

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(51) 国際特許分類 ³ G01N 31/08; B01D 15/08	A1	(11) 国際公開番号 WO 83/ 03474 (43) 国際公開日 1983年10月13日 (13. 10. 83)
(21) 国際出願番号 PCT/JP83/00088 (22) 国際出願日 1983年3月22日 (22. 03. 83) (31) 優先権主張番号 特願昭57-46072 実願昭57-40733 U (32) 優先日 1982年3月23日 (23. 03. 82) 1982年3月23日 (23. 03. 82) (33) 優先権主張国 JP (71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) ガスクロ工業株式会社 (GASUKURO KOGYO CO., LTD.) [JP/JP] 〒160 東京都新宿区西新宿6丁目12番18号 Tokyo, (JP) (72) 発明者; および (75) 発明者/ 出願人 (米国についてのみ) 徳田 章 (TOKUDA, Akira) [JP/JP] 福田十三雄 (FUKUDA, Tomio) [JP/JP] 〒358 埼玉県入間市狭山ヶ原237-2 ガスクロ工業株式会社武蔵工場内 Saitama, (JP) (74) 代理人 弁理士 高橋三雄 (TAKAHASHI, Mitsuo) 〒160 東京都新宿区西新宿7丁目3番10号 第21山京ビル702 Tokyo, (JP) (81) 指定国 BE (欧州特許), DE (欧州特許), FR (欧州特許), GB (欧州特許), NL (欧州特許), US. 添付公開書類 国際調査報告書		

(54) Title: CHROMATOGRAPHY STICK AND METHOD FOR DEVELOPING SAMPLE USING THE SAME

(54) 発明の名称 クロマトグラフスティック及び試料展開方法

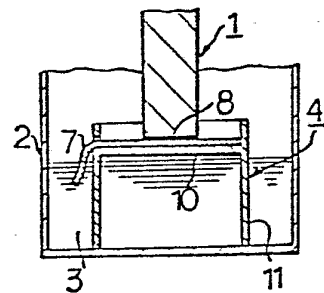
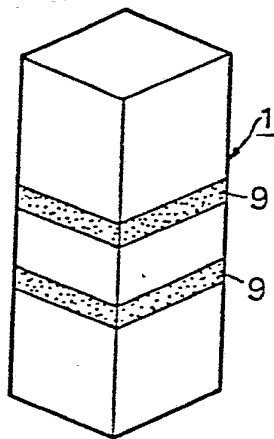
(57) Abstract

A chromatography stick for separating and collecting two or more ingredients contained in a sample according to chromatography, and a method for the separation and collection. This stick enables to develop a sample uniformly and in parallel and can be repeatedly used by cutting the sample-developed portion, thus being useful for collecting a large quantity of a sample ingredient. The stick is composed of only an adsorbing material such as silica gel and a necessary binder and is formed as a column or plate. In conducting chromatography, a sample is adsorbed at the bottom of the stick, and the bottom is placed on a plate to which a solvent can be freely supplied.

(57) 要約

クロマトグラフに用いる二以上の成分を含有する試料を分離採集する用具及びその方法に関する。
 本発明は試料展開が均一且平行状に進行させ何回も採取部分をカットして使用でき且大量の試料成分採取を可能とし

に。
 シリカゲル等の吸着材及び必要なバインダーを混入した材料のみにて柱状乃至板状に形成したクロマトグラフスティック及び該クロマトグラフスティック底に試料を吸着させ溶媒を供給自在とした載台上に置く試料展開方法である。



