

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3707697号  
(P3707697)

(45) 発行日 平成17年10月19日(2005.10.19)

(24) 登録日 平成17年8月12日(2005.8.12)

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

F I

B O 1 D 15/02

B O 1 D 15/02 1 O 1

B O 1 D 53/04

B O 1 D 53/04 Z

B O 1 J 8/04

B O 1 J 8/04

請求項の数 23 (全 21 頁)

(21) 出願番号	特願平7-505630	(73) 特許権者	アンスティテュ フランセ デュ ペトル ル
(86) (22) 出願日	平成6年8月1日(1994.8.1)		フランス国 92852 リュエイユ マ ルメゾン セデックス アヴニユ ド ワ-プレオ 1エ4
(65) 公表番号	特表平9-501868	(74) 代理人	弁理士 宮崎 昭夫
(43) 公表日	平成9年2月25日(1997.2.25)	(74) 代理人	弁理士 金田 暢之
(86) 国際出願番号	PCT/FR1994/000968	(74) 代理人	弁理士 伊藤 克博
(87) 国際公開番号	W01995/003867	(74) 代理人	弁理士 石橋 政幸
(87) 国際公開日	平成7年2月9日(1995.2.9)		
審査請求日	平成13年7月26日(2001.7.26)		
(31) 優先権主張番号	93/09593		
(32) 優先日	平成5年8月2日(1993.8.2)		
(33) 優先権主張国	フランス (FR)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粒状固体床のための单相流体ディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

組み合わせのもとに下記、すなわち

壁の少なくとも1つの中に少なくとも1つの通路開口(9)を有する少なくとも1つ以上の注入及び/又は除去室すなわち第1室(13)に連結されている少なくとも1つ以上の、2次流体すなわち第2流体の注入及び/又は除去導溝(3)、

主要流体を捕集するための1つ以上の手段(7)、上記第1室(13)の近傍に配置されてこれに少なくとも1つの通路開口(9)により連通している混合室であって、上記捕集手段(7)からやって来る、又は上記捕集手段への、上記第2流体の通過を許容する1つ以上のオリフィス(10)とその混合室から来る流体のための少なくとも1つの通路(11)とを有する、

10

少なくとも1つの混合室すなわち第2室(12)、

上記混合室からやって来る流体を粒状固体の第2床へ再分配する少なくとも1つ以上の手段(8)、

次のように、すなわち

捕集手段(7)と混合室(12)とに対しては上記開口(10)に連通する捕集空間(Ec)を作り出すように、

上記再分配手段(8)と上記混合室(12)とに対してはこの混合室からやって来る上記流体を再分配するための、上記通路(11)に連通する空間(Ed)を作り出すように、

そして上記の捕集用及び再分配用の各空間を隔離するように配置されたバッフル(4)、

を含む、カラムの中で粒状固体の第1床と第2床との間に配置されるように設計されたデ

20

ィストリビュータ・ミキサ・エキストラクタにおいて、流体通路(11)の少なくとも1つが、上記混合室内部の流体の乱流を閉じ込めるのに十分な圧力低下を作り出すように設計された形状寸法を有する少なくとも1つの較正されたオリフィスを有することを特徴とする、上記ディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ。

【請求項2】

較正された各オリフィスの断面が、混合室(12)から再分配空間E dへ流れる流体の流速が0.2m/secと1.3m/secとの間になるように選ばれ、主要流体を捕集空間E cから混合室(12)へ導入する各手段(10)が、主要流体(A)の流速が0.3m/secと1.5m/secとの間になるような断面のいくつかのオリフィスを有すること、及び2次通路手段(9)が、混合室(12)から、又はこれへ流れる各2次流体の通過する流速が1m/secと6m/secとの間となるように選ばれた断面のいくつかのオリフィスを有することを特徴とする、請求の範囲1に記載のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ。

10

【請求項3】

再分配手段がカラムの実質的に全断面にわたり延びる格子を含むことを特徴とする、請求の範囲1に記載のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ。

【請求項4】

それぞれ第2流体のための1つの注入及び/又は除去導溝(3)と連結されていて、除去室(12)からの、又はこれへの2次流体の少なくとも1つの通過オリフィス(9)を有する注入及び/又は除去室(13)を含むことを特徴とする、請求の範囲1ないし3のいずれか1項に記載のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ。

20

【請求項5】

少なくとも2つの注入及び/又は除去室を有し、上記各捕集用及び/又は除去用の各室は隣り合って、かつその混合及び/又は除去室の上方に配置されていることを特徴とする、請求の範囲1ないし4のいずれか1項に記載のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ。

【請求項6】

2次流体を導入し、及び/又は除去する上記各導溝が、注入及び/又は除去室から、又はこれへ2次流体を、上記カラムに関して、捕集手段(7)に含まれた第1格子と実質的に平行な方向へ導入し及び/又は除去するように配置されていることを特徴とする、請求の範囲1ないし5のいずれか1項に記載のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ。

30

【請求項7】

上記各2次流体導入及び/又は除去導溝がカラムに対して、2次流体を、格子(7)の含まれた捕集手段に対して実質的に垂直の方向にその注入及び/又は除去室(13)から、又はこれへ導入し、及び/又は除去するように配置されていることを特徴とする、請求の範囲1ないし6のいずれか1項に記載のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ。

【請求項8】

混合室からの、又はこれへの、上記較正されたオリフィス(11)及び2次流体の上記各通路開口(9)が、その流体の通路(11)を通る流出流に対して本質的に垂直の方向への上記第2流体の導入及び/又はこのものの抽出を許容するように混合室に配置されていることを特徴とする、請求の範囲1ないし7のいずれか1項に記載のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ。

40

【請求項9】

上記各開口(10)が上記混合室の少なくとも1つの第1壁の上に配置されており、そして各出口通路(11)が上記混合室(10)の各壁の、他の少なくとも1つの上に配置されていること、及び上記各出口通路(11)の中の上記各開口(10)が互いに対して交互に配置されていることを特徴とする、請求の範囲1ないし8のいずれか1項に記載のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ。

【請求項10】

2次流体(B)のための導入手段(10)及び通路手段(9)がそれぞれ上記混合室に関して、実質的に互いに平行な逆向の方向への各流体の循環を許容するように配置されていることを

50

特徴とする、請求の範囲 1 ないし 9 のいずれか 1 項に記載のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ。

【請求項 1 1】

2 次流体 (B) のための各通路手段 (10) 及び各通路手段 (9) がそれぞれ上記第 2 室 (12) 及び上記第 1 室 (13) に関して、上記第 1 流体と上記第 2 流体との、互いに対して実質的に垂直の方向への循環を許容するように配置されていることを特徴とする、請求の範囲 1 ないし 10 のいずれか 1 項に記載のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ。

【請求項 1 2】

バッフル (4) の形が、上記捕集空間 E c と上記再分配空間 E d とが実質的に截頭円錐形であるように設計されており、その際上記各空間の基部は上記カラムの各壁の 1 つの上に載っており、そして上記各空間はそれらの、捕集室近傍の最も狭い開口を通して互いに連通していることを特徴とする、請求の範囲 1 ないし 11 のいずれか 1 項に記載のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ。

10

【請求項 1 3】

バッフルの形及び/又はこのもののカラム内での配置が捕集空間と再分配空間とを隔てるように選ばれていることを特徴とする、請求の範囲 1 ないし 12 のいずれか 1 項に記載のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ。

【請求項 1 4】

上記バッフル (4) がカラムの外周から少なくとも上記混合及び/又は除去室のところまで延びていることを特徴とする、請求の範囲 1 ないし 13 のいずれか 1 項に記載のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ。

20

【請求項 1 5】

上記バッフル (4) が少なくとも 1 連以上のオリフィス (11') を有し、その際上記各オリフィス (11') は混合及び/又は除去室の上記各オリフィスに連通しており、そしてバッフル (4) は上記カラムの実質的に全断面にわたって延びていることを特徴とする、請求の範囲 1 ないし 14 のいずれか 1 項に記載のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ。

【請求項 1 6】

バッフルが 5 mm と 50 mm との間、好ましくは 12 mm と 20 mm との間の厚さを有する自己支持性バッフル (4') であることを特徴とする、請求の範囲 1 ないし 15 のいずれか 1 項に記載のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ。

30

【請求項 1 7】

混合室 (12) が乱流を促進するための手段を有することを特徴とする、請求の範囲 1 ないし 16 のいずれか 1 項に記載のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ。

【請求項 1 8】

請求の範囲 1 ないし 17 のいずれか 1 項に記載のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタの少なくとも 1 つにより互いに隔てられている、粒状固体の少なくとも 1 つの第 1 床 (1) と少なくとも 1 つの第 2 床 (2) とを有するカラムにおいて、第 1 格子 (7) が実質的に第 1 床と、そして第 2 格子 (8) が実質的に第 2 床と接触している、上記カラム。

【請求項 1 9】

第 1 及び第 2 格子 (7, 8) がそれぞれ、第 1 床の断面の実質的に全部及び第 2 床の断面の実質的に全部をカバーすることを特徴とする、請求の範囲 18 に記載のカラム。

40

【請求項 2 0】

隣り合って配置された請求の範囲 1 ないし 17 のいずれか 1 項に記載のいくつかの装置を含み、その際上記注入及び/又は除去室の各々を連結する上記各注入及び/又は除去導溝 (3i) が主導溝 (3) からの分岐導溝である、請求の範囲 18 に記載のカラム。

