

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表2013-516632

(P2013-516632A)

(43) 公表日 平成25年5月13日 (2013.5.13)

(51) Int.Cl.
G 0 1 N 30/20 (2006.01)F I
G O 1 N 30/20

テーマコード (参考)

A

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 34 頁)

(21) 出願番号 特願2012-548219 (P2012-548219)
 (86) (22) 出願日 平成23年1月11日 (2011.1.11)
 (85) 翻訳文提出日 平成24年9月6日 (2012.9.6)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2011/020745
 (87) 国際公開番号 W02011/085341
 (87) 国際公開日 平成23年7月14日 (2011.7.14)
 (31) 優先権主張番号 61/293,879
 (32) 優先日 平成22年1月11日 (2010.1.11)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 509131764
 ウォーターズ・テクノロジーズ・コーポレイション
 アメリカ合衆国、マサチューセッツ・01757、ミルフオード、メープル・ストリート・34
 (74) 代理人 110001173
 特許業務法人川口国際特許事務所
 (72) 発明者 レメリン、マーク
 アメリカ合衆国、マサチューセッツ・01588、ホワイティンズビル、プロビデンス・ロード・796

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 固定シールと動的シール

(57) 【要約】

固定シールまたは動的シールを表面に形成するシール部材に用いる技法について述べられている。シール部材は、少なくともその表面が V e s p e l S C P 5 0 0 0 または V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の一方から形成されている。

100

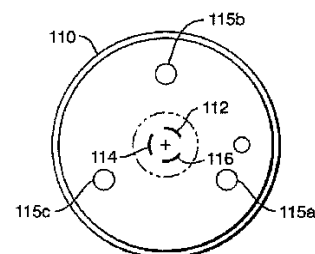


FIG. 1A

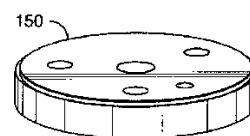


FIG. 1B

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

固定シールまたは動的シールを表面に形成するシール部材であって、少なくともその表面が V e s p e l S C P 5 0 0 0 または V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の一方から形成される、シール部材。

【請求項 2】

液体クロマトグラフィシステム内で固定シールまたは動的シールを形成する、請求項 1 に記載のシール部材。

【請求項 3】

弁内に含まれる、請求項 2 に記載のシール部材。

10

【請求項 4】

弁が注入弁である、請求項 3 に記載のシール部材。

【請求項 5】

ロータ要素である、請求項 2 に記載のシール部材。

【請求項 6】

ニードルシールである、請求項 2 に記載のシール部材。

【請求項 7】

ニードルシールが V e s p e l S C P 5 0 0 0 から形成された第 1 部位を含み、第 1 部位は通り穴を含み、通り穴の側壁が針先端と接触して動的シールを形成する表面を形成する、請求項 6 に記載のシール部材。

20

【請求項 8】

ニードルシールが第 1 部位を包み込む第 2 部位を含む、請求項 7 に記載のシール部材。

【請求項 9】

第 2 部位が、金またはステンレススチールを含む材料から形成される、請求項 8 に記載のシール部材。

【請求項 10】

通り穴が、針先端を有する針が中に挿入される通り穴の第 1 端部の開口部に対して内向きにテーパ状となる第 1 部位を含む、請求項 7 に記載のシール部材。

【請求項 11】

通り穴が、第 1 部位に近接した非テーパ状の第 2 部位を含む、請求項 10 に記載のシール部材。

30

【請求項 12】

通り穴が、通り穴の第 2 部位に隣接した別のテーパ状部位を含み、他のテーパ状部位は、第 1 端部に対向する通り穴の第 2 端部で円錐状部位を形成する、請求項 11 に記載のシール部位。

【請求項 13】

ニードルシールの第 1 部位が、上部位と t 字形状の輪郭を有する底部位とを含む、請求項 7 に記載のシール部材。

【請求項 14】

前記上部位が円筒形状を有し、前記底部位はニードルシールの第 2 部位の中に挿入される、請求項 13 に記載のシール部材。

40

【請求項 15】

ニードルシールの前記第 2 部位がステンレススチールから形成される、請求項 14 に記載のシール部材。

【請求項 16】

ニードルシールの前記第 2 部位が、ニードルシールの第 2 部位が第 1 部位よりも大きな機械的強度を有することを示す機械的特性を有する材料から形成される、請求項 14 に記載のシール部材。

【請求項 17】

シールを表面に形成するニードルシールであって、少なくとも表面は V e s p e l S

50

C P 5 0 0 0 または V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の一方を含む材料から形成される、ニードルシール。

【請求項 1 8】

形成されるシールが液体クロマトグラフィシステム内の動的シールである、請求項 1 7 に記載のニードルシール。

【請求項 1 9】

ニードルシールが、試料を液体クロマトグラフィシステムの中に注入するために使用される注入器内に含まれる、請求項 1 8 に記載のニードルシール。

【請求項 2 0】

V e s p e l S C P 5 0 0 0 で製作された、通り穴が中に通して形成された第 1 内側部位を備え、通り穴の内側表面は、通り穴の中に挿入された針先端と内側表面が接触するとき動的シールが形成される表面である、請求項 1 7 に記載のニードルシール。

10

【請求項 2 1】

第 1 内側部位を包み込む第 2 部位を備える、請求項 2 0 に記載のニードルシール。

【請求項 2 2】

第 2 部位が金またはステンレススチールの一方を備える、請求項 2 1 に記載のニードルシール。

【請求項 2 3】

t 字形状の輪郭を有し、V e s p e l S C P 5 0 0 0 で製作された、通り穴が中を通して形成された第 1 部位を備え、通り穴の内側表面は、通り穴の中に挿入された針先端と内側表面が接触するとき動的シールが形成される表面である、請求項 1 7 に記載のニードルシール。

20

【請求項 2 4】

第 1 部位が上部位と底部位を含む、請求項 2 3 に記載のニードルシール。

【請求項 2 5】

前記上部位が円筒形状を有し、前記底部位は第 2 部位の中に挿入される、請求項 2 4 に記載のニードルシール。

【請求項 2 6】

前記第 2 部位がステンレススチールから形成される、請求項 2 4 に記載のニードルシール。

30

【請求項 2 7】

前記第 2 部位が、第 2 部位が第 1 部位よりも大きな機械的強度を有することを示す機械的特性を有する材料から形成される、請求項 2 4 に記載のニードルシール。

【請求項 2 8】

シールを表面に形成し、少なくとも表面は V e s p e l S C P 5 0 0 0 または V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の一方を含む材料から形成される、ロータ要素。

【請求項 2 9】

ロータ要素が弁内に含まれる、請求項 1 8 に記載のロータ要素。

【請求項 3 0】

弁が注入弁である、請求項 2 9 に記載のロータ要素。

40

【請求項 3 1】

弁が液体クロマトグラフィを実施するシステム内に含まれる、請求項 2 9 に記載のロータ要素。

【請求項 3 2】

部品を製造する方法であって、

V e s p e l S C P 5 0 0 0 または V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の一方である材料の一部位を提供するステップと、

前記部品を作り出すために前記部位を処理するステップであって、前記部品はその表面に固定シールまたは動的シールを形成するのに使用されるステップと、を備える方法。

【請求項 3 3】

50

前記処理するステップが、前記部位を機械加工するステップと、前記部位を切り取るステップと、前記部位をプレス嵌めするステップとのうちの少なくとも1つを含む、請求項32に記載の方法。

【請求項34】

ロータを製作する方法であって、

ディスク形状を有する、Vespe l SCP 5000またはVespe l SCP 50094の一方である材料の一部位を提供するステップと、

部位の少なくとも第1表面に、少なくとも1つの溝がその上に形成されるようにパタン付けするステップとを備える、方法。

【請求項35】

前記材料で製作された円柱状ロッドから前記部位を切り取ることをさらに備える、請求項34に記載の方法。

【請求項36】

ニードルシールを製作する方法であって、

Vespe l SCP 5000またはVespe l SCP 50094の一方である材料の一部位を提供するステップと、

前記ニードルシールを作り出すために前記部位を処理するステップであって、前記部位の中を通して通り穴を形成することを含み、前記通り穴は、通り穴の第1内向きテーパ状部位の一方端部に開口部を有するステップと、を備える方法。

【請求項37】

前記処理するステップが、プレス嵌めすることとおよび機械加工することとのうちの少なくとも一方を含む、請求項36に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本願は、2010年1月11日出願された米国仮出願第61/293879号の優先権を主張する。これらの出願の内容の全体が参照により明確に本明細書に組み込まれる。

【0002】

本願は一般的にシールに関し、より詳しくは、固定シールおよび/または動的シールを形成する表面を有する構成要素に使用される材料に関する。

【背景技術】

【0003】

研究所または他の環境で試料が様々な異なった目的および用途で処理される場合がある。クロマトグラフィとは、試料混合物を分離する技法を意味する。一般的なクロマトグラフィの技法は、ガスクロマトグラフィ(GC)および液体クロマトグラフィ(LC)を含む。LCを実施する機器によって、分析されるべき液体試料の少量が分析のために取り込まれる。試料は、カラムを通して搬送される溶剤ストリームの中に注入される場合がある。すると試料内の化合物が、カラムを通して異なった速度で移動することによって分離されることが可能となり、その結果、カラムから異なった時間に異なった化合物が溶出する。高性能液体クロマトグラフィ(HPLC)および超高性能液体クロマトグラフィ(UPLC)に関連して、クロマトグラフィのカラムを通したシステム内の流体流れを促進するために、圧力が使用される。

【0004】

LCまたはGCを実施する機器は、様々な異なった材料を使用して製作されてもよい異なった構成要素を含む。LCシステムなどのシステムに関連して、様々な異なった構成要素が、圧力下で作動するシールを形成することができる。シールの形成に使用される表面を有するロータなどの構成要素または部品が交換される場合がある。これは例えば、過度の漏れがあって所望の圧力が十分に維持されることが可能でなくなるときに行われる。このような場合には、構成要素または部品は、その有用な耐用期間の終わりに到達したとして特徴付けられることができる。構成要素とシールが形成されるそれらの表面との形成に

10

20

30

40

50

使用される材料の選択は、ＬＣシステムまたは他のシステム内で構成要素が交換までに使用されることができる耐用期間または時間量に影響する場合がある。選択される材料は、システムの中での用途および使用法に依存して特定の特徴または特性を有する場合がある。

