläuft. Um den Siedepunkt, und damit die erreichbaren Reaktionstemperaturen zu erhöhen, kann die Probenleitung in einem Druckgefäß angeordnet sein. Hierbei kann ein freies Ende der Probenleitung im Druckgefäß angeordnet sein, wodurch es zu einem Druckausgleich zwischen Probenleitung und Druckgefäß kommt. Aufgrund dieses Druckausgleiches begrenzen die mechanischen Fähigkeiten der Probenleitung nicht den maximal erreichbaren Druck, wodurch wesentlich höhere Drücke möglich sind.

[0003] Aus der DE 195 06 577 A1 ist ein mikrowellenbeheizter Druckreaktor bekannt.

[0004] Aus der GB 1 001 587 A ist ein Ofen zum indirekten Beheizen von Gasen oder Flüssigkeiten bekannt.

[0005] Aus der DE 1 745 266 A1 ist ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung von Polyäthylen bei hohen Drücken bekannt.

[0006] Als nachteilig hat sich bei derartigen Druckreaktoren erwiesen, das bei hohen Temperaturen Bestandteile der Probenflüssigkeit, insbesondere diverse Säuren, im Bereich des Ofens durch die Probenleitung in die umgebende Druckleitung diffundieren und sich dort ansammeln. Diese diffundierten Bestandteile können dann in dem Druckgefäß kondensieren zu einer Kontamination der austretenden fertigen Probenflüssigkeit, und einer damit verbundenen Verfälschung eines Analyseergebnisses, führen.

[0007] Aufgabe der Erfindung ist es daher einen Druckreaktor der eingangs genannten Art anzugeben, mit welchem die genannten Nachteile vermieden werden können, mit welchem eine Kontamination der Probenflüssigkeit verhindert werden kann.

[0008] Erfindungsgemäß wird dies durch die Merkmale des Patentanspruches 1 erreicht.

[0009] Dadurch ergibt sich der Vorteil, dass zuverlässig eine Kontamination der aus der Probenleitung austretenden Probenflüssigkeit durch in der Druckleitung auftretende Kontaminationsfluide verhindert werden kann. Dadurch kann die Genauigkeit von Analyseergebnisse oder die Reproduzierbarkeit von Experimenten gesteigert werden.

[0010] Die Erfindung betrifft weiters ein Verfahren zur Behandlung einer Probenflüssigkeit in einem Druckreaktor gemäß dem Patentanspruch 11.

[0011] Die Aufgabe dieses Verfahrens entspricht der Aufgabe des erfindungsgemäßen Druckreaktors.

[0012] Erfindungsgemäß wird dies durch die Merkmale des Patentanspruches 11 erreicht.

[0013] Die Unteransprüche betreffen weitere vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung.

[0014] Ausdrücklich wird hiermit auf den Wortlaut der Patentansprüche Bezug genommen, wodurch die Ansprüche an dieser Stelle durch Bezugnahme in die Beschreibung eingefügt sind und als wörtlich wiedergegeben gelten.

[0015] Die Erfindung wird unter Bezugnahme auf die beigeschlossenen Zeichnungen, in welchen lediglich bevorzugte Ausführungsformen beispielhaft dargestellt sind, näher beschrieben. Dabei zeigt:

[0016] Fig. 1 eine schematische Skizze einer ersten bevorzugten Ausführungsform eines Druckreaktors; und

[0017] Fig. 2 eine schematische Skizze eines Details einer zweiten bevorzugten Ausführungsform eines Druckreaktors.

[0018] Die Fig. 1 und 2 zeigen bevorzugte Ausführungsformen eines Druckreaktors 1 zur Behandlung einer Probenflüssigkeit 2, umfassend eine Probenleitung 3, wobei die Probenleitung 3 und eine, die Probenleitung 3 umgebende, Druckleitung 4 zum Teil in einem Ofen 5 angeordnet sind, wobei die Probenleitung 3 eine Auslassöffnung 6 in die Druckleitung 4 aufweist. Die Probenleitung 3 kann hierbei insbesondere ein Schlauch aus PTFE, PFA oder einem ähnlichen, im Wesentlichen chemisch inerten, Material sein. Derartige Materialien weisen eine große chemische Beständigkeit auf, sind aber andererseits durchlässig für Diffusionsprozesse. Weiters kann insbesondere vorgesehen sein, dass die Probenleitung 3 einstückig und homogen ausgebildet ist, wodurch beispielsweise Übergänge zwischen unterschiedlichen Materialien, welche eine Reaktion unvorhersehbar beeinflussen können, vermieden werden können.

[0019] Die Probenflüssigkeit 2 kann insbesondere ein Gemisch aus einer Trägerflüssigkeit, einer Probe, insbesondere eine organische Probe, und zumindest einem Reaktanten sein, welcher Reaktant die Probe aufschließen und für weitere Analyseverfahren zugänglich machen soll. Die Probenflüssigkeit 2 kann daher auch als Reaktionsgemisch bezeichnet werden. Die aufzuschließende Probe kann hierbei als Flüssigkeit und/oder als Festkörper vorliegen, wobei bei einer festen Proben die Probenflüssigkeit 2 auch als Suspension ausgebildet sein kann.

[0020] Die Probenleitung 3 führt hierbei von einer Druckleitung 4 umgeben durch den Ofen 5, wobei, insbesondere außerhalb des Ofens 5, eine Auslassöffnung 6 der Probenleitung 3 in der Druckleitung 4 angeordnet ist. Die Auslassöffnung 6 kann hierbei insbesondere ein freies und offenes Ende der Probenleitung 3 darstellen. Die Druckleitung 4 ist ein Druckgefäß, welches die Probenleitung 3 umgibt, wobei durch die in der Druckleitung 4 angeordnete Auslassöffnung 6 der Probenleitung 3 der Druck zwischen Probenleitung 3 und Druckleitung 4 identisch ist, wodurch die mechanische Belastung der Probenleitung 3 gering gehalten werden kann. Hierbei kann insbesondere vorgesehen sein, dass der Druck in der Druckleitung 4 zwischen 10 bar und 60 bar beträgt. Insbesondere kann vorgesehen sein, dass der Druck in der Druckleitung 4 räumlich im Wesentlichen konstant ist, also dass überall in der Druckleitung 4 im Wesentlichen der gleiche Druck herrscht. Weiters kann vorgesehen sein, dass die Temperatur im Ofen zwischen 100 °C und 270 °C beträgt.

