

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

B01J 19/12 (2006.01)

H05B 6/70 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 01805567.2

[45] 授权公告日 2006 年 4 月 5 日

[11] 授权公告号 CN 1248778C

[22] 申请日 2001.2.26 [21] 申请号 01805567.2

[30] 优先权

[32] 2000. 2. 25 [33] US [31] 60/185,059

[86] 国际申请 PCT/IB2001/000257 2001.2.26

[87] 国际公布 WO2001/062379 英 2001.8.30

[85] 进入国家阶段日期 2002.8.23

[71] 专利权人 私人化学乌普萨拉股份公司

地址 瑞典乌普萨拉

[72] 发明人 马格努斯·法格瑞尔

珀·奥罗·G·里斯曼

审查员 秦士魁

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利
商标事务所

代理人 王永刚

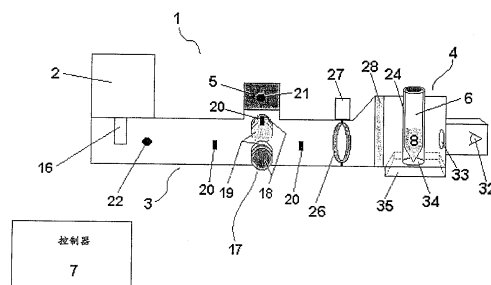
权利要求书 4 页 说明书 30 页 附图 11 页

[54] 发明名称

微波加热装置

[57] 摘要

本发明涉及一种装置，用于加热样品，例如化学反应混合物，其介电性质在加热过程中变化。特别地，本发明涉及一种微波加热装置，包括微波发生器，用于将产生的微波导向供料器的波导管，和由闭合环形成的定义一个平面的偏转器，所述的偏转器具有固定的共振频率和在垂直于所述平面方向上的厚度，该偏转器可以绕至少基本上平行于所述平面的轴转动，该偏转器置于波导管中，以便与样品和波导供料器形成共振腔。共振器的共振条件和从波导管到腔的辐射的耦合因子容易通过偏转器的旋转而调节。共振条件和耦合因子可以响应样品介电性质而调节，以便优化吸收功率的量从而获得样品加热过程的控制。



1.一种加热装置，包括：

- 用于产生波长 λ 的电磁辐射的产生装置，
- 用于将产生的电磁辐射导向用于盛放待加热样品的波导供料器的波导管，样品具有介电性质 ε_{sample} ，它以样品温度的函数变化，波导管和波导供料器支持单横模，
- 由封闭的环形成偏转器，其定义一个平面，所述的偏转器具有固有共振频率 ν_{defl} 和在垂直于所述平面方向上的区间 $[\lambda/30; \lambda/5]$ 中的厚度，偏转器可围绕至少基本上平行于所述平面的轴旋转，
- 偏转器置于波导管中，以便与样品和波导供料器形成共振腔，所述的腔具有依赖于至少 ε_{sample} ， ν_{defl} 和偏转器旋转角 α_{defl} 的至少一共振频率 ν_{cav} 。

2.根据权利要求1的装置，其中偏转器偏转至少部分引导的电磁波，以便确定从波导管到波导供料器的导波的耦合。

3.根据权利要求1的装置，其中偏转器具有在垂直于偏转器平面的方向上的在区间 $[\lambda/20; \lambda/10]$ 中的厚度。

4.根据权利要求1的装置，其中偏转器的形状为椭圆，具有长主轴a和短主轴b。

5.根据权利要求1的装置，其中偏转器的形状为不等边四边形。

6.根据权利要求5的装置，其中偏转器的形状为具有宽度a和高度b的矩形。

7.根据权利要求1的装置，进一步包括具有大于5的相对介电常数的材料的元件，它置于波导供料器中用于调节腔的共振频率和/或波导管与波导供料器之间的导波的耦合。

8.根据权利要求7的装置，其中置于波导供料器中用于调节腔的共振频率和/或波导管与波导供料器之间的导波的耦合的元件具有大于10的相对介电常数。

9.根据权利要求8的装置，其中置于波导供料器中用于调节腔的

共振频率和/或波导管与波导供料器之间的导波的耦合的元件具有大于 25 的相对介电常数。

10. 根据权利要求 7 的装置, 其中元件的材料包括陶瓷材料, 其包括一种或多种选自 Al_2O_3 , TiO_2 或者 $XTiO_3$ 的材料, 在这里 X 是任意 II 族元素。

11. 根据权利要求 10 的装置, 其中 X 元素是 Ca 或者 Mg。

12. 根据权利要求 7 的装置, 其中选择所述元件的相对介电常数和/或形状和/或尺寸, 以使腔共振于预先确定的一组条件。

13. 根据权利要求 12 的装置, 其中所述预先确定的一组条件选自样品体积, 样品介电常数, 以及波导管与波导供料器之间的导波的耦合。

14. 根据权利要求 1 的装置, 进一步包括用于调节波导供料器中样品位置的装置, 以便调节腔的共振频率和/或波导管与波导供料器之间的导波的耦合。

15. 根据权利要求 14 的装置, 进一步包括支撑装置, 其用于支撑盛放样品的容器, 其中用于调节样品位置的装置包括用于调节所述支撑装置的基本上垂直的位置的装置。

16. 根据权利要求 1 的装置, 进一步包括第一循环器和第一假负载, 所述的第一循环器适用于将至少部分从供料器反射的电磁辐射偏转向第一假负载。

17. 根据权利要求 1 的装置, 进一步包括至少一功率测量装置, 适用于测量至少部分从第一循环器偏转的电磁辐射的功率。

18. 根据权利要求 17 的装置, 进一步包括第一存储装置, 用于存储来自至少一功率测量装置的信息。

19. 根据权利要求 1 的装置, 其中产生装置包括磁控管。

20. 根据权利要求 1 的装置, 其中产生装置包括基于半导体的发生器和基于半导体的放大器。

21. 根据权利要求 20 的装置, 其中基于半导体的放大器包括一个或多个碳化硅功率晶体管。

22. 根据权利要求 1 的装置, 进一步包括热辐射敏感元件, 它被放置用于接收从样品发出的热辐射。

23. 根据权利要求 22 的装置, 其中热辐射敏感元件适用于确定样品的温度。

24. 根据权利要求 1 的装置, 其中供料器包括保护挡板, 其用于将偏转器及波导管与样品分开, 所述的挡板对导向波导供料器的电磁波基本上是透明的。

25. 根据权利要求 24 的装置, 其中所述的基本上透明的挡板包括一种和多种选自 PTFE(Teflon[®])TPX, 聚丙烯或者 polyphenylidenesulphide(PPS,Ryton[®])的材料。

26. 根据权利要求 1 的装置, 其中供料器包括排出口, 用于将样品从供料器中排出。

27. 根据权利要求 1 的装置, 其中电磁波包括具有频率 300MHz - 300GHz 的微波。

28. 一种用于加热样品的方法, 所述方法包括步骤:

I. 提供一种根据权利要求 1 到 28 任何一个的加热装置, 并将样品插入供料器中,

II. 在第一输出功率级产生电磁辐射,

III. 旋转偏转器以调节波导管和共振腔之间的耦合因子。

29. 根据权利要求 28 的方法, 其中样品具有第一温度 T_1 , 该方法进一步包括步骤:

加热样品以获得第二温度 $T_2 > T_1$,

旋转偏流器响应样品介电性质 ε_{sample} 的变化而调节波导管与共振腔之间的耦合因子。

30. 根据权利要求 28 的方法, 其中步骤 III 包括步骤:

IV. 执行下面步骤一次或多次:

- 将偏转器置于第一位置, 并且测量从波导供料器反射的电磁辐射的第一功率, 该反射的辐射对应于所述的偏转器第一位置,

- 将偏转器旋转到不同于第一位置的第二位置,并且测量从波导供料器反射的电磁辐射的第二功率,该反射的辐射对应于所述的偏转器第二位置,

V. 根据至少在第一和第二位置的从波导供料器反射的功率量,确定偏转器的优选位置。

31. 根据权利要求 30 的方法,进一步包括步骤:

VI. 提供第一存储装置,

VII. 将涉及第一位置的信息存储到存储装置,并存储涉及的所测得的第一功率,以及

VIII. 将涉及第二位置的信息存储到存储装置,并存储涉及的所测得的第二功率。

32. 根据权利要求 31 的方法,其中步骤 V 包括处理已存储的测得功率以确定对应于测得功率局部或绝对最小值或者对应于预先确定的测得功率与第一输出功率级比值的偏转器的优选位置。

33. 根据权利要求 30 到 32 中任何一个的方法,进一步包括将偏转器置于优选位置的步骤

34. 根据权利要求 30 到 32 中任何一个的方法,进一步包括将偏转器置于优选位置并且在大于第一输出功率级的第二输出功率级产生电磁辐射的步骤。

35. 根据权利要求 31 的方法,进一步包括通过比较已存储的测得功率与对应的来自不同样品的已存储的测得功率来确定样品相对介电常数的量度的步骤。。

36. 根据权利要求 31 的方法,进一步包括通过比较已存储的测得功率与对应的来自已知化学组成样品的已存储的测得功率来确定样品化学组成的指示的步骤。

37. 根据权利要求 36 的方法,其中样品包括至少一种用于执行化学反应的反应物,该方法进一步包括步骤:

用该至少一反应物执行化学反应,

使用样品化学组分的指示确定化学反应的反应度。

微波加热装置

发明领域

本发明涉及一种用于加热样品的装置，样品例如化学反应混合物，其介电性质在加热过程中变化。特别地，本发明涉及一种微波加热装置，包括共振腔，其中共振条件和对腔的辐射的耦合因子是容易调节的。共振条件和耦合因子可以响应样品介电性质而调节，以便优化吸收功率量，从而获得样品加热过程的控制。

发明背景

今天，对有机化学家的一主要障碍是用于寻找有机合成的有效路线的时间。对制药工业和有机化学家的难题包括减少药物开发时间的方法的鉴定，引起化学差异的方法的鉴定，新合成路线的开发，或许以前“不可能的”合成路线的再引入。并且，达到全新化学实体的种类是一个持续的难题。

化学反应经常在升高的温度执行以提高反应速度，或者提供足够的能量以开始和维持反应。微波辅助化学提供执行反应过程并且围绕至少某些上述问题的方法，也就是：

- 以若干数量级加速反应时间，
- 提高化学反应的产量，
- 由于快速加热从而避免来自副反应的杂质，提供结果产物更高的纯度，
- 执行用传统热加热技术不可能执行的反应。

最近的开发已导致装置，包括微波发生器，用于盛放待处理样品的单独供料器（applicator），和引导来自发生器的微波辐射并将它耦合到供料器的波导管。即使系统由一端连接磁控管发生器而另一端连接样品容器的 2450MHz, TE₁₀波导管组成，仍然需要在发生器和负载之间的至少金属柱或膜形式的匹配装置，以便达到适当的效率。

当将电磁辐射例如微波从源耦合到供料器，匹配波导管阻抗和供料器阻抗（带有样品）是重要的，以便达到好的功率传递。但是，样品的介电性质会对供料器阻抗和它的电尺寸有剧烈的影响，并且样品的介电性质经常随温度和所加频率显著改变。从而，在源和供料器之间的阻抗不匹配经常发生，耦合从而加热过程变得不太有效且难以预测。

US 5,837,978 公开一种应用共振多模供料器的微波加热系统，包括在加热过程中用于阻抗匹配的装置以便达到系统共振。这一匹配或调谐通过调节供料器的高度和微波天线/探针在供料器中的位置而实现。（见例第7栏17~24行，第8栏33~39行）。

在多模腔中，电场是若干纵向模和若干横向模的叠加。当多模供料器调谐到共振时，改变了这些模之间的平衡从而改变空间能量分布。因此，能量分布在加热过程中不是空间均匀的也不是恒定不变的，这使得获得可再现的结果很困难，因为样品位置或尺寸的小改变，或者共振调谐（由使用者执行或样品介电性质的改变执行）将导致不同的功率吸收。样品在炉中的旋转不会显著地改善再现性，因为某些模，事实上在实际多模系统中的大多数模，具有较强地加热样品表面部分的倾向。这导致依赖于样品加热的位置，也依赖于共振调谐。用于微波化学的样品典型地具有从几个 μL 到10mL的体积，因此具有均匀和已知的能量分布是至关重要的。

WO 99/17588 公开一种微波炉，具有用于控制从波导管到多模供料器的微波功率供给的导电元件。这个导电元件担当衍射共振器，并提供具有特殊场分布的局部区域。当元件被旋转时，场改变，导致到多模供料器的微波功率的有利供给。导电元件优选地是椭圆环元件。

EP 552 807 A1 公开一种类似的微波炉，其在波导管中具有可旋转的金属反射器，用于波导管和加热室之间的阻抗匹配。

单模供料器共振器提供高场强，高效率和均匀能量分布的可能性。单模供料器的使用已经发表了，参见例如 US 5,393,492 和 US 4,681,740。但是，因为样品的介电性质改变共振频率，又因为磁控管

通常只提供固定频率或者围绕磁控管中心频率的小调节，当样品加热时，产生频率和模的共振频率将失谐。从而，在共振模中的高强度丢失。

US 2,427,100 和 NL Octrooi No.75431 公开用于在微波波导传输系统中通过具有旋转地置于波导管中的导电偏转器调节点阻抗或波反射的方法。两者的系统都是通过将电抗引入波导管中来调谐波导系统。注意到只有散射，即特定波导模的反射受到影响。

US 4,777,336 公开了一种方法，用于在单模或者多模供料器中通过使用在供料器中的探针或者滑动短路板调谐供料器来控制加热模式。

通常地，多模供料器的一个缺点是，当它为阻抗匹配调谐时，空间能量分布会改变。

多模供料器的另一个缺点是它具有不均匀的能量分布。

多模供料器的更进一步的缺点是，多模加热模式不是可再现的（即对它的尺寸非常敏感），并且可以以负载温度的函数改变。

现有技术单模供料器装置的一个缺点是，没有用于响应负载介电性质而调谐共振频率的有效而持久的方法。因为对小耦合因子的有效控制，通过螺纹桩钉或者金属叶片的电流接触是必需的，并且到波导的空气距离倾向于变得很小以至于有电弧放电的危险。

