

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
3. November 2011 (03.11.2011)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 2011/134968 A1**

(51) Internationale Patentklassifikation:  
**B01B 1/00** (2006.01) **H01J 49/04** (2006.01)  
**G01N 1/28** (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2011/056593

(22) Internationales Anmeldedatum:  
26. April 2011 (26.04.2011)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:  
10 2010 018 830.1  
29. April 2010 (29.04.2010) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **BAYER TECHNOLOGY SERVICES GMBH** [DE/DE]; 51368 Leverkusen (DE). **KROHNE MESSTECHNIK GMBH & CO. KG** [DE/DE]; Ludwig-Krohne-Straße 5, 47058 Duisburg (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **MÜLLER, Jörg** [DE/DE]; Meilsener Heide 9, 21244 Buchholz (DE). **KUIPERS, Winfred** [DE/DE]; Erdmannstr. 2c, 22765 Hamburg (DE).

(74) Gemeinsamer Vertreter: **BAYER TECHNOLOGY SERVICES GMBH**; Law and Patents, Patents and Licensing, 51368 Leverkusen (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: LIQUID EVAPORATOR

(54) Bezeichnung : FLÜSSIGKEITSVERDAMPFER

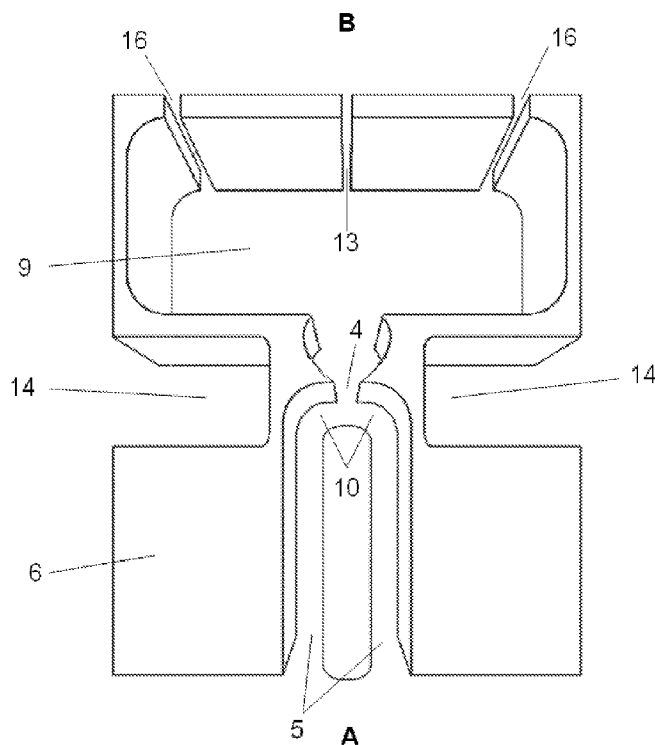


Fig. 1

(57) Abstract: The invention relates to a method and an apparatus for evaporating at least a portion of a liquid (3), characterized in that the liquid is conducted through a duct (5) past an opening (4) leading into a vapor chamber (9) which is kept at a temperature exceeding the evaporation temperature of the liquid (3), and in that the liquid (3) is heated in the area of the opening using electromagnetic radiation (laser, 1) such that at least a portion of the liquid evaporates and the vapor enters the heated vapor chamber (9).

(57) Zusammenfassung: Ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Verdampfung zumindest eines Teils einer Flüssigkeit (3), dadurch gekennzeichnet, dass die Flüssigkeit durch einen Kanal (5) an einer Öffnung (4) vorbeigeführt wird, wobei die Öffnung (4) zu einer Dampfkammer (9) führt, die auf eine Temperatur oberhalb der Verdampfungstemperatur der Flüssigkeit (3) gehalten wird, und die Flüssigkeit (3) im Bereich der Öffnung durch elektromagnetische Strahlung (laser, 1) erhitzt wird, so dass zumindest ein Teil der Flüssigkeit verdampft und der Dampf in die beheizte Dampfkammer (9) eintritt.



(84) **Bestimmungsstaaten** (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**Veröffentlicht:**

- mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eingehen (Regel 48 Absatz 2 Buchstabe h)

## Flüssigkeitsverdampfer

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Flüssigkeitsverdampfer sowie ein Verfahren zur Verdampfung von Flüssigkeiten.

5

Flüssigkeitsverdampfer dienen der Überführung von Flüssigkeiten in die Gasphase und werden in verschiedenen Anwendungen eingesetzt.

10

US7618027B2 offenbart beispielsweise einen Flüssigkeitsverdampfer zur Erzeugung eines hochreinen Gases mit niedrigem Dampfdruck, wobei das Gas im Bereich der Mikroelektronik eingesetzt wird.

WO05/016512A1 offenbart beispielsweise einen Flüssigkeitsverdampfer, der in einem Verfahren zur Entfernung einer flüchtigen Verbindung aus einem Stoffgemisch eingesetzt werden kann.

15

Flüssigkeitsverdampfer finden auch eine breite Anwendung in der Analytik, wo eine Probenmenge einer zu analysierenden Flüssigkeit zunächst in die Gasphase überführt wird, um sie für ein Analyseverfahren zugänglich zu machen. US7309859B2 offenbart beispielsweise einen Flüssigkeitsverdampfer, der in einer Ionenquelle für Massenspektrometer eingesetzt werden kann.

20

Insbesondere im Bereich der Analytik werden an einen Flüssigkeitsverdampfer besondere Anforderungen gestellt. So ist es beispielsweise bei Stoffgemischen für eine quantitativ zuverlässige Analyse wichtig, dass die Konzentrationen aller Komponenten des Stoffgemisches in der Gasphase identisch zu den Konzentrationen in der Flüssigkeit sind. Dazu ist es erforderlich, die Verdampfung des Probenvolumens vollständig durchzuführen. Die gasförmige Probe ist dann zur Vermeidung einer Rückkondensation oberhalb der höchsten Verdampfungstemperatur der beteiligten Komponenten beispielsweise dem Analysesystem zuzuführen.

