



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106841266 A

(43)申请公布日 2017.06.13

(21)申请号 201710009247.3

(22)申请日 2017.01.06

(71)申请人 厦门大学

地址 361005 福建省厦门市思明南路422号

(72)发明人 曹烁晖 汤彪 陈忠 王新 张明

赵承森

(74)专利代理机构 厦门南强之路专利事务所

(普通合伙) 35200

代理人 马应森 曾权

(51) Int. Cl.

G01N 24/08(2006.01)

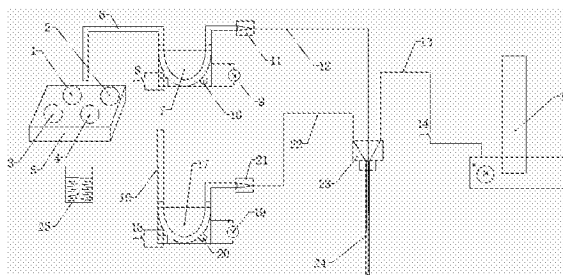
权利要求书2页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

一种适用于核磁共振实时检测化学反应的装置和使用方法

(57)摘要

一种适用于核磁共振实时检测化学反应的装置和使用方法,涉及核磁共振。设有反应台、反应池、废液池、计量泵、管路转换接头、PVC管、核磁管、核磁管固定装置和气泵,组成两个相互独立的液泵注入通路和一个气泵排液通路。结合核磁共振检测技术实时检测并分析化学反应,既可以实现外部反应液连续注入核磁检测区域,进行实时检测和数据采集,还可以实现多种反应液在磁体内原位混合,实现快速化学反应过程的全程监控和数据采集。



1. 一种适用于核磁共振实时检测化学反应的装置,其特征在于设有反应台、第1反应池、第2反应池、第3反应池、第4反应池、废液池、1号计量泵、2号计量泵、1号管路转换接头、2号管路转换接头、1号PVC管、2号PVC管、3号PVC管、核磁管、核磁管固定装置和气泵;

所述反应台中设有相互独立的第1反应池、第2反应池、第3反应池和第4反应池,1号计量泵的吸液泵管分别与第1反应池、第2反应池、第3反应池、第4反应池、废液池连接,1号计量泵吸液泵管通过1号管路转换接头连接1号PVC管,1号PVC管另一端出口设置于核磁管内底部;2号计量泵的吸液泵管分别与第1反应池、第2反应池、第3反应池、第4反应池、废液池连接,2号计量泵吸液泵管通过2号管路转换接头连接2号PVC管,2号PVC管另一端出口设置于核磁管内离核磁管底部8cm高的位置;3号PVC管一端直接连接气泵,3号PVC管另一端设置于核磁管内的离核磁管底部10cm高的位置;核磁管固定装置采用螺旋结构和卡套固定核磁管,并将核磁管固定在核磁共振谱仪内部的检测区域。

2. 如权利要求1所述一种适用于核磁共振实时检测化学反应的装置,其特征在于所述核磁管固定装置采用无磁性的塑料制成圆柱形螺旋结构。

3. 适用于核磁共振实时检测化学反应的装置的使用方法之一,其特征在于采用如权利要求1或2所述适用于核磁共振实时检测化学反应的装置,所述使用方法之一包括以下步骤:

1) 先将所述适用于核磁共振实时检测化学反应的装置通过核磁管固定装置和3根相互独立的1号PVC管、2号PVC管、3号PVC管将核磁管装载在核磁共振谱仪检测区域;

2) 将1号计量泵的吸液泵管连接第1反应池,计算所需吸液的体积,按需调节好计量泵的流量设置按钮,调节计量泵流速旋钮至衔接处不发生崩裂,接通1号计量泵的开关,计量泵利用自带硅胶管路从第1反应池中把液体样品定量抽出,液体样品依次通过1号计量泵、1号管路转换接头和1号PVC管流入位于核磁共振谱仪内部的核磁管,接着利用核磁共振谱仪自带的相关控制软件进行实时数据采集;采集完毕后,先将1号计量泵的吸液泵管连接废液池,再接通正压气泵的开关,气泵通过3号PVC管向密闭的核磁管中吹气,由于3号PVC管出气口设置于离核磁管底部10cm的液面上,气压就可以把液体通过1号PVC管置于核磁管底部的出口逆向吹回废液池;

