

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5880269号  
(P5880269)

(45) 発行日 平成28年3月8日(2016.3.8)

(24) 登録日 平成28年2月12日(2016.2.12)

(51) Int.Cl.

G O 1 N 30/80 (2006.01)  
G O 1 N 30/26 (2006.01)

F 1

G O 1 N 30/80  
G O 1 N 30/26F  
N

請求項の数 2 (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2012-111178 (P2012-111178)  
 (22) 出願日 平成24年5月15日 (2012.5.15)  
 (65) 公開番号 特開2013-238471 (P2013-238471A)  
 (43) 公開日 平成25年11月28日 (2013.11.28)  
 審査請求日 平成26年9月1日 (2014.9.1)

(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 110001069  
 特許業務法人京都国際特許事務所  
 (72) 発明者 山崎 智之  
 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  
 (72) 発明者 スターシカ ブルゼミスロフ  
 英国 ハートフォードシャー スティヴネジ ガネルスウッドロード  
 (72) 発明者 ポートフラワー ボブ  
 英国 エセックス ハーロウ サードアベニュー ニューフロンティアズサイエンスパーク

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】分取精製装置

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

目的成分を含む溶液をトラップカラムに流して該目的成分を該トラップカラムに捕集し、その後に溶出用溶媒を前記トラップカラムに流して該トラップカラム内に捕集されていた目的成分を溶出させ、その溶出液を回収容器内に回収するための分取精製装置であって、

a) 前記トラップカラムをカラム内流路が上下方向に延伸するように保持するカラム保持手段と、

b) 前記トラップカラムの上端に挿抜される入口と前記回収容器に挿抜される出口とを有する回収用流路と、

c) 前記入口を固定し且つ前記出口を上下動可能とした状態で前記回収用流路を支持する支持部材と、

d) 前記出口に設けられ、該出口が回収容器に挿入された際に該回収容器に当接する当接部と、

e) 前記出口の先端が前記入口の先端よりも下に来るよう前記出口を付勢すると共に、前記当接部を前記回収容器に当接させた状態で前記支持部材と回収容器を接近させた際に圧縮される弾性部材と、

を有することを特徴とする分取精製装置。

## 【請求項 2】

前記入口の内径が前記出口の内径よりも小さいことを特徴とする請求項 1 に記載の分取

精製装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、溶液に含まれる1乃至複数の成分を液体クロマトグラフを利用してそれぞれ分離した後に、各成分をそれぞれ精製して回収するための分取精製装置に関し、さらに詳しくは目的成分を一旦捕集するためのトラップカラムを利用した分取精製装置に関する。

【背景技術】

【0002】

例えば製薬分野などにおいては、化学合成により得られた各種の化合物をライプラリとして保管したり或いは詳細に分析したりするためのサンプルを収集することを目的として、液体クロマトグラフを利用した分取精製装置が使用されている。こうした分取精製装置として、従来、特許文献1、特許文献2などに記載の装置が知られている。

【0003】

これら従来の装置では、試料溶液中の目的成分（化合物）を液体クロマトグラフで時間的に分離することにより目的成分毎に別々のトラップカラムに導入して一旦捕集する。その後に各トラップカラムに溶媒（溶出用溶媒）を流して該カラム内に捕集していた成分を短時間で溶出させることで、目的成分を高い濃度で含有する溶液を容器に回収する。こうして分取した各溶液について蒸発・乾固処理を行って溶媒を除去し、目的成分を固体物として回収する。

【0004】

上記のような分取精製装置では、複数のトラップカラムから順次目的成分を溶出させ、その溶出液をそれぞれ異なる容器に回収するために可動式の回収機構が採用されている。

【0005】

こうした回収機構の一例を図3に示す。なお、同図ではトラップカラム121及び回収容器142をそれぞれ一本のみ示しているが、実際には紙面垂直方向（即ち、図中のY軸方向）にそれぞれ複数本のトラップカラム121及び回収容器142が並べて配置されている。また、各トラップカラム121は入口端を真下に、出口端を真上に向けて略垂直に起立保持されている。

