

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2008-538091

(P2008-538091A)

(43) 公表日 平成20年10月9日(2008.10.9)

(51) Int.Cl.

**B01D 15/00** (2006.01)  
**B01D 19/00** (2006.01)  
**B01J 23/72** (2006.01)  
**C07B 63/00** (2006.01)

F 1

B01D 15/00  
B01D 19/00  
B01J 23/72  
C07B 63/00

テーマコード(参考)

L 4 D O 1 1  
F 4 D O 1 7  
M 4 G 1 6 9  
D 4 H 0 0 6

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願2007-558275 (P2007-558275)  
(86) (22) 出願日 平成18年3月3日 (2006.3.3)  
(85) 翻訳文提出日 平成19年9月4日 (2007.9.4)  
(86) 国際出願番号 PCT/US2006/007637  
(87) 国際公開番号 WO2006/096525  
(87) 国際公開日 平成18年9月14日 (2006.9.14)  
(31) 優先権主張番号 60/658,992  
(32) 優先日 平成17年3月4日 (2005.3.4)  
(33) 優先権主張国 米国(US)

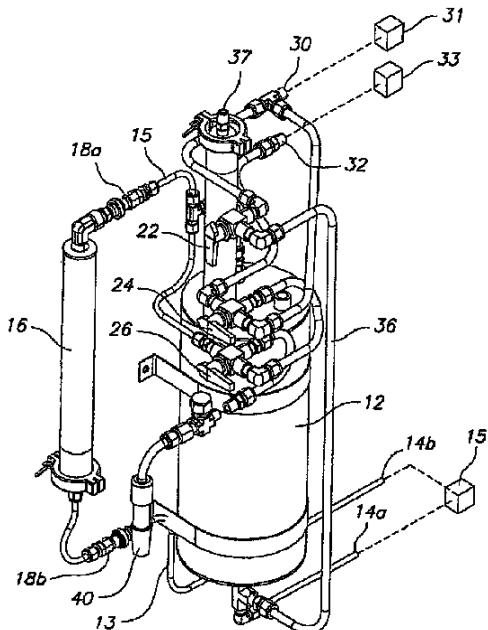
(71) 出願人 507297710  
ウェムス、インコーポレイティド  
アメリカ合衆国、カリフォルニア 902  
50, ホーソン、ウエスト ローズクラン  
ス アベニュー 4650  
(74) 代理人 100099759  
弁理士 青木 篤  
(74) 代理人 100092624  
弁理士 鶴田 準一  
(74) 代理人 100102819  
弁理士 島田 哲郎  
(74) 代理人 100110489  
弁理士 篠崎 正海

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】溶剤精製の方法及び装置

## (57) 【要約】

溶剤を精製するための装置と方法とが提供されている。装置は、溶剤を貯蔵するための溶剤の貯蔵タンクと；溶剤から水分をろ過するために貯蔵タンクに接続されたフィルタとを備えている。方法は、ろ過する溶剤を貯蔵するために貯蔵タンクを準備する段階と；貯蔵タンクに接続されたフィルタを準備する段階と；溶剤を貯蔵タンクからフィルタに繰り返し供給し、水分を除去するために溶剤をろ過し、そしてろ過した溶剤を貯蔵タンクへもどす段階と；を含んでいる。



**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

溶剤を貯蔵するための溶剤の貯蔵タンクと；

前記溶剤から水分をろ過するために前記貯蔵タンクに接続されたフィルタであって、前記フィルタが、前記貯蔵タンクから溶剤を受け入れるための入口と、ろ過された溶剤を前記貯蔵タンクへ流す出口とを有しているフィルタと；

不活性ガスを前記貯蔵タンクの中へ供給するために前記貯蔵タンクに接続された不活性ガス源と；を具備する溶剤精製装置において、

前記溶剤精製装置が携帯式である、

溶剤精製装置。

10

**【請求項 2】**

前記フィルタは、長さが約431.8mm(約17in)で直径が約76.2mm(約3in)のほぼ円筒状のフィルタカートリッジである、請求項1に記載の溶剤精製装置。

**【請求項 3】**

前記フィルタがアルカリ金属アルミニノ珪酸を備えている、請求項1に記載の溶剤精製装置。

**【請求項 4】**

前記フィルタが吸着剤を備えている、請求項1に記載の溶剤精製装置。

**【請求項 5】**

前記貯蔵タンクが約4lの溶剤を貯蔵している、請求項1に記載の溶剤精製装置。

20

**【請求項 6】**

さらに、前記貯蔵タンクの中への不活性ガスの流れを制御する弁を備えている、請求項1に記載の溶剤精製装置。

**【請求項 7】**

さらに、出口と；

真空源と；

前記真空源からの真空度及び前記出口への不活性ガスの流れとを制御するための第二弁であって、前記第二弁は前記真空源及び前記不活性ガス源とに接続されている、第二弁と；

を具備する請求項6に記載の溶剤精製装置。

30

**【請求項 8】**

さらに、出口と；

真空源と；

前記真空源からの真空度及び前記出口への不活性ガスの流れとを制御するための弁であって、前記弁は前記真空源及び前記不活性ガス源とに接続されている、弁と；

を具備する請求項1に記載の溶剤精製装置。

**【請求項 9】**

さらに、前記溶剤を前記貯蔵タンクから前記フィルタに流すようになっているポンプを備えている、請求項1に記載の溶剤精製装置。

**【請求項 10】**

さらに、第二溶剤を貯蔵するための第二溶剤の第二貯蔵タンクと；

前記第二溶剤から水分をろ過するために前記第二貯蔵タンクに接続された第二フィルタであって、前記第二フィルタが、前記第二貯蔵タンクから溶剤を受け入れるための入口と、ろ過された溶剤を前記第二貯蔵タンクへ流す出口とを有している第二フィルタと；

