

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2014 年 4 月 24 日(24.04.2014)



(10) 国際公開番号

WO 2014/061160 A1

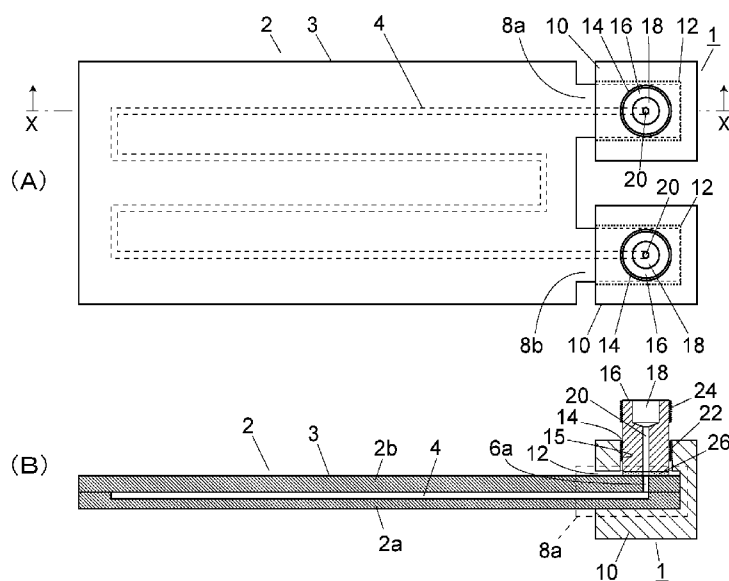
- (51) 国際特許分類:
G01N 30/60 (2006.01) G01N 35/08 (2006.01)
G01N 30/26 (2006.01) G01N 37/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/077159
- (22) 国際出願日: 2012 年 10 月 19 日(19.10.2012)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (71) 出願人: 株式会社島津製作所 (SHIMADZU CORPORATION) [JP/JP]; 〒6048511 京都府京都市中京区西ノ京桑原町 1 番地 Kyoto (JP).
- (72) 発明者: 叶井 正樹(KANAI Masaki); 〒6048511 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 Kyoto (JP). 松岡 諭史(MATSUOKA Satoshi); 〒6048511 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 Kyoto (JP). 西野 正憲(NISHINO Masanori); 〒6048511 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 Kyoto (JP). 西本 尚弘(NISHIMOTO Takahiro); 〒6048511 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 Kyoto (JP).
- (74) 代理人: 野口 繁雄(NOGUCHI Shigeo); 〒5560016 大阪府大阪市浪速区元町 2 丁目 8-1 ラポール 難波 9 階 野口特許事務所 Osaka (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: FLOW CHANNEL MODULE AND CHROMATOGRAPH PROVIDED WITH SAID FLOW CHANNEL MODULE

(54) 発明の名称: 流路モジュール及びその流路モジュールを備えたクロマトグラフ



(57) Abstract: A flow channel module is composed of a flow channel plate, a flow channel connection block, and a pressing mechanism. The flow channel plate has a flat plate-shaped flow channel plate main body and a projection part projecting in the peripheral direction from the outer perimeter of the flow channel plate main body, and a port that passes through to an inner flow channel is provided to the surface of the projection part. The flow channel connection block is provided with a recessed part having a port-facing surface therein that fits the projection part and that faces the port of the projection part, and an external flow channel connection part connected by the flow channel to the port-facing surface. The pressing mechanism is configured so that the projection part inserted into the recess part and the port-facing part are pressed against each other so that the port and the flow channel for connecting the port-facing surface and the external flow channel connection part are connected to each other so as to maintain air tightness or fluid tightness.

(57) 要約:

[続葉有]



流路モジュールは、流路プレートと流路接続ブロックと押付機構からなる。流路プレートは平板状の流路プレート本体とその流路プレート本体の周縁から周囲方向へ突出した突出部を有し、突出部の表面に内部流路に通じるポートが設けられている。流路接続ブロックは、突出部と嵌合し突出部のポートと対向するポート対向面を内部に有する凹部と、ポート対向面と流路によって接続されている外部流路接続部を備えている。押付機構は、ポート対向面と外部流路接続部とを接続する流路とポートが互いに気密又は液密を保って接続されるように凹部に挿入された突出部とポート対向面とを互いに押し付けるように構成されている。

明 細 書

発明の名称：

流路モジュール及びその流路モジュールを備えたクロマトグラフ

技術分野

[0001] 本発明は、流路モジュール及びその流路モジュールを分析カラムとして用いたガスクロマトグラフや液体クロマトグラフなどのクロマトグラフに関するものである。

背景技術

[0002] 従来から、微細な流路構造を形成し、その流路内において流体試料の合成や分離、分析等を行なう研究が多くなされており、その技術分野としてマイクロTAS（Total Analysis System）が広く知られている。微細な流路構造を形成する方法として2枚のプレートを張り合わせて平板状の流路プレートとする方法が一般的に知られている。流路プレートは、一方のプレートの面に微細流路となる溝が形成され、他方のプレートには前記微細流路の端部に相当する位置に該微細流路の出入口となる貫通穴が形成され、溝の形成されている面が内側になるように両プレートが貼り合わされて形成される。

[0003] かかる流路プレートに流体試料の出し入れを行なうために、流路プレートの内部流路に対して外部流路を接続する際、流体試料の漏れがないように高い気密性又は液密性を確保する必要がある。流路プレートの内部流路に外部流路を接続する上では、その接続部からの流体試料の漏れがないことに加え、接続部におけるデッドボリュームが小さいことが望まれる。例えば流路プレートをガスクロマトグラフィや液体クロマトグラフィのような分離分析用カラムとして用いた場合、特に出口側の接続部に大きなデッドボリュームが存在すると、クロマトグラムのピーク形状に影響を与え、分析結果が損なわれてしまう。

[0004] 接続部において流体試料の漏れをなくし、かつ接続部におけるデッドボリュームを小さくする方法としては、フェルルを用いて外部流路であるキャピ

ラリ等を接続できる接続ブロックを流路プレートとの間にガスケットを挟み込んで流路プレート本体に押し当てる方法(特許文献1 参照。)や、接続ブロックを直接、流路プレート本体に接合する方法(非特許文献1 参照。)が挙げられる。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：米国特許第6 6 1 2 1 5 3 号公報

非特許文献

[0006] 非特許文献1：Nishino M, et al. Development chip of μ yochoGC(Micro Gas Chromatography) with high performance micromachined chip column, IEE J Trans, 4, pp358-364, (2009)

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0007] 接続ブロックを流路プレート本体の表面に押し付ける方法を採用した場合、接続ブロックと流路プレートの間からの漏れがないように接続ブロックを流路プレートに強い力で押し付ける必要がある。流路プレートは厚みが薄く、そのため、一部分のみを強い力で押し付けると流路プレートが歪んでしまうことがある。そのため、流路プレートの接続ブロックが押し付けられる面とは反対側の面にバックングプレートを配置し、接続ブロックとバックングプレートとで流路プレートを挟み込むようにして接続ブロックを流路プレートに押し付ける。

[0008] しかし、このバックングプレートが接続ブロックに対して平行に配置されていないと、接続ブロックが流路プレートに片当たりしてしまい、流路プレートと接続ブロックとの間の気密性又は液密性が保てずに接続部から流体試料が漏れてしまう。かかる問題を防止するためには、接続ブロックとバックングプレートを平行に配置するための保持機構が必要になり、流路プレートの内部流路に外部流路を接続するための機構が大掛かりなものとなってしまう

う。

[0009] 他方、接続ブロックを流路プレート本体に直接接合する方法を採用した場合、接続ブロックと流路プレートとの間の接続部からの漏れの心配はない。しかし、上記の接続ブロックを流路プレートの表面に押し付ける方法の場合も同様であるが、接続ブロックが流路プレートの表面から突出する突起となるため、この流路プレートに加熱機構を装着する場合に、接続ブロックがあるために平板状のヒータをそのまま流路プレート本体の表面全体に密着させることができず、ヒータに加工を施す必要がある。また、流路プレート本体が単純な平板形状でなく突起をもった形状となるため、ヒータと流路プレートの着脱が煩雑になってしまう。

