

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-233335

(P2004-233335A)

(43) 公開日 平成16年8月19日(2004.8.19)

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

G01N 30/58

F I

G01N 30/58

テーマコード (参考)

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願2003-374646 (P2003-374646)	(71) 出願人	398052689 株式会社京都クロマト
(22) 出願日	平成15年11月4日 (2003.11.4)	(74) 代理人	110000040 特許業務法人池内・佐藤アンドパートナーズ
(31) 優先権主張番号	特願2003-3664 (P2003-3664)	(72) 発明者	福本 信夫 京都府京都市山科区大宅早稲ノ内町4番地 株式会社京都クロマト内
(32) 優先日	平成15年1月9日 (2003.1.9)		
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		

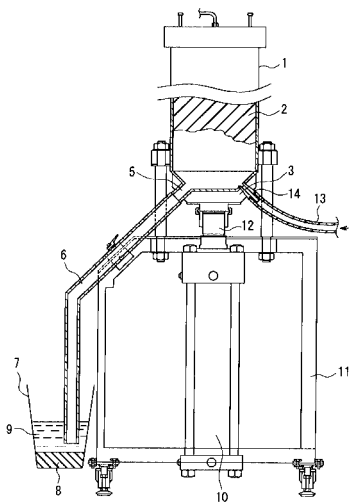
(54) 【発明の名称】 液体クロマトグラフィーの充填物除去装置及び除去方法

## (57) 【要約】

【課題】液体クロマトグラフィーのカラム内に充填した充填物の除去が効率よく合理的にできる除去装置及び方法を提供する。

【解決手段】液体クロマトグラフィーのカラム(1)内に充填した充填物(2)を除去するため、カラム(1)の下部に密閉して固定するアダプター部(3)と、アダプター部(3)の何れかの部分に外部から流体を供給し、上方に向かって噴射する流体供給パイプ(4)と、供給流体を充填物(2)とともに外部に排出する排出パイプ(5)を含む。流体供給パイプ(4)から例えば水道水を供給し、上方に向かって噴射させ、硬く押し固められている充填物(2)を水流によって崩し、水流とともに排出パイプ(5)から排出させ、排出パイプ(5)に接続したパイプ(6)を通じて容器(7)に受け、静置させて沈殿物(8)と上澄液(9)に分離させ、これらを別々に廃棄する。

【選択図】 図1



**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

液体クロマトグラフィーのカラム内に充填した充填物を除去する装置であって、前記カラムの下部の外部から流体を供給するための流体供給パイプと前記流体を前記充填物とともに外部に排出する排出パイプを設けるか、又は、前記カラムの下部に密閉して固定するアダプター部と、前記アダプター部の何れかの部分に外部から流体を供給し、上方に向かって噴射する流体供給パイプと、前記供給した流体を前記充填物とともに外部に排出する排出パイプを備えたことを特徴とする液体クロマトグラフィーの充填物除去装置。

**【請求項 2】**

前記排出パイプの直径が前記供給パイプの直径より大きい請求項 1 に記載の液体クロマトグラフィーの充填物除去装置。

**【請求項 3】**

前記カラムの下部の流体供給パイプと排出パイプには、それぞれさらにバルブを備えた請求項 1 又は 2 に記載の液体クロマトグラフィーの充填物除去装置。

**【請求項 4】**

液体クロマトグラフィーのカラム内に充填した充填物を除去する方法であって、前記カラムの下部の外部から流体を供給するための流体供給パイプと前記流体を前記充填物とともに外部に排出する排出パイプを設けるか、又は、前記カラムの下部に流体供給パイプと排出パイプを設けたアダプター部を密閉して固定し、前記流体供給パイプから流体を供給し、上方に向かって噴射させ、前記排出パイプから前記供給した流体を前記充填物とともに外部に排出することを特徴とする液体クロマトグラフィーの充填物除去方法。