25

Bisher werden Flüssigkeitsverdampfer vorzugsweise als stationär beheizte Systeme ausgeführt, denen Flüssigproben in kleinen Mengen kontinuierlich zugeführt werden. Um die erforderliche vollständige und möglichst gleichzeitige Verdampfung der Komponenten mit unterschiedlichen Verdampfungstemperaturen zu gewährleisten, ist im Allgemeinen eine hohe Wärmekapazität des Verdampfers erforderlich, verbunden mit einer hohen thermischen Masse. Daraus resultieren ein hoher Energiebedarf und – aufgrund des im Allgemeinen räumlich ausgedehnten Aufbaus des Verdampfers – ein entsprechend hoher Leistungsbedarf und damit einhergehend unter Umständen auch lange Totzeiten zwischen Probennahme und Verdampfung.

30

Aufgrund der steigenden Leistungsfähigkeit moderner Analysensysteme ist die für eine Analyse erforderliche Probenmenge im Lauf der Zeit immer weiter gesunken. Es sind beispielsweise

Mikromassenspektrometer bekannt (siehe beispielsweise WO08/101669A1), die mit kleinsten Probenmengen auskommen.

Die Reduzierung der erforderlichen Probenmenge ist auf der einen Seite vorteilhaft. Geringere Probenmengen bedeuten beispielsweise eine geringere Zeit zur Verdampfung und damit eine  
5 höhere zeitliche Auflösung, mit der Änderungen von Probenzusammensetzung erfasst werden können.

Auf der anderen Seite muss der Flüssigkeitsverdampfer an die geringe Probenmenge angepasst werden, um die Vorteile einer geringeren Probenmenge vollständig ausnutzen zu können.

Es stellt sich damit ausgehend vom bekannten Stand der Technik die Aufgabe, einen  
10 Flüssigkeitsverdampfer und ein Verfahren zur Flüssigkeitsverdampfung bereitzustellen, mit denen kleine Volumina von Flüssigkeiten zuverlässig verdampft werden können. Das zu verdampfende Probenvolumen beträgt dabei bevorzugt weniger als 100  $\mu\text{L}$ , besonders bevorzugt weniger als 10  $\mu\text{L}$ , ganz besonders bevorzugt weniger als 1  $\mu\text{L}$ .

Die verdampfte Probenmenge soll repräsentativ für die Flüssigkeit sein, der sie entnommen wird.  
15 Der Flüssigkeitsverdampfer soll kostengünstig in der Herstellung und im Betrieb sein, einen geringen Energiebedarf für die Verdampfung aufweisen und eine schnelle Verdampfung gewährleisten. Der Flüssigkeitsverdampfer soll entweder über Selbstreinigungsfähigkeiten verfügen, damit auch Flüssigkeiten mit gelösten Stoffen verdampft werden können, die gegebenenfalls einen Niederschlag zurücklassen, oder als Wegwerfartikel ausgeführt sein.

20

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe durch ein Verfahren zur Verdampfung zumindest eines Teils einer Flüssigkeit gemäß Anspruch 1 und durch einen Flüssigkeitsverdampfer gemäß Anspruch 7 gelöst, der zur Durchführung des Verfahrens ausgebildet ist. Bevorzugte Ausführungsformen finden sich in den abhängigen Ansprüchen.

25 Ein erster Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher ein Verfahren zur Verdampfung zumindest eines Teils einer Flüssigkeit, dadurch gekennzeichnet, dass eine Flüssigkeit durch einen Kanal an einer Öffnung vorbeigeführt wird, wobei die Öffnung zu einer Dampfkammer führt, die auf eine Temperatur oberhalb der Verdampfungstemperatur der Flüssigkeit gehalten wird, und die Flüssigkeit im Bereich der Öffnung durch elektromagnetische Strahlung erhitzt wird, so dass  
30 zumindest ein Teil der Flüssigkeit verdampft und der Dampf in die beheizte Dampfkammer eintritt.

Ein zweiter Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Flüssigkeitsverdampfer mindestens umfassend

- einen Körper, in den ein Kanal und eine Kammer eingebracht sind, die durch eine Öffnung miteinander verbunden sind, wobei der Kanal so gestaltet ist, dass eine Flüssigkeit an der Öffnung vorbeigeführt werden kann und ein an die Öffnung angrenzender, optional die Öffnung miterfassender Verdampfungsbereich mit elektromagnetischer Strahlung bestrahlt werden kann,
- Mittel zur Beheizung der Kammer.

Das erfindungsgemäße Verfahren und der erfindungsgemäße Verdampfer nutzen die Energie elektromagnetischer Strahlung, um eine Probenmenge einer Flüssigkeit durch lokales Erhitzen zu verdampfen. Dazu wird eine Flüssigkeit durch einen Kanal geleitet, der an einer Öffnung zu einer Kammer vorbeiführt. Der Bereich der Öffnung ist für elektromagnetische Strahlung zugänglich, d.h. er kann mit elektromagnetischer Strahlung bestrahlt werden. In diesem Bereich – im Folgenden auch Verdampfungsbereich genannt – wird die Flüssigkeit lokal mittels elektromagnetischer Strahlung so stark erhitzt, dass eine Probenmenge verdampft. Die verdampfte Probenmenge gelangt durch die Öffnung in eine Kammer – nachfolgend auch Dampfkammer bezeichnet, die auf eine Temperatur oberhalb der Verdampfungstemperatur der Flüssigkeit beheizt werden kann, damit der Dampf in der Kammer nicht kondensiert.

