

#### Область винаходу

Даний винахід відноситься до пристрою для розподілу рідини в колону. Даний винахід відноситься також до пристрою для відбору рідини з колони. Винахід відноситься також до способів використання пристрою відповідно до даного винаходу.

Пристрій розподілу і/або пристрій відбору відповідно до даного винаходу можна використовувати в реакторах або колонах з нерухомим або рухливим шаром, таких як хроматографічні сепараційні колони, іонообмінні колони, адсорбційні колони і т.д.

#### Рівень техніки

Загальна проблема, зв'язана з пристроями розподілу, полягає в тому, що рідину, що підлягає розподілу, вводять у колону через трубу, яка має відносно малий діаметр у порівнянні з діаметром колони. Рідину слід розподілити рівномірно по всьому поперечному перерізу колони і з мінімальною часовою затримкою і мінімальним розподілом часової затримки. Аналогічно, пристрій для відбору повинний зібрати рідину з колони рівномірно, з мінімальною часовою затримкою і мінімальним розподілом часової затримки і передати рідину далі в трубу. Це особливо важливо і це важко здійснити, коли площа поперечного перерізу колони велика і/або, особливо, коли довжина колони мала. Як пристрій розподілу, так і пристрій відбору повинні мати мінімальний об'єм змішування рідинних фронтів. Це означає, що, наприклад, при роботі хроматографічної колони повинний залишатися визначений градієнт концентрації між, наприклад, вихідним матеріалом і елюентом, що також забезпечує передачу профілю поділу в наступну колону, якщо необхідно і коли необхідно. Щоб мінімізувати об'єм змішування, пристрої повинні бути якнайближче до насадного матеріалу колони. У той же самий час пристрій повинний запобігати засмічення пристрою розподілу або відбору насадним матеріалом колони. Коли пристрій розподілу і/або пристрій відбору розташовані цілком поза насадним матеріалом колони, вони допускають геометрично ідеальну форму для шару насадного матеріалу колони. Пристрої розподілу й відбору повинні також мати малий перепад тисків.

У патенті США 4 537 217 описаний пристрій для поділу рідини і спосіб поділу рідини, призначені для застосування в хроматографії. Пристрій для поділу рідини містить розподільні тарілки, що мають рекурсивні канали на одній стороні тарілки і рівномірно розподілені отвори з іншої сторони тарілки. Рекурсивні канали мають практично однакову довжину і опір геометричному потоку. Також розкриті в заявці канали з рекурсивним Т-з'єднанням. Однак є кілька незручностей, зв'язаних з реалізацією цього винаходу. Одне з утілень винаходу, що описане в цьому патенті США, можна застосовувати як таке тільки в колоні, яка є квадратною в поперечному перерізі. У цьому патенті США описане також рішення для колон із круглим поперечним перерізом. Для круглих колон розподільчий пристрій містить розподільні отвори, що розташовані в межах області, обмежених периметрами концентричних кіл. Однак заявлений пристрій для колон із круглим поперечним перерізом практично дуже важко застосувати в колонах з діаметром більше 0,3 м.

У патенті США 4 604 199 описана фільтраційна колона, що має основу з взаємно підігнаними виступами і поглибленнями. У поглибленнях покладені труби, що розгалужуються, з рівномірно розподіленими дрібними отворами з нижньої сторони, й що оточені екранами або конічними трубами. Труби, що розгалужуються, підходять до колекторних труб, які, у свою чергу, ведуть до виходу. Пристрій такого типу схильний до механічних і конструктивних проблем, які обумовлені розширенням і стиском насадного матеріалу колони. Одна з проблем, що зв'язана з цим типом пристрою, полягає в тому, що в пристрої має місце сильне змішування рідинних фронтів, а це означає, що сепараційне середовище не може працювати ефективно. Сильне змішування рідинних фронтів викликане тим, що пристрій розташований у насадному матеріалі колони.

У патенті США 5 423 982 описана рідинна хроматографічна колона, пристосована для хімічної стерилізації *in situ*. Колона включає пристрій розподілу рідини, яка подається по розподільчому каналу, по всьому поперечному перерізу колони. Пристрій розподілу рідини - це переважно металева тарілка або багат шаровий спечений металевий фільтр, перфорована пластина з діаметром отворів менше нижнього діаметра часток смоли або тканин і/або спечений моношар з нержавіючої сталі, наварений на металеве кільце.

У патенті США 5 324 426 описана хроматографічна колона, у якій одна або більше кінцевих тарілок, що обмежують колону, обладнані спеціально розробленими виступами і поглибленнями, щоб розподілити рідину, що входить, по площі поперечного перерізу колони. Розподільні тарілки мають радіально орієнтовані проходи для рідини, глибина яких зменшується від центра тарілки до периферії.

У патенті США 5 141 635 описаний пристрій для розподілу рідини, що містить сепаратор, що складається з диска з пористого матеріалу, і розподільну тарілку, що має на лицьовій стороні кільцеві канали, зв'язані трубопроводами з подавальною / нагнітальною лінією. Ці канали з'єднані отвором у тарілці, де має місце перепад тисків. Перепад тисків обернено пропорційний площі каналів. Цей патент США описує також використання пористих пластин між шаром смоли і розподільними тарілками, що перешкоджають проникненню смоли в канали.

У патенті США 5 354 460 описана система переміщення рідини з уніфікованим пристроєм розподілу для рідини. У пристрої розподілу використовуються східчасті сопла з рекурсивними каналами для потоку. Східчасті сопла розміщені поруч один з одним у вигляді концентричних кілець навколо центрального отвору.

У патенті США 4 565 216 описаний пристрій для гравіметричного розподілу рідини для масопровідних і теплопередавальних колон. Пристрій використовує резервуар з виходами для труб, множину окремих розподільників у вигляді трубопроводів і вимірювальні пристрої між резервуаром і окремими розподільниками для виміру парціальних потоків рідини через окремі розподільники. У цьому патенті США показано, що поперечний переріз колони розділений на 6 секцій і шестикутну центральну секцію.

Кочергін і Керні (Zuckerindustrie 126 (2001) No. 1, 51-54) описують рекурсивні системи для розподілу рідини. Термін "рекурсивний" означає в даному контексті рекурсивний поділ потоку по каналах, які є практично подібними. Досягнення необхідного рівня виконання цієї задачі означає, що в створюваній рекурсивній структурі має бути велика кількість розгалужень, і це робить системи дуже складними і дорогими.

Проблеми, зв'язані з вищезгаданими описаними рішеннями попереднього рівня техніки, - це поганий

розподіл рідини по всьому поперечному перерізу колони або незадовільний збір рідини з усього поперечного перерізу колони або складна і дорога конструкція пристрою розподілу і/або пристрою відбору, особливо коли використовуються великі колони. Поганий розподіл або збір рідини, наприклад, при роботі хроматографічної колони приводить до змішування рідинних фронтів, збільшенню часової затримки і розподілу часової затримки. Рідинний фронт означає градієнт концентрації між різними компонентами в рухливій фазі, наприклад, градієнт концентрації між вихідним матеріалом, що подається, і елюентом. Часова затримка пристрою розподілу і/або пристрою відбору - це об'єм пристрою, поділений на швидкість потоку рідини. Розподіл часової затримки - це тривалість розподілу / збору в часі. Мінімальний розподіл часової затримки означає, що введена в колону рідина розподіляється з кожної точки розподільного пристрою практично одночасно або що рідина, що витікає з колони, відбирається з кожної точки пристрою відбору рідини практично одночасно. Багато які з рішень попереднього рівня техніки призводять до великих об'ємів змішування рідинних фронтів. Змішування рідинних фронтів призводить до розбавлення в колоні. Це призводить далі до того, що ефективність роботи насадного матеріалу падає, і це означає, що поділ бажаних компонентів є незадовільним або вимагає більшого об'єму насадного матеріалу колони. Коли в колоні має місце розбавлення, експлуатаційні витрати збільшуються.