发明概述

鉴于前述的内容，本发明的一个目的在于提供一种微波加热装置，其中样品可以通过使用单模供料器均匀加热。

本发明的另一个目的在于提供一种具有高效率的微波加热装置，其中对置于供料器的样品的辐射耦合提高了。

本发明的再一个目的在于提供一种微波加热装置，其中到单模供料器的耦合和供料器的共振频率可以用单个可旋转偏转器响应供料器中样品介电性质的改变来调节。

在第一方面，本发明提供一种加热装置包括：

- 用于产生波长 λ 的电磁辐射的产生装置，

- 用于将产生的电磁辐射导向用于盛放待加热样品的波导供料器的波导管，样品具有介电性质 ϵ_{sample} ，它以样品温度的函数变化，波导管和波导供料器支持单正态横模。

- 由封闭的环形成偏转器，其定义一个平面，所述的偏转器具有共振频率 ν_{defl} 和在垂直于所述平面方向上的区间 $[\lambda/30; \lambda/5]$ 中的厚度，偏转器可围绕至少基本上平行于所述平面的轴旋转。

- 偏转器置于波导管中，以便与样品和波导供料器形成共振腔，所述的腔具有依赖于至少 ϵ_{sample} ， ν_{defl} 和偏转器旋转角 α_{defl} 的至少一共振频率 ν_{cav} 。

在本文中，波导管应解释为可以引导电磁波例如电磁辐射的任何装置。波导管可以是金属槽形式的波导，用于引导象辐射这样一类的波，或者是电缆形式的波导，例如同轴电缆，用于引导象电信号这样一类的波。波导管也可以包括有源和/或无源的组件，例如耦合器，分频器，分离器，组合器，循环器，功率表，模拟抽样器，频谱分析器等。

波导管典型地可以只支持一个单横模，TE 或者 TM，这依赖于它的结构。波导管优选地连接供料器，以便将能量从波导管中的模传输到供料器中的模。为了有效的耦合，波导管阻抗必须至少基本上与供料器阻抗匹配，也可以是场匹配（即通过两个导向体中的场相似的连续能量传递的可能性）。从波导管中的模到供料器中的模的辐射耦合，从而能量耦合，在场匹配的条件下，可以通过定义为波导管阻抗和供料器阻抗之比的耦合因子来定量。典型地，在实际条件下，具有尽可能好的阻抗匹配（或者等价地，耦合因子尽可能接近 1）是所希望的。这一阻抗匹配（或者耦合因子优化）可以在依赖于不同参数例如样品吸收能力和系统结构的不同条件下获得。当旋转偏转器以调节耦合因子，也可能调节了腔的共振频率 ν_{cav} 。但是，这将在随后显示，耦合因子的优化与调谐 ν_{cav} 不需要一致以等于产生频率。在一种优选实施方案中，波导管和波导供料器都优选地支持 TE_{10} 模，使得场匹配条件满足。

最简单形式的波导供料器是由短路壁，膜片或等同物封端的波导

管，其适合于盛放施加微波的样品。这样，波导供料器作为波导管的端部支持与波导管相同的 TE 或者 TM 模。依赖于波导管和波导管中的模，供料器不需要具有与波导管完全相同的截面尺寸。典型地，波导管支持 TE_{10} 模，其中电场在垂直方向没有变化，从而在这种情况下，只有波导管和波导供料器的水平尺寸（宽度）需要至少基本上相等。对不同结构的波导管和波导供料器之间的几何限制，对时刻记住场匹配需要的本领域技术人员是明显的。

单模供料器是一种包括供料器腔的供料器，适用于只支持在所加辐射的频率谱中的单共振模。因此，波导供料器也是单模供料器，并且依赖于上下文，波导供料器也可以用来表示单模供料器，或者简单地用供料器表示。

为了在供料器中达到高场强，优选地，腔的共振频率接近于或者基本上等于对应于产生频率谱中的振幅最大值的频率。共振条件可以表示成供料器电抗性阻抗（电容电抗和感抗）的调谐，或者表示成适配供料器电长度，使得它等于 $\lambda/2$ ，在这里 λ 为所加辐射的波长。

电长度是电磁辐射在时间 t 内在介质中穿越的距离的一种度量，并且大致等于电磁辐射在相同时间 t 内在真空中穿越的对应的距离。例如，长度为 x 的高介电常数介质插入辐射通路，电路长度增长 $(n-1)x$ 倍，在这里 n 是介质的折射率。

根据本发明，偏转器由闭合环形成，其定义一个平面。在这个平面中，偏转器具有宽度 “ a ” 和高度 “ b ”。同样在这个平面中，形成环的材料具有径向厚度 “ c ”。偏转器具有沿垂直于偏转器平面的轴的轴向厚度 “ h ”。当垂直于波导管功率流的方向而放置偏转器，偏转器闭合环内侧圆周的周长确定偏转器的固有共振频率 ν_{defl} ，并且阻塞最大频率。偏转器可以旋转以便使它的平面垂至于（或者它的轴平行于）波导管，在那里它将有效地反射具有频率等于或者接近于 ν_{defl} 的辐射（阻塞位置）。同样，偏转器可以旋转到它的平面平行于（或者它的轴垂直于）波导管的位置，在那里它将只反射可和具有相同外形的导电材料板的辐射比较的辐射（开通位置）。在这些位置之间，偏

转器可以通过依赖于频率和旋转角的复反射系数 $R(\nu, \alpha_{defl})$ 表征。从而， ν_{defl} 和 α_{defl} 至少部分确定波导管和波导供料器之间的辐射耦合。复反射系数的相位以偏转器旋转角的函数变化。这可以解释为驻波（反射波）的最小值位置随旋转角变化，从而，当偏转器旋转时，引入相位滞后或者相移。

如先前所述，偏转器和波导供料器（带有样品）形成共振腔。如上所述，偏转器可以影响至少部分导向供料器的电磁波的电距离，以便实际上改变腔的有效长度。因为，这一影响依赖于偏转器的旋转角，偏转器的共振频率可以通过旋转偏转器来调谐。

因为当样品介电常数改变时，腔的共振频率可以改变，偏转器的动作可以补偿这一改变，维持共振频率基本上恒定不变，从而提供高微波加热效率的可能性。

偏转器的复反射系数，腔的共振频率 ν_{cav} 以及波导管和腔之间的辐射耦合紧密相关。为了说明的目的，尺寸的调节和偏转器的旋转角可以认为是将辐射耦合到腔中和保持腔中耦合功率之间的平衡。例如，如果 $\nu_{defl} = \nu_{cav}$ ，在其阻塞位置的偏转器可以在腔中对共振辐射形成非常有效的“端镜”，但是只有非常少的辐射（具有恰好的频率 ν_{cav} ）可以耦合到腔。当偏转器向它的开通位置旋转，更多的辐射可以耦合到腔中，但另一方面，偏转器将不能形成非常有效的“端镜”，更多的功率从供料器中损失。从而，在阻塞位置和开通位置之间的某些位置，腔中功率的最大值是可以预期的。另一方面，如果 ν_{defl} 与 ν_{cav} 相差非常大，具有频率 ν_{cav} 的辐射可以有效的耦合到腔中，即使偏转器在它的阻塞位置，但是偏转器不能形成非常有效的“端镜”。因此，腔中功率的最大值可以预期为 ν_{defl} ，它既不等于 ν_{cav} 也不与 ν_{cav} 相差非常大。

当偏转器旋转时，轴向厚度显著大于径向厚度的适当的选择将提供所希望的反射波相位的位置改变。优选地，偏转器的轴向厚度在区间 $[\lambda/20; \lambda/10]$ ，例如在具有尺寸 $86 \times 43\text{mm}$ （宽 $\times$ 高）的 2450MHz , TE_{10} 波导管中为 $3 \sim 25\text{mm}$ 。对具有较低高度的波导管，例如 25mm ，轴向厚度必须更小；已找到适当的尺寸大约是 10mm 。并且，在一种优选

的实施方案中，偏转器的径向厚度为 0.1 ~ 5mm。

优选地，偏转器形状象椭圆，具有长度为 a 的长主轴和长度为 b 的短主轴。作为选择，偏转器形状象不等边四边形，例如具有宽度 a 和高度 b 的矩形，。闭合环具体形状的选择依赖于想得到的“渗透性质”，根据现有技术，椭圆形状可以给出最大阻塞。

对于预先确定的一组条件例如样品体积，样品介电常数，样品在供料器中的位置，以及波导管和供料器之间的导波的耦合，供料器可以变成反共振。在这种情况下，供料器的共振频率和/或波导管和供料器之间的导波的耦合可以通过包括置于供料器中的具有大于 5，例如大于 10，优选地大于 25 的相对介电常数的材料来调节。为了配置这种材料的相对介电常数，它可以包括陶瓷材料，其包括一种或多种选自 Al_2O_3 ， TiO_2 或者 $XTiO_3$ 的材料，在这里 X 是任意的 II 族元素，例如 Ca 或 Mg 。相对介电常数和/或形状和/或所述材料的尺寸可以选择以便在所述的预先确定的一组条件下使供料器共振。

任选地，装置可以进一步包括用于调节供料器中样品位置的装置，以便调节样品对腔的共振频率和/或波导管和供料器之间的导波的耦合的影响。优选地，用于调节样品位置的装置包括用于调节所述支持装置基本上垂直的位置的装置。

为了减少向发生器散射的波的量，装置可以进一步包括第一循环器和第一假负载，其中第一循环器适用于将至少部分从供料器反射的电磁波向第一假负载偏转。可以放置一个或多个功率测量装置，以便测量至少部分由第一循环器偏转的电磁波的功率。优选地，这一个或多个功率测量装置在运行上连接用于存储所测量功率的第一存储装置。

发生器可以包括磁控管或者基于半导体的发生器和基于半导体的放大器。基于半导体的放大器优选地包括一个或多个硅碳功率晶体管。作为选择，发生器可以包括磁控管和基于半导体的发生器。

优选地，样品置于基本上密闭并且适用于承受压力的容器中。

并且，在加热过程中监控样品的温度经常是有意义的。为了这一

目的，装置可以包括适用于确定样品温度的热辐射敏感元件，将它放置以便接收从样品散发的热辐射。

样品的高压和高温意味着容器破裂从而在供料器中泄漏样品危险。容器的破裂可以是爆炸或者仅仅是容器的熔化。为了在容器破裂的情况下保护偏转器和波导管，装置可以包括用于将偏转器和波导管与容器隔离的挡板。优选地，这个挡板对导向供料器的电磁波基本上是透明的，并且可以包括一种或多种选自 PTEE(Teflon®)TPX, polyphenylidenesulphide(PPS.Ryton®)或者 polypropene 的材料。任选地，供料器也包括用于从供料器中排放样品的排放管。优选地，排放管通向用于接收从供料器排放的样品的接收器。

装置可以通过包括将样品置于供料器中的装置进一步地自动。如果样品置于装置外的容器中，那么安放装置是用于将容器至少部分地置于供料器中的装置。

为了允许产生波的功率和/或频率的较大变动，装置可以进一步包括用于产生电磁波的第二发生装置。在这种情况下，波导管适用于将至少部分由第一和第二发生装置产生的电磁波引导到供料器。为了允许样品的并行处理，装置可以进一步包括用于放置盛放第二样品的容器的第二供料器。在这种情况下，波导管适用于将至少部分电磁波引导到第一和第二供料器。该第二供料器也可以包括在上面的供料器中描述的所有性质。两个或多个发生器和两个或多个供料器的组合允许大的系统，其中产生功率由每一个供料器独立地分配。

术语微波是指频率为 300MHz ~ 300GHz 的电磁辐射。优选地，根据本发明的装置和方法在 500MHz ~ 300GHz 中执行，优选地，在 500MHz ~ 30GHz，例如 500MHz ~ 10GHz，2 ~ 30GHz，300MHz ~ 4GHz，2 ~ 20GHz，0.5 ~ 3GHz 或者在 50 ~ 100GHz 范围。

在本文中，术语“装置”指总体上包括表征本发明的部件，装置和元件的设备的一件或若干件。因此，装置可以作为分布系统出现，各部件或装置并不在物理上彼此紧密接近。作为这种体系的一个例子，存储装置可以在物理上位于例如个人计算机(PC)，而所有的机械部

件可以作为联结单元出现。

第二方面，本发明提供用于应用第一方面的装置的方法。从而，根据第二方面，本发明提供用于加热样品的方法，所述方法包括步骤：

- I. 根据第一方面提供加热装置，并将样品插入到供料器，
- II. 在第一输出功率级产生电磁辐射，
- III. 旋转偏转器调节波导管和共振腔之间的耦合因子。

当开始加热过程，样品具有一个第一温度 T_1 。方法优选地进一步包括步骤：

- 加热样品以获得一个第二温度 $T_2 > T_1$ ，
- 旋转偏转器响应样品介电性质 ϵ_{sample} 的变动而调节波导管和共振腔之间的耦合因子。

上面的步骤可以在加热过程中重复多次。

本发明允许样品加热过程的设计和/或优化。从而，根据第二方面的方法可以进一步包括步骤：

IV. 执行下面的步骤一次或多次：

- 在第一位置放置偏转器并且测量从波导供料器反射的电磁辐射的第一功率，该反射辐射对应于所述的偏转器的第一位置。
- 将偏转器旋转到不同于第一位置的第二位置，并且测量从波导供料器反射的电磁辐射的第二功率，该反射辐射对应于所述的偏转器的第二位置。

V. 根据在至少第一和第二位置的从波导供料器反射的功率量，确定偏转器的优选位置。

优选地，这些测得功率反比于在偏转器的第一和第二位置样品的吸收功率。优选地，这一设计和/或优化对每类样品或反应只执行一次，因为所获得的参数可以存储，用于以后的使用。因此，方法可以进一步包括步骤：

VI. 提供第一存储装置，

VII. 将涉及第一位置的信息存储到存储装置，并且存储涉及的所测得的第一功率。

VIII. 将涉及第二位置的信息存储到存储装置, 并且存储涉及的所测得的第二功率。

存储对应于多个不同位置的测得功率经常是有意义的, 所以, 步骤 VI, VII 和 VIII 可以多次重复。偏转器角度和功率可以在存储装置中存储成一个列表, 例如一张表格。根据第二方面, 步骤 V 可以包括对所存储的测得功率的处理, 用于确定对应于测得功率局部或绝对最小值的或者对应于预先确定的测得功率与第一输出功率级比值的偏转器的优选位置。

在偏转器的优选位置确定以后, 这种方法可进一步包括将偏转器置于优选位置以便加热样品的步骤。任选地, 这种方法也可以包括这样的步骤, 在已经将偏转器置于优选位置以后, 在大于第一输出功率级的第二输出功率级产生电磁辐射以便在更高的速率加热样品。