Die elektromagnetische Strahlung wird vorzugsweise von außerhalb des Flüssigkeitsverdampfers der Verdampfungsstelle zugeführt. Daher ist die Verdampfungsstelle vorzugsweise mit einer für die verwendete elektromagnetische Strahlung zumindest teilweise transparenten Abdeckung versehen. Unter einer zumindest teilweisen transparenten Abdeckung ist eine Abdeckung zu verstehen, die vorzugsweise einen Großteil der elektromagnetischen Strahlung hindurch lässt und nur einen geringen Teil absorbiert und/oder reflektiert, so dass ein Großteil der eingestrahnten Energie an die Verdampfungsstelle gelangt und hier zur Erhitzung einer Probenmenge zur Verfügung steht. Eine hohe Transparenz und damit geringe Absorption der Abdeckung bewirkt auch, dass sich die Abdeckung nicht selbst erwärmt.

Vorzugsweise ist der Verdampfungsbereich so gestaltet, dass er einen hohen Anteil der elektromagnetischen Strahlung absorbiert und in Wärme umwandelt. Beispielsweise können die Kanalinnenwände aus einem Material bestehen, das einen Großteil der eingestrahnten Energie absorbiert und in Wärme umwandelt. Ebenso ist es denkbar, die Kanalinnenwände im Verdampfungsbereich mit einem Material zu beschichten, dass einen für die verwendete Strahlung hohen Absorptionskoeffizienten aufweist. In beiden genannten Fällen ist es möglich, mittels des Verdampfers auch Flüssigkeiten zu verdampfen, die selbst nur einen geringen Absorptionskoeffizienten für die verwendete Strahlung aufweisen; die Erhitzung erfolgt indirekt. Der Verdampfungsbereich, der für eine indirekte Erhitzung der Flüssigkeit hergerichtet ist, wird im Folgenden auch als Absorber bezeichnet.

Vorteilhafterweise wird die verwendete Strahlungsquelle jedoch auf die zu verdampfende Flüssigkeit abgestimmt, um eine direkte Erhitzung der Flüssigkeit zu ermöglichen. Die direkte Erhitzung hat den Vorteil, dass die Umgebung der Flüssigkeit nur geringfügig erhitzt wird und so negative Einflüsse einer erhitzten Umgebung auf die Analyse (geringere zeitliche Auflösung, Kontaminationen, Schädigungen, etc.) minimiert werden.

Zur Bestrahlung wird vorzugsweise ein Laserstrahl verwendet. Besonders bevorzugt wird ein gepulster, fokussierter Laserstrahl verwendet. Die Laser-Pulslänge ist vorzugsweise so gewählt, dass die thermischen Zeitkonstanten von Absorber und/oder zu verdampfender Flüssigkeit groß gegenüber dieser Pulslänge sind. Das bedeutet, dass schon ein einzelner Puls ausreicht, um eine Probenmenge zu verdampfen.

Die Menge an verdampfter Flüssigkeit kann durch Variation der Länge des Laserpulses sowie seiner Leistung variiert werden. Für das Verdampfen größerer Mengen ist auch eine Pulsfolge einsetzbar. Da der Zeitpunkt der Verdampfung sehr genau festgelegt werden kann, sind die Synchronisation der Dampferzeugung mit einer Probennahme in einem Analysegerät und dadurch eine Korrelationsmessung mit erhöhter Messempfindlichkeit möglich. Darüber hinaus erlaubt dieses Verfahren, gezielt Segmente aus einem Probenfluss zu verdampfen und zu analysieren, um insbesondere auch zeitlich stark schwankende Probenzusammensetzungen aber auch z.B. von der Flüssigkeit getragene unvermischte bzw. nicht gelöste Komponenten (Emulsionen, Zellen) definiert bzw. selektiv zu erfassen.

Der Laserstrahl wird dem Verdampfungsbereich vorzugsweise durch eine für den Laserstrahl zumindest teilweise transparente Abdeckung über eine Freistrahl- oder eine Faseroptik zugeführt.

Der Übergang vom Kanal zur Dampfkammer ist so gestaltet, dass die Flüssigkeit aufgrund der in der Öffnung herrschenden Kapillarkräfte nicht ungehindert in die Kammer fließen kann. Die Unterdrückung des Flüssigkeitsaustritts wird vorzugsweise durch einen ausreichend großen Unterschied zwischen dem Querschnitt der Kammerdimension an der Stelle der Öffnung und der Länge der Schnittstelle zum Kanal und deren Querschnitt gewährleistet. Alternativ oder zusätzlich können die Innenwände von Kanal und Kammer zumindest im Öffnungsbereich mit Schichten unterschiedlicher Oberflächenenergien versehen werden. Ist die zu verdampfende Flüssigkeit beispielsweise eine wässrige Lösung kann der Öffnungsbereich des Kanals hydrophil und der der Kammer hydrophob beschichtet werden.

Um eine Probennahme aus der Mitte des Kanals insbesondere bei kleinen Querschnitten und dann turbulenzfreiem, laminarem Strom zu ermöglichen, weist der Kanal im Bereich der Verdampfung vorzugsweise eine Krümmung auf. Die Krümmung bewirkt unterschiedliche Fließgeschwindigkeiten im Bereich der Innen- und der Außenkurve. Es werden Dean-Wirbel

erzeugt, die zu einer Strömung senkrecht zur Fließrichtung führen und Flüssigkeitselemente aus der Kanalmitte zum Kanalrand in den Öffnungsbereich führen.

Da die kurzzeitig erhitzte Stelle ständig durch die nachfolgende Flüssigkeit umspült wird, kann auch erreicht werden, dass möglicherweise bei der Verdampfung ausgefallene Feststoffe entweder  
5 wieder gelöst oder mechanisch vom Flüssigkeitsstrom entfernt und weggetragen werden. Die im Krümmungsbereich des Kanals auftretenden Dean-Wirbel unterstützen diesen Prozess der Selbstreinigung.

Die Dampfkammer weist einen Gasauslass auf, durch den der Dampf den erfindungsgemäßen Flüssigkeitsverdampfer verlassen kann. Neben dem Gasauslass kann die Kammer mit weiteren  
10 Anschlüssen versehen werden, die insbesondere ein Evakuieren und ggf. auch Spülen der Kammer zwischen den Probennahme-Intervallen erlauben, um ein Verschleppen von Proben von einem Verdampfungsvorgang zum nächsten zu vermeiden.