[0021] Weiters ist vorgesehen, dass die Druckleitung 4 eine Kontaminationssperrvorrichtung 7 zur Ausbildung einer zumindest bereichsweise zwischen der Auslassöffnung 6 und dem Ofen 5 angeordneten Kontaminationssperre aufweist, dass die Kontaminationssperre einen kontaminationsfreien Bereich 9 in der Druckleitung 4 begrenzt, und dass die Auslassöffnung 6 im kontaminationsfreien Bereich 9 der Druckleitung 4 angeordnet ist. Im Bereich des Ofens 5 kann es aufgrund der hohen Temperatur zu einer Diffusion diverser Kontaminationsfluide durch die Probenleitung 3 kommen, welche sich in der Druckleitung 4 sammeln, insbesondere im Bereich zwischen Probenleitung 3 und Druckleitung 4, und welche in Folge die aus der Auslassöffnung 6 austretende fertige Probenflüssigkeit 2 kontaminieren könnte. Durch die Kontaminationssperrvorrichtung 7 wird eine Kontaminationssperre bewirkt, welche die Kontaminationsfluide vom Eindringen in einen kontaminationsfreien Bereich 9 um die Auslassöffnung 6 im Wesentlichen abhält. Der kontaminationsfreie Bereich 9 kann hierbei insbesondere im Wesentlichen kontaminationsfrei sein, also geringe Spuren des Kontaminationsfluides enthalten, welches aber insbesondere weniger als 1%, besonders bevorzugt weniger als 1 Promille, der Konzentration aufweist, welche ohne die Kontaminationssperrvorrichtung 7 im Bereich um die Auslassöffnung 6 vorhanden wäre. Weiters kann insbesondere vorgesehen sein, dass die Kontaminationssperre im Wesentlichen keinen Druckunterschied bewirkt, also druckdurchlässig ist, wodurch im Bereich um die Auslassöffnung 6 und im Ofen 5 im Wesentlichen der gleiche Druck herrscht. Dadurch kann ein Kontaminationsfluid von einer Kontamination der aus der Auslassöffnung 6 austretenden Probenflüssigkeit 2 abgehalten werden. Dadurch kann die Genauigkeit von Analyseergebnissen oder die Reproduzierbarkeit von Experimenten gesteigert werden.

[0022] Bei dem Verfahren zur Behandlung der Probenflüssigkeit 2 in dem Druckreaktor 1 ist vorgesehen, dass die Probenflüssigkeit 2 in der Probenleitung 3, welche von der Druckleitung 4 umgeben ist, durch den Ofen 5 zu der Auslassöffnung 6 der Probenleitung 3 in die Druckleitung 4 geleitet wird, und dass im Wesentlichen im Bereich des Ofens 5 ein Kontaminationsfluid durch die Probenleitung 3 in die Druckleitung 4 diffundiert. Hierbei kann insbesondere vorgesehen sein, dass die Probenflüssigkeit 2 im Bereich des Ofens 5 erhitzt wird, um beispielsweise eine chemische Reaktion zu bewirken. Durch die erhöhte Temperatur kann eine Diffusion von Bestandteilen der Probenflüssigkeit 2 durch die Probenleitung 3 in die umgebende Druckleitung 4, also in den Raum zwischen der Probenleitung 3 und der Druckleitung 4, bewirkt werden. Diese Bestandteile der Probenflüssigkeit 2 in der Druckleitung stellen hierbei eine Kontamination dar, welche flüssig oder gasförmig vorliegen kann, womit diese diffundierten Bestandteile als Kontaminationsfluid angesehen werden können.

[0023] Dieses Verfahren kann insbesondere kontinuierlich oder diskontinuierlich durchgeführt werden. Im kontinuierlichen Verfahren wird die Probenflüssigkeit 2 laufend in den Druckreaktor 1 eingespeist, behandelt und ausgeschieden. Im diskontinuierlichen Verfahren wird die Probenflüssigkeit 2 in den Druckreaktor 1 zunächst eingespeist, danach im Wesentlichen ruhend behandelt und nach Abschluss der Behandlung als Ganzes wieder aus dem Druckreaktor 1 ausgeschieden.

[0024] Um eine Kontamination der Probenflüssigkeit 2, welche durch die Auslassöffnung 6 in die Druckleitung 4 gelangt, durch das Kontaminationsfluid, welche durch die Probenleitung 3 im Bereich des Ofens 5 in die Druckleitung diffundiert, zu verhindern ist vorgesehen, dass das Kontaminationsfluid durch eine Kontaminationssperre vom Eindringen in einen kontaminationsfreien Bereich 9, in welchen die Auslassöffnung 6 angeordnet ist, gehindert wird. Dadurch kann ein Kontaminationsfluid von einer Kontamination der aus der Auslassöffnung 6 austretenden Probenflüssigkeit 2 abgehalten werden. Dadurch kann die Genauigkeit von Analyseergebnisse oder die Reproduzierbarkeit von Experimenten gesteigert werden.

[0025] Gemäß der ersten bevorzugten Ausführungsform in Fig. 1 kann insbesondere vorgesehen sein, dass die Trägerflüssigkeit durch eine Vorpumpe 19 in eine Dossiereinrichtung 20 eingespeist wird. Die Dossiereinrichtung 20 kann insbesondere einen Eingang 21 für die Probe und/oder zumindest einen Reaktanten aufweisen, wobei der Reaktant insbesondere eine Säure sein kann, welche mit der Probe reagieren soll. Die Dossiereinrichtung 20 kann weiters eine Probenschleife 22 umfassen, in welcher das Gemisch aus Trägerflüssigkeit, Probe und/oder Reaktant gespeichert wird, bis die vorgesehene Zusammensetzung der Probenflüssigkeit 2 erreicht wird. Überschüssige Trägerflüssigkeit oder andere Flüssigkeiten können hierbei insbesondere durch einen Auslass 23 aus der Dossiereinrichtung 20 entfernt werden.