[0010] さらに、上記のいずれの方法にしても、流路プレート本体に接続部が存在することによって流路プレート本体の熱容量が面内で不均一となってしまう、流路プレート本体をヒータで加熱する際にヒータの温度を面内において均一にすることが困難となる。流路プレート本体の温度が面内において不均一になると内部流路の温度が場所によって相違するようになるため、合成反応やクロマトグラフィのような温度の影響を受けやすい用途に使用することができない。

[0011] そこで、本発明は、流路プレートの内部流路と外部流路との接続部において高い気密性及び液密性を有するとともに流路プレート本体を面内において均一に加熱することができるようにすることを目的とするものである。

課題を解決するための手段

[0012] 本発明にかかる流路モジュールは、主平面をもつ平板状の流路プレート本体に主平面内において流路プレート本体の周縁から周囲方向へ突出した突出部を有し、流路プレート本体に内部流路が形成され内部流路の端部が突出部に引き出され、突出部の表面に内部流路に通じるポートが設けられている流路プレートと、突出部と嵌合し突出部のポートと対向するポート対向面を内部に有する凹部、及びポート対向面と流路によって接続されている外部流路接続部を備えた流路接続ブロックと、ポート対向面と外部流路接続部とを

接続する流路とポートが互いに気密又は液密を保って接続されるように凹部に挿入された突出部とポート対向面とを互いに押し付ける押付機構と、を備えたものである。

なお、「突出部とポート対向面とを互いに押し付ける」とは、突出部のポートが設けられている表面とポート対向面とを直接的に接触させて押し付ける場合に限らず、両者の間に弾性体からなるガスケットなどのシール部材を挟み込んで押し付ける場合も含む。

[0013] 本発明にかかるガスクロマトグラフは、本発明の流路モジュールによって構成された分析カラムと、分析カラムの入口側のポートに流路を介して接続され、分析カラムに試料ガスを導入するための試料導入部と、分析カラムの出口側のポートに流路を介して接続され、分析カラムにおいて分離された試料成分を検出するための検出器と、を備えたものである。

発明の効果

[0014] 本発明の流路モジュールでは、流路プレート本体に設けられた突出部を流路接続ブロックの凹部に挿入して外部流路を接続するようになっているので、流路プレートの平板状の流路プレート本体に干渉することなく流路プレートのポートに外部流路を接続することができる。これにより、流路プレート本体に突起構造を形成することがなく、平板状のヒータを用いて流路プレート本体の温度制御を行なうことが可能になる。また、流路接続ブロックには凹部に挿入された突出部のポートと凹部内のポート対向面とを押し付ける押付機構が設けられているので、流路プレートの内部流路と流路接続ブロックの接続流路の接続部の気密性又は液密性を高めることができる。凹部が突出部と嵌合するように設けられているため、突出部のポートと外部流路接続部の位置決めが容易である。この構造により、突出部のポートと外部流路接続部に通じる流路とを凹部内において直接的に接続することが可能なため、突出部のポートと外部流路接続部との接続部分において余計な空間を設ける必要がなく、デッドボリュームを小さくすることができる。

[0015] 本発明のガスクロマトグラフでは、分析カラムとして本発明の流路モジュ

ールを使用しているので、分析カラムの温度制御が均一になされるとともに分析カラムにおける流路の接続部において高い気密性が保たれ、高い分析結果の再現性を得ることができる。

図面の簡単な説明

[0016] [図1]流路モジュールの一実施例を示す図であり、（A）は上から見た平面図、（B）は（A）のX-X位置における断面図である。

[図2]同実施例の流路接続ブロックのブロック本体を示す斜視図である。

[図3]同実施例の流路プレートを示す平面図である。

[図4]流路モジュールの他の実施例を流路プレートとともに示す断面図である。

[図5]流路モジュールの他の実施例を示す断面図である。

[図6]流路モジュールのさらに他の実施例を示す断面図である。

[図7]ガスクロマトグラフの一実施例を概略的に示す構成図である。

[図8A]図1の実施例の流路モジュールを用いて流路を接続したときの接続部におけるガスの漏れを検証した実験装置の構成を概略的に示す図である。

[図8B]同検証結果を示すグラフである。

[図9A]図1の実施例の流路モジュールのデッドボリュームの検証に使用した装置の構成を概略的に示す図である。

[図9B]同検証に使用した装置の構成を概略的に示す図である。

[図10]同検証結果を示すグラフである。

[図11]実施例のガスクロマトグラフ装置により取得したクロマトグラムである。

発明を実施するための形態

[0017] 本発明の流路モジュールでは、流路接続ブロックがブロック本体とブロック本体に装着された駆動部で構成されているようにしてもよい。その場合、凹部はブロック本体に設けられ、外部流路接続部は駆動部に設けられており、ブロック本体は駆動部を挿入するための穴であって該ブロック本体表面から凹部まで貫通した駆動部挿入穴を備え、駆動部は駆動部挿入穴に先端から

挿入される挿入部及び挿入部の先端に設けられた先端平面を備えており、先端平面と外部流路接続部が流路によって接続されてポート対向面をなし、押付機構は、駆動部挿入穴の内周面にネジが切られ、挿入部の外周面に駆動部挿入穴の内周面のネジと螺合するネジが切られ、駆動部をブロック本体とは相対的に回転させて駆動部を駆動部挿入穴への挿入方向に変位させることで先端平面を突出部に押し付けるものであってもよい。かかる構成にすることで、流路接続ブロックの構成を簡単なものとすることができるとともに、押付機構の構成も簡単なものとすることができる。流路プレートの突出部をブロック本体の凹部に挿入して駆動部を回転させるだけで、流路プレートの内部流路と流路接続ブロックの接続流路の接続部の気密性又は液密性が確保されるので、流路プレートの内部流路に対する外部流路の接続が容易である。

[0018] また、本発明の流路接続ブロックがブロック本体と駆動部で構成されている場合の他の例としては、凹部及び外部流路接続部はブロック本体に設けられており、ブロック本体は駆動部を挿入するための穴であって該ブロック本体の表面から凹部のポート対向面と対向する内壁面まで貫通した駆動部挿入穴を備え、駆動部は駆動部挿入穴に挿入される先端に平面を有し、押付機構は、駆動部挿入穴の内周面にネジが切られ、駆動部の外周面に駆動部挿入穴の内周面のネジと螺合するネジが切られ、駆動部をブロック本体とは相対的に回転させて駆動部を駆動部挿入穴への挿入方向に変位させることで、駆動部先端の平面によって突出部をポート対向面に押し付けるものである例を挙げることができる。かかる構成にしても、流路接続ブロックの構成及び押付機構の構成を簡単なものとすることができる。流路プレートの突出部をブロック本体の凹部に挿入して駆動部を回転させるだけで、流路プレートの内部流路と流路接続ブロックの接続流路の接続部の気密性又は液密性が確保されるので、流路プレートの内部流路に対する外部流路の接続が容易である。

[0019] また、凹部内の最も奥に位置する終端壁面と接続流路のポート対向面側端部との位置関係は突出部の終端部とポートとの位置関係に対応したものであり、凹部に挿入された突出部の終端部が該凹部の終端壁面に接触したときに

接続流路とポートとの位置決めがなされるように設定されていることが好ましい。そうすれば、凹部の奥まで流路プレート of 突出部を挿入するだけで、接続流路のポート対向面側の端部がポートに対して位置決めがなされるので、流路プレートの内部流路と外部流路との接続が容易にかつ正確になされるようになる。

[0020] 流路接続ブロックにおける流路の接続部分のシール性を高めるために、突出部のポートとポート対向面との間には、ポートに対応する位置に貫通孔を有するリング状のシール部材が挟み込まれることが考えられるが、その場合には、突出部のシール部材が配置される位置にシール部材と同一形状の凹部が設けられていることが好ましい。そうすれば、突出部のポートに対するシール部材の位置決めが容易になる上、流路接続ブロックの凹部に突出部を挿入する際のシール部材の位置ずれを防止することができる。

