

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.  
B01L 3/00 (2006.01)



## [12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200910067478.5

[43] 公开日 2010年2月10日

[11] 公开号 CN 101642723A

[22] 申请日 2009.9.2

[21] 申请号 200910067478.5

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市人民大街 5625 号

[72] 发明人 杨小牛 鲁广昊 唐浩为 李俊

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公  
司

代理人 马守忠

权利要求书 1 页 说明书 5 页 附图 2 页

### [54] 发明名称

温度可控溶剂蒸气压梯度仪

### [57] 摘要

本发明提供的温度可控溶剂蒸气压梯度仪由溶剂扩散管(1)，控温筒(2)，溶剂扩散管控温腔(3)，溶剂扩散管控温腔入口管(4)，溶剂扩散管控温腔出口管(5)，罩(6)，内筒(7)，外筒(8)，罩控温腔(9)，罩控温腔入口管(10)，罩控温腔出口管(11)，支架(12)，软管(13)，样品放置孔(14)和磨口塞(15)构成。溶剂蒸气压梯度是通过溶剂蒸气沿溶剂扩散管扩散获得，平衡时溶剂扩散管内不同的位置对应于不同的溶剂蒸气压。溶剂扩散管和罩的温度分别由控温液控制。该溶剂蒸气压梯度仪可用作材料相变分析及参数测定，材料加工条件优化实验，凝聚态-气态的可控反应和表面化学反应和表面吸附等。

1、温度可控溶剂蒸气压梯度仪，其特征在于，其构成包括：竖直放置的圆形溶剂扩散管(1)置于圆形的控温筒(2)的内部，两者中心对正；该扩散管(1)的下部与控温筒(2)的下部有空隙，圆环状的上表面把溶剂扩散管(1)的上边缘和控温筒(2)的上边缘密闭封接起来形成圆环柱状的溶剂扩散管控温腔(3)；所述的溶剂扩散管(1)的下部与控温筒(2)的下部留有的空隙与溶剂扩散管控温腔(3)相通，溶剂扩散管(1)的控温液流经溶剂扩散管控温腔(3)和溶剂扩散管(1)的下部与控温筒(2)的下部形成的空隙，用于控制溶剂扩散管(1)内的温度；溶剂扩散管控温腔(3)内的控温液是通过焊接于控温筒(2)的下部的溶剂扩散管控温腔入口管(4)进入，从焊接于所述的圆环状的上表面的溶剂扩散管控温腔出口管(5)和与溶剂扩散管控温腔出口管(5)密闭连接的软管(13)流出；

圆筒形罩(6)是由圆形的内筒(7)置于圆形的外筒(8)内构成；所述的内筒(7)的上表面与外筒(8)的内表面留有空隙，该内筒(7)下边缘与外筒(8)的下边缘之间密闭封接形成一个圆环状的下表面和圆环柱状的罩控温腔(9)，所述的内筒(7)的上表面与外筒(8)的内表面留有的空隙与罩控温腔(9)相通，罩(6)的控温液流经罩控温腔(9)和所述的内筒(7)的上表面与外筒(8)的内表面留有的空隙，用于控制圆筒形罩(6)的温度；罩控温腔(9)内的控温液是通过焊接于外筒(8)的下部的罩控温腔入口管(10)进入，从焊接于外筒(8)的上表面的罩控温腔出口管(11)流出；

所述的罩(6)通过内筒(7)置于溶剂扩散管(1)的上方且两者的圆心对正；支架(12)为两个长方体状物，相对置于罩(6)的内筒(7)的下部，并且与罩(6)的内筒(7)和溶剂扩散管(1)的控温筒(2)紧密接触，以使罩(6)和控温筒(2)保持相对位置和固定；罩(6)的内筒(7)与控温筒(2)之间的圆环柱状的空间是和外界空气连通的，与溶剂扩散管控温腔出口管(5)密闭连接的软管(13)从与外界空气连通的圆环柱状的空间引出。

在所述的罩(6)的内筒(7)上表面和外筒(8)上表面的中心处有一个贯通内筒(7)和外筒(8)的圆台状的产品放置孔(14)，该产品放置孔(14)侧表面分别与内筒(7)和外筒(8)的圆形表面密闭封接；该产品放置孔(14)用与其相应形状的磨口玻璃塞(15)密闭塞紧；打开该磨口玻璃塞(15)，通过产品放置孔(14)可以把样品放入溶剂扩散管(1)内部或取出。