[0026] Nach Erreichen der gewünschten Zusammensetzung kann die Probenflüssigkeit 2 in die Probenleitung 3, welche in der Druckleitung 4 angeordnet ist eingespeist werden. Die Probenleitung 3 ist hierbei als strichlinierte Linie in Fig. 1 dargestellt.

[0027] Die Reaktion der einzelnen Bestandteile der Probenflüssigkeit 2 findet im Wesentlichen im Ofen 5 statt. Hierbei kann insbesondere vorgesehen sein, dass der Ofen 5 ein Mikrowellenofen ist, und dass die Probenleitung 3 und die Druckleitung 4 zumindest im Bereich des Ofens 5 mikrowellentransparent sind. Ein Mikrowellenofen bietet den Vorteil einer gleichmäßigen Energieaufnahme in der Probenflüssigkeit 2, wodurch eine gleichmäßige Temperaturverteilung und damit verbunden konstante Reaktionsgeschwindigkeiten erreicht werden kann. Als mikrowellentransparentes Material für die Probenleitung 3 kann vorzugsweise PTFE, insbesondere Teflon, oder PFA vorgesehen sein. Weiters kann insbesondere vorgesehen sein, dass die Druckleitung 4 aus Glas oder Quarz ausgebildet ist.

[0028] Alternativ können aber auch Öfen 5, welche nach einem anderen Wirkprinzip funktionieren, beispielsweise eine elektrische Widerstandsheizung oder eine Gasheizung, verwendet werden.

[0029] Weiters kann insbesondere vorgesehen sein, dass die Probenleitung 3 und die Druckleitung 4 im Bereich des Ofens 5 zumindest teilweise schraubenlinienförmig ausgebildet sind, wobei die Druckleitung 4 dem Verlauf der Probenleitung 3 folgt. Dadurch kann der Weg der Probenleitung 3 im Ofen 5 groß gehalten werden. Hierbei kann die Probenleitung 3 und die Druckleitung 4 insbesondere bis zu zwanzig Windungen aufweisen.

[0030] Weiters kann besonders bevorzugt vorgesehen sein, dass die Druckleitung 4 einen Druckgaseinlass 8 zur Druckbeaufschlagung mittels eines Druckgases aufweist, und dass der Druckgaseinlass 8 im kontaminationsfreien Bereich 9 angeordnet ist. Das Druckgas kann hierbei insbesondere ein reaktionsträges oder inertes Gas sein, beispielsweise Stickstoff oder Argon. Das Druckgas kann hierbei einen Druck, und eine damit verbundene Erhöhung des Siedepunktes der diversen Bestandteile der Probenflüssigkeit 2 bewirken. Durch die Anordnung des Druckgaseinlasses 8 im kontaminationsfreien Bereich 9 kann das Druckgas weiters zur Aufrechterhaltung der Kontaminationssperre beitragen, da die Bewegung oder der Druck des Druckgases von der Auslassöffnung 6 weg in Richtung des Ofens wirkt.

[0031] Gemäß der ersten bevorzugten Ausführungsform in Fig. 1 kann insbesondere vorgesehen sein, dass die Kontaminationssperrvorrichtung 7 als Gegenstromvorrichtung mit dem Druckgaseinlass 8 und einen, insbesondere als Durchflussbegrenzer ausgebildeten, Druckgasauslass 10 ausgebildet ist, und dass die Kontaminationssperre durch eine Strömung des Druckgases vom Druckgaseinlass 8 zum Druckgasauslass 10 ausgebildet ist. Dadurch kann die Kontaminationssperre durch eine gerichtete Strömung des Druckgases bewirkt werden, wobei das Druckgas die Kontaminationsfluide zusätzlich durch den Druckgasauslass 10 aus dem Druckreaktor entfernt. Dadurch kann weiters eine Beschädigung der Druckleitung 4 durch eine längere Einwirkung der Kontaminationsfluide entgegengewirkt werden.

[0032] Gemäß der bevorzugten Ausführungsform in Fig. 1 kann vorgesehen sein, dass der Kontaminationsfluidauslass 7 als Durchflussbegrenzer ausgebildet ist. Ein Durchflussbegrenzer kann auch als Restriktor oder Drossel bezeichnet werden und erlaubt eine Durchfluss eines Fluids, wobei ein Druckunterschied zwischen dem inneren und dem äußeren Bereich aufrecht erhalten werden kann. Dadurch kann durch den Druckgaseinlass 8 und dem Druckgasauslass 10 auf einfache Weise eine Gegenstromvorrichtung zur zumindest bereichsweisen zwischen der Auslassöffnung 6 und dem Ofen 5 ausgebildeten Strömung eines Druckgases in Richtung des Ofens 5, ausgebildet werden, wobei auf zusätzliche Pumpen verzichtet werden kann.

[0033] Im korrespondierenden Verfahren kann insbesondere vorgesehen sein, dass die Kontaminationssperre durch eine Strömung eines Druckgases vom kontaminationsfreien Bereich 9 in Richtung Ofen 5 ausgebildet wird. Dadurch kann insbesondere die Probenflüssigkeit 2 in einem kontinuierlichen Verfahren behandelt werden, da ein ständiger und kontinuierlicher Abtransport des Kontaminationsfluides erfolgt. Hierbei strömt das Druckgas zumindest in einem Bereich der Druckleitung 4, welcher zwischen Auslassöffnung 6 und Kontaminationsfluidauslass 7 angeordnet ist, vom kontaminationsfreien Bereich 9 in Richtung Druckgasauslass 10, wobei das Druckgas das Kontaminationsfluid mitreißt und aus dem Druckgasauslass 10 abtransportiert.

[0034] Gemäß einer alternativen bevorzugten Ausführungsform kann vorgesehen sein, dass die Kontaminationssperrvorrichtung 7 zur Ausbildung einer Phasengrenze zwischen dem Druckgas und einer Aufnahme flüssigkeit als Kontaminationssperre ausgebildet ist, und dass der kontaminationsfreie Bereich 9 zur Befüllung mit dem Druckgas vorgesehen ist. Die Phasengrenze kann hierbei insbesondere als die an das Druckgas angrenzende Oberfläche der Aufnahme flüssigkeit ausgebildet sein. Hierbei verhindert die Phasengrenze im Wesentlichen einen Transport des Kontaminationsfluides über die Phasengrenze in das Druckgas im kontaminationsfreien Bereich 9.