[0021] 流路プレートは金属からなるものであることが好ましい。そうすれば、流路プレートが高い強度を有するものとなり、流路接続ブロックの押付機構によって押し付ける強度を高くすることができ、流路接続ブロックにおける流路の接続部のシール性をさらに高めることができる。

[0022] また、流路プレートの内部流路内にクロマトグラム分離用の固定相が担持されているようにしてもよい。そうすれば、本発明の流路モジュールをクロマトグラフィ用の分析カラムとして使用することができる。

[0023] 流路モジュールの一実施例を図 1 を用いて説明する。

この流路モジュールは流路プレート 2、流路接続ブロック 1 及び押付機構からなる。流路プレート 2 は流路プレート本体 3 と突出部 8 a, 8 b からなる。流路プレート 2 は、一表面に流路 4 となる溝が形成された金属製（例えばステンレス製）のプレート 2 a と、流路 4 に通じるポート 6 a, 6 b（図 3 を参照）となる貫通孔が形成された金属製のプレート 2 b が張り合わされて構成されたものである。流路プレート 2 は流路 4 の大部分が内部に形成されている流路プレート本体 3 とその流路プレート本体の周縁から周囲方向に突出した 2 つの突出部 8 a 及び 8 b を有する。流路 4 の両端部はそれぞれ突

出部 8 a と 8 b の内部の終端部近傍に引き出されている。突出部 8 a と 8 b の一表面には流路 4 のそれぞれの端部に通じるポート 6 a と 6 b が設けられている。プレート 2 a 及び 2 b の厚みが例えば 0.5 mm である。プレート 2 a の溝は、例えば幅が 200 μ m であり深さが 100 μ m であり、例えばフォトエッチングにより形成されている。プレート 2 b の貫通孔は直径が例えば 0.5 mm である。

[0024] 流路プレート 2 のポート 6 a と 6 b はともに流路接続ブロック 1 によって外部流路と接続される。流路接続ブロック 1 は流路プレート 2 の突出部 8 a 及び 8 b にそれぞれ装着され、ポート 6 a 及び 6 b にそれぞれ外部流路としてのキャピラリを接続する。突出部 8 a と 8 b に装着されている流路接続ブロック 1 はともに同一の構造をもつものである。以下では、突出部 8 a に装着された流路接続ブロック 1 についてのみ説明する。

[0025] 流路接続ブロック 1 はブロック本体 10 とリテーナ 16 によって構成されている。図 2 に示されているように、ブロック本体 10 は直方体形状の部材である。ブロック本体 10 は、一側面に開口を有し、流路プレート 2 の突出部 8 a を挿入して嵌合させるための凹部 12 を備えている。凹部 12 の開口が設けられている側面に垂直な面に、凹部 12 に達し凹部 12 と垂直に交わる円形の穴 14 が開けられている。穴 14 はリテーナ 16 を挿入して装着するための駆動部挿入穴であり、その内周面にリテーナ 16 をネジの締結によって着脱させるためのネジ 15 が切られている。後述するが、リテーナ 16 の外周面に穴 14 の内周面のネジと螺合するネジが切られている。

[0026] リテーナ 16 は円柱形状の部材である。リテーナ 16 の一端側がブロック本体 10 の穴 14 に挿入される挿入部となっており、他端側が外部流路であるキャピラリを接続するための外部流路接続部となっている。リテーナ 16 の一端側の端部は平面（先端平面）となっている。この平面がブロック本体 10 の穴 14 に挿入されて凹部 12 内の空間に面することで、凹部 12 に挿入された流路プレート 2 の突出部 8 a の一表面と対向する。突出部 8 a は、ポート 6 a 側表面が凹部 12 内において穴 14 側を向くように凹部 12 に挿

入される。リテーナ 16 の一端の平面は突出部 8 a のポート 6 a と対向するポート対向面をなしている。

[0027] 一端側近傍の外周面に穴 14 の内周面のネジ 15 と螺合するネジ 22 が切られている。リテーナ 16 は自身が回させられることでブロック本体 10 とは相対的にその軸方向（図 1（A）では紙面に対して垂直な方向、図 1（B）では上下方向）に変位するようになっている。リテーナ 16 は流路接続ブロック 1 の駆動部をなしており、穴 14 の内周面に切られたネジ 15 とリテーナ 16 の外周面に切られたネジ 22 とが駆動部変位機構をなしている。

[0028] リテーナ 16 の他端側の端部にキャピラリを接続するための開口部 18 が設けられており、その開口部 18 は接続流路 20 を通じて一端部の平面に通じている。リテーナ 16 の他端側の外周面にはフェルルによりキャピラリをこのリテーナ 16 に固定するためのネジ 24 が切られている。

[0029] ブロック本体 10 にリテーナ 16 が装着された状態での接続流路 20 のポート対向面側の端部の位置は、凹部 12 に挿入された突出部 8 a の終端部が凹部 12 の最も奥に位置する終端壁面にまで達しているときのポート 6 a の位置に対応した位置にくるようになっている。これにより、突出部 8 a を凹部 12 の最も奥まで挿し込むだけで接続流路 20 とポート 6 a の位置決めが自動的になされる。

[0030] 流路プレート 2 の突出部 8 a は、ポート 6 a が設けられている部分の上にガスケット 26 が載置された状態でブロック本体 10 の凹部 12 に挿入される。ガスケット 26 は中央部にポート 6 a と同じ内径を有する貫通孔を有する例えばニッケル、銅、ステンレス、ポリテトラフルオロエチレン、ポリイミドなどの弾性材料からなるシール部材であり、凹部 12 内においてリテーナ 16 の先端の平面（ポート対向面）と突出部 8 a との間に介在する。ガスケット 26 の厚みは例えば 500 μm である。

[0031] ガスケット 26 の載置された突出部 8 a が凹部 12 に挿入された状態でリテーナ 16 を穴 14 の奥側（凹部 12 側）へ変位させる方向に回転させることで、突出部 8 のポートの設けられている部分の平面にリテーナ 16 の端部

平面がガスケット 26 を介して押し付けられて密着し、接続流路 20 とポート 6a とが高い気密性をもって接続される。この構造はリテーナ 16 の端部平面と突出部 8 とを互いに押し付ける押付機構をなしている。この実施例では、流路プレート 2 が高い強度を有する金属製のプレート 2a, 2b によって構成されているため、上記の押付機構によりリテーナ 16 の端部平面を突出部 8 に強い力で押し付けることができる。なお、流路プレート 2 を金属製のプレートで構成しても、内部流路 4 の表面にガラス等のコーティングなどの表面処理を行なうことによってこの流路プレート 2 をクロマトグラフの分析カラムとして使用することができる。そのような表面処理については、図 7 を用いて説明するガスクロマトグラフの実施例において説明する。

[0032] なお、図 5 に示されているように、流路プレート 2 の突出部 8a のガスケット 26 の載置位置にガスケット 26 と同じ形状で深さが 100 μm 程度の窪み部 5 が設けられていてもよい。そうすれば、ガスケット 26 のポート 6a に対する位置決めを容易にするとともにガスケット 26 の位置ずれを防止することができる。

[0033] 流路接続ブロックの他の実施例について図 4 を用いて説明する。

この実施例の流路接続ブロック 1a はブロック本体 30 とリテーナ 44 によって構成されている。ブロック本体 30 は外部流路接続部 36 を備えている。外部流路接続部 36 はブロック本体 30 の一面（図において上面）から円柱形状で突起しており、その外周面にフェルルによってキャピラリを固定するためのネジ 40 が切られている。外部流路接続部 36 の内側に流路接続用の開口部 38 が設けられており、その開口部 38 は接続流路 34 を介して後述する凹部 32 の内側へ通じている。

[0034] ブロック本体 30 は流路プレート 2 の突出部 8a を挿入して嵌合させるための凹部 32 を備えている。凹部 32 はブロック本体 30 の一側面に開口を有し、外部流路接続部 36 の内側の接続流路 34 と直交する向きに設けられている。ブロック本体 30 の外部流路接続部 36 とは反対側の面に円形の穴 41 が開けられている。穴 41 は凹部 32 にまで達しており、その凹部 32