Суть винаходу

Задача даного винаходу полягає в тому, щоб створити пристрій і спосіб, що усувають вищезгадані недоліки. Задача винаходу вирішується пристроями, які характеризуються ознаками, заявленими в незалежних пунктах формули винаходу. Кращі втілення винаходу розкриті в залежних пунктах формули винаходу.

Винахід базується на ідеї розподілу рідини до колони, наприклад хроматографічної колони, і відбору з неї з мінімальною часовою затримкою, мінімальним розподілом часової затримки і мінімальним об'ємом змішування рідинних фронтів.

Пристрій розподілу рідини за винаходом містить

a) першу систему транспортування рідини, по якій потік рідини подається до точок подачі; і

b) розподільну тарілку, що містить:

i) перші засоби для проходу рідини, що пристосовані для поділу потоку рідини, що надходить із точок подачі/розподілу, на кілька парціальних потоків рідини і розподілу парціальних потоків рідини далі по поперечному перерізу колони; і

ii) перші засоби керування парціальними потоками рідини в окремих секціях за допомогою перепаду тиску в перших засобах для проходу рідини.

Пристрій відбору рідини за винаходом містить

a) колекторну тарілку, що містить

i) другі засоби для проходу рідини, що пристосовані для прийому з колони декількох парціальних потоків рідини і передачі потоків рідини до точок збору/прийому; і

ii) другі засоби керування тиском парціальних потоків рідини за допомогою перепаду тиску в других засобах для проходу рідини; і

b) другу систему транспортування рідини для прийому/збору потоку рідини від точок збору/прийому.

Пристрій розподілу рідини за даним винаходом вирішує задачу рівномірного розподілу рідини в колоні з мінімальною часовою затримкою, з мінімальним розподілом часової затримки й з мінімальним змішуванням рідинних фронтів.

Пристрій розподілу рідини за даним винаходом включає засоби подачі рідини, зокрема розподільні канали, з яких рідина може бути розподілена в колону. Рідина може бути розподілена в колону рівномірно з усієї довжини розподільного каналу або з частини розподільного каналу. Це досягається засобами керування потоками рідини, що направляють їх на парціальні секції тарілки. Засоби керування потоками рідини забезпечують перепад тисків, що змушує потік рідини розподілятися рівномірно.

Засоби керування потоком рідини можуть бути соплами або отворами.

Сопла або отвори можуть бути розташовані між точкою подачі рідини і розподільним каналом, між точкою подачі рідини і сполучним каналом або між сполучним каналом і розподільним каналом.

Засоби керування потоком рідини можуть альтернативно бути диском з отворами. Диск з отворами може бути розташований після розподільних каналів.

Рівномірний розподіл рідини досягається також такою конструкцією засобу для проходу рідини, у якій поперечний переріз засобу для проходу рідини зменшується при зменшенні величини потоку рідини в засобі для проходу рідини.

Пристрій відбору рідини за даним винаходом вирішує задачу рівномірного відбору рідини з колони з мінімальною часовою затримкою, з мінімальним розподілом часової затримки і з мінімальним змішуванням рідинних фронтів.

Пристрій відбору рідини даного винаходу включає засоби для проходу рідини, зокрема колекторні канали, у які рідина надходить з колони. Рідина може бути відібрана з колони рівномірно вздовж усієї довжини колекторного каналу або його частиною. Цього можна досягти засобами керування потоками рідини, які надходять з парціальних секцій тарілки. Засоби керування потоками рідини забезпечують перепад тисків, який забезпечує рівномірний відбір потоків рідини.

Засоби керування потоком рідини можуть бути соплами або отворами. Сопла або отвори можуть бути розташовані між точкою подачі рідини і колекторним каналом, між точкою подачі рідини і сполучним каналом або між сполучним каналом і колекторним каналом.

Засоби керування потоком рідини можуть альтернативно бути диском з отворами. Диск з отворами може бути розташований перед колекторними каналами. Рівномірний відбір рідини також досягається такою конструкцією засобу для проходу рідини, у якій поперечний переріз засобу для проходу рідини збільшується при збільшенні величини потоку рідини в засобі для проходу рідини.

Перевага даного винаходу полягає в тому, що рідина розподіляється і збирається рівномірно по всьому

поперечному перерізу колони, наприклад хроматографічної колони, з мінімальною часовою затримкою, мінімальним розподілом часової затримки і мінімальним змішуванням рідинних фронтів. Рідина також розподіляється і/або збирається з мінімальною турбулентністю по всьому поперечному перерізу колони. Відсутність часової затримки і мінімальний розподіл часової затримки при розподілі і/або зборі рідини в процесі поділу збільшує поділ бажаних фракцій. Інша перевага даного винаходу полягає в тому, що при використанні в колоні, наприклад в хроматографічній колоні, пристрою розподілу і/або пристрою відбору за винаходом об'єми змішування рідинних фронтів мінімальні. Малий об'єм змішування рідинних фронтів дозволяє краще використовувати насадний матеріал колони. Це означає, що кращий поділ бажаних продуктів може бути досягнутий із меншою кількістю насадного матеріалу колони. Усе це приводить до більш низьких інвестиційних витрат.

Ще одна перевага даного винаходу полягає в тому, що насадний матеріал колони утримується поза пристроєм розподілу і/або пристроєм відбору і тому насадний матеріал колони не забиває пристрій розподілу і/або пристрій відбору. Інша перевага пристрою розподілу і/або пристрою відбору даного винаходу полягає в тому, що вони можуть успішно використовуватися при низькому перепаді тиску. Одна з переваг даного винаходу полягає також у тому, що використання пристрою розподілу і/або пристрою відбору приводить до меншого розбавлення, тому ефективність устаткування, що використовує один або обидва ці пристрої, поліпшується. Це приводить також до меншого споживання енергії, наприклад, завдяки тому, що потрібні більш низькі концентрації. Пристрої за даним винаходом також легко очистити, і їх можна легко змонтувати на колоні і демонтувати з колони. Одна з переваг даного винаходу також у тому, що пристрої особливо корисні в колонах, що мають великий поперечний переріз і малу довжину шару.

Короткий опис креслень

Далі винахід буде описаний більш детально на прикладах кращих утілень з посиланням на додані креслення, де:

Фігура 1 показує вигляд збоку пристрою розподілу рідини, що містить першу систему 1 транспортування рідини, точки подачі 2 і розподільну тарілку 3;

Фігура 2 показує вигляд зверху пристрою розподілу рідини, що містить першу систему 1 транспортування рідини, точки подачі 2 і верхню тарілку 3а колони;

Фігура 3 показує розподільну тарілку 3, що містить точки подачі 2, першу центральну секцію 7, множину перших секцій 8, перші проходи 4 для рідини, розподільні канали 5 і засіб 6 керування парціальними потоками;

Фігура 4 показує вигляд знизу пристрою відбору рідини, що містить тарілку 9а основи колони, колекторні точки 10 і другу систему 11 транспортування рідини;

Фігура 5 показує вигляд збоку пристрою відбору рідини, що містить колекторну тарілку 9, колекторні точки 10 і другу систему 11 транспортування рідини;

Фігура 6 показує колекторну тарілку 9, що містить колекторні точки 10, другу центральну секцію 15, множину других секцій 16, другі проходи 12 для рідини, колекторні канали 13 і другі засоби 14 керування парціальними потоками;

Фігура 7 показує сепараційну систему, що містить пристрій розподілу 17, роздільну колону 19 і пристрій відбору 18.