【請求項 2 1】

各分岐導溝 (3i) の設計及びそれらの長さが、2 次流体からの 1 つの注入又は除去室への少なくとも 1 つの分配の対称性と 1 つの等長性とを与えるように選ばれることを特徴とする、請求の範囲 20 に記載のカラム。

【請求項 2 2】

50

各ディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタがそのディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタの第2格子(8)の下流側で粒状固体の床の中に埋設された少なくとも1つの外部支持手段を有することを特徴とする、請求の範囲18又は20に記載のカラム。

【請求項23】

外部支持手段が短冊状のもの又はそれと等価のものである、請求の範囲22に記載のカラム。

【発明の詳細な説明】

本発明は粒状固体床のための単相流体ディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタ(以下DMEと略記する)に関する。これは中でも、クロマトグラフィーの分野においてガス状、液状又は超臨界状態における種々の流体に適用される。本発明はまた、種々の粒状固体の、DMEにより互いに分離された少なくとも2つの床を有するカラムにも関する。或る帯域、そして特に粒状固体の床へ進入する流体を分配する分野、中でも液体クロマトグラフィーの分野においてはその分配され、又は捕集された流体ができるだけ均質であることが重要である。

特に、しばしばシミュレートされた向流クロマトグラフィーと呼ばれるところの、通常、大直径と多数の分離段階とがを組み合わせられており、そして各2つの段階の間で生成物の注入又は除去が行われるシミュレートされた可動床クロマトグラフィーの場合においては、このDMEは、そのクロマトグラフィーカラムの中に最小の死空間しかもたらずにできるだけ均等な主要流体(A)の半径方向の捕集を与えなければならない。このDMEは、このDMEの上流の帯域内ですで行われてしまった物質の分離に悪影響を及ぼし得る逆混合を最小限にするように設計しなければならない。またこれは、これがカラムの中でもたらず圧力落差DPをできるだけ小さくするようにも設計する必要がある。

このDMEはまた、少なくとも1つの2次流体(B)が注入されているときに上と同じ条件のもとで、すなわち死空間、逆混合及び作り出される圧力低下DPを最小限にするような条件のもとでこの量体(B)と流体(A)との混合をできるだけ均一にすることも確実にしなければならない。同じことは或る流体をこのDMEから除去する場合にも当てはまる。

最後に、このDMEは、上記DMEの直接下流に位置するクロマトグラフィー帯域のへの入口において添加又は除去の後で得られる流体の半径方向の再分配を確実にしなければならない。この再分配はできるだけ均等であって、このDMEの上流の帯域内ですで行われた物質の分離に悪影響を及ぼさないように、最小限の死空間及び逆混合をもたらず必要があり、また可能な最も低い圧力低下DPを含むようにしなければならない。

先行の種々の刊行物に記述され、そして特製薬品、実験室又は大産業のために工業的に用いられている種々の分配系又は種々のDMEの中で、Amicon Companyにより提供されるディストリビュータをあげることができ、このものは中央デフレクタディストリビュータ系を含む。このディストリビュータは少ない死空間とともに比較的正確な主要流体の分配を可能にするけれども、しかしながら2次流体の添加又は除去の作用をもたらず手段も2次流体が主要流体と混合される作用をもたらず手段も含んでいない。またその中央デフレクタ系も主要流体の半径方向分配における若干の乱れをもたらし、そして圧力低下はそのディストリビュータの中の比較的小さな中央捕集点における速い流速のために比較的大きい。

上流及び下流の語は流体循環の方向について考えなければならないということを指摘する。

米国特許A-3,948,778は、主要流体(A)が第1床の出口のところに配置された格子の下流で或る導溝によって捕集され、そしてこれが第2床の中へ側方から再分配されるに先立って或る導溝を介して第2床及び捕集格子の上流へ送られるような、2つの床を含むクロマトグラフィーカラムの中で用いられるDMEを記述している。

その2次流体(B)は追加的な導溝を介して導入することができ、そしてその主要流体とインラインで混合され、その際混合は、相対的に言うならば、1つの点において行われる。それら捕集帯域と再分配帯域とは傾斜した封止されたパッフルによって分離されている。このDMEは、少ない死空間とともに円錐状の捕集を許容する。しかしながらその2つの

10

20

30

40

50

流体の混合の態様は最適ではない。その上に外部ラインの存在は追加的な死空間をもたらす、これは逆混合現象及び追加的な圧力低下を生じ得る。各流体の横方向の分配はその対称性の欠落のために大直径の場合には充填の困難と不完全な均等化をもたらす得る。

米国特許A-3,214,247に記述されているDMEはクロマトグラフィークラムにおいて用いられる。主要流体は第1床の出口のところに位置する捕集格子の下流全体において捕集され、そして第2床の近傍に配置された或る格子の下流で再分配される。2次流体はこのDMEの中央帯域内に配置されたいくつかの孔を通して導入され、ここでこれは主要流体と直接混合される。このDMEは、わずかな死空間しか持たず、そしてその横断方向の捕集のために比較的並みの圧力低下をもたらすという利点を有する。しかしながらその混合機能は全体としては制御されず、そして円錐状捕集及び/又は再分配帯域の全体を通じて逆混合現象をもたらす得る。その上にその混合帯域はその1つの直径に従う中央帯域に制限されていない。

10

本発明は上述した種々の欠点を改善し、そして同時に特に、主要流体と2次流体との非常に良好な混合を確実にするDMEを用いることによって、対象とする目的にかなうものである。

本発明は、或るカラムの中で粒状固体の第1床と第2床との間に置かれるように設計された、流体のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタに関し、これは組み合わせのもとに下記、すなわち

壁の少なくとも1つの中に少なくとも1つの通路開口を有する少なくとも1つ以上の注入及び/又は除去室すなわち第1室に連結されている少なくとも1つ以上の、2次流体すなわち第2流体の注入及び/又は除去導溝、

20

主要流体を捕集するための1つ以上の手段、

上記第1室の近傍に配置されてこれに少なくとも1つの通路開口により連通している混合室であって、上記捕集手段からやって来る、又は上記捕集手段への、上記第2流体の通過を許容する1つ以上のオリフィスとその混合室から来る流体のための少なくとも1つの通路とを有する、少なくとも1つの混合室すなわち第2室、

上記混合室からやって来る流体を粒状固体の第2床へ再分配する少なくとも1つ以上の手段、

次のように、すなわち

捕集手段と混合室とに対しては上記開口に連通する捕集空間を作り出すように、上記再分配手段と上記混合室とに対してはこの混合室からやって来る上記流体を再分配するための、上記通路に連通する空間を作り出すように、そして上記の捕集用及び再分配用の各空間を隔離するように配置されたバツフル、を含む。

30

このディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタは、流体通路の少なくとも1つが、上記混合室内部の流体の乱流を閉じ込めるのに十分な圧力低下を作り出すように設計された形状寸法を有する少なくとも1つの較正されたオリフィスを有することによって特徴付けられる。

この較正された各オリフィスの断面は、混合室から再分配空間Edへ流れる流体の流速が0.2m/secと1.3m/secとの間になるように選ばれ、その際主要流体を補正空間Ecから混合室へ導入する各手段はいくつかのオリフィスを有し、それらの断面は主要流体の流速が0.3m/secと1.5m/secとの間であって、従って2次通路手段は、断面が混合室から、又はこれへこれらのオリフィスを通して流れる各2次流体の流速が1m/secと6m/secとの間となるように選ばれたいくつかのオリフィスを有する。

40

再分配手段はカラムの本質的に全断面にわたり延びる格子を含む。

このディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタは、それぞれ第2流体の注入及び/又は除去のための導溝に連結されている、少なくとも2つの注入及び/又は除去室を有し、その際これらの室は、2次流体の1つの除去室から、又は1つの除去室への流れのための少なくとも1つの通過オリフィスを有する。

このディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタは、少なくとも2つの注入及び/又は

50

除去室を有し、その際捕集用及び／又は除去用の各室は隣り合って、かつその混合及び／又は除去室の上方に配置されている。

各2次流体の導入及び／又は除去導溝は、カラムについて、その捕集手段の中に含まれている第1格子に対して本質的に平行な方向へ、その注入及び／又は除去室の中へ、又はこれから、2次流体を導入し、及び／又は除去するように配置されている。

各2次流体の導入及び／又は除去導溝は、カラムに対して、格子の含まれた捕集手段に対して本質的に垂直の方向にその注入及び／又は除去室から、又はこれの中へ、2次流体を導入し、及び／又は除去するように配置されている。

2次流体が混合室の中へ、又はこれから、それを通して流れる較正された各オリフィス及び各通路開口はこの混合室の水準において、その通路を通り流体出口に対して本質的に垂直の方向への上記第2流体の導入及び／又はこのものの抜き取りを許容するように混合室に配置されている。

10

各開口は少なくとも1つの第1混合室壁の上に配置されていて、各出口通路はこの混合室の他の少なくとも1つの壁の上に配置されており、そして各開口及び出口通路は互いに対して交互に配置されている。

第2流体のための導入手段及び通路手段は、それぞれ上記混合室に関して、本質的に互いに平行な逆方向の方向への各流体の循環を許容するように配置されている。

2次流体のための各通路手段及び各通路手段は、それぞれ上記第2室及び上記第1室に関して、それら第1流体と第2流体との、互いに対して本質的に垂直の方向への循環を許容するように配置されている。