【先行技術文献】

【特許文献】

【０００５】

【特許文献１】国際公開第２００５／０７９５４３号

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

10

【０００６】

本発明の一態様によるのは、固定シールまたは動的シールを表面に形成するシール部材において、少なくともその表面が V e s p e l S C P 5 0 0 0 または V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の一方から形成されているシール部材である。シール部材は、液体クロマトグラフィシステム内で固定シールまたは動的シールを形成してもよい。シール部材は弁内に含まれてもよい。弁は注入弁であってもよい。シール部材はロータ要素であってもよい。シール部材はニードルシールであってもよい。ニードルシールは、V e s p e l S C P 5 0 0 0 から形成された第１部位を含んでもよく、第１部位は通り穴を含み、通り穴の側壁が、針先端と接触して動的シールを形成する表面を形成する。ニードルシールは第１部位を包み込む第２部位を含んでもよい。第２部位は金またはステンレススチールを含む材料から形成されてもよい。通り穴は、針先端を有する針が中に挿入される通り穴の第１端部の開口部に対して内向きにテーパ状となる第１部位を含んでもよい。通り穴は、ニードルシールの第１部位に隣接した非テーパ状の第２部位を含んでもよい。通り穴は、ニードルシールの第２部位に隣接した他のテーパ状部位を含んでもよい。ニードルシールの他のテーパ状部位は、第１端部に対向する通り穴の第２端部で円錐状部位を形成してもよい。ニードルシールの第１部位は、上部位とｔ字形状の輪郭を有する底部位とを含んでもよい。上部位は円筒形状を有してもよく、前記底部位はニードルシールの第２部位の中に挿入されてもよい。ニードルシールの第２部位はステンレススチールから形成されてもよい。ニードルシールの第２部位は、ニードルシールの第２部位が第１部位よりも大きな機械強度を有することを示す機械的特性を有する材料から形成されてもよい。

20

30

【０００７】

本発明の他の態様によるのは、シールを表面に形成するニードルシールにおいて、少なくとも表面は、V e s p e l S C P 5 0 0 0 または V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 を含む材料から形成されるニードルシールである。形成されるシールは液体クロマトグラフィシステム内の動的シールであってもよい。ニードルシールは、試料を液体クロマトグラフィシステムの中に注入するために使用される注入器内に含まれてもよい。ニードルシールは、V e s p e l S C P 5 0 0 0 で製作された、通り穴が中に通して形成された第１内側部位を含んでもよい。通り穴の内側表面は、通り穴の中に挿入された針先端と内側表面が接触すると動的シールが形成される表面であってもよい。ニードルシールは、第１内側部位を包み込む第２部位を含んでもよい。第２部位は、金またはステンレススチールの一方を備えてもよい。ニードルシールは、ｔ字形状の輪郭を有する第１部位を含んでもよく、V e s p e l S C P 5 0 0 0 で製作され、通り穴が中に通して形成されてもよい。通り穴の内側表面は、通り穴の中に挿入された針先端と内側表面が接触すると動的シールが形成される表面であってもよい。第１部位は、上部位と底部位を含んでもよい。上部位は円柱形状を有してもよく、底部位は第２部位の中に挿入されてもよい。第２部位はステンレススチールから形成されてもよい。第２部位は、第２部位が第１部位よりも大きな機械強度を有することを示す機械的特性を有する材料から形成されてもよい。

40

【０００８】

本発明の他の態様によるのは、シールを表面に形成する、少なくともその表面が、V e s p e l S C P 5 0 0 0 または V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の一方を含む材料

50

から形成されたロータ要素である。ロータ要素は弁内に含まれてもよい。弁は注入弁であってもよい。弁は、液体クロマトグラフィを実施するシステム内に含まれてもよい。

【0009】

本発明の他の態様によるのは、一部品を製作する方法であって、Vespele SCP 5000またはVespele SCP 50094の一方である材料の部位を提供するステップと、部品を作り出すために一部位を処理するステップとを備える方法である。部品はその表面で固定シールまたは動的シールを形成するのに使用される。処理は、前記部位を機械加工するステップと、前記部位を切断するステップと、前記部位をプレス嵌めするステップとのうちの少なくとも1つを含んでもよい。

【0010】

本発明の他の態様によるのは、ロータを製作する方法にあって、Vespele SCP 5000またはVespele SCP 50094の一方である材料の、ディスク形状を有する一部位を提供するステップと、一部位の少なくとも第1表面に、少なくとも1つの溝がその上に形成されるようにパタン付けするステップとを備える方法である。方法は、前記材料で製作された円柱状ロッドから一部位を切り取るステップも含んでもよい。

【0011】

本発明の他の態様によるのは、ニードルシールを製作する方法であって、Vespele SCP 5000またはVespele SCP 50094の一方である材料の一部位を提供するステップと、ニードルシールを製造するために一部位を処理するステップとを備える方法である。処理するステップは、一部位を通して通り穴を形成することを含み、通り穴は一方端部に通り穴の第1内向きテーパ状部位への開口部を有する。処理するステップは、プレス嵌めすることと機械加工することとの少なくとも一方を含んでもよい。

【0012】

本発明の例示的な実施形態についての以下の詳しい説明を、添付図面と併せて読めば、本発明の特徴および利点がより明らかになるう。

【図面の簡単な説明】

【0013】

【図1A】本明細書で述べられる技法によって製作されたロータの実施形態を例証する実施例を示す図である。

【図1B】本明細書で述べられる技法によって製作されたロータの実施形態を例証する実施例を示す図である。

【図2A】本明細書で述べられる技法による針の実施例を示す図である。

【図2B】本明細書で述べられる技法によるニードルシールの実施形態を示す図である。

【図2C】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図2D】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図2E】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図2F】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図2G】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図2H】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図2I】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図3A】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

10

20

30

40

50

【図 3 B】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図 3 C】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図 3 D】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図 3 E】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図 3 F】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

10

【図 3 G】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図 3 H】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図 3 I】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図 3 J】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図 3 K】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

20

【図 3 L】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図 3 M】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図 3 N】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図 3 O】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図 3 P】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

30

【図 3 Q】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図 3 R】本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の一態様を例証する実施例を示す図である。

【図 4】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 についての応力 - 歪み曲線のグラフである。

【図 5 A】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 の特性を示す図である。

【図 5 B】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 の特性を示す図である。

40

【図 5 C】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 の特性を示す図である。

【図 5 D】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 の特性を示す図である。

【図 5 E】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 の特性を示す図である。

【図 5 F】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 の特性を示す図である。

【図 5 G】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 の特性を示す図である。

50

- 【図 5 H】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 の特性を示す図である。
- 【図 5 I】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 の特性を示す図である。
- 【図 6 A】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 の特性を示す図である。
- 【図 6 B】本明細書の技法に関連した一実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 の特性を示す図である。
- 【図 6 C】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 の特性を示す図である。 10
- 【図 6 D】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 の特性を示す図である。
- 【図 6 E】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 の特性を示す図である。
- 【図 6 F】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 の特性を示す図である。
- 【図 6 G】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 の特性を示す図である。
- 【図 7 A】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の特性を示す図である。 20
- 【図 7 B】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の特性を示す図である。
- 【図 7 C】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の特性を示す図である。
- 【図 7 D】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の特性を示す図である。
- 【図 7 E】本明細書の技法に関連した一実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の特性を示す図である。
- 【図 7 F】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の特性を示す図である。 30
- 【図 7 G】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の特性を示す図である。
- 【図 7 H】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の特性を示す図である。
- 【図 7 I】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の特性を示す図である。
- 【図 8 A】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の特性を示す図である。
- 【図 8 B】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の特性を示す図である。 40
- 【図 8 C】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の特性を示す図である。
- 【図 8 D】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 および V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の特性を示す図である。
- 【図 8 E】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 および V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の特性を示す図である。
- 【図 8 F】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 および V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の特性を示す図である。
- 【図 9 A】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 試料を使用した化学的適合性試験の結果を示す実施例を示す図である。 50

【図 9 B】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 試料を使用した化学的適合性試験の結果を示す実施例を示す図である。

【図 9 C】本明細書の技法に関連した実施形態で使用される場合のある V e s p e l S C P 5 0 0 0 試料を使用した化学的適合性試験の結果を示す実施例を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0014】

以下のパラグラフで述べられるのは、液体クロマトグラフィ（LC）システムなどのシステムの構成要素を製作するのに使用される場合のある技法である。LCシステムは、例えば、マサチューセッツ州ミルフォードの Waters Corporation の A C Q U I T Y U P L C システム（R）およびナノ A C Q U I T Y U P L C （R）システムなどの、高性能液体クロマトグラフィ（HPLC）システムまたは超高性能液体クロマトグラフィ（UPLC）システムであってもよい。Waters Corporation の前述のものなどの LC システムは、5000PSI（一部の HPLC システムで一般的である）から 15000PSI（一部の UPLC システムで一般的である）の範囲などの高圧下で動作することができる。LC システムは、様々な異なった技法および材料を使用して製作された構成要素を含んでもよい。LC システムの一実施形態では、シールを形成するのに使用される 1 つまたは複数の構成要素が、DuPont（TM）によって販売される V e s p e l S C P 5 0 0 0 または S C P 5 0 0 9 4 で製作されてもよい。V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 は、非充填型熱硬化性ポリイミド重合体として特徴付けられることができる。V e s p e l S C P 5 0 0 0 はグラファイト充填材を含む熱硬化性ポリイミド重合体として特徴付けられることができる。前述の材料の追加の特性および特徴について、以下のパラグラフおよび図でより詳しく述べられる。

【0015】

当業者には言うまでもなく、特定の商品名によって本明細書で言及され、かつ／または特定の販売元または製造元によって提供される材料は、本明細書で述べられるものとは別の名前を使用して言及され、かつ／または別の販売元によって提供されてもよい。

【0016】

DuPont（TM）によって販売される V e s p e l S C P 5 0 0 0 または S C P 5 0 0 9 4 で製作された構成要素などの構成要素を使用して形成されたシールは、固定シールまたは動的シールであってもよい。動的シールとは、シールを形成する表面同士の間には相対的な動きが存在するシールであると定義されることができる。動的シールとは対照的であるのは、シールを形成する表面同士の間には相対的な動きがない固定シールである。本明細書で述べられるのは、動的シールなどのシールを形成するのに構成要素が使用される LC システム内に含まれてもよい構成要素の実施例である。しかし、当業者には言うまでもなく、本明細書で述べられる材料および技法の使用は、例証のためにここに提示されるそれらの特定の実施例に限定されない。