前記第二溶剤を前記第二貯蔵タンクから前記第二フィルタに流すようになっている第二ポンプであって、前記ポンプと前記第二ポンプとの両方が単一モータにより駆動されている、第二ポンプと、；

を具備している請求項1に記載の溶剤精製装置。

**【請求項 11】**

溶剤を貯蔵するための溶剤の貯蔵タンクと；

50

前記溶剤から水分をろ過するために前記貯蔵タンクに接続されたフィルタであって、前記フィルタが、前記貯蔵タンクから溶剤を受け入れるための入口と、ろ過された溶剤を前記貯蔵タンクへ流す出口とを有しているフィルタと；

前記貯蔵タンクに接続された、前記溶剤から酸素を除去するための手段と；を具備する溶剤精製装置において、

前記溶剤精製装置が携帯式である、

溶剤精製装置。

**【請求項 1 2】**

前記手段が前記溶剤から酸素を除去するための第二フィルタを備えていて、前記第二フィルタは前記貯蔵タンクに接続されている、請求項 1 1 に記載の溶剤精製装置。 10

**【請求項 1 3】**

前記第二フィルタが銅アルミナ触媒を備えている、請求項 1 2 に記載の溶剤精製装置。

**【請求項 1 4】**

前記手段が前記貯蔵タンクの中の前記溶剤に不活性ガスを供給するための不活性ガス源を備えている、請求項 1 1 に記載の溶剤精製装置。

**【請求項 1 5】**

さらに、ろ過された溶剤のサンプルを収集するために使用されるガラス器具を除染するためのガラス器具調整手段を備えている、前記ガラス器具調整手段は前記貯蔵タンクに接続されている、請求項 1 1 に記載の溶剤精製装置。 20

**【請求項 1 6】**

前記ガラス器具前処理手段が：

ニップルと；

不活性ガス源と；

真空源と；

前記不活性ガス源からの不活性ガスの流れ及び前記真空源から前記ニップルへの真空度を制御するための弁であって、前記弁は前記不活性ガス源及び前記真空源とに接続されている弁と；

を備えている、請求項 1 5 に記載の溶剤精製装置。

**【請求項 1 7】**

前記フィルタは、長さが約 431.8 mm ( 約 17 in ) で直径が約 76.2 mm ( 約 3 in ) のほぼ円筒状のフィルタカートリッジである、請求項 1 5 に記載の溶剤精製装置。 30

**【請求項 1 8】**

前記フィルタがアルカリ金属アルミニノ珪酸を備えている、請求項 1 5 に記載の溶剤精製装置。

**【請求項 1 9】**

前記貯蔵タンクが約 4 l の溶剤を貯蔵している、請求項 1 5 に記載の溶剤精製装置。

**【請求項 2 0】**

前記フィルタは、長さが約 431.8 mm ( 約 17 in ) で直径が約 76.2 mm ( 約 3 in ) のほぼ円筒状のフィルタカートリッジである、請求項 1 1 に記載の溶剤精製装置。 40

**【請求項 2 1】**

前記貯蔵タンクが約 4 l の溶剤を貯蔵している、請求項 1 1 に記載の溶剤精製装置。

**【請求項 2 2】**

前記フィルタがアルカリ金属アルミニノ珪酸を備えている、請求項 1 1 に記載の溶剤精製装置。

**【請求項 2 3】**

前記フィルタが吸着剤を備えている、請求項 1 1 に記載の溶剤精製装置。

**【請求項 2 4】**

ろ過する溶剤を貯蔵するために貯蔵タンクを準備する段階と；

前記貯蔵タンクに接続されたフィルタを準備する段階と；

溶剤を前記貯蔵タンクから前記フィルタに繰り返し供給し、水分を除去するために前記 50

溶剤をろ過し、そして前記ろ過した溶剤を前記貯蔵タンクへもどす段階と；  
を含んでいる、溶剤ろ過方法。

**【請求項 25】**

さらに、前記溶剤から酸素を除去する段階を含んでいる、請求項 24 に記載の溶剤ろ過方法。

**【請求項 26】**

酸素を除去する前記段階が：

前記溶剤から酸素を除去するための不活性ガスを前記貯蔵タンクの中へ供給する段階と；

前記貯蔵タンクを前記不活性ガスでパージする段階と；を含んでいる、請求項 25 に記載の溶剤ろ過方法。 10

**【請求項 27】**

酸素を除去する前記段階が、銅アルミナ触媒を備えている別のフィルタを用いて前記溶剤をろ過する段階を含んでいる、請求項 25 に記載の溶剤ろ過方法。

**【請求項 28】**

前記貯蔵タンクとフィルタとが装置を画成していて、前記装置が第一の場所にある場合、前記溶剤はろ過された溶剤の第一バッチである、請求項 24 に記載の溶剤ろ過方法であって、前記溶剤ろ過方法が、さらに、前記装置を前記第一の場所とは異なる第二の場所に移動する段階と、前記装置を用いて溶剤の別のバッチをろ過する段階とを含んでいる、請求項 24 に記載の溶剤ろ過方法。 20