20

バッフルの形は、上記捕集及び再分配用の各空間が実質的に截頭円錐形であるように設計されており、その際それら各空間の基部はカラムの各壁の1つの上に載っており、そして各空間はそれらの、捕集室近傍の最も狭い開口を通して互いに連通している。

バッフルの形及びこのもののカラム内での配置は、それら捕集空間と再分配空間とを隔てるように選ばれる。

バッフルは、カラムの外周から少なくとも上記混合及び／又は除去室のところまで延びている。

バッフルは、少なくとも1連以上のオリフィスを有し、その際これらのオリフィスは混合及び／又は除去室の各オリフィスに連通しており、そしてこのバッフルは上記カラムの本質的に全断面にわたって延びている。

30

バッフルは自己支持性であり、そして5mmと50mmとの間、好ましくは12mmと20mmとの間の厚さを有している。

混合室は乱流を促進するための手段を有している。

本発明はまた、少なくとも1つのディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタによって互いに隔てられていて、粒状固体の少なくとも1つの第1床と少なくとも1つの第2床とを有するカラムにおいて、第1格子が実質的に第1床と、そして第2格子が実質的に第2床と接触している、上記カラムにも関する。

第1及び第2格子はそれぞれ、第1床の断面の本質的に全部及び第2床の断面の本質的に全部をカバーしている。

具体例の1つに従えば、カラムは例えば、隣り合って配置されたいくつかの装置を含み、その際その各注入及び／又は除去室は、例えば主導溝からの分岐である。

40

各分岐導溝の設計及びそれらの長さは、少なくとも1つの分配の対称性と、2次流体から1つの注入又は除去室までの1つの等長性とを与えるように選ばれている。

カラムは1つ以上のディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタを有し、そして各ディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタは、第2格子の下流側で粒状固体の床の中に埋設された少なくとも1つの外部支持手段を有している。

外部支持手段は木板状のもの又はそれに類似のものである。

本明細書の残余においてDMEの語は、ディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタを表わす。

本発明及びそのそれぞれの特徴は、以下の記述によってよりよく理解されるであろうが、

50

これには各図面が添付されており、これらはそれぞれ：

第 1 及び第 2 図はデISTRIBUTOR・ミキサ・エキストラクタすなわち D M E の利用の原理をしめし、

第 3、4 A 及び 4 B 図は従来技術に従う D M E を通しての断面図及び水平断面図であり、第 5 A、5 B、5 C、5 D 及び 5 E 図は粒状固体の 2 つの床の間に配置された本発明に従う D M E の例を示し、

第 6 図は円形の混合室を有する D M E を示し、

第 7 図は自己支持性構造を有する本発明に従う 1 具体例を図式的に示し、

第 8 A 及び 8 B 図は混合室及び注入室の異なった位置を示し、

第 9 図は流体の滞留時間の分布を表わす各信号を示し、

10

第 10 A 図は本発明に従う D M E を含むカラムの断面を示し、

第 10 B 及び 10 C 図は試料採取点の配置の 1 例を示し、

第 11 A、11 B、12 A、12 B、13 A 及び 13 B 図は同一グラフの上で、従来技術の D M E 及び本発明に従う D M E によって得られる各滞留時間の分布曲線を示し、

第 14 A、14 B、14 C、14 D 及び 14 E 図は種々の形態の D M E を図式的に示し、そして

第 15 ないし 18 B 図は或るカラムの中における本発明に従ういくつかの D M E の配置の例を示す。

本発明のよりよい理解のために、デISTRIBUTOR・ミキサ・エキストラクタの原理が第 1 及び 2 図において簡略に説明されている。第 1 図は D M E により隔てられた 2 つの床 1 及び 2 を含むクロマトグラフィーカラムの通路部の断面図である。この D M E は少なくとも 1 つの 2 次流体 (B) の導入のため、又は少なくとも 1 つの流体の除去のための導溝 3 を有している。主要流体 (A) はこのクロマトグラフィーカラムの中を矢印の方向へ、すなわち第 1 床 1 から第 2 床 2 へ下向きに循環する。S M E の役割は、なかでも主要流体 (A) の第 1 床 1 すなわち帯域 1 から第 2 床 2 すなわち帯域 2 への移動を、それら流体の軸方向濃縮様相に対する可能な最も少ない影響のもとに、合理的な圧力低下範囲内にとどめながら、例えば少なくとも 1 つの 2 次流体 (B) の添加又は試料採取を許容しながら確実にすることである。

20

以上の記述は、この型の D M E に通常用いられる主要単相流体が蒸気又は液体の形であるときに適している。これは超臨界状態であることもできる。

30

第 2 図の各曲線は 2 つの物質 X 及び Y を含む混合物から分離されるべきそれらの物質の軸方向濃縮の典型的な例を示すが、その横座標軸は時間を、そして縦座標軸はその分離されるべき生成物の濃度を表わす。

第 3、4 a 及び 4 b 図は 2 次流体 (B) を導入するための導溝 3 を有する D M E により隔てられた 2 つの床 1 及び 2 を含む従来技術に従うクロマトグラフィーカラムを示す。主要流体 (A) は第 1 床から第 2 床へ矢印の方向 (第 3 図) に循環する。

第 3 図の具体例においてそのカラムは D M E により隔てられたいくつかの床すなわち帯域 1 及び 2 を有する。この D M E は、帯域 1 の出口のところに配置された格子 7、及び帯域 2 の上流に配置された格子 8 を有する。帯域 1 から帯域 2 へ循環する主要流体 (A) は導溝 5 により格子 7 の下流で捕集され、そして導溝 6 によって格子 8 の上流へ送られて帯域 2 の中で分配される。導溝 3 は 2 次流体 (B) の導入を許容し、そしてこのものの主要流体 (A) とのインライン混合を、例えば導溝 5 の中で許容する。それら捕集帯域及び再分配帯域は図の中に図式的に示して或るようにこの D M E の中の傾斜したシールされたバッフル 4 により隔てられている。この具体例はバッフルの傾斜により、わずかな死空間とともに円錐状の捕集を許容する。しかしながら、2 つの混合物の、相対的にいうならば、1 つの点における混合は最適ではなく、そして各導溝 3 及び 5 を通るそれら流体の横方向分布は対称性に欠けることを示し、これは大直径の床の場合に困難で不均等な分配をもたらすことがある。

40

第 4 a 及び 4 b 図に示されている D M E の場合には主要流体 (A) は帯域 1 からの出口のところに格子 7 の下流で捕集され、そして帯域 2 の中の格子 8 の上流で再分配される。流体

50

導入導溝 3 はこのカラムの中央帯域の中で 2 次流体を 1 つの直径に従い横断的に導入することを許容するように配置されている。2 次流体は本質的に中央帯域の中に設けられている各孔 9 を通して導入されてここでこれは主要流体と直接混合する。バッフル 4 はこの具体例においてはカラムの外周から 2 次流体導入又は流体捕集導溝のの近くまで延びている。

このような D M E はわずかな死空間をもたらす、そして比較的ゆるい圧力低下をもたらすという利点を有する。しかしながら、その混合作用は全体的には制御されず、そして混合帯域がその直径にしたがって設けられた中央帯域に限定されていないので、或る円錐状断面内でのそれら捕集及び / 又は再分配帯域の中で逆混合現象を容易にもたらし。

第 5 A 図は粒状固体の第 1 床 1 と粒状固体の第 2 床 2 との間、すなわち帯域 1 と 2 との間 10 に配置された本発明に従うデистриビュータ・ミキサ・エキストラクタすなわち D M E を有するカラムを示す。この D M E は、少なくとも 1 つの主要流体 (A) を捕集する少なくとも 1 つの手段を有し、これは好ましくは帯域 1 の出口のところでのこの捕集手段の、主要流体循環方向の下流に配置された、例えば第 1 格子 7 を含み、また少なくとも 1 つの流体再分配手段を有し、これは例えば格子 7 に対して実質的に平行に配置された格子 8 を含む。この D M E は、例えば実質的にその中心のところを実質的に細長い長方形の形状の 2 つの混合室 1 2 を有する (第 5 B 図)。混合室 12 のそれぞれは、主要流体 (A) を導入する少なくとも 1 つの手段 10、すなわち例えば、室 12 の一方側に配置されてこの主要流体がこの主要流体 (A) の循環方向のバッフル 4 の上流に進入するのを許容するスロット (第 5 B、5 C 図) のような、例えば 1 連の較正されたオリフィス又は開口 10 と、及びこの室の下方 20 部分に配置された、例えば 1 つの流体をバッフル 4 の下流へ排出させるのを許容するスロット、又はいくつかのスロットのような、少なくとも 1 つの較正されたオリフィス 11 を有する出口通路 11 とを有する。注入及び / 又は除去室 13 が、例えば 2 つの混合室 12 と接触し、かつこれらの上に配置されており、そして例えば実質的に細長い長方形の形状を有している。この注入及び / 又は除去室 13 は、帯域 1 をその外周からその中心部まで横方向へ横断し、次いでこの中心部から注入及び / 又は除去室 13 まで長手方向へ延びてここで終端する導溝のような、2 次流体 (B) を注入又は回収するための手段 3 に連結されている。注入室 13 は 2 次流体が混合室 12 から注入室 13 まで流れるのを許容する、例えば 1 連の較正されたオリフィスのような、少なくとも 1 つの手段 9 を有する。この D M E の中に封止されたバッフル 4 が、例えば格子 7 及び 8 と平行に配置されており、そしてこの D M E の外周から 30 少なくともその注入及び / 又は除去室まで延びている。

