

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7400704号
(P7400704)

(45)発行日 令和5年12月19日(2023.12.19)

(24)登録日 令和5年12月11日(2023.12.11)

(51)国際特許分類
G 0 1 N 30/26 (2006.01)

F I
G 0 1 N 30/26 N

請求項の数 6 (全8頁)

(21)出願番号 特願2020-196184(P2020-196184)
(22)出願日 令和2年11月26日(2020.11.26)
(65)公開番号 特開2022-84355(P2022-84355A)
(43)公開日 令和4年6月7日(2022.6.7)
審査請求日 令和5年3月6日(2023.3.6)

(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 100108523
弁理士 中川 雅博
100098305
弁理士 福島 祥人
100125704
弁理士 坂根 剛
100187931
弁理士 澤村 英幸
藤次 陽平
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 高田 亜希

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 クロマトグラフ用接続アセンブリ

(57)【特許請求の範囲】**【請求項1】**

クロマトグラフの流路の接続に用いられるクロマトグラフ用接続アセンブリであって、
前記流路を形成するチューブと、
前記チューブの端部を挿入可能な開口部を有するハウジングと、
耐薬品性を有する樹脂により形成され、前記チューブを取り囲みつつ前記ハウジングの
前記開口部内で前記チューブを前記ハウジングに保持するフェルールとを備え、
前記フェルールは、前記チューブに接触する内周面と、前記ハウジングに接触する外周
面とを有し、

前記フェルールの前記内周面と前記チューブとの間の摩擦係数、および前記外周面と前
記ハウジングとの間の摩擦係数が0.3以上である、クロマトグラフ用接続アセンブリ。

【請求項2】

前記フェルールの前記内周面と前記チューブとの間の摩擦係数、および前記外周面と前記
ハウジングとの間の摩擦係数が0.35以上である、請求項1記載のクロマトグラフ用接
続アセンブリ。

【請求項3】

前記フェルールは、フッ素樹脂により形成される、請求項1または2記載のクロマトグラ
フ用接続アセンブリ。

【請求項4】

前記フェルールは、ETFE(Ethylene Tetra Fluoro Ethylene)により形成される、

請求項 3 記載のクロマトグラフ用接続アセンブリ。

【請求項 5】

前記チューブは、石英により形成される、請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載のクロマトグラフ用接続アセンブリ。

【請求項 6】

前記ハウジングは、ステンレスにより形成される、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載のクロマトグラフ用接続アセンブリ。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

10

本発明は、クロマトグラフ用接続アセンブリに関する。

【背景技術】

【0002】

試料に含まれる物質を異なる成分ごとに分離する装置としてクロマトグラフが知られている。例えば、特許文献 1 に記載された液体クロマトグラフ装置においては、分析対象の試料がオートサンプラーにより流路を通して分離カラムに導入される。また、溶離液が移動相として溶離液ポンプにより流路を通して分離カラムに供給される。分離カラムに導入された試料は、化学的性質または組成の違いにより成分ごとに溶離され、検出器により検出される。

【先行技術文献】

20

【特許文献】

【0003】

【文献】特開 2008 - 224559 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

上記のように、クロマトグラフにおいては、流路がオートサンプラー、溶離液ポンプ、分離カラムまたは検出器等の接続対象に接続される。しかしながら、流路と接続対象との締結が不十分である場合、流路の接続部分から移動相等の液漏れが発生する。

【0005】

30

本発明の目的は、流路からの液漏れを容易に防止可能なクロマトグラフ用接続アセンブリを提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明の一態様は、クロマトグラフの流路の接続に用いられるクロマトグラフ用接続アセンブリであって、前記流路を形成するチューブと、前記チューブの端部を挿入可能な開口部を有するハウジングと、耐薬品性を有する樹脂により形成され、前記チューブを取り囲みつつ前記ハウジングの前記開口部内で前記チューブを前記ハウジングに保持するフェルールとを備え、前記フェルールは、前記チューブに接触する内周面と、前記ハウジングに接触する外周面とを有し、前記フェルールの前記内周面と前記チューブとの間の摩擦係数、および前記外周面と前記ハウジングとの間の摩擦係数が 0.3 以上である、クロマトグラフ用接続アセンブリに関する。