**【請求項 5】**

前記排出パイプの直径が前記供給パイプの直径より大きい請求項 3 に記載の液体クロマトグラフィーの充填物除去方法。

**【請求項 6】**

前記排出パイプの先に容器を置き、前記充填物を沈降させ、上澄液を廃棄する請求項 4 又は 5 に記載の液体クロマトグラフィーの充填物除去方法。

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

本発明は、液体クロマトグラフィーのカラム内に充填した充填物を除去する装置及び方法に関する。

**【背景技術】****【0002】**

従来から、例えば薬品の原液から目的とする薬品化合物を分取したり、光学異性体から左形と右形の化合物を分取するのに、カラムクロマトを用いた液体クロマトグラフィーが使用されている（例えば下記特許文献 1）。液体クロマトグラフィーは、中空シリンダー内に充填物として例えばシリカゲルを圧入して充填し、上下の開放部を固定フランジで塞ぎ、内部に原液を供給して目的物を分取する。カラム内部の充填物は、一般的に 1 MPa ~ 10 MPa の範囲の圧力で押し固められているため、容易に除去できなかった。このため、従来の液体クロマトグラフィーは、充填物を除去する際には、油圧装置を用いて押し抜く方法や送液ポンプで押出す方法が主として採用されていた。

**【0003】**

しかし、これらの方法で充填物を押し抜いても、充填物が分散したりして、その取り扱いが容易ではなかった。さらに、充填物を充填したり充填し直す際は、カラムを充填物製品のメーカーや専門業者に送り、作業をしてもらわなければならない、コストが高く不便であるという問題があった。

**【特許文献 1】特開平 6 - 201672 号公報**

10

20

30

40

50

**【発明の開示】****【発明が解決しようとする課題】****【0004】**

本発明は、前記従来の問題を解決するため、液体クロマトグラフィーのカラム内に充填した充填物の除去が効率よく合理的にできる除去装置及び方法を提供することを目的とする。

**【課題を解決するための手段】****【0005】**

前記目的を達成するため、本発明の液体クロマトグラフィーの充填物除去装置は、液体クロマトグラフィーのカラム内に充填した充填物を除去する装置であって、

前記カラムの下部の外部から流体を供給するための流体供給パイプと前記流体を前記充填物とともに外部に排出する排出パイプを設けるか、又は、前記カラムの下部に密閉して固定するアダプター部と、前記アダプター部の何れかの部分に外部から流体を供給し、上方に向かって噴射する流体供給パイプと、前記供給した流体を前記充填物とともに外部に排出する排出パイプを備えたことを特徴とする。

10

**【0006】**

本発明の液体クロマトグラフィーの充填物除去方法は、液体クロマトグラフィーのカラム内に充填した充填物を除去する方法であって、

前記カラムの下部の外部から流体を供給するための流体供給パイプと前記流体を前記充填物とともに外部に排出する排出パイプを設けるか、又は、前記カラムの下部に流体供給パイプと排出パイプを設けたアダプター部を密閉して固定し、

前記流体供給パイプから流体を供給し、上方に向かって噴射させ、前記排出パイプから前記供給した流体を前記充填物とともに外部に排出することを特徴とする。

20

**【発明の効果】****【0007】**

以上説明したとおり、本発明は、液体クロマトグラフィーのカラム内に充填した充填物の除去が効率よく合理的にできる除去装置及び方法を提供できる。すなわち押し固められている充填物を除去するに際し、水などの流体を用いて、ほとんどを密閉系で作業でき、充填物の飛散もなく、環境汚染することなく充填物の除去作業ができる。また、充填物は外部に漏れ出すことはなく、除去作業も容易であることから、液体クロマトグラフィーの