【0017】

LC システムは注入器を含んでもよく、注入器は制御された量の試料を手動または自動で流体ストリームの中に注入するために使用され、流体ストリームは試料を LC カラムに搬送し、そこで試料が分離されることができる。注入器は注入器弁を含んでもよく、注入器弁は、LC システム内の分析のための固定量の試料の取り込みを制御または調整することに関連して使用される。注入器弁は、ボタンが表面上に 1 つずつ形成された 1 つまたは複数の部品を含んでもよい。ボタンは、例えば 1 つまたは複数の溝を含んでもよい。溝が形成される表面は、試料を含んだ流体と接触することもできる。即ち、溝または他のボタン付き区域は、LC システム内で試料の流路の一部を形成することができる。

【0018】

以下のパラグラフで述べられるように、注入器弁アセンブリの 1 つまたは複数の部品は、本明細書で述べられる材料を使用して製作されてもよい。当業者には言うまでもなく、注入器弁アセンブリは、本明細書の技法を例証する目的でここに述べられるものとは別の部品を含んでもよく、追加の小部品を有してもよい。例えば、参照によって本明細書に組

10

20

30

40

50

み込まれる K e e n e らの国際公開第 2 0 0 5 / 0 7 9 5 4 3 号 (国際出願 / 米国特許出願第 2 0 0 5 / 0 0 5 7 1 4 号明細書) の P I N V A L V E A S S E M B L Y で述べられる注入器弁アセンブリが、一般的に当分野で知られている。L C システム内に使用されてもよい注入器弁などの弁はステータとロータを含んでもよく、それらは共に作用して弁のポートを接続または位置合わせする。ロータは、静止したままのステータに対するロータの位置を変化させるために、弁の軸に対して回転可能なやり方で作動されてもよい。ロータの第 1 表面はステータの表面に面してもよい。ロータは、以下のパラグラフで述べられるように、第 1 表面上に形成されるパタンを含んでもよい取り外し可能なディスクであってもよい。ロータは、大量の試料を充填することに関係するなどの弁アセンブリの作動を促進するために、エンジンまたはモータなどの他の構成要素に結合された駆動シャフトを含む弁アセンブリ内に含まれてもよい。

10

【 0 0 1 9 】

次に述べられるのは、パタンが表面上に形成されたロータである。ロータは V e s p e l S C P 5 0 0 0 または S C P 5 0 0 9 4 で製作されてもよく、L C システムの注入器弁内に含まれてもよい。

【 0 0 2 0 】

本明細書の図に関しては例示的な測定値が含まれることに留意されたい。以下の図で提示される測定値は、角度測定値などの他の指定がない限り、インチの概略値である。ここに指示される測定値は、例証を目的とした実施形態に含まれる場合のあるものの例にすぎず、本明細書の技法を限定するものとして見なされるべきではない。

20

【 0 0 2 1 】

図 1 A および図 1 B を参照すると、本明細書で述べられる技法によってパタン付けされてもよいロータの実施形態が図示されている。図 1 A および図 1 B のロータは、注入器弁アセンブリ内に含まれてもよい。図 1 A および図 1 B の実施例 1 0 0 内に明記された様々な図を有するロータは、その表面に溝 1 1 2、1 1 4、および 1 1 6 を含む。要素 1 1 0 は、ステータに面するロータの表面図を提示する。1 1 0 のロータは、3 つの溝 1 1 2、1 1 4、および 1 1 6 がステータに面する表面上に形成されたディスクとして図示されている。要素 1 1 5 a ~ 1 1 5 c は、ロータ内に形成されてもよい 3 つの通り穴である。通り穴 1 1 5 a ~ 1 1 5 c は、ロータを弁アセンブリ内に位置決めするために使用されてもよい。例えば、弁アセンブリ内に含まれ、ステータに面しないロータの表面と接触した別の部品 (図示されず) が、3 つの通り穴 1 1 5 a ~ 1 1 5 c それぞれに対応する位置を備えた 3 つの突起部を含んでもよい。

30

【 0 0 2 2 】

ロータの一実施形態では、ロータは約 0 . 7 0 6 + / - 0 . 0 0 3 インチの直径を有してもよい。各溝はほぼ同じ寸法および大きさを有してもよい。例えば、各溝は、幅が 0 . 0 0 8 + / - 0 . 0 0 1 インチであってもよく、0 . 0 4 マイクロリットルの容積を保持してもよい。溝 1 1 2、1 1 4、および 1 1 6 はそれぞれロータの中心から同じ間隔 R を置いて位置付けられ、半径 R を有する円の同じ円周の一部に沿って延在するように形状化される。この実施例では、上述の円は 0 . 1 0 0 インチという例示的な直径を有する。各溝は、6 0 度の角度に関連付けられる円周の一部のまわりに延在するのに十分な長さを有する。各溝は、円周に沿って他の溝から等間隔となるように位置決めされる。要素 1 5 0 は、注入器弁内に含まれる場合のあるような外側金属リング内に含まれるディスクとしての、ロータの異なる図を示す。3 つの溝 1 1 2、1 1 4、および 1 1 6、ならびに通り穴 1 1 5 a ~ 1 1 5 c は、例えばドリルまたは他の適切な工具を使用して機械加工するなど、当分野で知られている任意の 1 つまたは複数の適切な技法を使用して形成されてもよい。

40

【 0 0 2 3 】

図 1 A および図 1 B のロータを備えた注入弁アセンブリ内にステータ (図示されず) が含まれてもよい。当分野で知られているように、また以下により詳しく述べられるように、ステータは、ロータの表面に接触しない第 1 表面と、図 1 A および図 1 B の実施例 1 0

50

0 内で示されるような溝が形成されたロータの表面と接触する対向する第 2 表面とを有してもよい。前述のステータの第 1 表面は、ステータを通る対応するポート穴を有する、開口部を第 2 表上に備えた 6 つのポートなどの、いくつかのポートを含んでもよい。ロータに面するステータの第 2 表面上に形成されたポート穴の開口部は、図 1 A のロータ 1 1 0 内の 3 つの溝 1 1 2、1 1 4、および 1 1 6 と中心から同じ間隔に位置付けられる。上述のことによって、ステータの第 2 表面（ロータと接触する）上のポート穴の開口部がロータの溝 1 1 2、1 1 4、および 1 1 6 と位置合わせされた状態になる。

【0024】

ロータは、この例示的な弁アセンブリでは 3 つの溝が形成されたディスクであるが、本明細書で述べられる技法を使用して形成されるロータには、任意の数、形状、および寸法の溝が形成されてもよい。例えば、本明細書で述べられる技法によって製作されるロータの第 2 実施形態では、ロータは 3 つの溝を含んでもよく、溝 1 1 4 と 1 1 6 は同じ寸法であってもよく、上述の大きさを有してもよい。第 3 溝 1 1 2 は溝 1 1 4、1 1 6 よりも長い長さを有してもよい。溝 1 1 2 は、60 度の角度ではなく、74 度の角度に関連付けられた上述の円周の一部のまわりに延在するのに十分な長さを有してもよい。

【0025】

Vespe1 SCP 5000 から形成されるロータの実施形態は、例えば Vespe1 SCP 5000 の円柱状ロッドから 0.141 インチなどの所望の厚みのディスク部位を切り取ることによって製作されてもよい。ディスク部位は、当業者に知られている任意の適切な技法を使用して所望の仕様に従ってさらに形状化されてもよい。例えば、溝、通り穴などが、機械加工または当分野で知られている他の適切な技法を使用して製作されてもよい。他の実施例として、参照によって本明細書に組み込まれる、代理人整理番号 WCS - 004 PR / W - 541 の 2008 年 10 月 28 日に出願された米国仮特許出願第 61 / 108,965 号明細書の TECHNIQUES FOR PATTERNING VALVE COMPONENTS で述べられるように、本明細書で述べられるロータの表面上などの溝またはパターンは、圧力を掛けることのみ、または熱と組み合わせた型押し技法を使用して形成されてもよい。さらに、ロータの任意の部位が任意選択で、知られている被覆および適正な技法を使用して必要に応じて被覆されてもよい。Vespe1 SCP 50094 から形成されるロータの実施形態も、上述の方法と類似の方法で製作されてもよい。

【0026】

上述のような実施形態のロータがその中心軸のまわりで回転式に作動する。この作動によって、ステータに面したロータの表面上に位置付けられた溝が動いて、ステータの様々なポートへの様々な流体接続をもたらす。そこで溝は 2 つのポートの間にチャネルを形成し、そこに流体が流れる。さらに、試料ループに出入りする注入試料の流路を形成することに関連して、第 1 表面（ロータに面さない）内でステータのポートに管が接続されてもよい。試料は、ポンプなどを使用して圧力を掛けることによって試料ループから押し出されることができる。弁の構成および使用法に依存して、任意のポートが、LC システム内の流体に対する入口ポートまたは出口ポートとなってもよい。LC システムの注入器弁では、様々な量の試料を充填し、次いで LC システムの中に注入するために、ロータは固定ステータに対して様々な位置へと作動されてもよい。LC システム内の注入器に関連した本明細書に述べられるロータおよび関連付けられる弁は、固定ループ注入器または他のタイプの注入器で使用されてもよいことに留意されたい。本明細書で述べられるロータおよび材料は、注入器に関連して使用されるものとは別の弁に関連して使用されてもよい。

【0027】

上述のものは、試料が試料ループの中に移送され、試料ループがシステムの流路の一部になる LC システム内に含まれてもよい、固定ループ注入器としても知られるタイプの注入器の実施例である。例えば、Walters Corporation の ACQUITY UPLC (R) システムは固定ループ注入器を使用する。当分野で知られている他のタイプの注入器が、試料が針の中に吸引されてもよく、針がシステムの流路の一部になる

直接注入器として特徴付けられることができる。直接注入器では、LCシステムの中への試料の取り込みに関連して試料ループが利用されることはない。例えば、Walters CorporationによるAlliance HPLC(R)システムは、直接注入を使用する。