【0006】

この回収機構は、液体を流すための配管132、前記配管132の一端に接続されたニードル131、及び前記配管132の他端に接続された吐出ノズル134を備えている。ニードル131及び吐出ノズル134はそれぞれ内部に液体を流す通路を備えており、これらのニードル131、配管132、及び吐出ノズル134によってトラップカラム121からの溶出液を回収容器142に導くための回収用流路が形成されている。前記の配管132、ニードル131、及び吐出ノズル134は一つの分取ヘッド137に支持されており、該分取ヘッド137は所定の駆動機構によって上下方向（すなわち図中のZ軸方向）及び水平方向（すなわち図中のX軸方向及びY軸方向）に移動可能となっている。

【0007】

上記回収機構を用いてトラップカラム121からの溶出液を回収容器142に回収する際には、まず分取ヘッド137を水平方向に移動させることにより、ニードル131を複数本のトラップカラム121のうちの任意のもののに上に移動させ、同時に吐出ノズル134を複数の回収容器142のうちの任意のもののに上に移動させる。更に、その状態で分取ヘッド137を下降させることにより、ニードル131の先端を前記トラップカラム121の出口端に設けられたニードルポート123に挿入し、それと同時に吐出ノズル134の先端を回収容器142の内部に挿入する（図3（a））。これにより、トラップカラム121の出口端と回収容器142とが回収用流路を介して接続された状態となるため、トラップカラム121の入口端側から溶出用溶媒を導入することにより、該カラム121からの溶出液（すなわち目的成分を含んだ溶出用溶媒）を回収容器142内に回収することができる。

10

20

30

40

50

**【0008】**

溶出液の回収が完了した後は、トラップカラム121への溶出用溶媒の供給を停止した上で分取ヘッド137を上昇させる。これにより、ニードル131がトラップカラム121のニードルポート123から抜去され、それと同時に吐出ノズル134が回収容器142から抜去される(図3(b))。その後は、分取ヘッド137を移動させてニードル131及び吐出ノズル134をそれぞれ次のトラップカラム及び次の回収容器に挿入し、該次のトラップカラムからの溶出液の回収を実行する。

**【先行技術文献】****【特許文献】****【0009】**

10

【特許文献1】特開平2-122260号公報

【特許文献2】特開2003-149217号公報

**【発明の概要】****【発明が解決しようとする課題】****【0010】**

しかし、上記従来の回収機構では、分取ヘッド137を上昇させて回収用流路の両端をトラップカラム121及び回収容器142から抜去した際に、回収用流路の内部に残留していた溶出液が該流路の両端から滴下され、その結果、該溶出液の一部がトラップカラム121に逆流してしまうという問題があった。なお、図3(b)における配管132内の矢印は、このときの溶出液の流れ方向を示している。

20

**【0011】**

本発明は上記の点に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは、回収用流路をトラップカラム及び回収容器から抜去した際に、該流路内の溶出液がトラップカラムに逆流するのを防止することのできる分取精製装置を提供することにある。

**【課題を解決するための手段】****【0012】**

30

上記課題を解決するために成された本発明に係る分取精製装置は、

目的成分を含む溶液をトラップカラムに流して該目的成分を該トラップカラムに捕集し、その後に溶出用溶媒を前記トラップカラムに流して該トラップカラム内に捕集されていた目的成分を溶出させ、その溶出液を回収容器内に回収するための分取精製装置であって

、

a)前記トラップカラムをカラム内流路が上下方向に延伸するように保持するカラム保持手段と、

b)前記トラップカラムの上端に挿抜される入口と前記回収容器に挿抜される出口とを有する回収用流路と、

c)前記入口を固定し且つ前記出口を上下動可能とした状態で前記回収用流路を支持する支持部材と、

d)前記出口に設けられ、該出口が回収容器に挿入された際に該回収容器に当接する当接部と、

e)前記出口の先端が前記入口の先端よりも下に来るよう前記出口を付勢すると共に、前記当接部を前記回収容器に当接させた状態で前記支持部材と回収容器を接近させた際に圧縮される弾性部材と、