Фігура 8 показує розподільну тарілку 3, що містить першу центральну секцію 7 і множину перших секцій 8, в якій множина перших секцій 8 розподілена по двох кільцях.

Фігура 9 показує колекторну тарілку 9, що містить другу центральну секцію 15 і множину других секцій 16, в якій множина других секцій 16 розподілена по двох кільцях.

Фігура 10 показує розподільну тарілку 3, що містить перші проходи 4 для рідини, перші сполучні канали 5а і розподільні канали 5b.

Фігура 11 показує колекторну тарілку 9, що містить другі проходи 12 для рідини, другі сполучні канали 13а і колекторні канали 13b;

Фігура 12 показує профіль концентрації при елююванні із експериментальної колони відповідно до Прикладу 1.

Детальний опис кращих утілень винаходу

Пристрій розподілу рідини за даним винаходом містить:

а) першу систему 1 транспортування рідини, по якій рідина подається до точок подачі 2; і

б) розподільну тарілку 3, що містить

i) перші засоби 4; 5; 5а; 5b для проходу рідини, які призначені для поділу потоку рідини, що надходить із точок подачі 2, на кілька парціальних потоків і подальшого розподілу парціальних потоків; і

ii) перші засоби 6 керування парціальними потоками рідини до перших парціальних секцій за допомогою перепаду тисків.

Перша система 1 транспортування рідини може бути виконана з використанням множини труб, як показано на Фігурі 2. Вона може також бути виконана з використанням кондукторної плити. Кондукторна плита може містити канали для рідини або може бути виконана з використанням труб, вмонтованих у плиту. Кондукторна плита може бути розміщена в колоні між верхньою тарілкою 3а колони і розподільною тарілкою 3.

Перші засоби для проходу рідини можуть бути наприклад першими проходами 4 для рідини або першими каналами 5; 5а; 5b. Перші проходи для рідини можуть бути, наприклад, каналами, або вони можуть бути порожниною, що має круглу або подовжену форму. Канали можуть бути сполучними каналами 5а або розподільними каналами 5b.

В одному втіленні даного винаходу розподільна тарілка містить перші проходи 4 для рідини і розподільні канали 5. В іншому втіленні даного винаходу розподільна тарілка містить перші проходи 4 для рідини і перші сполучні канали 5а, що з'єднують перші проходи 4 для рідини з розподільними каналами 5b. Форма першого проходу для рідини може варіюватися, і він може бути, наприклад, круглим або подовженим.

Розподільна тарілка 3 розділена на кілька перших секцій, що включають першу центральну секцію 7 і множину перших секцій 8. Перша центральна секція 7 має взагалі форму багатокутника, переважно вона має

форму правильного багатокутника. Перша центральна секція може мати, наприклад, форму квадрата, п'ятикутника, шестикутника або октаедра або багатокутника більш високого порядку. Перша центральна секція може також мати круглу форму. Переважно перша центральна секція має форму октаедра. Розподільна тарілка може також бути виконана без першої центральної секції. Перші секції 8 можуть бути розподілені по одному або кількох кільцях навколо першої центральної секції 7. Звичайно перші секції створюють одне кільце навколо першої центральної секції, але, якщо діаметр колони відносно великий (наприклад, більше 1 м), перші секції можуть бути розподілені по двох або декількох кільцях навколо першої центральної секції. Число перших секцій 8 у кільці поруч з першою центральною секцією 7 переважно відповідає числу сторін першої центральної секції. Наприклад, якщо перша центральна секція має форму октаедра, число перших секцій у кільці поруч з першою центральною секцією - 8. Число перших секцій у зовнішньому кільці може бути, наприклад, у два рази більше числа перших секцій у внутрішньому кільці поруч з ним. Це означає, що, якщо перша центральна секція має форму октаедра, число перших секцій у кільці поруч з першою центральною секцією - 8, а число перших секцій у кільці поруч з першим кільцем - від 14 до 16. Звичайно площа першої центральної секції приблизно дорівнює площі кожної першої секції, або площа першої центральної секції приблизно в два рази більше площі першої секції.

У пристрої розподілу за даним винаходом може використовуватися опорна плита. Секції або розподільна тарілка можуть бути приєднані до опорної плити.

В одному втіленні даного винаходу перший засіб для проходу рідини на розподільній тарілці 3 включає перші проходи 4 для рідини, з яких рідина тече через перші засоби 6 керування парціальними потоками до розподільних каналів 5. Розміри перших засобів 6 керування парціальними потоками розраховані так, щоб кількість рідини, що проходить через перші засоби, відповідала площі розподілу, що обслуговується відповідними розподільними каналами. Перші проходи 4 для рідини можуть бути перпендикулярні до розподільних каналів 5, і точка подачі 2 переважно знаходиться приблизно в середині першого проходу 4 для рідини. Переважно, перепад тисків на перших засобах керування парціальними потоками істотно вище в порівнянні з перепадом тисків на інших ділянках розподільної тарілки.

Перші проходи 4 для рідини і розподільних каналів 5 можуть бути на одній стороні розподільної тарілки, але взагалі розподільна тарілка 3 містить перші проходи 4 для рідини на зовнішній стороні розподільної тарілки і розподільні канали 5 на внутрішній стороні розподільної тарілки. Зовнішня сторона розподільної тарілки означає в цьому контексті сторону розподільної тарілки, звернену убік від насадного матеріалу, наприклад, хроматографічної смоли, у колоні. Внутрішня сторона розподільної тарілки означає в цьому контексті сторону розподільної тарілки, звернену до насадного матеріалу в колоні. Перші проходи 4 для рідини і розподільних каналів можуть бути також виконані з використанням труб.

В іншому втіленні даного винаходу перші засоби для проходу рідини на розподільній тарілці 3 включають перші проходи 4 для рідини, від яких рідина тече через перші засоби 6 керування парціальними потоками в перші сполучні канали 5a. Перші сполучні канали 5a з'єднують перші проходи 4 для рідини і розподільні канали 5b. Від розподільних каналів 5b рідина розподіляється по поперечному перерізу колони. Перші сполучні канали 5a і розподільні канали 5b можуть також бути виконані з використанням труб. Перші засоби 6 керування парціальними потоками можуть також бути розміщені між першими сполучними каналами 5a і розподільними каналами 5b. Розміри перших засобів 6 керування парціальними потоками розраховані так, щоб кількість рідини, що проходить через перші засоби керування парціальними потоками, відповідала площі розподілу, що обслуговується відповідними розподільними каналами.

Перші проходи 4 для рідини і/або сполучні канали 5a і розподільні канали 5b можуть бути на одній стороні розподільної тарілки, але звичайно розподільна тарілка 3 має перші проходи 4 для рідини і сполучні канали 5a на зовнішній стороні розподільної тарілки, а розподільні канали 5b - на внутрішній стороні розподільної тарілки. Зовнішня сторона розподільної тарілки означає в цьому контексті сторону розподільної тарілки, звернену убік від насадного матеріалу, наприклад, шару хроматографічної смоли, у колоні. Внутрішня сторона розподільної тарілки означає в цьому контексті сторону, звернену до насадного матеріалу в колоні. Перші проходи 4 для рідини і розподільні канали 5b можуть бути також виконані з використанням труб.

