

(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
4. Oktober 2001 (04.10.2001)

PCT

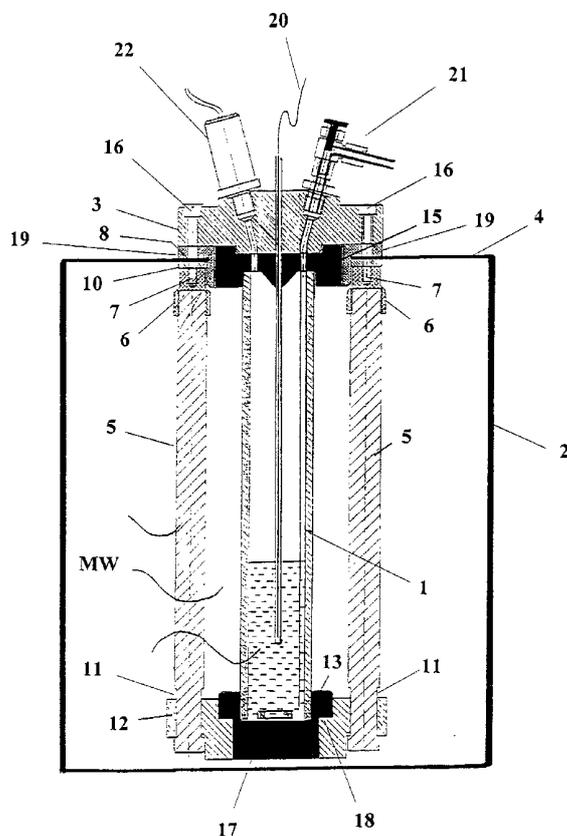
(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 01/72413 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: **B01J 19/12**, H05B 6/64 (71) **Anmelder** (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **MLS MIKROWELLEN-LABOR-SYSTEME GMBH** [DE/DE]; Auenweg 37, 88299 Leutkirch/Allgäu (DE).
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/03482 (72) **Erfinder; und**
- (22) Internationales Anmeldedatum: 27. März 2001 (27.03.2001) (75) **Erfinder/Anmelder** (nur für US): **LAUTENSCHLÄGER, Werner** [DE/DE]; Auenweg 37, 88299 Leutkirch/Allgäu (DE). **ONDRUSCHKA, Bernd** [DE/DE]; Käthe-Kollwitz-Strasse 35, 04109 Leipzig (DE). **NÜCHTER, Matthias** [DE/DE]; Waldbaurstrasse 15, 04347 Leipzig (DE).
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität: 100 15 794.7 27. März 2000 (27.03.2000) DE

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: DEVICE FOR IMPLEMENTING CHEMICAL REACTIONS AND PROCESSES IN HIGH FREQUENCY FIELDS

(54) Bezeichnung: VORRICHTUNG ZUR DURCHFÜHRUNG CHEMISCHER REAKTIONEN UND PROZESSE IN HOCHFREQUENZFELDERN



(57) **Abstract:** The aim of the invention is to create a device which operates in a highly reliable manner with minimum loss of energy, requiring a minimum amount of technical complexity for a wide range of applications used to carry out chemical reactions and processes in high frequency fields. According to the invention, rod-shaped elements are provided around the reactor (1). Said elements form a pressure-stable cage and can be individually fixed to the wall (4) of the high frequency chamber (2) with the aid of fixing elements (6). The rod-shaped elements respectively possess a guide (11) which is used to receive a crown-shaped holder (12) for the reactor (1) or a reactor closure (13, 13a). When the rod-like elements (5) are fixed in a positive fit, the holder (12) is secured in such a way that alignment and centering can occur. The inventive device advantageously enables energy to be supplied during decomposition, hydrolysis, chemical synthesis, extraction, distillation, drying and other reactions and processes.

(57) **Zusammenfassung:** Es war eine Vorrichtung zu schaffen, die mit hoher Zuverlässigkeit und minimalen Energieverlusten sowie mit möglichst geringem Aufwand für unterschiedlichste Anwendungen zur Durchführung chemischer Reaktionen und Prozesse in Hochfrequenzfeldern geeignet ist. Erfindungsgemäß sind um den Reaktor (1) stabförmige Elemente (5) vorgesehen, die einen druckstabilen Käfig bilden und zu ihrer Befestigung jeweils einzeln über Befestigungselemente (6) an der Wandung (4) des Hochfrequenzraumes (2) angebracht werden können. Die stabförmigen Elemente (5) besitzen jeweils eine Führung (11) zur Aufnahme einer krantzförmigen Halterung (12) für den Reaktor (1) bzw. einen Reaktorverschluss (13, 13a),

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]



WO 01/72413 A1



(74) **Anwalt: RUPP, Christian;** Mitscherlich & Partner, Postfach 33 06 09, 80066 München (DE).

ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR),
OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML,
MR, NE, SN, TD, TG).

(81) **Bestimmungsstaaten (national):** AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK,

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes, und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

wobei die Halterung (12) bei Herstellung der form- und kraftschlüssigen Befestigung der stabförmigen Elemente (5) fluchtend und zentrierend lagefixiert wird. Die Vorrichtung gestattet vorteilhaft die Einbringung von Energie in Aufschlüsse, Hydrolysen, chemische Synthesen, Extraktionen, Destillationen, Trocknungen sowie andere Reaktionen und Prozesse.

Beschreibung der Erfindung

Vorrichtung zur Durchführung chemischer Reaktionen und Prozesse in 5 Hochfrequenzfeldern

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Durchführung chemischer Reaktionen und Prozesse in Hochfrequenzfeldern. Diese Vorrichtung gestattet vorteilhaft die Einbringung von Energie in Aufschlüsse, Hydrolysen, chemische Synthesen, Extraktionen,
10 Destillationen, Trocknungen sowie andere Reaktionen und Prozesse.

