

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6636652号
(P6636652)

(45) 発行日 令和2年1月29日(2020.1.29)

(24) 登録日 令和1年12月27日(2019.12.27)

(51) Int. Cl.	F I
BO1J 19/12 (2006.01)	BO1J 19/12 A
B65D 51/16 (2006.01)	B65D 51/16 310
BO1J 3/04 (2006.01)	BO1J 3/04 A
BO1J 3/02 (2006.01)	BO1J 3/04 B
	BO1J 3/04 D
請求項の数 15 (全 15 頁) 最終頁に続く	

(21) 出願番号	特願2018-557102 (P2018-557102)	(73) 特許権者	500119569
(86) (22) 出願日	平成29年5月1日(2017.5.1)		シーイーエム・コーポレーション
(65) 公表番号	特表2019-519361 (P2019-519361A)		アメリカ合衆国ノース・カロライナ州28
(43) 公表日	令和1年7月11日(2019.7.11)		106-0200, マッシュューズ, ピー・オー
(86) 国際出願番号	PCT/US2017/030384		ー・ボックス 200, スミス・ファーム
(87) 国際公開番号	W02017/192439		・ロード 3100
(87) 国際公開日	平成29年11月9日(2017.11.9)	(74) 代理人	100140109
審査請求日	平成30年11月28日(2018.11.28)		弁理士 小野 新次郎
(31) 優先権主張番号	62/330, 375	(74) 代理人	100118902
(32) 優先日	平成28年5月2日(2016.5.2)		弁理士 山本 修
(33) 優先権主張国・地域又は機関	米国 (US)	(74) 代理人	100106208
			弁理士 宮前 徹
(31) 優先権主張番号	15/447, 250	(74) 代理人	100120112
(32) 優先日	平成29年3月2日(2017.3.2)		弁理士 中西 基晴
(33) 優先権主張国・地域又は機関	米国 (US)		
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 デュアルアクションシールを備えた高温高压分解容器システム

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

高压反応用の容器システムであって、
 プラグ付きポリマー製シリンダー反応容器の壁を通して半径方向に延びる圧力ベント孔を備えた前記プラグ付きポリマー製シリンダー反応容器、
 前記プラグ付きポリマー製シリンダー反応容器を受ける支持フレーム、
 前記支持フレーム内の前記プラグ付きポリマー製シリンダー反応容器の配向及び前記半径方向に延びるベント孔を、前記支持フレームに関して規定された単一の位置に制限するための前記プラグ付きポリマー製シリンダー反応容器上及び前記支持フレーム上で補完する鍵構造要素を含み、
前記鍵構造要素が、
前記支持フレーム内で画定された角、及び
前記画定された角を前記支持フレーム内で係合させるための前記反応容器の鍵部を含む

前記容器システム。

【請求項2】

前記支持フレームが、前記反応容器が前記支持フレームに鍵掛けされた場合に前記反応容器の前記半径方向に延びる孔に調整されるベントチューブを有する、請求項1に記載の容器システム

【請求項3】

前記支持フレームがさらに、前記プラグ付き容器に対して重みをかけ、前記容器内の反応によって生じる規定された圧力において前記容器の密閉状態を保つクランプを含む、請求項 1 または 2 に記載の容器システム。

【請求項 4】

さらに、前記プラグ付き容器上の寸法安定性のあるキャップ、ならびに前記寸法安定性のあるキャップ及び前記プラグ付き容器に対して重みをかける前記フレーム内のネジ式ボルトを含む、請求項 3 に記載の容器システム。

【請求項 5】

前記ポリマー製反応容器が P T F E から形成される、請求項 1 または 2 に記載の容器システム。

10

【請求項 6】

さらに、前記反応容器の周囲に、複数層の織布及びポリマーから形成される複合スリーブを含む、請求項 5 に記載の容器システム。

【請求項 7】

高圧応用の容器システムであって、

ポリマー製シリンダー反応容器の壁を通して半径方向に延びる圧力ベント孔を備えた前記ポリマー製シリンダー反応容器、

前記半径方向に延びるベント孔以外の前記ポリマー製シリンダー反応容器の部分を取り囲むシリンダー状の補強スリーブ、

前記ポリマー製シリンダー反応容器の口部を開けることなく前記半径方向に延びる圧力ベント孔を開閉するための前記ポリマー製シリンダー反応容器の口部内の段階的な摺動クロージャプラグ、

20

前記段階的な摺動クロージャプラグ上の寸法安定性のあるクロージャ、

前記ポリマー製シリンダー反応容器を受ける支持フレーム、

前記寸法安定性のあるクロージャに対して力を及ぼすことにより、前記支持フレームに前記ポリマー製シリンダー反応容器を固定するためのクランプ、ならびに

前記ポリマー製シリンダー反応容器の配向及び前記半径方向に延びるベント孔を、前記支持フレームに関して規定された単一の位置に制限するための前記ポリマー製シリンダー反応容器上及び前記支持フレーム上で補完する鍵構造要素を含み、

前記鍵構造要素が、

30

前記支持フレーム内で画定された角、及び

前記画定された角を前記支持フレーム内で係合させるための前記反応容器の鍵部を含む

前記容器システム。

【請求項 8】

高圧応用の容器システムであって、

ポリマー製シリンダー反応容器の壁を通して半径方向に延びる圧力ベント孔を備えた前記ポリマー製シリンダー反応容器を含み、前記反応容器の内面が、反応シリンダー部分、前記反応シリンダー部分より幅の広い口部シリンダー部分、ならびに、前記反応シリンダー部分及び前記口部シリンダー部分の間を延びるテーパ部分を含み、