[0035] Zur Ausbildung der Kontaminationssperre mittels einer Phasengrenze kann die Druckleitung 4 insbesondere derart geformt sein, dass - in Betriebslage des Druckreaktors 1 - zumindest im kontaminationsfreien Bereich 9 zumindest ein Teil der Druckleitung 4 zur Gänze oberhalb der Phasengrenze angeordnet ist, wodurch ein Fließen der Aufnahme flüssigkeit in den

kontaminationsfreien Bereich 9 während des Betriebes unterbunden werden kann. Dadurch kann das Kontaminationsfluid mit einem folgend beschriebenen alternativen Verfahren von der Auslassöffnung 6 ferngehalten werden, wobei der Verbrauch an Druckgas gering gehalten werden kann. Hierbei wird darauf verwiesen, dass Fig. 1 lediglich eine Prinzipskizze darstellt, und dass die Druckleitung 4 insbesondere derart ausgebildet sein kann, dass die Aufnahme­flüssigkeit von der Auslassöffnung 6, und der aus der Auslassöffnung 6 tretenden Proben­flüssigkeit 2 ferngehalten wird.

[0036] Als Aufnahme­flüssigkeit können unterschiedliche Flüssigkeiten verwendet werden, welche ihrerseits zu keiner Kontamination der Proben­flüssigkeit 2 führen. Insbesondere kann destilliertes Wasser als Kontaminationsaufnahme­flüssigkeit verwendet werden.

[0037] Hierfür kann ein Teil der Druckleitung 4 im Wesentlichen wie ein Siphon ausgebildet sein, welcher Siphon zwischen dem Ofen 5 und dem kontaminationsfreien Bereich 9 angeordnet ist.

[0038] Besonders bevorzugt kann vorgesehen sein, dass die Druckleitung 4 zumindest im Bereich des Ofens 5 mit der Aufnahme­flüssigkeit füllbar ausgebildet ist. Dadurch wird das Kontaminationsfluid gleich nach dem Diffundieren durch die Probenleitung 3 von der Aufnahme­flüssigkeit gebunden, und kann dadurch leicht mit dieser abtransportiert werden.

[0039] Insbesondere kann vorgesehen sein, dass die gesamte Druckleitung 4 außer dem kontaminationsfreien Bereich 9 zum Befüllen mit der Aufnahme­flüssigkeit vorgesehen ist. Da eine Flüssigkeit im Wesentlichen inkompressibel ist, bleibt die Phasengrenze zwischen Druckgas und Aufnahme­flüssigkeit bei einem Anstieg des Druckes durch das Druckgas an einem vorgegebenen Ort, wodurch die Stelle der Kontaminationssperre gut vorgebar ist.

[0040] Insbesondere kann vorgesehen sein, dass die Druckleitung 4 einen Aufnahme­flüssigkeitseinlass 31 zum Befüllen der Druckleitung 4 mit der Aufnahme­flüssigkeit, und einen Aufnahme­flüssigkeitsauslass 32 zum Ablassen der Aufnahme­flüssigkeit aufweist. Weiters kann vorgesehen sein, dass der Aufnahme­flüssigkeitseinlass 31 und der Aufnahme­flüssigkeitsauslass 32 verschließbar sind, insbesondere mittels einem Absperrventil 32, damit es zu keinem Austritt von Aufnahme­flüssigkeit während der Behandlung der Proben­flüssigkeit 2 kommt. Hierbei kann gemäß Fig. 1 bei einem Druckreaktor insbesondere vorgesehen sein, dass der Druckgasauslass 10 als Aufnahme­flüssigkeitseinlass 31 und/oder Aufnahme­flüssigkeitsauslass 32 ausgebildet ist, wodurch beide Verfahren mit einer bevorzugten Ausführungsform durchführbar sind.

[0041] Beim korrespondierenden Verfahren kann insbesondere vorgesehen sein, dass die Druckleitung 4, insbesondere zumindest im Bereich des Ofens 5, mit einer Aufnahme­flüssigkeit befüllt wird, dass der kontaminationsfreie Bereich 9 mit einem Druckgas befüllt wird, und dass durch eine Phasengrenze zwischen Druckgas und Flüssigkeit die Kontaminationssperre ausgebildet wird. Dadurch muss nicht ständig Druckgas aus dem Druckgasauslass 10 entweichen, um das Kontaminationsfluid abzutransportieren. Insbesondere kann hierbei vorgesehen sein, dass die Aufnahme­flüssigkeit durch den Druck des Druckgases aus dem Aufnahme­flüssigkeitsauslass 31 gedrückt werden kann. Insbesondere bei einer diskontinuierlichen Behandlung der Proben­flüssigkeit 2 kann dadurch ein Verbrauch von Druckgas während der Behandlung gänzlich vermieden werden.

[0042] Bei dem alternativen Verfahren kann insbesondere vorgesehen sein, dass die Druckleitung 4 zumindest im Bereich des Ofens 5 mit einer Aufnahme­flüssigkeit befüllt wird, dass das Kontaminationsfluid in der Aufnahme­flüssigkeit gelöst wird, und dass insbesondere das Kontaminationsfluid in der Aufnahme­flüssigkeit gelöst durch den Aufnahme­flüssigkeitsauslass 31 abtransportiert wird.

[0043] Insbesondere kann vorgesehen sein, dass zunächst durch den Aufnahme­flüssigkeitseinlass 30 die Aufnahme­flüssigkeit in die Druckleitung 4 im Bereich des Ofens 5 gefüllt wird, dass anschließend der Aufnahme­flüssigkeitseinlass 30 verschlossen wird, insbesondere durch das Absperrventil 32, dass nachfolgend die Druckleitung 4 durch den Druckgaseinlass 8 mit Druck

beaufschlagt wird, dass anschließend die Behandlung der Probenflüssigkeit 2 durchgeführt wird, wobei das Kontaminationsfluid durch die Probenleitung 3 in die Druckleitung 4 diffundiert und dort in der Aufnahme flüssigkeit gelöst und damit gebunden wird, dass nach der Behandlung der Probenflüssigkeit 2 der Aufnahme flüssigkeitsauslass 31, insbesondere das Absperrventil 32, geöffnet wird, und das Gemisch aus Aufnahme flüssigkeit und Kontaminationsfluid durch das Druckgas aus dem Aufnahme flüssigkeitsauslass 31 gedrückt wird.