40

を有することを特徴としている。

**【0013】**

上記構成を有する本発明の分取精製装置において、回収用流路の入口及び出口をそれぞれトラップカラム及び回収容器内に挿入した状態から支持手段を上昇させていくと、前記入口は支持手段に固定されているために直ちに上昇してトラップカラムから抜去される。一方、前記出口は支持手段に対し上下動可能であり、且つ弾性手段によって下方に付勢されているため、支持手段が所定の高さまで上昇して弾性手段の圧縮が解除されるまでは、該出口が回収容器に挿入された状態が維持される。すなわち、本発明に係る分取精製装置

50

によれば、回収用流路の出口側の接続を維持したままで入口側の接続を解除することができ、更にその後、入口側を出口側よりも高い位置まで上昇させた上で出口側の接続を解除することができる。このとき、回収用流路に残留していた液体は、サイホンの原理により該流路内を出口に向かって流れて回収容器に回収されるため、該液体がトラップカラムに逆流するのを防ぐことができる。

#### 【0014】

また、本発明に係る分取精製装置においては、前記入口の内径を前記出口の内径よりも小さくすることが望ましい。

#### 【0015】

これにより、回収用流路内の液体がより出口側に流れやすくなるため、該液体のトラップカラムへの逆流を一層効果的に防止することが可能となる。 10

#### 【発明の効果】

#### 【0016】

以上の通り、本発明に係る分取精製装置によれば、回収用流路をトラップカラム及び回収容器から抜去した際に、該流路内の液体がトラップカラムに逆流するのを効果的に防止することが可能となる。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0017】

【図1】本発明の一実施例による分取精製装置の概略構成図。

【図2】同実施例における回収機構の模式図であり、(a)は回収用流路をトラップカラムと回収容器に接続した状態を示し、(b)は該接続を解除した状態を示している。 20

【図3】従来の回収機構の模式図であり、(a)は回収用流路をトラップカラムと回収容器に接続した状態を示し、(b)は該接続を解除した状態を示している。

#### 【発明を実施するための形態】

#### 【0018】

以下、本発明を実施するための形態について実施例を挙げて説明する。図1は本発明の一実施例による分取精製装置の概略構成図である。この分取精製装置は、ここでは図示しない分取液体クロマトグラフで予め分取された目的成分を含む溶液中の目的成分を精製して固形物として取得するためのものであるが、前段に分取液体クロマトグラフを直結し、該分取液体クロマトグラフで分離された目的成分を含む溶液を直接導入する構成に変更することもできる。 30

#### 【0019】

図1において、溶液容器11には上述したように予め分取された、溶媒は主として分取液体クロマトグラフに使用された移動相であって目的成分を含む溶液が収容されている。洗浄液容器12にはカラム洗浄用の洗浄液としての純水(H<sub>2</sub>O)が収容されている。また、溶媒容器13には、溶出用溶媒としてのジクロロメタン(図中ではDCMと表記)が収容されている。三方切替バルブ14は上記3つの容器11、12、13の液体のいずれかを選択的に供給流路15に流すように流路を切り替えるものであり、該三方切替バルブ14のb、c、dポートにはそれぞれ溶液容器11、洗浄液容器12、溶媒容器13から液体を吸引するための配管が接続されている。また、前記三方切替バルブ14のaポートには前記供給流路15の一端が接続されており、該供給流路15の他端は先端の尖った筒状の針から成る第一ニードル18の基部(先端とは反対の端部)に接続されている。また、供給流路15上には所定の流量で以て液体を吸引して送出する送液ポンプ16が設けられており、該送液ポンプ16と前記第一ニードル18の間には二方切替バルブ17が設けられている(詳細は後述する)。 40

#### 【0020】

カラムラック20(本発明におけるカラム保持手段に相当)には、目的成分を捕集するための充填剤が詰められた複数本のトラップカラム21が紙面垂直方向(すなわち図中のY軸方向)に並べて保持されている。該カラムラック20上において各トラップカラム21は、前記供給流路15が接続される入口端を下向きに、後述する配管32が接続される

出口端を上向きにして略垂直に起立保持される。

**【0021】**

容器ラック41には、分取精製された目的成分を回収するための複数本の回収容器42が前記複数本のトラップカラム21に対応した間隔で紙面垂直方向に並べて収容されている。