Alternativ kann dies auch jeweils gezielt nach mehreren Verdampfungen geschehen, um die verfügbare Gasmenge und/oder deren Druck für die Injektion zu vergrößern bzw. eine Mittelung  
15 über mehrere Probenvolumina direkt vor der Analyse zu ermöglichen.

Die Dampfkammer kann über ein Heizelement beheizt werden, das vorzugsweise elektrisch betrieben wird.

Die vorzugsweise durch eine flächige Kontaktheizung lokal beheizte Dampfkammer kann, um den Dampf gleichmäßig auf hoher Temperatur zu halten, zusätzlich von vorzugsweise  
20 lamellenförmigen Strukturen aus wärmeleitendem Material durchzogen sein, die über Wärmeleitung ebenfalls durch die Heizeinrichtung erwärmt werden.

Diese Strukturen erleichtern auch die Verdampfung von Tröpfchen, die durch den Dampf aus dem Kanal in die Kammer mitgerissen wurden.

Die Strukturen sind vorzugsweise so angebracht, dass sie den Durchtritt von Partikeln durch den Gasauslass verhindern (siehe Fig. 2), dass heißt, sie schirmen die Öffnung und den Gasauslass  
25 vorzugsweise voneinander ab.

Da der Energieeintrag zur Verdampfung vorzugsweise optisch, also berührungslos erfolgt und auch die Beheizung der Kammer nicht unmittelbar in diese integriert sein muss, ist das Verdampfungssystem einfach herstellbar und kann prinzipiell bei Verschmutzung auch leicht  
30 ausgetauscht werden. In einer bevorzugten Ausführungsform ist der erfindungsgemäße Flüssigkeitsverdampfer als Wegwerfartikel ausgeführt.

Der Körper des erfindungsgemäßen Flüssigkeitsverdampfers, in den Kanal und Kammer eingebracht sind, kann einstückig oder mehrstückig ausgeführt sein. Vorzugsweise ist er einstückig ausgeführt.

Vorzugsweise handelt es sich bei dem Flüssigkeitsverdampfer um ein Mikrosystem, dessen Strukturen mittels Mikrofertigungstechniken realisiert sind.

- Die Herstellung von Strukturen in Mikrosystemen ist dem Fachmann der Mikrosystemtechnik bekannt. Mikrofertigungstechniken sind z.B. in dem Buch „Fundamentals of Microfabrication“ von Marc Madou, CRC Press Boca Raton FLA 1997 oder in dem Buch „Mikrosystemtechnik für Ingenieure“ von W. Menz, J. Mohr und O. Paul, Wiley-VCH, Weinheim 2005, beschrieben und illustriert. Eine nähere Beschreibung zur Silizium-Silizium-Technologie findet sich beispielsweise in Q.-Y. Tong, U. Gösele: *Semiconductor Wafer Bonding: Science and Technology*; The Electrochemical Society Series, Wiley-Verlag, New York (1999). Bezüglich der Glas-Glas-Technologie sei beispielhaft auf folgende Publikationen verwiesen: J. Wie et al., *Low Temperature Glass-to-Glass Wafer Bonding*, IEEE Transactions on advanced packaging, Vol. 26, No. 3, 2003, Seiten 289-294; Duck-Jung Lee et al., *Glass-to-Glass Anodic Bonding for High Vacuum Packaging of Microelectronics and its Stability*, MEMS 2000, The Thirteenth Annual International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, 23-27 January 2000, Seiten 253-258.
- Maßgeblich beruhen die Technologien der Mikrosystemtechnik auf der Strukturierung von Silizium- und/oder Glassubstraten mit hohem Aspektverhältnis (z.B. schmale Gräben ( $\sim\mu\text{m}$ ) mit großer Tiefe ( $\sim 100\mu\text{m}$ )) mit Strukturgenauigkeiten im Mikrometerbereich mit nasschemischen, vorzugsweise Plasmaätzprozessen kombiniert mit im thermischen Ausdehnungskoeffizienten angepassten natriumhaltigen Glassubstraten (z.B. Pyrex<sup>®</sup>), die mit einfachen geätzten Strukturen versehen werden und vorzugsweise mit dem so genannten anodischen Bonden direkt, alternativ mit einer als Lotlegierung (AuSi) fungierenden Au-Dünnschicht hermetisch dicht miteinander verbunden werden.

- Metallische Strukturen mit hohem Aspektverhältnis lassen sich durch galvanisches Aufwachsen in dicken Photolacken ( $> 100\mu\text{m}$ ) mit vergleichbarer Genauigkeit realisieren (UV-LIGA). Unter Einsatz von Dünnschichttechnologien wie Hochvakuumverdampfen und Kathodenzerstäubung (Sputtern), PVD-Prozessen oder der chemischen Abscheidung aus der Gasphase (CVD-Prozesse) vorzugsweise im Plasma in Kombination mit Photolithographie und Ätztechniken lassen sich auf diesen Substraten Funktionsschichten wie Metallisierungen, hydrophobe oder hydrophile Oberflächen und Funktionselemente wie Ventil-Dichtungen und Membranen, Heizelemente, Temperatur-, Druck- und Strömungssensoren in einer vollständig prozesskompatiblen Technologie integrieren.

- Die Strukturen des erfindungsgemäßen Flüssigkeitsverdampfers werden vorzugsweise in einer Silizium-Glas-Technologie hergestellt, wobei Silizium für den Körper und Glas für die transparente Abdeckung verwendet werden. Diese Kombination, vorzugsweise hermetisch verbunden durch



anodisches Bonden, ermöglicht eine hochgenaue Strukturierung der unterschiedlichen Komponenten des Systems insbesondere im Silizium (Photoätztechnik, DRIE, Beschichtung). Silizium ist wie Glas chemisch und thermisch stabil, und im Gegensatz zum Glas ein guter Wärmeleiter mit geringer Wärmekapazität (beheizte Kammer mit gleichförmiger Temperatur) und  
5 ein guter optischer Absorber für übliche Laserwellenlängen. Die Wärmeverluste durch Ableitung über das Glassubstrat sind gering.