[0044] Hierbei sind weitere Wirkungsweisen bekannt, nach denen eine Kontaminationssperre ausgebildet werden kann.

[0045] Gemäß einer nicht dargestellten Ausführungsform kann vorgesehen sein, dass die Kontaminationssperrvorrichtung 7 als beweglicher, gasdichter Kolben in der Druckleitung 4 ausgebildet ist, welcher den kontaminationsfreien Bereich 9 vom Ofen trennt. Dadurch kann eine druckdurchlässige Kontaminationssperre ausgebildet werden.

[0046] Gemäß einer weiteren nicht dargestellten Ausführungsform kann die Kontaminationssperrvorrichtung 7 als sogenannte Kühlfalle ausgebildet sein, in welcher ein gasförmiges Kontaminationsfluid vor Erreichen des kontaminationsfreien Bereiches 9 kondensiert.

[0047] Besonders bevorzugt kann vorgesehen sein, dass die Druckleitung 4 im Wesentlichen röhrenförmig ist und ein erstes Ende 11 und ein zweites Ende 12 aufweist, dass die Probenleitung 3 im Bereich des ersten Endes 11 in die Druckleitung 4 eingeführt ist, und dass die Auslassöffnung 6 im Bereich des zweiten Endes 12 angeordnet ist. Durch diese längliche Form kann besonders gut eine Strömung des Druckgases ausgebildet werden, welche eine zuverlässige Kontaminationssperre bildet. Weiters kann dadurch der Verbrauch an Druckgas oder Aufnahme flüssigkeit gering gehalten werden.

[0048] Weiters kann besonders bevorzugt vorgesehen sein, dass der Druckgaseinlass 8 im Bereich des zweiten Endes 12 und der Druckgasauslass 10 im Bereich des ersten Endes 11 angeordnet ist. Dadurch kann im Wesentlichen der gesamte Raum innerhalb der Druckleitung 4 zuverlässig von dem Kontaminationsfluid gereinigt werden.

[0049] Es kann insbesondere vorgesehen sein, dass die Probenleitung 4 einen Innendurchmesser von 1 mm bis 4 mm und einen Außendurchmesser von 2 mm bis 7 mm aufweist. Der Innendurchmesser der Druckleitung 4 im Bereich des Ofens 5 kann insbesondere zwischen 2 mm und 8 mm betragen, wobei der Innendurchmesser der Druckleitung 4 größer ist als der Außendurchmesser der Probenleitung 4.

[0050] Die Druckleitung kann insbesondere mehrteilig ausgebildet sein. Gemäß der ersten bevorzugten Ausführungsform kann beispielsweise vorgesehen sein, dass die Druckleitung 4 am ersten Ende 11 einen ersten Abschnitt 24, und am zweiten Ende 12 einen zweiten Abschnitt 25 aufweist, und dass zwischen ersten Abschnitt 24 und zweiten Abschnitt 25 ein dritter Abschnitt 26 im Ofen 5 angeordnet ist. Hierbei können die unterschiedlichen Abschnitte 24,25,26 aus unterschiedlichen Materialien ausgebildet sein. Besonders bevorzugt kann beispielsweise vorgesehen sein, dass der erste Abschnitt 24 und der zweite Abschnitt 25 umfassend Edelstahl ausgebildet sind, während der dritte Abschnitt 26 umfassend Glas oder Quarz ausgebildet ist.

[0051] Weiters kann vorgesehen sein, dass in einem Bereich zwischen Ofen 5 und Auslassöffnung 6 eine Kühlung 13 angeordnet ist. Neben einem Abkühlen der Probenflüssigkeit 2 kann dadurch eine zuverlässige Kondensierung des Kontaminationsfluids vor Erreichung der Auslassöffnung 6 erreicht werden, wodurch eine Kontamination der Probenflüssigkeit 2 an der Auslassöffnung 6 besser vermieden werden kann.

[0052] Diese Kühlung 13 kann unterschiedlich ausgebildet sein. Beispielsweise kann gemäß Fig. 1 eine Gas- oder Wasserkühlung vorgesehen sein. Aber auch eine elektrische Kühlung 13, beispielsweise umfassend Peltierelemente kann vorgesehen sein.

[0053] Weiters kann vorgesehen sein, dass ein Temperatursensor 27 zwischen Probenleitung 3 und Druckleitung 4 angeordnet ist. Dieser Temperatursensor 27 kann insbesondere als elektrisches Widerstandsthermometer ausgebildet sein.

[0054] Um die aus der Auslassöffnung 6 austretende Probenflüssigkeit 2 aufzufangen und aus der Druckleitung 4 zu befördern kann insbesondere vorgesehen sein, dass die Druckleitung 4 - in Betriebslage des Druckreaktors 1 - unterhalb der Auslassöffnung 6 als Flüssigkeitssammelbehälter 14 ausgebildet ist, dass der Flüssigkeitssammelbehälter 14 einen Probenflüssigkeitsausgang 15 aufweist. Die Druckleitung 4 kann beim Flüssigkeitssammelbehälter 14 insbesondere transparent ausgebildet sein, um eine optische Kontrolle der Probenflüssigkeit 2 zu gewährleisten. Der Probenflüssigkeitsausgang 15 dient zur Entnahme der fertigen Probenflüssigkeit 2 aus dem Druckreaktor.

[0055] Gemäß der ersten bevorzugten Ausführungsform in Fig. 1 kann vorgesehen sein, dass der Probenflüssigkeitsausgang 15 als Durchflussbegrenzer ausgebildet ist. Dadurch kann der Druckreaktor 1 leicht in einem kontinuierlichen Verfahren betrieben werden, wobei Teile des Druckgases zusammen mit der fertigen Probenflüssigkeit 2 aus dem Probenflüssigkeitsausgang 15 strömen.