側の端部は接続流路 3 4 の端部と対向している。

[0035] 穴 4 1 はリテーナ 4 4 を挿入して装着するための駆動部装着穴であり、穴 4 1 の内周面にネジ 4 2 が切られている。リテーナ 4 4 の外周面には穴 4 1 の内周面に切られたネジ 4 2 と螺合するネジが切られており、リテーナ 4 4 を穴 4 1 に嵌めて回転させることで、ブロック本体 3 0 とは相対的にリテーナ 4 4 をその軸方向（図 4 において上下方向）へ変位させることができる。リテーナ 4 4 の凹部 3 2 に面する端部は凹部 3 2 内において凹部 3 2 に挿入された突出部 8 a のポート 6 a とは反対側の面を支持する平面となっている。

[0036] リテーナ 4 4 は駆動部をなしており、穴 4 1 の内周面に切られたネジ 4 2 とリテーナ 4 4 の外周面に切られたネジ 4 6 は駆動部変位機構をなしている。そして、この駆動部変位機構は、リテーナ 4 4 を穴 4 1 の奥側（凹部 3 2 側）へ変位させることによって突出部 8 a のポート 6 a の設けられている部分の平面を凹部 3 2 内の接続流路 3 4 の設けられている壁面に押し付ける押付機構をなすものである。

[0037] この実施例においても、凹部 3 2 に挿入される突出部 8 a のポート 6 a の部分にガスケット 2 6 が載置されるが、図 6 に示されているように、流路プレート 2 の突出部 8 a のガスケット 2 6 の載置位置にガスケット 2 6 と同じ形状で深さが 100 μ m 程度の窪み部 5 を設けることで、ガスケット 2 6 のポート 6 a に対する位置決めを容易にするとともにガスケット 2 6 の位置ずれを防止することができる。

[0038] 図 8 A は図 1 から図 3 を用いて説明した流路接続ブロック 1 を用いて流路プレート 2 に外部流路を接続したときの流体の漏れの有無を検証したときの実験装置の構成を概略的に示している。流路プレート 2 の内部流路 4 に通じるポート 6 a, 6 b の一方に流路接続ブロック 1 を用いてキャピラリ 6 2 の一端を接続し、他方に同じく流路接続ブロック 1 を用いてキャピラリ 6 3 を接続した。キャピラリ 6 2 の他端にはフローセンサ 6 4 を介してヘリウムガスを 300 kPa で供給するガスポンプが接続されており、キャピラリ 6 3

の他端は閉じられている。流路プレート 2 と 2 つの流路接続ブロック 1 は内部温度が制御されるオープン 6 6 内に收容されている。

[0039] 図 8 B は図 8 A の実験装置を用いた検証結果を示すグラフである。この検証では、オープン 6 6 内の温度を約 5 0 °C から約 4 0 0 °C の範囲内で周期的に変化させ、そのときにキャピラリ 6 2 を流れる流量をフローセンサ 6 4 で測定した。このグラフに示されているように、オープン内 6 6 内の温度が約 5 0 °C や約 4 0 0 °C で一定となっているときの流量は 0 であり、流路接続ブロック 1 内の接続部におけるヘリウムガスの漏れが発生していないことが確認された。なお、オープン 6 6 内の温度が約 5 0 °C から約 4 0 0 °C まで又は約 4 0 0 °C から約 5 0 °C まで急激に変化したときにフローセンサ 6 4 が流量変動を検知しているが、これは急激な温度変化に伴う熱膨張の影響によるものである。

[0040] 図 9 A 及び図 9 B は流路接続ブロックによるデッドボリユームの増加について検証したときの実験装置を概略的に示している。図 9 A の実験装置はキャピラリカラムを用いた通常のカスクロマトグラフであり、キャピラリカラム 6 8 の下流側の流路 7 0 が検出器に接続されている。図 9 B の実験装置はキャピラリカラム 6 8 の下流側の流路 7 0 が流路接続ブロック 1 によって流路プレート 2 の入口側のポートに接続され、さらに流路プレート 2 の出口側のポートが流路接続ブロック 1 によって検出器へ繋がる流路に接続されている。

[0041] 図 1 0 は図 9 A 及び図 9 B の実験装置を用いて測定したクロマトグラムである。最上段に示されたクロマトグラムが図 9 A の実験装置を用いたものであり、最下段に示されたクロマトグラムが図 9 B の実験装置を用いたものである。中段の 2 つの波形 (Solvent peak と C15 peak) は最上段と最下段のクロマトグラムの同一成分のピーク波形を拡大視したものである。

[0042] 流路接続ブロック 1 の内部のデッドボリユームが大きい場合、キャピラリカラム 6 8 で分離した成分がそのデッドボリユーム部分で混じってしまい、その成分のクロマトグラムのピーク形状が大きく乱れるはずである。拡大視

した2つのピーク波形を比較すると、図9Bの実験装置を用いたときのクロマトグラムのピーク形状に乱れがないことがわかる。このことから、流路接続ブロック1内には大きなデッドボリュームが存在しないことが確認できた。なお、図9Bの実験装置を用いたときのピーク波形は、図9Aの実験装置を用いたときのピーク波形よりも高さが低く、横に（時間軸方向に）広がっているが、これは、流路長の長い内部流路を有する流路プレートが検出器の前段に接続されていることに起因するものである。

[0043] 次に、本発明の流路接続ブロックが適用される分析装置の一例であるガスクロマトグラフについて図7を用いて説明する。なお、このガスクロマトグラフでは図1から図3を用いて説明した流路接続ブロック1が用いられているが、図4を用いて説明した流路接続ブロック1aについても同様に適用することができる。なお、このガスクロマトグラフにおいて使用される流路プレート2は、図3に示された構造を有するものである。流路プレート2の内部流路4の内面は分析カラムにするために表面処理が施されている。その表面処理の一例として、まず金属酸化物サイトに試料が吸着されるのを避けるために、流路内面がガラス不働体層で覆われている。その不働体層はポリシラザンがコーティングされ、架橋されたものである。その不働体層のシラノール基がシリレート化剤によって終端され、その後、いくつかの官能基をもつポリメチルシリコンなどの固定相が担持されたものである。

[0044] 試料導入部50がキャピラリー54を介して流路プレート2の入口ポートに接続され、流路プレート2の出口ポートがキャピラリー56を介して検出器52に接続されている。試料導入部50はガス化した試料をキャリアガスによって流路プレート2へ導入するものである。流路プレート2の内部には分離カラムをなす微細な内部流路があり、その内部流路において試料を成分ごとに分離する。検出器52は流路プレート2の内部流路で分離された試料を成分ごとに検出するものであり、一例としてFID検出器を使用した。流路プレート2は、図3の構造を有するものであり、流路プレート本体とその流路プレート本体の周縁から周囲方向へ突出した突出部8a及び8bを有する

[0045] 試料導入部 5 0 及び検出器 5 2 は内部温度を制御するオーブン 4 8 の上部に装着されており、キャピラリ 5 4 及び 5 6 はオーブン 4 8 内に收容されている。オーブン 4 8 の側壁には、内部に流路プレート 2 の流路プレート本体を收容したカラムモジュール 4 9 が装着されている。カラムモジュール 4 9 内では、流路プレート 2 の流路プレート本体の上面と下面が平板型のヒータ 5 8 に接しており、オーブン 4 8 とは独立して流路プレート 2 の温度制御がなされる。

[0046] カラムモジュール 4 9 は、流路プレート 2 の突出部 8 a, 8 b がオーブン 4 8 側にくるように流路プレート 2 を水平にして装着されている。カラムモジュール 4 9 の側面とオーブン 4 8 の側壁には流路プレート 2 の突出部 8 a, 8 b をオーブン 4 8 内に引き込むための開口が設けられている。流路プレート 2 の突出部 8 a, 8 b には流路接続ブロック 1 が装着されており、突出部 8 a, 8 b に設けられているポート 6 a, 6 b にそれぞれ流路接続ブロック 1 によってキャピラリ 5 4, 5 6 が接続されている。