情報としての用途のみ

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第1頁にPCT加盟国を同定するために使用されるコード

AT	オーストリア	LI	リヒテンシュタイン
AU	オーストラリア	LK	スリランカ
BE	ベルギー	LU	ルクセンブルグ
BR	ブラジル	MC	モナコ
CF	中央アフリカ共和国	MG	マダガスカル
CG	コンゴ	MR	モーリタニア
CH	スイス	MW	マラウイ
CM	カメルーン	NL	オランダ
DE	西ドイツ	NO	ノルウェー
DK	デンマーク	RO	ルーマニア
FI	フィンランド	SE	スウェーデン
FR	フランス	SN	セネガル
GA	ガボン	SU	ソビエト連邦
GB	イギリス	TD	チャード
HU	ハンガリー	TO	トーゴ
JP	日本	US	米国
KP	朝鮮民主主義人民共和国		

(1)

明 細 書

クロマトグラフステイック及び試料展開方法

技術分野

この発明は、クロマトグラフに用いる二以上の成分を含有する試料を分離採集する際にシリカゲルを用いて各成分毎に展開分離するに、分離性能がよく又採集分量も多く出来るクロマトグラフステイック及びそれを使用する試料展開方法に関する。

背景技術

近時ガラス板にシリカゲルを薄く塗着し、乾燥させシリカゲル薄層を形成させその一端に一滴乃至二滴の試料を塗着させてベンゼン、石油等の溶媒に浸漬させることにより試料を展開させ試料によつて異なる上昇率を利用して試料の分取を行なう試料展開方法が行なわれている。然して従来のシリカゲル薄層(A)をガラス板(B)上に形成させたものは、ガラス片に近い部分は製作時乾燥度が高くなるためシリカゲル層を厚くした場合試料展開の際ガラス片に近い部分と遠い外側部分との間に吸着度の差が大きくなりシリカゲルに対する展開状態に差が出来る(第1図示)。又シリカゲルを厚く塗布した場合試料採取のカットの際に試料混合の虞れがあつた。このためシリカゲルを厚く塗着できず一時に試料を多量に展開出来ず試料採取量が少ない。更

(2)

に試料の塗着展開は、試料展開が斜状に為されるため、分離に大きな距離を必要とすることとなり、一回の使用しか通常出来ない。本発明は試料展開が短い距離にて済むため、試料展開部をカットしても、未使用部が大部残るので何回でも使用できるクロマトグラフ材を得ることを目的とする。又試料展開が均一旦平行で試料成分の混合の虞れのないクロマトグラフ材を目的とする。又試料の展開が容易であり試料の大量採取が可能である。然もスティックを載台上に載置するだけで試料展開出来、手数がかからない等極めて実用的な展開方法を得ることを目的とする。

発明の開示

即ち本発明は、クロマトグラフ材をシリカゲル等の吸着材及び必要に応じ石膏等のバインダーを混入した材料のみにて柱状乃至板状に形成したものである。このことによつて試料の展開が均一旦平行に行なわれ、試料成分の混合の虞れなく且試料展開部が短くて済み何回でも使用できることになる。

又本発明は上述のクロマトグラフ材の底面に試料を附着させ、溶媒を供給自在に為した載台上に載せるものである。このことによりクロマトグラフ材を載台上に載せるだけと云う極めて簡単な方法によつて試料成分の大量採取が容易に出来る。

図面の簡単な説明

第一図は従来方法の概略説明図第二図は同上要部側



(3)