Für den Ablauf, das Beschleunigen und/oder das Initiieren chemischer Reaktionen und Prozesse wird häufig ein Energieeintrag benötigt. Zu diesem Zweck werden die Reaktionsgemische beispielsweise in mikrowellendurchlässigen Reaktionsbehältern in einem Mikrowellensystem mit strahlungsabgeschirmtem Gehäuse angeordnet, und es wird
15 durch Bestrahlung mit Mikrowellen Energie zugeführt. Da bei den stattfindenden Reaktionen und Prozessen häufig hohe Drücke entstehen oder die Reaktionen nur unter Druck ablaufen, muss die gesamte Anordnung druckstabil und beispielsweise durch ein Deckelsystem fest verschließbar sein. Im allgemeinen sind die Reaktionsgefäße zusätzlich mit Sicherheits- bzw. Kontrollvorrichtungen ausgestattet, um den Ablauf der chemischen
20 Reaktionen und Prozesse überwachen zu können.

Eine solche Vorrichtung ist beispielsweise aus der DE 4 018 955 A1 bekannt. Darin wird u. a. ein Mikrowellenofen zum Erhitzen von Probenmaterial mit mehreren drucksicheren Probenbehältern vorgeschlagen, wobei die Probenbehälter auf einem drehbaren Tragteil mit entsprechenden Standplätzen für die Probenbehälter angeordnet sind. Auf diese Weise
25 können mehrere Proben gleichzeitig behandelt und dadurch ein höherer Probendurchsatz erreicht werden. Nachteilig ist, dass mehrere drucksichere Probenbehälter benötigt werden, die je nach Ausführung sehr aufwendig und damit kostenintensiv sein können. Weiterhin ist das Reaktionsvolumen beschränkt, es wird in der Regel nur in einem Behälter Druck und Temperatur gemessen, wodurch die Einsatzmöglichkeiten begrenzt und identische
30 Reaktionsführungen durch Inhomogenitäten des Mikrowellenfeldes nicht in jedem Einzelbehälter gewährleistet sind.

In der DE 197 00 499 A1 und in der DE 197 48 520 A1 werden Mikrowellenreaktor-systeme mit einem großen druckstabilen Aufnahmebehälter beschrieben, in dem ein oder

mehrere Probenbehälter von relativ einfacher, nicht notwendigerweise druckfester Konstruktion angeordnet werden können. Nachteilig an diesem System ist die aufwendige und umständliche Montage des Reaktors im Mikrowellenofen, die geringe Flexibilität, das eingeschränkte Volumen und der hohe Aufwand zur Anschaffung des Systems.

5

Der Erfindung liegt deshalb die Aufgabe zu Grunde, eine Vorrichtung zu schaffen, die mit hoher Zuverlässigkeit und minimalen Energieverlusten sowie mit möglichst geringem Aufwand für unterschiedlichste Anwendungen zur Durchführung chemischer Reaktionen und Prozesse in Hochfrequenzfeldern geeignet ist.

10

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass im Hochfrequenzraum einzelne stabförmige Elemente vorgesehen sind, die an der Wandung des Hochfrequenzraumes, vorzugsweise mit dem Deckel des Hochfrequenzraumes befestigt werden können und um den Reaktor mit dem Analysengut bzw. Reagenz einen druckstabilen Käfig bilden. Dieser Käfig zur Realisierung der jeweils erforderlichen Druckstabilität der Vorrichtung vermindert (je nach Käfigausbildung) die Hochfrequenzverluste nur minimal, so dass im Vergleich zu bekannten Bestrahlungsvorrichtungen ein hoher Wirkungsgrad gegeben ist.

15

Mit der Befestigung (Herstellung der form- und kraftschlüssigen Verbindung zum Hochfrequenzraum bzw. dessen Deckel) wird gleichzeitig eine Halterung für den Reaktor vorzugsweise durch Klemmung lagefixiert. Auf diese Weise kann die Vorrichtung durch geeignete Auswahl der stabförmigen Elemente, insbesondere in Hinsicht auf Anzahl, Form, Abmessung und Material, mit geringstem wirtschaftlichen und bedienungstechnischen Aufwand für einen universellen Einsatz den unterschiedlichsten Anwendungsaufgaben (je nach geforderter Druckfestigkeit und Stabilitätsanforderung, Bestrahlungsbehandlung, käfigbedingter Strahlungsverluste u. a.) angepasst und in kürzester Zeit ein- bzw. umgerüstet werden.

20

25

Sehr vorteilhaft ist die Möglichkeit, diesen Käfig durch seine wählbare konstruktive Ausführung als Bestandteil eines modularen Systems zu realisieren, dessen Einzelkomponenten, wie beispielsweise auch Reaktorgestaltung (Wahl von Reaktorform, Reaktorgröße und Funktionsprinzip) sowie Deckelbefestigung (Verschluss des Hochfrequenzraumes), für die gewünschte Anwendung ausgewählt, montiert sowie mit Minimalaufwand verändert werden können.

30

In den Unteransprüchen sind diesbezügliche vorteilhafte Ausgestaltungsmerkmale zur Erfindung ausgeführt. So ist es unter einfachster Handhabung insbesondere möglich, den Reaktor von oben in den Hochfrequenzraum einzuführen und mit dieser Einbringung durch Befestigung des Deckels gleichzeitig den besagten druckstabilen Käfig um den Reaktor
5 herum sowie über diesen mittels Klemmung und untere Aufnahmeklammerung auch den Reaktor selbstzentrierend und fluchtend in seiner Lage zu fixieren und zu stabilisieren. Darüber hinaus wird mit Deckelverschluss auch der Hochfrequenzraum strahlungssicher abgedichtet. Dieser einfachste Handhabungsaufwand ist ebenfalls zur Demontage und Umrüstung (beispielsweise als Durchflussvorrichtung oder zur Realisierung einer
10 zusätzlicher Reaktionsbehandlung des Reaktorgutes, wie Gaseinleitung, Belüftung o. ä.) gegeben.

Zu diesem Zweck ist es auch vorteilhaft, wenn für den Reaktor als Bestandteil des besagten modularen Systems ein von diesem trennbarer oberer (vorzugsweise mit dem Deckel des Hochfrequenzraumes fest verbundener) Reaktorverschluss sowie ein
15 austauschbarer unterer Reaktorverschluss vorgesehen sind. Für eine anwendungsspezifische Montage der Vorrichtung bzw. im Fall einer erforderlichen Umrüstung können auf diese Weise ein vorzugsweise modular vorgesehener Deckel mit für den gewählten Reaktor passfähigem oberem Reaktorverschluss sowie ein entsprechender und die erfindungsgemäße Aufnahme und Lagefixierung des Reaktors mit bewirkender unterer
20 Reaktorverschluss, zum Einsatz kommen.