3) 待管路中的液体全部排出以后,断开气泵开关,把1号计量泵的吸液泵管连接装有清洗液的第4反应池,依次输入和排空反应液、清洗液、反应液、清洗液,至此完成3种不同的单一溶液化学物质的实时检测和实时数据采集。

4. 适用于核磁共振实时检测化学反应的装置的使用方法之二,其特征在于采用如权利要求1或2所述适用于核磁共振实时检测化学反应的装置,所述使用方法之二包括以下步骤:

1) 先将所述适用于核磁共振实时检测化学反应的装置通过核磁管固定装置和3根相互独立的1号PVC管、2号PVC管、3号PVC管将核磁管装载在核磁共振谱仪检测区域;

2) 在反应台中的第1反应池和第2反应池中分别配制可以进行快速化学反应的两种不同的反应液D和E,将1号计量泵的吸液泵管连接反应液D,2号计量泵的吸液泵管连接反应液E,通过1号计量泵的流量设置按钮和2号计量泵的流量设置按钮分别设定反应液D和反应液E所需的反应体积;准备就绪后,接通两个计量泵的开关,此时两路计量泵就开始分别按设定的体积从第1反应池和第2反应池中吸取液体,分别依次通过液泵自带吸液管路、1号管路

转换接头和2号管路转换接头,最后通过相互独立的1号PVC管和2号PVC管进入核磁管中,反应全程可通过核磁共振技术进行监控;

3) 将待数据采集完毕后,先将1号计量泵的吸液泵管和2号计量泵的吸液泵管连接废液池,再接通正压气泵的开关,气泵通过3号PVC管向密闭的核磁管中吹气,由于3号PVC管出气口设置于离核磁管底部10cm的液面上,2号PVC管出口端设置在离核磁管底部8cm的位置,气压就可以把核磁管中的液体通过1号PVC管置于核磁管底部的出口逆向吹回废液池,2号PVC管和1号PVC管的管路中的液体也会吹回废液池。

一种适用于核磁共振实时检测化学反应的装置和使用方法

技术领域

[0001] 本发明涉及核磁共振,尤其是涉及一种适用于核磁共振实时检测化学反应的装置和使用方法。

背景技术

[0002] 核磁共振波谱技术,已广泛应用于化学物质组成的分析与结构鉴定。在目前的常规检测中,针对不同样品的检测需在谱仪外进行更换样品操作,此过程产生的延时误差导致不能准确获取化学反应过程的中间产物的谱线信息,从而影响对化学反应过程的准确研究。一篇由Scott E.Denmark在2010年3月29日发表于JOCarticle的文章“Design, Validation,and Implementation of a Rapid-Injection NMR System”提出了一种快速注入溶液到核磁共振谱仪中的装置,但是必须预先注入一种溶液到核磁管,管路中的样品无法排出,因此无法实现样品的连续注入和排出,适用范围受到很大限制,且装置还使得谱线灵敏度下降,实用性不强。

[0003] 一些快速化学反应对检测时间的要求更为严格,若是采用常规检测方法,即先配好样品进行化学反应,再把装有样品的核磁管放入核磁共振谱仪进行检测,这种方法采集的数据显然更容易遗漏中间产物,无法准确表征反应过程,为了准确全面把握化学反应,就要求化学反应过程自始至终都在检测区域内。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供既可实现对外部连续注入反应溶液中化学组成的实时检测和数据采集,又可以实现对原位快速化学反应的全程反应检测和数据采集的一种适用于核磁共振实时检测化学反应的装置和使用方法。