**【請求項 29】**

前記貯蔵タンク及びフィルタとが装置を画成している、請求項 24 に記載の溶剤ろ過方法であって、前記溶剤ろ過方法が、さらに、前記装置がヒュームフードを操作する際に、前記貯蔵タンクを前記溶剤で充填する段階を含んでいる、請求項 24 に記載の溶剤ろ過方法。

**【発明の詳細な説明】**

**【技術分野】**

**【0001】**

本発明は、溶剤精製の方法及び装置に関する。

**【背景技術】**

**【0002】**

例えば、合成化学及び有機金属化学には非常に高純度の溶剤が必要とされる。より詳しくは、合成化学には酸素含有量又は水分含有量の少ない溶剤が必要とされる。有機金属化学には水分含有の純度の高い溶剤が必要とされる。すなわち、溶剤は使用する前に“乾燥”されている必要性がある。 30

**【0003】**

従来の溶剤を精製又は“乾燥”する方法は熱蒸留である。溶剤は揮発性であるので、熱蒸留は大火災や爆発事故をもたらしている。さらに、それは溶剤を乾燥する方法として著しく効率の悪いものである。一般に、蒸留は適切な乾燥剤を使用している。一般的な乾燥剤は、Li, Na, K, CaH<sub>2</sub>及びLiAlH<sub>4</sub>である。これらの乾燥剤は反応性が高く危険なものである。今まで、溶剤の熱蒸留は多くの火災と爆発を引き起こしてきた。化学者は、熱蒸留を最も危険なプロセスであると見なしている。さらに、蒸留設備のメンテナンス及び乾燥剤の消火は非常に面倒なものである。 40

**【0004】**

別の精製方法は、いわゆる“Grubbs装置”を使用していて、その装置は、溶剤を熱あるいは水と反応する乾燥剤を使用することなく所定の純度に乾燥し酸素除去するために非常に大きな溶剤のリザーバとアルミナ／触媒塔を使用している。Grubbs装置は多くの実験・研究スペースを必要とする。装置は、15 - 20 l の溶剤を貯蔵する貯蔵ドラムと、高さが76.2 mm以上で直径が76.2 mm以上の精製塔とを使用する。複数の塔が使用され直列に接続されている。各塔には活性のフィルタ媒体が入っていて、その媒体は溶剤が塔を通

10

20

30

40

50

過する間に溶剤からも汚染物質を除去している。溶剤はろ過するために一回だけ塔を通過する。溶剤は、塔の最終端部に達するまでに十分にろ過される。

#### 【0005】

ドラムリザーバへの溶剤の充填はヒュームフードのもとで行なわれる。というのは溶剤の危険なヒュームを吸引するためである。溶剤は41の容器に供給されている。従って、ドラムを充填するためには多くの容器が必要とされる。溶剤はより大きな容器、例えば101又は201の容器に供給されていてもよい。そのような容器は、一般に重いものである。さらに、そのような容器をヒュームフードのもとでドラムリザーバに移しかえることは困難あるいは不可能であるかも知れない。

#### 【0006】

さらに、使用後、長い塔各々は再生されねばならない。すなわち、溶剤をろ過した容器を塔から取り外さねばならない。このことは、塔が長いので、このことは非常に困難なものとなっている。Grubbs装置の問題は、携帯式でなく、そしてそのサイズのために装置を収容するスペースを必要とすることである。

#### 【発明の開示】

#### 【発明が解決しようとする課題】

#### 【0007】

本発明の目的は、溶剤精製のための携帯式装置を提供することである。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0008】

装置は、溶剤を貯蔵するための溶剤の貯蔵タンクと；前記溶剤から水分をろ過するために前記貯蔵タンクに接続されたフィルタとを含んでいる。前記フィルタが、前記貯蔵タンクから溶剤を受け入れるための入口と、ろ過された溶剤を前記貯蔵タンクへ流す出口を有している。不活性ガス源が、不活性ガスを前記貯蔵タンクの中へ供給するために前記貯蔵タンクに接続されている。

別の例示の実施形態において、前記フィルタは、長さが約431.8mm(約17in)で直径が約76.2mm(約3in)のほぼ円筒状のフィルタカートリッジである。別の例示の実施形態において、前記フィルタがアルカリ金属アルミノ珪酸又は吸着剤を備えている。別の例示の実施形態において、前記貯蔵タンクが約41の溶剤を貯蔵している。

#### 【0009】

別の例示の実施形態において、装置が前記貯蔵タンクの中への不活性ガスの流れを制御する第一の弁を備えている。別の例示の実施形態において、装置はさらに、出口と；真空源と；前記出口への前記真空源からの真空度及び前記出口への不活性ガスの流れとを制御するための第二弁であって、前記第二弁は前記真空源及び前記不活性ガス源とに接続されている。

#### 【0010】

別の例示の実施形態において、装置が、さらに、前記溶剤を前記貯蔵タンクから前記フィルタに流すようになっているポンプを備えている。

別の例示の実施形態において、装置が、第二溶剤を貯蔵するための第二貯蔵タンクと；前記第二溶剤から水分をろ過するために前記第二貯蔵タンクに接続された第二フィルタとを含んでいる。前記第二フィルタが、前記第二貯蔵タンクから溶剤を受け入れるための入口と、ろ過された溶剤を前記第二貯蔵タンクへ流す出口とを有している。前記第二ポンプが、前記第二溶剤を前記第二貯蔵タンクから前記第二フィルタに流すようになっている。前記ポンプと前記第二ポンプとの両方が単一モータにより駆動されている。