【0028】

次に述べられるのは、直接注入器で使用される、ニードルシールであるシール部材の例示的な実施形態である。このような実施形態では、ニードルシールは、Vespel SCP 5000またはSCP 50094の材料などの本明細書で述べられる材料の1つを使用して形成されてもよい。シール部材という用語は、一般的に、固定シールまたは動的シールを形成するのに使用される本明細書で述べられるニードルシールまたはロータなどの部品を指して用いられてもよいことに留意されたい。

10

【0029】

図2Aおよび図2Bを参照すると、本明細書の技法によるLCシステム内の直接注入で使用されるニードルシールと、針と、注入ポートの構成要素との実施例が示されている。実施例180は、ニードルシール184を含む注入ポート181の構成要素を図示する。本明細書の技法および材料によるニードルシールの例示的な実施形態について、以下のパラグラフでより詳しく述べられる。ニードルシール184は、試料をLCシステムの中に取り込む直接注入技法の動作中に動的シールを形成するものとして特徴付けられることができる。直接注入を実施することに関連して、試料が、196によって図示されるような針の中に吸引されてもよい。次いで最初の時点で、針は十分な下向きの力によって垂直方向に開口部182の中へ、通路183の中へ、ニードルシール184内の開口部184aの中へと挿入される。針先端は、ニードルシール184内の開口部184aの中の側壁と接触してシールを形成する。要素190は、181内に含まれるニードルシールの一部分の拡大図である。190にさらに詳しく図示されるように、開口部184aはニードルシールを通る通り穴を形成する。184aの内側壁はテーパ状にされ、一点へと狭窄されて、針先端が184aの中に挿入されると184aの内側壁が狭まるにつれてそれと接触するようになる。シールが形成されるのは、針先端と内側壁の間の前述の接触点においてである。針が挿入される間の最初の時点で、ニードルシールに対する加圧はない。針がニードルシール184の中に一度挿入され、針先端と開口部184aの中のニードルシール側壁表面との間の接触点に適正な量の力が存在すると、流体流れがオンにされ、システムの加圧をもたらす。針先端と184aの内側壁の間の接触点にシールが形成される。すると針を通る流体流れが停止され、ニードルシールおよびシステムはなお加圧された状態となる。次いで第2の時点で、針は上向き垂直方向に183に沿ってニードルシール184から引き出されて、圧力降下を引き起こす。

20

30

【0030】

参照によって本明細書に組み込まれる、代理人整理番号W-539/WCS-010PRの2010年1月11日に出願された米国仮特許出願第61/203,902号明細書のINJECTION PORT NEEDLE SUPPORT AND WASHING(「NEEDLE SUPPORT AND WASHINGの特許出願」)などでより詳しく述べられるように、187によって示される材料と、その中に形成される通路183と、任意選択のポート186a、186bと、それらの183への接続部186c、186dは針支持構造体を備えることができる。通路183は、例えば、針196を使用するために0.062+/-0.003インチの範囲内の直径を有してもよい。針支持構造体は、一実施形態で使用される場合のある所望の針の直径および/または長さを収容するために他の適切な大きさを有してもよいことに留意されたい。

40

【0031】

一実施形態では、針先端が、第1点196aで0.040+/-0.001インチの外径(OD)を有するようにテーパ状の先端を有する針196が使用されてもよい。針は、例えばステンレススチールであってもよい。針先端は第1点196aから第2点196bへテーパ状にされ、狭窄されてもよく、そこで針先端の外側表面がニードルシールの内側

50

壁と接触する。一実施形態では、第2点のODは0.013+/-0.001インチであってもよい。針先端は196で図示されるように13度の角度でテーバ状にされてもよい。要素190は、上述の針196で使用されることができるニードルシール184の一実施形態のいくつかの例示的な測定値を示す。ニードルシールの開口部184aは、図示されるように20度の角度に従って点190aへテーバ状にすることによって狭窄されてもよい。点190aから点190bへ、開口部184aは0.007インチという比較的均一または一定の直径を有してもよい。開口部184aは、針が第1表面または上表面で進入するように、ニードルシール184を通る通り穴を形成してもよい。点190bは上述の上表面に対向するニードルシールの底表面にあってもよい。

【0032】

さらに図示されているのはポート186aおよび186bであり、それらを通して様々な溶剤または他の流体が181を流入出することができる。要素185は、ポートと、関連付けられる導管または配管とであってもよく、試料がそれを通して上述のように一度注入されたところから流れ出す。要素185は直接または間接的にLCカラムに接続されてもよい。ニードルシールと挿入された針とに関連して掛けられ、使用される力の量は、当分野で知られている多様な技法のいずれかを使用して決定されてもよい。例えば、本明細書で述べられる直接注入に関連した動的シールを形成するニードルシールの実施形態は、例えば、参照によって本明細書に組み込まれる代理人整理番号WCS-009PR/W-540の2010年1月11日に出願された米国仮特許出願第61/293,889号明細書のNEEDLE SEAL FORCE SENSOR(「NEEDLE SEAL FORCE SENSORの特許出願」)で述べられる技法によって使用されてもよい。図2Bで示される一部の構成要素、パネ188aおよび荷重セル188bなどは、任意選択でNEEDLE SEAL FORCE SENSORの特許出願で述べられる力センサを使用する実施形態に含まれてもよい。

【0033】

図2C~図2Iを参照すると、本明細書で述べられる技法によって製作されてもよいニードルシールの第1実施形態の実施例が示されている。実施例200は、第1内側部位またはコア224と第2外側部位またはコア222とを有するニードルシール220を図示する。第1内側部位224内に形成されているのは、開口部226(図2Aおよび図2B内では184aと付されている)であり、この中に針が直接試料注入のために挿入される。この実施形態では、内側部位224はVespe1SCP5000で製作されてもよい。内側部位224は第2外側部位222で包み込まれてもよい。第2外側部位222は、例えば18K金または12K金あるいはステンレススチールで製作されてもよい。要素210は、ニードルシール220を上から見た図である。210のニードルシールの上部の直径は0.215インチであってもよい。

【0034】

要素230は、210の線A-Aに沿ったニードルシールの側面図である。実施例230では、ニードルシールの外側円筒壁の長さ230aは、0.235+/-0.003インチであってもよい。上述のように、開口部232は、第1部位230cと第2部位230bを有するニードルシールを通る通り穴を形成してもよい。部位230bは非テーバ状であってもよく、0.093インチの長さを有してもよい。開口部234は、0.007+0.001/-0.002インチの直径を有してもよい。230の様々な態様の追加の詳細部が、後続図に、詳細部Bの236、詳細部Cの238、詳細部Fの240、および詳細部Gの242と示されて提示されている。図2Fの要素236は追加の詳細部Bを示し、角表面が、ここに示される45度の角度で形成されて、表面2Fで長さが0.005+/-0.002インチとなってもよい。

【0035】

図2G~図2Iを参照すると、図2C~2Fに示された本明細書で述べられる技法によるニードルシールの実施形態の様々な態様の追加の詳細部が示されている。要素238は、試料のLCシステムの中への取り込みに関連して針が挿入されるニードルシールの開口

10

20

30

40

50

部および通り穴の追加の詳細部 C を提示する。部位 2 5 2 は、均一な直径を有する第 1 部位 2 5 2 a と狭窄されたテーパ状部位である第 2 部位 2 5 2 b とを含む。第 1 部位 2 5 2 a は 0 . 0 6 5 インチの長さを有してもよく、第 2 部位 2 5 2 b は 0 . 0 7 7 インチの長さを有してもよい。針が最初に挿入されるニードルシールの表面の開口部 2 3 2 は、0 . 0 4 1 0 + 0 . 0 0 0 5 / - 0 . 0 0 1 0 インチの直径を有してもよい。第 2 のテーパ状部位は、図示されるように 2 5 度の角度を有する円錐状セクションを形成してもよい。要素 2 4 0 は追加の詳細部 F を提示し、ここに示される 4 5 度の角度で形成された角表面の長さが表面 2 H で測定して 0 . 0 1 3 + 0 . 0 1 0 / - 0 . 0 0 5 インチであってもよいことを示す。要素 2 4 2 は追加の詳細部 G を提示し、シールの底表面の通り穴が図示されるように 8 2 度の角度で外向きにテーパ状となってもよいことを示す。底表面の点 2 4 2 b で測定して、通り穴は 0 . 0 1 5 + / - 0 . 0 0 3 インチの直径を有してもよい。2 4 2 では、通り穴は点 2 4 2 a で上述のように 0 . 0 0 7 インチなどの第一直径を有する。第一直径は、表面の点 2 4 2 b で測定して 0 . 0 1 5 + / - 0 . 0 0 3 インチの第二直径に対して増大してゆき、それによって開口部に外向きテーパ状または円錐状のセクションを形成する。

10

【 0 0 3 6 】

図 2 C ~ 図 2 I に関連して図示されたニードルシールの実施形態は、V e s p e l S C P 5 0 0 0 の内側部位またはコア (図 2 E の 2 2 4 など) を形成することによって形成されてもよい。ロータと共に上述された一実施形態では、V e s p e l S C P 5 0 0 0 の材料は円柱状ロッドから得られてもよく、そこからディスク部位が所望の厚みに切り取られることができる。次いでディスク部位はさらに機械加工されて、針が中に挿入される開口部を備えた通り穴を含む所望の形状および大きさを得ることができる。金またはステンレススチールから製作されてもよいなどの外側部位またはコア (図 2 E の 2 2 2 など) は、所望の形状および大きさに形成されてもよく、V e s p e l S C P 5 0 0 0 の内側部位またはコアの挿入を収容するように適正な寸法の通り穴を含んでもよい。V e s p e l S C P 5 0 0 0 の内側部位またはコアは、内側部位が、外側部位の中への挿入によってプレス嵌めされることができるように変形可能である。

20

【 0 0 3 7 】

図 3 A ~ 3 G を参照すると、本明細書で述べられる技法によって製作されてもよいニードルシールの第 2 実施形態の実施例が示されている。実施例 3 0 0 は、部位またはコア 3 2 2 を有するニードルシール 3 2 0 を図示する。部位 3 2 2 内に形成されるのは、直接試料注入のために針が中に挿入される開口部 3 2 6 (図 2 A および図 2 B では 1 8 4 a と付されている) である。この実施例では、部位 3 2 2 は V e s p e l S C P 5 0 0 0 で製作されてもよい。要素 3 1 0 はニードルシール 2 2 0 を上から見た図である。3 1 0 のニードルシールの上部の直径は、0 . 2 1 5 + 0 . 0 0 0 5 / - 0 . 0 0 1 0 インチであってもよい。