**【0022】**

本実施例に係る分取精製装置には、前記複数本のトラップカラム21からの溶出液をそれぞれ異なる回収容器42に回収するために、可動式の回収機構が設けられている。この回収機構の構成について図2を参照しつつ説明する。

**【0023】**

本実施例における回収機構は、可撓性の管から成る配管32、該配管32を収容する分取ヘッド37、並びに前記分取ヘッド37の下方にそれぞれ先端を下に向かた状態で配置された第二ニードル31及び吐出ノズル34を含んでいる（このうち第二ニードル31、配管32、及び吐出ノズル34が本発明における回収用流路に相当し、分取ヘッド37が本発明における支持部材に相当する）。配管32の一端は、分取ヘッド37の底面に設けられた開口を介して第二ニードル31の基部に接続されており、該第二ニードル31は、分取ヘッド37の底面に固定されている。一方、配管32の他端は、分取ヘッド37の底面に設けられた別の開口37aを介して吐出ノズル34の基部に接続されている。該吐出ノズル34は分取ヘッド37に固定されておらず、該分取ヘッド37に対して上下に移動可能となっている。

10

**【0024】**

吐出ノズル34の上端部（又は長さ方向の中間部）には、該吐出ノズル34の外周面から径方向に突出したフランジ34a（本発明における当接部に相当）が形成されており、該フランジ34aと分取ヘッド37の間にはコイルバネから成る弾性部材33が介装されている。該弾性部材33は、吐出ノズル34の先端位置が第二ニードル31の先端位置よりも低くなるように前記吐出ノズル34を下方に付勢する。なお、前記弾性部材33としては、前記コイルバネの代わりにクッション材等を採用することもできる。

20

**【0025】**

分取ヘッド37は三軸駆動機構51によって上下方向（すなわち図中のZ軸方向）及び水平方向（すなわち図中のX軸方向及びY軸方向）に移動可能となっている。この分取ヘッド37を水平方向に移動させることにより、第二ニードル31をカラムラック20に保持された複数本のトラップカラム21のうちの任意のもののに上に移動させることができ、それと同時に、吐出ノズル34を容器ラック41上で前記トラップカラム21に対応する位置に収容された回収容器42の上に移動させることができる。更に、その状態で分取ヘッド37を下降させることにより、第二ニードル31の先端を前記トラップカラム21の出口端に設けられたニードルポート23に刺入させることができ、且つ吐出ノズル34の先端を前記回収容器42の内部に配置させることができる。

30

**【0026】**

なお、上記で分取ヘッド37を下降させた際には、まず吐出ノズル34の先端が回収容器42内に進入し、続いてフランジ34aの下面が回収容器42の上縁に当接する。その状態で、分取ヘッド37を更に下降させると弾性部材33が圧縮され、これに伴って開口37aから外部に延出していった配管32が分取ヘッド37の内部に押し込まれていく（すなわち、吐出ノズル34の先端から分取ヘッド37の底面までの距離が短くなっていく）。その後、更に分取ヘッド37を下降させると、第二ニードル31の先端がニードルポート23の所定の深さまで挿入され、これにより回収用流路とトラップカラム21及び回収容器42の接続が完成する。なお、このとき第二ニードル31の先端位置が吐出ノズル34の先端位置とほぼ同じ高さかそれよりも高くなるように、予めトラップカラム21及び回収容器42の位置、並びに第二ニードル31及び吐出ノズル34の長さを適当に設定しておくことが望ましい。

40

**【0027】**

50

更に、三軸駆動機構 5 1 による分取ヘッド 3 7 の移動範囲には、液溜まりと図示しない廃液槽に繋がる廃液流路とを有する廃液ポート 6 1 が設置されており、三軸駆動機構 5 1 によって分取ヘッド 3 7 を駆動することにより、吐出ノズル 3 4 をこの廃液ポート 6 1 に挿入することもできる。

#### 【0028】

また、上述の第一ニードル 1 8 も所定の駆動機構（図示略）により上下移動及び水平移動が可能となっており、カラムラック 2 0 上に保持された複数のトラップカラム 2 1 のうちの任意のものの下方に移動し、且つ該トラップカラム 2 1 の入口端に設けられたニードルポート 2 2 に該ニードル 1 8 の先端が刺入されるように上昇することで、供給流路 1 5 を該トラップカラム 2 1 の入口端に接続することができる。