Die Erfindung ist für Batchreaktor- und Durchflussreaktorprozesse anwendbar, wobei diese sowohl als Einzelreaktor- oder als Mehrfachreaktorsysteme mit multiplen Reaktionskammern realisiert sein können.

25 Die Erfindung soll nachstehend anhand eines von der Zeichnung dargestellten Ausführungsbeispielen näher erläutert werden.

Es zeigen:

- Fig. 1: Schnittdarstellung einer montierten Vorrichtung mit Aufbau und Befestigung des drucksicheren Käfigs um den im Hochfrequenzraum befindlichen Reaktor
30 Fig. 2: Schnittdarstellung der Vorrichtung gemäß Fig.1 zum Einführen und Entnehmen des Reaktors in bzw. aus dem Hochfrequenzraum
Fig. 3: Schnittdarstellung einer Vorrichtung mit Konfiguration für Durchflussreaktionen

Fig. 4: kranzförmige Halterung zur unteren Lagefixierung des Reaktors (Draufsicht)

Fig. 1 zeigt den Prinzipaufbau der erfindungsgemäßen Vorrichtung, bei der ein Reaktor 1 in einem Hochfrequenzraum 2 montiert und durch einen Deckel 3 mittels Schraub-
5 verbindung an einer oberen Wandung 4 des Hochfrequenzraumes 2 befestigt ist. Um den Reaktor 1 herum sind stabförmige Elemente 5 angeordnet, die einzeln jeweils über einen am oberen Ende des stabförmigen Elementes 5 angebrachten Befestigungsadapter 6 ebenfalls an der oberen Wandung 4 befestigt werden können. Zu diesem Zweck besitzt jeder Befestigungsadapter 6 eine obere stirnseitige Gewindebohrung 7, mit welcher der
10 Befestigungsadapter 6 an Bohrungen 8 der oberen Wandung 4 angeschraubt und wieder gelöst werden kann. Im einfachsten Fall könnte jedes stabförmige Element 5 auch unmittelbar und ohne zusätzlichen Befestigungsadapter 6, beispielsweise durch eine nicht in der Zeichnung dargestellte Gewindebohrung in seiner oberen Stirnseite, an die obere Wandung 4 angeschraubt werden.

15 Die Bohrungen 8 sind kreisförmig um eine Öffnung 9 (vgl. Fig. 2) in der oberen Wandung 4 angeordnet, durch welche der Reaktor 1 zur Strahlungsbehandlung in den Hochfrequenzraum 2 eingeführt und anschließend aus diesem entfernt werden kann. Bei ihrer form- und kraftschlüssigen Befestigung an der oberen Wandung 4 bilden die stabförmige Elemente 5 einen druckstabilen Käfig um den Reaktor 1, der die Hoch-
20 frequenzstrahlung zur Strahlungsbehandlung des Reaktors 1 im Vergleich zu einem bekannten drucksicheren Schutzmantel lediglich minimal beeinträchtigt (in Fig. 1 sind Mikrowellen MW durch Wellenlinien symbolisiert dargestellt). Hieraus resultiert auch vergleichsweise ein relativ hoher elektrischer Wirkungsgrad der Vorrichtung. Die stabförmigen Elemente können einzeln befestigt werden, so dass der druckstabile Käfig um
25 den Reaktor 1 je nach Verwendungszweck und Anforderung aufgebaut und umgerüstet werden kann. Die Realisierung dieses Käfigs kann deshalb sowohl hinsichtlich der zum Einsatz kommenden stabförmigen Elemente 5 an sich (insbesondere Form, Abmessung und Material) als auch durch die Wahl der Elementanzahl bestimmt und jederzeit verändert werden. Als Material für die stabförmigen Elemente 5 kommen je nach
30 deren Abstand und Dimension Kunststoffe, keramische Werkstoffe und Metall in Frage, um hohe Temperaturen, Druck und Hochfrequenzbelastung gerecht zu werden.

Mittels eines Ringflansches 10 zwischen der oberen Wandung 4 und den Befestigungsadaptern 6 kann die form- und kraftschlüssige Befestigung der stabförmigen Elemente 5 gegebenenfalls verstärkt werden.

Im unteren Bereich weist jedes stabförmige Element 5 eine Führung 11 zur Aufnahme einer kranzförmigen Halterung 12 für den Reaktor 1 bzw. für einen unteren Reaktorverschluss 13 auf. Diese Führungen 11 können beispielsweise aus nicht bis zum unteren Ende der stabförmigen Elemente 5 reichenden Materialverjüngungen bestehen, in welche vorzugsweise u-förmig am Rand der kranzförmigen Halterung 12 ausgebildete Nuten 14 (vgl. Fig. 4) eingreifen, sind aber in ihrer Ausführung nicht darauf beschränkt.

Der große Vorteil dieses speziellen konstruktiven Aufbaus ist, dass zur Montage der Vorrichtung die kranzförmige Halterung 12 mit ihren Nuten 14 lediglich in die Führungen 11 der stabförmigen Elemente 5 einzubringen ist und bei Herstellung der kraft- und formschlüssigen Befestigung der stabförmigen Elemente 5 durch eine zentrierende und fluchtende Selbstklemmung in ihrer Lage druckstabil arretiert wird. Auf diese Weise brauchen lediglich die stabförmigen Elemente 5 mit ihrem oberen Ende an den Bohrungen 8 der oberen Wandung 4 befestigt zu werden, wobei sich selbsttätig die kranzförmige Halterung 12 im unteren Bereich der stabförmigen Elemente 5 lagefixiert. Im umgekehrten Fall wird die kranzförmige Halterung 12 gleichzeitig mit Lösen der stabförmigen Elemente 5 aus ihrer lagestabilen Halterungsposition gelöst. Die Befestigung der stabförmigen Elemente 5 ist in Fig. 1 durch Verschraubung dargestellt. Hier wären vom Grundsatz auch andere und nicht in der Zeichnung abgebildete Verbindungen, wie Klemmungen, bajonettartige Verschlüsse etc. realisierbar, die eine lösbare druckstabile form- und kraftschlüssige Halterung der stabförmigen Elemente 5 ermöglichen.