40

前記容器システムはさらに、前記半径方向に延びるベント孔以外の前記反応容器の部分を取り囲むシリンダー状の補強スリーブ、

前記反応容器の口部を開けることなく前記半径方向に延びる圧力ベント孔を開閉するための前記反応容器の口部シリンダー部分内の段階的な摺動クロージャプラグ、

前記クロージャプラグ上の寸法安定性のあるクロージャ、

前記容器を受ける支持フレーム、

前記寸法安定性のあるクロージャに対して力を及ぼすことにより、前記フレームに前記容器を固定するためのクランプ、ならびに

前記反応容器の配向及び前記半径方向に延びるベント孔を規定された単一の位置に制限するための前記容器上及び前記フレーム上で補完する鍵構造要素を含み、

50

前記鍵構造要素が、
前記支持フレーム内で画定された角、及び
前記画定された角を前記支持フレーム内で係合させるための前記反応容器の鍵部を含む

前記容器システム。

【請求項 9】

前記半径方向に延びるベント孔が、前記幅の広い口部シリンダー部分を通じて延びる、請求項 8 に記載の容器システム。

【請求項 10】

前記段階的なプラグが、
 前記反応容器の前記テーパ部分に一致するテーパ部分、
 前記幅の広い口部シリンダーの直径よりわずかに小さい直径を有する前記テーパ部分に隣接した第一のシリンダー状部分、
 前記幅の広い口部シリンダーの直径に一致する直径を有する前記第一のシリンダー状部分上の容器適合部分、及び、

前記容器適合部分上の蓋部を含み、

そのため、前記プラグの前記容器適合部分が、前記容器の前記幅の広い口部シリンダーを密閉状態に維持しながら、前記反応容器内の過剰な圧力が前記プラグを前記口部内で移動させ、ガスが前記プラグの前記テーパ部分を過ぎ、前記第一のシリンダー状部分を過ぎて移動し、前記容器のベント孔から出ることを可能にする、請求項 9 に記載の容器システム。

【請求項 11】

前記フレームが、前記反応容器を受けるための室を画定し、前記フレームの 1 つの面が、前記反応容器及び補強スリーブを挿入することができる矩形開口部を画定し、

前記フレームの反対面が、前記反応容器及びスリーブの直径よりも小さい、小矩形開口部を画定し、それによって前記フレーム内に前記反応容器及び前記スリーブを収容するのを助ける、請求項 10 に記載の容器システム。

【請求項 12】

前記鍵構造要素が、前記口部シリンダー部分に対応する位置における前記反応容器の外側にある外側リング、及び前記フレーム内の前記角に係合する、前記外側リング内の一対の鍵ノッチを含む、請求項 11 に記載の容器システム。

【請求項 13】

前記フレームが、ベントチューブを具備し、前記ベントチューブが、前記反応容器の前記半径方向に延びるベント孔を通じて放出されるガスが前記フレームの前記ベントチューブを通過するように、前記反応容器の前記半径方向に延びる圧力ベント孔に調整される、請求項 12 に記載の容器システム。

【請求項 14】

前記補強スリーブが、前記反応容器の前記界面の少なくとも前記テーパ部分を取り囲む、請求項 8 に記載の容器システム。

【請求項 15】

前記寸法安定性のあるクロージャが、前記摺動クロージャプラグの前記蓋部及び前記反応容器の前記口部シリンダー部分の上部の両方を取り囲む垂下環状リングを具備する、請求項 10 に記載の容器システム。

【発明の詳細な説明】

【背景技術】

【0001】

本発明は、高圧化学用の容器システムに関し、特に、マイクロ波支援の化学分析、例えば、強酸中での分解、または有機溶媒での抽出に関する。

【0002】

酸分解及び溶媒抽出のためのマイクロ波照射の使用は、工業においては一般に十分に確

10

20

30

40

50

立されている。

【0003】

分解とは、いくつかのタイプの工程を指し、高温の炉内で材料を灰分にまで還元することを含む。本発明との関連では、しかしながら、分解は、主にマトリックス（岩、植物、土壌、食品、医薬品、プラスチック、金属）を強鉱酸または数種の強鉱酸（硫酸、塩酸、リン酸、硝酸）の組み合わせ中に配置し、得られた混合物を、該酸が該マトリックスを元素またはイオンまで分割するまで加熱することによって行われる。分解の終了時、結果として得られるのは、通常、透明またはほぼ無色溶液であり、これを希釈し、その後1つ以上の定量分析法を用いて調べることができる。

【0004】

マイクロ波支援の密閉容器抽出は、溶媒使用量を大幅に低減し、特に、従来の Sierra 抽出に要するものより1桁小さい溶媒量を用いて多くの抽出を行うために使用され得る。

【0005】

分解関連では、密閉マイクロ波システムの最も重要な利点は、それがもたらす時間の節約である。解放分解では5～12（またはそれ以上）時間かかるのと比べて、マイクロ波分解は、約1時間未満で行うことができる。密閉マイクロ波システムはまたは、酸の沸点以上の温度で分解を行うことができる一方、開放分解では、酸の沸点に制限される。マイクロ波分解は、相対的に開放分解より少ない酸を要する。適切に行われた場合、マイクロ波分解は、腐食性の酸煙の損失及びまたは対応する揮発性元素の損失を防ぐ。最後に、マイクロ波分解は、開放分解と比べ、外部からのコンタミネーションのリスクを排除する。

【0006】

ある特定の目的のためには、個別化された単一試料試験が最も有用であるが、多くの状況においては、同種のマトリックスを複数一緒に同時に分解するバッチシステムが有用であり効率的であろう。現行の例としては、CEM Corporation (Matthews NC, US、本出願の出願人) 製 Mars 6 (商標) 機器が挙げられるがこれに限定されない。