[0056] In Fig. 1 werden durch die Pfeile hierbei die Flussrichtung des Druckgases angedeutet, wenn die erste bevorzugte Ausführungsform eines Druckreaktors 1 in einem kontinuierlichen Verfahren betrieben wird, wobei das Kontaminationsfluid mit dem Druckgas abtransportiert wird. Hierbei spaltet sich das Druckgas nach dem Druckgaseinlass 8 in zwei Ströme auf, wobei der erste Strom des Druckgases die Probenflüssigkeit 2 aus dem Probenflüssigkeitsausgang 15 transportiert, während der zweite Strom des Druckgases das Kontaminationsfluid durch den Druckgasauslass 10 abtransportiert. Dadurch kann der Druckreaktor 1 gut in einem kontinuierlichen Verfahren betrieben werden, allerdings mit einem damit verbundenem hohem Verbrauch an Druckgas.

[0057] Bei einer nicht dargestellten bevorzugten Ausführungsform eines Druckreaktors 1, welcher diskontinuierlich betrieben wird, kann vorgesehen sein, dass im Probenflüssigkeitsausgang 15 ein Ventil angeordnet ist. Hierbei kann insbesondere das Ventil während der Behandlung der Probenflüssigkeit 2 verschlossen sein. Nach der Behandlung der Probenflüssigkeit 2 wird das Ventil im Probenflüssigkeitsausgang 15 geöffnet, und die Probenflüssigkeit 2 abgelassen. Dadurch kann ein Verlust an Druckgas während des diskontinuierlichen Verfahrens verhindert werden, allerdings nur bei einem diskontinuierlichen Verfahren.

[0058] In Fig. 2 ist der Bereich des Probenflüssigkeitsausganges 15 einer zweiten bevorzugten Ausführungsform des Druckreaktors 1 dargestellt. Der nicht in Fig. 2 dargestellte Teil des Druckreaktors 1 kann insbesondere mit der ersten bevorzugten Ausführungsform in Fig. 1 ident sein.

[0059] Gemäß der zweiten bevorzugten Ausführungsform kann insbesondere vorgesehen sein, dass im Flüssigkeitssammelbehälter 14 ein Füllstandmesser 16 angeordnet ist, dass der Füllstandmesser 16 mit dem Eingang eines Steuergerätes 18 schaltungstechnisch verbunden ist, und dass das Steuergerät den Abfluss der Probenflüssigkeit 2 durch den Probenflüssigkeitsausgang 15 mittels eines Ventils 17 steuert. Dadurch kann die Probenflüssigkeit auch bei einem kontinuierlichen Verfahren stetig entnommen werden, wobei ein Verlust an Druckgas durch den Probenflüssigkeitsausgang 15 weitgehend vermieden werden kann.

[0060] Gemäß einer besonders bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens kann vorgesehen sein, dass in dem- in Betriebslage des Druckreaktors 1 - unterhalb der Auslassöffnung 6 angeordnetem Flüssigkeitssammelbehälter 14 der Druckleitung 4, welcher den Probenflüssigkeitsausgang 15 aufweist, ein minimaler Füllstand der Probenflüssigkeit 2 vorgegeben wird, dass ein Füllstand im Flüssigkeitssammelbehälter 14 bestimmt wird, und dass die Probenflüssigkeit 2 durch den Probenflüssigkeitsausgang 15, insbesondere durch ein Steuergerät 18 automatisch steuerbar, lediglich dann aus der Druckleitung 4 abgelassen wird, wenn der Füllstand größer als der minimale Füllstand ist. Durch den minimalen Füllstand kann ein Austreten des Druckgases aus dem Probenflüssigkeitsausgang 15 verhindert werden. Dadurch kann die Probenflüssigkeit auch bei einem kontinuierlichen Verfahren stetig entnommen werden.

[0061] Der Füllstandmesser 16 kann hierbei auf unterschiedliche dem Fachmann bekannte Weise funktionieren.

[0062] Beispielsweise können lediglich das Erreichen bestimmter Füllstände gemessen werden, beispielsweise über den elektrischen Widerstand oder über Kapazitätssensoren 28,29.

[0063] Hierbei kann insbesondere vorgesehen sein, dass die Probenflüssigkeit 2 durch den Probenflüssigkeitsausgang 15 im Flüssigkeitssammelbehälter 14 aus der Druckleitung 4 abgelassen wird bis der vorgebbare minimale Füllstand der Probenflüssigkeit 2 erreicht wird, dass bei Erreichen des minimalen Füllstandes der Probenflüssigkeitsausgang 15, insbesondere durch das Ventil 17, verschlossen wird, und dass der Probenflüssigkeitsausgang 15 bei Erreichen eines vorgebbaren maximalen Füllstandes geöffnet wird. Bei diesem Verfahren kann der Füllstandmesser 16 besonders einfach ausgebildet sein.

[0064] Gemäß der zweiten bevorzugten Ausführungsform kann hierbei insbesondere vorgesehen sein, dass der Füllstandmesser 16 einen unteren Kapazitätssensor 28 und einen oberen Kapazitätssensor 29 umfasst, wobei beide Kapazitätssensoren 28,29 mit dem Steuergerät 18 schaltungstechnisch verbunden sind. Der untere Kapazitätssensor 28 bestimmt hierbei insbesondere den minimalen Füllstand. Wenn der Füllstand auf den unteren Kapazitätssensor 28 absinkt wird das Ventil 17 durch das Steuergerät 18 geschlossen. Sowie das Ventil 17 geschlossen ist steigt der Füllstand der Probenflüssigkeit 2 im Flüssigkeitssammelbehälter 14 an, bis der obere Kapazitätssensor 29 erreicht ist. Der obere Kapazitätssensor 29 bestimmt hierbei den vorgebbaren maximalen Füllstand. Hier wird das Ventil 17 durch das Steuergerät 18 wieder geöffnet, bis der Füllstand wieder bis zum unteren Kapazitätssensor 28 absinkt. Dadurch kann der Füllstandmesser 16 besonders einfach und zuverlässig ausgebildet werden.