Перші засоби 6 керування парціальними потоками включають сопла і/або отвори. Розподільна тарілка може також бути виконана без сопел, але з отворами, з використанням, наприклад, диска з отворами.

Відстані між каналами переважно постійні. Розподільна тарілка містить розподільні канали, які виконані таким чином, що довжина розподільних каналів на одиницю площі є, переважно, практично постійною по всій розподільній тарілці.

Розподільні канали виконані так, що забезпечують рівномірний розподіл рідини по всьому поперечному перерізу колони. Розміри розподільних каналів розраховані так, щоб забезпечувати рівномірну і практично постійну лінійну швидкість потоку. Наприклад, для водного розчину цукру це означає, що лінійна швидкість потоку в каналах становить від 0,2 до 4 м/с. Щоб підтримувати лінійний потік постійним у перших проходах для рідини, площа поперечного перерізу першого проходу 4 для рідини переважно поступово зменшується від точки подачі 2 до кінця першого проходу для рідини. Щоб підтримувати лінійний потік постійним у розподільних каналах, площа поперечного перерізу розподільного каналу поступово зменшується від першого засобу 6 керування парціальним потоком, наприклад, від сопла або отвору, до кінця розподільного каналу. Розмір розподільних каналів 5 розрахований так, щоб по розподільних каналах на насадний матеріал колони розподілялася однакова кількість рідини на одиницю площі. Об'ємна швидкість потоку рідини через канали зменшується через те, що рідина іде з каналу. Згадана конструкція каналів мінімізує часову затримку, розподіл часової затримки й об'єм змішування рідинних фронтів, розподілених у колоні. Переважно, відношення суми довжин каналів до одиниці площі практично постійно по всій розподільній тарілці.

Розподільна тарілка може бути виготовлена з придатного металу або пластмас, наприклад, типу нержавіючої сталі або полісульфону. Тарілка містить канали, що, наприклад, видавлені, вигравіровані, пропиляні або відформовані на поверхні тарілки.

У пристрої розподілу може бути використаний перший засіб для відокремлення насадного матеріалу

колони від розподільної тарілки. Цей засіб може бути, наприклад, екраном або сіткою, і він може бути розташований між розподільною тарілкою і насадним матеріалом колони. Екран або сітка запобігають проникненню насадного матеріалу в розподільні канали розподільної тарілки і блокуванню розподільних каналів. Екран або сітка можуть бути комбінацією комірок з нержавіючої сталі або металевую спеченою пластиною або їх комбінацією типу Dynapore® і Fujiplate®, або це може бути виконаний з конічного дроту екран від Johnson Screens або Euroslot S.A. Одна з задач сітки або екрана, розміщеного перед насадним матеріалом колони, полягає в тому, щоб погасити надлишкову кінетичну енергію. Розподіл рідини може бути поліпшений розміщенням у колоні додаткової сітки або екрана після розподільних каналів.

Даний винахід відноситься також до способу розподілу рідини в колоні, у якому використовують вищезгаданий пристрій розподілу рідини й у якому

- a) подають рідину в першу систему 1 транспортування рідини;
- b) подають рідину до точки подачі 2;
- c) подають рідину від точки подачі 2 у перші проходи 4 для рідини;
- d) подають рідину з перших проходів 4 для рідини в розподільні канали 5; 5b при необхідності через перші засоби 6 керування парціальними потоками і через перші сполучні канали 5a; і
- e) розподіляють рідину з розподільних каналів 5; 5b рівномірно по поперечному перерізу колони.

Даний винахід відноситься до пристрою відбору рідини. Пристрій відбору за даним винаходом може бути виконаний так само, як описаний вище пристрій розподілу. Його розміщують, наприклад, у хроматографічній колоні так, щоб сторона колекторної тарілки з колекторними каналами була звернена до насадного матеріалу в колоні.

Пристрій відбору рідини за даним винаходом містить

- a) колекторну тарілку 9, що містить
  - i) другі засоби 13; 13a; 13b; 12 для проходу рідини, які призначені для збору потоку рідини від декількох парціальних потоків і подачі потоків до колекторних точок 10; і
  - ii) другі засоби 14 керування парціальними потоками рідини від других парціальних секцій за допомогою перемінного тиску; і
- b) другу систему 11 транспортування рідини, у яку рідина збирається через колекторні точки 10.

Колекторна тарілка 9 розділена на декілька других секцій, що включають другу центральну секцію 15 і множину других секцій 16. Друга центральна секція 15 має узагалі форму багатокутника, переважно вона має форму правильного багатокутника. Друга центральна секція може мати, наприклад, форму квадрата, п'ятикутника, шестикутника або октаедра або багатокутника більш високого порядку. Друга центральна секція може також мати круглу форму. Переважно друга центральна секція має форму октаедра. Пристрій відбору може також бути виконаний без другої центральної секції. Другі секції 16 можуть бути розміщені в одному або декількох кільцях навколо другої центральної секції. Звичайно другі секції створюють одне кільце навколо другої центральної секції, але, якщо діаметр колони є відносно великим (наприклад, більше 1 м), другі секції можуть бути розміщені в двох або декількох кільцях навколо другої центральної секції. Число других секцій 16 у кільці поруч із другою центральною секцією 15 переважно відповідає числу сторін другої центральної секції. Наприклад, якщо друга центральна секція має форму октаедра, число других секцій у кільці поруч із другою центральною секцією - 8. Число других секцій у зовнішньому кільці, наприклад, у два рази більше числа других секцій у внутрішньому кільці поруч з ним. Це означає, що якщо друга центральна секція має форму октаедра, число других секцій у кільці поруч із другою центральною секцією дорівнює 8, а число других секцій у кільці поруч з першим кільцем - від 14 до 16. Переважно, площа другої центральної секції дорівнює площі кожної другої секції, або площа другої центральної секції вдвічі більше площі другої секції.

У пристрої відбору даного винаходу може використовуватися опорна плита. Секції або колекторна тарілка можуть бути приєднані до опорної плити.

Другі засоби проходу рідини можуть бути, наприклад, другими проходами 12 для рідини або каналами 13; 13a; 13b. Другі проходи для рідини можуть бути, наприклад, каналами, або порожниною, що має круглу або подовжену форму. Канали можуть бути сполучними каналами 13a або колекторними каналами 13; 13b.

В одному втіленні даного винаходу колекторна тарілка має другі проходи 12 для рідини і колекторні канали 13. В іншому втіленні даного винаходу колекторна тарілка має другі проходи 12 для рідини і другі сполучні канали 13a, що з'єднують другі проходи 12 для рідини з колекторними каналами 13b. Форма другого проходу для рідини може варіюватися, і він може бути, наприклад, круглим або подовженим.

В одному втіленні даного винаходу другі засоби для проходу рідини на колекторній тарілці 9 містять другі проходи для рідини 12, у які рідина збирається через другі засоби керування парціальними потоками з колекторних каналів 13. Розміри других засобів керування парціальними потоками розраховані так, щоб кількість рідини, що проходить через другі засоби, відповідала площі збору, що обслуговується відповідними колекторними каналами, і вони забезпечують практично однакові перепади тисків. Другі проходи для рідини 12 можуть бути перпендикулярні колекторним каналам 13, і колекторна точка 10 знаходиться, переважно, приблизно в середині другого проходу для рідини 12. Переважно, щоб перепад тисків на других засобах керування парціальними потоками був істотно вище в порівнянні з перепадом тисків, що має місце в інших частинах колекторної тарілки.