【0007】

バッチ関連では、各バッチにより多くの試料を含めることで効率を上げることができる。従って、現在利用可能なバッチシステムは通常、最大12個の分解容器を同時に保持するターンテーブルを組み込んでいる。通常、各容器は、一種の補強構造に維持され、マイクロ波加熱ステップが直接、分解が成功するために必要な温度まで反応を至らせる間に、該容器を密閉状態に維持するのを助ける。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

いくつかの部分的な欠点または制限としてはしかしながら、かかるシステムの多くは、極めて少量に限られ、多くは温度及び圧力を測定するために接続された制御装置を必要とし、また、一度に最大12個の容器に限定される。ほとんどの密閉マイクロ波容器システムでは、圧力の放出は通常、わずかであっても該容器の蓋を開け、ガスを逃がすことによって行われる。

【0009】

さらに、容器を所望の圧力下で密閉された状態で維持するため（及び場合によってはある特定の圧力制限で動的に開放するため）に使用される機械システムのいくつかは、かなりの機械効率、例えば、60インチ-ポンドものトルキングを必要とする。

【0010】

それに基づいて、バッチに12個の容器を組み込むシステムは、該バッチの実行が可能になるまでに、容器すべてを密閉するのに多大な労力を必要とする。

【0011】

従って、当該バッチに対してターンテーブル上に多数の容器を具備する機器であって、

10

20

30

40

50

該容器が少なくとも約100ミリリットル以上を保持することができ、温度及び圧力測定のために接続されたいかなる制御装置もなく、いかなる金属部品もなく、また、動圧シールの通気をより意図的に制御する機器に対する必要性がある。

【課題を解決するための手段】

【0012】

1つの態様では、本発明は、高圧反應用の容器システムであり、これは、当該反応容器の壁を通して半径方向に延びる圧力ベント孔を備えたプラグ付きポリマー製シリンダー反応容器、及び該容器を受ける支持フレームを具備する。該容器上及び該フレーム上で補完する鍵構造要素が、該支持フレーム内の該反応容器の配向及び該半径方向に延びるベント孔を規定された単一の位置に制限する。

10

【0013】

別の態様では、本発明は、高圧反應用の容器システムであり、これは、当該反応容器の壁を通して半径方向に延びる圧力ベント孔を備えたポリマー製シリンダー反応容器を具備する。シリンダー状の補強スリーブが、該半径方向に延びるベント孔以外の該反応容器の部分を取り囲んでいる。該反応容器の口部を開けることなく該半径方向に延びる圧力ベント孔を開閉するために、段階的な摺動クロージャプラグが該反応容器の口部内にある。寸法安定性のあるクロージャが該クロージャプラグ上にある。該容器は、該寸法安定性のあるクロージャに対して力を及ぼすことにより、該フレームに該容器を固定するためのクランプで支持フレームに収められる。該容器上及び該フレーム上で補完する鍵構造要素が、該反応容器の配向及び該半径方向に延びるベント孔を規定された単一の位置に制限する。

20

【0014】

別の態様では、本発明は、高圧反応を行う方法であり、これは、摺動プラグで密閉された反応容器内で反応物質を加熱するステップ、及び該摺動プラグを該容器から取り外すことも、別の方法で該容器を開けることもなく該プラグを摺動させて該反応容器の半径方向に延びるベント孔を開けることによって該反応容器からガスを放出するステップを含む。

【0015】

本発明の前述の及び他の目的ならびに利点、ならびにそれらが達成される方法は、添付の図面と併せて以下の詳細な説明に基づいてより明らかになるであろう。

【図面の簡単な説明】

【0016】

【図1】本発明の反応圧力容器及び支持フレームを組み込んだ容器の配列の斜視図である。

30

【図2】反応容器及び支持フレームの斜視図である。

【図3】支持フレームの両側から見たそれぞれの側面図である。

【図4】支持フレームの両側から見たそれぞれの側面図である。

【図5】図2の線5-5に沿った断面図である。

【図6】図5の線6-6に沿った断面図である。

【図7】フレームの台座の平面図である。

【図8】フレームの台座の斜視図である。

【図9】フレームの台座の断面図である。

40

【図10】フレームの台座の断面図である。

【図11】反応容器の断面図である。

【図12】反応容器の斜視図である。

【図13】図12の線13-13に沿った容器の断面図である。

【図14】寸法安定性のあるクロージャの斜視図である。

【図15】寸法安定性のあるクロージャの上面図である。

【図16】寸法安定性のあるクロージャの断面図である。

【図17】段階的な摺動クロージャプラグの斜視図である。

【図18】段階的な摺動クロージャプラグの断面図である。

【図19】図5の断面図に概して対応する拡大図である。

50

【発明を実施するための形態】

【0017】

本発明は、ベント式のポリマー（PTFEが例である）製反応容器、周囲の複合スリーブ、クロージャプラグ、該クロージャプラグ上のクロージャキャップ、及び該反応容器を受ける周囲の支持フレームの組み合わせである。

【0018】

本発明は、既存の容器システム（例えば、それぞれ米国特許第8795608号及び第6136276号）に対する優位性を提供する。1つの改善容器として、本発明は、困難な分解マトリックスに必要とされる温度及び圧力を含めたより高温ならびに高压に耐えることができる、より頑健な容器システムを提供する。

10

【0019】

別の改善として、本発明は、より狭小な外形（すなわち、マイクロ波機器内で同時により多くの容器）と併せたより優れたベントシステムを備えたより確実なクロージャを提供する。

