

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6249089号
(P6249089)

(45) 発行日 平成29年12月20日 (2017.12.20)

(24) 登録日 平成29年12月1日 (2017.12.1)

(51) Int. Cl.

F 1

GO 1 N 21/64 (2006.01)

GO 1 N 21/64 Z

GO 1 J 3/18 (2006.01)

GO 1 J 3/18

GO 1 J 3/02 (2006.01)

GO 1 J 3/02 Z

GO 1 N 30/74 (2006.01)

GO 1 N 30/74 A

GO 1 N 30/74 F

請求項の数 1 (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願2016-252616 (P2016-252616)

(22) 出願日 平成28年12月27日 (2016.12.27)

基礎とした実用新案登録

実用新案登録第3190361号

原出願日 平成26年2月17日 (2014.2.17)

(65) 公開番号 特開2017-58382 (P2017-58382A)

(43) 公開日 平成29年3月23日 (2017.3.23)

審査請求日 平成28年12月27日 (2016.12.27)

(73) 特許権者 000001993

株式会社島津製作所

京都府京都市中京区西ノ京桑原町 1 番地

(74) 代理人 100205981

弁理士 野口 大輔

(72) 発明者 湊 浩之

京都府京都市中京区西ノ京桑原町 1 番地

株式会社島津製作所内

審査官 横尾 雅一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 液体クロマトグラフ用検出器

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

光源と、

筐体、前記筐体内に前記光源からの光を取り込む入射窓、前記筐体内に設けられ前記入射窓から取り込まれた光を分光する分光器、前記分光器で分光された光のうち測定に用いる光を抽出するスリット、前記スリットにより抽出された光の一部をリファレンス光として検出するリファレンス光検出素子、前記射出窓の近傍において前記スリットにより抽出された光の一部を反射させて前記リファレンス光検出素子へ導くビームスプリッタ、及び前記ビームスプリッタを透過した光を前記筐体外へ射出する射出窓を備えた光学ユニットと、

前記光学ユニットの射出窓から射出された光が照射される位置に配置され、試料を流すためのフローセルと、

前記フローセルからの光を検出する測定光検出素子と、を備え、

前記ビームスプリッタは前記筐体の内側に固定された固定部材によって前記射出窓を前記筐体の内側から覆うように前記筐体の内側に取り付けられており、前記射出窓は前記ビームスプリッタ及び前記固定部材によって前記筐体の内側から封止されている液体クロマトグラフ用検出器。

【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において分析カラムで分離された試料成分を検出する検出器に関するものである。

【背景技術】

【0002】

液体クロマトグラフ用の検出器の一つとして、液体クロマトグラフの分析カラムで分離された試料成分を流すためのフローセルを備え、そのフローセルを流れる試料に対して励起光を照射し、励起した試料から発せられる蛍光を検出素子に導いて検出する蛍光分光光度計がある（例えば、特許文献1参照。）。

【0003】

蛍光分光光度計は、光源、光源からの光を分光する分光器などの光学素子を有し試料を励起させる励起光成分を抽出する光学系、光学系により抽出された励起光が照射されるフローセル、及び励起された試料から発せられる蛍光を検出する検出素子を備えている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】特開2001-83093号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

上記のような液体クロマトグラフ用の検出器において、回折格子やミラーなどの光学素子を有する光学系はフローセルとは別の筐体内に収容されて個別のユニット（光学ユニットという）として構成されることが一般的である。しかし、その光学ユニット内にフローセルを流れる移動相用有機溶媒からの揮発性ガスや空気中の微粒子が侵入し、その影響でミラーや回折格子などの光学素子が劣化したり曇ったりして、測定精度の低下の原因になることが問題となっていた。これを防止するために、筐体の隙間にスポンジやパッキンを挟んだり接着剤で隙間を埋めたりしていた。

【0006】

フローセルを流れる試料に照射される励起光の強度を測定し、その測定値に基づいて測定された蛍光強度を補正するということが行なわれることがある。その場合、光学ユニット内には、リファレンス光を検出するための検出素子と光学系により抽出された励起光の一部をその検出素子へ導くためのビームスプリッタが設けられる。通常、リファレンス光を取り出すためのビームスプリッタは光学ユニットの筐体の励起光用の出口部分に配置されるが、リファレンス光の光軸を調整する必要があるため、このビームスプリッタは回転することができるように構成されていた。そのため、ビームスプリッタは光学ユニットの筐体に固定されておらず、ビームスプリッタと筐体との間に隙間が存在し、光学ユニットの励起光出口には光学ユニットの外部の空気が侵入する隙間が存在していた。光学ユニットの励起光出口部分をガラスなどの透明材料で封止して空気の侵入を遮断すると装置構成のコストが増大すると共に励起光が若干減少するという問題がある。