Durch die Kombination von Silizium und Glas lassen sich ein lokaler Eintrag der optischen Energie in den Kanalrand sowie eine thermische Entkopplung von Kanal und Dampfkammer erreichen. Zur thermischen Entkopplung werden Dampfkammer und Flüssigprobenkanal vorzugsweise durch  
10 horizontale und vertikale Einschnitte im gut wärmeleitenden Körper getrennt. Die mechanische Stabilität bei geringem Wärmeübertrag wird durch eine transparente Abdeckung z.B. aus Glas oder einem Polymer gewährleistet.

Es ist auch denkbar, den erfindungsgemäßen Flüssigkeitsverdampfer aus Polymermaterialien z.B. mittels Spritzgusstechniken zu realisieren. Für den Körper wird vorzugsweise ein Verbundmaterial  
15 verwendet, z.B. ein Polymer, in dem Kohlenstoff (Ruß, Kohlenstoffnanoröhrchen) dispergiert ist, um die Absorption elektromagnetischer Strahlung und die Wärmeleitfähigkeit zu erhöhen.

Aufgrund der in der Mikrosystemtechnologie üblichen Dimensionen im Bereich von einigen 10 bis 100 µm ist ein so realisiertes System besonders auch für die Analyse bzw. Erzeugung kleiner  
20 Probenvolumina (nL Flüssigkeit, µL in der Gasphase) geeignet.

Zur Verdampfung solcher kleinen Probenmengen werden selbst für Flüssigkeiten mit hoher Verdampfungsenthalpie wie z.B. Wasser nur geringe Laserenergien im mWs-Bereich benötigt, die vorzugsweise Standard-Halbleiterlaser, angekoppelt über Fasern oder Linsen, im Wellenlängenbereich von z.B. 400 nm bis 980 nm auch bei den geforderten kurzen Pulsdauern  
25 (z.B. 1 W für 1 ms, 100 mW für 10 ms) liefern.

Das zu verdampfende Probenvolumen beträgt bevorzugt weniger als 100 µL, besonders bevorzugt weniger als 10 µL, ganz besonders bevorzugt weniger als 1 µL.

30 Der erfindungsgemäße Flüssigkeitsverdampfer eignet sich vorzugsweise als Probenverdampfer in einem Mikroanalysensystem. Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist demnach auch die Verwendung des erfindungsgemäßen Flüssigkeitsverdampfers in einem Mikroanalysensystem, beispielsweise in einem Mikrogaschromatographen oder einem Mikromassenspektrometer, wie es

z.B. in dem Artikel „*Complex MEMS: A fully integrated TOF micro mass spectrometer*“ veröffentlicht in Sensors and Actuators A: Physical, 138 (1) (2007), Seiten 22-27 beschrieben ist.

Der erfindungsgemäße Flüssigkeitsverdampfer und das erfindungsgemäße Verfahren gewährleisten die folgenden Punkte:

- simultanes Verdampfen von Flüssigkeiten und Flüssigkeitsgemischen
- zuverlässiges Verdampfen kleiner Volumina (vorzugsweise auch  $< 1\mu\text{l}$ )
- geringe Totzeit zwischen der Verdampfung zweier Proben
- schnelle Verdampfung, so dass bei der Analyse eine hohe zeitliche Auflösung erreicht werden kann
- Verdampfen repräsentativer Proben
- geringer Energiebedarf für die Verdampfung
- geringer apparativer Aufwand
- auch geeignet für Medien mit hoher Verdampfungs-Enthalpie
- auch geeignet für Medien mit gelösten Feststoffen (Niederschlag)
- kostengünstiger Betrieb (Herstellung und Austausch)
- geringer Aufwand für Peripherie
- mit der Analyse der Probe synchronisierbare Probennahme (Lock-In-Prinzip)
- Dosierbarkeit des Gasvolumens
- Einstellbarkeit des Injektions-Gasdrucks
- Mittelung über Synchronisation und Mehrfachimpulse
- statistische Auswahl (Zeitfenster) der zu mittelnden Proben
- Mittelwertbildung im Gasraum
- Selbstreinigung

Die Erfindung wird nachstehend anhand von Figuren näher erläutert, ohne sie jedoch hierauf zu beschränken.

In allen Figuren wurden die folgenden Bezugszeichen verwendet:

### 30 Bezugszeichen

- |    |                              |
|----|------------------------------|
| 1  | elektromagnetische Strahlung |
| 2  | transparente Abdeckung       |
| 3  | Flüssigkeit                  |
| 4  | Öffnung                      |
| 35 | 5 Kanal                      |

	6	Körper
	7	Dampfstrahl
	8	Heizelement
	9	Dampfkammer
5	10	Krümmung
	11	Querstrom
	12	lamellenförmige Strukturen
	13	Gasauslass
	14	Einschnitt
10	16	Anschluss

**Fig. 1** zeigt eine perspektivische Darstellung eines erfindungsgemäßen Flüssigkeitsverdampfers von oben. Der Flüssigkeitsverdampfer umfasst einen Körper 6, in den ein Kanal 5 und eine Kammer 9 eingebracht sind. Kanal 5 und Kammer 9 sind über eine Öffnung 4 miteinander verbunden. Der Kanal 5 weist im Bereich der Öffnung 4 eine Krümmung 10 auf. Eine Flüssigkeit wird durch den Kanal 5 an der Öffnung 4 vorbeigeführt.

Der Übergang von der Öffnung 4 zur Kammer 9 ist so ausgeführt, dass die Flüssigkeit aufgrund der in der Öffnung herrschenden Kapillarkräfte nicht in den direkt angrenzenden Bereich 9 fließen kann.