[0047] 図 1 1 は上記ガスクロマトグラフ装置で得られたクロマトグラムの一例である。このクロマトグラムの C 1 5 ピークについて理論段数を計算すると 5 7 0 0 0 であった。このことから、この流路プレート 2 をガスクロマトグラフの分析カラムとして使用すると、優れた性能を発揮できることがわかる。

符号の説明

- [0048]
- | | |
|----------|-------------|
| 1, 1 a | 流路接続ブロック |
| 2 | 流路プレート |
| 2 a, 2 b | 金属製プレート |
| 4 | 内部流路 |
| 5 | 窪み部 |
| 6 a, 6 b | ポート（流路プレート） |
| 8 a, 8 b | 突出部 |
| 1 0, 3 0 | ブロック本体 |
| 1 2, 3 2 | 凹部 |

14, 41 穴（駆動部装着穴）
15, 22, 24, 40, 42, 46 ネジ
16, 44 リテーナ（駆動部）
18, 38 開口部（外部流路接続用）
20, 34 接続流路
26 ガasket（シール部材）
36 外部流路接続部

請求の範囲

[請求項1]

主平面をもつ平板状の流路プレート本体に前記主平面内において前記流路プレート本体の周縁から周囲方向へ突出した突出部を有し、前記流路プレート本体に内部流路が形成され前記内部流路の端部が前記突出部内に引き出され、前記突出部の表面に前記内部流路に通じるポートが設けられている流路プレートと、

前記突出部と嵌合し前記突出部のポートと対向するポート対向面を内部に有する凹部、及び前記ポート対向面と流路によって接続されている外部流路接続部を備えた流路接続ブロックと、

前記ポート対向面と前記外部流路接続部とを接続する流路と前記ポートが互いに気密又は液密を保って接続されるように前記凹部に挿入された前記突出部と前記ポート対向面とを互いに押し付ける押付機構と、を備えた流路モジュール。

[請求項2]

前記流路接続ブロックはブロック本体と前記ブロック本体に装着された駆動部からなり、

前記凹部は前記ブロック本体に設けられ、前記外部流路接続部は前記駆動部に設けられており、

前記ブロック本体は前記駆動部を挿入するための穴であって該ブロック本体表面から前記凹部まで貫通した駆動部挿入穴を備え、

前記駆動部は前記駆動部挿入穴に先端から挿入される挿入部及び前記挿入部の先端に設けられた先端平面を備えており、前記先端平面と前記外部流路接続部が流路によって接続されて前記ポート対向面をなし、

前記押付機構は、前記駆動部挿入穴の内周面にネジが切られ、前記挿入部の外周面に前記駆動部挿入穴の内周面のネジと螺合するネジが切られ、前記駆動部を前記ブロック本体とは相対的に回転させて前記駆動部を前記駆動部挿入穴への挿入方向に変位させることで、前記先端平面を前記突出部に押し付けるものである請求項1に記載の流路モ

ジュール。

[請求項3] 前記流路接続ブロックはブロック本体と前記ブロック本体に装着された駆動部からなり、

前記凹部及び前記外部流路接続部は前記ブロック本体に設けられており、

前記ブロック本体は前記駆動部を挿入するための穴であって該ブロック本体の表面から前記凹部の前記ポート対向面と対向する内壁面まで貫通した駆動部挿入穴を備え、

前記駆動部は前記駆動部挿入穴に挿入される先端に平面を有し、

前記押付機構は、前記駆動部挿入穴の内周面にネジが切られ、前記駆動部の外周面に前記駆動部挿入穴の内周面のネジと螺合するネジが切られ、前記駆動部を前記ブロック本体とは相対的に回転させて前記駆動部を前記駆動部挿入穴への挿入方向に変位させることで、前記駆動部先端の平面によって前記突出部を前記ポート対向面側へ押し付けるものである請求項1に記載の流路モジュール。

[請求項4] 前記凹部内の最も奥に位置する終端壁面と前記接続流路の前記ポート対向面側端部との位置関係は前記突出部の終端部と前記ポートとの位置関係に対応したものであり、前記凹部に挿入された前記突出部の終端部が該凹部の前記終端壁面に接触したときに前記接続流路と前記ポートとの位置決めがなされるように設定されている請求項1から3のいずれか一項に記載の流路モジュール。