通过比较已存储的测得功率与对应的为不同的第二样品而测量的已存储的测得功率, 可以确定第一样品的相对介电常数相对于第二样品的相对介电常数的度量。

作为选择, 通过比较已存储的测得功率与对应的为已知化学组成的第二样品而测量的已存储的测得功率, 可以确定相对于第二样品的化学组成的第一样品的化学组成的指标。如果第一样品包括至少一种用于执行化学反应的反应物, 方法可以进一步包括步骤:

用至少一种反应物执行化学反应,

使用样品化学组成的表示确定化学反应的反应度,

在这里反应度是在化学反应中反应物起反应形成产物的程度的量度。

附图简述

图 1 是根据本发明的装置的第一实施方案的横断面视图。

图 2A 说明根据本发明第一实施方案的波导管中的电场线和磁场线, 图 2B 显示波导壁中的磁场线和电流。

图 3 是根据本发明的偏转器的说明。

图 4 是一流程图, 其描述根据本发明的加热过程的过程步骤。

图 5 是一曲线图，其显示根据本发明的加热过程的温度和时间间隔。

图 6 是一曲线图，其显示根据本发明的样品典型指纹的略图。

图 7 显示一种测试装备的说明，该测试装备用于根据本发明的装置的性质的实验验证。

图 8~13 是各种显示使用图 7 的测试装备获得的实验数据的图。

图 14 是根据本发明的装置的示意化图，其用在计算机模拟中用于根据本发明的装置的性质的理论验证。

图 15~20 是各种显示从模拟中获得的数据的图。

附图的详细描述

在下文中，更详细地描述和讨论根据本发明的装置的特定的实施方案。本描述在优选实施方案中提供本发明优选性质的更详细的描述。但是，本领域的技术人员将了解并认识到，本发明不局限于当前讨论的实施方案，并且每一个在本实施方案中描述的独特性质都可以在许多其他方面实现。并且，验证本发明性能的实验和计算机模拟是存在的。

在优选实施方案中，本发明涉及一种微波（MW）加热装置，其用于以提高的效率加热样品。这一更高的效率通过应用许多功能部件实现，包括：

- 单模波导供料器，
- 用于响应加热过程中样品介电性质的变动而调节波导供料器中共振腔的共振频率的装置，以便使波导供料器共振并确保波导供料器内部的高场强，以及
- 用于调节波导管和供料器之间的微波辐射耦合因子的装置，以便优化耦合到样品的辐射。

如先前所提到的，单模供料器是包括供料器腔的供料器，其适用于只支持所加辐射频率谱中的单共振模。在这种情况下，供料器中的模是它的平行六面体形状中的正态模，即 TE_{101} 第一正交模。该正态模定义为第一传导模，它出现在发生器频率从 0Hz 增加时。具有相当的

和变化的电容率的样品可以改变这一模的场分布的细节。但是，样品和供料器之间体积的商仍然很低，使得这一简单的模分布基本上维持。对单模供料器的共振条件通常比对多模供料器的更严格，因为在设计良好的多模系统中，当样品改变时，叠加模的相对强度将“自动地”改变，以便保持好的耦合因子。但是，模平衡的改变也意味着样品中加热方式的改变，这导致不均匀加热。这一方式改变被这样一个事实增强，即多模共振器必须在尺寸上远大于单正态模供料器，以便支持更高阶的模，这意味着每个模的共振频率带宽变小。在单模供料器中的空间能量分布更均匀，具有并保持比多模供料器的空间能量分布更强但更少的极大值。但是，如果共振和耦合可以控制，并且如果样品的位置可以适当地选择，那么与多模供料器相比，单模供料器在样品位置的场强可以显著地较大。这归因于这样一个事实，即多模腔必须具有比正态模供料器大得多的体积。从而，在腔壁的功率损失变得更高。

图 1 显示本发明的一种优选实施方案的横断面视图。装置具有三个臂，其中分别放置微波发生器 2，供料器 4 和假负载 5，以及波导管部件 3 形成两个臂，用于将辐射从发生器 2 导向供料器 4。偏转器 26 置于波导管 3 中接近供料器 4。

优选实施方案的装置进一步包括控制器 7 例如计算机，它可以存储并处理测得的值以及控制发生器功率。任选地，控制器 7 也监控参数例如温度和时间以及控制过程例如冷却和偏转器位置。控制器在运行上连接发生器 2 以及一些设备例如 IR 传感器 32，功率测量装置 21 和 22，偏转器驱动器 27，冷却装置（没有显示）以及高度调节装置（没有显示）。控制器具有用户接口，以容许用户设置特殊的加热过程。

微波发生器 2 可以是磁控管或者基于半导体的发生器。在磁控管的情况下，磁控管 2 置于波导管 3 的上方，其触角 16 插入波导管 3。对 1~300W 范围功率，磁控管优选地用电磁螺线管通过输入功率的控制来表征，该电磁螺线管用于通过改变其内部的静态磁场来控制磁控管输出功率。频带典型地以 2450MHz 或者 915MHz 为中心。磁控管

的温度优选地用温度传感器(没有显示)来测量,磁控管允许达到 90°C 作为最高温度,以便稳定它的操作。

在基于半导体的发生器(没有显示)的情况下,发生器也可以是基于半导体的放大器例如使用碳化硅功率晶体管。基于半导体的微波发生器和放大器提供多种优于传统 TWT(行波管),微波回旋管及磁控管的优点。这些优点的例子有:

- 频率和输出功率容易控制
- 物理尺寸小
- 不需要高电压,提高了安全性和可靠性
- 没有预热时间,因此输出功率快速变动的立即有效性和可能性
- 没有磨损部分,大大地减少维护成本和提高装置的正常运行时间
- 与 TWT 相比,具有高的多平均故障间隔时间 MTBF 和低得多的平均修复时间 MTTR
- 与 TWT 相比更好地获得曲线平整度
- 与 TWT 相比噪音更低

放大装置优选地具有信号放大器和功率放大器。信号放大器是基于半导体的设备,适用于放大来自信号发生器的信号。功率放大器为进一步放大来自信号放大器的信号而提供,并且也是基于半导体的设备。信号和功率放大器的增益是可调的,并且操作员或者控制设备可以通过设置功率放大器的增益而选择输出振幅。

因为由基于半导体的发生器产生的辐射的频率是可变的,这提供了进一步优化加热过程的可能性,可以在加热过程中将频率调谐到样品的吸收最大值。

作为选择,发生器 2 是磁控管和基于半导体的发生器(没有显示)的组合,每一个都在不同的功率和/或频率状态工作。这种组合体提供大的挠度和功率节省,因为每一个发生器设备都可以用于这样的目的,其中它具有自己的强度。

在优选实施方案中的波导管 3 是矩形波导管。对矩形波导管，正态模是 TE_{10} 模（横电模），在图 2 中使用下面的术语：

坐标	x	y	z
波导管尺寸	-	b	a
模	p	n	m

TE_{mn} 对波导管而 TE_{mnp} 对腔。在图 2A 中，磁场用椭圆虚线表示，电场用从顶部到底部的直的实线表示。壁电流在图 2B 中显示。在第一实施方案中，波导管具有矩形横截面，但是，其他的横截面形状例如椭圆形也可以使用。

由于图 2B 中显示的电流，侧壁与波导管及供料器水平部分之间必须有良好的接触，以免泄漏微波。在第一实施方案中，由缠绕金属丝的硅橡胶条组成的密封材料形成这一接触。橡胶条置于组装部分之间。

测量加到供料器的功率和从供料器反射的功率是有意义的。在磁控管用作发生器的情况下，减少到发生器的辐射反馈也是有意义的，否则这将引起运行功率和频率的波动，并减少磁控管的寿命。为了这些目的，波导管包含循环器 17 以及功率测量装置 21 和 22。

循环器 17 包括两个磁铁 8，两个特殊的铁氧体 19 和三个短管（金属柱）20。循环器的功能在于在依赖于它的传播方向的某些方向上引导电磁辐射。在本配置中，循环器适用于将从发生器 2 传来的辐射传输到供料器 4，但是将相反方向传播的辐射偏转到假负载 5。因为波导管在三个臂的两个中是基本上对称的，磁铁 18 和铁氧体 19 应沿着循环器的对称轴并朝向假负载 5 而放置。

短管 20 的位置（一个朝向发生器 2，一个朝向假负载 5 和一个朝向供料器 40）应大体上是对称的，并且靠近假负载的短管应被优化，使得只有 -17 ~ -20dB 反射回发生器。因为电流沿波导管中间的波导管的轴流动（见图 2B），可以留一个用于调节短管的位置而没有微波泄漏的开口槽。短管的功能在于担当相位补偿电容和增加循环器的效率。因为假负载 5 可以将热量传输到循环器 17，循环器的温度可以用靠近假负载臂的温度传感器（没有显示）来测量。对铁氧体允许的最大温

度为 70°C 。

功率传感器 21 是普通的晶体检测器，用来测量从供料器反射并且由循环器偏转到假负载臂的辐射的功率。因为假负载是匹配的，其臂中没有驻波。这意味着在臂中任何地方测量的信号只与由待加热样品反射的功率成比例。

已知波导管中的损失和被循环器偏转的反射辐射的比率，可以确定从供料器反射的功率 P_{refl} 的估计值。功率测量装置 22 是功率表用来测量向供料器传播的产生辐射的功率。但是，它也可能暴露于从供料器反射来的辐射，因为循环器的效率不是 100%。此外，已知波导管的损失和由循环器传输的反射辐射的比率，可以确定被供料器接收的功率 P_{reciev} 的估计值。

通过在给定的功率级上用空的样品容器（在这里所有的功率都被反射）确定功率 $P_{\text{refl},0}$ 和 $P_{\text{reciev},0}$ ，被样品吸收的功率可以由下式确定：

$$P_{\text{abs}} = (P_{\text{reciev}} - P_{\text{refl}}) - (P_{\text{reciev},0} - P_{\text{refl},0})$$

经常的，主要兴趣在于对不同条件下例如偏转器位置或者温度在样品中吸收的相对功率。为了这一目的，由功率表 21 测量的直接功率足以确定相对值。

功率 P_{refl} 和 P_{reciev} 优选地以发生器的产生功率的函数来测量，例如在固定电压下提供给发生器的电流 I ，或者等价地，电压或者任意其他表征产生功率的参数。产生的输出功率通常是磁控管阳极电流的直接函数，可以由控制器 7 测量。任选地，偏转器可放在预先确定的位置，在那里供料器不发生共振（用空容器）。从而，在容器的位置不出现强场，并且实际发生器功率的读数变得更准确。作为选择，对被样品接收的功率的估计 P_{reciev} 可以直接从上面所描述的特征生成功率的参数确定，使得功率测量装置 22 不充分。

上面所描述的功率测量过程，样品中吸收的功率可以使用许多不同的方法用功率表在不同位置来确定，例如功率表在供料器中。主要特性在于确定被样品吸收的功率的至少近似值。

功率测量装置 21 和 22 连接存储装置并且优选地也连接处理装

置。优选地，它们连接控制器 7。作为选择，功率测量装置它们自身包括存储和处理装置。

假负载优选地包括一种材料，它非常有效地吸收微波而与材料的温度无关，例如碳化硅。能量转化成热量，热量由冷却块转移。假负载吸收被循环器偏转的功率。假负载的位置通常应在臂的底部。

如图 1 中所见，供料器 4 具有比波导管 3 大的截面高度，但是，截面宽度是固定的，供料器与波导管相同。由于场分布之间的全兼容性，波导管是 TE_{10} 波导意味着电场在垂直的 y 方向上没有变化。因此，波导管将作为 TE_{10} 波导与任何高度变化无关。但是，低的高度对循环器功能是有利的并且节省空间，而在供料器部分较高的波导管是所希望的，因为可以被使用较高的负载。因此，波导管和供料器之间的高度上的不同没有影响，并且，供料器只是端接波导，因此有术语波导供料器。象波导管一样，这样一个波导供料器显然是单模的，因此也使用术语单模供料器。

对其他不同于图 1 说明的设计，波导供料器可以具有对其尺寸的不同限制，这将对本领域技术人员将是显然的。

图 1 说明的供料器优选地包括样品容器固定器 24，保护挡板 28，冷却机件（没有显示）和 IR 传感器 32。供料器可以在底部具有一个圆筒形开口以允许将容器爆炸向下引导到可移动接收器 35，这个接收器可以置空。

容器固定器 24 是一个 PEEK（poly-eter-eter-keton）管，用于固定样品容器 6，并且保护容器 6 免于容器安放时由供料器引起的摩擦。玻璃容器的摩擦会减少容器爆炸发生前允许的最大压力。

因为在供料器中只有一共振 TE_{101} 模，样品体积的位置是一个重要参数，用于保证样品和微波之间好的相互作用从而优化样品中的吸收功率。这是因为共振模的电磁场强度强依赖于位置。样品的水平位置由容器固定器 24 的位置定义，并且在装置构建过程中确定，而垂直位置由样品 8 的体积确定。因此，供料器优选地包括用于调节样品 8 垂直位置的装置（图 1 中没有显示）。这种装置可以是可调的支承板，

其上放置容器 6。作为选择，容器 6 的上缘或盖放置在高度可调的容器固定器 24 的上颈上。

因为样品可以变到 250℃，为管子选择的材料必须能够承受至少 250℃而没有任何机械的和化学的变化。一种典型的样品容器是玻璃瓶，特别地指定尺寸以承受压力而没有不应当的形变。优选地，容器至少基本上是密封的，以便在大气压力的沸点温度之上加热样品。

在容器爆炸的情况下，保护挡板 28 保护偏转器，波导管和供料器内部的一部分。它由至少基本上微波可穿透的材料制成，例如 PTFE(Teflon®)，TPX，聚丙烯或者 polyphenylenesulphide (PPS,Ryton®)。挡板的介电性质影响供料器的电长度，在这一第一实施方案中的最佳尺寸是大约 8mm 的厚度。

样品优选地通过用压缩空气冷却容器来冷却，这通过与在样品固定器（没有显示）上部的容器邻近的若干出口孔来施行。举例来说，由于温度测量中的时间滞后，在样品达到 40℃后冷却 10 秒钟，这将在下面讨论。

IR 传感器 32 通过供料器壁上的开口 33 监控容器的较低部分。优选地，IR 传感器 32 对微波不敏感，也不需要保护。但是，为了避免通过开口 33 的泄漏，开口必须由注胶口，金属网或者用于 IR 传感器 32 的密封外罩来保护。IR 传感器优选地监控与样品直接接触的玻璃容器的一部分，否则可能出现大的测量误差。因为 IR 传感器测量玻璃表面的温度，所以实际温度（样品中）和测得温度是不同的，导致对实际温度测量的直到 5 秒的时间滞后。IR 传感器对其表面上的凝析液敏感，因为它将测量沾染物的温度，因此保持它的干净（例如在爆炸后）是非常重要的。