[0065] Alternativ kann vorgesehen sein, dass ein minimaler Füllstand vorgegeben wird, dass bei einem Erreichen des minimalen Füllstandes der Probenflüssigkeitsausgang 15 verschlossen wird, und dass nach einer vorgebbaren Zeitspanne nach dem Verschließen des Probenflüssigkeitsausganges 15 der Probenflüssigkeitsausgang 15, insbesondere durch das Steuergerät 18, wieder freigegeben wird. Die vorgebbare Zeitspanne kann hierbei insbesondere im Steuergerät 18 abgespeichert werden. Insbesondere kann die vorgebbare Zeitspanne abhängig von der Förderleistung der Vorpumpe 19 ausgewählt werden. Dadurch kann der Druckreaktor 1 besonders einfach und zuverlässig ausgebildet werden.

[0066] Gemäß einer alternativen Ausführungsform kann vorgesehen sein, dass der Füllstandmesser 16 zum Bestimmen des aktuellen Füllstandes ausgebildet ist, und das Ventil 17 als steuerbares Drosselventil mit steuerbarem Leitwert ausgebildet ist. Beispielsweise kann vorgesehen sein, dass der Füllstandmesser 16 mittels einem Schwimmer oder einem optischen Verfahren funktioniert, wobei der aktuelle Füllstand bestimmt werden kann.

[0067] Gemäß einem vorteilhaften Verfahren dieser alternativen Ausführungsform kann vorgesehen sein, dass ein Soll-Füllstand vorgegeben wird, welcher Soll-Füllstand über dem minimalen Füllstand liegt, dass ein aktueller Füllstand bestimmt wird, dass die Abweichung von Soll-Füllstand und aktuellen Füllstand als Stellgröße eines Regelkreises verwendet wird, und dass in Abhängigkeit der Stellgröße ein Ventil im Probenflüssigkeitsausgang 15 derart gesteuert wird, dass der aktuelle Füllstand dem Soll-Füllstand entspricht. Dies hat den Vorteil, dass bei einem kontinuierlichen Verfahren, insbesondere wenn die Probenflüssigkeit 2 mit im Wesentlichen gleichbleibender Geschwindigkeit in den Flüssigkeitssammelbehälter 14 fließt, die Probenflüssigkeit 2 den Druckreaktor mit im Wesentlichen konstanter Geschwindigkeit verlässt. Dadurch können insbesondere Schwankungen im Druck, welche durch ein Öffnen und Schließen des Ventils 17 entstehen können, gering gehalten werden.

Patentansprüche

1. Druckreaktor (1) zur Behandlung einer Probenflüssigkeit (2), umfassend eine Probenleitung (3), wobei die Probenleitung (3) und eine, die Probenleitung (3) umgebende, Druckleitung (4) zum Teil in einem Ofen (5) angeordnet sind, wobei die Probenleitung (3) eine Auslassöffnung (6) in die Druckleitung (4) aufweist, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Druckleitung (4) eine Kontaminationssperrvorrichtung (7) zur Ausbildung einer zumindest bereichsweise zwischen der Auslassöffnung (6) und dem Ofen (5) angeordneten Kontaminationssperre aufweist, dass die Kontaminationssperre einen kontaminationsfreien Bereich in der Druckleitung (4) begrenzt, und dass die Auslassöffnung (6) im kontaminationsfreien Bereich (9) der Druckleitung (4) angeordnet ist.
2. Druckreaktor (1) nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Druckleitung (4) einen Druckgaseinlass (8) zur Druckbeaufschlagung mittels eines Druckgases aufweist, und dass der Druckgaseinlass (8) im kontaminationsfreien Bereich (9) angeordnet ist.
3. Druckreaktor (1) nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Kontaminationssperrvorrichtung (7) als Gegenstromvorrichtung mit dem Druckgaseinlass (8) und einem, insbesondere als Durchflussbegrenzer ausgebildeten, Druckgasauslass (10) ausgebildet ist, und dass die Kontaminationssperre durch eine Strömung des Druckgases vom Druckgaseinlass (8) zum Druckgasauslass (10) ausgebildet ist.
4. Druckreaktor (1) nach Anspruch 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Kontaminationssperrvorrichtung (7) zur Ausbildung einer Phasengrenze zwischen dem Druckgas und einer Aufnahme­flüssigkeit als Kontaminationssperre ausgebildet ist, und dass der kontaminationsfreie Bereich (9) zur Befüllung mit dem Druckgas vorgesehen ist.
5. Druckreaktor (1) nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Druckleitung (4) zumindest im Bereich des Ofens (5) mit der Aufnahme­flüssigkeit füllbar ausgebildet ist.
6. Druckreaktor (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Ofen (5) ein Mikrowellenofen ist, und dass die Probenleitung (3) und die Druckleitung (4) zumindest im Bereich des Ofens (5) mikrowellentransparent sind.
7. Druckreaktor (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Druckleitung (4) im Wesentlichen röhrenförmig ist und ein erstes Ende (11) und ein zweites Ende (12) aufweist, dass die Probenleitung (3) im Bereich des ersten Endes (11) in die Druckleitung (4) eingeführt ist, und dass die Auslassöffnung (6) im Bereich des zweiten Endes (12) angeordnet ist.
8. Druckreaktor (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet**, dass in einem Bereich zwischen Ofen (5) und Auslassöffnung (6) eine Kühlung (13) angeordnet ist.
9. Druckreaktor (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Druckleitung (4) - in Betriebslage des Druckreaktors (1) - unterhalb der Auslassöffnung (6) als Flüssigkeitssammelbehälter (14) ausgebildet ist, dass der Flüssigkeitssammelbehälter (14) einen Probenflüssigkeitsausgang (15) aufweist, und dass der Probenflüssigkeitsausgang (15) als Durchflussbegrenzer ausgebildet ist.
10. Druckreaktor (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Druckleitung (4) - in Betriebslage des Druckreaktors (1) - unterhalb der Auslassöffnung (6) als Flüssigkeitssammelbehälter (14) ausgebildet ist, dass der Flüssigkeitssammelbehälter (14) einen Probenflüssigkeitsausgang (15) aufweist, dass im Flüssigkeitssammelbehälter (14) ein Füllstandmesser (16) angeordnet ist, dass der Füllstandmesser (16) mit dem Eingang eines Steuergerätes (18) schaltungstechnisch verbunden ist, und dass das Steuergerät den Abfluss der Probenflüssigkeit (2) durch den Probenflüssigkeitsausgang (15) mittels eines Ventils (17) steuert.