[請求項5] 前記突出部の前記ポートと前記ポート対向面との間には、前記ポートに対応する位置に貫通孔を有するリング状のシール部材が挟み込まれ、

前記突出部の前記シール部材が配置される位置に前記シール部材と同一形状の凹部が設けられている請求項1から4のいずれか一項に記載の流路モジュール。

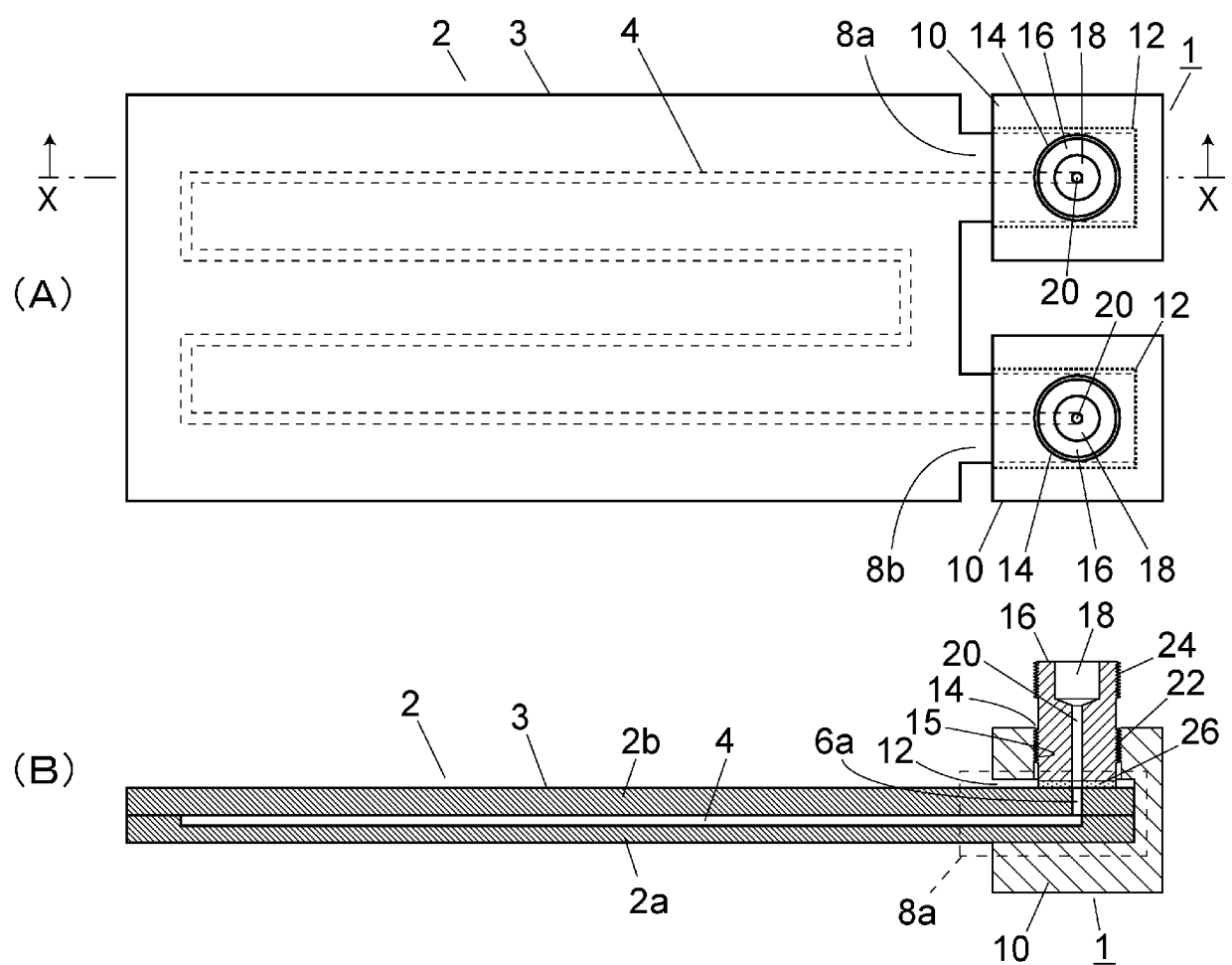
[請求項6] 前記流路プレートは金属からなるものである請求項1から5のいづ

れか一項に記載の流路モジュール。

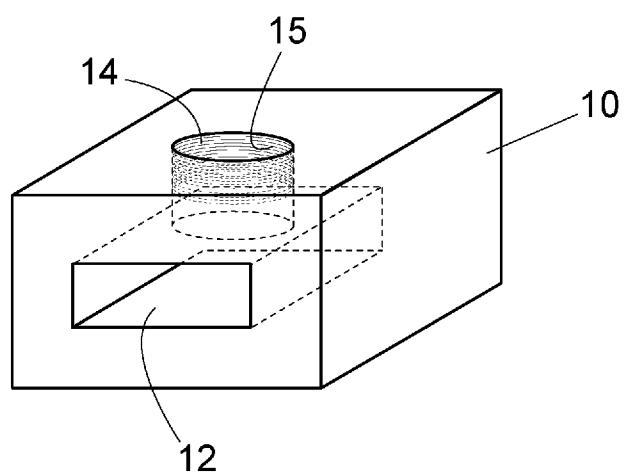
[請求項7] 前記流路プレートの前記内部流路にクロマトグラム分離用の固定相が担持されている請求項 1 から 6 のいずれか一項に記載の流路モジュール。

[請求項8] 請求項 7 に記載の流路モジュールからなる分析カラムと、
前記分析カラムの入口側のポートに流路を介して接続され、前記分析カラムに試料ガスを導入するための試料導入部と、
前記分析カラムの出口側のポートに流路を介して接続され、前記分析カラムにおいて分離された試料成分を検出するための検出器と、を備えたガスクロマトグラフ。

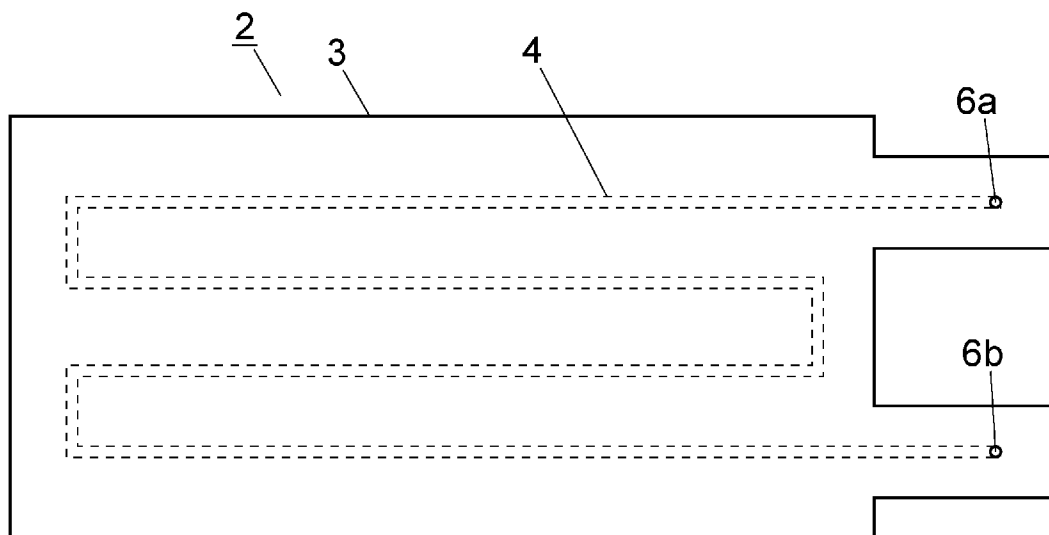
[図1]



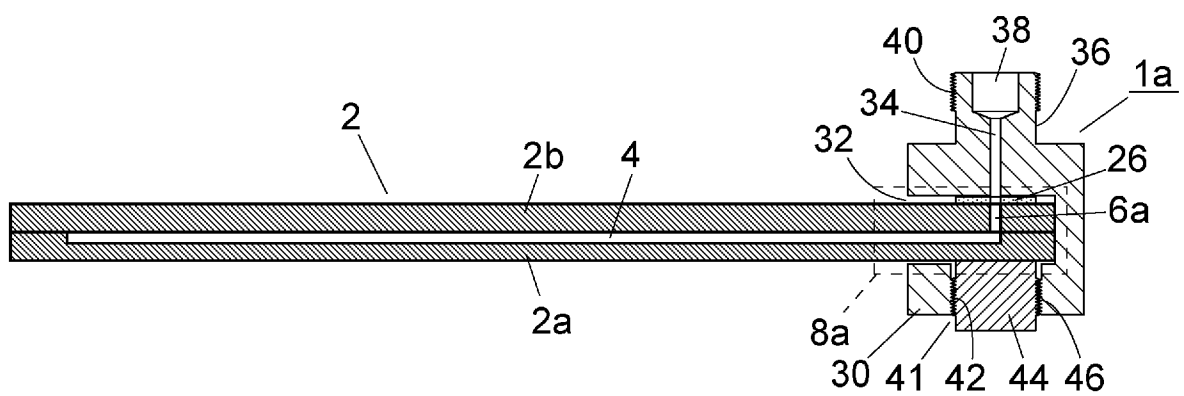
[図2]



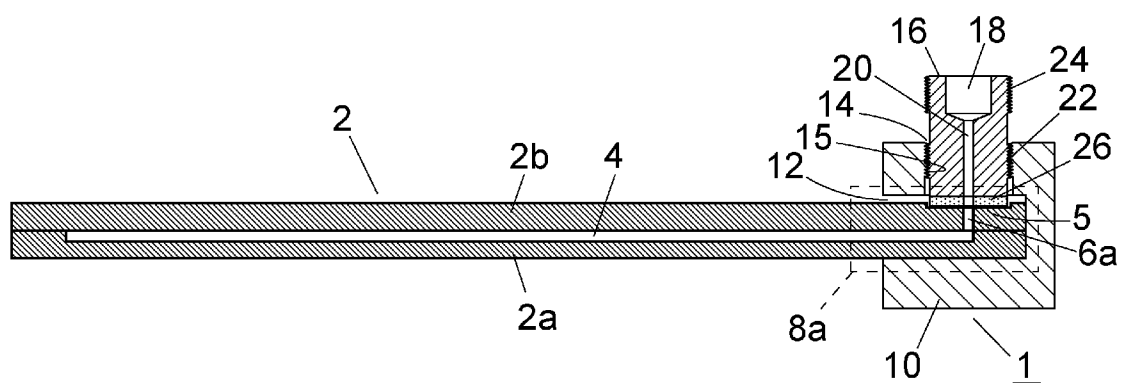
[図3]



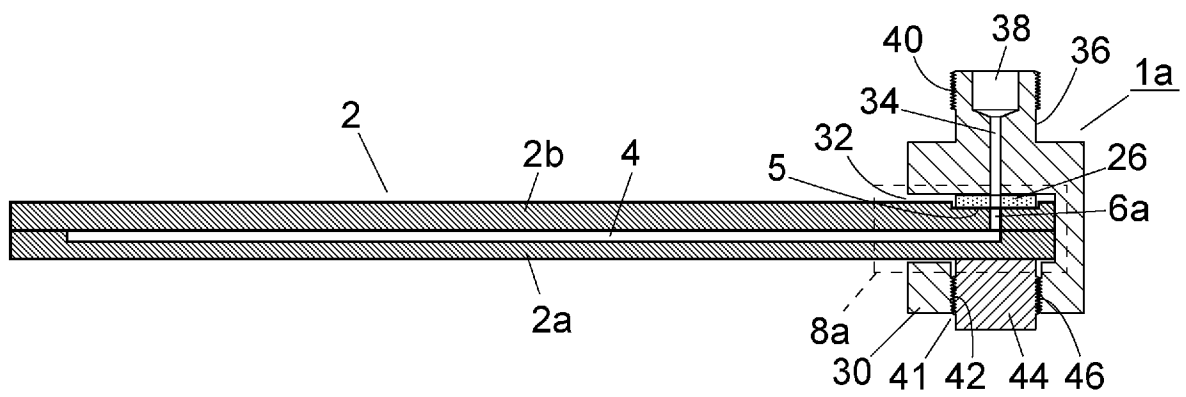
[図4]