## 温度可控溶剂蒸气压梯度仪

### 技术领域

本发明涉及一种温度可控溶剂蒸气压梯度仪。

### 背景技术

在科学实验中常常要用到一定大小的溶剂蒸气压，并且有时需要连续可调的溶剂蒸气压。目前常规的做法是将饱和溶剂蒸气和空气或者惰性气体混合，通过其混合比例来实现溶剂蒸气压的调控。这种方法的缺点是：溶剂损耗大且对空气污染严重；混合比例很难控制长时间稳定；体系的温度控制较难实现。（参考文献 [1] Kruger, K. M.; Sadowski, G. *Macromolecules* 2005, 38, 8408 [2] Cavicchi, K. A.; Russell, T. P. *Macromolecules* 2007, 40, 1181）

### 发明内容

为了解决溶剂蒸气压梯度的技术问题，本发明目的是提供一种温度可控溶剂蒸气压梯度仪。

如图1所示，溶剂蒸气压梯度仪的构成包括：竖直放置的圆形溶剂扩散管1置于圆形的控温筒2的内部，两者中心对正；该扩散管1的下部与控温筒2的下部有空隙，圆环状的上表面把溶剂扩散管1的上边缘和控温筒2的上边缘密闭封接起来形成圆环柱状的溶剂扩散管控温腔3；所述的溶剂扩散管1的下部与控温筒2的下部留有的空隙与溶剂扩散管控温腔3相通，溶剂扩散管1的控温液流经溶剂扩散管控温腔3和溶剂扩散管1的下部与控温筒2的下部形成的空隙，用于控制溶剂扩散管1内的温度；溶剂扩散管控温腔3内的控温液是通过焊接于控温筒2的下部的溶剂扩散管控温腔入口管4进入，从焊接于所述的圆环状的上表面的溶剂扩散管控温腔出口管5和与溶剂扩散管控温腔出口管5密闭连接的软管13流出；

圆形罩6是由圆形的内筒7置于圆形的筒8内构成；所述的内筒7的上表面与筒8的内表面留有空隙，该内筒7下边缘与筒8的下边缘之间密闭封接形成一个圆环状的下表面和圆环柱状的罩控温腔9，所述的内筒7的上表面与筒8的内表面留有的空隙与罩控温腔9相通，罩6的控温液流经罩控温腔9和所述的内筒7的上表面与筒8的内表面留有的空隙，用于控制圆筒形罩6的温度；罩控温腔9内的控温液

是通过焊接于外筒8的下部的罩控温腔入口管10进入，从焊接于外筒8的上表面的罩控温腔出口管11流出；

所述的罩6通过内筒7置于溶剂扩散管1的上方且两者的圆心对正；支架12为两个长方体状物，相对置于罩6的内筒7的下部，并且与的内筒7和溶剂扩散管1的控温筒2紧密接触，以使罩6和控温筒2保持相对位置和固定；罩6的内筒7与控温筒2之间的圆环柱状的空间是和外界空气连通的，与溶剂扩散管控温腔出口管5密闭连接的软管13从与外界空气连通的圆环柱状的空间引出；

在所述的罩6的内筒7上表面和外筒8上表面的中心处有一个贯通内筒7和外筒8的圆台状样品放置孔14，该样品放置孔14侧表面分别与内筒7和外筒8的圆形表面密闭封接；该样品放置孔14用与其相应形状的磨口玻璃塞15密闭塞紧；打开该磨口玻璃塞15，通过样品放置孔14可以把样品放入溶剂扩散管1内部或取出。