格子 7 と、1 つの混合室 12 と、及びバッフル 4 とが捕集空間  $E_c$  を画定する。

同じ態様で、格子 8 と、バッフル 4 と、混合室 12 と及び注入室 13 とが再分布空間  $E_d$  を区画する。

バッフル 4 は、例えば混合室 12 とカラムとの間に配置されてそれら捕集空間及び再分配空間 ( $E_c$ 、 $E_d$ ) を互いに隔てている。

主要流体 (A) を導入する各オリフィス 10、混合室からの各流体出口オリフィス及び各オリフィス 9 の寸法及び分布は好ましくは混合室 12 内で強い逆混合に相当する乱流を作り出すべき圧力低下および十分な流速が得られ、そしてそのようにして主要流体 (A) と 2 次流体 (B) との良好な混合効率が得られるように選ばれる。このような配置は混合室 12 がそれら捕 40 集空間及び再分配空間から隔離されることを許容する。

すなわち各入口オリフィス 10 はいくつかの連なった孔又はスロットであり、これらは好ましくは主要流体 (A) をできるだけ均等に混合室 12 の方向へ捕集するように等間隔に配置されている。

これらのオリフィスの寸法及び形状は、混合室へ流入する流体が混合室内部で乱流を作り出すのに好ましく、かつ同時に乱流がこの混合室内に閉じ込められるのを許容する圧力低下が形成されるのに好ましい流速を有するよう選ばれる。

すなわち、流体入口オリフィス 10 の間の間隔は、例えば 30mm と 100mm との間であり、そして好ましくは 40mm と 60mm との間である。このような間隔で得られたそれらオリフィスを通る流体の流速は例えば 0.3m/sec と 1.5m/sec との間、そして好ましくは 0.5m/sec と 1.3m/sec 50



との間、そして好ましくは0.7m/secと1.2m/secとの間で変化する。そのようにしてオリフィス出口のところで作り出される圧力低下は $10\text{g/cm}^2$ と $100\text{g/cm}^2$ との間、そして好ましくは $30\text{g/cm}^2$ と $60\text{g/cm}^2$ との間である。

混合室からの流体の各出口オリフィス11は、例えば1連の孔又はスロット、好ましくは混合室からの流体を分配させるように等間隔に配置されたものによつて形成され、そしてほとんどの場合に少なくとも1つの主要流体の少なくとも1つの2次流体との混合から再分配空間Edの方向へ可能な最も均等な態様でもたらず。

それら孔又はスロットの寸法は、例えば混合室12内に乱流が閉じ込められるのを許容する圧力低下、例えば $10\text{g/cm}^2$ と $80\text{g/cm}^2$ との間、そして好ましくは $20\text{g/cm}^2$ と $50\text{g/cm}^2$ との間の圧力低下を作り出すように選ばれる。この圧力低下の値は、中でも3ないし100mm、そして好ましくは40ないし60mmの孔又はスロットの間隔に対応し、そして混合室からでてくる流体の0.2m/secと1.3m/secとの間、好ましくは0.4m/secと1.0m/secとの間、そして好ましくは0.6m/secと0.8m/secとの間の流速に対応する。

2次流体がそれを通して導入され、又は除去される各オリフィス9は、例えば1連の孔、好ましくは可能な最も均等な態様で混合室12へ、及び/又はここから、2次流体Bを注入し、及び/又は除去するように等間隔に配置された孔によって形成される。これらのオリフィスは、例えば混合室中に注入される流体の線流速が、混合室中で乱流の作り出されるのを促進し、そして2次流体Bがその注入及び/又は除去室の全長にわたってできるだけ均等に分配され、及び/又は除去されることを許容する大きな圧力低下を得るために十分に大きいような寸法に作られる。

各入口オリフィス11を通る流体の流速は、例えば1m/secと6m/secとの間、好ましくは2m/secと5m/secとの間、そして好ましくは3m/secと4m/secとの間である。孔の間隔は、例えば30mmと100mmとの間、そして好ましくは40mmと60mmとの間で選ばれる。対応する圧力低下は $100\text{g/cm}^2$ と $1,000\text{g/cm}^2$ との間、そして好ましくは $200\text{g/cm}^2$ と $500\text{g/cm}^2$ との間である。

このようにして混合室からやって来て再分配空間の中へ流れ込む流体の捕集及び正常な分布は格子8のところで最適化される。

捕集格子7の下方に位置する捕集空間Ecは死空間及び流体乱流を最小にするように設計された形状を有する。その高さは、例えば、5から50mmまで、好ましくは10から30mmまで、そして好ましくは15から20mmまでの範囲であり、そしてその形状は実質的に長方形状、円錐状である。

再分配空間Edは同じように死空間及び乱流を最小限にするように設計される。その高さは、例えば5ないし50mm、そして好ましくは10mmと30mmとの間、そして好ましくは15mmと20mmとの間であり、そしてこれは、例えば長方形状、円錐形状又はボウルの形状等のいかなる形状を有していてもよい。

混合室12は、例えば細長い長方形状を有する。

この混合室のスペースは死空間を最小限にするように設計される。すなわち、この具体例においてはその直径は、例えば下記のような値から選ばれる：その高さは5mmと50mmとの間、好ましくは15mmと20mmとの間、そして好ましくは10mmと30mmとの間であり、その幅は15mmと100mmとの間、好ましくは25mmと70mmとの間、そして好ましくは20mmと80mmとの間であって、その長さは0.5mと5.5mとの間、好ましくは1.5mと3mとの間、そして好ましくは1mと4mとの間である。

実質的に同一の基準に従って注入室13は、例えば実質的に細長い形状を有し、そして混合室と同じ長さのものである。これは下記の種々の値の群から選ばれる幾何学的特性を有する：5mmと50mmとの間、そして好ましくは10mmと30mmとの間、そして好ましくは15mmと20mmとの間の高さ、15mmと100mmとの間、そして好ましくは20mmと80mmとの間、そして好ましくは25mmと70mmとの間の幅。この室の断面は好ましくは2m/secと5m/secとの間よりも低いか又はこれに等しい長手方向線流速が得られるように設計される。

各混合室12は、例えば格子7と直接接触するように配置され、そして例えば格子7と8とを隔てる距離よりも小さいか、又は等しい高さを有する空間を占める。

10

20

30

40

50

それらはまた好ましくは格子7とバッフル4とを隔てる距離と実質的に等しい高さを有する空間を占めることもできる。

具体例の1つに従えば、各スロット10及び11の連なった配置が、例えば主要流体Aの捕集及び分配を、そしてこの流体の混合室12からの、例えば互いに実質的に垂直の方向への分配(第5A、5C図)を許容する。それら各連のスロットは好ましくは食い違った配置で設けられる(第5B、5C図)。

例えば第2流体の混合室中への流入のための各オリフィス又は1連のオリフィス9は、例えば2つの室の間でそれら流体が互いに反対の方向で、実質的に平行な方向へ循環するのを許容するように室13の一方の側に配置される(第5A図)。

捕集格子7は好ましくは水平であって、第1粒状床すなわち上側床と直接接触して配置され、そして好ましくはこの床の実質的に全断面をカバーする。

10

分配格子8は、例えば実質的に水平に配置され、そして第2粒状床すなわち下側床と直接接触して配置される。この格子は好ましくはこの第2粒状床の實際上全断面にわたって延びている。

格子7及び8はほとんどの具体例においてジョンソン格子(Johnson grids)か又は等価の型の格子である。これらの格子は通常、約0.1mmから約1mmまでの幅、そして通常は約0.1mmから約0.2mmまでの幅を有するスロットを有している。

添付の図面には示されていないけれども、混合室12の内部に、この室へ入ってくる各流体の乱流を促進させるための少なくとも1つの手段を加えることが可能である。すなわちこの室は、例えば、そして好ましくは、混合効率を高めるように設計された内部バッフルのような1連の乱流促進手段を備えている。この混合室12は好ましくは逆混合を最小限にするためにできるだけ小さな容積を有する。

20

注入又は除去導溝3は少なくとも1つの2次流体(B)がこの室の中へ、又はこの室から格子7の面に垂直の方向へ導入され、及び/又は回収されるのを許容する。

図式的に示されていないもう1つの具体例によれば、注入導溝3は少なくとも1つの2次流体(B)が格子7の面に平行な方向へ分配室及び/又は捕集室の中へ導入され、及び/又はこれから除去されるのを許容する。

室12が格子7に取りつけられていない場合に、これは本発明から逸脱するものではない。もう1つの具体例(第5D図)に従えば、室12は格子7と8とを隔てる距離に実質的に等しい高さを有する容積を占める。この図において1連の手段10、11は各流体を互いに実質的に平行な方向へ捕集し、かつ分配させることを許容する。

30

第5A、5B、5C、5D及び5E図に従い示されているDMEのそれぞれの具体例において注入又は除去手段3は単純な導溝であるが、同じ機能を満足させるいかなる他の注入手段をも使用することができる。すなわち、いくつかの2次流体を同じDMEの中に注入し、又は回収するときは、このDMEは例えば同じ室13の中で終端するいくつかの導溝を有する。出発時において互いに接合して室13内で終端して単一導溝を形成するいくつかの導溝を有することが可能であるが、これらの具体例は単純化のためにこれらの図面には示されていない。