40

【発明の効果】

【0007】

本発明によれば、流路からの液漏れを容易に防止することができる。

【図面の簡単な説明】

【0008】

【図 1】本実施の形態に係るクロマトグラフ用接続アセンブリを含むクロマトグラフの構成を示す図である。

【図 2】図 1 の接続アセンブリの構成を示す断面図である。

50

【図3】流路の接続から1年経過後のフェルールとチューブとの間の接触面圧を示すシミュレーション結果である。

【発明を実施するための形態】

【0009】

(1) クロマトグラフの構成

以下、本発明の実施の形態に係るクロマトグラフ用接続アセンブリについて図面を参照しながら詳細に説明する。図1は、本実施の形態に係るクロマトグラフ用接続アセンブリを含むクロマトグラフの構成を示す図である。なお、本例では、クロマトグラフ200は液体クロマトグラフであるが、超臨界流体クロマトグラフまたはガスクロマトグラフ等であってもよい。

10

【0010】

図1に示すように、クロマトグラフ200は、流路110、移動相容器120、ポンプ130、試料供給部140、分離カラム150、検出器160および処理装置170を備える。流路110は、1以上のチューブ内に形成される。移動相容器120、ポンプ130、試料供給部140、分離カラム150および検出器160は、流路110により接続される。

20

【0011】

移動相容器120は、水溶液または有機溶媒を移動相として貯留する。ポンプ130は、移動相容器120に貯留された移動相を流路110を通して圧送する。試料供給部140は、例えばサンプルインジェクタであり、ポンプ130により圧送される移動相に分析対象の試料を供給する。試料供給部140により供給された試料は、移動相に混合され、分離カラム150に導入される。

【0012】

分離カラム150は、試料の各成分と分離カラム150および移動相との親和性に依存して異なる時間だけ試料の成分を保持する。なお、分離カラム150は、図示しないカラム恒温槽の内部に収容され、所定の一定温度に調整される。検出器160は、分離カラム150による保持時間の経過後、分離カラム150から溶出される試料の成分を順次検出する。

【0013】

処理装置170は、検出器160による検出結果を処理することにより、各成分の保持時間と検出強度との関係を示す液体クロマトグラムを生成する。本例では、流路110と検出器160とを接続するためにクロマトグラフ用接続アセンブリ100(以下、接続アセンブリ100と呼ぶ。)が用いられる。以下、接続アセンブリ100の構成について詳述する。

30

【0014】

(2) 接続アセンブリの構成

図2は、図1の接続アセンブリ100の構成を示す断面図である。図2に示すように、接続アセンブリ100は、一方向(以下、軸方向と呼ぶ。)に延び、チューブ10、ハウジング20、フェルール30および押し込み部材40を備える。軸方向における接続アセンブリ100の一端を先端と呼び、軸方向における接続アセンブリ100の他端を後端と呼ぶ。

40

【0015】

チューブ10内に流路110が形成される。チューブ10は、例えば石英により形成されるが、PEEK(Poly Ether Ether Ketone)等の耐薬品性を有する樹脂により形成されてもよい。ハウジング20は、ステンレス等の耐薬品性を有する金属により形成され、例えば検出器160のフローセルに設けられる。ハウジング20には、開口部21および貫通孔22が形成される。開口部21は、大径部21a、テーパ部21bおよび小径部21cを含む。

【0016】

大径部21aは、ハウジング20の後端面から先端に向かって延び、比較的大径を有す

50

る。テーパ部 2 1 b は、大径部 2 1 a から先端に向かって延びる。テーパ部 2 1 b の径は、後端から先端に向かって漸次減少する。小径部 2 1 c は、テーパ部 2 1 b から先端に向かって延び、比較的小径を有する。貫通孔 2 2 は、小径部 2 1 c の底面から先端に向かってハウジング 2 0 を貫通する。