20

Im Bereich der Öffnung wird die Flüssigkeit mittels elektromagnetischer Strahlung bestrahlt und damit erhitzt. Die Bestrahlung erfolgt im vorliegenden Fall aus der Richtung des Betrachters (von oben).

25 Durch die Bestrahlung wird die Flüssigkeit erhitzt und es verdampft ein Teil, der als Dampfstrahl durch die Öffnung 4 in die Kammer 9 gelangt. Unterhalb der Kammer 9 befindet sich ein Heizelement, mit dem die Kammer beheizt werden kann (in Fig. 1 nicht gezeigt; siehe Fig. 3).

Thermisch entkoppelt werden Dampfkammer 9 und Flüssigprobenkanal 5 durch horizontale Einschnitte 14 im gut wärmeleitenden Körper 6.

**Fig. 2** zeigt den Flüssigkeitsverdampfer aus Fig. 1, in dessen Kammer 9 lamellenförmige Strukturen 12 eingebracht sind. Die lamellenförmigen Strukturen werden vorzugsweise über Wärmeleitung durch das Heizelement unterhalb der Kammer 9 (in Fig. 2 nicht gezeigt, siehe Fig. 3) beheizt.

35

**Fig. 3** zeigt den erfindungsgemäßen Flüssigkeitsverdampfer aus Fig. 1 im Querschnitt entlang einer Geraden von A zu B. Neben den bereits oben zu Fig. 1 beschriebenen Komponenten ist in Fig. 3 eine transparente Abdeckung 2 zu erkennen, die sich über den gesamten Körper 6 erstreckt. Daneben ist unterhalb der Dampfkammer ein Heizelement 8 angebracht. Die Bestrahlung der

5 Flüssigkeit erfolgt durch die transparente Abdeckung vorzugsweise mittels eines fokussierten Laserstrahls 1.

**Patentansprüche**

1. Verfahren zur Verdampfung zumindest eines Teils einer Flüssigkeit, dadurch gekennzeichnet, dass die Flüssigkeit durch einen Kanal an einer Öffnung vorbeigeführt wird, wobei die Öffnung zu einer Dampfkammer führt, die auf eine Temperatur oberhalb der Verdampfungstemperatur der Flüssigkeit gehalten wird, und die Flüssigkeit im Bereich der Öffnung durch elektromagnetische Strahlung erhitzt wird, so dass zumindest ein Teil der Flüssigkeit verdampft und der Dampf in die beheizte Dampfkammer eintritt.  
5
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Erhitzung mittels eines fokussierten und gepulsten Laserstrahls erfolgt.  
10
3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Flüssigkeit ein Gemisch ist.  
15
4. Flüssigkeitsverdampfer mindestens umfassend
  - einen Körper, in den ein Kanal und eine Kammer eingebracht sind, die durch eine Öffnung miteinander verbunden sind, wobei der Kanal so gestaltet ist, dass eine Flüssigkeit an der Öffnung vorbeigeführt werden kann und ein an die Öffnung angrenzender, optional die Öffnung miterfassender Verdampfungsbereich mit  
20 elektromagnetischer Strahlung bestrahlt werden kann,
  - Mittel zur Beheizung der Kammer.
5. Flüssigkeitsverdampfer nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Verdampfungsbereich über eine Abdeckung verfügt, die für die verwendete elektromagnetische Strahlung zumindest teilweise transparent ist.  
25
6. Flüssigkeitsverdampfer nach einem der Ansprüche 4 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass Kanal, Öffnung und Kammer so gestaltet sind, dass eine durch den Kanal strömende Flüssigkeit aufgrund von Kapillarkräften und/oder Grenzflächenenergien in dem Kanal verbleibt und nicht ungehindert in die Kammer fließt.  
30

7. Flüssigkeitsverdampfer nach einem der Ansprüche 4 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Kanal im Bereich der Öffnung eine Krümmung aufweist, die in einer strömenden Flüssigkeit Dean-Wirbel erzeugt.
- 5 8. Flüssigkeitsverdampfer nach einem der Ansprüche 4 bis 7, weiterhin umfassend einen Gasauslass in der Kammer, Anschlüsse in der Kammer zum Evakuieren und/oder Spülen der Dampfkammer und lamellenförmige Strukturen in der Kammer, die wärmeleitend mit den Mitteln zur Beheizung der Kammer verbunden sind und vorzugsweise so angeordnet sind, dass sie den Gasauslass von der Öffnung abschirmen.
- 10
9. Flüssigkeitsverdampfer einem der Ansprüche 4 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass er als Mikrosystem in einer Silizium-Glas-Technik hergestellt ist, wobei Silizium für den Körper und Glas für die transparente Abdeckung verwendet werden.
- 15 10. Verwendung des Flüssigkeitsverdampfers nach einem der Ansprüche 4 bis 9 in einem Mikroanalysensystem, insbesondere in einem Mikromassenspektrometer oder einem Mikrogaschromatographen.