10

#### 【0029】

なお、上述の供給流路 1 5 上に設けられた二方切替バルブ 1 7 には、希釈流路 1 9 が接続されている。前記二方切替バルブ 1 7 は、送液ポンプ 1 6 で吸引した液体をトラップカラム 2 1 又は希釈流路 1 9 のいずれに流すかを選択的に切り替えるものであり、その e ポートには送液ポンプ 1 6 から延びる配管（すなわち供給流路 1 5 の上流側部分）が接続され、f ポートには第一ニードル 1 8 に至る配管（すなわち供給流路 1 5 の下流側部分）が、g ポートには希釈流路 1 9 の一端が接続される。希釈流路 1 9 の他端は、第二ニードル 3 1 の近傍に設けられた T 字型ジョイント 3 5（図 2 では簡略化のため図示を省略している）を介して配管 3 2 に接続されており、これにより該希釈流路 1 9 を流れてきた液体（すなわち希釈液）を配管 3 2 内に流入させることができるようになっている。

20

#### 【0030】

CPU 等を含む制御部 5 2 は予め設定されたプログラムに従って、三方切替バルブ 1 4 及び二方切替バルブ 1 7 の切替動作、送液ポンプ 1 6 の動作（流量又は流速）、並びに三軸駆動機構 5 1 の駆動動作の設定などを実行することで、分取精製作業を自動的に遂行する。また、操作部 5 3 はその分取精製作業のための条件などをユーザが入力設定するためのものである。

#### 【0031】

次に、本実施例の分取精製装置における自動分取精製動作について説明する。まずトラップカラム 2 1 内の充填剤に目的成分を捕集するために、制御部 5 2 は三方切替バルブ 1 4 により溶液容器 1 1（b ポート）と供給流路 1 5（a ポート）を接続すると共に、二方切替バルブ 1 7 により供給流路 1 5（e ポート）と第一ニードル 1 8（f ポート）を接続し、所定の一定流量で送液を行うように送液ポンプ 1 6 を動作させる。なお、このとき第一ニードル 1 8 は所定のトラップカラム 2 1 の入口端に設けられたニードルポート 2 2 に接続しておく。また、第二ニードル 3 1 は前記トラップカラム 2 1 の出口端に設けられたニードルポート 2 3 に接続しておき、吐出ノズル 3 4 は廃液ポート 6 1 に挿入しておく。

30

#### 【0032】

送液ポンプ 1 6 は溶液容器 1 1 中の溶液を吸引して入口端からトラップカラム 2 1 に導入する。すると、トラップカラム 2 1 中の充填剤に溶液中の目的成分が捕集される。目的成分が除去された移動相は出口端から第二ニードル 3 1 、配管 3 2 、及び吐出ノズル 3 4 を経て廃液ポート 6 1 に廃棄される。

40

#### 【0033】

所定時間だけ又は溶液容器 1 1 に用意された溶液が無くなるまでトラップカラム 2 1 に上記溶液が供給されると、次に制御部 5 2 は、洗浄液容器 1 2（c ポート）と供給流路 1 5（a ポート）とを接続するように三方切替バルブ 1 4 を切り替える。すると、送液ポンプ 1 6 は洗浄液容器 1 2 中の純水を吸引して入口端からトラップカラム 2 1 に導入する。これにより、先の目的成分の捕集時に充填剤に付着した塩類などの不所望で水溶性の物質がトラップカラム 2 1 内から除去され、第二ニードル 3 1 、配管 3 2 、及び吐出ノズル 3 4 を経て廃液ポート 6 1 に廃棄される。この純水の送給により、その送給開始直前にトラップカラム 2 1 内に溜まっていた移動相は水に置換され、水がトラップカラム 2 1 内に充満した状態となる。充填剤に捕集されている目的成分は強い吸着作用により水には殆ど溶