【0020】

該PTFE製容器は、3つの識別可能な部分を有する成形または注型PTFE製プラグで密閉される。最下部は、該PTFE製反応容器の頂部の近く（であるが頂部ではない）の円周のテーパに一致させるための円周のテーパを有する。該プラグの中央のシリンダー状部分は、該テーパ部分の上（通常の向き）にあり、より広いシリンダー状頂部が該中央部分の上にある。

20

【0021】

該ポリマー製容器と該複合スリーブとの間の関係は、該中実プラグの該テーパ部分に合う該容器の内部の該テーパ部分を少なくとも含むように、該スリーブが該容器の側面に沿って延びるといふものである。以前の容器では、複合スリーブは構造のシール部分に（軸方向に）到達することは決してない。

【0022】

該寸法安定性のあるキャップは、該中実プラグ及び該反応容器の上部縁の両方を覆う。過剰な圧力の下では、該プラグは該容器の軸方向に移動し、該プラグのテーパ部分及び中央部分と容器壁の間に小さな間隙を作る。この圧力によって生じる間隙は、該容器内の横方向に広がる圧力放出口とのつながりを作る。しかしながら、該プラグは段階的であるため、該プラグの上部は、該反応容器の上部縁と一定の接触状態を維持する。該構造が、対象とする圧力放出口を通る通気を行いながら、該容器の残りの部分を密封状態に保つ。

30

【0023】

該寸法安定性のあるキャップは、逆「U」字形状であり、その脚部は、該ポリマー製反応容器の上部縁と接触し、ガスの放出の過程での該反応容器の円周方向の膨張を防止する。

【0024】

該容器、該クロージャ要素、及び該複合スリーブは、ネジ式でありかつ該寸法安定性のあるキャップに対して力を及ぼすように回転させることができる垂直方向のボルトを具備するフレームと併せて使用する。

40

【0025】

該プラグのテーパは浅いため、より小さいトルクを該キャップに与えて十分な密閉を得ることができる。例えば、本発明では、該フレームのボルトは、約15インチ・ポンドまで手でトルクを加えることができる。比較すると、いくつかの現行の容器では、ボルトは、通常はベンチホルダーにて、約60インチ・ポンドまでトルクを加える必要がある。ベンチでのトルキングステップを回避することは、本発明に、特に、反復して多くの分解試験を実施する研究室にとって、それに対応する時間と効率の利点を与える。

【0026】

別の利点として、該容器システム及び該フレームは、該容器及びクロージャを単一の規定された位置内で唯一該フレームに挿入することができ、これが次にガス孔の位置を画定

50

するように、鍵を掛けられ、またはクロックされる。これは次に、対応するガス（ベント）孔を、出ていくガスを所望の方向に向けることができるように該フレーム内に配置することを可能にする。ほとんどの場合、該ガス孔は、「内部に」、すなわち、容器の通常のターンテーブル配列の中心に向けられる。

【0027】

該クロージャシステムは、すべてマイクロ波透過性及び耐酸性の材料から形成することができる（比較として、いくつかの現行の容器は、円周方向のシールのいくつかに金属リングを組み込んでいる）。最後に、該フレーム全体は、16個の容器とフレームの組み合わせを（例えば）さらに12個の従来の容器及びフレームを保持する同じターンテーブルで可能にする多くの対応する容器ならびにフレームより高く幅が狭い。

10

【0028】

図1は、CEM MARS 6（商標）機器（これに限定されない）等のターンテーブル型のマイクロ波機器と併せて使用されるタイプの30で広範に示される容器の配列の斜視図である。図1に示すように、本発明は、ターンテーブル25上に少なくとも約16個の容器及びフレームの組み合わせを提供する。通常の12個の容器の配列と比較して、これは少なくとも約3分の1の増加を意味し、ひいては、頻繁な利用者にとってかなりの効率の良さをもたらす。

【0029】

該反応容器自体は図1に示していないが、クランプ機能を行う制御ボルト31は各支持フレーム32について見えている。図1はまた、ターンテーブル25が、各フレームのターンテーブルノッチ42（図2）と係合し、フレーム32をターンテーブル25上で位置決めし、固定する複数のT字型リブ26を有することを示す。

20

【0030】

図2は、該フレーム及び33で広範に示されるプラグ付きポリマー製シリンダー反応容器の外部の斜視図である。図2は、キャップ34として示される寸法安定性のあるクロージャを示している。図5及び19により詳細に示される該容器のベント孔は35で示す。

【0031】

支持フレーム32は、フレームベントチューブ44を具備し、その操作は、図5及び19に良く示されている方法で容器33のものを補完する。

【0032】

フレーム32は、反応容器33を受ける容器室36を画定する。制御ボルト31（そのネジ山37とともに示される）は、寸法安定性のあるキャップ34に対して締め付けた場合にクランプの機能を果たし、加熱ステップ中に生じる高圧下で該反応容器の密閉状態を保つクロージャ力を与える。

30

【0033】

さらなる詳細として、該フレームは、重量及び材料の両方を節約するために、該フレームの残りの部分が意図された目的のために十分に強固であることが保たれるという条件の下、部分的に溝のついたワークピースとして形成することができる。

【0034】

図2はまた、所望であれば、所与のターンテーブル上でのフレーム32の整列を単純または容易にするノッチ42または同等の構造でフレーム32を形成することができることを示している。フレームの台43は、フレームの土台を形成する。

40

【0035】

図3及び4は、支持フレーム32のそれぞれの対向する側面図である。これらの図は、クランプ制御ボルト31及びそのネジ山37、ベントフレームチューブ44、ターンテーブルのノッチ42、ならびにフレームの台43を含めた多くの図2と同じ項目を示している。