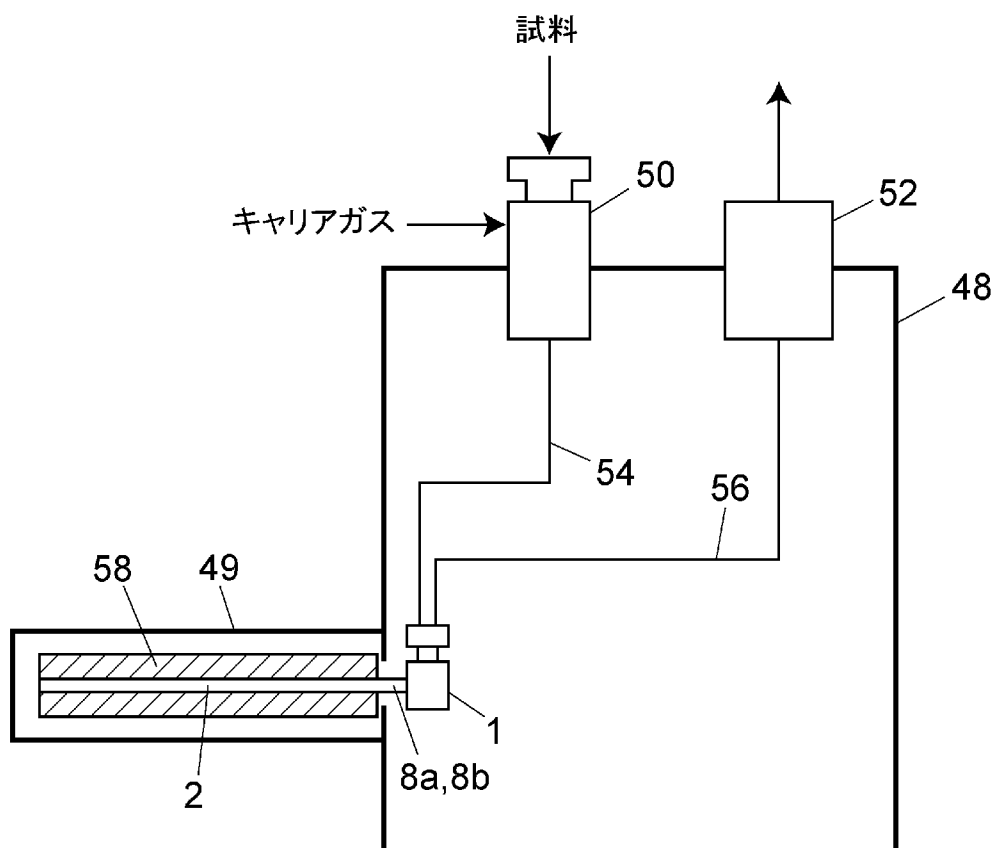
[図5]



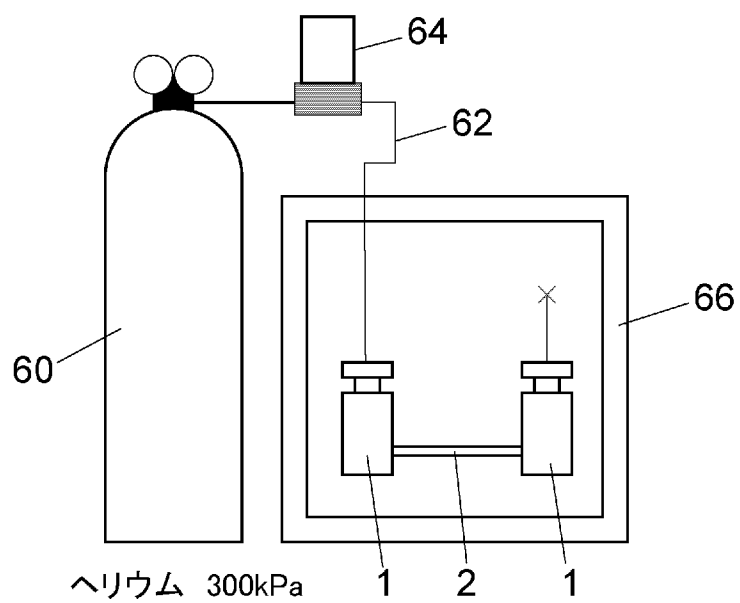
[図6]



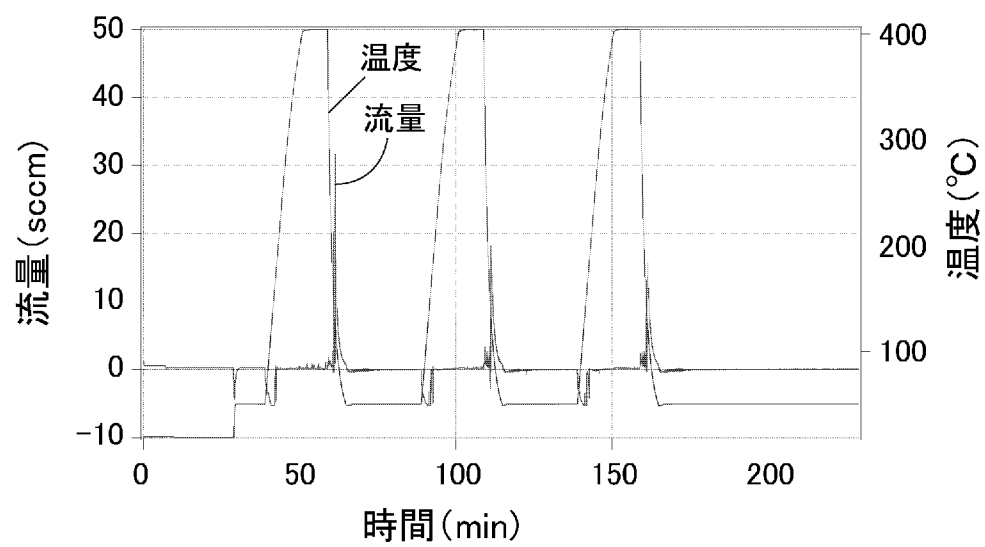
[図7]



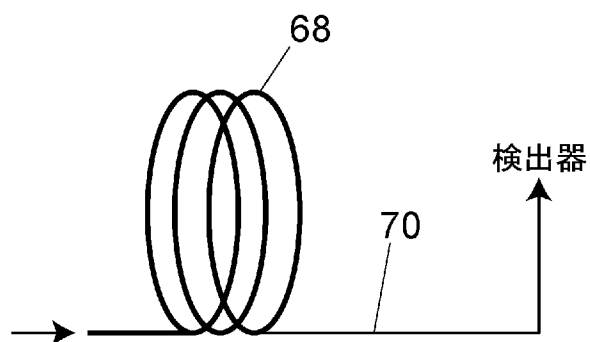
[図8A]



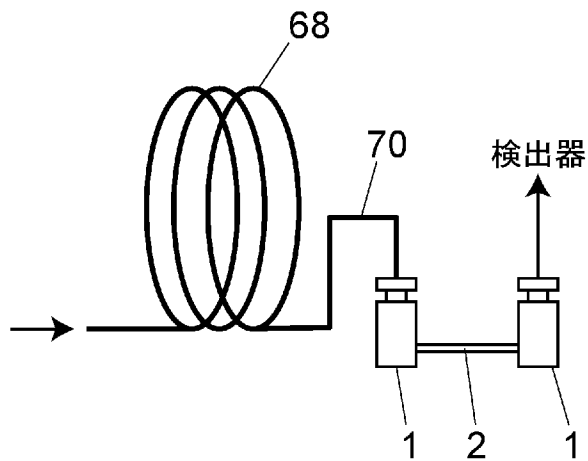
[図8B]