面図第三図は本発明一実施例縦断面図第四図第五図は他実施例正面図第六図は本発明によるスティックの展開状態斜面図である。

発明を実施するための最良の形態

以下図に示す実施例により本発明を詳細に説明すると、(1)はスティックでシリカゲル、アルミナ、セルローズ、ポリアミド等の吸着剤に、必要なバインダー例えば石膏を混合して柱状板状等所望の形状に形成させる。該柱状、板状等を総称してスティックと称する。該スティック(1)は材料を水に溶かして所望の形状に形成させた後、110℃位で乾燥させ吸着性を強化させてある。(2)は容器で、石油、ベンゼン等の溶媒(3)を収容し、その中に載台(4)を置いてある。該載台(4)は函体(5)として形成しその周囲に同一平面上に適宜数の透孔(6)(6)…を穿設しておく。(7)は揚水物体で、スポンジ、ガーゼ、アスベスト、硝子等の毛細管現象を有する材料にて形成され、函体(5)の透孔(6)(6)…より上にその上面を位置させて収納させてある。然るとき溶媒(3)は容器(2)から函体(5)に透孔(6)(6)…を通して入り込み揚水物体(7)全体に溶媒(3)を含むことになる。次いでその使用方法について説明すればスティック(1)の底面に試料(8)を附着させた後、揚水物体(7)上にスティック(1)を載置させる。スティック(1)はその断面が角形、丸形等の安定形であれば、そのまゝ直立させ、板状等の不安定形であれば容器(1)の側壁を高くしてそこに或は他の支承

(4)

物を設けて凭せ掛けるが出来る限り直立状に保持させる。然るとき溶媒(3)はスティック(1)の底面から浸出して行き、同時に底面に附着させた試料(8)を展開させて行く、この際溶媒(3)は試料(8)附着部位より下に位置しなければ溶媒のみ上昇してろう。この展開時試料(8)は各成分のスティック(1)に対する吸着度の差が出て分離層(9)(9)…が形成される。充分、分離が行なわれた処で、各分離層(9)(9)…毎にスティック(1)をカットして各成分試料を得る。得られた成分試料は溶媒抽出その他の各課程を経て所望に応じ定性分析或は定量分析に使用する。

又載台(4)を前記函体(5)を用いず台部(10)と脚部(11)とにより構成し、板体、L字状板網状体、穴明板等の台部(10)上に揚水物体(7)を載置し、揚水物体(7)の下端乃至下垂部分を溶媒(3)中に浸漬させて、揚水物体(7)を浸潤させておく構成のものを使用することも出来る。更に揚水物体を使用せずに溶媒(3)を載台(4)の台部(10)と同平面になる如く容器(3)に収容させたものでもよい。

上記の如き本発明方法によれば溶媒を収容した容器に載台を置きシリカゲル及び必要に応じ石膏等のバインダーを混入し板状乃至柱状に形成したクロマトグラフスティックの底面に試料を附着させると共に溶媒を供給自在と為した載台上に上記クロマトグラフスティックを載置させるのでスティックの断面積を大にすることが出来、試料附着が大にできるため大量の成分試

(5)

料が得られる。然も試料の展開に際しての障害は何等なく極めて分離性能がよいので精確な試料成分が得られる。

産業上の利用可能性

以上のように、本発明に係るクロマトグラフスティック及び試料展開方法は、試料の吸着度に差がなく試料が各成分に確実に分離し試料の分類採集が確実であり混合の虞れなく精確に行ないうる。又試料分取部分はカットされ試料収集されるが成分の分離が良ければ短い距離の展開で済むので数回の使用が可能である。更にスティックは厚く、大きく形成しても障害はないので試料従つてその各成分の多量採集が可能となり分析が容易且精確に行なわれる。

(6)

請求の範囲

1. シリカゲル等の吸着材及び必要なバインダーを混入した材料のみにて柱状乃至板状に形成したクロマトグラフステイック。
2. 溶媒を収容した容器に載台を置きシリカゲル及び必要に応じ石膏等のバインダーを混入し板状乃至柱状に形成したクロマトグラフステイックの底面に試料を附着させると共に溶媒を供給自在と為した載台上に上記クロマトグラフステイックを載置させることを特徴とする試料展開方法。
3. アスベスト、硝子、スポンジ等の毛細管現象を有する揚水物体を載台上に載置し下端を溶媒中に浸漬し上方を溶媒液面上に位置させたことを特徴とする請求範囲 2 の試料展開方法。
4. 溶媒を載台上のクロマトグラフステイックに直接接触する程度に供給しておくことを特徴とする請求範囲 2 の試料展開方法。