【0036】

図5は、図2の線5-5に沿った断面図であり、多くの追加の項目を示している。図1~4と一致して、図5は、制御ボルト31、フレーム32、寸法安定性のあるキャップ3

50

4、フレームベントチューブ44、及び反応容器33を示している。

【0037】

図5はまた、反応容器33の口部内にある段階的な摺動クロージャプラグ45も示している。制御ボルト31は、反応容器33内部の圧力が、ボルト31及び支持フレーム32によって加えられる力を超えるまで、該反応容器内の収容位置で該プラグを維持するため、寸法安定性のあるキャップ34に多かれ少なかれ重みがかかるように回転させることができる。段階的な摺動クロージャプラグ45の構造及び他の要素に関するその操作の記載は、図17、18、及び19に関してより詳細に提供されている。

【0038】

図示された実施形態において、及び多くの状況でそうであるように、反応容器33はスリーブ46で取り囲まれている。この組み合わせは多くの利点をもたらす。反応容器33は、分解に使用される強鉱酸または抽出に使用される各種有機溶媒に対して不活性のポリマーから形成される。フルオロポリマーがこのための例であり、ポリ四フッ化エチレン（例えば、Teflon（登録商標））が特に好都合である。PTFE型の材料は高圧で可撓性であるが、スリーブ46が、高温高圧反応の過程で反応容器33の半径方向の寸法安定性を維持するのを助ける。

【0039】

強度及び必要に応じて可撓性の両方のため、該スリーブは1層以上の製織された工業繊維及び1つ以上の適切なポリマーから形成される複合構造である。米国特許第6,534,140号に記載のスリーブが代表例であるが、これに限定されない。マイクロ波支援関連では、かかる材料はまた、マイクロ波照射に対する透過性を維持する。

【0040】

該容器及びスリーブがフレーム32内にある間に軸方向の安定性を維持するため、PTFE製の台座47が、制御ボルト31及びクロージャ34から該反応容器の反対側に配置され、反応中に容器33の（例えば）赤外線温度測定を可能にする働きもする信号伝送孔50にさらに収容される。

【0041】

該容器及びスリーブは、反応容器33をその軸に沿ったわずかな膨張を可能にするために底部の小間隙51を残すように形成され、ある程度のさらなる冷却をもたらすために半径方向の間隙52が容器スリーブ46と容器フレーム32間で保持される。

【0042】

図5はまた、（例えば）温度または圧力の非侵襲的な測定をもたらすために状況次第で使用される任意の軸方向穴53を有する制御ボルト31の型も示している。

【0043】

図6は、図3の線6-6に概して沿った断面図である。図6は、フレーム32及び反応容器33の上部を示している。特に、図6は、図示された実施形態（例えば、図2）において容器のベント孔35が通過する該容器上の外側のリング55を示している。外側のリング55は、フレーム32の小さい方の矩形開口部60内で画定された角57と接触するノッチ56として示される少なくとも1つの（2つが図示されている）鍵部を具備する。該容器及び該フレームにおけるこれらの補完鍵構造要素は、フレーム32内で反応容器33の配向を制限し、次に半径方向に延びるベント孔35を単一の規定された位置に調整する。

【0044】

通気の方法制御もまた、該システムの全体的な安全性を高めるのに役立つ、意図された規定された方向へのベント噴煙を制限することにより、操作者の保護に役立つ。

【0045】

図6はまた、フレーム32内の容器室61、及び容器33を挿入して該容器室内に収容することができる大きい方の矩形開口部62を図示するのに役立つ。フレーム32内の構造的な溝40及び41も同様に図示されている。

【0046】

10

20

30

40

50

図7～10は、PTFE製台座47、及びフレーム32の信号伝送孔50に台座47を位置決めするその台座フィンガー54を示している。図示された実施形態において、台座47はまた、その配向を該フレーム内に制限する物理的設計も有しているが、これは必須ではなく任意であり、他の実施形態では、台座47は完全に円形（すなわち、単一の直径）である。

【0047】

図11は、図12の線11-11に概して沿った反応容器33の断面図である。特に、図11は、該容器が、容器33の軸方向の寸法の大部分を構成する反応シリンダー部分63を有することを図示するのに役立つ。容器の口部64において、該容器はいくつかのさらなる構造要素を画定する。軸方向では、次の要素はテーパ部分65であり、これは次に口部シリンダー部分66に対して開口している。外側のリング55は、容器の圧力ベント孔35を具備する。

10

【0048】

図13は、ベント孔35を有する外側のリング55の断面図であり、容器33をフレーム32内の単一の位置に配向させるための鍵構造の第二の実施形態を示している。

【0049】

図14、15、及び16は、寸法安定性のあるキャップ34のそれぞれ斜視図、上面図、及び断面図である。これら3つの図はまた、クロージャ34が制御ボルト31を収容するための座部67を具備することも示している。クロージャキャップ34はまた、垂下環状リング70を具備し、これが反応容器33の口部シリンダー部分66及び段階的な摺動クロージャプラグ45の蓋部71をはめ込む。

20

【0050】

これに関連して使用される、「寸法安定性のある」という用語は、キャップ34が、高温分解または抽出の過程で通常予想される温度、圧力、及び結果として反応容器33の内部に生じる力の下で曲がることも、膨張することも、収縮することもない材料で形成されていることを意味する。

【0051】

現行の実施形態は、ポリエーテルイミド（PEI）から形成されており、その中でもULTEM（商標）が市販の別形として広く認識されている。例示的な実施形態では、該クロージャはガラスの周囲に成形または注型され、その寸法安定性を高めている。

30

【0052】

関連するエンジニアリングポリマーとしては、ポリエーテルエーテルケトン（PEEK）が挙げられ、同様にこれは高温での優れた機械的及び化学的な耐性を有している。当業者には、必要以上の試験を行うことなくこれらまたは他のエンジニアリングポリマーの1つを選択することが可能であろう。