IR 传感器 32 连接存储存储，优选地也连接处理装置。优选地它连接控制器 7。

在波导管 3 中靠近供料器 4 提供的偏转器 26 在供料器终端或样品和偏转器之间形成一个腔。由偏转器传输并且具有与腔的共振频率相等或者接近的频率的微波可以在腔中形成驻波。因此，当监控供料

器的共振频率时，实际上是由供料器，样品和偏转器形成的腔的共振频率。

因为样品的体积，实际介电常数（电容率）以及功耗系数对不同的温度和不同的样品而变化，所以供料器中样品的置入和加热改变腔的共振频率。偏转器 26 适用于补偿样品在介电参数中的这些不同。如图 3 所示，偏转器 26 由导电材料的一个闭合环形成，并且尺寸和形状适合于波导管和供料器的尺寸和形状。偏转器可以绕着与环相交的旋转轴旋转，如图 1 所示。旋转轴不需是偏转器的对称轴。偏转器变化的电感和电容性能通过阻抗匹配提供它的电长度从而供料器的共振频率以及供料器与波导管间的耦合因子。偏转器的环定义了一个平面，沿着垂直该平面的轴的环圆周厚度用来改变供料器的电长度。环内侧圆周的周长决定偏转器的共振频率。

偏转器的设计适用于同时地改变在 TEM_{10} 供料器/波导管中偏转器的电位置（从供料器端壁或样品到偏转器的电距离）和当它旋转时的散射/偏转性质。这样，偏转器的旋转描述一个单曲线，该曲线将“波阻塞”描述作偏转器电位置的函数（偏转是分贝）。这个曲线必须设计和构建期间对样品和温度的期待范围作实验性的优化。偏转性质通过改变椭圆形环的尺寸和形状来调节。典型地，剩余传输应发生在为具有非常小的吸收能力的样品而设计的大部分阻塞位置上，因为对这种样品，这将导致较低的偏转器位置敏感性。环的轴向厚度决定当它旋转时电位置改变多少；这就是什么导致了它改变腔共振频率的性质。

偏转器的导电材料优选地是铝，它应该具有高质量，因为偏转器的感生电流密度足够高以至于使得通常的铝腐蚀。偏转器的旋转由步进电机 27 控制。偏转器具有一个二次对称轴，因此有兴趣的角是 180 度。任选地，偏转器也可以平移，以便调节供料器的长度。作为选择，偏转器的形状可以调节，或者它的旋转轴可以移动。

在虚假负载臂读出的功率提供相对的（相对于其他偏转器位置）供料器效率明确的表示。因此，功率测量 P_{refl} 用于控制偏转器。偏转器

可以被扫描 180 度用于确定对应样品中最大功率吸收 (= 最小功率反射) 的角度。

作为选择, 偏转器是不导电的, 而由高介电常数材料制成 (仍然使用偏转器这一词, 虽然偏转性质在导电材料的情况中更显著)。这样一种偏转器的调节改变供料器的电长度和电容电抗, 并考虑到供料器和波导管之间的阻抗匹配。

偏转器只能减少体积依赖性而不能完全去除它。在某些体积, 带有样品的供料器的反共振条件不能被偏转器补偿, 这样, 在效率上将有一个局部最小。在根据本发明的装置中, 这种反共振条件出现于样品体积大约 3ml 时。但是这种反共振可以通过包括一个适应于只在特定的反共振体积上变得共振的元件来补偿。这个元件可以是这样一种材料, 其尺寸, 形状, 相对介电常数以及在供料器中的位置是可调节的, 以便使供料器在反共振发生的情况下共振。这些条件可以由样品体积来确定, 如所述的, 但是也可以至少部分地由耦合因子, 供料器的共振频率, 样品的化学组成或温度, 容器或者其他参数确定。优选地, 元件的材料具有高的相对介电常数, 并且优选地是一种陶瓷材料例如包括 Al_2O_3 , TiO_2 或者 $XTiO_3$ 的材料, 此处 X 是 II 族元素。

现在, 测量已经在一类用于 Lynx 系统 (具有大约 9mm 的轴向长度) 的偏转器和只有 3mm 轴向长度的类似的偏转器的行为上完成。测量用精密波导系统完成, 该系统由同轴到波导的转换, 中间波导部分 (TE_{10} , 具有与 Lynx 系统中相同的尺寸: 25 × 86mm), 以及最后另一个波导到同轴的转换组成, 由全匹配电阻器负载。测量在三个频率上完成, 以确定任何偏离偏转器固有共振频率都被考虑。

偏转器实际上改变起作用的供料器的长度, 以便最大匹配驻波和具有不同介电性质的加热样品。偏转器形成一个具有特定厚度的椭圆形环。这个厚度对适当的偏转器性能是极其重要的。反射系数和相位因子用网络分析器和特殊设计的测试装置确定。

构建特殊设计的测试装置以专门研究偏转器对辐射微波的反射系数和相特性的影响。测试装置在图 7A 中用示意图描绘。装置分为

三部分，其中部分 62 是终止于 50Ω 的负载 70 的 TE_{10} 波的波导管，部分 64 是 TE_{10} 波的波导管偏转器部分，以及部分 66 是连接到网络分析器 70 的 TE_{10} 波的波导管。图 7B 显示具有尺寸 $a=86\text{mm}$ 和 $b=25\text{mm}$ 的所有偏转器部分的横截面。偏转器 26 置于偏转器部分 64 的中间，在 12mm 的高度。偏转器 26 可以绕它的轴旋转 180° 。复反射系数用 HP8719A 网络分析器对不同的偏转器角度在 2240 ， 2455 和 2470MHz 用试验方法测得。

测试中使用的偏转器 26 是一个铝制的三维椭圆形环，类似于图 3 所示的偏转器。这里测试了两个不同的偏转器：一个具有 8.90mm 的厚度，一个具有 3.10mm 的厚度。偏转器的闭合环定义偏转器平面，就是图 3A 的纸平面。闭合环也定义垂直于偏转器平面的轴，如图 3B 所示。测试中使用的检测器尺寸概括在表格 1 中。

高 a [mm]	宽 b [mm]	轴向厚度 h [mm]
17	68	8.90/3.10

表格 1

测试装置中获得的实验数据只能定性地使用，如果偏转器位置的零相位不知道。这一相位可以使用下面的方法确定并补偿。

测试装置的部分 62 移离部分 64，并用铝制的短路壁代替。没有偏转器安装在偏转器部分。从短路壁反射来的辐射的振幅和相位在 2240 ， 2455 和 2470MHz 测量。数据列于表格 2。

频率(MHz)	振幅(mV)	相位($^\circ$)
2440	980	-169.5
2455	977	177.3
2470	981	166.4

表格 2: 用于短路测量的反射系数数据

这些值比较短路壁的反射系数。在偏转器位置的相位因子可以通过首先测量从短路壁到偏转器位置的距离 L 来计算。距离 L 确定为 58.43mm 。当你移向发生器时，相位逆时针方向转动。对每 $\lambda_g/2$ ，即波导管波长的一半，相位转动 180° 。因此，当从短路壁向偏转器位置

移动时，相移可根据下式确定：

$$\Delta\varphi = \frac{2L}{\lambda_g} \cdot 180^\circ \quad (1)$$

对不同频率的波导管波长 λ_g 用下面的公式计算：

$$\lambda_g = \frac{\lambda_0}{\sqrt{1 - (f_c/f_0)^2}} \quad (2)$$

此处， λ_0 是真空波长（ $=c_0/f_0$ ，此处 c_0 是真空中电磁波的速度）， f_c 是波导管的截止频率，以及 f_0 是激发频率。截止频率由下面的表达式给出：

$$(f_c/f_0)^2 = \left(\frac{\lambda_0}{2}\right)^2 \left[\left(\frac{m}{a}\right)^2 + \left(\frac{n}{b}\right)^2 \right] \quad (3)$$

此处， (m,n) 是模指数（在我们的例中是1, 0），以及 a 和 b 分别是波导管的宽和高。从而，在偏转器位置的相位可以最终用下面的公式计算：

$$\varphi_{\text{deflector position}} = \varphi_{\text{short circuit}} + \Delta\varphi \quad (4)$$

偏转器位置的相位和用于计算的其他数据汇总在表格3中。

f_0 (MHz)	λ_0 (m)	$\lambda_g/2$ (m)	$\varphi_{sc}(\circ)$	$\Delta\varphi(\circ)$	$\varphi_{dp}(\circ)$
2440	0.12287	0.0878	-169.5	119.788	-49.712
2455	0.12211	0.0867	177.29	121.308	-61.402
2470	0.12137	0.0857	164.4	122.795	-72.805

表格 3: 用于零相位计算的实验数据和导出数据

使用表格1给出的两个不同的轴向厚度，在上面表格3中给出的三种频率，对0-300的不同角度，测量复反射系数（即振幅和相位）。结果在下一部分列出。

对8.90mm的偏转器，不同的偏转器角度和三个激发频率的反射系数振幅在图8中显示。在 $50^\circ - 100^\circ$ 和 $210^\circ - 270^\circ$ 对所有的频率振幅都达到800mV以上。在 $150^\circ - 180^\circ$ 振幅降到只有150-220mV。这与图6说明的预期结果很好地一致。对8.9mm的偏转器，与偏转器角度对应的相位因子在图9中描绘。对 $50^\circ - 100^\circ$ 和 $210^\circ - 270^\circ$ 的偏转器角度，对所有的频率，相位恒定在 80° 左右，这与图8的振幅最大值的间

隔一致。图 10 在极坐标中以偏转器角度作为参数在 2445MHz 显示反射系数的振幅和相位（从图 8 和 9 中抽取）。

对 3.10mm 的偏转器厚度，不同的偏转器角度和三个不同的频率的反射系数振幅在图 11 中显示。振幅行为与图 8 中对 8.90mm 的偏转器的值类似。对不同的偏转器角度和对频率 2440, 2455 和 2470MHz, 对 3.10mm 的偏转器的相位因子在图 12 中显示。对 2440MHz 在 50° - 125° 和 200° - 270° , 相位因子达到值 60° 。这一相位最大值与对 2440MHz 的反射系数振幅的最大值一致。但是，在与 2440MHz 曲线相同的角度间隔中，2455 和 2470MHz 的相位因子移到最小值 -60° 。因此，在频带 2440 ~ 2470MHz, 较厚的偏转器能够显示高的反射系数振幅和接近于 90° 的恒定相位。较薄偏转器显示高的反射系数振幅，但是显示较低的相位因子绝对值，并且它在频带中改变符号。图 13 在极坐标中以偏转器角度作为参数在 2455MHz 显示反射系数的振幅和相位（从图 11 和 12 中抽取）。

总括地说，对三个频率 2440, 2455 和 2470MHz, 8.90mm 的偏转器都显示 800mV 的高反射系数和接近于 90° 的正相位因子。与 8.90mm 的偏转器类似，对这三个频率，3.10mm 的偏转器显示高反射系数振幅。对 3.10mm 的偏转器的相位因子较低，并且在频带中改变符号。

要考虑的最重要的特征是不匹配的相位如何随偏转器角度变化。第二重要的特征是不匹配（即偏转器的反射）的绝对值如何随偏转器角度变化，第三，更实际的特征是考虑前两个性质的变化，偏转器角度有多敏感，即系统是否因为小的角度改变而引起的数据非常快的变化而变得机械地敏感。8.9mm（普通型）的偏转器的相位曲线显示，当相位向阻塞位置转动时相位向发生器移动，即偏转器角度等于 90° 或者 270° = 轴沿着波导管。当然，因为偏转器是无源的，对称的，它也是相互起作用的，这意味着“阴影侧”的相位（即腔中）也改变，使得当偏转器向 90° 移动时，共振频率必须增加。这一行为是所期望的。3mm 的偏转器的相位曲线表现完全不同，相位不是以所期望的方式改

变。

偏转器另一个重要特征是在阻塞位置它的阻塞能力。即使可能达到非常有效的阻塞（使得或许少于1‰的泄漏通过），这在加热系统中仍然是不实际的，因为没有负载或者带有无吸收的负载，可能会达到太高的场强。实际上，前者的情形可以产生加热直到玻璃容器的熔化。因此，优选地，使用的偏转器有意地解谐以避免那个问题。这由阻塞数据证明。解谐可以通过解谐偏转器的固有共振频率，或者通过以一种它能遗漏的方式使它失真来完成。在优选实施方案中选用后者，通过选择一个非理想的椭圆率。这一选择进一步有助于随着偏转器角度有利的相位变化。

在先前部分描述的实验中，连续地改变频率以便对不同的偏转器角度找到对腔的共振频率，从而直接显示随着变化的偏转器角度共振频率的改变，这是不可能的。但是，尽管偏转器角度的低分辨率，对三种频率的不同的反射振幅最小值仍然由图 8 中 $150^\circ \sim 180^\circ$ 间最小值的不对称性蕴涵。明显地，共振频率因 $150^\circ \sim 180^\circ$ 间偏转器角度的增加而增加。

在波导供料器前面的波导管中的偏转器的影响已经用 QWED S. C. (Poland) QW3D 软件做成模型。具有在腔中有可旋转偏转器和实际负载的完整的模型已经被使用，并且共振频率和耦合因子作为偏转器角度的函数，负载介电常数作为参数，已经被获得。建模软件编辑图象在图 14 中显示，具有波导管 3，偏转器 26，波导供料器 4，和一个模拟载荷 61。波导管，偏转器和波导供料器的尺寸与关于图 7 所描述的实验中所使用的类似。许多场景已经做成模型，其中反射系数对给定的偏转器角度和负载以频率的函数计算。因此，对每一个场景，共振振幅可以直接读出。这些情况包括偏转器的两个轴向厚度，3mm 和 10mm，并且模拟中使用许多不同的负载，负载 # 3，# 4 和 # 5。

图 15 中的曲线图以偏转器在 90° 即阻塞位置（偏转器的轴平行于波导管）和没有负载的频率的函数显示反射系数。可以看到，在偏转器 2435MHz 的共振频率的反射系数是 0.9999，意味着只有 1 减去该值

的平方（也就是0.2‰）泄漏通过。做成模型的偏转器由于软件的限制比实际的偏转器更阻塞，这使得偏转器完美椭圆形的几何形状的绘图成为必需，以便容许在场景中快的简单的旋转。