[0005] 本发明设有反应台、第1反应池、第2反应池、第3反应池、第4反应池、废液池、1号计量泵、2号计量泵、1号管路转换接头、2号管路转换接头、1号PVC管、2号PVC管、3号PVC管、核磁管、核磁管固定装置和气泵;

[0006] 所述反应台中设有相互独立的第1反应池、第2反应池、第3反应池和第4反应池,1号计量泵的吸液泵管分别与第1反应池、第2反应池、第3反应池、第4反应池、废液池连接,1号计量泵吸液泵管通过1号管路转换接头连接1号PVC管,1号PVC管另一端出口设置于核磁管内底部;2号计量泵的吸液泵管分别与第1反应池、第2反应池、第3反应池、第4反应池、废液池连接,2号计量泵吸液泵通过2号管路转换接头连接2号PVC管,2号PVC管另一端出口设置于核磁管内离核磁管底部8cm高的位置;3号PVC管一端直接连接气泵,3号PVC管另一端设置于核磁管内的离核磁管底部10cm高的位置;核磁管固定装置采用螺旋结构和卡套固定核磁管,并将核磁管固定在核磁共振谱仪内部的检测区域;其中只有核磁管固定装置和部分PVC管在核磁共振谱仪内部,其余装置全部在核磁共振谱仪的安全范围内,整个装置可以方便的在核磁共振谱仪上装载和拆卸。

[0007] 所述核磁管固定装置采用无磁性的塑料制成圆柱形螺旋结构。

[0008] 所述两路液体输入通路相互独立。

[0009] 所述所述气泵排出通路用于及时彻底的排出废液。

[0010] 所述3根PVC管的相对位置影响液体进出效果。

[0011] 所述反应池的规格和数量可依据实验要求改变。

[0012] 所述适用于核磁共振实时检测化学反应的装置的使用方法之一包括以下步骤：

[0013] 1) 先将所述适用于核磁共振实时检测化学反应的装置通过核磁管固定装置和3根相互独立的1号PVC管、2号PVC管、3号PVC管将核磁管装载在核磁共振谱仪检测区域；

[0014] 2) 将1号计量泵的吸液泵管连接第1反应池，计算所需吸液的体积，按需调节好计量泵的流量设置按钮，调节计量泵流速旋钮至衔接处不发生崩裂，接通1号计量泵的开关，计量泵利用自带硅胶管路从第1反应池中把液体样品定量抽出，液体样品依次通过1号计量泵、1号管路转换接头和1号PVC管流入位于核磁共振谱仪内部的核磁管，接着利用核磁共振谱仪自带的相关控制软件进行实时数据采集；采集完毕后，先将1号计量泵的吸液泵管连接废液池，再接通正压气泵的开关，气泵通过3号PVC管向密闭的核磁管中吹气，由于3号PVC管出气口设置于离核磁管底部10cm的液面上，气压就可以把液体通过1号PVC管置于核磁管底部的出口逆向吹回废液池；

[0015] 3) 待管路中的液体全部排出以后，断开气泵开关，把1号计量泵的吸液泵管连接装有清洗液的第4反应池，依次输入和排空反应液、清洗液、反应液、清洗液，至此完成3种不同的单一溶液化学物质的实时检测和实时数据采集。

[0016] 所述适用于核磁共振实时检测化学反应的装置的使用方法之二包括以下步骤：

[0017] 1) 先将所述适用于核磁共振实时检测化学反应的装置通过核磁管固定装置和3根相互独立的1号PVC管、2号PVC管、3号PVC管将核磁管装载在核磁共振谱仪检测区域；