#### 【0011】

別の例示の実施形態において、溶剤精製用の携帯式装置が提供されていて、装置が、溶剤を貯蔵するための溶剤の貯蔵タンクと；前記溶剤から水分をろ過するために前記貯蔵タンクに接続されたフィルタであって、前記フィルタが、前記貯蔵タンクから溶剤を受け入れるための入口と、ろ過された溶剤を前記貯蔵タンクへ流す出口とを有しているフィルタと；前記貯蔵タンクに接続された、前記溶剤から酸素を除去するための手段と；を具備す

10

20

30

40

50

る。

別の例示の実施形態において、前記手段が前記溶剤から酸素を除去するための第二フィルタを備えている、前記第二フィルタは前記貯蔵タンクに接続されている。前記第二フィルタが銅アルミナ触媒を備えている。

#### 【0012】

別の例示の実施形態において、装置がさらに、ろ過された溶剤のサンプルを収集するために使用されるガラス器具を除染するためのガラス器具調整手段を備えている、前記ガラス器具調整手段は前記貯蔵タンクに接続されている。別の例示の実施形態において、前記ガラス器具前処理手段が：ニップルと；不活性ガス源と；真空源と；前記不活性ガス源からの不活性ガスの流れ及び前記真空源から前記ニップルへの真空度を制御するための弁であって、前記弁は前記不活性ガス源及び前記真空源とに接続されている弁と；を備えている。

10

#### 【0013】

別の例示の実施形態において、前記フィルタは、長さが約431.8mm(約17in)で直径が約76.2mm(約3in)のほぼ円筒状のフィルタカートリッジである。前記フィルタがアルカリ金属アルミニノ珪酸又は吸着剤を備えている。前記貯蔵タンクが約4lの溶剤を貯蔵している。

#### 【0014】

別の例示の実施形態において、溶剤ろ過方法が提供されている。溶剤ろ過方法が、ろ過する溶剤を貯蔵するために貯蔵タンクを準備する段階と；前記貯蔵タンクに接続されたフィルタを準備する段階と；溶剤を前記貯蔵タンクから前記フィルタに繰り返し供給し、水分を除去するために前記溶剤をろ過し、そして前記ろ過した溶剤を前記貯蔵タンクへもどす段階と；を含んでいる。溶剤ろ過方法が、さらに、前記溶剤から酸素を除去する段階を含んでいる。別の例示の実施形態において、酸素を除去する前記段階が：前記溶剤から酸素を除去するための不活性ガスを前記貯蔵タンクの中へ供給することにより達成されている。別の例示の実施形態において、酸素を除去する前記段階が、銅アルミナ触媒を備えている別のフィルタを用いて前記溶剤をろ過することにより達成されている。

20

#### 【0015】

前記貯蔵タンクとフィルタとが装置を画成している。溶剤ろ過方法が、第一の場所において前記溶剤の第一バッチをろ過する段階と、前記装置を前記第一の場所とは異なる第二の場所に移動する段階と、前記装置を用いて溶剤の別のバッチをろ過する段階とを含んでいる。さらに、前記溶剤ろ過方法が、さらに、前記装置がヒュームフードを操作する際に、前記貯蔵タンクを前記溶剤で充填する段階を含んでいる。

30

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0016】

本発明は、溶剤精製装置及びその方法を提供するものである。例示の実施形態において、装置は携帯式装置10であって、図1Aに図示する。例示の装置は少なくとも4l以上を貯蔵する貯蔵タンク12(図2A及び2Bに図示)を含んでいる。これは、ほとんどの溶剤が4lボトルで供給されているので最適なものである。例示の装置はモジュラー式である。

40

#### 【0017】

モータにより駆動される耐磁気性ポンプのような耐薬品性ポンプ15(図2Aに図示)が、ポンプ循環接続ライン14a, 14bを介して装置に接続されている。フィルタカートリッジ16が急速着脱継手18a, 18bを介してリザーバに接続されている。例示の実施形態において、カートリッジは長さが約304.8mm(約12in)直径が約38.1mm(約1 1/2in)である。

#### 【0018】

貯蔵タンクは、溶剤を受け入れるための入口20を含んでいる。装置は不活性ガス拡散弁22、真空/不活性ガス切換弁24、及びサンプル出口弁26を含んでいる。例示の実施形態において、不活性ガス拡散弁はSwagelock社製の二方弁、すなわちon/offタイ

50

プの弁である。例示の実施形態における真空／不活性ガス切換弁は、真空、不活性ガス及び閉状態を選択するために使用できるものである。例示の真空／不活性ガス切換弁はSwaglock社製の三方弁である。例示の実施形態におけるサンプル出口弁はSwaglock社製の三方弁である。

#### 【0019】

図3に図示するように、溶剤はライン14aを介して流出し、ライン14bを介してポンプによりポンプ駆動され、カートリッジを通過して貯蔵タンク12へもどる。ライン14a及び14bは、ポンプ循環接続ラインである。溶剤はライン14b、ライン13、カートリッジ16、ライン15及び17を通して、貯蔵タンクへもどる。装置は、溶剤が水分を十分に精製するまで溶剤をカートリッジに循環させる。例示の実施形態において、カートリッジは、UOP社製のMolsiv(登録商標)吸着タイプ13Xからなる。Molsiv吸着タイプ13Xは、アルカリ金属アルミニノ珪酸(alkaline metal aluminosilicate)である。他の吸着剤、例えばUOP 3A-PCG Molsiv(登録商標)吸着剤又はUOP A-201活性アルミナがろ過媒体使用されてもよい。