图 16 显示使用 10mm 的偏转器和负载 # 3，偏转器角度为 60° 的反射系数的振幅。波状的黑色曲线由软件在大约 38000 迭代后获得。但是曲线绝对不是稳定的解，所以，一个特殊的任意的称作 Prony 的模块也被使用。它通过一种比傅立叶反变换更高级的方法将该黑色曲线基本地拟合到许多 Lorentzian。清楚地看到最后所得到的灰色曲线是非常稳定的，具有 2417MHz 的共振频率。在共振处反射系数的振幅是 0.45，但是在 2450MHz 处大约是 0.9。从而偏转器角度不是最佳的。

通过偏转器角度增加到 65° （仍然是 10mm 的偏转器和负载 # 3），获得图 17 中显示的极坐标图，它将反射系数的振幅和相位作为频率的函数显示。同样，黑色曲线在大量的迭代后获得，而灰色曲线在应用了 Prony 模块后获得。系统现在是欠耦合（极坐标中的曲线不包括起点）。实际上，任何系统为低负载匹配设备的典型困难在于避免过耦合；欠耦合意味着波的“阻塞”强于最佳状态。共振频率（最低的振幅）现在由 2417 升高到 2428MHz，在共振处反射系数的振幅是 0.27。

使用负载 # 5 和 10mm 的偏转器，系统的共振频率是 2454MHz 并且位于 80° 的偏转器角度，这也是对反射系数的最低振幅的最佳值，0.37 过耦合。这在图 18 中显示。过耦合比拟为超过 1 的耦合因子，这有时将发生，尤其是带有具有高吸收的负载时。当旋转角连续地在过耦合的情形中改变时，耦合因子将连续地下降，并且对于某些旋转角在某些频率一定是 1。应该想象从 18 的极坐标图到图 17 的极坐标图的连续转换，曲线一定在某些角度和某些频率相交起点。这一频率不需要是腔的共振频率，因此好的匹配（耦合因子 ≈ 1 ）可以在过耦合非共振的条件下获得。

现在，使用 3mm 的偏转器和负载 # 4，获得在图 19 和 20 中显示的曲线图。这些曲线图指出用 3mm 的偏转器很难获得有效的共振条件。因为两种情况都是强的过耦合，所以使用更高的偏转器角度大约

88 成为可能。但是它变得对调节极度敏感。在致力于建立好的共振条件，腔的尺寸通过移动偏转器的位置（旋转轴）改变若干次。这样，在用于获得图 19 和 20 的模拟中，腔比那些所有具有 10mm 偏转器的模型使用的短 12mm。

所示的曲线图只是获得结果的一个代表性选择。下面的结论概述模型的结果：

1. 当它旋转到阻塞方向时，10mm 的偏转器通过驻波相位明显地移离偏转器，提供所希望的由它引起的失配的相位特征。这一性质对它耦合的波导管腔是有利的，这些腔用于可变负载的加热（在负载和正在被加热的负载之间）。

2. 使用 10mm 偏转器，为取得期望的动作所需要的旋转角度不象对 3mm 偏转器那么敏感，从而将提供平滑控制的可能性。

3. 由于轴向长/厚的偏转器非常有效的的阻塞容量，有可能以两种方式“解优”：通过解谐它们的固有共振（这主要通过改变外围设备的长度），和通过使他们失真以增加没有强的相位改变的泄漏（这通过改变主/次轴关系，或者使用另外一个曲线形成椭圆）。这两种可能性的结合以及改变轴向长度提供改变作为偏转器角度函数的相位和反射系数的大量选择。

4. 具有长的长度的偏转器允许更高功率处理。

在另一种优选实施方案中，装置适用于在多个单模供料器中同时地执行多个加热过程。在这一第二实施方案中，装置包括一个和多个发生器，两个或多个单模供料器，以及适用于将辐射从一个和多个发生器导向两个或多个供料器波导管。波导管优选地通过包括组件例如耦合器，分配器，分裂器，组合器以及循环器而进一步适用于在供料器之间分配引导的辐射。

每一个单模供料器优选地包括与第一实施方案的供料器即图 1 中的 4 相同的性质。装置也包括与第一实施方案的控制器 7 类似的控制器，进一步适用于管理在两个或多个供料器中的所有样品的加热过程。

根据本发明的装置适合执行化学反应例如有机合成，其中快速加热反应混合物到预定温度对最终产物的纯度极其重要。反应混合物可以包括一种和多种反应物，例如有机化合物和任选地一种催化剂。经常地，反应混合物连续地经历若干反应步骤如图 5 说明的过程，每一步对应给定的时间在特定的温度。因为不同的反应机制可以在不同的温度起支配作用，所以每一反应步的纯度依赖于在预期温度之间高的加热速率。加热速率， dT/dt ，是样品中每单位时间内温度的升高，典型地以 $^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ 测量，对应于图 5 中曲线段 41 的斜率。

一种优选实施方案的加热过程在图 4 的流程图中描述。最初，在步骤 50，用户通过控制接口设定加热过程。这一过程包括指定样品应该达到的温度 T_i 以及在恒定的温度 T_i 样品应该维持的时间间隔 t_i 。如果加热过程是一系列反应步骤，这导致对应于图 5 中显示的加热/冷却过程的反应温度 T_i 和对应的时间间隔 t_i 的序列 $T_1, t_1; \dots; T_i, t_i; \dots; T_n, t_n$ 。此后，温度 T_i 称作目标温度，时间间隔 t_i 称作目标时间。

图 4 中步骤 51 到 54 描述一个校准过程，其用于确定具有特定样品 8 的供料器 4 的一些相关性质。这些相关性质通过在偏转器动作（例如， 180° 的旋转或者旋转并平移）的操作周期中记录样品中的吸收功率而获得。任选地，只记录偏转器动作中的相关间隔。吸收功率对偏转器位置的记录轨迹称作样品的指纹并且对几个参数是特定的，例如：

1. 供料器结构，
2. 容器结构和材料，
3. 样品体积，
4. 放射功率，
5. 辐射的中心频率和频率宽度，
6. 样品的温度（= 容器 + 样品），“加热经历”，加热速率，
7. 样品的化学组成，它的介电常数，反应度等。

参数 1 到 5 可保持恒定并且不直接涉及样品。参数 6 和 7 是所关心的参数并持有涉及特定样品的信息。

对可旋转的偏流器 26 的典型指纹草图在图 6 中显示, 在这里反射功率以 $0 \sim 180^\circ$ 的偏转器角度的函数说明。可以看到, 指纹具有对称性, 其对应于偏转器对角位置即 45° 和 135° 的对称性。但是, 由于供料器的非对称形状, 这两个局部最小值 a 和 b 可以有不同的形状和深度。通过处理指纹, 对应于最大吸收 (= 最小反射) 的偏转器位置可以确定。

在图 4 的步骤 51 中, 偏转器 26 置于初始位置, 优选地是最大值或者最小值都不会典型地出现的位置。这样做的原因是减少在校准过程中在样品中吸收的功率是所希望的; 如果偏转器开始邻近典型的最大值位置, 那么在发生器上升时间中样品将暴露于不适当的功率。如果偏转器开始邻近典型的吸收最小值的位置, 它将花费不必要的长时间以相对大的吸收功率量确定吸收最大值。在校准过程中在样品中的温度升高由图 5 中的曲线段 40 说明, 但是可以完全忽略。

微波发生器 2 开始于步骤 52。发生器优选地在校准过程中置于 10 - 20W 的输出功率级。如果发生器是磁控管, 对稳定运行会有一个最小输出功率级, 如果它大于 10 - 20W, 这一最小级应该被选择。基于半导体的发生器在非常低的输出功率级具有稳定运行。在一个可选的配置中, 装置具有磁控管和基于半导体的发生器的组合, 基于半导体的发生器在这一低输出功率状态中被选用。

在步骤 53 中, 偏流器 (连续地或者步进地) 通过一个工作循环例如一个 180° 的旋转, 并且对每一角度测量并存储反射功率以获得指纹。任选地, 动作只覆盖选择的所关心的间隔以便使花费的时间最小从而使吸收的功率最小。输出功率级 (和频率对于基于半导体的发生器) 和样品的温度优选地存储在指纹中。

在记录指纹后, 对应于反射功率中绝对最小值的偏转器位置在步骤 54 确定, 并且将偏转器移到这一位置。装置现在准备开始快速的有效的样品加热。

图 4 中步骤 55 到 58 是一个反馈环, 其将样品加热或者冷却到目标温度, 并将温度稳定在目标温度周围, 对应于图 5 中的曲线段 41 和

42. 发生器输出功率或者通过压缩空气的冷却在步骤 55 中调节, 依赖于当前的一组目标值 T_i , t_i 和当前的温度 T 。在加热过程的开始, 发生器优选地调节到最大输出功率级以便达到尽可能大的加热速率。如果样品要冷却, 则通过用压缩空气冷却容器来冷却它 (高冷却速率)。作为选择, 简单地让它自己冷却下来 (低冷却速率)。

步骤 56 发生的过程, 也就是加热或者冷却。当两种或者多种的起始物料化学反应时, 它们受它们的物理和化学性质的改变支配, 例如介电性质的改变。传递到反应材料的能量依赖在化学反应期间起始和形成物料的介电性质。因此, 介电性质将在加热过程中改变, 导致在不同温度的变化的加热速率, 这通过如图 5 中的曲线段 41 和 44 说明。因此, 通过与加热并行的偏转器的连续调节, 在起始和目标温度之间的温度上优化功率吸收是有意义的。因此, 控制器可以任选地在预先确定的间隔重复校准过程的步骤 53 和 54。步骤 53 和 54 记录指纹, 确定对应于吸收最大值的偏转器角度以及将偏转器置于该确定的角度。这当然意味着短期的吸收减少, 但是导致增强的吸收。

控制器监控温度 T , 并且图 4 的步骤 57 检查温度 T 是大于还是小于目标温度 T_i 。如果发生器开着, 过程是加热过程, 并且如果 $T < T_i$ (= No (否), 如果发生器开着), 那么继续过程 56 直到下一次检查 (例如, 每秒一次)。如果 $T \geq T_i$ (= Yes (是), 如果发生器开着), 那么设置用于计算时间间隔 t_i 的起始时间 t_0 (只有当没有设置当前的 t_0) 并且过程进行到步骤 58。如果发生器关着, 过程是冷却过程, 并且如果 $T > T_i$ (= No, 如果发生器关着), 那么继续过程 56 直到下一次检测。如果 $T \leq T_i$ (= Yes, 如果发生器关着), 那么设置用于计算时间间隔 t_i 的起始时间 t_0 (只有当没有设置当前的 t_0) 并且过程进行到步骤 58。

任选地, 当温度在目标温度的某个区间里面, 控制器可以停止或逐步减缓加热/冷却, 以便使目标温度过调最小或者避免目标温度过调。

步骤 58 检测是否有 $t - t_0 \geq t_i$, 也就是自从达到样品温度 T_i , 时间间隔 t_i 是否已经过期。如果 $t - t_0 < t_i$ (58 = No), 过程返回到步骤 55, 在

那里发生器的输出功率或者冷却响应步骤 57 的读数而调节。重复循环 55 到 58 直到目标时间已经过去, 并且过程进行到步骤 59 (58 = Yes)。

在过程 59 中, 确定在步骤 50 中定义的过程序列的所有步骤是否都已经执行。如果没有 (59 = No), 用新的一组目标值 T_i, t_i 重复步骤 55 到 58。如果所有步骤都已经执行 (59 = Yes), 那么在步骤 60 中关掉所有设备, 样品可以从供料器中取出。

要强调的是, 上面略述的过程是根据一种优选实施方案的过程。一个或多个步骤可以改变, 删除或增加而不改变本发明的思想, 即在于执行一种加热/冷却过程例如图 5 中说明的过程。

在进一步的实施方案中, 控制器可以包括或者具有通路到数据库, 该数据库包括对许多溶剂在不同温度和体积的指纹和加热速率。当在步骤 50 中初始化加热过程时, 用户可以进一步指定体积和溶剂, 以便控制器可以在数据库中找到有关的信息。控制器可以用这个信息在一个或多个下面的步骤中优化加热过程:

- 调节偏流器以给出样品中的最佳功率吸收, 而不起始校准, 这将删除步骤 51 到 54。

- 与加热并行进行偏转器的调节, 以便确保在初始和目标温度之间的温度上最佳的功率吸收。在例如在步骤 57 中偏流器的调节, 但是不执行任何校准, 因为在当前温度的最佳偏转器角度从数据库中的指纹确定。

- 在恒定温度反馈环 55 到 58 中, 适当的功率或者耦合因子的较快适应, 例如通过智能猜测。因为体积, 溶剂和目标温度已知, 辐射损失可以计算, 并且可以通过调节偏转器角度与在目标温度的指纹一致来调节功率吸收。

- 通过将指纹和已知的组合物的指纹比较, 进行样品的化学组成指标的确定。在样品中有化学反应的情况下, 这一过程是有利的, 因为化学反应的反应度可以通过将指纹与具有期待反应度的样品的化学组成的指纹比较来监控。

数据库可用于提取数据, 导致对每一特定反应的定标函数:

$S(T,P)$ =在给定的温度 T 和给定的功率密度 P , 每单位体积的吸收功率[W/L]

在这里功率密度 P 是在样品位置的场强(理想地, 恒定地通过样品)。 S 可以用于为具有其他样品体积的其他装置导出加热过程, 因为它在所述的其他装置中在给定的条件 T 和 P 下指定吸收功率和加热速率 $dS/dT|_{P,T}$ 。