30

【 0 0 3 8 】

要素 3 3 0 は 3 1 0 の線 A - A に沿ったニードルシールの側面図である。実施例 3 3 0 では、ニードルシールの外側円筒壁の長さ 3 3 0 a は 0 . 2 3 5 + / 0 . 0 0 0 3 インチであってもよい。上述のように、開口部 3 3 2 は、ニードルシールを通るように、第 1 部位 3 3 0 c と第 2 部位 3 3 0 b を有する通り穴を形成してもよい。部位 3 3 0 b は非テーパ状であってもよく、0 . 9 3 インチの長さを有してもよい。開口部 3 3 4 は 0 . 0 0 7 + 0 . 0 0 1 / - 0 0 2 インチの直径を有してもよい。3 3 0 の様々な態様の追加の詳細部が、後続図に、詳細部 B の 3 3 6、詳細部 C の 3 3 8、詳細部 D の 3 4 0、および詳細部 E の 2 4 2 と示されて提示されている。図 3 D の要素 3 3 8 は追加の詳細部 C を示し、ここに示される 4 5 度の角度で形成された角表面 3 D は 0 . 0 0 5 + / - 0 . 0 0 2 インチであってもよいことを示す。

40

【 0 0 3 9 】

図 3 E ~ 図 3 G を参照すると、図 3 A ~ 図 3 D に図示される本明細書の技法によるニードルシールの実施形態の様々な態様の追加の詳細部が示されている。要素 3 3 6 は、L C

50

システムの中への試料の取り込みに関連して針が挿入されるニードルシールの開口部および通り穴の追加の詳細部 D を提示する。部位 3 5 2 は、均一な直径を有する第 1 部位 3 5 2 a と狭窄テーパ状部位である第 2 部位 3 5 2 b とを含む。第 1 部位 3 5 2 a は 0 . 0 6 5 インチの長さを有してもよく、第 2 部位 3 5 2 b は 0 . 0 7 7 インチの長さを有してもよい。針が最初に挿入されるニードルシールの表面の開口部 3 3 2 は、0 . 0 4 1 0 + / - 0 . 0 0 1 0 インチを有してもよい。第 2 テーパ状部位は図示されるように 2 5 度の角度を形成してもよい。要素 3 4 2 は追加の詳細部 E を提示し、ここに示される 4 5 度の角度で形成される角表面 3 F が 0 . 0 1 3 + 0 . 0 1 0 / - 0 . 0 0 5 インチでもよいことを示す。要素 3 4 0 は追加の詳細部 D を提示し、シールの底表面の通り穴が図示されるように 9 0 度の角度で外向きにテーパ状となってもよいことを示す。点 3 4 2 b の底表面で測定されるように、通り穴は 0 . 0 1 5 + / - 0 . 0 0 3 インチの直径を有してもよい。3 4 0 では、通り穴は上述のように 0 . 0 0 7 インチなどの第 1 直径を点 3 4 2 a で有し、第 1 直径は、点 3 4 2 b の表面で測定して 0 . 0 1 5 + / - 0 . 0 0 3 インチの第 2 直径に対して増大してゆき、それによって外向きにテーパ状または円錐状の開口部を形成する。

10

20

30

40

50

【 0 0 4 0 】

図 3 A ~ 図 3 G に関連して図示されるニードルシールの実施形態は、V e s p e l S C P 5 0 0 0 の部位またはコア (図 3 C の 3 2 2 など) を形成することによって製作されてもよい。ロータと共に上述された一実施形態では、V e s p e l S C P 5 0 0 0 の材料は、ディスク部位が所望の厚みで切り取られることができる円柱状ロッドから得られてもよい。次いでディスク部位はさらに機械加工されて、針が中に挿入される開口部を備えた通り穴を含む所望の形状および大きさを得ることができる。図 3 A ~ 図 3 G のこの第 2 実施形態では、ニードルシール全体が V e s p e l S C P 5 0 0 0 から形成されてもよい。図 3 A ~ 図 3 G の上述の実施形態は、ニードルシールの第 1 実施形態 (図 2 C ~ 図 2 I) とは対照的である。第 1 実施形態 (図 2 C ~ 図 2 I) では、V e s p e l S C P 5 0 0 0 が内側部位を形成し、これが、金またはステンレスで製作されるなどの外側部位内に包み込まれる。

【 0 0 4 1 】

図 3 H ~ 図 3 R を参照すると、本明細書で述べられる技法によって製作されてもよいニードルシールの第 3 実施形態の実施例が示されている。実施例 1 0 0 0 は、第 1 部品 1 0 0 2 と第 2 部品 1 0 0 4 を有するニードルシール 1 0 0 1 を図示する。第 2 部品 1 0 0 4 内に形成されるのは、直接試料注入のために針が中に挿入される開口部 1 0 0 6 である。この実施形態では、第 2 部品 1 0 0 4 は V e s p e l S C P 5 0 0 0 で製作されてもよい。第 1 部品 1 0 0 2 は、例えばタイプ 3 1 6 ステンレススチールなどのステンレススチールで製作されてもよい。第 1 部品 1 0 0 2 はむしろ一般的に、第 2 部品 1 0 0 4 を備える材料よりも機械的強度が高いと特徴付けられることができる 1 つまたは複数の他の材料で製作されてもよい。例えば、第 1 部品 1 0 0 2 は、第 1 材料 (およびその結果もたらされる第 1 部品 1 0 0 2) が第 2 部品 1 0 0 4 よりも大きな強度を有することを示す 1 つまたは複数の機械的特性を有する第 1 材料で製作されてもよい。

【 0 0 4 2 】

第 2 部品 1 0 0 4 は、1 0 0 1 の図で見られる上部位 1 0 2 2 a と、1 0 0 1 の組み合わせられた図では見られない底部位 1 0 2 2 b (点線によって示される) とを含んでもよい。上部位 1 0 2 2 a は 1 0 0 1 の図では円形またはディスク形状を有する。点線は、底部位 1 0 2 2 b によって形成される外形線を図示する。底部位 1 0 2 2 b は第 1 部品 1 0 0 2 の側壁の中に包み込まれる。第 1 部品 1 0 0 2 は、ニードルシールが組み合わせられるときに底部位 1 0 2 2 b が中に挿入される穴または開口部 (図示されず) を有する。

【 0 0 4 3 】

1 0 2 2 によって示されるように、第 2 部品 1 0 0 4 は、側方から見ると T 字形状の輪郭を有してもよく、0 . 2 3 5 インチの長さ L 1 を有してもよい。底部位 1 0 2 2 b の直径 D 1 は、0 . 1 0 0 5 インチから 0 . 1 0 1 0 インチまでの端値を含む範囲内の寸法を

有してもよい。上部位 1 0 2 2 a の長さまたは厚み L 2 は 0 . 0 5 5 インチであってもよい。要素 1 0 1 0 は、上から見た 1 0 0 1 のニードルシールを示す図であり、上部位 1 0 2 2 a の直径は、0 . 2 2 5 から 0 . 2 2 6 インチまでの端値を含む範囲内であってもよい。

【 0 0 4 4 】

要素 1 0 2 1 は、1 0 1 0 の線 H - H に沿ったニードルシールの側面図であり、1 0 0 1 の組み合わせられたニードルシール内で底部位 1 0 2 2 b が中に挿入される第 1 部品 1 0 0 2 に関する追加の詳細部を提示する。第 1 部品 1 0 0 2 の形状は、円筒状であってもよく、底部位 1 0 2 2 b が中に挿入される穴または開口部 1 0 2 1 a が通るように形成される側壁 1 0 0 2 a を有する。穴 1 0 2 1 a は 0 . 1 0 0 0 インチから 0 . 1 0 0 4 インチまでの端値を含む範囲内の直径を有してもよい。第 1 部品 1 0 0 2 の側壁 1 0 0 2 a は 0 . 1 8 0 インチの長さ L 3 を有してもよい。図 3 L の要素 1 0 2 0 は追加の詳細部 J を図示し、角表面 3 L がここに示される 4 5 度の角度で形成されて、表面の長さが 0 . 0 1 0 + / - 0 . 0 0 5 インチとなってもよいことを示す。

【 0 0 4 5 】

図 3 M ~ 図 3 O を参照すると、本明細書の技法によるニードルシールの第 3 実施形態の様々な態様の追加の詳細図が示されている。要素 1 1 1 0 は、1 0 1 0 の線 A - A に沿ったニードルシールの側面図である。実施例 1 1 1 0 では、ニードルシールの外側円筒状壁の長さ 1 1 1 6 は (1 0 0 1 内に示されるように組み合わせられると) 0 . 2 3 5 + / - 0 . 0 0 3 インチであってもよい。第 2 部品 1 0 0 4 には、開口部 1 0 0 6 と 1 1 1 2 を両端部に備えた穴または通路 1 1 2 0 がそれを通して形成されている。第 2 部品 1 0 0 4 内の穴 1 1 2 0 は、第 1 部位 1 1 1 9 (内向きに狭窄され、またはテーパ状である) と第 2 部位 1 1 1 8 とを有するように形成されてもよい。部位 1 1 1 8 は 0 . 1 5 6 インチの長さを有してもよい。開口部 1 1 2 2 は 0 . 0 0 7 + 0 . 0 0 1 / - 0 0 2 インチの直径を有してもよい。第 1 部品の底部 (開口部 1 1 2 2 を有する端部) の直径 1 1 1 4 は、0 . 2 1 5 から 0 . 2 1 6 インチまでの端値を含む範囲内であってもよい。1 1 1 0 の様々な態様の追加の詳細部が後続図に、詳細部 B の 1 1 0 4 、詳細部 C の 1 1 0 2 、詳細部 F の 1 1 0 8 、詳細部 G の 1 1 2 4 、および詳細部 K の 1 1 0 6 と示されて提示されている。