溶剂扩散管1用于盛装蒸气密度大于空气密度的溶剂，溶剂扩散管1沿其高度方向呈蒸气压梯度分布。

所述的罩2的工作温度等于溶剂扩散管1的工作温度。

溶剂扩散管控温腔出口管5的连接管13是塑料管，所述的温度可控溶剂蒸气压梯度仪的其余部分均由玻璃材质构成。

以下介绍所述的温度可控溶剂蒸气压梯度仪的工作原理：

温度可控溶剂蒸气压梯度仪工作时，溶剂扩散管1内盛有溶剂，溶剂不断挥发而且溶剂蒸气不断向上扩散。一段时间后，在溶剂扩散管1内溶剂液面上方可建立以扩散为基础的溶剂蒸气压梯度。因为绝大多数溶剂蒸气密度大于空气密度，由此可确保溶剂蒸气在溶剂扩散管1内是通过扩散而不是对流作用在溶剂扩散管1内形成溶剂蒸气压梯度，所以，此装置适合绝大多数溶剂。罩6的内筒7和溶剂扩散管1的控温筒2的上部之间有空隙，而且该空隙通过与外界空气连通的圆环柱状的空间与空气相通。因为溶剂蒸气密度大于空气密度，空隙处的溶剂蒸气会很快向下进入外界空气，从而使得溶剂扩散管1的管口16处的溶剂蒸气压接近零。扩散平衡时，溶剂扩散管1内不同的高度位置对应于不同的溶剂蒸气压大小，在溶剂扩散管1底部溶剂液面上方靠近溶剂液面的位置溶剂蒸气压应近似等于该温度下溶剂的饱和蒸气压，溶剂扩散管1的管口16处溶剂蒸气压接近于零。这样，体系平衡时溶剂扩散管1内的溶剂蒸气压自下而上逐渐减小。这样我们可以

根据溶剂扩散管1内不同的高度位置获得不同的溶剂蒸气压。打开罩顶部磨口塞15后，样品便可经样品放置孔14向下放入溶剂扩散管1内部适当的位置进行实验。实验结束后，样品经样品放置孔14取出。

溶剂扩散管的温度是通过流经溶剂扩散管1周围的控温液的温度调节的。罩6的作用是：保持溶剂扩散管1的管口16周围的气体温度和溶剂扩散管1内部气体的温度一致从而有效避免溶剂扩散管1内气体和管口16上方气体的对流作用。所以仪器工作时，罩6的温度和溶剂扩散管1的温度保持一致。罩6温度是通过流经罩控温腔9的控温液调节的。也就是说，流经溶剂扩散管控温腔3的控温液的温度和流经罩控温腔9的控温液的温度是相等的。

图2为室温下气相色谱所测溶剂扩散管内四氢呋喃溶剂蒸气压分布。横坐标是所测位置距离溶剂液面的距离。测试方法是：将50毫升四氢呋喃溶剂加入到溶剂扩散管1，平衡10小时后，用气相色谱测试溶剂扩散管1内部距离四氢呋喃液面不同高度处的溶剂蒸气压。

本发明所述的溶剂选择原则是：溶剂蒸气密度大于空气密度的溶剂。这样恒温时可确保溶剂扩散管1内溶剂蒸气压梯度是通过溶剂蒸气扩散来实现的。控温液温度的选择原则是：熔点低于0摄氏度并且沸点高于100摄氏度。

本发明的操作步骤：把溶剂放入溶剂扩散管1内底部。开启仪器后，溶剂扩散管1的控温液和罩6的控温液同时进行循环，分别对溶剂扩散管1和罩6进行温度控制。所述的罩6的控温液的温度等于溶剂扩散管1的控温液温度。平衡一段时间后，溶剂扩散管1内的溶剂蒸气压梯度即可建立。溶剂扩散管1内的溶剂蒸气温度取决于溶剂扩散管控温液温度。

**有益效果：**本发明提供的温度可控溶剂蒸气压梯度仪，利用气体扩散的方法获得稳定连续的溶剂蒸气压梯度，例如附图2是室温下溶剂扩散管内四氢呋喃溶剂蒸气压沿竖直方向分布。蒸气压范围从零到饱和蒸汽压可根据溶剂扩散管内不同的位置高度连续可调，且整个体系温度可根据要求通过调节控温液的温度在0度到100度之间自由调节。本发明提供的温度可控溶剂蒸气压梯度仪，结构简单合理，所获得的溶剂蒸气梯度稳定，温度可调，环境友好。本发明所提供的溶剂蒸气压梯度仪可用作科研院所基础研究实验器材。主要用途有：材料相变分析及参数测定；材料加工条件优化实验；凝聚态-气态的可控反应；表面化学反应和表面吸附等。