50

出しないため、この時点ではトラップカラム 2 1 内に捕集された状態が維持される。

**【 0 0 3 4 】**

次いで、制御部 5 2 は溶媒容器 1 3 ( d ポート ) と供給流路 1 5 ( a ポート ) とを接続するように三方切替バルブ 1 4 を切り替える。すると、送液ポンプ 1 6 は溶媒容器 1 3 中の溶出用溶媒 ( ジクロロメタン ) を吸引して入口端からトラップカラム 2 1 に導入し始める。

**【 0 0 3 5 】**

トラップカラム 2 1 に溶出用溶媒が供給されると、充填剤に捕集されていた目的成分が該溶出用溶媒に溶け出していく。そこで制御部 5 2 は、例えばトラップカラム 2 1 内の空隙容積 ( つまり溶出用溶媒を導入し始める直前にトラップカラム 2 1 内に溜まっている水の容量 ) と送液ポンプ 1 6 による溶出用溶媒の送液流量とから水が全て排出されるのに要する時間  $t_1$  を計算し、溶出用溶媒の送液開始から前記の時間  $t_1$  が経過した時点で、吐出ノズル 3 4 を廃液ポート 6 1 から抜去して所定の回収容器 4 2 に挿入することにより、目的成分の分取を開始する。これにより、目的成分を含む溶出液が配管 3 2 を経て吐出ノズル 3 4 から滴下され、所定の回収容器 4 2 に回収される。

**【 0 0 3 6 】**

なお、本実施例の装置では、上述のような希釈流路 1 9 を用いて配管 3 2 中の溶出液を希釈することにより、前記トラップカラム 2 1 の出口端よりも下流の領域における流路の詰まりを防止することができる。すなわち、トラップカラム 2 1 の出口端から溶出用溶媒が排出され始めてから所定の時間が経過するまでの間、制御部 5 2 は、前記二方切替バルブ 1 7 を第一ニードル 1 8 側 ( f ポート ) から希釈流路 1 9 側 ( g ポート ) へと間欠的に切り替えるように制御を行う。このように二方切替バルブ 1 7 を希釈流路 1 9 側に切り替えることにより、送液ポンプ 1 6 で吸引されたジクロロメタンを、トラップカラム 2 1 を介さずに配管 3 2 に直接流入させることができる。

**【 0 0 3 7 】**

これにより、目的成分を高濃度で含む溶出液が希釈液によって希釈されるため、配管 3 2 内における目的成分の析出が起こりにくくなる。つまり、本実施例において溶媒容器 1 3 に収容されたジクロロメタンは、トラップカラム 2 1 から目的成分を溶出させるための溶出用溶媒としての役割に加え、配管 3 2 中の溶出液を希釈するための希釈液としての役割も果たす。

**【 0 0 3 8 】**

また、上記のように希釈液を間欠的に導入することにより、配管 3 2 にはトラップカラム 2 1 からの溶出液 ( 目的成分を含むジクロロメタン ) と希釈流路 1 9 から導入された希釈液 ( 目的成分を含まないジクロロメタン ) とが交互に流れることとなる。そのため、配管 3 2 に溶出液が流れている間に該溶出液中で目的成分が析出して配管内に付着したとしても、その後に流れる希釈液によって該析出物を溶解させることができるために、流路の詰まりを効果的に防止することができる。

**【 0 0 3 9 】**

トラップカラム 2 1 中の充填剤に捕集されている目的成分の量は限られているから、溶出用溶媒がトラップカラム 2 1 に導入され始めてから或る程度の時間が経過すると、溶出液に含まれる目的成分の濃度が低下する。そこで、制御部 5 2 は分取を開始してから所定時間が経過した時点、又は所定量の溶出用溶媒の送液を完了した時点で送液ポンプ 1 6 を停止させて分取を終了する。

**【 0 0 4 0 】**

以上により、所定のトラップカラム 2 1 と回収容器 4 2 を用いた分取精製動作が完了すると、制御部 5 2 は、分取ヘッド 3 7 を上昇させることで回収用流路 ( すなわち第二ニードル 3 1 、配管 3 2 、及び吐出ノズル 3 4 ) とトラップカラム 2 1 及び回収容器 4 2 との接続を解除する。