【0053】

図17及び18は、段階的な摺動クロージャプラグ45をより詳細に示している。特に、プラグ45は、容器口部64のテーパ部分65に係合する円周のテーパ部分、すなわち、部分72を備えたPTFEまたは同等の材料から形成される。第一のシリンダー状部分73は、容器33の口部シリンダー部分66の直径よりわずかに小さい直径を有している。容器の適合部分、すなわち、部分74は、第一のシリンダー状部分73上にあり、反応容器33のより広い口部シリンダー66の直径に係合する直径を有している。蓋部71は、容器33の上端に載せるのに十分な大きさであり、容器33の頂部でプラグ45を維持する。

40

【0054】

いくつかの実施形態では、プラグ45のテーパ部分72の角度は、反応容器33の口部64におけるテーパ部分65の角度とわずかに、例えば、約2°異なる。これが、テーパ部分72の最下部が反応容器33の口部64に係合するための第一の部分になるようにする。次に、これが、シールを形成するために必要な単位力を同等のテーパ角度と比較して減少させる。

50

【 0 0 5 5 】

寸法安定性のあるキャップ 3 4 の環状リング 7 0 は、容器 3 3 の頂部でクローザ全体の半径方向の膨張を防止する。

【 0 0 5 6 】

図 1 8 でシータ () として示される口部 6 5 の比較的浅いテーパは、軸方向から見て 4 5 ° 未満、場合によっては 3 0 ° 未満である。テーパ状口部 6 5 に隣接する半径方向の支持をもたらす複合スリーブ 4 6 の存在と組み合わせた浅いテーパにより、従来のフレーム及び容器システムと比較して、より適度な力でプラグ 4 5 が収容される。これは次に、制御ボルト 3 1 がより容易に締め付けられるようにし、ひいては、複数のパッチ工程においてより大きな効率化をより迅速にもたらす。

10

【 0 0 5 7 】

容器 3 3 の浅いテーパまたはかかり及びプラグ 4 5 は、ある特定の分解においてさらなる潜在的な利点を与える。当業者には認識されるように、マトリックスが複数の異なる材料を含む(すなわち、異成分からなる)場合、それら材料の中には他より低い温度で分解するものがあり、実際、いくつかは強硫酸中、室温で分解し始める。従って、これら材料のいくつかは、かなりの量の揮発性物質、すなわち、しばしば二酸化炭素及び水蒸気を早期に放出する。これらの状況では、容器 3 3 の内部の圧力は、比較的低温でかつマトリックスの残りが分解する前にプラグ 4 5 に対するボルト 3 1 及びフレーム 3 2 の適合圧力に達し得る。その時点で、プラグ 4 5 は、軸方向にわずかに移動して早期の圧力放出を可能にするが、容器 3 3 内での反応が、かかるマトリックスのより困難な部分の完全な分解を得るために必要なより高い温度を継続するように、その収容位置に迅速に戻る。

20

【 0 0 5 8 】

図 1 9 は、図 5 の上部に対応する拡大断面図である。特に、図 1 9 は、本発明の圧力放出の動的性質を示し、本質的に圧力放出方向での該容器システムのスナップショットである。

【 0 0 5 9 】

図 1 9 は、反応容器 3 3 内の圧力が、寸法安定性のあるキャップ 3 4 に対してプラグ 4 5 を上向きにしている状態を表している。これは、該容器の適合部分を該容器のペント孔に隣接するその収容位置から解放し、容器 3 3 の口部シリンダー部分 6 6 の界面よりわずかに小さい直径を有する第一のシリンダー状部分 3 3 が、容器のペント孔 3 5 に隣接するように、及びプラグ 4 5 の円周のテーパ部分が容器 3 3 のテーパ状口部 6 5 からわずかに退くように、それを軸方向に移動させる。

30

【 0 0 6 0 】

このわずかな解放は、プラグ 4 5 の円周のテーパ部分及び第一のシリンダー状部分 7 3 を過ぎ、その後容器のペント孔 3 5 を通して反応容器 3 3 の内部からガスを逃がすのに十分である。図に示すように、例として、フレームペントチューブ 4 4 は、排出ガスが該フレームペントチューブを直ちに通過するように、すなわち、意図された位置で、及び意図された方向に配向され、容器のペント孔 3 5 に調整される。この調整は、当然ながら、図 6 に関して説明した鍵要素の成果である。

【 0 0 6 1 】

しかしながら、ガスが抜ける間、容器の適合部分 7 4 は、容器 3 3 の口部シリンダー部分 6 6 の上部に完全に係合したままであり、該容器はその口部で別の方法で密閉されたままである。該容器内部の圧力を低下させるために十分なガスが放出され、制御ボルト 3 1 によって加えられた力と釣り合った時に、ボルト 3 1 及び寸法安定性のあるキャップ 3 4 は、ガスが逃げることを防ぐ完全な収容位置にプラグ 4 5 を押し滑らせて戻す。

40

【 0 0 6 2 】

図 1 9 はまた、外側のリング 5 5 が、反応容器 3 3 に対して複合スリーブ 4 6 を軸方向に位置決めする第二の目的を果たしていることも示している。

【 0 0 6 3 】

方法関連では、本発明は、摺動プラグで密閉された反応容器内で反応物質を加熱し、そ

50

の後、該プラグを摺動させて該反応容器の半径方向に延びるベント孔を開くことによって該反応容器からガスを放出するステップを含むが、該容器から該摺動プラグを取り除くことも、他の方法で該容器を開放することもない。