Die Reaktoreinheit, bestehend aus dem Reaktor 1, dem unteren Reaktorverschluss 13, einem oberen Reaktorverschluss 15, sowie aus dem Deckel 3, kann von oben durch die Öffnung 9 in den Hochfrequenzraum 2 eingeführt werden (siehe Fig. 2).

Der Deckel 3 besitzt mit den Bohrungen 8 in der oberen Wandung 4 lagekorrespondierende Verschraubungen 16, durch welche mit ein und derselben Handhabung sowohl der Deckel 3 zur strahlungssicheren Abschirmung des Hochfrequenzraumes 2 selbst als auch der druckstabile Käfig aus den stabförmigen Elementen 5 befestigt und montiert wird. Gleichzeitig arretiert sich, wie vorbeschrieben, mit dieser Befestigung die kranzförmige Halterung 12, welche den unteren Reaktorverschluss 13 zur Lagefixierung des Reaktors 1 aufnimmt. Die stabförmigen Elemente 5, welche mit dem Deckel 3 durch

Verschraubung an der oberen Wandung 4 des Hochfrequenzraumes 2 über den Ringflansch 10 verbunden sind, sichern den Verschluss des Hochfrequenzraumes 2 als dichter Faraday-Käfig, verhindern bei einer Druckausbildung im Hochfrequenzraum 2 ein Öffnen des Deckels 3 durch Anheben und ermöglichen somit, auch Reaktionen bei erhöhtem Druck (z. B. bis 400 bar) in Abhängigkeit von Material und Größe des Hochfrequenzraumes 2 durchzuführen.

Die beschriebenen Einzelelemente der Reaktoreinheit und des den Reaktor 1 umgebenden druckstabilen Käfigs sowie der Deckels 3 für den Hochfrequenzraum 2 können zweckmäßig als Bestandteile eines modularen Systems bereitgestellt werden.

Um unterschiedliche Reaktoranwendungen zu ermöglichen, müssen lediglich geringe Anpassungen an dem Reaktor 1 sowie am unteren und oberen Reaktorverschluss 13, 15 vorgenommen werden. Auch der druckstabile Käfig kann durch Auswahl geeigneter stabförmiger Elemente 5 unter Beibehaltung des Befestigungsprinzips verändert und an die jeweiligen Prozess- und Reaktionsbedingungen angepasst werden.

Zur lagestabilen Aufnahme des unteren Reaktorverschlusses 13 in der Halterung 12 besitzt dieser als Führungselement unten einen Zylinderflansch 17, der bei Montage der Vorrichtung in eine Zylindernut 18 der Halterung 12 eingreift. Die Ausbildung dieser Führungselemente zwischen der Halterung 12 und dem unteren Reaktorverschluss 13 ist jedoch nicht auf die dargestellten Merkmale beschränkt. Hier wären auch andere Führungselemente, wie Zapfen, Bohrungen und konische Aufnahmeelemente etc., einsetzbar.

Ferner kann die Montage der stabförmigen Elemente 5, insbesondere zum Zweck einer schnellen und aufwandgeringen Einrüstung oder Konfigurationsänderung der Vorrichtung, zusätzlich durch Anschlagenelemente, beispielsweise einen Ringflansch 19 erleichtert werden, wobei dieser gleichzeitig als Führungselement für den Deckel 3 und den oberen Reaktorverschluss 15 ausgebildet sein kann und letztlich noch zur Befestigungsstabilität beiträgt.

In Fig. 3 ist eine Ausgestaltung der Vorrichtung als Durchflussreaktor dargestellt. Zu diesem Zweck sind hier der untere Reaktorverschluss 13 durch einen Reaktorverschluss 13a, in welchen ein Zuführungsrohr 23 mit Ventil mündet, und der obere Reaktorverschluss 15 durch einen Reaktorverschluss 15a substituiert. Mit einem solchen aufwandgeringen Austausch ist unter Beibehaltung der durch die stabförmigen Elemente 5 bewirkten druckstabilen Käfigfunktion eine schnelle und unkomplizierte Umrüstung

zwischen Batch- und Durchflussreaktor möglich. In diesen Fällen ist es zweckmäßig, wenn, wie in Fig. 1-3 gezeigt, der obere Reaktorverschluss 15, 15a fest mit dem Deckel 3 verbunden ist und als gemeinsame konstruktive Baueinheit des modularen Systems zur Montage und Umrüstung bereitgestellt wird. Die gesamte Reaktoreinheit, bestehend aus
5 dem rohrförmigen Reaktor 1, aus dem Deckel 3 mit oberem Reaktorverschluss 15 sowie aus dem unteren Reaktorverschluss 13 wird dann, wie bereits beschrieben und in Fig. 2 dargestellt, mit wenigen Handgriffen in den Hochfrequenzraum 2 eingeführt und kann zur Demontage oder Umrüstung leicht wieder aus diesem herausgenommen werden. Im ausgebauten Zustand kann der mit Entnahme der Reaktoreinheit ebenfalls entarretierte und
10 von der oberen Wandung 4 gelöste druckstabile Käfig demontiert oder gleichermaßen umgerüstet werden. Bei (Wieder-) Einführung der Reaktoreinheit wird die gesamte Vorrichtung (Reaktoreinheit und Käfig) lediglich durch die Verschraubungen 16 befestigt, zentrierend und fluchtend lagestabilisiert sowie strahlungssicher abgedichtet.