【 0 0 4 6 】

要素 1 1 0 2 は、LC システムの中への試料の取り込みに関連して針が挿入されるニードルシールの開口部 1 1 0 6 の追加の詳細部 C を提示する。部位 1 1 1 9 は、0 . 0 7 9 インチの長さを有する狭窄されたテーパ状の部位である。針が最初に挿入されるニードルシールの表面の開口部 1 0 0 6 は、0 . 0 4 2 + / - 0 . 0 0 2 インチの直径を有してもよい。部位 1 1 1 9 は、図示されるように 2 5 度の角度を有する円錐状セクションを形成してもよい。ニードルシールが組み合わせられた後に (図 3 I の 1 0 0 1 などのように) 、穴 1 1 2 0 (およびその両端部の開口部) が機械加工されてもよい。要素 1 1 2 4 は追加の詳細部 G を提示し、シールの底表面に開口部 1 1 2 2 (針が挿入される 1 1 2 0 の対向端部) を有する通り穴 1 1 2 0 が、図示されるように 9 0 度の角度で外向きにテーパ状になってもよいことを示す。底表面の 1 1 6 0 で測定して、通り穴は 0 . 0 1 3 + 0 . 0 0 2 / - 0 . 0 0 1 インチの直径を有してもよい。1 1 2 4 で、通り穴の図示される端部の開口部は、点 1 1 6 1 で上述のように 0 . 0 0 7 + 0 . 0 0 1 / - 0 0 2 などの第 1 直径を有する。第 1 直径は、表面の点 1 1 6 0 で測定して 0 . 0 1 3 + 0 . 0 0 2 / - 0 . 0 0 1 インチの第 2 直径に対して増大してゆき、それによって外向きのテーパ状または円錐状のセクションを形成する。

【 0 0 4 7 】

図 3 P ~ 図 3 R を参照すると、本明細書の技法によるニードルシールの第 3 実施形態の様々な態様の追加の詳細部が示されている。図 3 P ~ 図 3 R の図 1 2 0 0 は、図 3 M の詳細部 B の 1 1 0 4 、詳細部 F の 1 1 0 8 、および詳細部 K の 1 1 0 6 についてさらに述べる。要素 1 1 0 6 は追加の詳細部 K を提示し、図示される 4 5 度の角度で形成される角表

10

20

30

40

50

面の長さは表面 3 Q で測定して 0 . 0 0 5 インチであってもよいことを示す。要素 1 1 0 8 は追加の詳細図 F を提示し、ここに示される 4 5 度の角度で形成される角表面の長さが表面 3 P で測定して 0 . 0 1 3 + 0 . 0 1 0 / - 0 . 0 0 5 インチであってもよいことを示す。図 3 R の要素 1 1 0 4 は追加の詳細部 B を図示し、角表面がここに示される 4 5 度の角度で形成され、その長さが表面 3 R で 0 . 0 0 5 + / - 0 . 0 0 2 インチであってもよいことを示す。

【 0 0 4 8 】

図 3 H ~ 図 3 R に関連して図示される第 3 のニードルシール実施形態は、V e s p e l S C P 5 0 0 0 の t 字形状の第 2 部品 (図 3 1 の 1 0 0 4 など) を形成することによって製作されてもよい。上述のように、V e s p e l S C P 5 0 0 0 の材料は、ディスク部位が所望の厚みで切り取られることができる円柱状ロッドから得られてもよい。次いでディスク部位はさらに機械加工されて、針が中に挿入される開口部を備えた通り穴を含む所望の形状および大きさを得る。ステンレススチールなどで製作されてもよい第 1 部品 (図 3 1 の 1 0 0 2 など) は所望の形状および大きさに形成されてもよく、V e s p e l S C P 5 0 0 0 の第 2 部品の底部位の挿入を収容するように適正な寸法の通り穴を含んでもよい。V e s p e l S C P 5 0 0 0 で製作された 1 0 0 4 の底部位 1 0 2 2 b は、上述のように 第 1 部位 1 0 0 2 の通り穴の中への挿入によってプレス嵌めされることができるように変形可能である。図 3 M の要素 1 1 1 0 を参照して、第 2 部品の底部位が第 1 部品の中にプレス嵌めされた後、1 1 1 1 によって示される底表面同士は 0 . 0 0 0 2 インチ内で同一平面上であるように機械加工されてもよいことに留意されたい。

【 0 0 4 9 】

戻って図 2 を参照して、要素 1 8 3 は、針が中に挿入される通路または導管を指し、材料 1 8 7、例えば、ステンレススチールあるいは当分野で知られている様々な異なった適切な P E E K (ポリエーテルエーテルケトン) 材料の 1 つによって取り囲まれてもよいことに留意されたい。例えば、図 2 C ~ 図 2 F のニードルシールを使用するとき、実施形態によってはステンレススチールから 1 8 7 を形成してもよい。図 3 A ~ 図 3 D または図 3 H ~ 図 3 L のニードルシールを使用するとき、実施形態によってはステンレススチールまたは P E E K 材料から 1 8 7 を形成してもよい。図 3 I の要素 1 0 0 4 は、組み合わせ時に、要素 1 0 0 4 が機械的組み合わせによる圧力を受けてもその形状を保持するように、十分な直径と周囲材料 1 8 7 との十分な接触面積とを有するべきであることに留意されたい。要素 1 8 9 a はシールを保持する構成要素であってもよい。要素 1 8 9 b はスペーサであってもよい。要素 1 8 9 c はパネ支持体またはカップであってもよい。

【 0 0 5 0 】

図 2 A および図 2 B の注入ポートの構成要素はハウジングの中に含まれてもよいことに留意されたい。図 2 A および図 2 B に図示された構成要素は任意の適切な材料で製作され、当分野で知られている任意の適切な手段および技法を使用して製造されてもよい。例えば、上述のように、針支持構造体材料 1 8 7、ならびにポート 1 8 6 a および 1 8 6 c を 1 8 3 に接続する接続部は P E E K 材料で製作されてもよい。ハウジングはアルミニウムで製作されてもよい。パネ 1 8 8 a と、1 8 5 に関連して使用される配管と、1 8 9 a、1 8 9 b、および 1 8 9 c によって表わされる構成要素とはステンレススチールから製作されてもよい。

【 0 0 5 1 】

図 2 A および図 2 B に関連して図示されるように、ニードルシールの表面は通路 1 8 3 と接触し、その間に実質的に流体密の接続が存在する。同様に、針の洗浄のための洗浄液の経路内に含まれる接続部 1 8 6 c と 1 8 3 の間、1 8 6 d と 1 8 3 の間にも実質的に流体密の接続が存在してもよい。当業者には言うまでもなく、ここでは明確に記載されていないが、試料、洗浄液などの望ましくない漏れを起こさないように、図 2 A および図 2 B 内に示され、述べられる他の構成要素同士の間、また本明細書の他の構成要素同士の間の接続も流体密であると特徴付けられてもよい。

【 0 0 5 2 】

10

20

30

40

50

ニードルシールは、様々な形状で、本明細書で述べられるものとは異なる封入部を使用して形成されてもよい。本明細書の技法によるニードルシールの実施形態は、針先端と接触してシールを形成する密閉表面で、Vespe1 SCP 5000またはVespe1 SCP 50094の材料を使用して形成されてもよい。このようなニードルシールの実施形態は、Vespe1 SCP 5000またはVespe1 SCP 50094（図3A～図3Gなど）のみによって、あるいは針先端と接触するニードルシールの表面がVespe1 SCP 5000またはVespe1 SCP 50094から形成される限り、他の適切な材料から形成された他の部位と組み合わせて形成されてもよい。より一般的に、本明細書の技法によるニードルシールまたはロータなどのシール部材の実施形態は、少なくとも密閉表面（固定シールまたは動的シールが形成される）がVespe1 SCP 5000またはVespe1 SCP 50094の材料で製作されてもよいことに留意されたい。

10

【0053】

本明細書では動的シールの特定の実施例が提示されるが、Vespe1 SCP 5000および/またはVespe1 SCP 50094（あるいは他の商品名および/または販売元を有してもよい類似のポリマー）は、HPLCまたはUPLCシステムなどのLCシステムに関連して使用されてもよい他のタイプの固定シールおよび/または動的シールを形成するのに使用されてもよいことに留意されたい。例えば、LCシステムは、固定シールまたは動的シールが形成される表面で、Vespe1 SCP 5000またはVespe1 SCP 50094から製作されたニードシール、チューブシール、フェルルル、ガスケット（例えば、チェック弁ガスケット）などの1つまたは複数を含んでもよい。

20

【0054】

次に述べられるのは、Dupontによって提供されるVespe1 SCP 5000およびVespe1 SCP 50094の他の様々な特徴についてである。他の材料が、Vespe1 SCP 5000およびVespe1 SCP 50094の特性および特徴に従ったものを有することができる場合には、そのような材料が他の販売元によって供給され、かつ/または本明細書で述べられる以外の商品名を使用して参照されてもよいことに留意されたい。そのような材料は、固定シールまたは動的シールを表面が形成する部品またはシール部材の実施形態で使用するのにも適切である。Vespe1 SCP 5000およびVespe1 SCP 50094などの材料は、動的シールまたは固定シールを形成するシール部材で使用するのに望ましい化学的、機械的、および他の特性を有する。

30

【0055】

図4を参照すると、本明細書の技法による実施形態で使用されてもよいVespe1 SCP 5000の応力-歪み曲線のグラフが示されている。図4に関して、応力とは、掛けられた力を横断面積によって除したものとして定義されることができ、歪みは、試料の単位長さあたりの伸長として定義されることができ、図4に関連した臨界点は、図示された曲線の直線部位に沿った最大応力である降伏点として特徴付けられてもよいことに留意されたい。全ての図示された曲線について、これは約30,000psiであり、このことは、材料が潜在的に約30,000psiのこの最大値までの流体圧力で性能を発揮することが可能であることを示唆する。図4の曲線を作成することに関連して利用される標準試験法は、標準試験法ASTM D695である。

40

【0056】

図4は、Vespe1 SCP 5000（Vespe1 SCP 5000 ISOとも呼ばれる）の平衡圧縮形状または平衡成形形状を特徴とすることに留意されたい。

【0057】

図5Aおよび図5Bを参照すると、本明細書の技法による実施形態で使用されてもよいVespe1 SCP 5000（Vespe1 SCP 5000 ISOまたはSCP 5000 ISOとも呼ばれる）の平衡圧縮形状または平衡成形形状を特徴付ける一

50

部の特性が示されている。これらの特性は、本明細書で述べられる V e s p e l S C P 5 0 0 0 の円柱形状のロッドから機械加工されたロータおよびニードルシールなどの部品に典型的なものの例である。図 5 A には、様々な機械的特性が示されている。図 5 B では、様々な熱的特性、電気的特性、摩耗性状、および他の特性が示されている。