【0064】

例示的な実施形態では、該方法は、マイクロ波透過性のポリマー製容器中、マイクロ波照射を用いて該容器内の反応物を加熱し、該容器内のガスの圧力が、加えられる規定された力を超えるまで、該摺動プラグに対して、該プラグが摺動するのを妨げるための規定された力を及ぼすことを含む。

【0065】

本図面及び本明細書において、本発明の好ましい実施形態が説明されているとともに、特定の用語が用いられているが、それらは一般的かつ説明的な意味でのみ使用され、限定する目的ではなく、本発明の範囲は特許請求の範囲において定義される。

10

【図1】

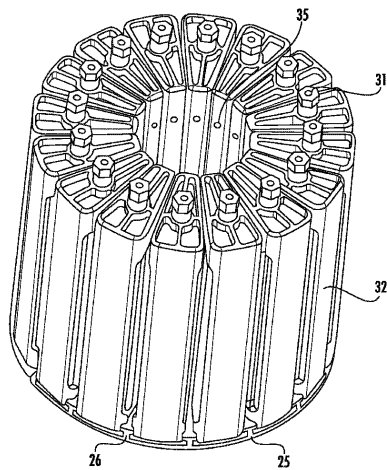


FIG. 1

【図2】

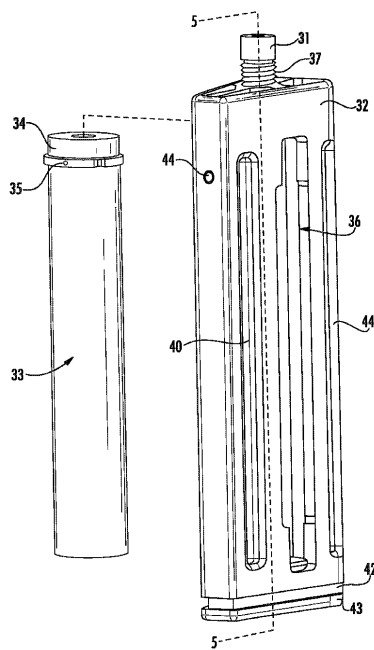


FIG. 2

【 図 3 】

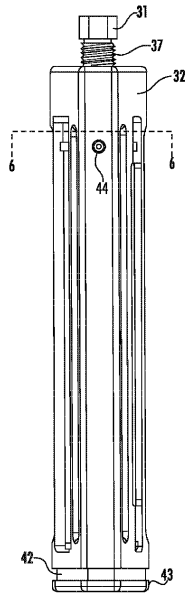


FIG. 3

【 図 4 】

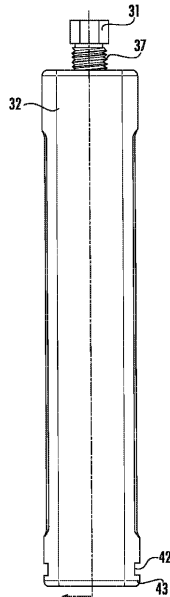


FIG. 4

【 図 5 】

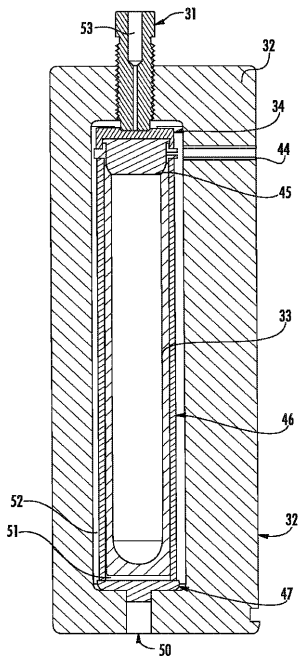


FIG. 5

【 図 6 】

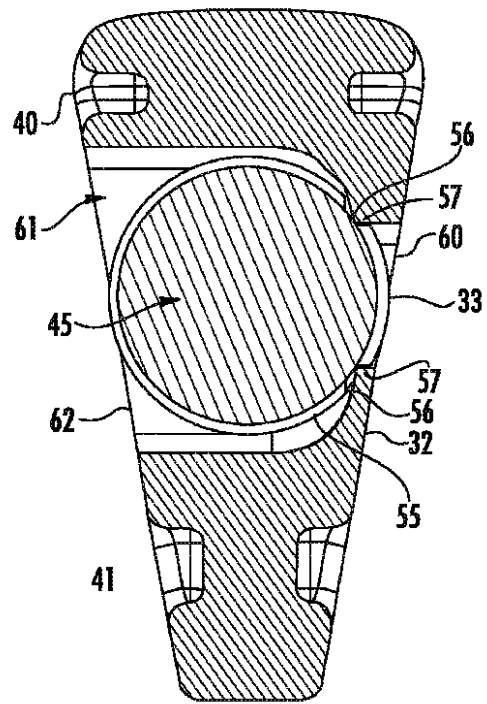


FIG. 6

【 7 】

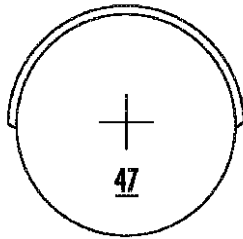


FIG. 7

【 8 】

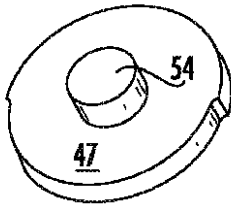


FIG. 8

【 9 】

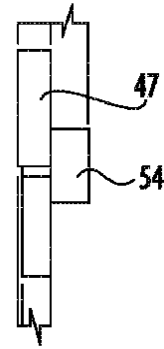


FIG. 9

【 10 】

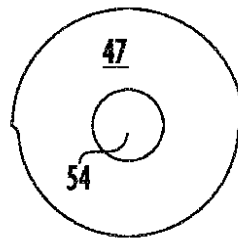


FIG. 10

【 11 】

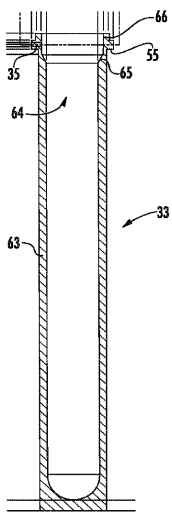


FIG. 11

【 12 】

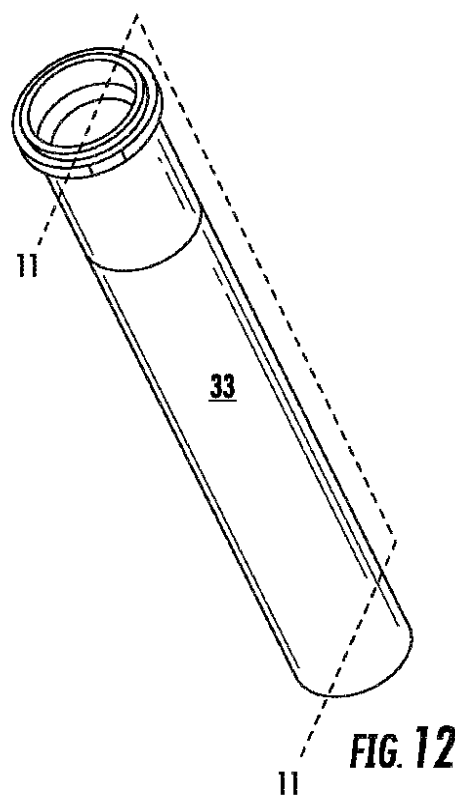


FIG. 12