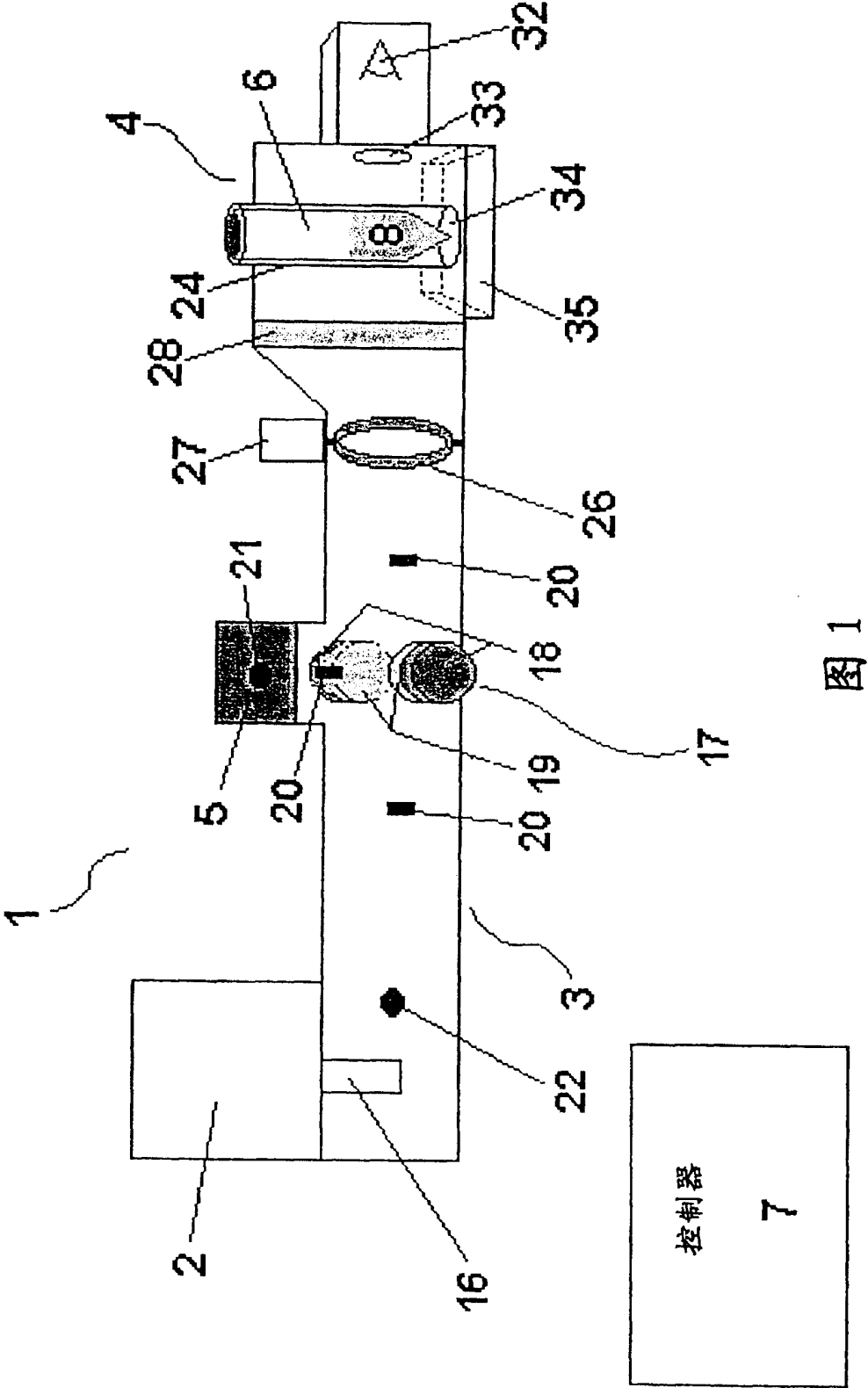


图 1

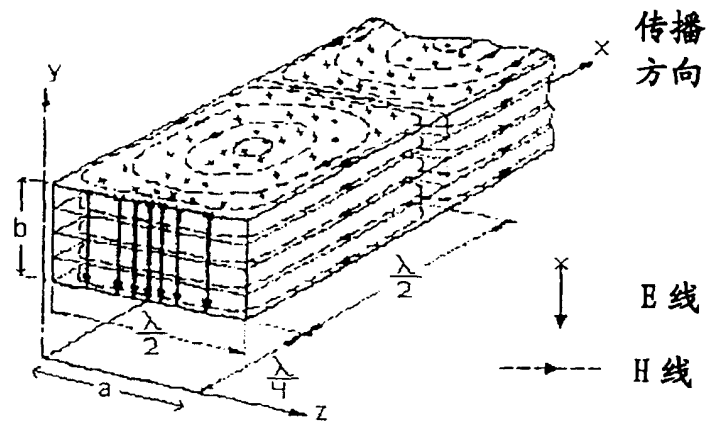


图 2A

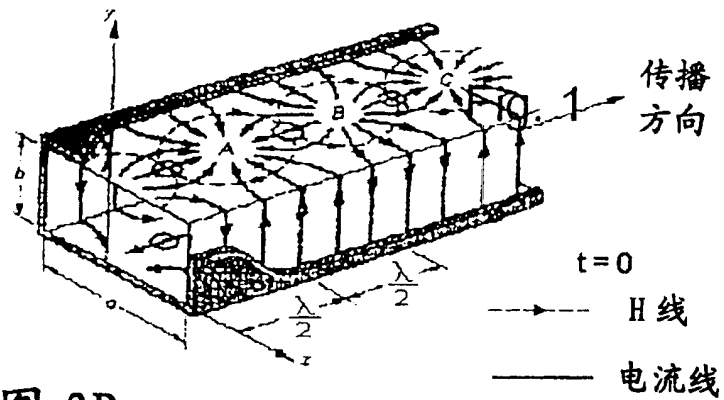


图 2B

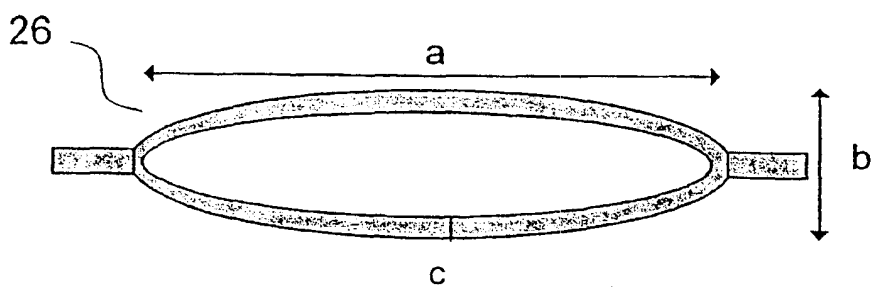


图 3A

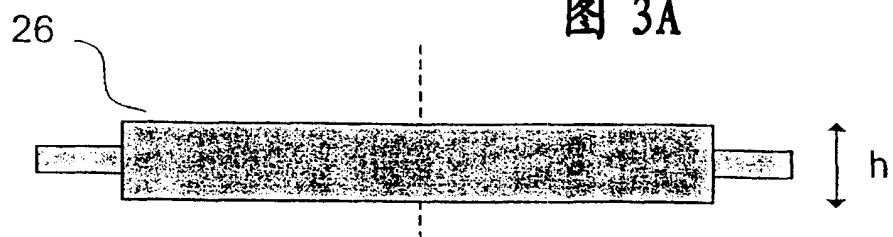


图 3B

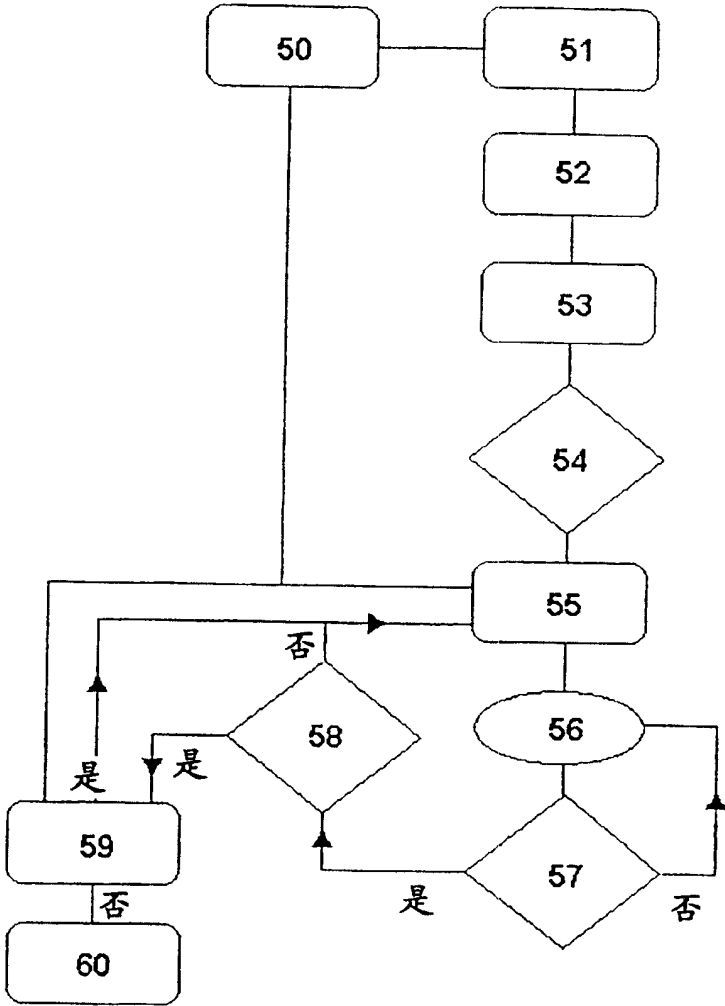


图 4

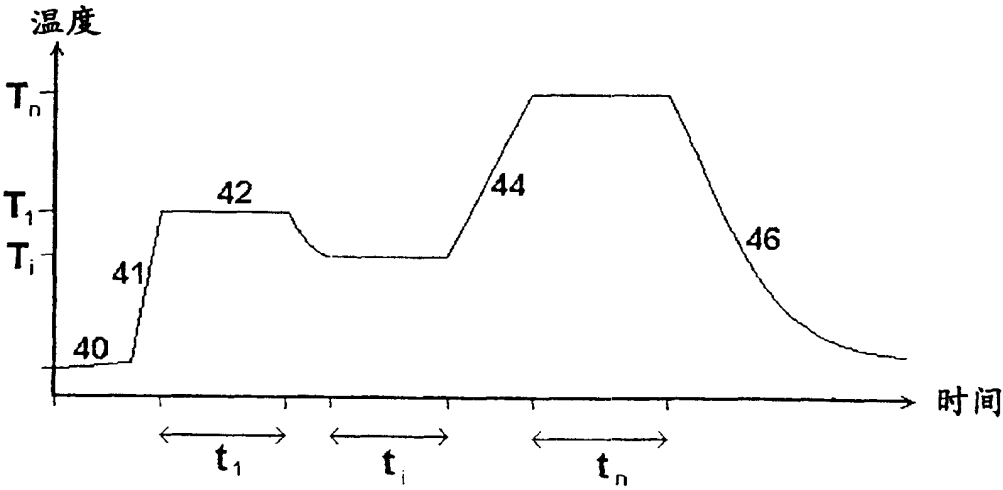


图 5

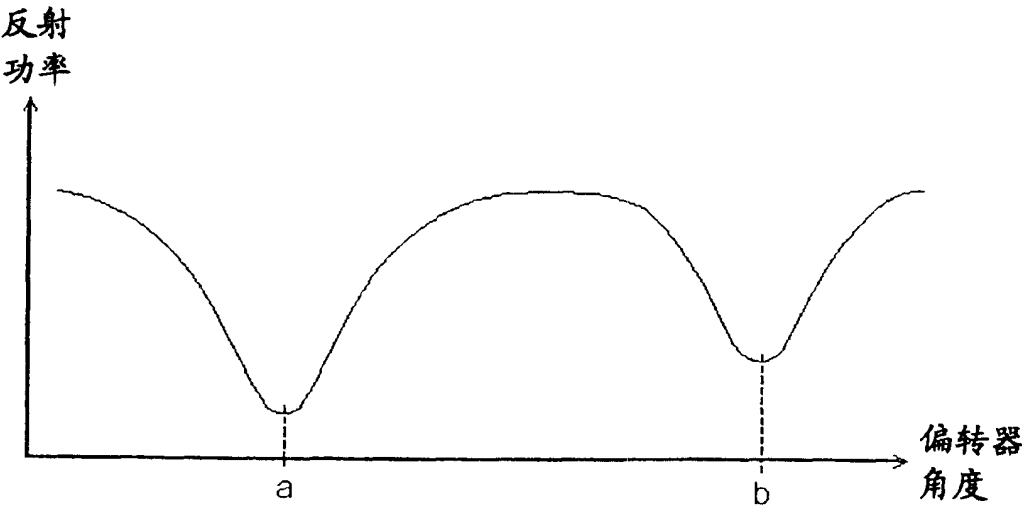


图 6

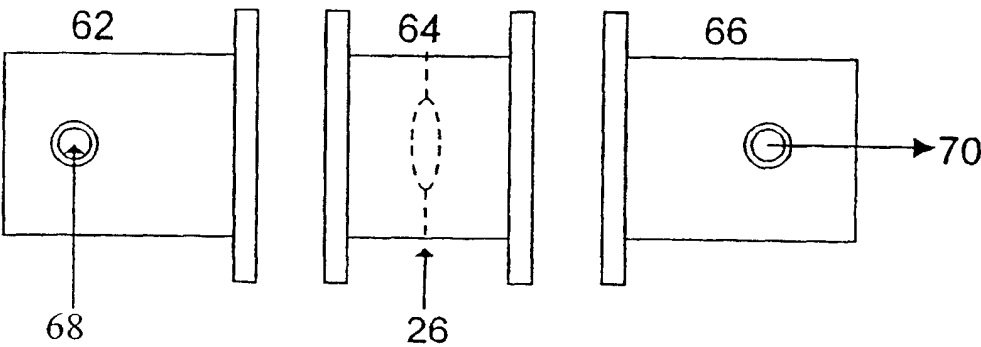


图 7A

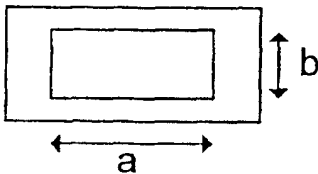


图 7B

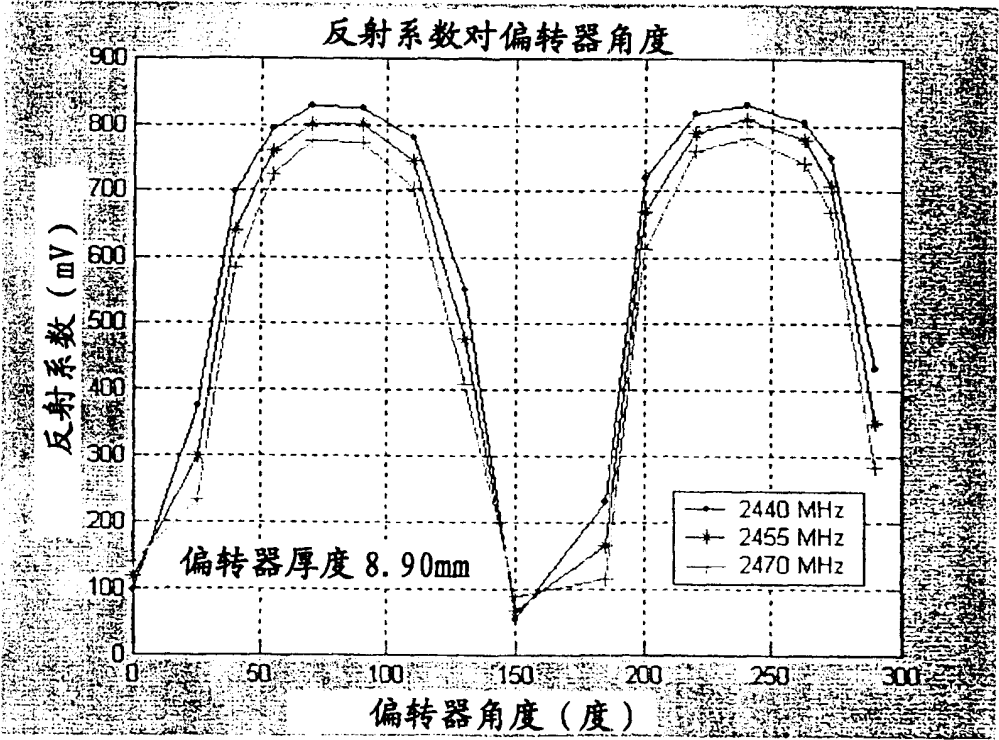


图 8

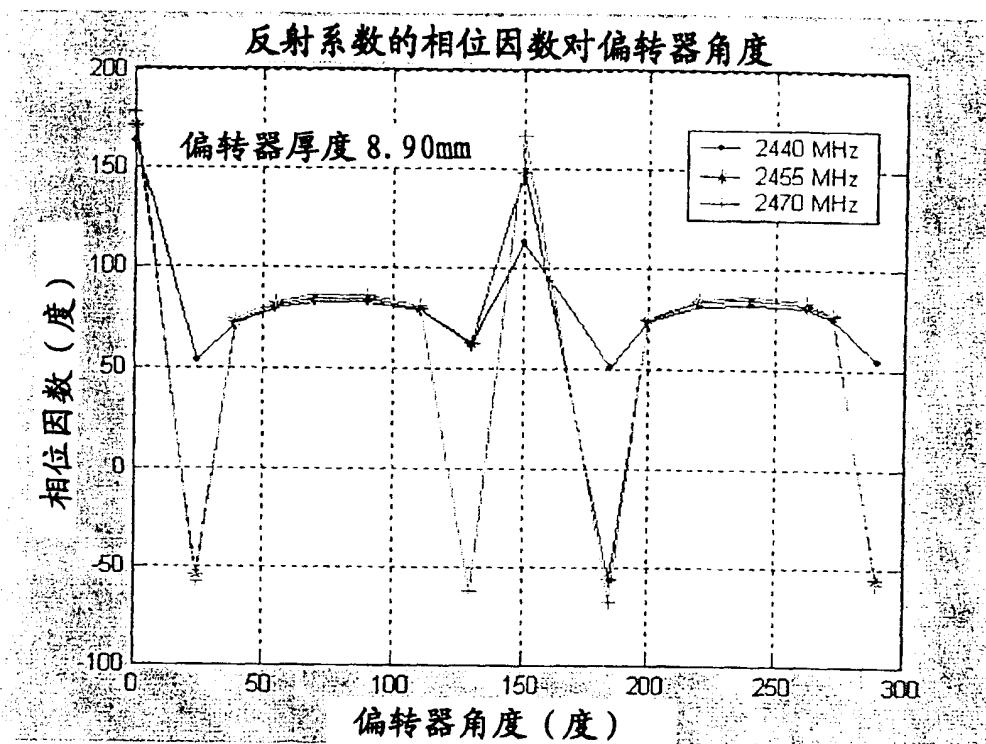
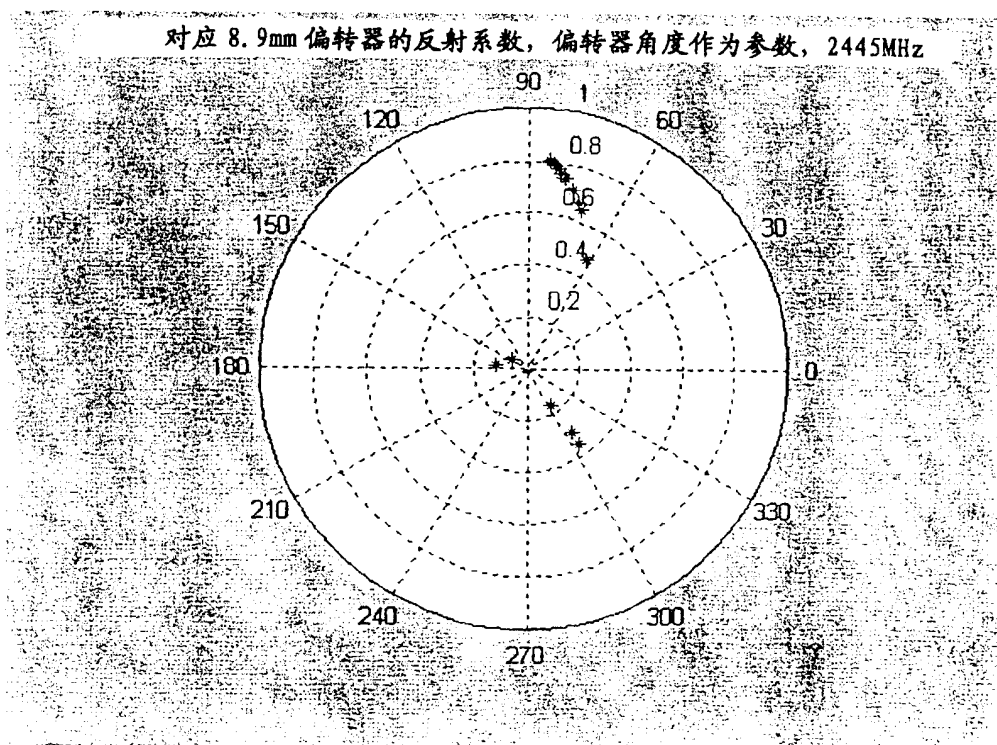