【 0 0 1 7 】

フェルール 3 0 は、耐薬品性を有する樹脂より形成される。フェルール 3 0 は、軸方向に延びる貫通孔 3 1 を有する。フェルール 3 0 は、チューブ 1 0 を取り囲みつつハウジング 2 0 の開口部 2 1 内でチューブ 1 0 をハウジング 2 0 に保持する。すなわち、フェルール 3 0 は、チューブ 1 0 に接触する内周面 3 2 と、開口部 2 1 内でハウジング 2 0 に接触する外周面 3 3 とを有する。フェルール 3 0 の内周面 3 2 および外周面 3 3 を含む表面に粗化処理が行われる。これにより、フェルール 3 0 の外周面 3 3 とハウジング 2 0 との間の摩擦係数（静止摩擦係数）、およびフェルール 3 0 の内周面 3 2 とチューブ 1 0 との間の摩擦係数（静止摩擦係数）が 0 . 3 以上に向上される。10

【 0 0 1 8 】

フェルール 3 0 は、フッ素樹脂により形成されてもよい。本例では、フェルール 3 0 は E T F E (Ethylene Tetra Fluoro Ethylene) により形成される。この場合、上記の摩擦係数を容易に 0 . 3 以上に向上させることができる。上記の摩擦係数は、0 . 3 5 以上に向上されてもよい。また、上記の摩擦係数は、0 . 6 以下に調整されてもよい。

【 0 0 1 9 】

本例では、粗化処理はエッティング剤を用いるエッティング処理であるが、実施の形態はこれに限定されない。粗化処理は、研磨剤を用いるプラスト処理であってもよいし、一般的な機械加工であってもよい。エッティング処理が行われる場合には、フェルール 3 0 の表面に粘着性を付与するエッティング剤を用いてもよい。この場合、上記の摩擦係数をより容易に向上させることができる。20

【 0 0 2 0 】

押し込み部材 4 0 は、座面部 4 1 および軸部 4 2 を含み、軸方向に延びる貫通孔 4 3 を有する。座面部 4 1 は、図示しないねじによりハウジング 2 0 と密着するように力を受ける。軸部 4 2 は、座面部 4 1 から先端に突出するように設けられる。軸部 4 2 は、円筒形状を有し、ハウジング 2 0 の円形の開口部 2 1 との間のすきまばめになる。

【 0 0 2 1 】

チューブ 1 0 の後端部は、フェルール 3 0 の貫通孔 3 1 および押し込み部材 4 0 の貫通孔 4 3 にこの順で挿通される。チューブ 1 0 の先端部は、フェルール 3 0 から先端に突出する。この状態で、押し込み部材 4 0 の軸部 4 2 がハウジング 2 0 の開口部 2 1 に嵌め込まれ、押し込み部材 4 0 がねじにより締め付けられる。30

【 0 0 2 2 】

ここで、押し込み部材 4 0 の先端面がフェルール 3 0 の後端面を押圧することにより、フェルール 3 0 の外周面 3 3 がハウジング 2 0 のテーパ部 2 1 b に押圧される。この場合、フェルール 3 0 が変形する。これにより、フェルール 3 0 の外周面 3 3 の一部または全面とハウジング 2 0 のテーパ部 2 1 b とが密着するとともに、フェルール 3 0 の内周面 3 2 の一部または全面とチューブ 1 0 とが密着する。これにより、チューブ 1 0 が保持されつつ、開口部 2 1 のテーパ部 2 1 b と大径部 2 1 a との間がシールされる。40

【 0 0 2 3 】

（ 3 ）効果

本実施の形態に係る接続アセンブリ 1 0 0 においては、クロマトグラフ 2 0 0 の流路 1 1 0 を形成するチューブ 1 0 の端部が、ハウジング 2 0 の開口部 2 1 に挿入される。チューブ 1 0 の端部は、フェルール 3 0 により取り囲まれつつハウジング 2 0 の開口部 2 1 内でハウジング 2 0 に保持される。フェルール 3 0 の内周面 3 2 とチューブ 1 0 との間の摩擦係数、および外周面 3 3 とハウジング 2 0 との間の摩擦係数が 0 . 3 以上である。

【 0 0 2 4 】

図 3 は、流路 1 1 0 の接続から 1 年経過後のフェルール 3 0 とチューブ 1 0 との間の接

触面圧を示すシミュレーション結果である。図3の横軸はフェルール30の内周面32とチューブ10との間の摩擦係数を示し、縦軸はフェルール30の内周面32とチューブ10との間の接触面圧を示す。図3に示すように、フェルール30の内周面32とチューブ10との間の摩擦係数が0.3以上である場合には、フェルール30の内周面32とチューブ10との間の接触面圧が15MPaを超える。