第5E図は好ましい具体例の1つを示し、その際バッフル4は格子7と、このDMEの外周と、混合室12と、及びそれ自身との間に実質的に円錐状又は截頭円錐状の捕集空間Ec、及び格子8と、このDMEの外周と、混合室と、及びそれ自身との間に円錐状又は截頭円錐状の再分配空間Edを作り出すような形状を有する。その形成された円錐の頂点は混合室の水準に位置している。この具体例は死空間を大きく最小限化し、かつ作り出される圧力低下が小さく留まるといった利点をもたらす、そして格子8と、そのDMEの外周と、混合及び/又は除去室12と、及びそれ自身との間に本質的に円錐状の空間を提供する。

40

第6図は本発明に従うDMEの1具体例において各室12及び13の断面が実質的に円形であるものの水平断面図を示す。

混合室12及び分配室13は共軸であり、その際その分配室は、例えば分配室12の内部に位置している。

本発明はまた、互いに少なくとも1つの上記のようなDMEによって隔てられた少なくと

50

も2つの粒状固体床を有するカラムにも関する。この設計は、例えば第5A図に、DMEにより隔てられた2つの粒状固体床を有するカラムの場合について図式的に示されている。従来技術による現存のDMEは通常、自己支持的に設計されており、すなわちそれらは、例えば棧板状の型の内部的自己支持性の構造を有し、これはDMEの性能に有害な追加的な死空間が作り出される欠点を有する。

好ましい具体例の1つ(第7図)において、DMEは従来技術において用いられているような棧板状の支持部材のように死空間を全く作り出さない作りつけ型の自己支持性構造で設計されていてもよい。この場合に、相当な厚さにより与えられる自己支持性バッフル4'の剛性と機械的強度とが利用され、このバッフルは好ましくはこのDMEの全断面にわたり設けられている。

10

このような具体例は、中でも、追加的な死空間をもたらすことなくDMEの混合及び再分配の同じ品質を維持しながら、より大きな機械的強度を得るためにその自己支持性バッフルの厚さを増大させる可能性を与える。またこのDMEの設計もそれにより単純化される。

この自己支持性バッフルの厚さは、例えば5mmと50mmとの間、好ましくは10mmと30mmとの間、そして好ましくは12mmと20mmとの間である。

混合室12及び注入室13の形状及び配置は上記の各図に関して記述した形状と同一であることができ、そしてこの具体例においてはバッフル4'の上に直接配置されている。

流体が混合室12から再分配空間Edへ流れるのを許容する各分配オリフィス11'は前に述べた各オリフィス11のそれらと実質的に同一の形状寸法的特性を有する。混合室12及び/又は注入室13の下方部分の壁は自己支持性バッフル4'の1部により形成されていてもよい。

20

もう1つの具体例によれば、そのDMEは、例えば自己支持性の内部構造を有することなく作られ、そして圧縮力に耐えるように設計されており、この場合はそのDMEはその粒状固体床の中に埋設された、例えば棧板状型又はそれと等価の外部支持手段又は支持構造によって支持されている。このようなDMEは次の利点を有する：

その粒状固体床の中に埋め込まれた外部構造はなんら追加的な死空間をもたらさない。このDMEは実質的に小さな高さhで作ることができ、これが死空間を減少させ、そしてそのようにして製造経費を低下させながら性能を改善することができる。

この明細書にあげられている全てのDMEの具体例は、例えば約10ミリメートル(mm)から約60mmまで、又は約20mmから約50mmまで、そして好ましくは約20mmから約40mmまでの全高さhを有する。1つの特別な具体例において、このカラムはそれぞれのDMEに対して格子8の下流の粒状固体床の中に埋設された棧板のような少なくとも1つの支持手段20を有する(第10図A図)。第10A図に図式的に示したものの場合にはそのDMEはその粒状固体床内に埋め込まれた外部的な棧板状の支持部材20の上に載っている。

30

各混合室12及び注入及び/又は除去室は第8A、8B図に示す種々の態様で配置されていてもよい。

この注入及び/又は除去室は、例えば第5Aないし5E図に関して記述したように対称的に配置された2つの室の間に位置している。

それらの室の配置のもう1つの態様が第8A図に示されており、ここでは注入及び/又は除去室13は少なくとも1つの混合室12の直上に配置されている。この場合に各オリフィス9は、例えば2次流体が混合室12の中へ流れ込むのを許容するように注入室13の下方部分に設けられており、その際各主要流体導入オリフィスは、例えばその混合室の側に、そしてその各混合出口オリフィスはこの混合室の下方部分に配置されている。

40

第8B図に示す配置及びその変形態様のものは、中でも異なった組成及び品質の2次流体Bが同時に又は引き続いて注入され、及び/又は除去されることを許容し、それにより供給導溝3及び各種流体に共通の注入室の中で混合することによる汚染の危険が除かれる。

第8B図においては、2つの注入及び/又は除去室13が混合室12の上方に配置されている。これらの注入及び/又は除去室のおのおのは2次流体を導入する手段3及び2次流体が

50

混合室12の中へ流れ込むのを許容するいくつかのオリフィス9を有し、その際これらのオリフィスは好ましくは混合室12と接触している室13の下方部分の壁の中に配置されている。

注入及び/又は除去室の数は2つにのみ限定されるものではない。そのDMEの中に、それぞれその固有の2次流体Bの導入手段及びそれらの固有の出口オリフィス9を有し、そして混合室12にのみ連通しているいくつかの注入及び/又は除去室を設けることも可能である。このようにして3つの注入及び/又は除去室を全て混合室の上方に配置することが考えられるかもしれない。

以下にあげる諸例は制限的に考えるべきではなく、そして上にその構造を記述したDMEにより得られる主な種々の利点を示そうとするものである。

ディストリビュータ・ミキサ・エキストラクタの分配及び混合及び/又は除去の効率は、例えば各流体の滞留時間の分布を測定することによって決定される。その原理は第9図と関連させて以下に記述するが、時間 $t$ がゼロの時に、例えばヘキサンのようなトレーサの或る量を主要流体の中に、又は2次流体の中に送り込むが、それによりこれらの流体はヘプタンであることができる。得られた信号の形をヘプタンのような主要流体とヘキサンとの屈折率の差の測定によって分析する。この信号は入力信号14を表わす(第9図)。後の或る時において出力信号15の形を調べる(第9図)。考慮されるパラメータは、出力信号の出現時間 $t_a$ と、及び或る与えられた位置におけるトレーサの平均濃度を表わす出力信号15の曲線の下方の面積とである。各測定は第10A図に示すようなカラム形状について行なった。このカラムは、1メートル(m)の長さの吸収剤床1を有するAmicon型のヘッドディストリビュータ16と、上に記述したDMEと、1メートルの吸収剤床2と、及びAmicon型捕集部材17とを含む。各信号はそのDMEのいずれかの側で、DMEから実質的に25cmに等しい距離のところに位置するカラムの断面18及び19において測定する。断面18には6つの試料採取点(a)、(b)、(c)、(d)、(e)、(f)が設けられており(第10B図)、そして断面19には6つの試料採取点(a')、(b')、(c')、(d')、(e')、(f')が設けられている(第10C図)。その吸収剤床は粒度が0.3mmから1mmまでの範囲内の粒状体の粒状固体床である。この固体はCECA Companyにより販売された3(オングストローム)の分子篩である。

第11A、11B、12A、12B及び13A、13B図は米国特許A-3,214,247の明細書及びこの特許の第4A図のグラフに従い設計された従来技術の系、及び本発明に従う、第5B図に示す混合室12、及び注入及び/又は除去室13、及びバッフル4を有するDMEを用いて得られた結果を示す。

全ての曲線について横軸は時間を、そして縦軸は流体の濃度を表わす。各測定はそれぞれ、断面(18)の点(a)、(b)、(c)、(d)、(e)、(f)のところ(第10B図)及び断面(19)の点(a')、(b')、(c')、(d')、(e')、(f')のところ(第10C図)で行なわれる。

第11A及び11B図の例と、第12A及び第12B図の例とにおいてはトレーサはカラム頂部を介して(第10A図)主流流体との混合物の形で送り込まれる。最初の場合(第11A、11B図)においては2次流体Bの注入及び2次流体の除去は従来技術の系及び本発明に従うDMEを通しては行なわず、一方、第2の場合(第12A及び12B図)においては2次流体Bを従来技術の系及び本発明に従うDMEをそれぞれ通して注入する。曲線(a)、(b)、(c)、(d)、(e)、(f)、(a')、(b')、(c')、(d')、(e')、(f')は第10B図及び10C図の中の同じ数字の点において行なった測定に相当する。

第11A、11B図及び第12A、12B図の曲線(a)、(b)、(c)、(d)、(e)、(f)はAmicon Companyからのヘッドディストリビュータの分配/混合作用の結果を表わす。これら曲線は約10秒(s)だけずらされている(時間 $t_a$ が異なっている)。種々の曲線の下方の、全てが同じではない面積が認められるのと同様に、不完全な分配が認められる。

第11A図の曲線(a')、(b')、(c')、(d')、(e')、(f')は2次流体Bを注入しない場合に従来技術の系を通して流れる主流流体Aの結果を示す。時間のずれは僅かに増加しており、そして種々の曲線の下方の面積の違いは同様である。この系が主要流体の循環を捕集水準及び再分配水準の両方において干渉すること、及び2つの測定点の間での分配に