30

**【発明を実施するための最良の形態】****【0008】**

液体クロマトグラフィーのカラムは、通常上下端はフランジ部によって密閉されている。本発明の充填物除去装置は、前記下部のフランジ部を外してアダプター部を取り付け、密閉固定する。ここでいう密閉とは、充填物の除去に使用する流体がもれない程度の密閉をいう。前記アダプター部の何れかの部分には、外部から流体を供給し上方に向かって噴射する流体供給パイプと、前記供給した流体を前記充填物とともに外部に排出する排出パイプを備えている。これにより、硬く押し固められている充填物を、水などの流体を用いて崩しながら外部に取り出すことができる。

40

**【0009】**

別な方法としては、通常密閉されている下部フランジ部を下に下げたときに形成される空間部であって、カラムの下部に、外部から流体を供給するための流体供給パイプと前記流体を前記充填物とともに外部に排出する排出パイプを設ける。これにより、硬く押し固められている充填物を、圧力をかけた水などの流体を用いて崩しながら外部に取り出すことができる。もちろん密閉系で充填物の除去ができる。

**【0010】**

前記方法及び装置においては、排出パイプの直径が供給パイプの直径より大きいことが好ましい。このようにすると、高圧をかけなくても水などの流体を供給して充填物を除去できる。

50

## 【0011】

前記カラムの下部の流体供給パイプと排出パイプには、それぞれさらにバルブを備えたことが好ましい。このようにすると、洗浄するとき以外の通常の運転時にはバルブを閉めておくことにより、高圧状態を保持できる。

## 【0012】

また、排出パイプの先に容器を置き、充填物を沈降させ上澄液を廃棄することが好ましい。このようにすると、充填物と水などの流体とを効率よく分離でき、充填物のみを廃棄できる。上澄液が水の場合はそのまま廃棄でき、溶剤を含んでいる場合は、溶剤処理ラインに流すことができる。また、充填物はシリカゲルや珪藻土の場合が多いので、土に埋めて廃棄処理できる。

10

## 【0013】

以下図面を用いてさらに説明する。

## 【0014】

図1は本発明の一実施例における液体クロマトグラフィーの充填物除去装置の部分断面図である。液体クロマトグラフィーのカラム1内には、充填物2が充填されている。カラム1の下部に取り付けてあるフランジ(図2の23)を取り外し、代わりにアダプター部3を取り付ける。取り付けるには、例えばボルトで締めて密閉し固定(図示せず)してもよいし、台座11に取り付けられている油圧装置10のシリンダー12をアップして圧力をかけたままの状態に保持してもよい。

20

## 【0015】

次に、アダプター部3の右斜め下の方向から内部に向かって設けられている流体供給パイプ4(内側直径:10mm)にホース13を接続し、ここから、例えば水道水を供給し、上方に向かって噴射させる。これにより、硬く押し固められている充填物2が水流により崩され、水流とともに排出パイプ5(内側直径:20mm)から外部に排出する。排出パイプ5に接続したパイプ6を通じて容器7に受け、静置しておくことと沈殿物8と上澄液9に分離するので、これらを別々に廃棄する。供給水の好ましい圧力は $2 \times 10^5 \sim 1 \times 10^6$  Pa(約2~10kg/cm<sup>2</sup>)程度である。供給水の好ましい水量は、カラムの大きさにもよるが、0.1L/分~10L/分(Lはリットル)程度である。

## 【0016】

前記装置を用いて、外径216.3mm、内径200mm、高さ1mのカラム1内に、平均直径約20 $\mu$ mのシリカゲルを充填し、5MPaの圧力で充填されている充填物の除去作業を行った。その結果、供給水として水道水を用いて充填物を効率よく除去できた。ほとんどを密閉系で作業できるので、充填物の飛散もなく、環境汚染することなく充填物の除去作業ができた。また、充填物は外部に漏れ出すことはなく、除去作業も容易であることから、液体クロマトグラフィーの使用者が自らカラム充填物を除去することが可能であった。