【0025】

このように、フェルール30とチューブ10との間が十分な面圧で接触する。同様に、フェルール30とハウジング20との間も十分な面圧で接触する。そのため、長期的な使用によりフェルール30にクリープ現象が発生した場合でも、シール性が維持されつつチューブ10とハウジング20とが強固に締結される。これにより、流路110からの液漏れを容易に防止することができる。特に、接続アセンブリ100が検出器160のフローセルに設けられる場合には、フローセル内の液漏れが防止される。この場合、検出器160の感度が低下することを防止することができる。

【0026】

上記の摩擦係数が0.35以上である場合には、フェルール30とチューブ10との間、およびフェルール30とハウジング20との間がより十分な面圧で接触するので、シール性が維持されつつチューブ10とハウジング20とがより強固に締結される。これにより、流路110からの液漏れをより容易に防止することができる。

【0027】

チューブ10が石英により形成される場合には、フェルール30とチューブ10との間の接触面圧を容易に大きくすることができる。これにより、フェルール30とチューブ10との間のシール性を容易に向上させることができる。また、ハウジング20がステンレスにより形成される場合には、フェルール30とハウジング20との間の接触面圧を容易に大きくすることができる。これにより、フェルール30とハウジング20との間のシール性を容易に向上させることができる。

【0028】

(4)他の実施の形態

上記実施の形態において、接続アセンブリ100は検出器160のフローセルと流路110との接続に用いられるが、実施の形態はこれに限定されない。接続アセンブリ100は、ポンプ130または試料供給部140等と流路110との接続に用いられてもよいし、流路110同士の接続に用いられてもよい。

【0029】

(5)態様

上記の複数の例示的な実施の形態は、以下の態様の具体例であることが当業者により理解される。

【0030】

(第1項)一態様に係るクロマトグラフ用接続アセンブリは、

クロマトグラフの流路の接続に用いられるクロマトグラフ用接続アセンブリであって、前記流路を形成するチューブと、

前記チューブの端部を挿入可能な開口部を有するハウジングと、

耐薬品性を有する樹脂により形成され、前記チューブを取り囲みつつ前記ハウジングの前記開口部内で前記チューブを前記ハウジングに保持するフェルールとを備え、

前記フェルールは、前記チューブに接触する内周面と、前記ハウジングに接触する外周面とを有し、

前記フェルールの前記内周面と前記チューブとの間の摩擦係数、および前記外周面と前記ハウジングとの間の摩擦係数が0.3以上であってもよい。

【0031】

この構成によれば、フェルールとチューブとの間、およびフェルールとハウジングとの間が十分な面圧で接触する。そのため、長期的な使用によりフェルールにクリープ現象が発生した場合でも、シール性が維持されつつチューブとハウジングとが強固に締結される

10

20

30

40

50

。これにより、流路からの流体の漏れを容易に防止することができる。

【0032】

(第2項) 第1項に記載のクロマトグラフ用接続アセンブリにおいて、

前記フェルールの前記内周面と前記チューブとの間の摩擦係数、および前記外周面と前記ハウジングとの間の摩擦係数が0.35以上であってもよい。

【0033】

この場合、フェルールとチューブとの間、およびフェルールとハウジングとの間がより十分な面圧で接触するので、シール性が維持されつつチューブとハウジングとがより強固に締結される。これにより、流路からの流体の漏れをより容易に防止することができる。

【0034】

(第3項) 第1項または第2項に記載のクロマトグラフ用接続アセンブリにおいて、

前記フェルールは、フッ素樹脂により形成されてもよい。

【0035】

この場合、フェルールの表面の摩擦係数を容易に向上させることができる。

【0036】

(第4項) 第3項に記載のクロマトグラフ用接続アセンブリにおいて、

前記フェルールは、ETFE (Ethylene Tetra Fluoro Ethylene) により形成されてもよい。

【0037】

この場合、フェルールの表面の摩擦係数をより容易に向上させることができる。

【0038】

(第5項) 第1項～第4項のいずれか一項に記載のクロマトグラフ用接続アセンブリにおいて、

前記チューブは、石英により形成されてもよい。

【0039】

この場合、フェルールとチューブとの間の接触面圧を容易に大きくすることができる。これにより、フェルールとチューブとの間のシール性を容易に向上させることができる。

【0040】

(第6項) 第1項～第5項のいずれか一項に記載のクロマトグラフ用接続アセンブリにおいて、

前記ハウジングは、ステンレスにより形成されてもよい。

【0041】

この場合、フェルールとハウジングとの間の接触面圧を容易に大きくすることができる。これにより、フェルールとハウジングとの間のシール性を容易に向上させることができる。