10

#### 【0020】

さらに、流路は、カートリッジ16からライン15を介して、サンプル出口弁26、真空／不活性ガス切換弁24及び不活性ガス拡散弁22を通過しライン34を通ってライン14aに流入する貯蔵タンクのバイパスラインを備えている。

#### 【0021】

例示の装置は、不活性ガス拡散弁22と接続された不活性ガス入口30と、真空／不活性ガス切換弁24と、真空／不活性ガス切換弁24に接続された真空源入口32を備えている、図1B, 2A及び2Bに図示されている。図2Aに図示するように、不活性ガス入口30は不活性ガス供給源31から不活性ガスを受容する図2Aに図示するように、真空源入口32は真空源33により真空引きするためのものである。図1A, 1Bに図示するように、例示の実施形態における装置はハウジング50に取り付けられている。

20

#### 【0022】

例示の実施形態の装置において、酸素は装置を拡散することにより溶剤から除去される。拡散は貯蔵タンクの中の溶剤に窒素のような不活性ガスを通過させることにより行なわれる。窒素は溶剤の中に泡を形成し溶剤に含まれている酸素をとじ込める。泡は貯蔵タンクの最上部に上昇する。例示の装置を用いて溶剤から酸素を除去するために、不活性ガス拡散弁22が拡散位置に移動され、不活性ガス入口30に接続された不活性ガス源31からの不活性ガスが不活性ガス拡散弁22を介して流れ、貯蔵タンクの底部を介して流入するべく図2A, 2Bに図示するライン36を介して図3における矢印34の方向に流れる。例示の実施形態において、拡散中にポンプは停止され、従って、窒素は、カートリッジ16を介して循環されるというよりもむしろ貯蔵タンクの中を上向きに流れようになっている。不活性ガスは酸素をとじ込める泡を形成している。泡は貯蔵タンク12の最上部へ上昇する。拡散ベント37は貯蔵タンクの上端部に接続されていて、酸素を含んだ窒素が排出できるようになっている。例示の実施形態において、溶剤から酸素を十分に除去するのに溶剤に応じて約10分～15分を要する。すなわち、15分間不活性ガスが貯蔵タンクに供給され、酸素を含んだ窒素泡が拡散ベントを介して排出される。

30

#### 【0023】

別の例示の実施形態において、不活性ガスを貯蔵タンクの外部にあるライン36を介して貯蔵タンクの底部に供給する代わりに、図4に図示するように貯蔵タンクの最上部から入り、貯蔵タンクの下部に延伸しているライン36aを介して供給してもよい。さらに、例示の実施形態の装置は、溶剤を貯蔵タンク12からフィルタ16にポンプ駆動するため使用するポンプ15をオン・オフするスイッチ42のようなスイッチを備えていてよい。

40

#### 【0024】

さらに別の例示の実施形態において、不活性ガスの代わりに、銅-アルミナ触媒のカートリッジが酸素を除去するために使用されている。そのようなカートリッジの一つは、En

50

gelhard社製のQ - 5 フィルタカートリッジであってもよい。この実施形態において、溶剤は水分吸着カートリッジ16を通過し、そして酸素除去カートリッジを通過する。これらの二つのカートリッジはお互いに直列になっている。

#### 【0025】

溶剤が十分に精製されたかどうかを確認するために、装置における溶剤のサンプルが取り出され測定される。例示の実施形態の装置は、溶剤サンプルを収集し、測定するために使用するために、ガラス器具を除染するためのフラスコのようなガラス器具前処理手段を含んでいて、ガラス器具が収集したサンプルの完全性を維持するようになっている。ガラス器具前処理手段のニップル40(図1A, 2A)は装置に接続されている。詳しくは、ニップル40が真空/不活性ガス切換弁24を介して不活性ガス源31及び真空源33に接続されている。ニップルはサンプル出口弁26を介してカートリッジ16(図2A)又は貯蔵タンクにも接続されている。例示の実施形態において、サンプルを受容するガラス器具はニップルに差し込まれている。真空/不活性ガス切換弁は、不活性ガス位置と真空位置との間で切換えられていて、不活性ガス位置においては不活性ガスがガラス器具に流入をするようになっており、真空位置においては、不活性ガスを含んでいるガラス器具における不純物が、真空入口32に接続された真空源により真空引きされ除去されるようになっている。不活性ガスは、ガラス器具を洗浄すなわち除染し、真空引きが汚染物を含んでいる不活性ガスを除去するようになっている。弁の切換は手動で行なってもよいし、適切な機構を利用して自動的に行なってもよい。

10

20

#### 【0026】

ガラス器具が前処理されると、すなわち、不活性ガス及び真空引きを用いて除染されると、真空/不活性ガス切換弁24は閉となり、そしてサンプル出口弁26が開となり、例示の実施形態におけるカートリッジから下流側の(又は別の例示の実施形態においては貯蔵タンクから下流側の、又はカートリッジ若しくは貯蔵タンクのどちらかに接続された別のラインから下流側の溶剤がニップルから流出しガラス器具に流入する。ガラス器具は除染カバ又はキャップによりおおわれ、そしてサンプルがグローブボックスの中へ取り出され、そこでガラス器具の中の溶剤がクリーンな環境におかれ、溶剤に含まれる不純物の量、すなわち溶剤の純度が特定される。溶剤の純度は、例えばKarl Fisher滴定法のような公知の方法を用いて測定されてもよい。