【 0 0 5 8 】

以下のパラグラフでは、図 5 c ~ 図 5 I と図 6 A ~ 図 6 F が本明細書の技法による実施形態で使用されてもよい V e s p e l S C P 5 0 0 0 I S O の他の特性を明記する。

【 0 0 5 9 】

図 5 C を参照すると、S P - 1 との関係における V e s p e l S C P 5 0 0 0 I S O の引張強度のグラフが示されている。室温で、S C P 5 0 0 0 は、S P - 1 の約 2 倍の強度と、それと同様の伸長率を示す。摂氏 2 6 0 度で、S C P 5 0 0 0 は約 5 0 % 分大きな強度とより大きな伸長率の特徴を呈示する。

【 0 0 6 0 】

図 5 D を参照すると、圧縮下の S C P 5 0 0 0 I S O および S P - 1 の応力 - 歪み曲線のグラフが示されている。図 5 D に示されるように、S C P 5 0 0 0 は、室温でも高温でも S P - 1 よりも大きな圧縮強度を呈示する。

【 0 0 6 1 】

図 5 C および図 5 D は S C P 5 0 0 0 I S O の物理的特性を特徴付ける。S P C 5 0 0 は融解せず、摂氏 3 3 0 度のガラス転位温度を有することに留意されたい。

【 0 0 6 2 】

図 5 E を参照すると、S P - 1 との関係における S C P 5 0 0 0 I S O の熱的特性のグラフが示されている。図 5 E は、高温で、初期引張強度の 5 0 % 分までの低下を時間の観点で見た、S P - 1 ポリアミドと比較した S P 5 0 0 0 の特徴を示す。例えば、S P - 1 は、摂氏 3 7 0 度に連続 1 0 0 時間空気に晒された後、その初期強度の半分を保持する。それとは対照的に、S C P 5 0 0 は、同じ条件下で約 5 5 0 時間持続した後にその初期強度が 5 0 % 分低下する。少なくとも摂氏 3 4 0 度までの温度では、S C P の部品は、窒素または真空などの不活性の環境では、時間経過による特性の損失をほとんど伴わずに性能を発揮する。図 5 E のグラフはむしろ一般的な指針であり、S C P 5 0 0 0 で製作された部品の実際の有用な耐用期間はより長くなる場合があることに留意されたい。これは、部品が遭遇する温度が連続的であるよりむしろ間欠的である場合があるということと、部品が、高温の用途で完全に空気に晒されるよりはむしろハウジングによって少なくとも部分的に被覆される場合があるということとによる。

【 0 0 6 3 】

以下の図 5 F、図 5 G、および図 5 H は、本明細書の技法による実施形態で使用されてもよい S C P 5 0 0 0 I S O の電気的特性を示す。

【 0 0 6 4 】

図 5 F を参照すると、S P - 1 と比較した、S C P 5 0 0 0 I S O の温度および周波数の関数としての誘電定数のグラフが示されている。図示されるように、S C P 5 0 0 0 は、広範な温度および周波数の範囲にわたってより安定した誘電定数を呈示する。

【 0 0 6 5 】

図 5 G を参照すると、S P - 1 と比較した S C P 5 0 0 0 I S O の散逸率のグラフが示されている。

【 0 0 6 6 】

図 5 H を参照すると、S P - 1 と比較した S C P 5 0 0 0 I S O の絶縁耐力のグラフが示されている。試験結果は、1 . 0 mm の厚さの試料について、S P - 1 および S C P 5 0 0 0 は、広範な温度範囲にわたって安定した絶縁耐力を呈示するが、S C P 5 0 0 0 が S P - 1 よりも僅かに大きな絶縁耐力を呈示することを示している。図 5 I に含まれている表 5 7 2 は、S P - 1 と比較した S C P 5 0 0 0 の表面抵抗率および体積抵抗率を示す。

10

20

30

40

50

【 0 0 6 7 】

以下の図 6 A および図 6 B は、本明細書の技法による実施形態で使用されてもよい S C P 5 0 0 0 I S O の寸法安定性を示す。

【 0 0 6 8 】

図 6 A を参照すると、制御された環境チャンバ内で華氏 1 0 0 度と相対湿度 9 0 % とに晒されたときの、S P - 1 と比較した S C P 5 0 0 0 の寸法安定性のグラフが示されている。

【 0 0 6 9 】

図 6 B を参照すると、図 6 A で述べられた制御された環境条件下での S P - 1 と比較した S C P 5 0 0 0 の被検査物の重量増加のグラフが示されている。図 6 B は、時間経過による試料の重量パーセントの増加を示し、S C P 5 0 0 0 は S P - 1 と比較して吸湿量が約 5 0 % 少ない。

【 0 0 7 0 】

ポリアミドと同様に、S C P 5 0 0 0 および S P - 1 は加水分解を受け、摂氏 1 0 0 度を超える温度の水また蒸気内で厳しいクラッキングが起こる場合があることに留意されたい。

【 0 0 7 1 】

以下の図 6 C、図 6 D、および図 6 E は、無水アンモニア蒸気への暴露の影響に関する S P - 1 と比較した S C P 5 0 0 0 I S O の特性を示すグラフである。4 0 時間を超える暴露の後、S C P 5 0 0 0 の被検査物は厚みの無変化（図 6 C）と、最小限の重量増加（図 6 D）とを呈示した。さらに、S C P - 5 0 0 0 はその初期強度のほぼ全てを保持する（図 6 E）。

【 0 0 7 2 】

有機溶剤は、一般的にポリイミド部品の機械的および寸法安定性に対して最小限の影響しかもたらさないことに留意されたい。ペルクロロエチレンおよびトリクロロエチレンなどの塩素化溶剤およびフッ化溶剤が表面洗浄に推奨される。トルエンおよびケロセンなどの炭化水素溶剤は、ポリイミド材料に対して実質的に影響をもたらさない。m - クレゾールおよびニトロベンゼンなどの官能基を含む一部の溶剤は、高温で、その機械的強度を実質的に低下させずにポリアミドの膨張を引き起こすことが可能である。

【 0 0 7 3 】

濃縮鉱酸は、比較的短時間でポリイミド部品の激しい脆化を引き起こす場合がある。一般的に、希酸溶液と酸性 p H を有する無機塩類の水性溶液とはポリイミドに対して水とほぼ同じ影響をもたらす。一般的に、ポリイミド樹脂はアルカリ性の攻撃に対して感受性が高い。塩基水溶液はポリアミド類を攻撃して、特性の急速な劣化をもたらす。したがって、塩水溶液を含む p H 1 0 以上を有する塩基溶液は、S C P 5 0 0 0 の部品での使用は好まれない場合がある。

【 0 0 7 4 】

図 6 F および図 6 G を参照すると、表内に S C P 5 0 0 0 I S O で形成された平衡圧縮形状に典型的な追加の特性が示される。

【 0 0 7 5 】

次に述べられ、示されるのは、V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 の特性についてである。

【 0 0 7 6 】

図 7 A ~ 図 7 D を参照すると、表内に、D u p o n t (T M) によって販売される V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 から製作された直接成形 (D F) 部品の特性が示されている。当業者には言うまでもなく、直接成形とは、機械加工に対立するものとして部品が作り出される別の方法を意味する。当分野で知られているように、直接成形とは、熱硬化材料で近似値正味形状部品を形成することを意味する。図 7 A ~ 図 7 B は、V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 で製作されたポリイミド D F 部品の機械的特性を示す。図 7 C ~ 図 7 D は、V e s p e l S C P 5 0 0 9 4 で製作されたポリイミド D F 部品の熱的特性、

10

20

30

40

50

電気的特性、および摩耗性状を示す。

【0077】

図7E～図7Fを参照すると、Vespe1 SCP 50094で製作されたDF部品の追加の特性のグラフが示されている。図7Eは、圧縮クリープを示す第1グラフ722を含み、図7Fは熱伝導性を示す第2グラフ724を含む。

【0078】

図7G、図7H、および図7Iを参照すると、Vespe1 SCP 50094 (Vespe1 SCP 50094 ISO)の平衡圧縮形状または平衡成形形状を特徴付けるVespe1 SCP 50094から製作された部品の特性が表に示されている。図7G～図7Hは、平衡圧縮または平衡成形されたVespe1 SCP 50094 (Vespe1 SCP 50094 ISO)から製作された部品の機械的特性を示す。図7Iは、平衡圧縮または平衡成形されたVespe1 SCP 50094 (Vespe1 SCP 50094 ISO)から製作された部品の熱的特性、摩耗性状、および他の特性を示す。

10

【0079】

図8A～図8Cを参照すると、他の材料と比較したSCP 50094の様々な特性が示されている。要素802は、他の材料と比較したSCP 50094 DFの熱酸化安定性のグラフであり、ここでは試料は、摂氏371度、4.76 atm (70 psia)の条件に100時間晒された。このような条件下で、SCP 50094から製作された試料は2.81%の重量損失を生じた。要素804は、他の材料と比較したSCP 50094 DFのヤング係数および曲げ弾性率(804aおよび804bで示される)のグラフである。要素806は、他の材料と比較したSCP 50094の熱膨張の係数(806aで示される)のグラフである。

20

【0080】

図8D～図8Fを参照すると、平衡形状グレード(ISO)の他のVespe1材料と比較したVespe1 SCP 5000およびSCP 50094の追加の様々な特性が示されている。図820は、表822内の例示的な機械的特性、摩耗性状、および他の特性を含む。要素826は、SCP 5000の特性を示し、要素828はSCP 50094の特性を示す。同様に図8Eの引張強度のグラフ表示830と図8Fの曲げ弾性率のグラフ表示832とも含まれる。ここでAは室温(RT)における材料を示し、Bは華氏500度における材料を示す。

30

【0081】

図9A、図9B、および図9Cを参照すると、発明者らによって試験された、Vespe1 SCP 5000との使用に適応性があると判定された溶剤の表が示されている。試験用試料は、長さが0.40インチ、直径が0.25インチの円柱である(試験ガイドラインに示される通り)。試験用試料は4週間観察され、ここに示される溶剤を含む試験容器内に配置された。試験は、溶剤または材料に視覚的変化のないことを示した。試料が取り除かれたとき、質量または形状に有意な変化はなかった。