Für unterschiedliche Einsatzzwecke ist es möglich, über den Deckel 3 und den oberen
15 Reaktorverschluss 15 zusätzliche Mittel zur Durchführung der eingangs beschriebenen Reaktionen und Prozesse, wie eine oder mehrere Temperaturmesssonden 20, ein Gas-einleitungssystem 21, sowie aus Übersichtsgründen nicht in der Zeichnung dargestellte Infrarotsonden, Kühlvorrichtungen, mechanische Rührer und Probenentnahmemittel in den Reaktor 1 einzubringen und beliebig auszutauschen. Auch die wahlweise Ankopplung
20 weiterer Geräte über entsprechende Bohrungen im Deckel 3 sowie im oberen Reaktorverschluss 15 ist möglich und variierbar; beispielsweise können eine oder mehrere Druckmesssonden 22 und/oder ebenfalls aus Übersichtsgründen nicht dargestellte Gaszu- und -ableitungen sowie als Sicherheitseinrichtungen beispielhaft genannte Überdruck-ventile oder Berstscheiben, angebracht bzw. angeschlossen werden. Damit ist der
25 Reaktor 1 durch Auswahl der geeigneten modularen Reaktorteile (Deckel 3 mit dem oberen Reaktorverschluss 15) universell verwendbar und kann in seinem Aufbau jeweils sehr anwendungsspezifisch zusammengesetzt bzw. umgerüstet werden. Hier stellen rohrförmige Reaktoren 1 als Reaktionsgefäße eine kostengünstige und extrem flexible Konstruktionslösung dar, welche auch den Einsatz verschiedenartiger Materialien, wie
30 Glas, Quartz, Keramik und Kunststoff, ermöglicht. Diese Werkstoffe sind in zahlreichen Größen und Ausführungen kostengünstig verfügbar.

Die Erfindung ist nicht auf Einzelreaktorausführungen beschränkt, sondern kann gleichermaßen in Mehrfachreaktorsystemen, beispielsweise Reaktoreinsätze mit multiplen

Reaktionskammern, realisiert sein. Des weiteren ist die Befestigungsart des Deckels 3 und der stabförmigen Elemente 5 nicht auf die in der Zeichnung dargestellte Verschraubung festgelegt.

Aufstellung der verwendeten Bezugszeichen

| | | | |
|----|---------|---|--------------------------------------|
| | 1 | - | Reaktor |
| | 2 | - | Hochfrequenzraum |
| 5 | 3 | - | Deckel |
| | 4 | - | obere Wandung des Hochfrequenzraumes |
| | 5 | - | stabförmiges Element |
| | 6 | - | Befestigungsadapter |
| | 7 | - | Gewindebohrung |
| 10 | 8 | - | Bohrung |
| | 9 | - | Öffnung |
| | 10, 19 | - | Ringflansch |
| | 11 | - | Führung |
| | 12 | - | kranzförmige Halterung |
| 15 | 13, 13a | - | unterer Reaktorverschluss |
| | 14 | - | Nut |
| | 15, 15a | - | oberer Reaktorverschluss |
| | 16 | - | Verschraubung |
| | 17 | - | Zylinderflansch |
| 20 | 18 | - | Zylindernut |
| | 20 | - | Temperaturmesssonde |
| | 21 | - | Gaseinleitungssystem |
| | 22 | - | Druckmesssonde |
| | 23 | - | Zuführungsrohr mit Ventil |
| 25 | MW | - | Mikrowellen |

Patentansprüche

1. Vorrichtung zur Durchführung chemischer Reaktionen und Prozesse in Hochfrequenzfeldern, bestehend aus einem mit mindestens einer Strahlungsquelle bestrahlbaren Hochfrequenzraum, in welchem ein durch einen Deckel verschließbarer Reaktor, der über eine lösbare form- und kraftschlüssige Verbindung, wie Verschraubung, Klemmung, Bajonettkopplung etc., auf, an oder in der oberen Wandung des Hochfrequenzraumes befestigt ist und der eine zu untersuchende bzw. zu behandelnde feste, fluide und/oder gasförmige Substanz oder Substanzgemische enthält, in einer vorzugsweise druckstabilen Umgebung der Einwirkung des Hochfrequenzfeldes ausgesetzt wird, dadurch gekennzeichnet, dass um den Reaktor (1) einen druckstabilen Käfig bildende stabförmige Elemente (5) vorgesehen sind, die zu ihrer Befestigung jeweils einzeln über Befestigungselemente (6) mit der Wandung des Hochfrequenzraumes (2) form- und kraftschlüssig verbunden werden können und die jeweils eine Führung (11) zur Aufnahme einer kranzförmigen Halterung (12) für den Reaktor (1) bzw. einen Reaktorverschluss (13,13a) aufweisen, wobei die Halterung (12) bei Herstellung der form- und kraftschlüssigen Befestigung der stabförmigen Elemente (5) lagefixiert wird.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die stabförmigen Elemente (5) zylindrisch sind und als Führung jeweils eine nicht bis an das Ende des stabförmigen Elementes (5) reichende Durchmessererjüngung aufweisen und dass die Halterung (12) vorzugsweise u-förmig ausgebildete und mit den Führungen der stabförmigen Elemente (14) lagekorrespondierende Nuten besitzt.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Befestigungselemente jeweils aus einem Befestigungsadapter (6) mit einer stirnseitigen Gewindebohrung (7) bestehen, durch welche die stabförmigen Elemente (5) mittels Schraubverbindung (16) an Bohrungen (8) in der oberen Wandung (4), gegebenenfalls über einen Ringflansch (10), und dem Deckel (3) des Hochfrequenzraumes (2) befestigt sowie gelöst werden können.
4. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Befestigungselemente jeweils aus einer unmittelbar im stabförmigen Element (5) vorgesehenen stirnseitigen Gewindebohrung bestehen, durch welche die stabförmigen Elemente (5) mittels Schraub-

verbindung (16) an Bohrungen (8) in der oberen Wandung (4), gegebenenfalls über einen Ringflansch (10), und dem Deckel (3) des Hochfrequenzraumes (2) befestigt sowie gelöst werden können.