30

#### 【0027】

使用後、フィルタカートリッジ12は急速着脱継手18a, 18bを用いて装置から係合解除することにより、必要に応じて、容易に交換することができる。新しいカートリッジは、急速着脱継手を用いて容易に接続することができる。カートリッジ12は使い捨てであってもよい。代りに、再利用式カートリッジが使用されてもよくて、カートリッジは、使用後適切な施設において再生又は洗浄される。

40

#### 【0028】

例示の実施形態の装置の利点はモジュラー式であることである。例えば、単一のモータが複数の装置を駆動するべく使用されてもよい。すなわち、単一のモータは、複数の装置のポンプ循環接続ラインに接続された、ポンプヘッド又は循環ポンプに接続されてもよい。これらの接続は急速着脱継手を用いて行なわれてもよい。

40

#### 【0029】

理解できるように、例示の実施形態の装置は取付け構造体、溶剤の貯蔵タンク、精製カートリッジ及び関連する弁、ポンプを含んでいる。本装置の構造はモジュール式であって、寸法は小さな実稼動環境のために最適化されている。さらに、複数の装置を使用することにより、大きな実稼動環境を作ることもできる。例示の装置は必要に応じてヒュームフード(fume hood)に容易に搬送するのに十分にコンパクトなものとなっている。

50

#### 【0030】

出願人は、例示の装置を用いて水分及び酸素の濃度レベルを1ppm以下のレベルに溶剤を精製できると思っている。例示の装置の他の利点は、装置を分解することなくカートリッジの交換がされることである。カートリッジは低価格となりそして容易に交換すること

ができる。例示の装置は必要に応じて純粋な溶剤を作ることもできる。

【0031】

装置は、種々の溶剤の精製に推奨される循環若しくはろ過時間又はサイクルのメニューを備えている。他例示の実施形態において、装置は種々の溶剤用に自動化されてもよい。この点に関して、運転員は、特殊な溶剤にもかかわらずボタンを押すか電子的なメニューから選択するだけでよくて、装置は酸素を除去し溶剤を選択した溶剤に必要とされる純度レベルに達するに必要な時間循環する。別の例示の実施形態において、装置は種々の溶剤に対して、様々な純度レベルを選択できるようになっている。

【0032】

例示の実施形態の装置は、溶剤から酸素及び／又は水分を除去するために使用されてもよい。別の例示の実施形態において、カートリッジ16及び／又は酸素除去カートリッジを通過する流れは前述の説明と逆なものであってもよい。

10

【0033】

例示の実施形態の装置は溶剤をろ過することもできる。例えば、溶剤を適切な媒体を通して循環することにより、溶剤を“乾燥”することができる。フィルタ媒体を介して複数回数溶剤を循環できることにより、例示の実施形態の装置のサイズ（含むフィルタ媒体）を最小化することができる。

【図面の簡単な説明】

【0034】

【図1A】図1Aは、本発明による例示の実施形態の装置の前方から見た斜視図である。

20

【図1B】図1Bは、本発明による例示の実施形態の装置の後方から見た斜視図である。

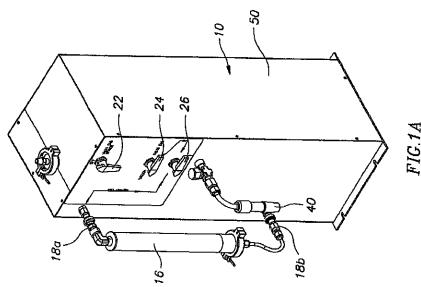
【図2A】図2Aは、図1Aにおける例示の実施形態の装置の内部コンポーネントの前方から見た斜視図である。