Figuren

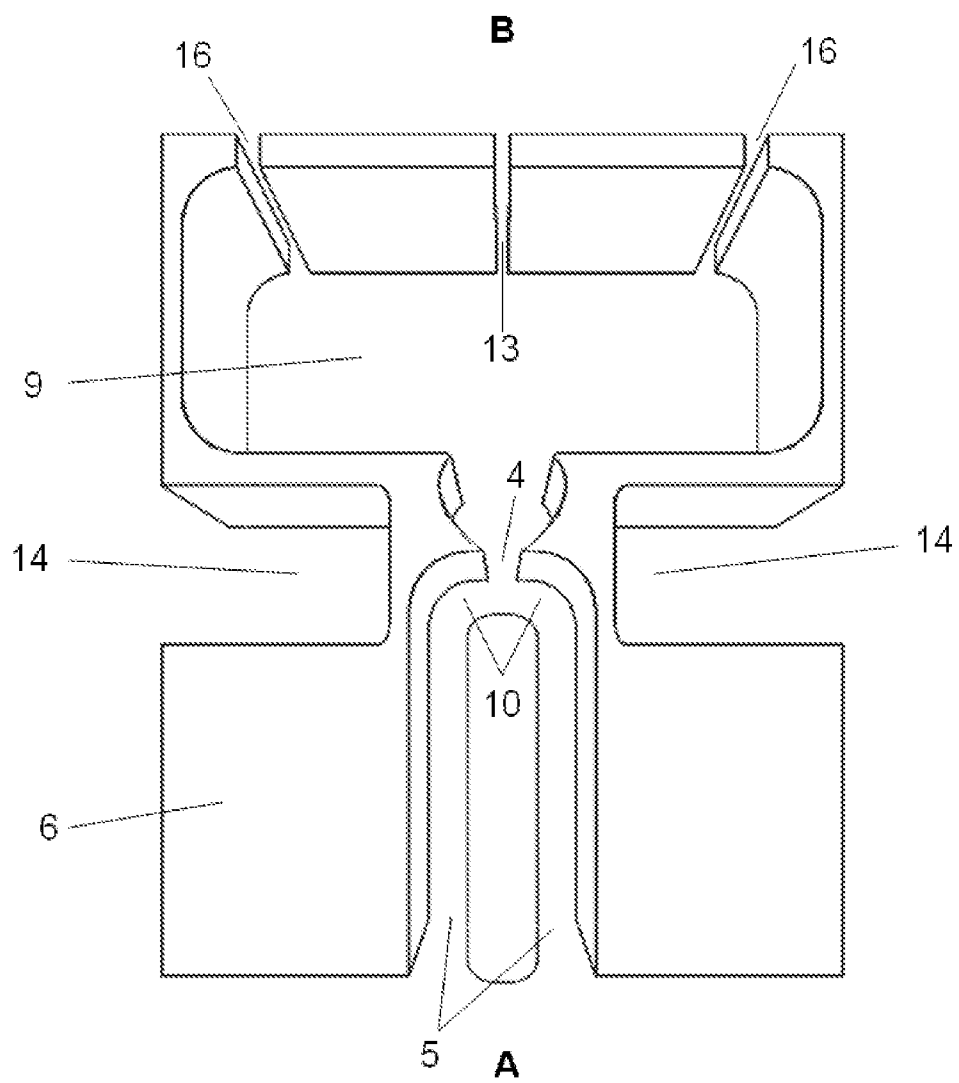
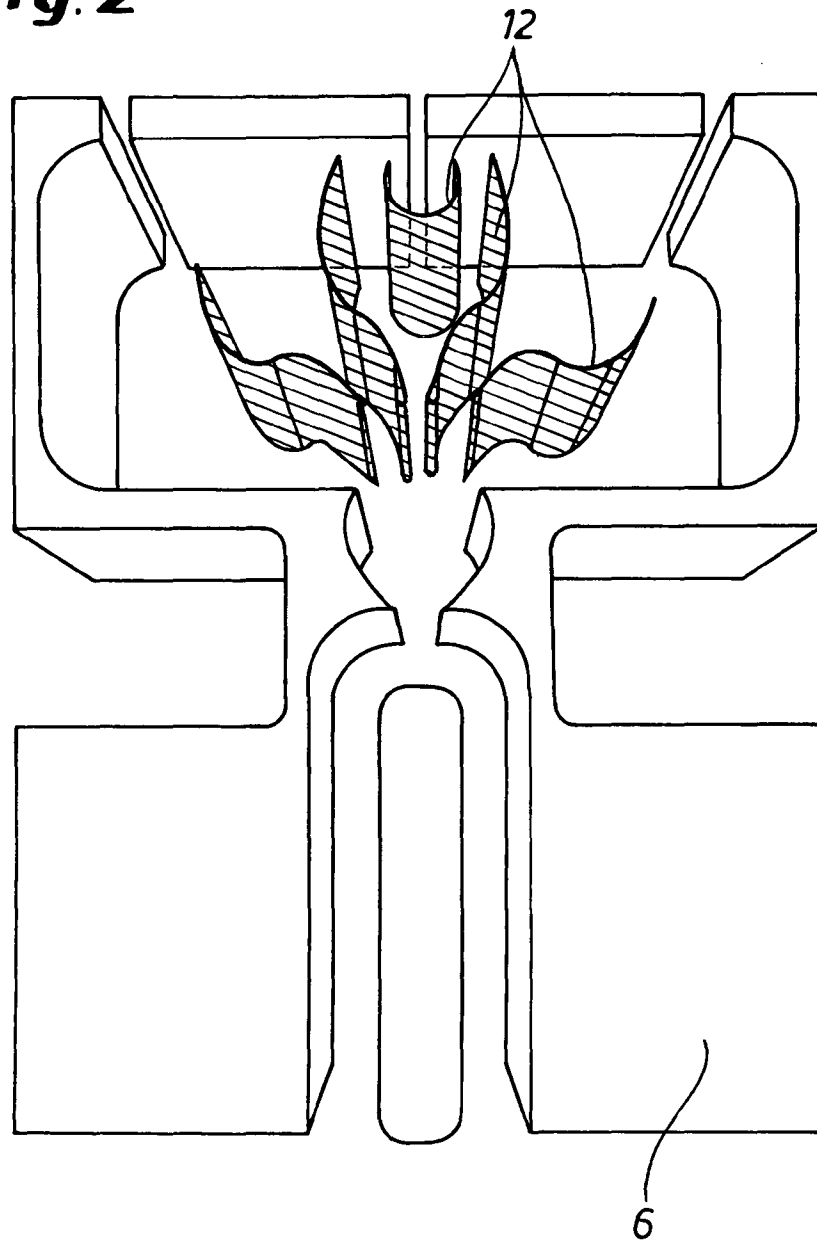