10

20

30

40

50

おける重大な減退が存在することが認められるであろう。

第11B図の曲線(a')、(b')、(c')、(d')、(e')、(f')は2次流体Bが注入されない場合の本発明に従うDMEを通過する主要流体Aの結果を示す。これらの曲線の時間のずれは曲線(a)、(b)、(c)、(d)、(e)、(f)の場合と同じである(又はそれよりも僅かですらある)。種々の曲線(a')、(b')、(c')、(d')、(e')、(f')の下方の面積の違いは曲線(a)、(b)、(c)、(d)、(e)、(f)により得られたそれと同じである。曲線(a)、(b)、(c)、(d)、(e)、(f)と曲線(a')、(b')、(c')、(d')、(e')、(f')との間の幾何学的形状の違い(平らにされた形)は本質的にその粒状固体床によって起こされる自然分散によるものである。これらの曲線は本発明に従う、上述したDMEの使用が主要流体循環における従来技術の系の場合よりもより重大でない乱れとともにより良好な捕集及び再分配作用を確実にするのを証明している。実際に、2つの測定点の間で分布における重大な減退は観測されない。

10

第12Aと12B図とは、2次流体が従来技術の系を通して(第12A図)、及び本発明に従うDMEを通して(第12B図)注入されているということによって前の場合と異なっている。種々の曲線を調べることによって、その結果が前の各曲線の分析により得られたそれと同じであることが示される。本発明に従うDMEは主要流体の循環に際しての乱れを生ずる効果が少なく、そして良好な混合作用を確実にする。

第13A及び13B図は、従来技術の系(第13A図)及び本発明に従うDME(第13B図)をそれぞれ用いた場合にトレーサを2次流体Bの中に注入し、そして1次流体を正常にそのカラムの中で循環させた場合に得られた測定の結果を示す。

20

第13A図においてはそれら信号が全て同時的には現れないこと、及び各信号の曲線の下方の面積に相当する平均濃度が異なっていて、その混合物が劣悪な品質であることを示しているのが明らかに表わされている。第13B図においては各信号はほとんど同時的に現われ、そして平均濃度は同じであり、かつ混合は全ての点において均等である。

これら3つの曲線の例は、上述したように、混合室と注入及び/又は除去室とを有するDMEによって得られる種々の利点を示す。

本発明に従い作られた各DMEは同じ作動原理を保ちながら種々異なった形状を取ることができる。

第14Aないし14E図はそれぞれ、例示的であって制限的ではないが、長方形状、多角形状、扇形状及び弓形状の種々異なったDMEの形状を示す。

30

それら混合及び注入室(各図において点線で示されている)は、例えば実質的に引き伸ばされた形状、一般的には直線輪郭の形状を有する(第14A、14B、14C1、14C3及び14D図)か、又は曲線輪郭の形を有する(第14C2、14D図)。

これらの室は、例えばDMEの本質的に中央部(第14A、14B、14C1、14D、14E図)に、又は一方の側に(第14C2、14C3図)配置されている。

円形状又は多角形状のDMEの最大寸法は種々変化し、そして少なくとも1.5cmの直径に達することができ、その際この直径は2mであることもできる。他の形状、例えば長方形状、扇形状のものについては最大寸法は長さが3又は4mであって幅が1.5ないし2mであることができる。

非常に大きな断面を有する粒状床の場合、例えば円形及び矩形形状のものについて上げた最大寸法よりも大きなもの場合には、混合及び分配の品質は単一DMEを用いた場合に低下することがある。この場合に、例えばその床の全断面をカバーするようにその最大寸法よりも小さな寸法を有するそれぞれのDMEを並べて配置して用いることも可能である。このような配置は、例えば第5A図に記述したDMEに関してあげた品質を有するそのように確定されるそれぞれの部分区間について良好な混合及び分配に導く。

40

いくつかのDMEの配置及びそれらの流体供給モードのいくつかの例を第15A、15B、16A、16B、17A、17B、18A、18B図に例示的にかつ非限定的にあげてある。

いくつかのDMEを隣り合わせに配置して用いた全ての具体例において、2次流体Bの注入及び除去手段は、例えばそれら全てのDMEにできるだけ均等でかつ同時的に供給する

50

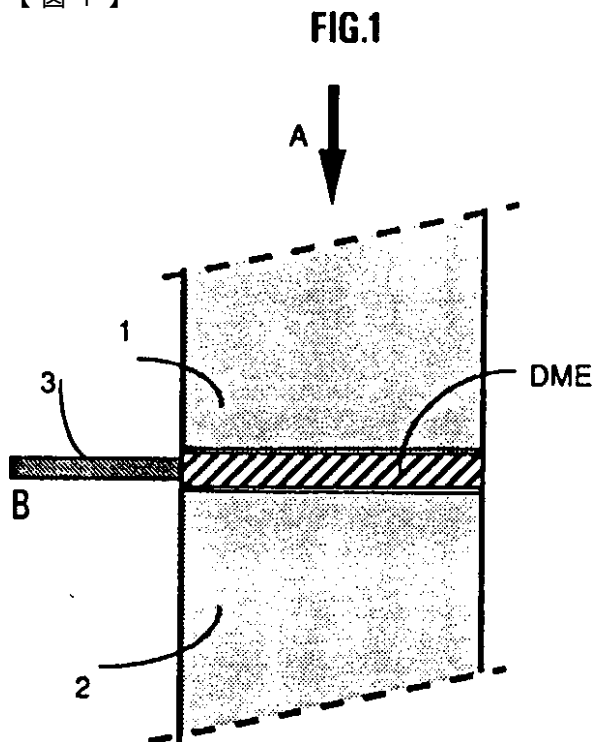
ように設計されている。これは例えば、なかでも注入手段3及びそれらの分岐導溝3iの分配の少なくとも1つの対称性と1つの等長性とを与えて2次流体の種々のDMEへの注入を許容することにより達成される(第15B、16B、17B、18B図)。

いくつかの2次流体Bを単一のDMEの中に、又はいくつかの隣り合わせに配置されたDMEの1組の中に注入し、又は除去する場合には、注入手段3及びそれらの分岐導溝3iの数は好ましくはそのDMEの中に注入される2次流体の数と等しいのがよい。これらの注入手段及びそれらの分岐導溝手段は好ましくは互いに独立であるのがよい。

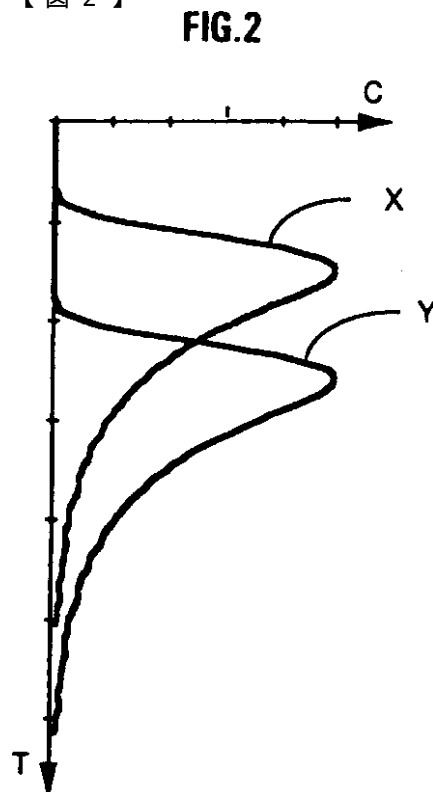
もちろん、以上にあげた諸例及び図面は本発明の非制限的な例のみである。いかなる当業者も、本発明の枠から逸脱することなく、非制限的な基準で記述されたDME及びカラムに種々の修飾を加え、及び/又は付加を行うことが可能であろう。