【図2B】図2Bは、図1Aにおける例示の実施形態の装置の内部コンポーネントの後方から見た斜視図である。

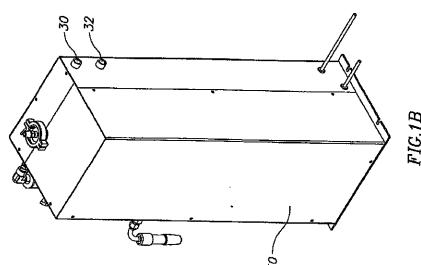
【図3】図3は、本発明による例示の実施形態の装置の概略図である。

【図4】図4は、本発明による別の例示の実施形態の装置の概略図である。

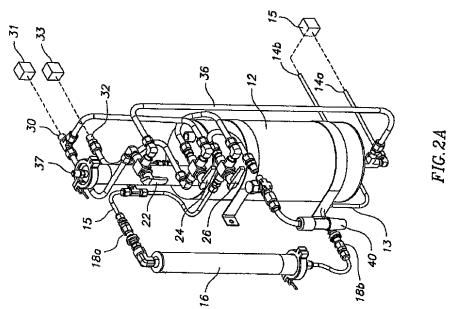
【 図 1 A 】



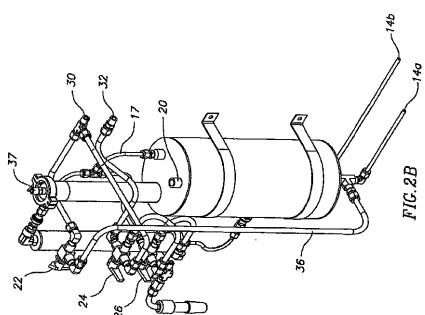
【 図 1 B 】



【 図 2 A 】

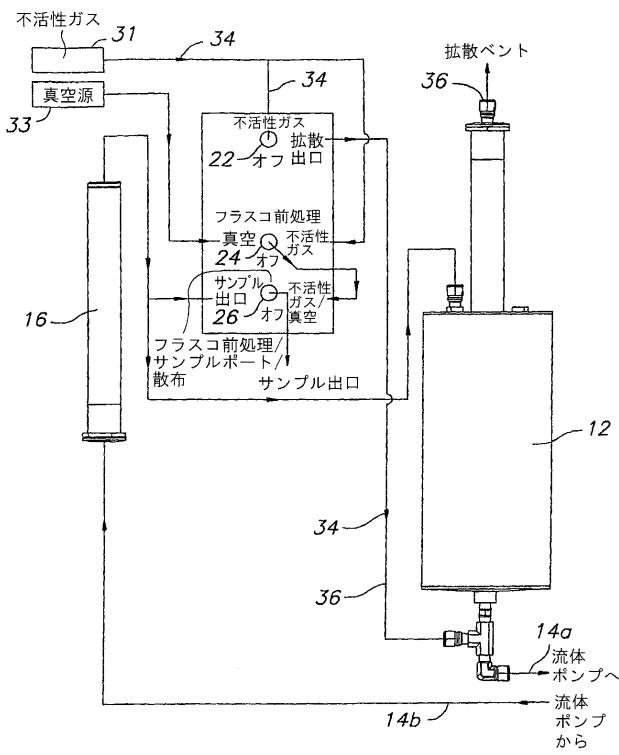


【 図 2 B 】



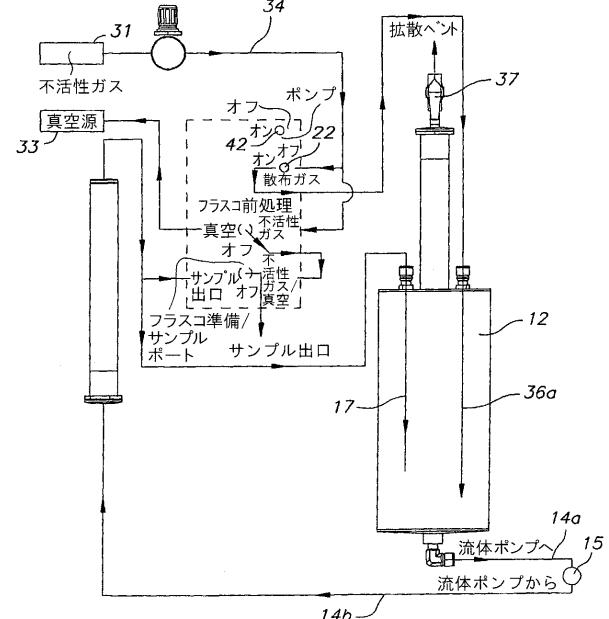
【 3 】

FIG. 3



【 四 4 】

FIG. 4



**【手続補正書】**

【提出日】平成19年9月5日(2007.9.5)

**【手続補正1】**

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

**【補正の内容】**

【特許請求の範囲】

**【請求項1】**

ろ過する溶剤を貯蔵するために貯蔵タンクを準備する段階と；

前記貯蔵タンクに接続されたフィルタを準備する段階と；

前記溶剤における水分が所定量以下になるまで水分を除去するべく前記溶剤をろ過するために、前記タンクから前記フィルタへそして前記フィルタから前記タンクへと前記溶剤を繰返し循環する段階と；

を含んでいる、溶剤ろ過方法。

**【請求項2】**

前記貯蔵タンクとフィルタとが携帯式装置を画成していて、前記装置が第一の場所にある場合、前記溶剤はろ過された溶剤の第一バッチである、請求項1に記載の溶剤ろ過方法であって、前記溶剤ろ過方法が、さらに、前記携帯式装置を前記第一の場所とは異なる第二の場所に移動する段階と、前記携帯式装置を用いて溶剤の別のバッチをろ過する段階とを含んでいる、請求項1に記載の溶剤ろ過方法。

**【請求項3】**

前記貯蔵タンク及びフィルタとが装置を画成している、請求項1又は2に記載の溶剤ろ過方法であって、前記溶剤ろ過方法が、さらに、前記装置がヒュームフードを操作する際に、前記貯蔵タンクを前記溶剤で充填する段階を含んでいる、請求項1又は2に記載の溶剤ろ過方法。