図1

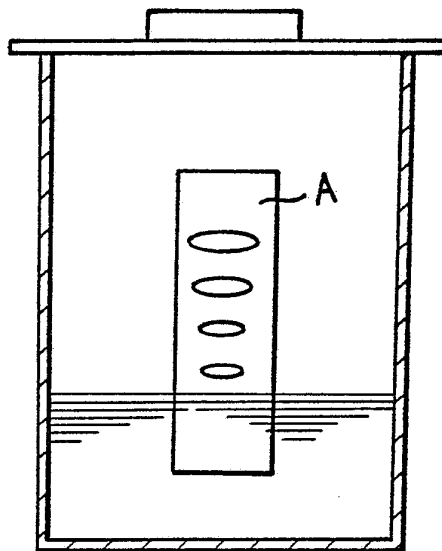


図2

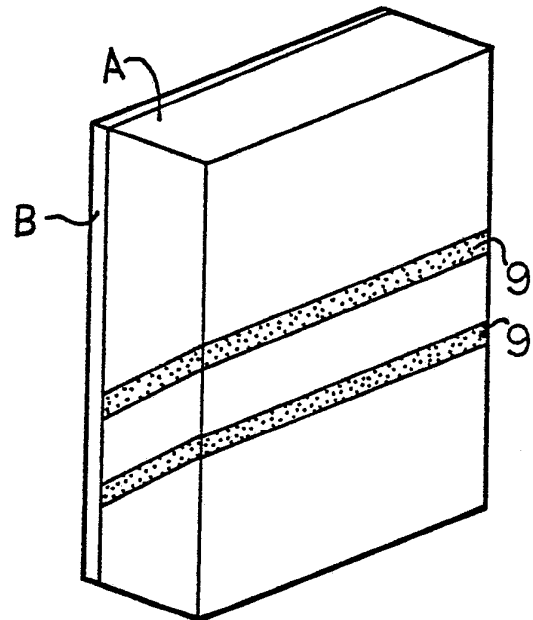


図3

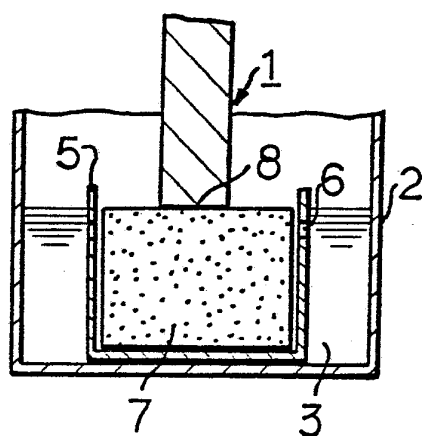


図4

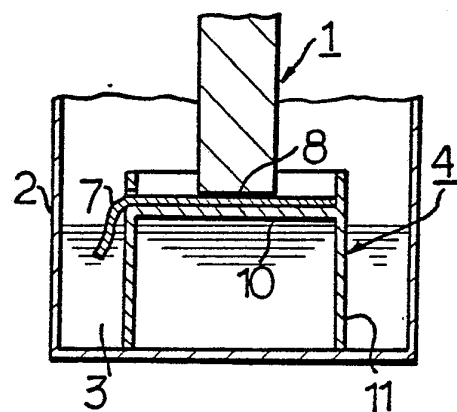


図5

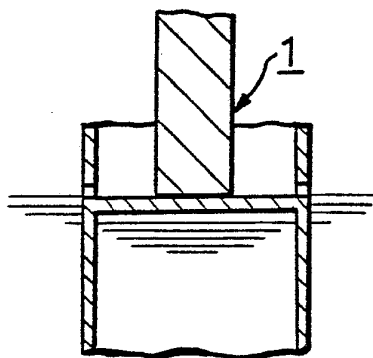
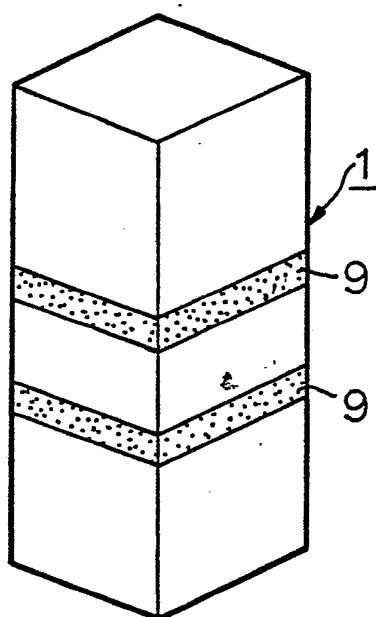


図6



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No. PCT/JP83/00088

I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (if several classification symbols apply, indicate all) ³		
According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC		
Int. Cl. ³ G01N 31/08, B01D 15/08		
II. FIELDS SEARCHED		
Minimum Documentation Searched ⁴		
Classification System	Classification Symbols	
I P C	G01N 31/08, B01D 15/08	
Documentation Searched other than Minimum Documentation to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched ⁵		
Jitsuyo Shinan Koho 1926 - 1983 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971 - 1983		
III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT ¹⁴		
Category [*]	Citation of Document, ¹⁶ with indication, where appropriate, of the relevant passages ¹⁷	Relevant to Claim No. ¹⁸
X	JP,A, 55-20244 (Kyoto Ceramic Kabushiki Kaisha) 13. February. 1980 (13. 02. 80)	1
X	JP,A, 54-9691 (Pilot Precision Kabushiki Kaisha) 24. January. 1979 (24. 01. 79)	1
X	JP,A, 50-26595 (Regis Chemical Co.) 19. March. 1975 (19. 03. 75)	2, 4