10

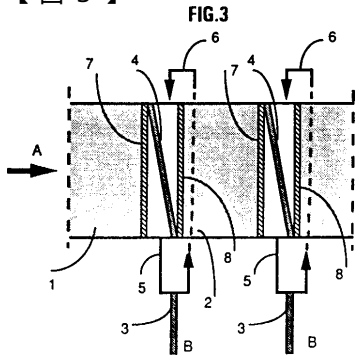
【図1】



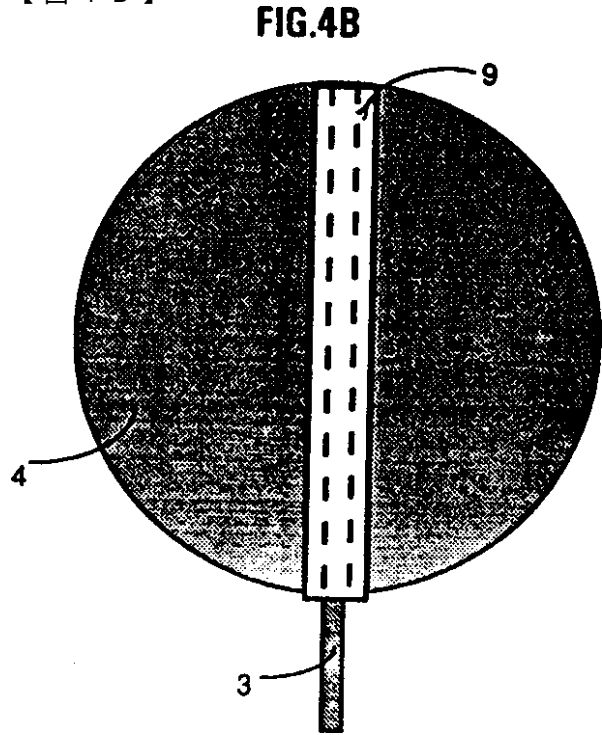
【図2】



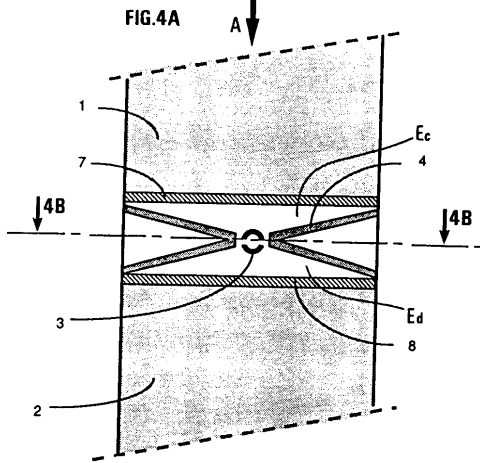
【 図 3 】



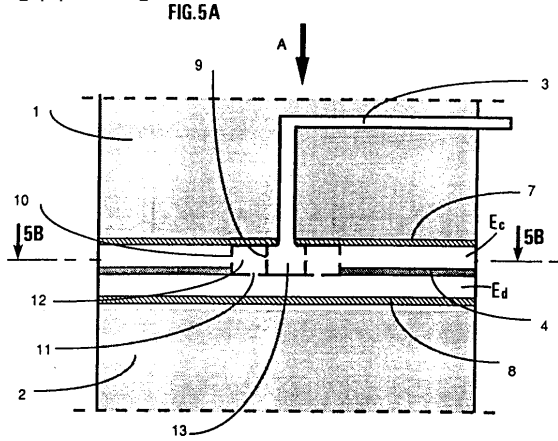
【 図 4 B 】



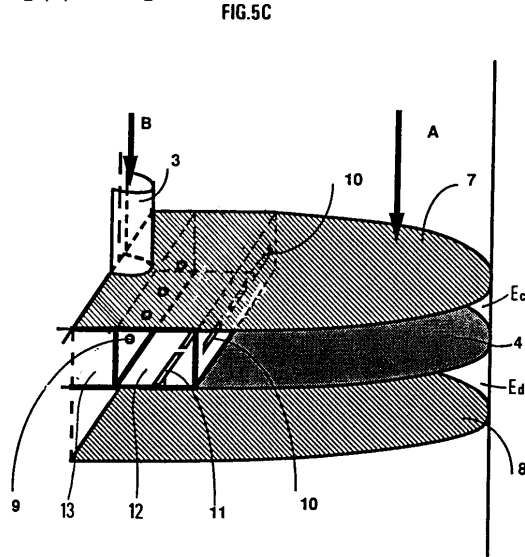
【 図 4 A 】



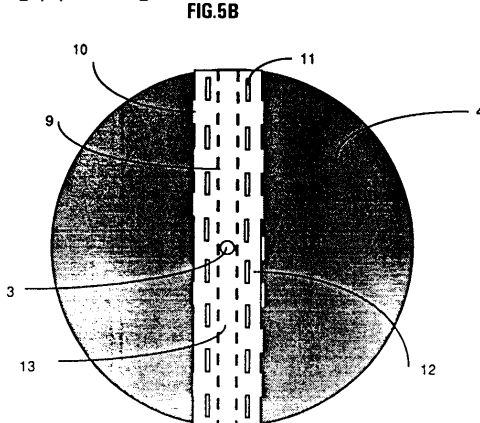
【 図 5 A 】



【 図 5 C 】



【 図 5 B 】

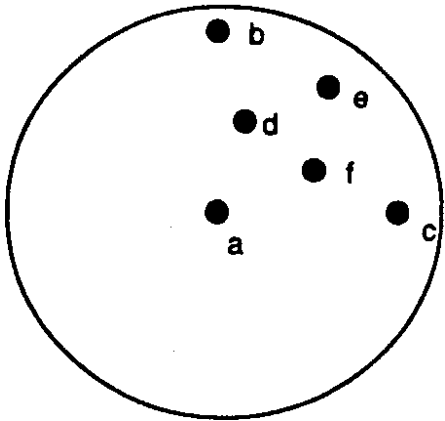






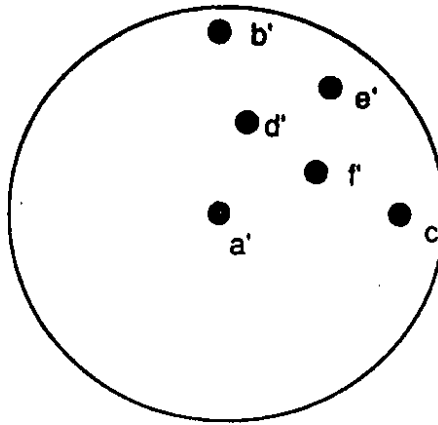
【 10 B 】

FIG.10B



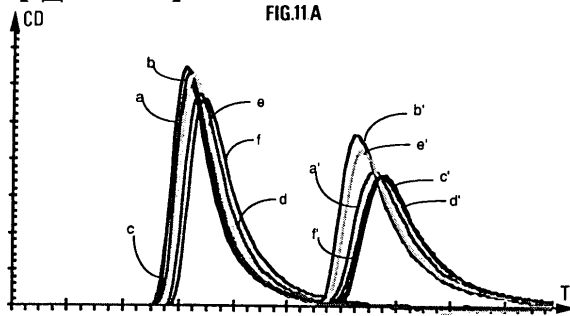
【 10 C 】

FIG.10C



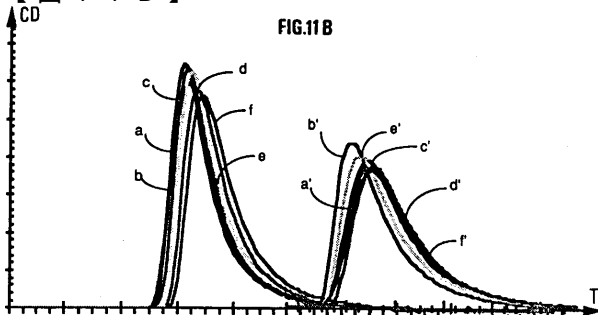
【 11 A 】

FIG.11A



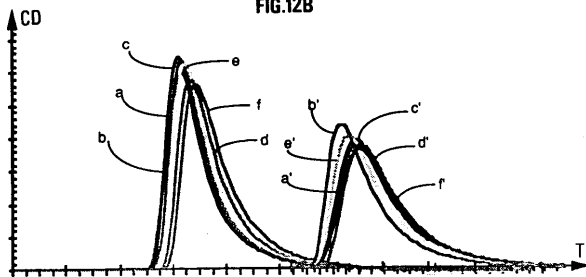
【 11 B 】

FIG.11B



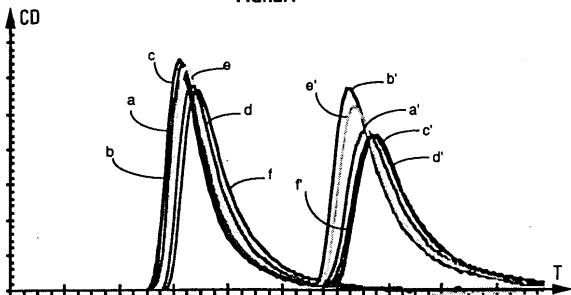
【 12 B 】

FIG.12B



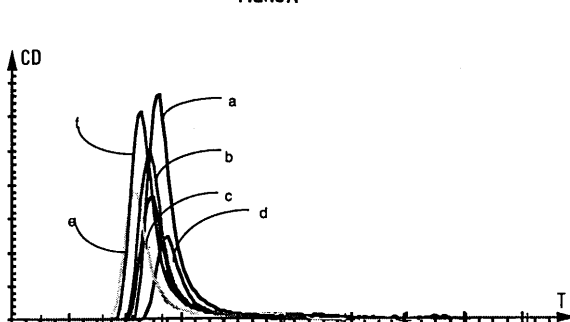
【 12 A 】

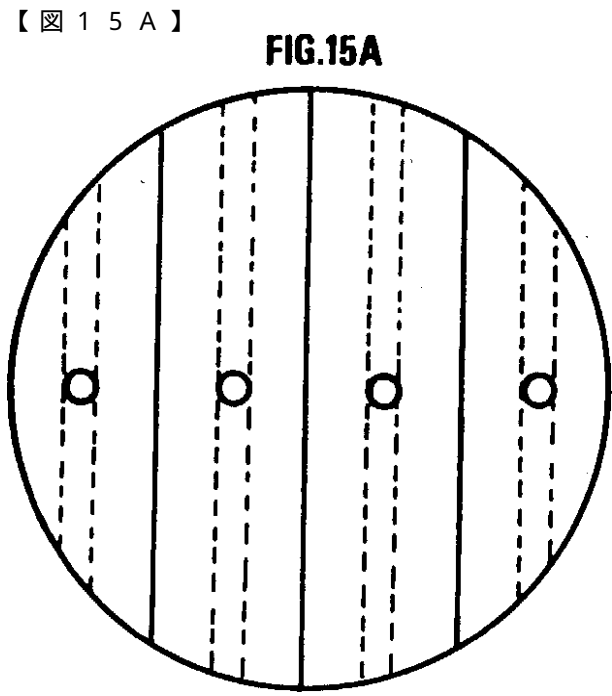
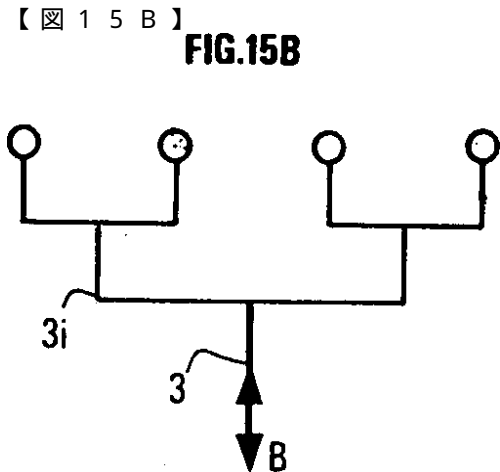
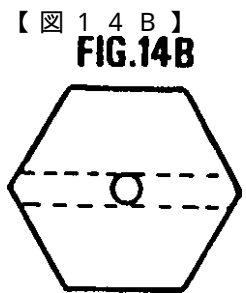
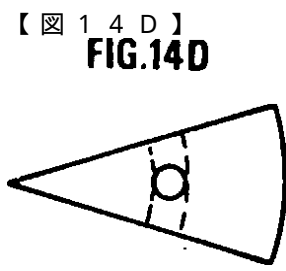