[0018] 2) 在反应台中的第1反应池和第2反应池中分别配制可以进行快速化学反应的两种不同的反应液D和E，将1号计量泵的吸液泵管连接反应液D，2号计量泵的吸液泵管连接反应液E，通过1号计量泵的流量设置按钮和2号计量泵的流量设置按钮分别设定反应液D和反应液E所需的反应体积；准备就绪后，接通两个计量泵的开关，此时两路计量泵就开始分别按设定的体积从第1反应池和第2反应池中吸取液体，分别依次通过液泵自带吸液管路、1号管路转换接头和2号管路转换接头，最后通过相互独立的1号PVC管和2号PVC管进入核磁管中，反应全程可通过核磁共振技术进行监控；

[0019] 3) 将待数据采集完毕后，先将1号计量泵的吸液泵管和2号计量泵的吸液泵管连接废液池，再接通正压气泵的开关，气泵通过3号PVC管向密闭的核磁管中吹气，由于3号PVC管出气口设置于离核磁管底部10cm的液面上，2号PVC管出口端设置在离核磁管底部8cm的位置，气压就可以把核磁管中的液体通过1号PVC管置于核磁管底部的出口逆向吹回废液池，2号PVC管和1号PVC管的管路中的液体也会吹回废液池。

[0020] 本发明可把不同液体样品的定时定量的输入到固定于核磁共振谱仪中的核磁管中，数据采集完毕后，又可以利用气泵彻底排出检测后的废液，从而实现对反应液组成变化的实时检测和实时数据采集。俩路相互独立的输液通路可以把两种不同的反应液注入核磁管中，保证反应从始至终都发生在核磁共振谱仪内的核磁管中，从而实现对两种不同溶液的快速化学反应过程的全程监控和数据采集。

[0021] 本发明的技术效果在于采用特有的液泵气泵通路，液泵进液通路既可以实现把外

部反应溶液定时定量的注入核磁共振谱仪检测区域,又可以实现把两种不同溶液定时定量的注入核磁共振谱仪检测区域,气泵排液通路可以及时彻底排出检测完的废液,3根pvc管的巧妙设置既可以实现进液出液的需求,又尽可能的减小了对反应检测的影响。整套装置省去了繁琐的更换样品操作,可以实现对单一溶液中化学物质的实时检测,还可以实现对两种不同溶液的快速化学反应过程的全程监控和数据采集,并且装置设有清洗回路,装置的实用性和实验的可重复性得到很大提高。

附图说明

[0022] 图1为本发明实施例的结构组成示意图。

具体实施方式

[0023] 参见图1,本发明实施例设有反应台5、第1反应池1、第2反应池2、第3反应池3、第4反应池4、废液池25、1号计量泵7、2号计量泵17、1号管路转换接头11、2号管路转换接头21、1号PVC管12、2号PVC管22、3号PVC管13、核磁管24、核磁管固定装置23和气泵15。

[0024] 所述反应台5中设有相互独立的第1反应池、第2反应池、第3反应池和第4反应池;

[0025] 第1反应池1装有反应液A、第2反应池2装有反应液B、第3反应池3装有反应液C、第4反应池4装有清洗液、1号计量泵7的吸液泵管6可以自由连接第1反应池、第2反应池、第3反应池、第4反应池和废液池25,1号计量泵7的吸液泵管通过1号管路转换接头11连接1号PVC管12,1号PVC管12另一端出口设置于核磁管24内的底部;2号计量泵17的吸液泵管16分别与第1反应池1、第2反应池2、第3反应池3、第4反应池4、废液池25连接,2号计量泵17的吸液泵通过2号管路转换接头21连接2号PVC管22。由于核磁检测区域在离核磁管底部3~6cm高度的位置,因此2号PVC管22的出口位于离核磁管底部8cm高度的位置,尽可能减少PVC管对核磁共振谱分辨率和灵敏度的影响。3号PVC管13一端直接连接气泵15,3号PVC管13另一端设置于核磁管24内的离核磁管底部10cm高的位置,位于核磁管24中液体的液面之上。核磁管固定装置23采用螺旋结构和卡套固定核磁管24,并将核磁管固定在核磁共振谱仪内部的检测区域。其中只有核磁管固定装置23和部分长度的PVC管12、13和22在核磁共振谱仪内部,其余装置全部在核磁共振谱仪的安全范围内,整个装置可以方便的在核磁共振谱仪上装载和拆卸。