- 5 5. Vorrichtung nach Ansprüchen 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Deckel (3) des Reaktors (1) mit den Bohrungen (8) der oberen Wandung (4) des Hochfrequenzraumes (2) sowie mit den Gewindebohrungen der stabförmigen Elemente (5) oder deren Befestigungsadapter (6) lagekorrespondierende Verschraubungen (16) aufweist, wobei mit Schraubbefestigung des Deckels (3) auf der oberen Wandung (4) des Hochfrequenzraumes (2), gegebenenfalls verstärkt durch mindestens einen Ringflansch (10,19),
10 gleichzeitig die stabförmigen Elemente (5) befestigt, zur Klemmung der kranzförmigen Halterung (12) lagefixiert werden und der Hochfrequenzraum (2) mikrowellendicht verschlossen wird.
- 15 6. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Reaktor (1) einen vorzugsweise mit dem Deckel (3) verbundenen und gemeinsam mit diesem vom Reaktor (1) trennbaren oberen Reaktorverschluss (15,15a) aufweist.
- 20 7. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Reaktor (1) einen vorzugsweise vom Reaktor (1) trennbaren und zur Aufnahme in der Halterung (12) vorgesehenen unteren Reaktorverschluss (13,13a) aufweist.
- 25 8. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Halterung (12) und/oder der untere Reaktorverschluss (13,13a) zum Zweck einer Lagefixierung des Reaktors (1) Führungselemente, beispielsweise eine Zylindernut (18) und einen in diese eingreifenden Zylinderflansch (17) aufweisen.
- 30 9. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass Anschlagenelemente, beispielsweise ein Ringflansch (19) vorgesehen sind, welche die form- und kraftschlüssige Befestigung der stabförmigen Elemente (2) an der oberen Wandung (4) des Hochfrequenzraumes (7), insbesondere zum Zweck einer schnellen und aufwandgeringen Montage oder Konfigurationsänderung der Vorrichtung, erleichtern.

10. Vorrichtung nach Ansprüchen 6 und 9, dadurch gekennzeichnet, dass der Ringflansch (19) gleichzeitig als Führungselement für den Deckel (3) und den oberen Reaktorverschluss (15,15a) ausgebildet ist.
- 5 11. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass diese als Einzelreaktor-system aufgebaut ist.
12. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass diese als Mehrfach-reaktorsystem, beispielsweise zur Aufnahme von Einsätzen mit multiplen Reaktions-
10 kammern vorgesehen ist.
13. Vorrichtung nach Ansprüchen 1 bzw. 12, dadurch gekennzeichnet, dass der Reaktor bzw. die multiplen Reaktionskammern als Batchreaktorsystem ausgebildet sind.
- 15 14. Vorrichtung nach Ansprüchen 1 bzw. 12, dadurch gekennzeichnet, dass der Reaktor bzw. die multiplen Reaktionskammern als Durchflussreaktorsystem ausgebildet sind.