## 附图说明

图1为温度可控溶剂蒸气压梯度仪的构成示意图的主视图剖面图。图中，1-溶剂扩散管，2-控温筒，3-溶剂扩散管控温腔，4-溶剂扩散管控温腔入口管，5-溶剂扩散管控温腔出口管，6-罩，7-内筒，8-外筒，9-罩控温腔，10-罩控温腔入口管，11-罩控温腔出口管，12-支架，13-软管，14-样品放置孔，15-磨口塞。

图2为室温下气相色谱所测溶剂扩散管内四氢呋喃溶剂蒸气压分布。

## 具体实施方式

### 实施例1

如图1所示，溶剂蒸气压梯度仪的构成包括：竖直放置的圆形溶剂扩散管1置于圆形的控温筒2的内部，两者中心对正；该扩散管1的下部与控温筒2的下部有空隙，圆环状的上表面把溶剂扩散管1的上边缘和控温筒2的上边缘密闭封接起来形成圆环柱状的溶剂扩散管控温腔3；所述的溶剂扩散管1的下部与控温筒2的下部留有的空隙与溶剂扩散管控温腔3相通，溶剂扩散管1的控温液流经溶剂扩散管控温腔3和溶剂扩散管1的下部与控温筒2的下部形成的空隙，用于控制溶剂扩散管1内的温度；溶剂扩散管控温腔3内的控温液是通过焊接于控温筒2的下部的溶剂扩散管控温腔入口管4进入，从焊接于所述的圆环状的上表面的溶剂扩散管控温腔出口管5和与溶剂扩散管控温腔出口管5密闭连接的软管13流出。

圆筒形罩6是由圆形的内筒7置于圆形的筒8内构成；所述的内筒7的上表面与筒8的内表面留有空隙，该内筒7下边缘与筒8的下边缘之间密闭封接形成一个圆环状的下表面和圆环柱状的罩控温腔9，所述的内筒7的上表面与筒8的内表面留有的空隙与罩控温腔9相通，罩6的控温液流经罩控温腔9和所述的内筒7的上表面与筒8的内表面留有的空隙，用于控制圆筒形罩6的温度；罩控温腔9内的控温液是通过焊接于筒8的下部的罩控温腔入口管10进入，从焊接于筒8的上表面的罩控温腔出口管11流出。

所述的罩6通过内筒7置于溶剂扩散管1的上方且两者的圆心对正；支架12为两个长方体状物，相对置于罩6的内筒7的下部，并且与罩6的内筒7和溶剂扩散管1的控温筒2紧密接触，以使罩6和控温筒2保持相对位置和固定；罩6的内筒7与控温筒2之间的圆环柱状的空间是和外界空气连通的，与溶剂扩散管控温腔出口管5密闭连接的软管

13从与外界空气连通的圆环柱状的空间引出。

在所述的罩6的内筒7上表面和外筒8上表面的中心处有一个贯通内筒7和外筒8的圆台状的样品放置孔14，该样品放置孔14侧表面分别与内筒7和外筒8的圆形表面密闭封接；该样品放置孔14用与其相应形状的磨口玻璃塞15密闭塞紧；打开该磨口玻璃塞15，通过样品放置孔14可以把样品放入溶剂扩散管1内部或取出。

溶剂扩散管1用于盛装蒸气密度大于空气密度的溶剂，溶剂扩散管1沿其高度方向呈蒸气压梯度分布。

所述的罩2的工作温度等于溶剂扩散管1的工作温度。

溶剂扩散管控温腔出口管5的连接管13是塑料管，所述的温度可控溶剂蒸气压梯度仪的其余部分均由玻璃材质构成。

溶剂扩散管1沿竖直方向高度1223毫米，内径145毫米；控温筒2的沿竖直方向高度是1245毫米，内径214毫米；罩6的内筒7沿竖直方向高度441毫米，内径321毫米；罩6的外筒8沿竖直方向高度455毫米，内径381毫米。以上部件所用材质的壁厚均为23毫米。圆台形的样品放置孔14上表面直径128毫米，下表面直径88毫米；长方体支架12长483毫米，宽204毫米，高204毫米。