Другі проходи для рідини і колекторних каналів можуть бути на одній стороні колекторної тарілки, але звичайно колекторна тарілка 9 містить другі проходи для рідини 12 на зовнішній стороні колекторної тарілки і колекторні канали 13 на внутрішній стороні колекторної тарілки. Зовнішня сторона колекторної тарілки означає в цьому контексті сторону колекторної тарілки, звернену убік від насадного матеріалу, наприклад хроматографічної смоли, у колоні. Внутрішня сторона колекторної тарілки означає в цьому контексті сторону колекторної тарілки, звернену до насадного матеріалу в колоні. Другі проходи для рідини і колекторних каналів можуть бути також виконані з застосуванням труб.

В іншому втіленні даного винаходу другі засоби для проходу рідини на колекторній тарілці 9 включають другі проходи для рідини 12, у які рідина збирається з других сполучних каналів 13a через другі засоби 14

керування парціальними потоками. Другі сполучні канали з'єднують другі проходи для рідини і колекторні канали 13b. Рідина збирається в колекторні канали з поперечного перерізу колони. Другі сполучні канали і колекторні канали можуть також бути виконані з застосуванням труб. Другі засоби керування парціальними потоками можуть також бути розташовані між другими сполучними каналами і колекторними каналами. Розміри других засобів керування парціальними потоками розраховані так, щоб кількість рідини, що проходить через другі засоби керування парціальними потоками, відповідала площі збору, що обслуговується відповідними колекторними каналами.

Другі проходи для рідини і/або сполучні і колекторні канали можуть бути на одній стороні колекторної тарілки, але взагалі колекторна тарілка 9 містить другі проходи для рідини 12 і сполучні канали 13b на зовнішній стороні колекторної тарілки і колекторні канали 13 на внутрішній стороні колекторної тарілки. Зовнішня сторона колекторної тарілки означає в цьому контексті сторону, звернену убік від насадного матеріалу, наприклад, шару хроматографічної смоли, в колоні. Внутрішня сторона колекторної тарілки означає в цьому контексті сторону, звернену до насадного матеріалу колони. Другі проходи для рідини і колекторних каналів можуть бути також виконані з застосуванням труб.

Другі засоби 14 керування парціальними потоками містять сопла і/або отвори. Розподільна тарілка може також бути виконана без сопел, але з отворами, із застосуванням, наприклад, диска з отворами.

Відстані між каналами переважно постійні. Колекторна тарілка має колекторні канали, виконані так, що довжина колекторних каналів на одиницю площі, переважно, постійна по всій колекторній тарілці.

Колекторні канали виконані так, щоб забезпечувати рівномірний збір рідини з усього поперечного перерізу колони. Розміри колекторних каналів розраховані так, щоб забезпечувати рівномірну і практично постійну лінійну швидкість потоку. Наприклад, для водного розчину цукру це означає, що лінійна швидкість потоку в каналах становить від 0,2 до 4 м/с. Щоб підтримувати лінійний потік постійним у других проходах для рідини, площа поперечного перерізу другого проходу 12 для рідини переважно поступово зменшується від колекторної точки 10 до кінця другого проходу для рідини. Щоб підтримувати потік постійним у колекторних каналах, площа поперечного перерізу колекторного каналу 13 поступово збільшується до другого проходу для рідини. Розмір колекторних каналів 13 розрахований так, щоб від колони по колекторних каналах проходила однакова кількість рідини. Об'ємна швидкість потоку рідини через канали збільшується в напрямку других проходів для рідини через надходження рідини в канал. Ця конструкція каналів мінімізує часову затримку, розподіл часової затримки й об'єм змішування рідинних фронтів у колоні. Переважно, відношення суми довжин каналів до одиниці площі є постійним по всій колекторній тарілці.

Колекторна тарілка може бути виконана з придатного металу або пластмас, типу, наприклад, нержавіючої сталі або полісульфону. Тарілка містить канали, що, наприклад, видавлені, вигравірувані, пропилені або відформовані на поверхні тарілки.

Друга система 11 транспортування рідини може бути виконана з застосуванням множини труб. Вона може також бути виконана з використанням кондукторної тарілки. Кондукторна тарілка може містити канали для проходу рідини або може бути виконана з використанням труб, вмонтованих у тарілку. Кондукторна тарілка може бути розміщена в колоні між тарілкою 9а основи колони і колекторною тарілкою 9.

У пристрої відбору може використовуватися засіб відокремлення насадного матеріалу від колекторної тарілки. Цей засіб може бути, наприклад, екраном або сіткою, і він може бути розташований між колекторною тарілкою і насадним матеріалом колони. Екран або сітка запобігають попаданню насадного матеріалу в канали колекторної тарілки і блокуванню колекторних каналів. Екран або сітка можуть бути комбінацією комірок із нержавіючої сталі або металевою спеченою пластиною або їх комбінацією типу Dynapore® і Fujiplate®, або це може бути виконаний з конічного дроту екран від Johnson Screens або Euroslot S.A. Збір рідини може бути поліпшений розміщенням додаткової сітки або екрана в колоні перед колекторними каналами.

Даний винахід також відноситься до способу відбору рідини з колони, у якому використовують вищезгаданий пристрій відбору рідини й у якому:

a) рівномірно збирають рідину з поперечного перерізу колони в колекторні канали 13; 13b;  
b) подають рідину по колекторних каналах 13; 13b до других проходів 12 для рідини через другі засоби 14 керування парціальними потоками;

c) подають рідину з других проходів 12 для рідини в колекторні точки 10; і  
d) подають рідину від колекторних точок 10 у другу систему 11 транспортування рідини.

Даний винахід відноситься також до сепараційної системи, наприклад, хроматографічної системи поділу, що містить вищезгаданий пристрій розподілу рідини і вищезгаданий пристрій відбору рідини. Даний винахід відноситься також до способу поділу, наприклад, хроматографічного поділу, у якому:

i) здійснюють розподіл рідини з використанням вищезгаданого пристрою розподілу, при якому  
a) подають рідину в першу систему 1 транспортування рідини;  
b) подають рідину до точок подачі 2;  
c) розподіляють рідину від точок подачі 2 у перші засоби для проходу рідини 4;  
d) розподіляють рідину з перших проходів 4 для рідини в розподільні канали 5; 5b через перші засоби 6 керування парціальними потоками і, при необхідності, через перші сполучні канали 5a; і  
e) розподіляють рідину з розподільних каналів 5; 5b рівномірно по всьому поперечному перерізу колони; і  
ii) здійснюють збір рідини з використанням вищезгаданого пристрою відбору рідини, при якому  
f) збирають рідину рівномірно з усього поперечного перерізу колони в колекторні канали 13; 13b,  
g) подають рідину з колекторних каналів 13; 13b у другі засоби 12 для проходу рідини через другі засоби 14 керування парціальними потоками і, при необхідності, через сполучні канали 13a;  
h) подають рідину від других засобів 12 для проходу рідини в колекторні точки 10; і  
j) подають рідину від колекторних точок 10 у другу систему транспортування рідини 11.

Даний винахід відноситься також до способу передачі градієнта концентрації або частини градієнта концентрацій від однієї колони в наступну колону. Спосіб включає стадії відбору градієнта концентрації з

використанням пристрою відбору даного винаходу від основи колони і передачі градієнта концентрації, наприклад по трубі, до наступної колони.

Даний винахід відноситься також до способу відбору градієнта концентрацій від однієї колони за допомогою пристрою відбору даного винаходу і передачі градієнта концентрації в наступну колону з використанням пристрою розподілу даного винаходу. Спосіб включає стадії відбору градієнта концентрації з використанням пристрою відбору даного винаходу з основи колони, передачі градієнта концентрації, наприклад, по трубі, і розподілу градієнта концентрації в наступній колоні з використанням пристрою розподілу даного винаходу.