11. Verfahren zur Behandlung einer Probenflüssigkeit (2) in einem Druckreaktor (1), wobei die Probenflüssigkeit (2) in einer Probenleitung (3), welche von einer Druckleitung (4) umgeben ist, durch einen Ofen (5) zu einer Auslassöffnung (6) der Probenleitung (3) in die Druckleitung (4) geleitet wird, wobei im Wesentlichen im Bereich des Ofens (5) ein Kontaminationsfluid durch die Probenleitung (3) in die Druckleitung (4) diffundiert, wobei das Kontaminationsfluid durch eine Kontaminationssperre vom Eindringen in einen kontaminationsfreien Bereich (9), im welchen die Auslassöffnung (6) angeordnet ist, gehindert wird.
12. Verfahren zur Behandlung einer Probenflüssigkeit (2) nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Kontaminationssperre durch eine Strömung eines Druckgases vom kontaminationsfreien Bereich (9) in Richtung Ofen (5) ausgebildet wird.
13. Verfahren zur Behandlung einer Probenflüssigkeit (2) nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Druckleitung (4), insbesondere zumindest im Bereich des Ofens (5), mit einer Aufnahme flüssigkeit befüllt wird, dass der kontaminationsfreie Bereich (9) mit einem Druckgas befüllt wird, und dass durch eine Phasengrenze zwischen Druckgas und Flüssigkeit die Kontaminationssperre ausgebildet wird.
14. Verfahren zur Behandlung einer Probenflüssigkeit (2) nach einem der Ansprüche 11 bis 13, **dadurch gekennzeichnet**, dass in einem - in Betriebslage des Druckreaktors (1) - unterhalb der Auslassöffnung (6) angeordnetem Flüssigkeitssammelbehälter (14) der Druckleitung (4), welcher einen Probenflüssigkeitsausgang (15) aufweist, ein minimaler Füllstand der Probenflüssigkeit (2) vorgegeben wird, dass ein Füllstand im Flüssigkeitssammelbehälter (14) bestimmt wird, und dass die Probenflüssigkeit (2) durch den Probenflüssigkeitsausgang (15), insbesondere durch ein Steuergerät (18) automatisch steuerbar, lediglich dann aus der Druckleitung (4) abgelassen wird, wenn der Füllstand größer als der minimale Füllstand ist.
15. Verfahren zur Behandlung einer Probenflüssigkeit (2) nach Anspruch 14, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Probenflüssigkeit (2) durch den Probenflüssigkeitsausgang (15) im Flüssigkeitssammelbehälter (14) aus der Druckleitung (4) abgelassen wird bis der vorgebbare minimale Füllstand der Probenflüssigkeit (2) erreicht wird, dass bei Erreichen des minimalen Füllstandes der Probenflüssigkeitsausgang (15), insbesondere durch ein Ventil (17), verschlossen wird, und dass der Probenflüssigkeitsausgang (15) bei Erreichen eines vorgebbaren maximalen Füllstandes geöffnet wird.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

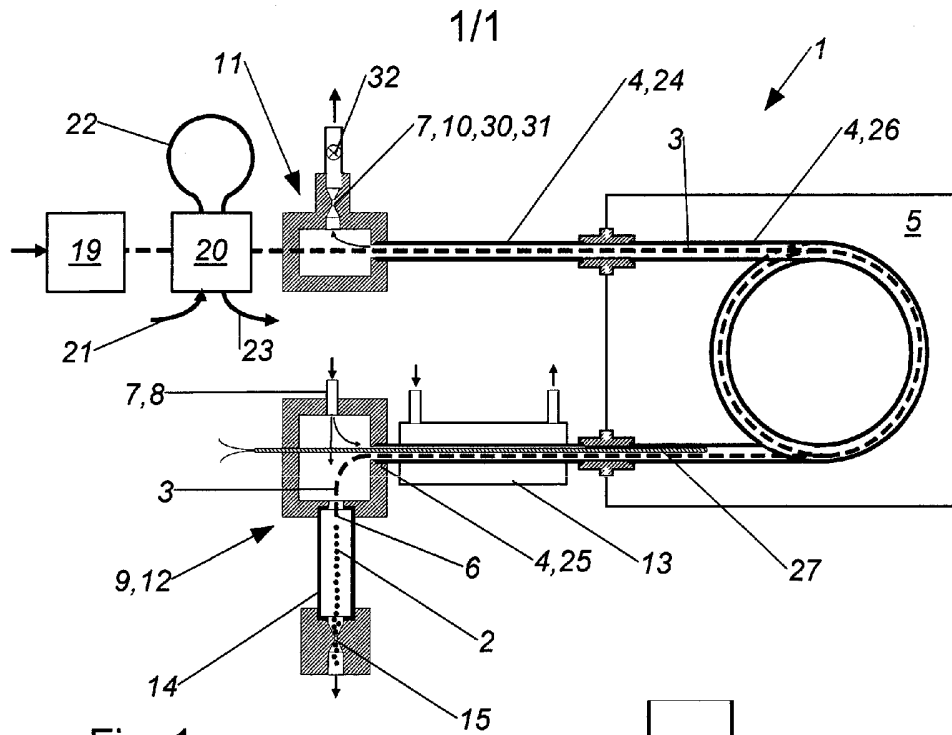


Fig. 1

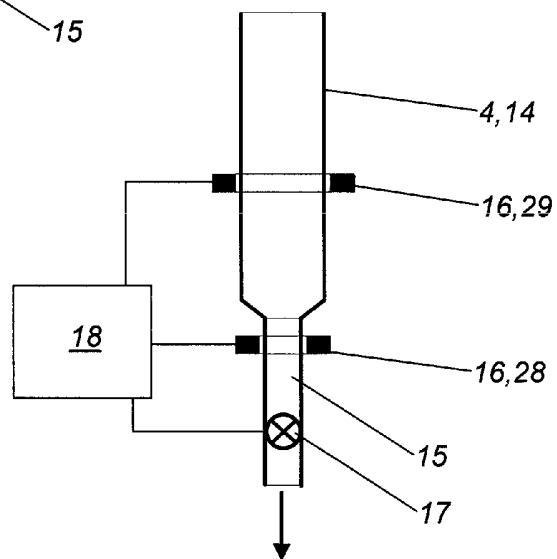


Fig. 2