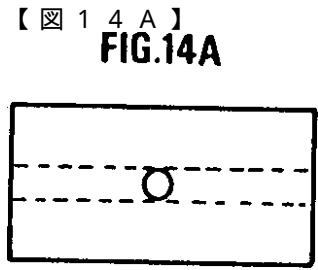
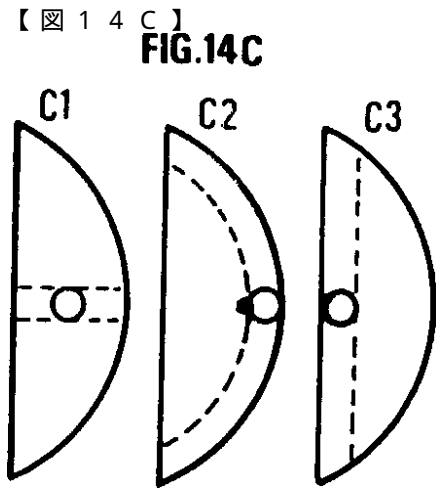
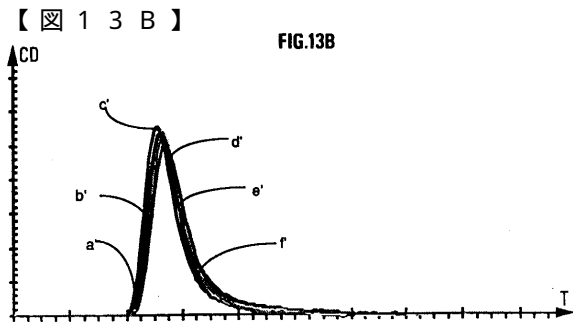
FIG.12A



【 13 A 】

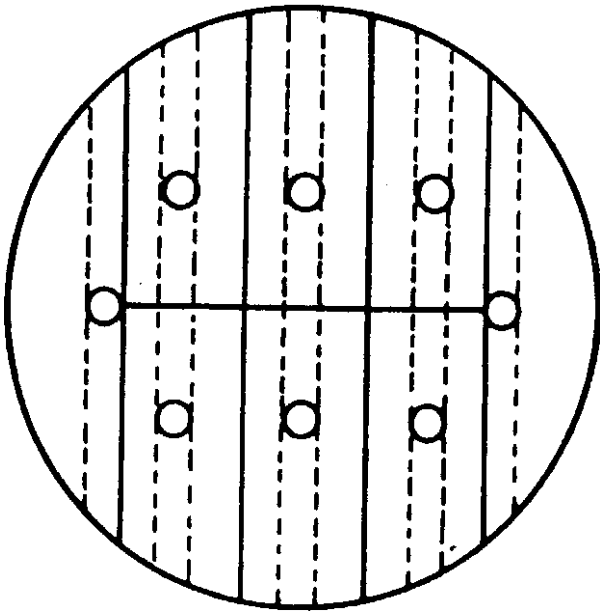
FIG.13A





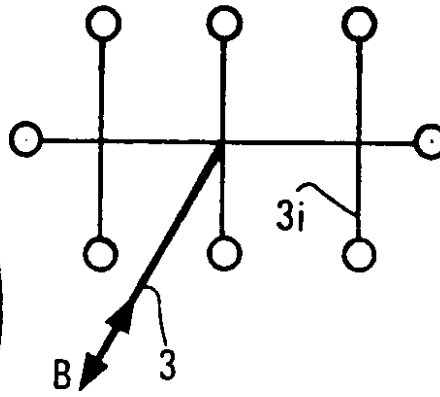
【 図 1 6 A 】

FIG.16A



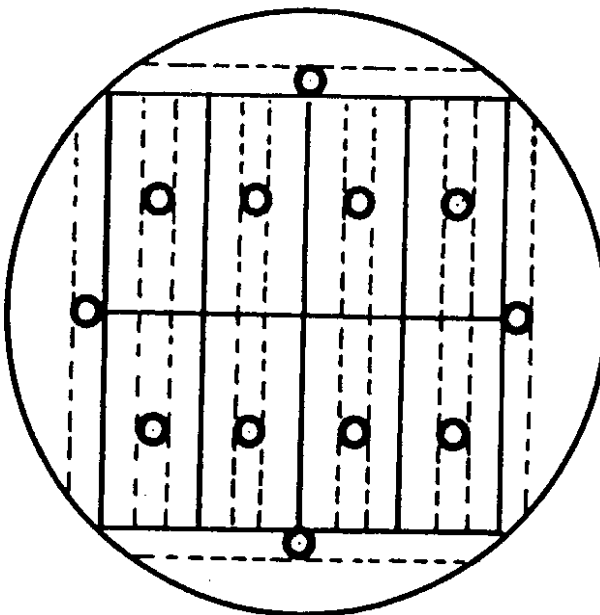
【 図 1 6 B 】

FIG.16B



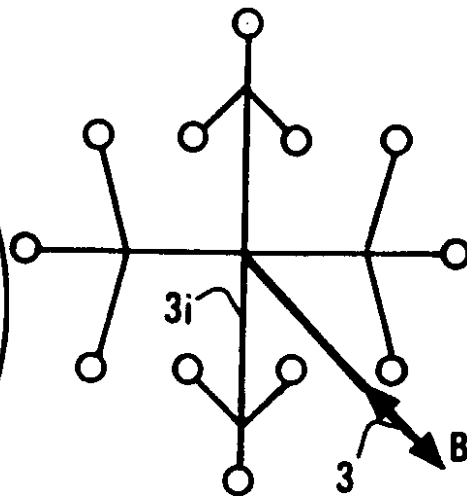
【 図 1 7 A 】

FIG.17A



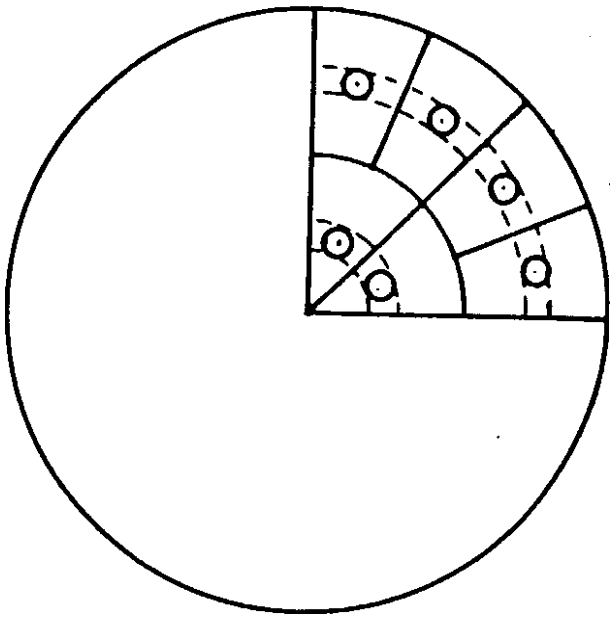
【 図 1 7 B 】

FIG.17B



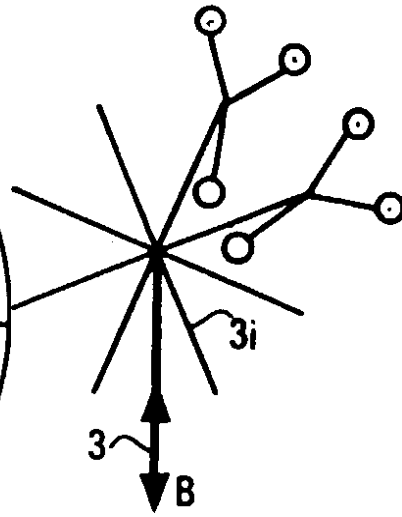
【 18 A 】

FIG.18A



【 18 B 】

FIG.18B



---

フロントページの続き

- (72)発明者 アルテール、イザベル  
フランス国 エフ 69008 リヨン、リュ ラネック、14
- (72)発明者 ダルマンシェール、ドニ  
フランス国 エフ 38200 ビエンヌ、シュゼール、アモ ド ブソル、ルト ナショナル ( 番地なし)
- (72)発明者 ルナール、ピエール  
フランス国 エフ 78860 サン ノム ラ ブルテッシュ、アレ デ ロマリン、8

審査官 服部 智

- (56)参考文献 特開昭63-296838(JP,A)  
米国特許第03723072(US,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl.<sup>7</sup>, DB名)  
B01D 15/00 - 15/08  
B01J 8/02 - 8/06