**【 0 0 4 1 】**

このとき、図 2 ( a ) に示す状態から分取ヘッド 3 7 を徐々に上昇させると、それに伴

10

20

30

40

50

つて分取ヘッド37に固定されている第二ニードル31が上昇してニードルポート23から抜去される。すなわち回収用流路の入口とトラップカラム21との接続が解除される。一方、吐出ノズル34は分取ヘッド37に対し上下移動可能となっており、更に弹性部材33の付勢力によって下方に付勢されているため、この時点では吐出ノズル34は上昇せず、回収用流路の出口と回収容器42との接続は維持される。

#### 【0042】

その後、分取ヘッド37を更に上昇させていくと弹性部材33が伸長していき、これに伴って分取ヘッド37内の配管32が開口37aから引き出されていく（すなわち、吐出ノズル34の先端から分取ヘッド37の底面までの距離が長くなっていく）。そして、分取ヘッド37が所定の高さに到達した時点で弹性部材33の圧縮が解除されるため、そこから更に分取ヘッド37を上昇させることにより吐出ノズル34の先端が上昇し始め、最終的に回収容器42から除去される。すなわち回収用流路の出口と回収容器42との接続が解除される。

#### 【0043】

なお、このときの第二ニードル31の先端と吐出ノズル34の先端の高さの差（すなわち図2（b）中における高さh）は、回収用流路に残留している液体の種類や配管32の素材及び配管32の径などに応じて適当な大きさとすることが望ましい。例えば、配管32の材質がPTFE、内径が1.0mmであって、溶出用溶媒としてジクロロメタン/メタノール(9:1, v/v)を使用する場合には、前記の高さhは30mm以上とすることが好ましい。

10

#### 【0044】

このように本実施例における回収機構では、分取が完了して分取ヘッド37を上昇させた際に、まず第二ニードル31とトラップカラム21との接続のみが解除され、その後、第二ニードル31の先端が吐出ノズル34の先端よりも十分に高い位置まで上昇した後に、吐出ノズル34が回収容器42から抜去される。これにより、回収用流路内に残留していた溶出液は全て吐出ノズル34側へと流れにくいため、該溶出液をトラップカラム21に逆流せることなく、確実に回収容器42に回収することができる。

20

#### 【0045】

なお、引き続いてカラムラック20上の別のトラップカラムを利用した分取精製を行う場合には、三軸駆動機構51によって分取ヘッド37を移動させて第二ニードル31を次のトラップカラムの出口端に接続すると同時に吐出ノズル34の先端を廃液ポート61に挿入し、更に、図示しない駆動機構によって第一ニードル18を駆動して前記次のトラップカラムの入口端に接続する。そして、溶液容器11を別の溶液（次に分取精製しようとする目的成分を含んだもの）を収容した容器と交換し、上記同様の分取精製動作を実行する。なお、溶液容器11を手動で交換する代わりに、流路の切替によって自動的に別の溶液容器が供給流路15に接続される構成としてもよい。これは流路切換バルブを追加することによって容易に実施できることは明らかである。

30

#### 【0046】

以上により各回収容器42内にそれぞれ異なる目的成分を含む溶出液を回収した後は、その溶出液を加熱或いは真空遠心分離することで固形状の目的成分を取り出すことができる。

40

#### 【0047】

なお、上記実施例は本発明の一例にすぎないから、本発明の趣旨の範囲で適宜変更、修正、追加などを行っても本願請求の範囲に包含されることは明らかである。

#### 【0048】

例えば、本発明に係る分取精製装置では、更に回収用流路の入口側の内径が出口側の内径よりも小さくなるように構成してもよい。これにより、回収用流路内の液体がより出口側に流れやすくなり、トラップカラム21への液体の逆流を一層効果的に防止することができる。なお、このような構成は、例えば第二ニードル31として吐出ノズル34よりも内径の小さいものを用いることにより実現することができる。