图 9



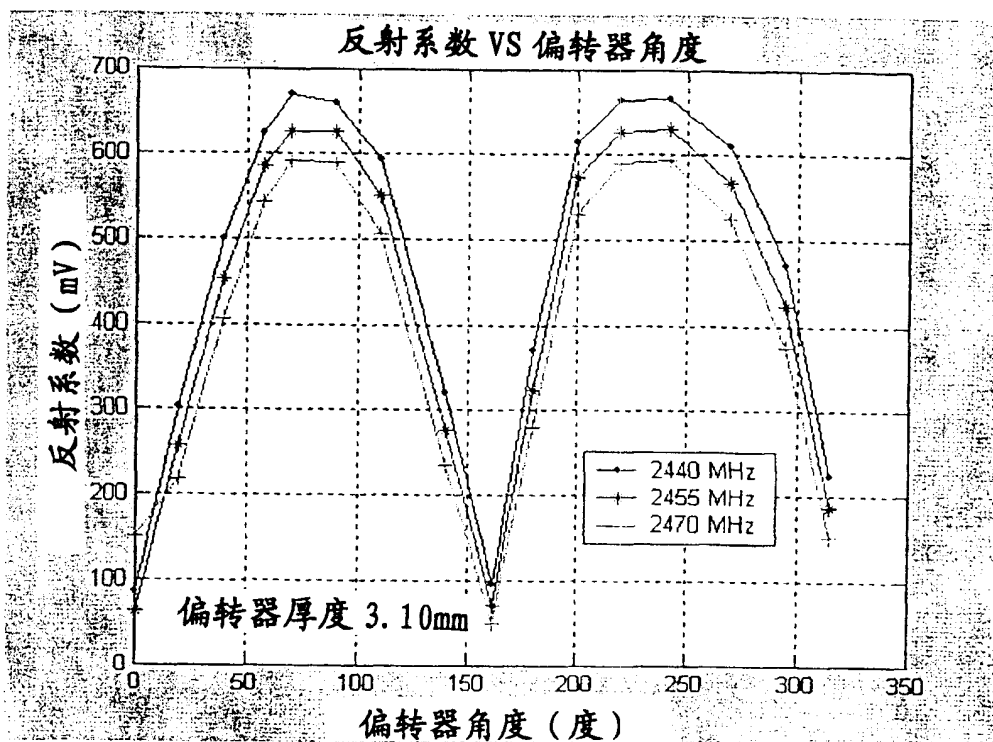


图 11

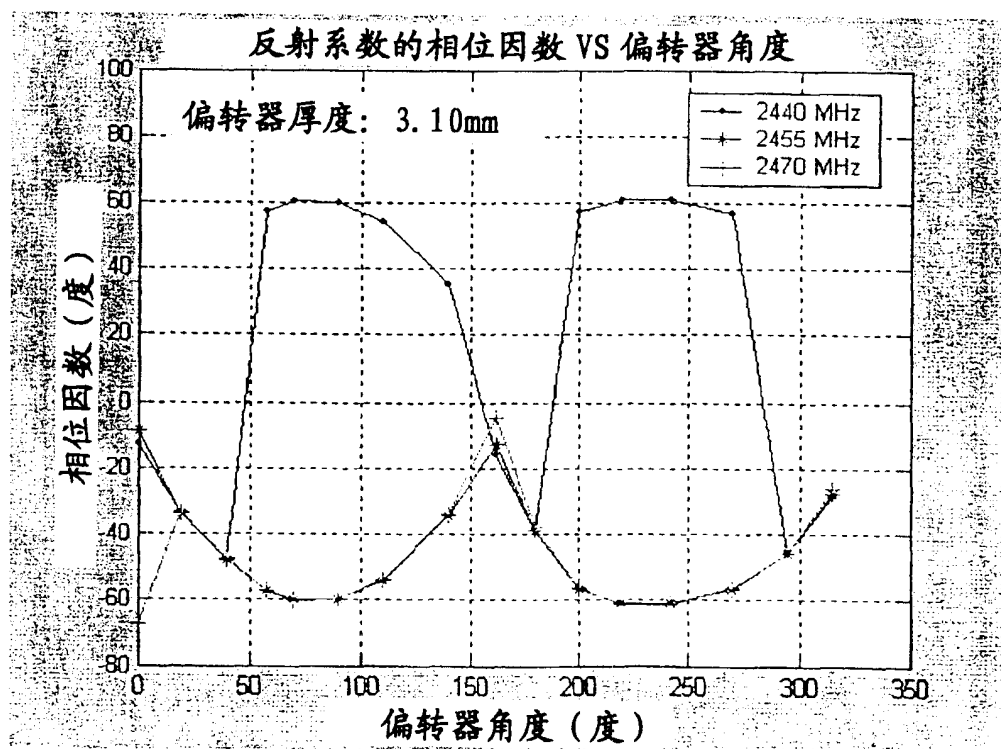


图 12

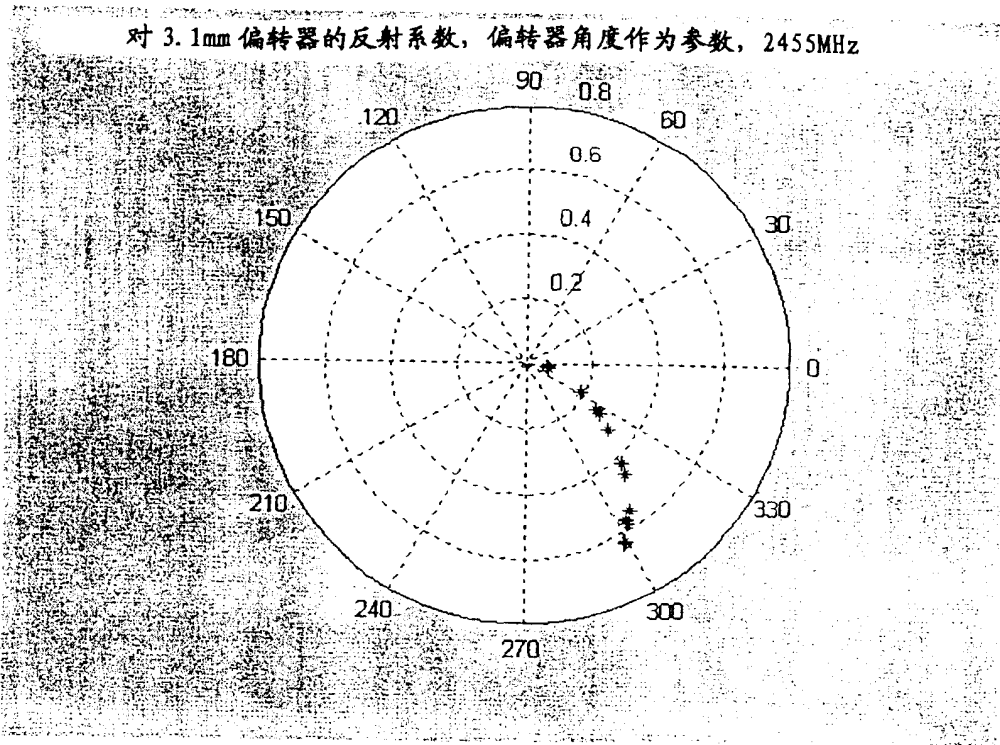


图 13

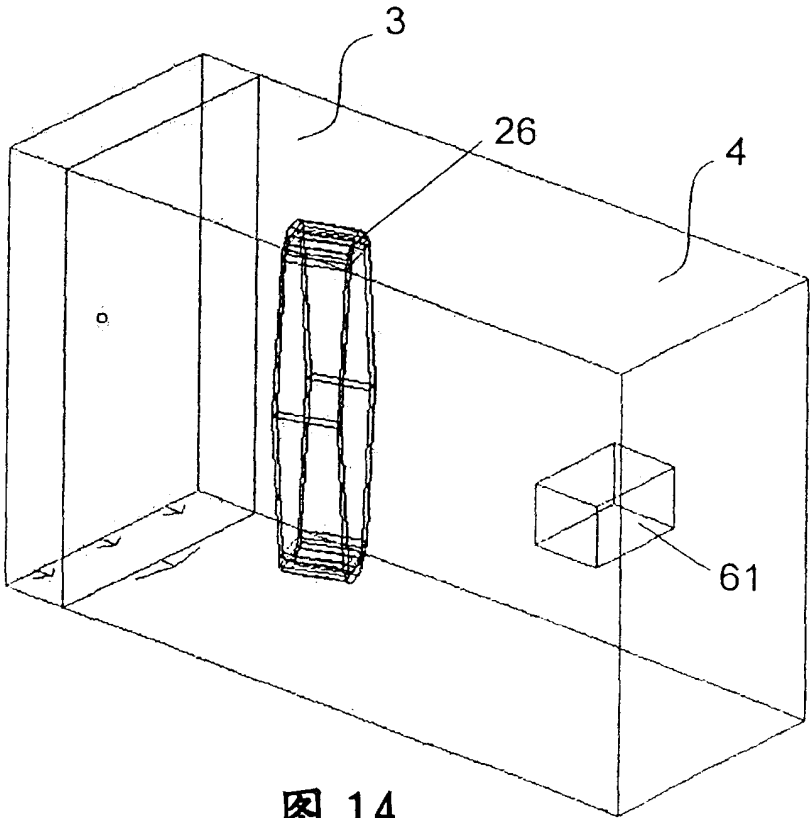


图 14

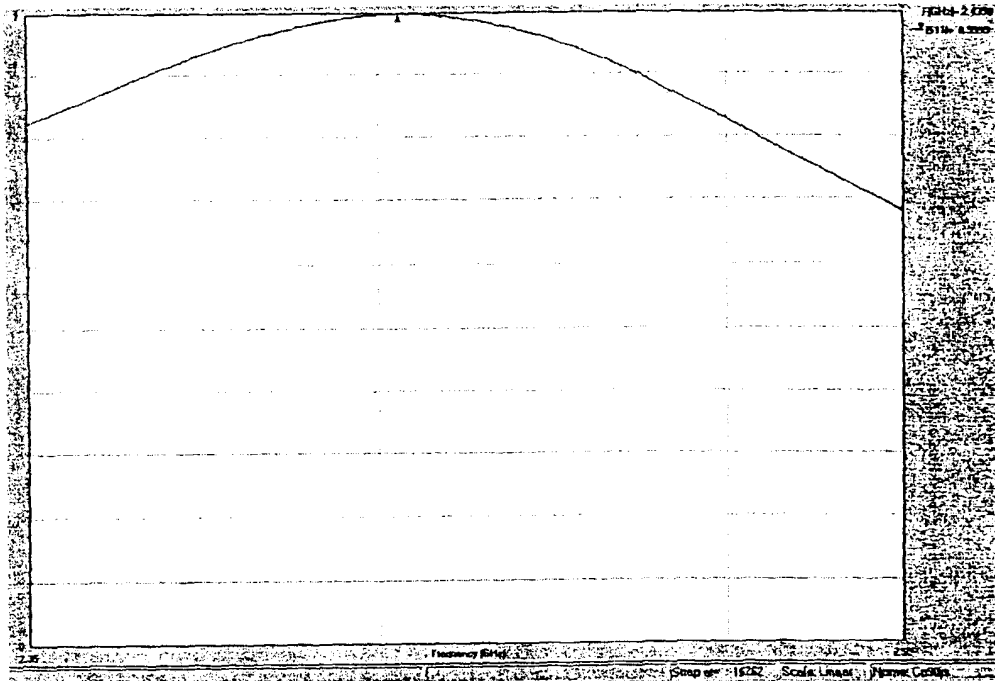