Приклади

Приклад 1 Хроматографічний тест

Експериментальне устаткування містить колону (такого типу, наприклад, як показано на Фігурі 7), резервуар вихідного матеріалу і резервуар елюенту, насос подачі вихідного матеріалу і насос подачі елюентної води і вхідні вентилі для обох потоків, що подаються. Устаткування містить також вимірник густини (Micro Motion) для виміру потоку і густини потоку, що надходить, і блок керування потоками для керування потоками вихідного матеріалу і елюенту в колону. У колоні також розміщені датчики тиску для виміру тиску рідини у визначених точках: тиску рідини, що надходить, (P1) і тиску рідини в шарі смоли після пристрою подачі вихідного матеріалу (P2). Датчик тиску рідини P2 був ізольований від шару смоли екраном у вигляді сітки.

Висота шару насадного матеріалу в колоні була 1,0 м і діаметр шару насадного матеріалу в колоні був 1,0 м. Колона була упакована сильноокислою катіонною смолою типу гелю (MitsubishiUBK 530) у вигляді  $\text{Na}^+$ .

Як вихідний матеріал використовували 10 % по масі чистий розчин сахарози. Вихідний матеріал і елюентну воду використовували при температурі 85°C. Колона і сепараційна смола нагрівалися постійним потоком елюенту. На першій стадії 40 літрів вихідного розчину накачували в колону зі швидкістю потоку 40 л/хв. На другій стадії 500 літрів елюентної води накачували в колону зі швидкістю потоку 40 л/хв. На Фігурі 12 представлений профіль концентрацій після елюювання з експериментальної колони.

Використовуючи Фігуру 12, можна порахувати, що число теоретичних тарілок колони (N) перевищує 70 pcs, і висота теоретичної тарілки (HETP) менше 1,5 см. Ці розрахунки показника ефективності колони базуються на наступних рівняннях:

$$N = 16 \cdot (V_r / W_j)^2 \quad (1)$$

$$\text{HETP} = L / N \quad (2)$$

де

$V_r$  - пікове утримання у % від об'єму шару,

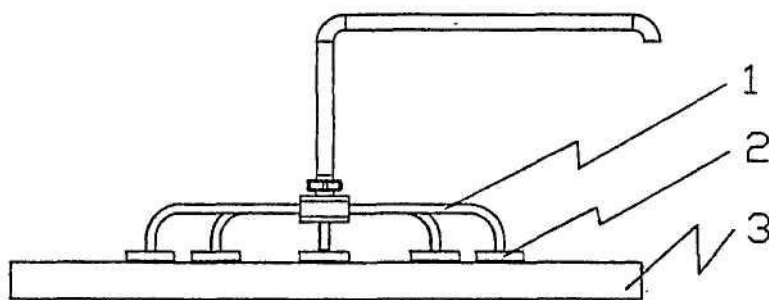
$W_j$  - тангенціальна ширина піка в % від об'єму шару,

L - довжина колони.

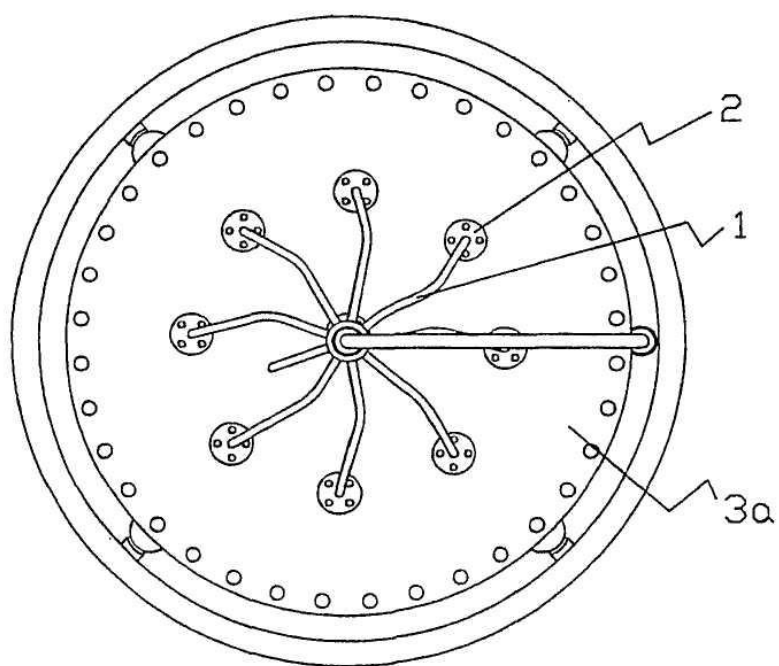
У Таблиці 1 представлені показання датчиків тиску від датчиків тиску P1 і P2 при умовах іспитів зі швидкістю потоку елюентної води 40 л/хв.