30

## 【0017】

なお、図2は本発明の一実施例における液体クロマトグラフィーの使用状態を示す部分断面図である。液体クロマトグラフィーのカラム1内には、充填物2が充填され、上部のフランジ21の原液注入パイプ22から原液を供給し、充填物層2を通過させ、下部のフランジ23の取り出しパイプ24から目的とする物質を分取する。フランジ21,23を取り付けるには、例えばボルトで締めて密閉し固定(図示せず)してもよいし、下部のフランジ23については、台座11に取り付けられている油圧装置10のシリンダー12をアップして圧力をかけたままの状態に保持してもよい。

40

## 【0018】

図3は、通常密閉されている下部フランジ部を下に下げたときに形成される空間部であって、かつカラム2の下部に、外部から流体を供給するための流体供給パイプ31(内側直径:20mm)とこの流体を充填物とともに外部に排出する排出パイプ32(内側直径:20mm)を設けた例である。これにより、密閉系でカラム内に充填した充填物の除去を効率よく合理的に行える。さらに、流体供給パイプ31にはバルブ32と、排出パイプ

50

3 2 にはバルブ 3 4 を設けることにより、通常の運転時にはバルブ 3 2 , 3 4 を閉めておくことにより、高圧状態を保持できる。

【図面の簡単な説明】

【0019】

【図1】本発明の一実施例における液体クロマトグラフィーの充填物除去装置の部分断面図である。

【図2】本発明の一実施例における液体クロマトグラフィーの使用状態を示す部分断面図である。

【図3】本発明の別の実施例における液体クロマトグラフィーの充填物除去装置の部分断面図である。

10

【符号の説明】

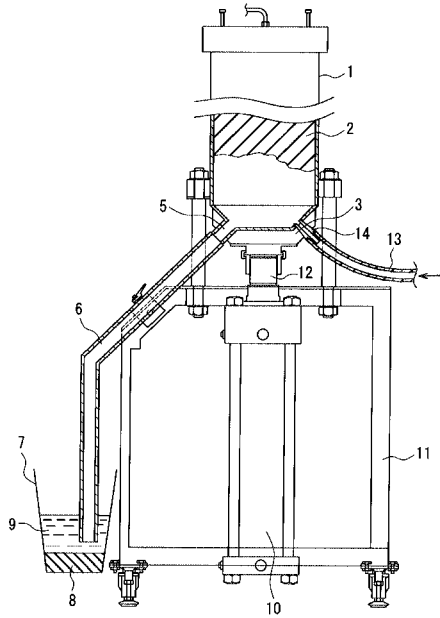
【0020】

- 1 カラム
- 2 充填層
- 3 アダプター部
- 4 流体供給パイプ
- 5 排出パイプ
- 6 接続パイプ
- 7 容器
- 8 沈殿物
- 9 上澄液
- 10 油圧装置
- 11 台座
- 12 シリンダー
- 13 ホース
- 21 上部フランジ
- 22 原液注入パイプ
- 23 下部のフランジ
- 24 取り出しパイプ
- 31 流体供給パイプ
- 32 , 34 バルブ
- 33 排出パイプ

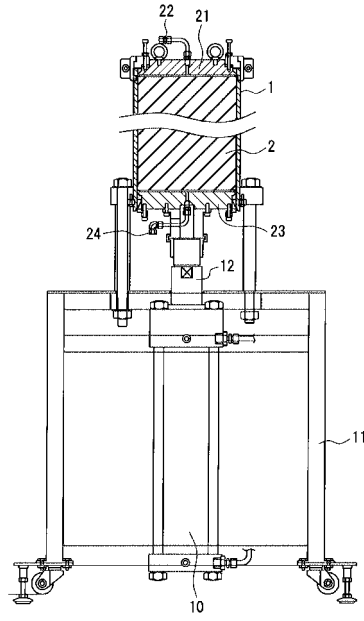
20

30

【 図 1 】



【 図 2 】



【 図 3 】