[0026] 所述适用于核磁共振实时检测化学反应的装置的使用方法之一包括以下步骤;

[0027] 1) 先将所述适用于核磁共振实时检测化学反应的装置通过核磁管固定装置23和3根相互独立的1号PVC管12、2号PVC管22、3号PVC管13将核磁管24装载在核磁共振谱仪检测区域;

[0028] 2) 将1号计量泵的吸液泵管6连接第1反应池1,因为PVC管和液泵自带的管路长度和内径都是已知的,利用公式 $V=L \times \pi \times r^2$ 可以精确计算所需吸取体积,按需调节好计量泵的流量设置按钮9,调节计量泵流速旋钮10至衔接处不发生崩裂,接通1号计量泵7的开关8,计量泵就利用内径1.6mm长15cm的自带硅胶管路从第1反应池1中把液体样品A定量抽出,液体样品A依次通过1号计量泵7、1号管路转换接头11和1号PVC管12流入位于谱仪内部的核磁管24,接着是利用核磁共振谱仪自带的相关控制软件进行实时数据的采集;采集完毕以后,先将1号计量泵的吸液泵管6连接废液池,再接通正压气泵的开关14,气泵通过3号PVC管13

向密闭的核磁管中吹气,由于3号PVC管13出气口设置于离核磁管底部10cm的液面上,气压就可以把液体A通过1号PVC管7置于核磁管底部的出口逆向吹回废液池25;

[0029] 3) 待管路中的液体全部排出以后,断开气泵开关,把1号计量泵的吸液泵管6连接装有清洗液的第4反应池4,依次输入和排空反应液B、清洗液、反应液C、清洗液,至此完成3种不同的单一溶液化学物质的实时检测和实时数据采集。

[0030] 所述适用于核磁共振实时检测化学反应的装置的使用方法之二包括以下步骤;

[0031] 1) 先将所述适用于核磁共振实时检测化学反应的装置通过核磁管固定装置23和3根相互独立的1号PVC管12、2号PVC管22、3号PVC管13将核磁管24装载在核磁共振谱仪检测区域;

[0032] 2) 在反应台5中的第1反应池1和第2反应池2中分别配制可以进行快速化学反应的两种不同的反应液D和反应液E,将1号计量泵7的吸液泵管6连接反应液D,2号计量泵17的吸液泵管16连接反应液E,通过1号计量泵7的流量设置按钮9和2号计量泵17的流量设置按钮19分别设定反应液D和反应液E所需的反应体积;准备就绪后,接通两个计量泵的开关8和18,此时两路计量泵就开始分别按设定的体积从第1反应池1和第2反应池2中吸取液体,分别依次通过液泵自带吸液管路6和16、1号管路转换接头11和2号管路转换接头21,最后通过相互独立的1号PVC管12和2号PVC管22进入核磁管24中,反应全程可通过核磁共振技术进行监控;

[0033] 3) 将待数据采集完毕后,先将1号计量泵的吸液泵管6和2号计量泵的吸液泵管16连接废液池,再接通正压气泵的开关14,气泵通过3号PVC管13向密闭的核磁管中吹气,由于3号PVC管13出气口设置于离核磁管底部10cm的液面上,2号PVC管22出口端设置在离核磁管底部8cm的位置,气压就可以把核磁管中的液体通过1号PVC管7置于核磁管底部的出口逆向吹回废液池25,2号PVC管22和1号PVC管12的管路中的液体也会吹回废液池25。

[0034] 本发明只有1号PVC管置于核磁管检测区域,对射频场均匀性影响较小,仍能保持高的分辨率和灵敏度。液体输入和排出时间可以控制在2s以内,能提高实时检测化学反应产物的数据可靠性。整套装置可以方便地实现对外部反应液连续进样的化学物质实时检测,还可以实现对两种不同溶液的原位快速化学反应过程的全程监控和数据采集。