Таблиця 1

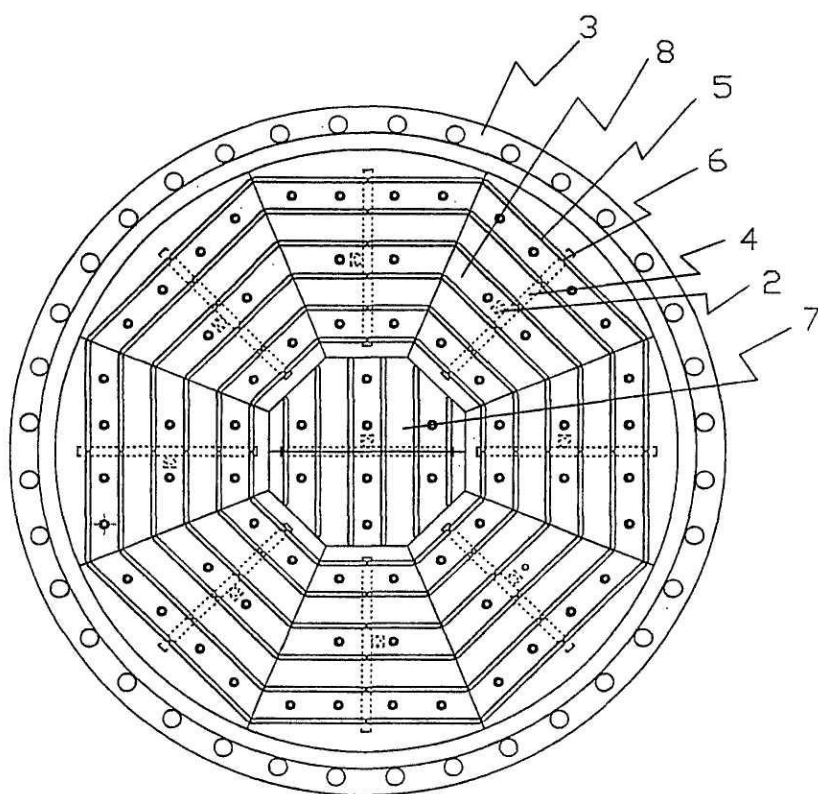
	P1	P2
Тиск, бар	0,91	0,72



ФІГ. 1

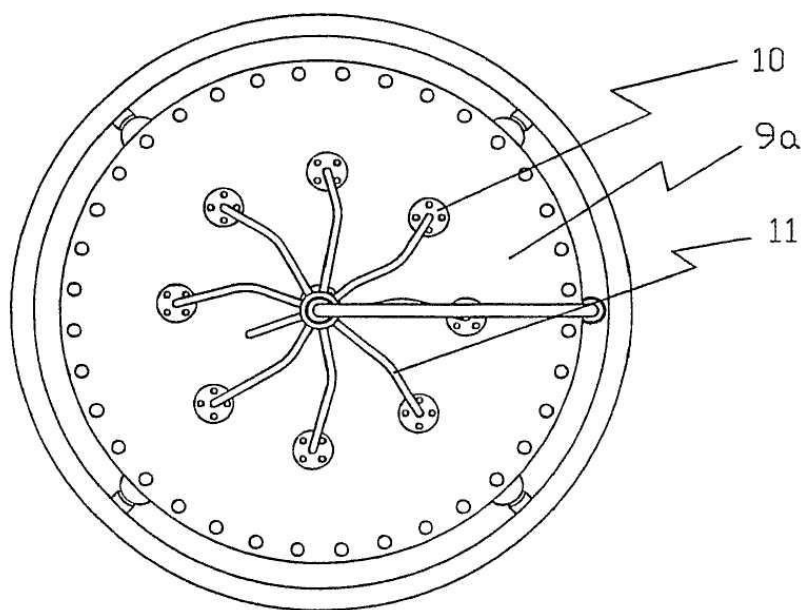


Фиг. 2

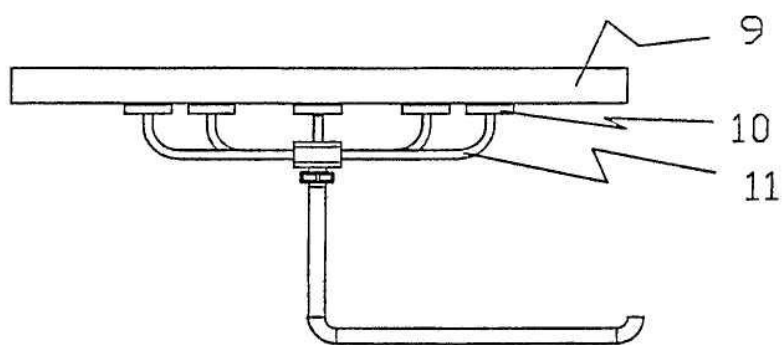


Фиг. 3

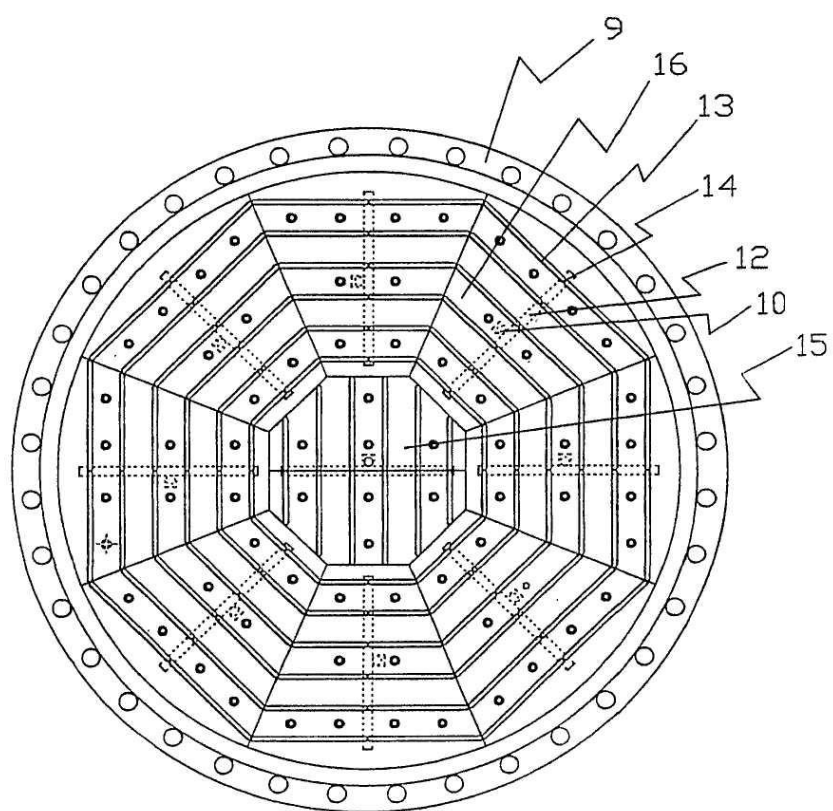




ФІГ. 4



ФІГ. 5



Фиг. 6