【0007】

そこで、本発明は、分光器など複数の光学素子を有する光学ユニットへの外気の侵入を安価に防止することも目的とするものである。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明にかかる液体クロマトグラフ用検出器は、光源と、筐体、その筐体内に光源からの光を取り込む入射窓、筐体内に設けられ入射窓から取り込まれた光を分光する分光器、分光器で分光された光のうち測定に用いる光を抽出するスリット、スリットにより抽出された光の一部をリファレンス光として検出するリファレンス光検出素子、射出窓の近傍においてスリットにより抽出された光の一部を反射させてリファレンス光検出素子へ導くビームスプリッタ、及びビームスプリッタを透過した光を筐体外へ射出する射出窓を備えた光学ユニットと、光学ユニットの射出窓から射出された光が照射される位置に配置され、

10

20

30

40

50

試料を流すためのフローセルと、フローセルからの光を検出する測定光検出素子と、を備え、ビームスプリッタは筐体の内側に固定された固定部材によって射出窓を筐体の内側から覆うように筐体の内側に取り付けられており、射出窓はビームスプリッタ及び固定部材によって筐体の内側から封止されている。

【発明の効果】

【0009】

本発明の液体クロマトグラフ用検出器は、ビームスプリッタが、筐体の内側に固定された固定部材によって射出窓を筐体の内側から覆うように筐体の内側に取り付けられ、それによって射出窓がビームスプリッタ及び固定部材によって筐体の内側から封止されているので、移動相用の有機溶媒の揮発性ガスや空気中の微粒子が光学ユニット内へ流入することが抑制され、分光器などの光学部品の劣化や曇りの発生が抑制される。また射出窓を封止する別のガラス部材が不要となるためコスト削減とガラスによる減光がなくなる。

10

【図面の簡単な説明】

【0010】

【図1】液体クロマトグラフ用検出器の一実施例を概略的に示す構成図である。

【図2】同実施例の光学ユニットの筐体に設けられた射出窓部分を筐体の外側からみた斜視図である。

【発明を実施するための形態】

【0011】

液体クロマトグラフ用検出器の一つである蛍光分光光度計の一実施例について、図1を用いて説明する。

20

【0012】

この検出器は、光源ユニット2、光学ユニット4、フローセルユニット6（フローセル部）及び検出ユニット8からなる。各ユニット2、4、6及び8はそれぞれ筐体2a、4a、6a及び8aを有し、互いに独立したユニットとして構成されている。

【0013】

光源ユニット2は筐体2a内に光源10を備え、光源10により発せられた光を筐体2aの光出口から光学ユニット4に向けて照射するように配置されている。

【0014】

光学ユニット4の筐体4には、光源ユニット2からの光を取り込むための入射窓12と、測定で使用する波長範囲の光を射出する射出窓32が設けられている。入射窓12は外気の侵入を防止する透明のガラス板によって封止されている。筐体4a内には、入口スリット14、ミラー16、回折格子18（分光器）、出口スリット20、ビームスプリッタ22、射出窓封止部材24、集光レンズ26及びリファレンス光検出素子28が配置されている。

30

【0015】

ミラー16は入射窓12から取り込まれ入口スリット14を通過した光を回折格子18へ導くように配置されている。回折格子18はミラー16からの光を波長によって分光し、出口スリット20側へ導く分光器である。回折格子18は回転可能であり、測定に用いられる波長範囲の光のみが出口スリット20によって抽出されるように、その配置角度が調節される。出口スリット20は射出窓32の近傍に配置されており、出口スリット20により抽出された光が射出窓32から射出されるようになっている。

40

【0016】

出口スリット20と射出窓32との間にビームスプリッタ22が配置されており、その側方に集光レンズ26を介してリファレンス光検出素子28が配置されている。ビームスプリッタ22は、ハーフミラー又は透明ガラス板が入射光に対して斜め方向に配置されたものである。ビームスプリッタ22は出口スリット20により抽出された光の一部をリファレンス光としてリファレンス光検出素子28側へ導くものである。

【0017】

ビームスプリッタ22を透過した光が射出窓32からフローセルユニット6に向かって

50

射出される。出口スリット 20 により抽出される光は、例えば 200 nm～900 nm の波長範囲の光であり、フローセルユニット 6 のフローセル 34 を流れる試料を励起させるための励起光として用いられる。リファレンス光検出素子 28 は、出口スリット 20 を通過した光の一部の光をリファレンス光としてその強度を検出することにより、フローセル 34 に照射される励起光の強度を検知するためのものである。リファレンス光検出素子 28 で得られたリファレンス光強度は、後述する測定光検出素子 48 で得られる測定光強度の補正に用いられる。