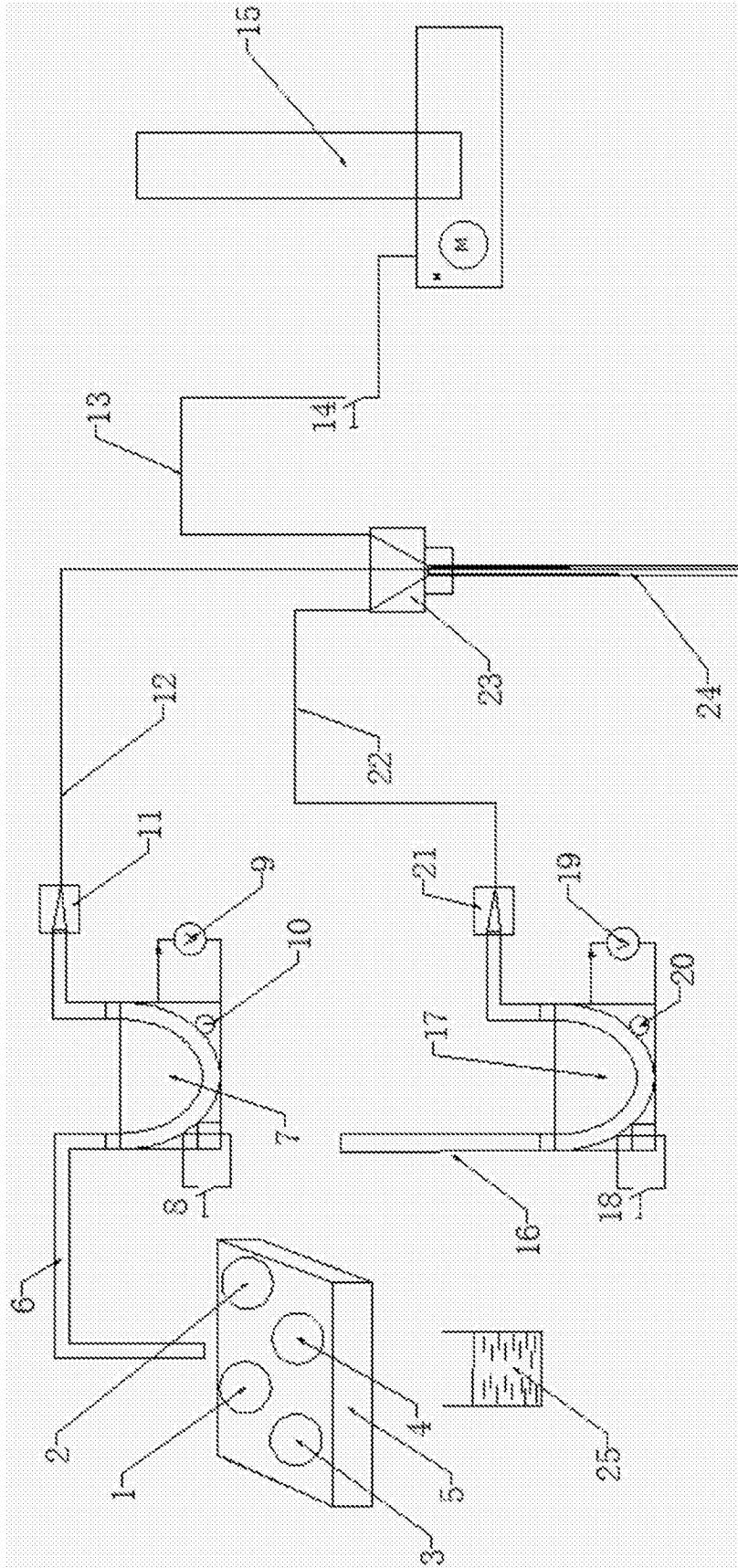


图1