溶剂扩散管控温腔出口管的连接管13是塑料管，所述的温度可控溶剂蒸气压梯度仪的其余部分均由玻璃材质构成。

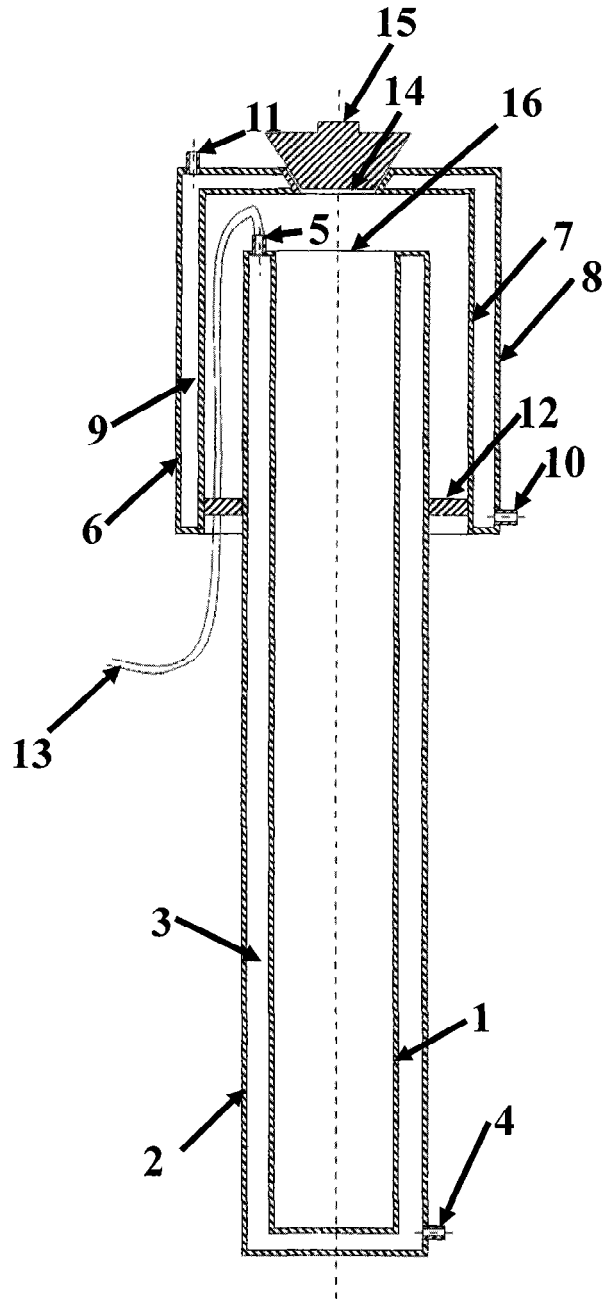


图 1



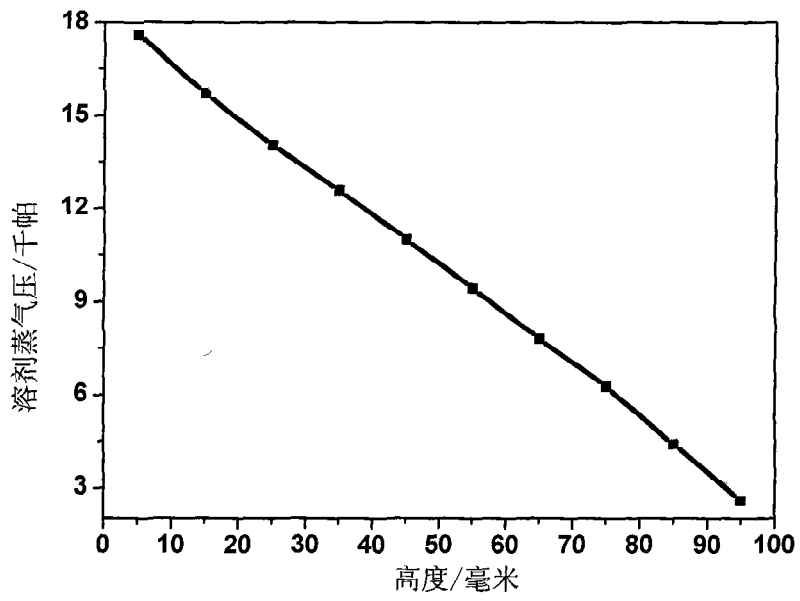


图 2