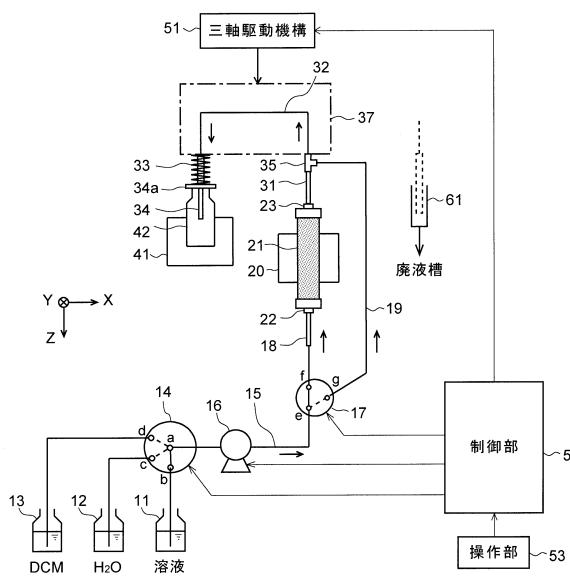
50

## 【符号の説明】

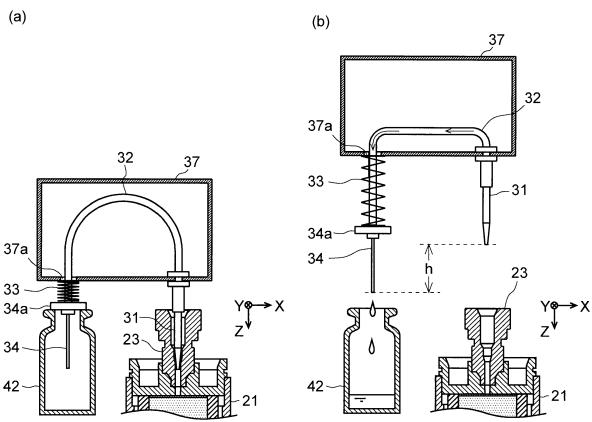
## 【0049】

- |                     |    |
|---------------------|----|
| 1 1 ... 溶液容器        |    |
| 1 2 ... 洗浄液容器       |    |
| 1 3 ... 溶媒容器        |    |
| 1 4 ... 三方切替バルブ     |    |
| 1 5 ... 供給流路        |    |
| 1 6 ... 送液ポンプ       |    |
| 1 7 ... 二方切替バルブ     |    |
| 1 8 ... 第一ニードル      | 10 |
| 1 9 ... 希釀流路        |    |
| 2 0 ... カラムラック      |    |
| 2 1 ... トラップカラム     |    |
| 2 2、2 3 ... ニードルポート |    |
| 3 1 ... 第二ニードル      |    |
| 3 2 ... 配管          |    |
| 3 3 ... 弹性部材        |    |
| 3 4 ... 吐出ノズル       |    |
| 3 4 a ... フランジ      |    |
| 3 7 ... 分取ヘッド       | 20 |
| 4 1 ... 容器ラック       |    |
| 4 2 ... 回収容器        |    |
| 5 1 ... 三軸駆動機構      |    |
| 5 2 ... 制御部         |    |
| 5 3 ... 操作部         |    |
| 6 1 ... 廃液ポート       |    |

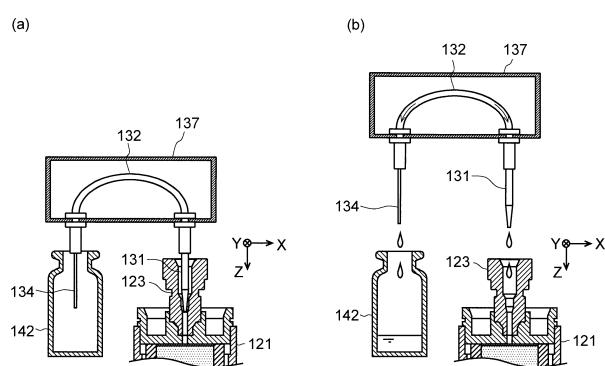
【図1】



【図2】



【図3】



---

フロントページの続き

審査官 田中 秀直

- (56)参考文献 特開2011-164049(JP,A)  
米国特許出願公開第2011/0198272(US,A1)  
特開2000-162217(JP,A)  
登録実用新案第3174628(JP,U)  
特開平09-127134(JP,A)  
米国特許出願公開第2004/0203175(US,A1)  
特開2011-059008(JP,A)  
特開平11-271322(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N 30/26 - 30/84  
G01N 35/00 - 35/10