图 15

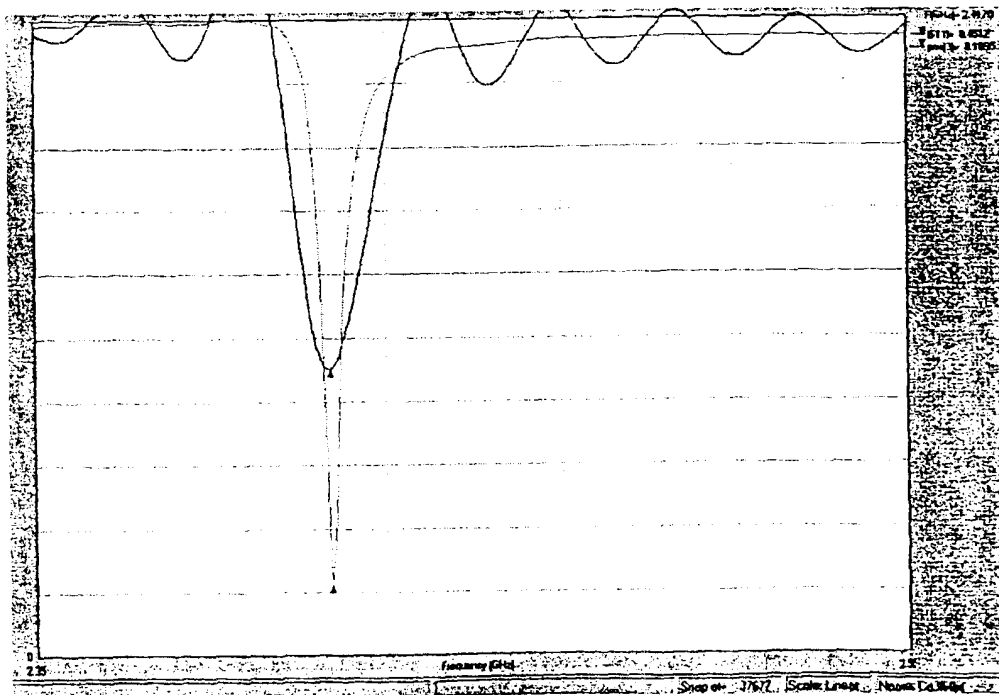


图 16

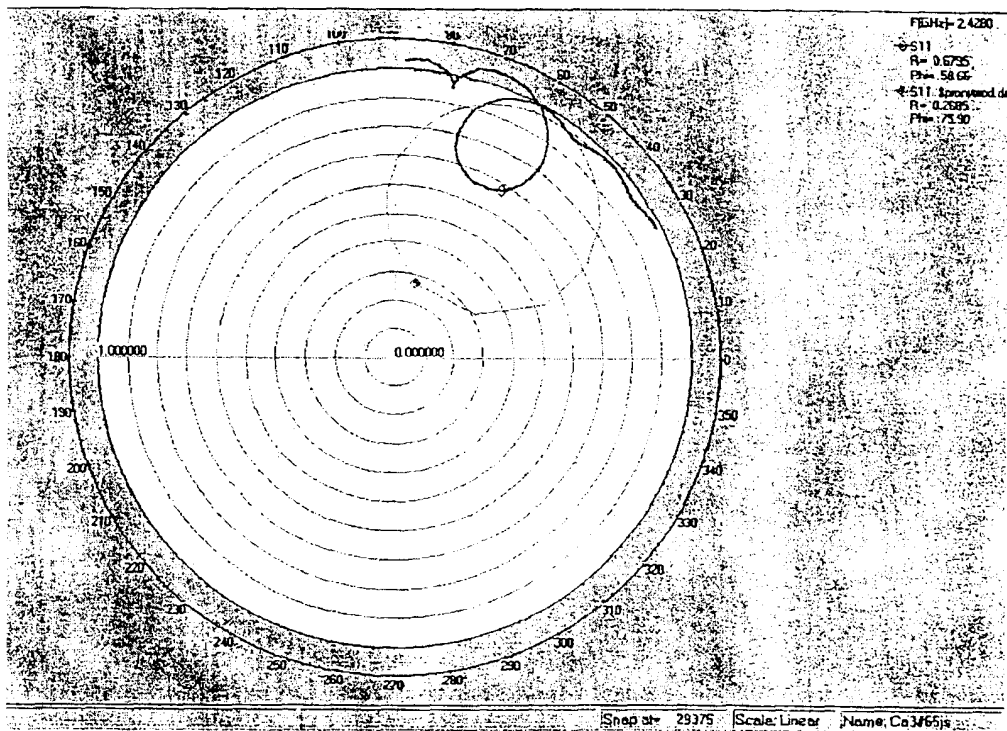


图 17

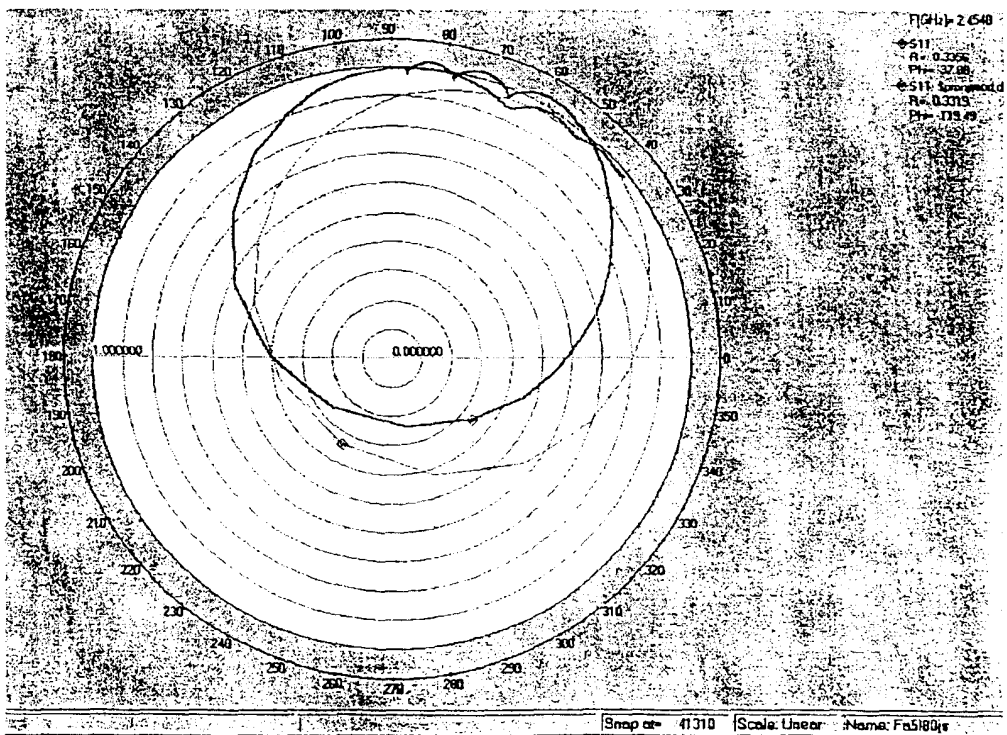


图 18

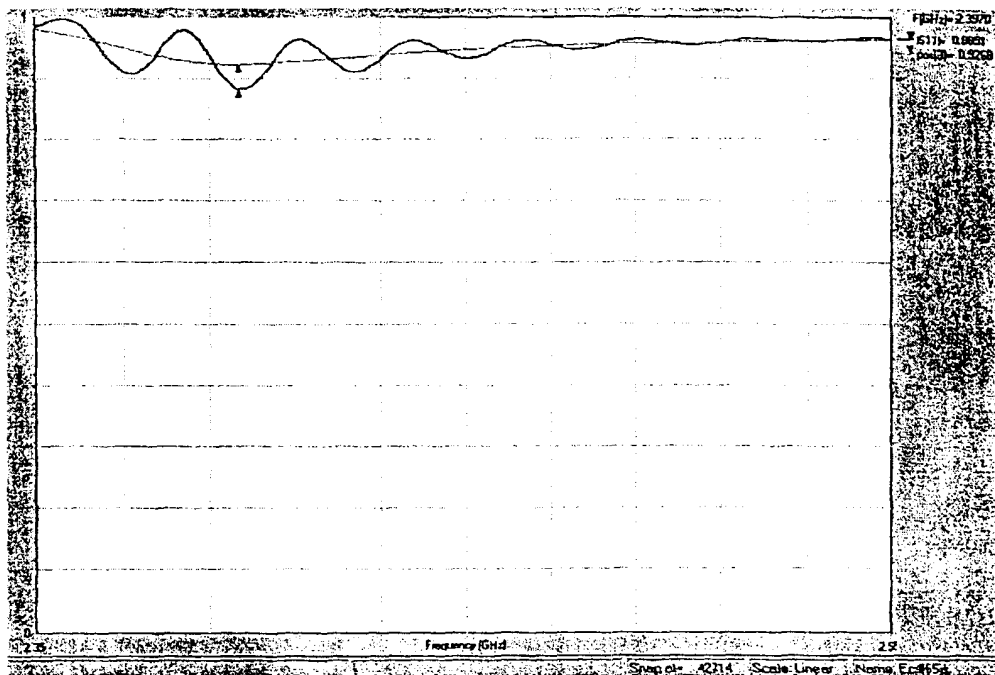


图 19

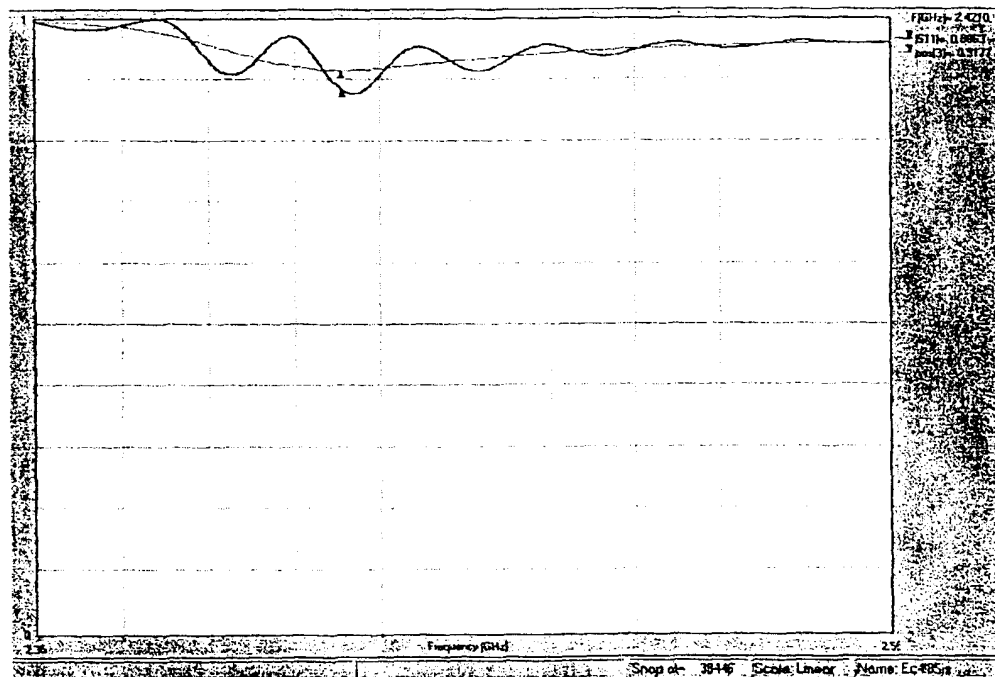


图 20