[*] Special categories of cited documents: ¹⁵ "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document 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 "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 "Z" document member of the same patent family		
IV. CERTIFICATION		
Date of the Actual Completion of the International Search ²		Date of Mailing of this International Search Report ²
June 10, 1983 (10.06.83)		June 13, 1983 (13. 06. 83)
International Searching Authority ¹		Signature of Authorized Officer ²⁰
Japanese Patent Office		

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP 83/00088

I. 発明の属する分野の分類		
国際特許分類 (IPC) Int. Cl. ³ G 0 1 N 3 1 / 0 8 , B 0 1 D 1 5 / 0 8		
II. 国際調査を行った分野		
調 査 を 行 っ た 最 小 限 資 料		
分類体系	分類記号	
I P C	G 0 1 N 3 1 / 0 8 , B 0 1 D 1 5 / 0 8	
最小限資料以外の資料で調査を行ったもの		
日本国実用新案公報 1926 - 1983 年 日本国公開実用新案公報 1971 - 1983 年		
III. 関連する技術に関する文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	請求の範囲の番号
X	J P , A , 5 5 - 2 0 2 4 4 (京 都 セ ラ ミ ッ タ 株 式 会 社) 1 3 . 2 月 , 1 9 8 0 (1 3 . 0 2 . 8 0)	1
X	J P , A , 5 4 - 9 6 9 1 (ベ イ ロ ッ ト プ レ ッ ジ ョ ン 株 式 会 社) 2 4 . 1 月 . 1 9 7 9 (2 4 . 0 1 . 7 9)	1
X	J P , A , 5 0 - 2 6 5 9 5 (レ ジ ス . ケ ミ カ ル . C o .) 1 9 . 3 月 . 1 9 7 5 (1 9 . 0 3 . 7 5)	2 , 4
*引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 先行文献ではあるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日の後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリーの文献		
IV. 認 証		
国際調査を完了した日 1 0 . 0 6 . 8 3	国際調査報告の発送日 13.06.83	
国際調査機関 日本国特許庁 (ISA/JP)	権限のある職員 特許庁審査官 安 西 篤 夫	2 G 6 5 1 4 