【0018】

ビームスプリッタ 22 は、図 2 に示されているように、矩形の平面を有し、その周縁部のうち一端部が筐体 4 の内壁面に固定されている。ビームスプリッタ 22 の他の周縁部は固定部材 24 によって筐体 4 a の内側に固定されている。ビームスプリッタ 22 及び固定部材 24 は筐体 4 a の内側から射出窓 32 を覆っており、射出窓 32 を筐体 4 a の内側から封止している。ビームスプリッタ 22 の筐体 4 a への固定部分、ビームスプリッタ 22 と固定部材 24 との連結部分、固定部材 24 の筐体 4 a への固定部分のそれぞれの隙間にスポンジやパッキンが挟み込まれているか、各固定部分又は連結部分が接着剤で固定されている。筐体 4 a の内部と外部は、ビームスプリッタ 22 及び固定部材 24 を境界として空間的に分離され、筐体 4 a の内部は密閉された空間となっている。固定部材 24 は、例えばアルミの表面に黒アルマイト処理した板状の部材である。

【0019】

図 1 に戻って説明を続けると、光学ユニット 4 の射出窓 32 側にフローセルユニット 6 が配置されている。フローセルユニット 6 は光学ユニット 4 の射出窓 32 に対向する位置に集光レンズ 36 を有し、射出窓 32 から射出された励起光を集光レンズ 36 によって筐体 6 a 内のフローセル 34 に集光して照射するようになっている。励起光により励起されたフローセル 34 の試料からは蛍光が発生する。フローセルユニット 6 の筐体 6 a には、試料から発せられた蛍光を射出するための蛍光出口 40 が設けられており、フローセル 34 の試料から発せられた蛍光が集光レンズ 38 によって蛍光出口 40 から射出され、検出ユニット 8 の蛍光入口 42 から蛍光ユニット 8 の筐体 8 a 内に取り込まれるようになっている。

【0020】

蛍光ユニット 8 内には入口スリット 44、回折格子 46 及び測定光検出素子 48 が設けられている。回折格子 46 は、入口スリット 44 を介して取り込まれた光を分光して測定光検出素子 48 に導くように配置されている。測定光検出素子 48 で得られた検出信号は、図示されていない演算処理装置に取り込まれ、測定光検出素子 48 に入射した光のスペクトルデータが得られる。これにより、フローセル 34 を流れる試料から発せられた蛍光に相当する波長成分の強度が測定され、試料濃度が求められる。

【符号の説明】

【0021】

- 2 光源ユニット
- 2 a 光源ユニット筐体
- 4 光学ユニット
- 4 a 光学ユニット筐体
- 6 フローセルユニット
- 6 a フローセルユニット筐体
- 8 検出ユニット
- 8 a 検出ユニット筐体
- 10 光源
- 12 入射窓
- 14, 44 入口スリット
- 16 ミラー
- 18, 46 回折格子

10

20

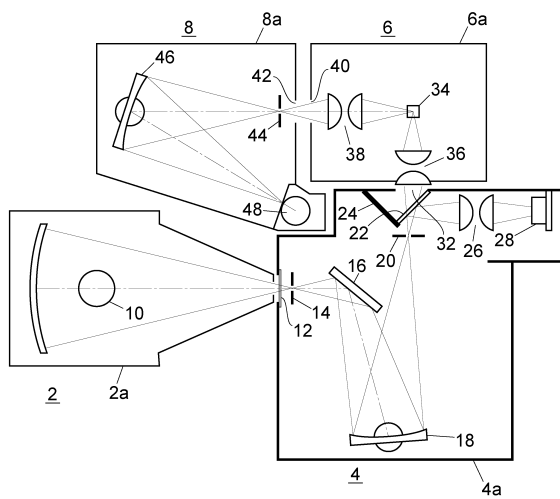
30

40

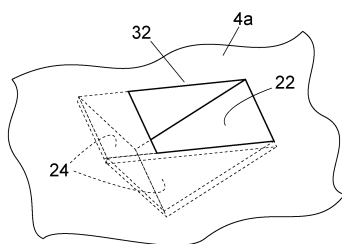
50

- 2 0 出口スリット
- 2 2 ビームスプリッタ
- 2 4 固定部材
- 2 6 , 3 6 , 3 8 集光レンズ
- 2 8 リファレンス光検出素子
- 3 2 射出窓
- 3 4 フローセル
- 4 0 蛍光出口
- 4 2 蛍光入口
- 4 8 測定光検出素子

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開2000-346805 (JP, A)
特開平06-094528 (JP, A)
米国特許出願公開第2009/0159803 (US, A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
G01N 21/00-21/74
G01J 3/00- 3/52
G01N 30/00-30/96