**【請求項4】**

前記所定量が約1ppmの水分である、請求項1～3のいずれか一項に記載の溶剤ろ過方法。

**【請求項5】**

前記所定量が1ppmより少ない水分である、請求項1～3のいずれか一項に記載の溶剤ろ過方法。

**【請求項6】**

アルカリ金属アルミノ珪酸を通して前記溶剤をろ過する段階を含んでいる、請求項1～5のいずれか一項に記載の溶剤ろ過方法。

**【請求項7】**

前記溶剤は、合成化学及び有機金属化学の少なくとも一方に使用するための溶剤である、請求項1～6のいずれか一項に記載の溶剤ろ過方法。

**【請求項8】**

さらに、前記溶剤から酸素を除去する段階を含んでいる、請求項1～7のいずれか一項に記載の溶剤ろ過方法。

**【請求項9】**

酸素を除去する前記段階が：

前記溶剤から酸素を除去するための不活性ガスを前記貯蔵タンクの中へ供給する段階と；

前記貯蔵タンクを前記不活性ガスでパージする段階と；を含んでいる、請求項8に記載の溶剤ろ過方法。

**【請求項10】**

さらに、前記酸素を除去するために供給されている前記不活性ガスの少なくとも一部分を出口へ導入する段階と；

前記出口を真空引きする段階と；

ガラス器具を除染するために前記出口において前記不活性ガスと真空引きとを使用する段階と；

前記溶剤の水分量を測定するための前記溶剤のサンプルを収集するために、前記除染したガラス器具を使用する段階と；を含んでいる請求項9に記載の溶剤ろ過方法。

【請求項11】

酸素を除去する前記段階が、銅アルミニウム触媒を備えている別のフィルタを通して前記溶剤をろ過する段階を含んでいる、請求項8又は9に記載の溶剤ろ過方法。

【請求項12】

合成化学及び有機金属化学の少なくとも一方に使用するための溶剤を貯蔵するための溶剤の貯蔵タンクと；

前記溶剤から水分をろ過するために前記貯蔵タンクに接続されたフィルタであって、前記フィルタが、前記貯蔵タンクから溶剤を受け入れるための入口と、ろ過された溶剤を前記貯蔵タンクへ還流する出口とを有しているフィルタと；

前記貯蔵タンクから前記フィルタへ、そして前記フィルタから前記貯蔵タンクへと前記溶剤を繰返し循環するようになっているポンプと；

前記貯蔵タンクに接続された、前記溶剤から酸素を除去するための手段と；を具備する溶剤精製装置において、

前記溶剤精製装置が携帯式である、

溶剤精製装置。

【請求項13】

さらに、ガラス器具前処理手段を備えていて、前記ガラス器具前処理手段が：

ニップルと；

不活性ガス源と；

真空源と；

前記不活性ガス源からの不活性ガスの流れ及び前記真空源から前記ニップルへの真空引きを制御するための弁であって、前記弁は前記不活性ガス源及び前記真空源とに接続されている弁と；を備えている、請求項12に記載の溶剤精製装置。

【請求項14】

合成化学及び有機金属化学の少なくとも一方に使用するための溶剤を貯蔵するための溶剤の貯蔵タンクと；

前記溶剤から水分をろ過するために前記貯蔵タンクに接続されたフィルタであって、前記フィルタが、前記貯蔵タンクから溶剤を受け入れるための入口と、ろ過された溶剤を前記貯蔵タンクへ流す出口とを有しているフィルタと；

前記貯蔵タンクから前記フィルタへ、そして前記フィルタから前記貯蔵タンクへと前記溶剤を繰返し循環するようになっているポンプと；

不活性ガスを前記貯蔵タンクの中へ供給するために前記貯蔵タンクに接続された不活性ガス源と；

真空源と；

前記真空源からの真空引き及び前記出口への不活性ガスの流れとを制御するための弁であって、前記弁は前記真空源及び前記不活性ガス源とに接続されている、弁と；を具備する携帯式の溶剤精製装置。

【請求項15】

前記フィルタがアルカリ金属アルミノ珪酸を備えている、請求項12～14のいずれか一項に記載の溶剤精製装置。

## 【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US 06/07637
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> IPC(8): B01D 11/00 (2007.01) USPC: 210/634 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC(8): B01D 11/00 (2007.01) USPC: 210/634		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched IPC(8): B01D 11/00, 11/02, 11/04 (2007.01) - see keywords below USPC: 210/134, 335, 416.1, 497.01, 511, 634, 767; 417/205 - see keywords below		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) USPTO - WEST - PGPB, USPT, EPAB, JPAB key words: absorb, eliminate, filter, gas, inert, moisture, oil, out, remove, solvent, steam, water		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 6,444,121 B1 (Maxwell); 03 September 2002 (03.09.2002); col 1 ln 8; col 2 ln 26-30 and 52-56; col 6 ln 49; FIG 1 item 16, 26, 38	24 and 25 ----- 1-23 and 26-29
Y	US 6,478,963 B2 (Spearman et al.); 12 November 2002 (12.11.2002); col 4 ln 41-44; col 6 ln 49; col 7 ln 37; col 7 ln 30, col 14 ln 25-27; FIG 5 and 6	1-23 and 26-29
Y	US 6,589,444 B2 (Thomas et al); 08 July 2003 (08.07.2003); col 3 ln 8-17	3, 22 and 23
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/>		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report <b>13 JUL 2007</b>	
13 April 2007 (13.04.2007)		
Name and mailing address of the ISA/US Mail Stop PCT, Attn: ISA/US, Commissioner for Patents P.O. Box 1450, Alexandria, Virginia 22313-1450 Facsimile No. 571-273-3201	Authorized officer: Lee W. Young <small>PCT Helpdesk: 571-272-4300 PCT OSP: 571-272-7774</small>	

---

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LS,MW,MZ,NA,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,NL,PL,PT,RO,SE,SI,SK,TR),OA(BF, BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CN,CO, CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KM,KN,KP,KR,KZ,LC,LK,L R,LS,LT,LU,LV,LY,MA,MD,MG,MK,MN,MW,MX,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PG,PH,PL,PT,RO,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,SY ,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,YU,ZA,ZM,ZW

(72)発明者 ベルニク , ドミトリー

アメリカ合衆国 , カリフォルニア 90274 , パロス バーデス , ピア メディア 509

(72)発明者 ホード , ロン

アメリカ合衆国 , カリフォルニア 90049 , ロサンゼルス , ノース セブルベダ ブールバー  
ド 1008

F ターム(参考) 4D011 AA15 AD03

4D017 AA03 BA01 CA05 DA01 EA05 EA10 EB03

4G169 AA03 BC16A BC16B BC31A BC31B CA11

4H006 AA02 AD17 BD82 BD84