【 図 1 3 】

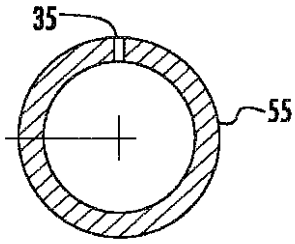


FIG. 13

【 図 1 4 】

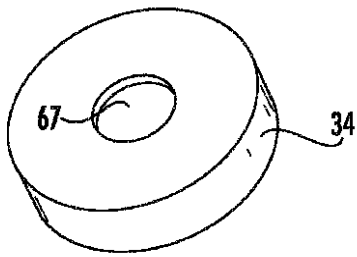


FIG. 14

【 図 1 5 】

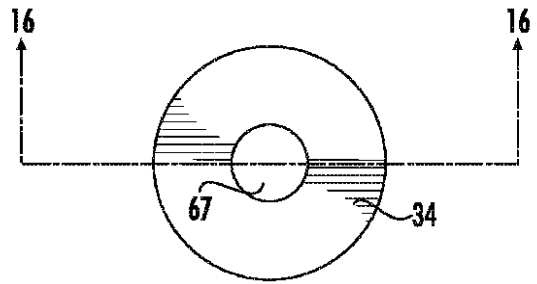


FIG. 15

【 図 1 6 】

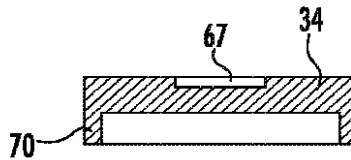


FIG. 16

【 図 1 7 】

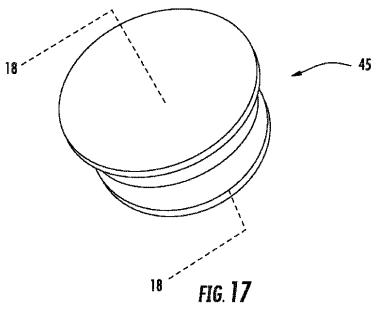


FIG. 17

【 図 1 8 】

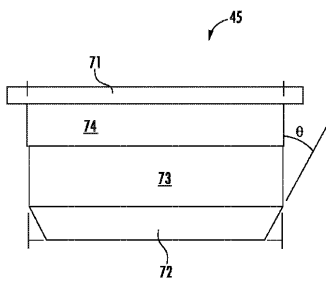


FIG. 18

【 図 1 9 】

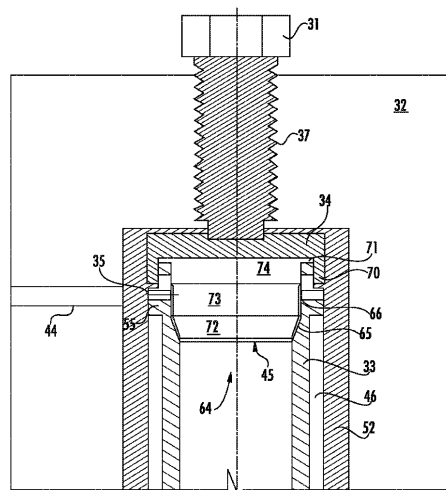


FIG. 19

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
B 0 1 J 3/02 E

早期審査対象出願

(74)代理人 100146710

弁理士 鐘ヶ江 幸男

(72)発明者 ゴールドスタイン, イアン

アメリカ合衆国ノース・カロライナ州28106, マッシューズ, スミス・ファーム・ロード 31
00

(72)発明者 ハーゲット, ザ・サード, ワИАット・ピー

アメリカ合衆国ノース・カロライナ州28106, マッシューズ, スミス・ファーム・ロード 31
00

審査官 池田 周士郎

(56)参考文献 特開平03-256870(JP, A)

特開平05-196197(JP, A)

特表2002-512112(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B 0 1 J 19/00 - 19/32

B 0 1 J 3/00 - 3/08

F 1 6 J 12/00 - 13/24

B 0 1 L 1/00 - 99/00

B 6 5 D 81/00 - 81/36

B 6 5 D 51/00 - 51/32