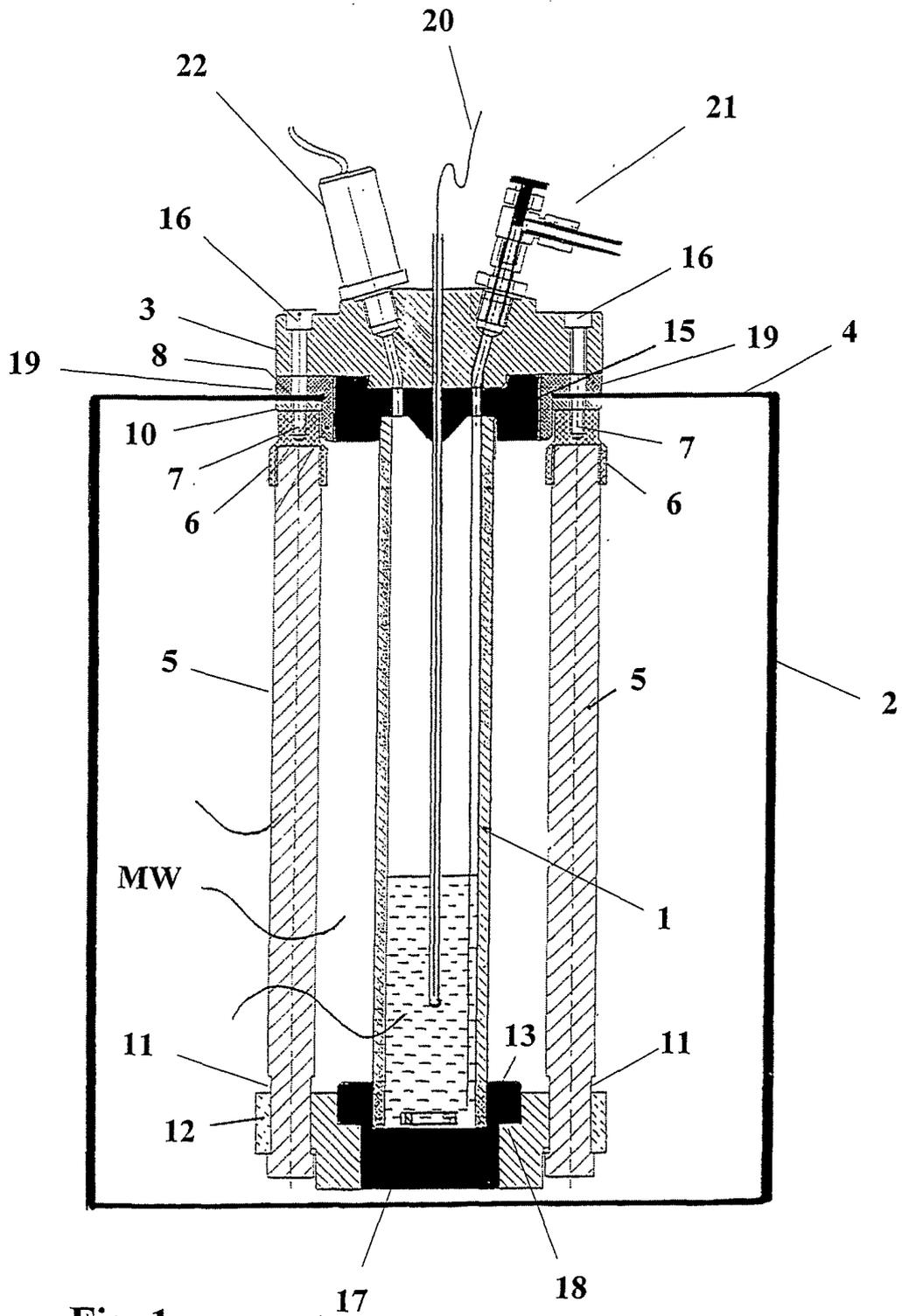


Fig. 1

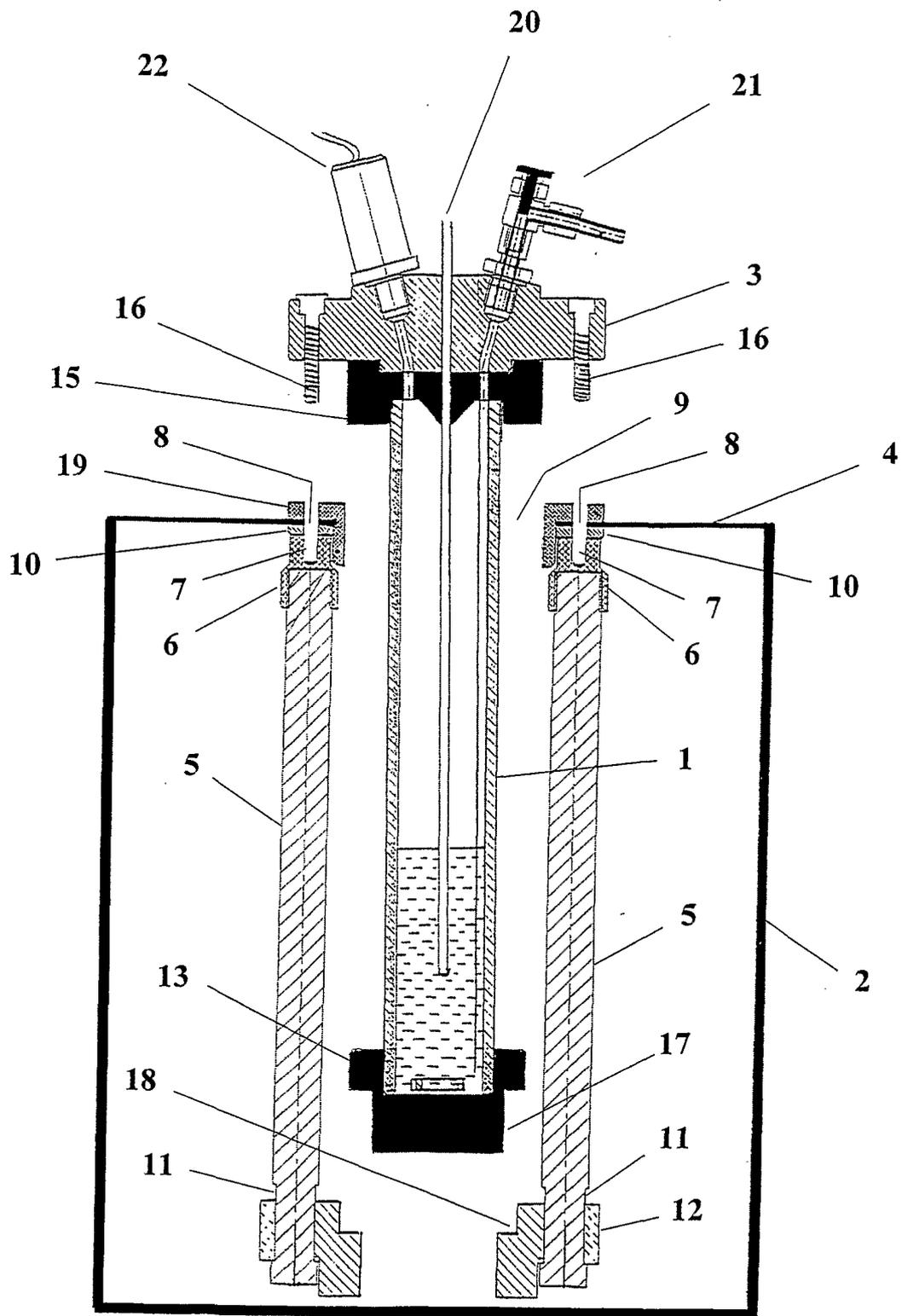
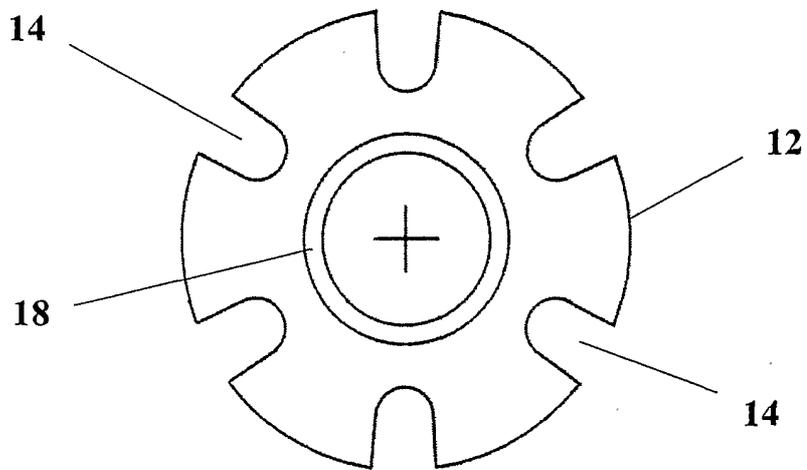
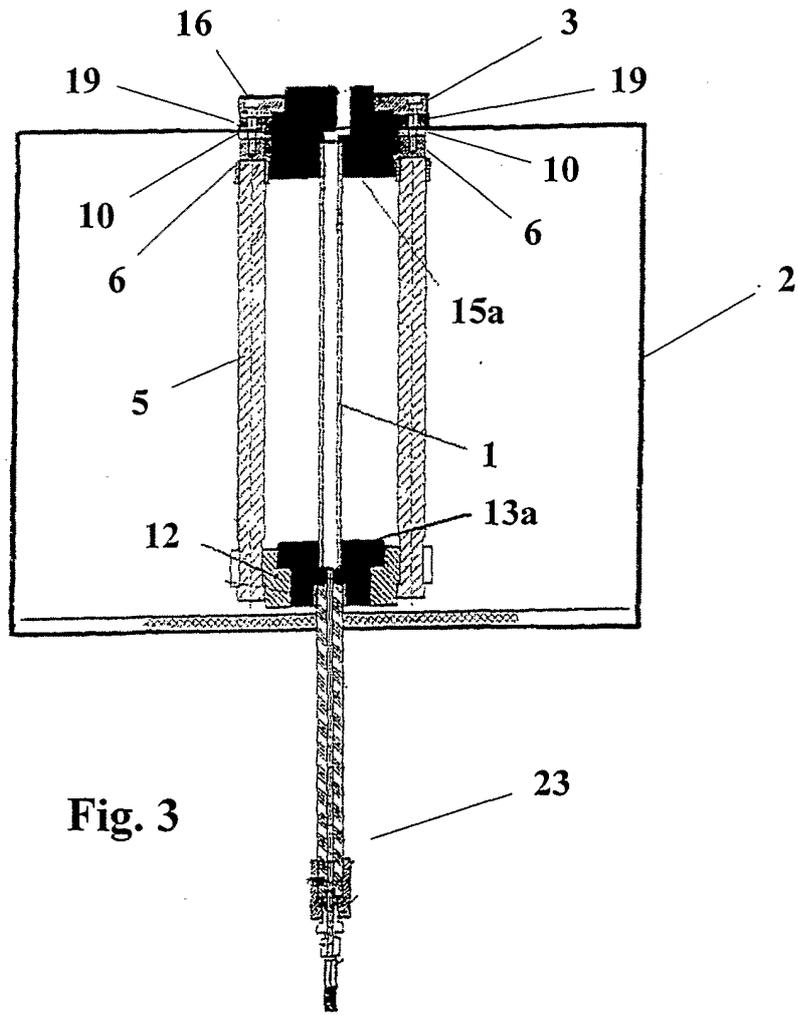