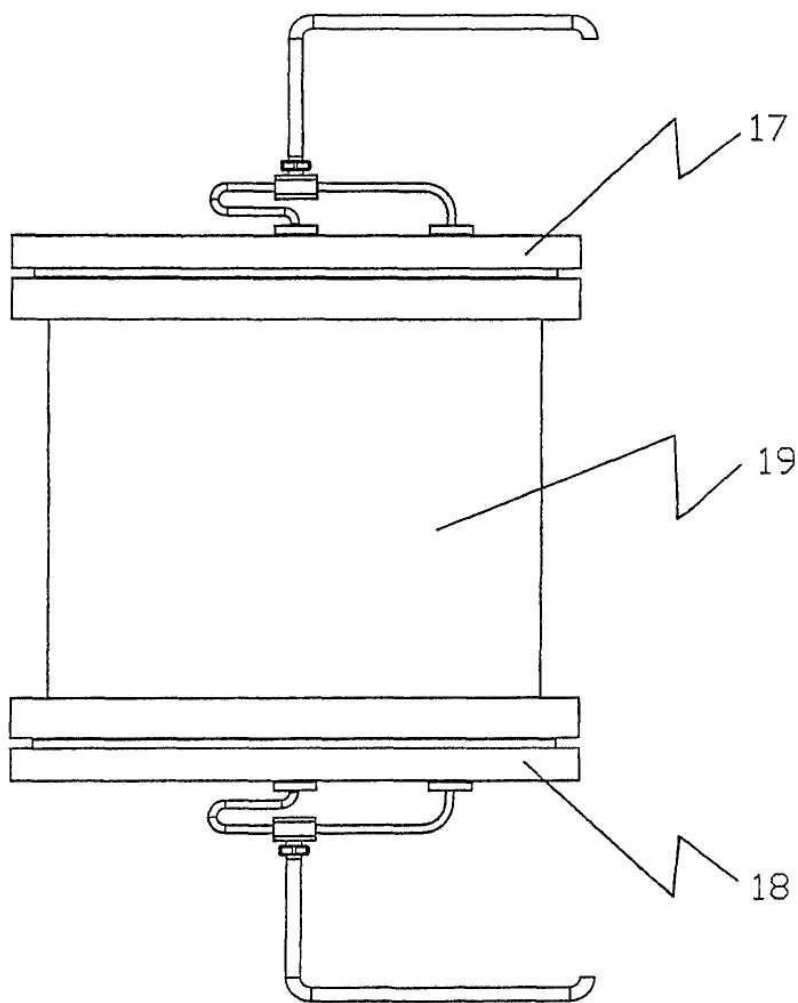


FIG. 7

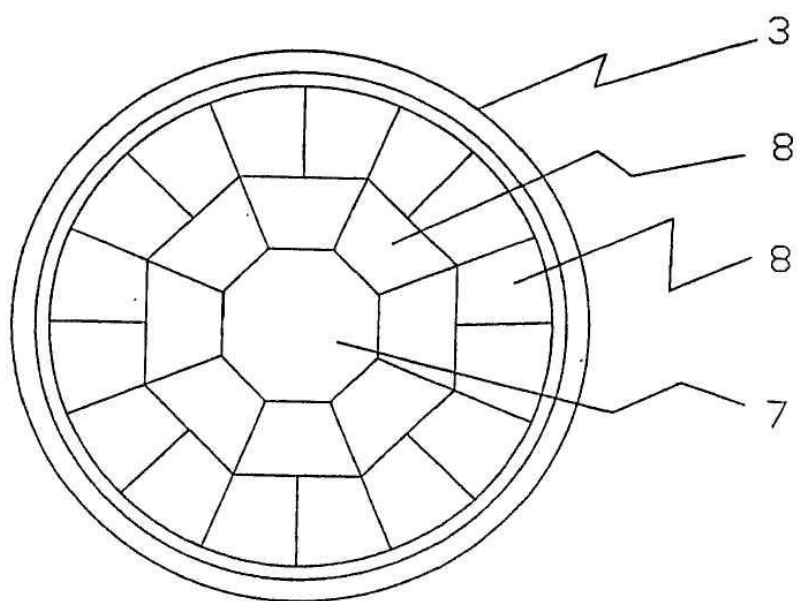


FIG. 8

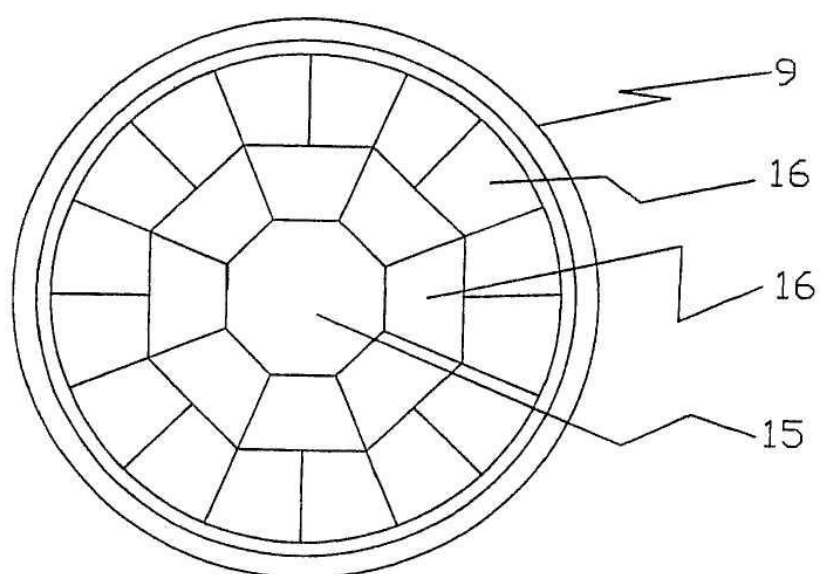


FIG. 9

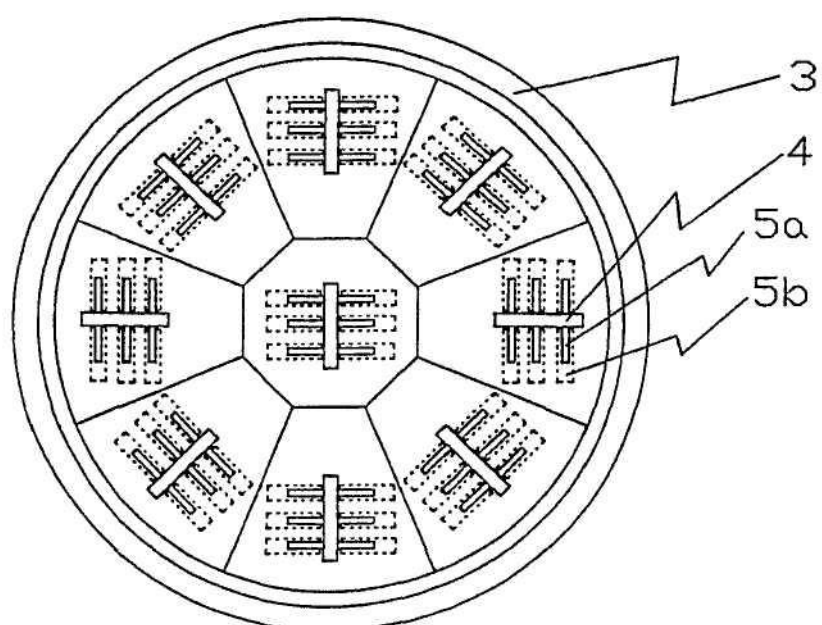
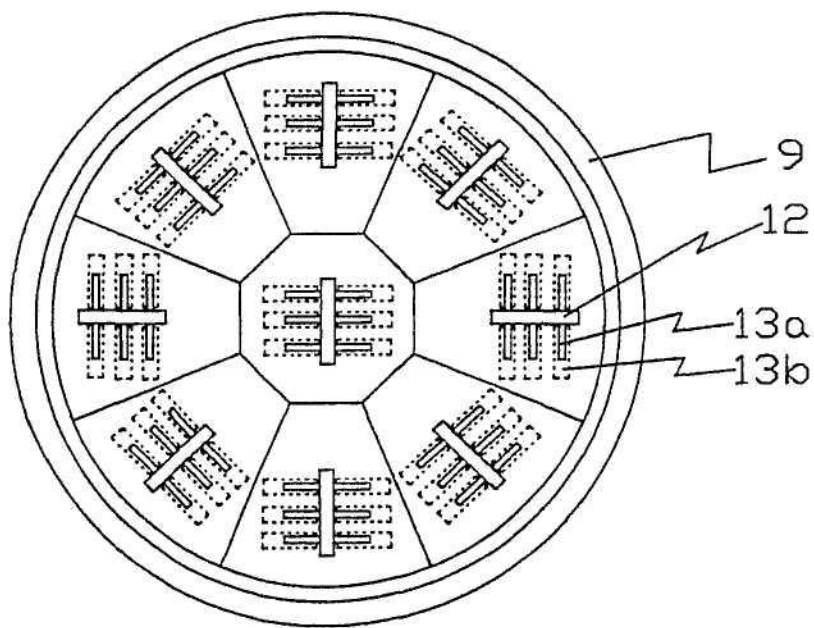
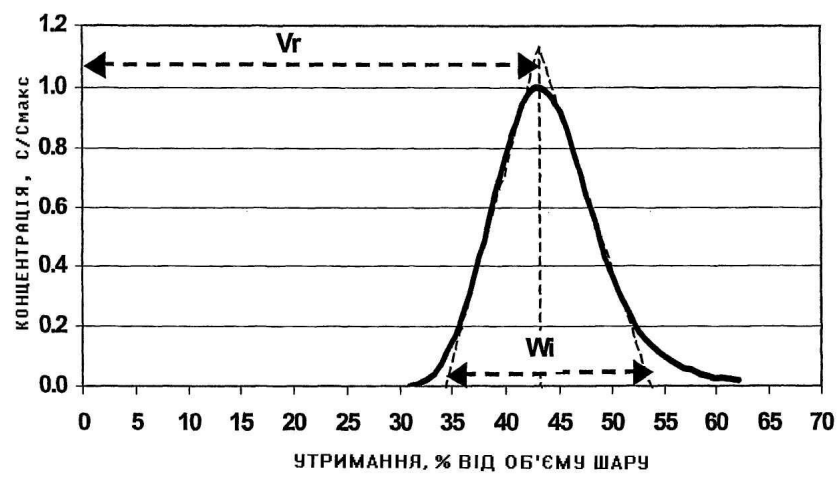


FIG. 10



ФІГ. 11



ФІГ. 12