Fig. 1

- 2 / 3 -

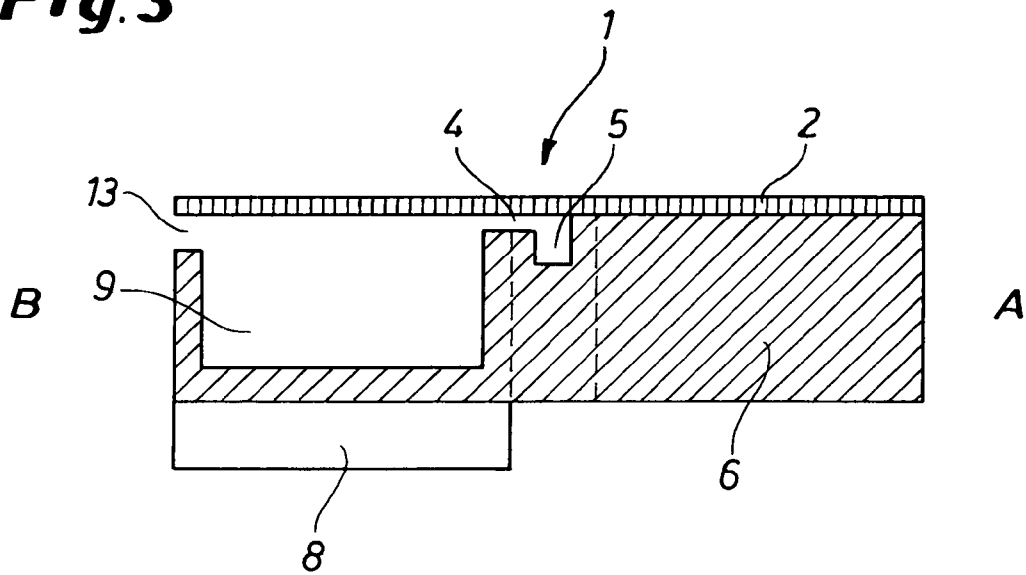
**Fig. 2**





- 3/3 -

**Fig. 3**



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No  
PCT/EP2011/056593

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. B01B1/00 G01N1/28 H01J49/04  
ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B01B G01N H01J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 99/00824 A1 (UNIV IOWA STATE RES FOUND INC [US]) 7 January 1999 (1999-01-07) abstract; figures page 8, line 12 - line 16 page 11, line 22 - page 12, line 4 -----	1-10
A	DE 102 42 797 A1 (DEGUSSA [DE]) 25 March 2004 (2004-03-25) abstract; figures page 3, paragraph 37 column 4, line 44 - column 5, line 14 column 5, line 22 - line 29 ----- -/-	1



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

## \* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

1 September 2011

Date of mailing of the international search report

09/09/2011

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Lapeyrère, Jean

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No  
PCT/EP2011/056593

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2008/104900 A2 (UNIV ROMA [IT]; LAVAGNA SILVIO [IT]) 4 September 2008 (2008-09-04) abstract; figures page 3, line 27 - line 35 page 5, line 3 - line 10 page 5, line 22 - line 28 -----	1
A	WO 02/30539 A2 (SIEMENS AG [DE]; GELLERT UDO [DE]) 18 April 2002 (2002-04-18) abstract; figures page 5, line 26 - line 33 -----	1

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2011/056593

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)		Publication date
WO 9900824	A1	07-01-1999	AU	7988098 A		19-01-1999
			US	5917185 A		29-06-1999
-----						
DE 10242797	A1	25-03-2004	NONE			
-----						
WO 2008104900	A2	04-09-2008	EP	2114542 A2		11-11-2009
-----						
WO 0230539	A2	18-04-2002	DE	10049856 A1		07-03-2002
-----						

<b>A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES</b> INV. B01B1/00 G01N1/28 H01J49/04 ADD.		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
<b>B. RECHERCHIERTE GEBIETE</b> Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) B01B G01N H01J		
Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen		
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal		
<b>C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN</b>		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	WO 99/00824 A1 (UNIV IOWA STATE RES FOUND INC [US]) 7. Januar 1999 (1999-01-07) Zusammenfassung; Abbildungen Seite 8, Zeile 12 - Zeile 16 Seite 11, Zeile 22 - Seite 12, Zeile 4 -----	1-10
A	DE 102 42 797 A1 (DEGUSSA [DE]) 25. März 2004 (2004-03-25) Zusammenfassung; Abbildungen Seite 3, Absatz 37 Spalte 4, Zeile 44 - Spalte 5, Zeile 14 Spalte 5, Zeile 22 - Zeile 29 ----- -/-	1
<input checked="" type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen <input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie		
<p>* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :</p> <p>"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</p> <p>"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)</p> <p>"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht</p> <p>"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist</p> <p>"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden</p> <p>"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</p> <p>"&amp;" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</p>		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche  1. September 2011		Absendedatum des internationalen Recherchenberichts  09/09/2011
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Bevollmächtigter Bediensteter  Lapeyrère, Jean

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	WO 2008/104900 A2 (UNIV ROMA [IT]; LAVAGNA SILVIO [IT]) 4. September 2008 (2008-09-04) Zusammenfassung; Abbildungen Seite 3, Zeile 27 - Zeile 35 Seite 5, Zeile 3 - Zeile 10 Seite 5, Zeile 22 - Zeile 28 -----	1
A	WO 02/30539 A2 (SIEMENS AG [DE]; GELLERT UDO [DE]) 18. April 2002 (2002-04-18) Zusammenfassung; Abbildungen Seite 5, Zeile 26 - Zeile 33 -----	1

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2011/056593

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 9900824	A1	07-01-1999	AU 7988098 A 19-01-1999
		US 5917185 A 29-06-1999	
DE 10242797	A1	25-03-2004	KEINE
WO 2008104900	A2	04-09-2008	EP 2114542 A2 11-11-2009
WO 0230539	A2	18-04-2002	DE 10049856 A1 07-03-2002