Fig. 2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 01/03482

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 IPC 7 B01J19/12 H05B6/64

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)

IPC 7 B01J H05B

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, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category ° | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|------------|---|-----------------------|
| X | EP 0 916 398 A (MIKROWELLEN SYSTEME MWS GMBH) 19 May 1999 (1999-05-19) column 6, line 29 -column 7, line 13 column 7, line 36 -column 8, line 14 figures 1,2 | 1-14 |
| X | DE 197 00 499 A (MIKROWELLEN SYSTEME MWS GMBH) 25 June 1998 (1998-06-25) cited in the application column 7, line 35 -column 8, line 13 figure 2 | 1-14 |
| | --- -/-- | |

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in 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

27 July 2001

Date of mailing of the international search report

06/08/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Vlassis, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 01/03482

| C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | |
|--|--|-----------------------|
| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
| X | WO 99 54034 A (THOMAS JAMES EDWARD ;CEM CORP (US); BARRETT MATTHEW DONALD (US); H) 28 October 1999 (1999-10-28) page 4, line 15 - line 31 page 5, line 28 -page 6, line 22 page 7, line 22 -page 8, line 4 figures 1-5 | 1-14 |
| A | EP 0 628 344 A (CEM CORP) 14 December 1994 (1994-12-14) claims 1-13; figure 3 | 1 |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 01/03482

| Patent document cited in search report | | Publication date | Patent family member(s) | Publication date |
|--|---|------------------|-------------------------|------------------|
| EP 0916398 | A | 19-05-1999 | DE 19748520 A | 06-05-1999 |
| DE 19700499 | A | 25-06-1998 | NONE | |
| WO 9954034 | A | 28-10-1999 | AU 3658699 A | 08-11-1999 |
| | | | EP 1079923 A | 07-03-2001 |
| | | | US 6136276 A | 24-10-2000 |
| EP 0628344 | A | 14-12-1994 | US 5427741 A | 27-06-1995 |
| | | | CA 2123365 A | 20-11-1994 |
| | | | DE 69415216 D | 28-01-1999 |
| | | | DE 69415216 T | 08-07-1999 |
| | | | US 5520886 A | 28-05-1996 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP 01/03482

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
 IPK 7 B01J19/12 H05B6/64

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchiertes Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
 IPK 7 B01J H05B

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, WPI Data, PAJ

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
|------------|--|--------------------|
| X | EP 0 916 398 A (MIKROWELLEN SYSTEME MWS GMBH) 19. Mai 1999 (1999-05-19) Spalte 6, Zeile 29 -Spalte 7, Zeile 13 Spalte 7, Zeile 36 -Spalte 8, Zeile 14 Abbildungen 1,2 | 1-14 |
| X | DE 197 00 499 A (MIKROWELLEN SYSTEME MWS GMBH) 25. Juni 1998 (1998-06-25) in der Anmeldung erwähnt Spalte 7, Zeile 35 -Spalte 8, Zeile 13 Abbildung 2 | 1-14 |

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

- *A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- *E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- *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)
- *O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- *P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist
- *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
- *X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- *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
- *Z* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

| | |
|---|--|
| Datum des Abschlusses der internationalen Recherche 27. Juli 2001 | Absendedatum des internationalen Recherchenberichts 06/08/2001 |
|---|--|

| | |
|---|--|
| Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016 | Bevollmächtigter Bediensteter Vlassis, M |
|---|--|

| C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN | | |
|--|---|--------------------|
| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
| X | WO 99 54034 A (THOMAS JAMES EDWARD ;CEM CORP (US); BARRETT MATTHEW DONALD (US); H) 28. Oktober 1999 (1999-10-28) Seite 4, Zeile 15 - Zeile 31 Seite 5, Zeile 28 -Seite 6, Zeile 22 Seite 7, Zeile 22 -Seite 8, Zeile 4 Abbildungen 1-5 --- | 1-14 |
| A | EP 0 628 344 A (CEM CORP) 14. Dezember 1994 (1994-12-14) Ansprüche 1-13; Abbildung 3 ----- | 1 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

ationales Aktenzeichen

PCT/EP 01/03482

| Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument | Datum der Veröffentlichung | Mitglied(er) der Patentfamilie | Datum der Veröffentlichung |
|--|-------------------------------|--|--|
| EP 0916398 A | 19-05-1999 | DE 19748520 A | 06-05-1999 |
| DE 19700499 A | 25-06-1998 | KEINE | |
| WO 9954034 A | 28-10-1999 | AU 3658699 A EP 1079923 A US 6136276 A | 08-11-1999 07-03-2001 24-10-2000 |
| EP 0628344 A | 14-12-1994 | US 5427741 A CA 2123365 A DE 69415216 D DE 69415216 T US 5520886 A | 27-06-1995 20-11-1994 28-01-1999 08-07-1999 28-05-1996 |