【符号の説明】

【0042】

10...チューブ, 20...ハウジング, 21...開口部, 21a...大径部, 21b...テーパ部, 21c...小径部, 22, 31, 43...貫通孔, 30...フェルール, 32...内周面, 33...外周面, 40...押し込み部材, 41...座面部, 42...軸部, 100...接続アセンブリ, 110...流路, 120...移動相容器, 130...ポンプ, 140...試料供給部, 150...分離カラム, 160...検出器, 170...処理装置, 200...クロマトグラフ

10

20

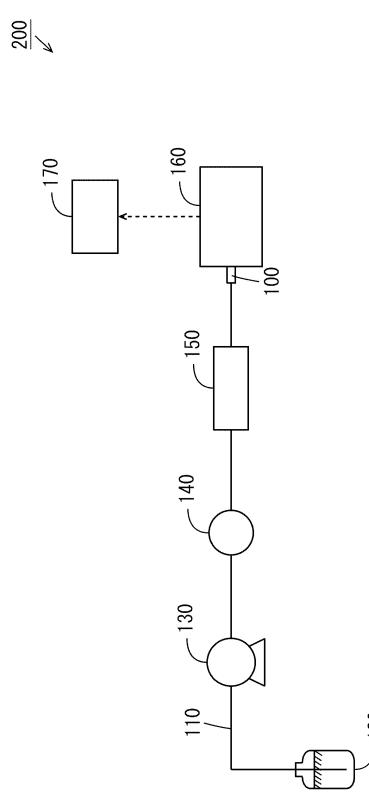
30

40

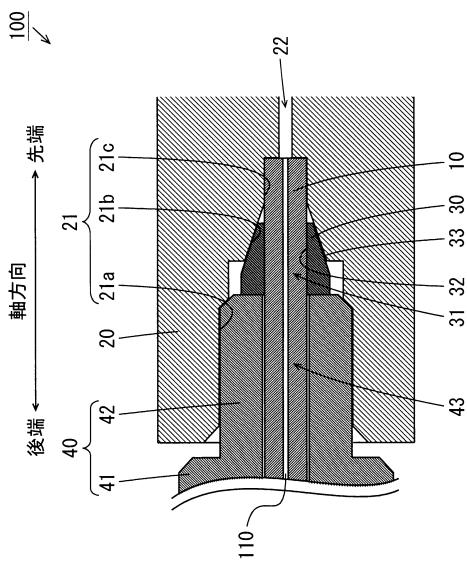
50

【図面】

【図 1】



【図 2】



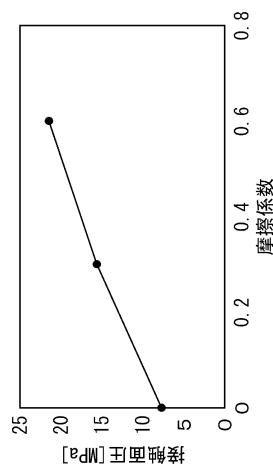
10

20

30

40

【図 3】



50

フロントページの続き

- (56)参考文献
- 特表2015-516563(JP,A)
特表2010-540926(JP,A)
米国特許出願公開第2020/0269157(US,A1)
特開2014-202496(JP,A)
米国特許出願公開第2013/0227831(US,A1)
米国特許出願公開第2020/0230340(US,A1)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

G 01N 30/00 - 30/96
G 01N 21/03 - 21/15
G 01N 21/00 - 21/61
G 01N 21/62 - 21/74
G 01N 21/75 - 21/83
F 16 L 21/00 - 21/08
F 16 L 17/00 - 19/14