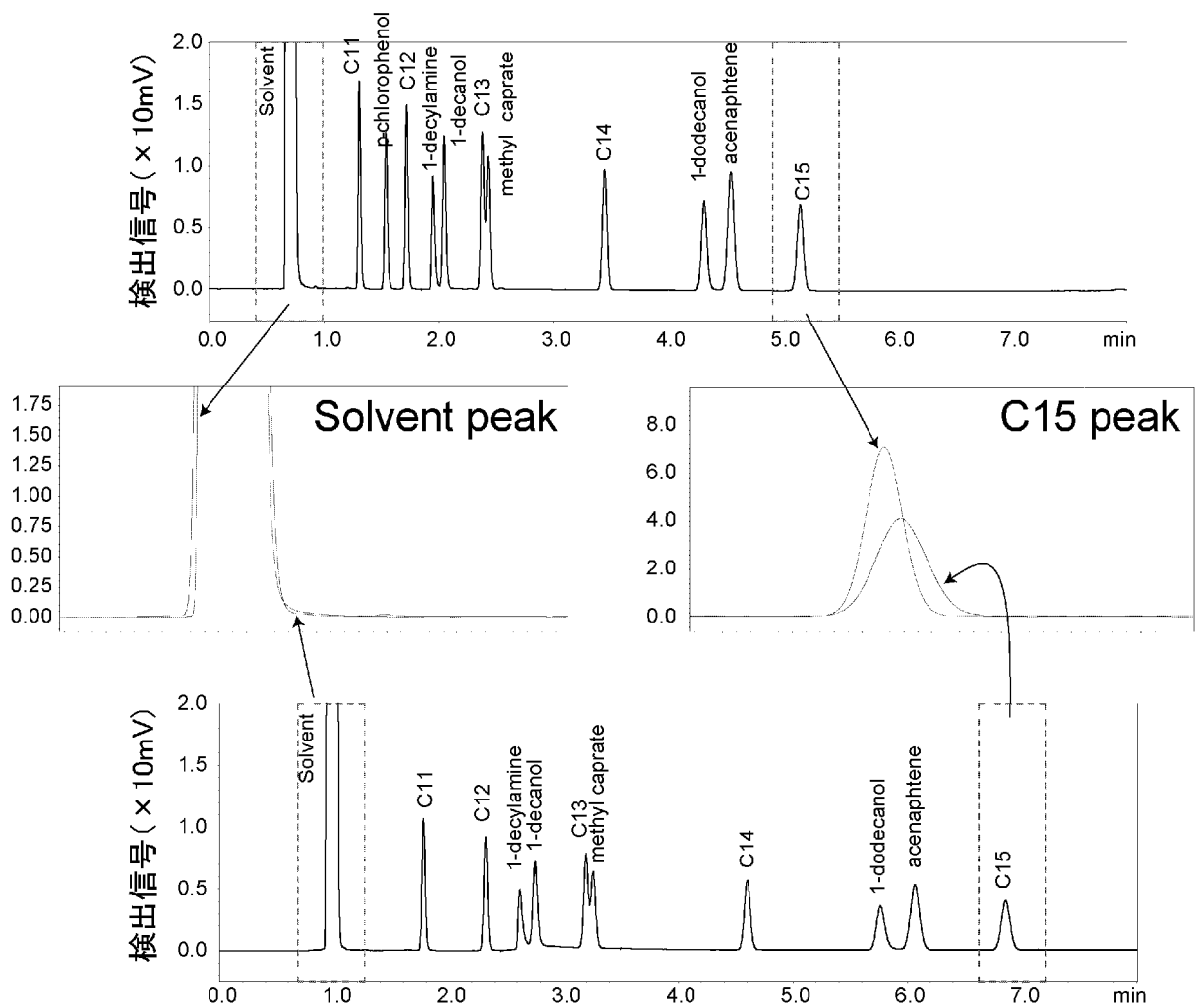
[図9A]



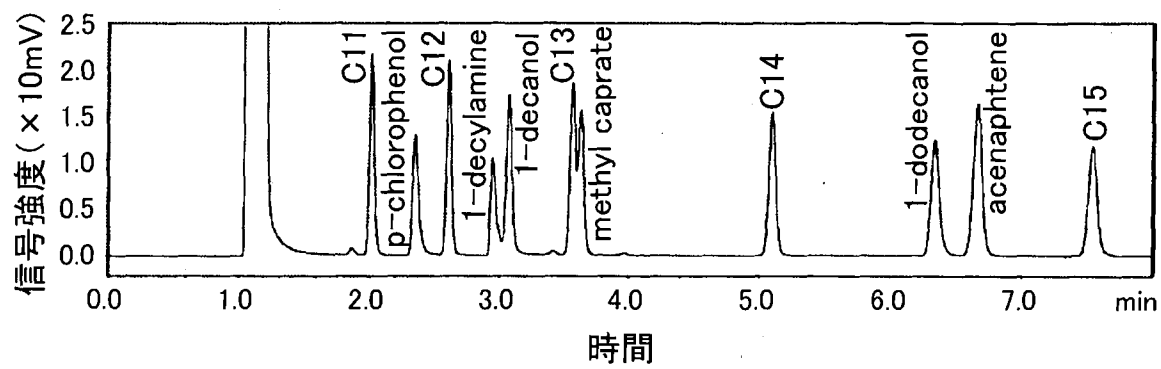
[図9B]



[図10]



[図11]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/077159

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G01N30/60(2006.01)i, G01N30/26(2006.01)i, G01N35/08(2006.01)i, G01N37/00(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G01N30/60, G01N30/26, G01N35/08, G01N37/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2013

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2013 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2013

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2011-089853 A (Tosoh Corp.), 06 May 2011 (06.05.2011), entire text; all drawings (Family: none)	1-8
A	JP 2005-043188 A (JASCO Corp.), 17 February 2005 (17.02.2005), entire text; all drawings (Family: none)	1-8
A	US 7273517 B1 (Sandia Corp.), 25 September 2007 (25.09.2007), entire text; all drawings (Family: none)	1-8

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* 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
08 January, 2013 (08.01.13)Date of mailing of the international search report
22 January, 2013 (22.01.13)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/077159

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2004/0079696 A1 (Juan J. Hernandez), 29 April 2004 (29.04.2004), entire text; all drawings (Family: none)	1-8
A	US 2003/0080562 A1 (Michael L. Bailey), 01 May 2003 (01.05.2003), entire text; all drawings (Family: none)	1-8

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. G01N30/60(2006.01)i, G01N30/26(2006.01)i, G01N35/08(2006.01)i, G01N37/00(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. G01N30/60, G01N30/26, G01N35/08, G01N37/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 3 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 3 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 3 年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

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	関連する 請求項の番号
A	JP 2011-089853 A (東ソー株式会社) 2011.05.06, 全文、全図 (ファミリーなし)	1-8
A	JP 2005-043188 A (日本分光株式会社) 2005.02.17, 全文、全図 (ファミリーなし)	1-8
A	US 7273517 B1 (Sandia Corporation) 2007.09.25, 全文、全図 (ファミリーなし)	1-8

☒ C 欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 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」国際出願日前の出願または特許であるが、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文献

国際調査を完了した日

0 8 . 0 1 . 2 0 1 3

国際調査報告の発送日

2 2 . 0 1 . 2 0 1 3

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)
郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

赤坂 祐樹

2 J

3 3 1 6

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 2 5 2

C (続き) . 関連すると認められる文献		
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	関連する 請求項の番号
A	US 2004/0079696 A1 (Juan J. Hernandez) 2004.04.29, 全文、全図 (ファミリーなし)	1-8
A	US 2003/0080562 A1 (Michael L. Bailey) 2003.05.01, 全文、全図 (ファミリーなし)	1-8