【0082】

Vespe1 SCP 5000および/またはVespe1 SCP 50094などの材料は、LCシステムならびに他の用途に関連してロータまたはニードルシールなどのシール部材を形成することに関連して使用するのに望ましい、本明細書で述べられる通りの特性を有する。類似のシール用途で使用する他のポリマーと比較して優れた強度および摩耗性、ならびに高度の化学的適合性などの特徴が、例えば本明細書で述べられるUPLCシステムまたはHPLCシステムなどの様々な異なった用途の固定シール部材および/または動的シール部材を形成するための材料に極めて望ましい場合のあるものの一部である。材料の選択に関連して考慮される他の特質としては、多孔性処理の問題(シールが形成される表面の状態など)などに関連して十分なシールを形成する材料の能力、あるいは炭素、ガラス、または当業者に知られている他の適切な補強材などによって材料が補強される能力に関連する場合がある。

40

50

【 0 0 8 3 】

ここに詳しく示され、述べられた好ましい実施形態に関連して本発明が以上に開示されたが、当業者にはそれらの修正形態および改良形態が容易に明らかとなろう。したがって、本発明の精神および範囲は以下の請求項によってのみ限定されるべきである。

【 図 1 A 】

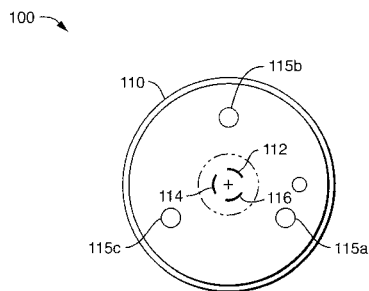


FIG. 1A

【 図 1 B 】

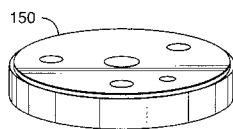


FIG. 1B

【 図 2 A 】

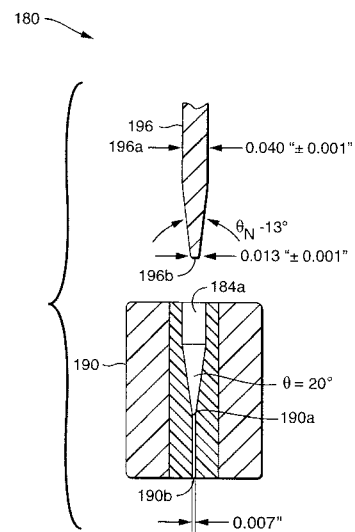


FIG. 2A

【図 2 B】

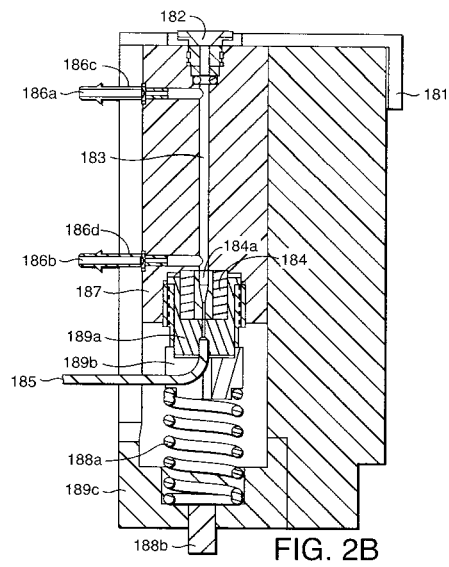


FIG. 2B

【図 2 C】

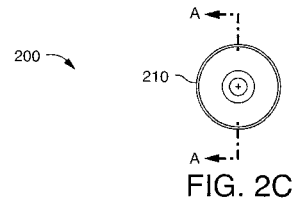


FIG. 2C

【図 2 D】

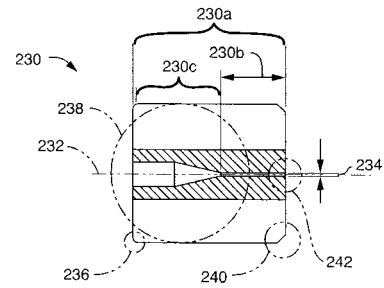


FIG. 2D

【図 2 E】

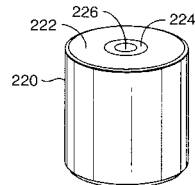


FIG. 2E

【図 2 H】

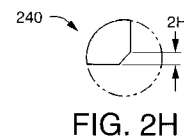


FIG. 2H

【図 2 F】

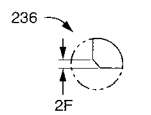


FIG. 2F

【図 2 I】

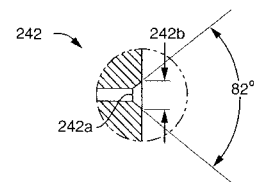


FIG. 2I

【図 2 G】

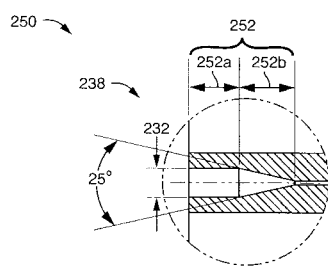


FIG. 2G

【図 3 A】

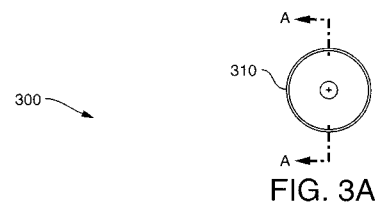


FIG. 3A

【図 3 B】

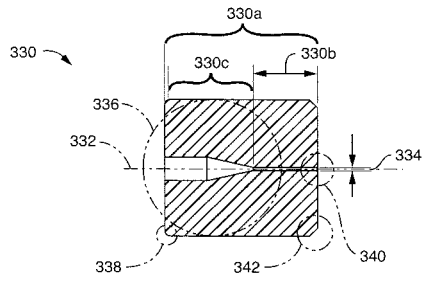


FIG. 3B

【図 3 C】

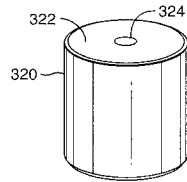


FIG. 3C

【図 3 D】

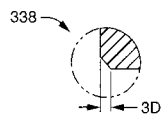


FIG. 3D

【図 3 G】

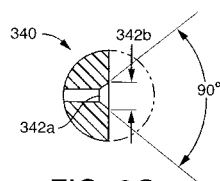


FIG. 3G

【図 3 H】

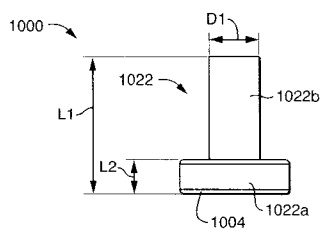


FIG. 3H

【図 3 E】

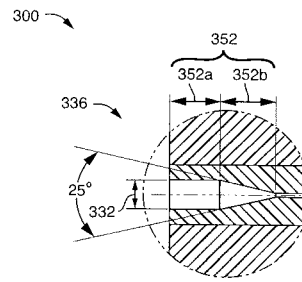


FIG. 3E

【図 3 F】

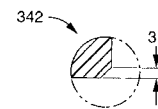


FIG. 3F

【図 3 I】

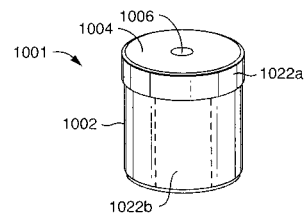


FIG. 3I

【図 3 J】

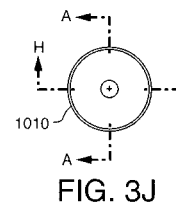


FIG. 3J

【図 3 K】

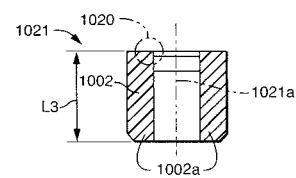


FIG. 3K

【図 3 L】

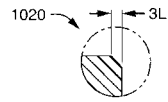


FIG. 3L

【図 3 M】

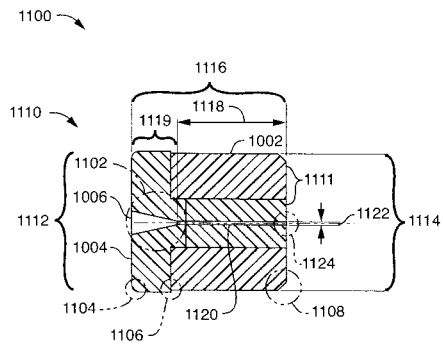


FIG. 3M

【図 3 N】

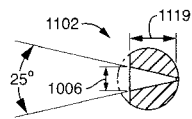


FIG. 3N

【図 3 R】

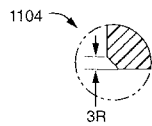


FIG. 3R

【図 3 O】

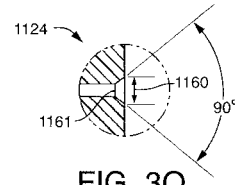


FIG. 3O

【図 3 P】

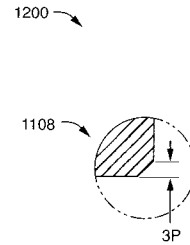


FIG. 3P

【図 3 Q】

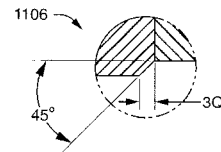


FIG. 3Q

【図 4】

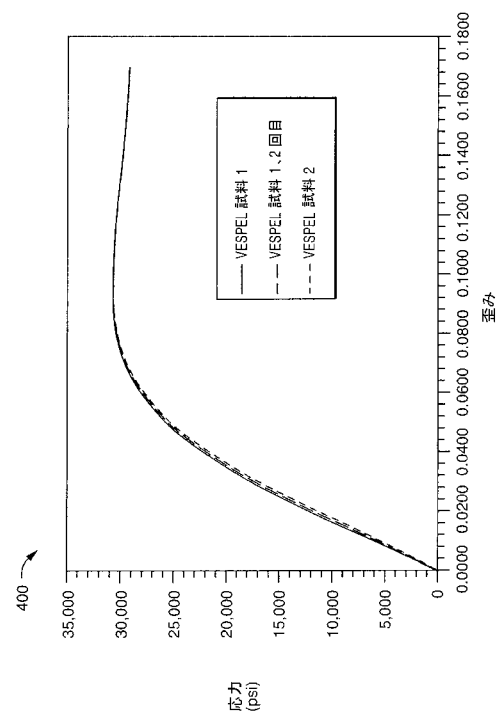


FIG. 4

【図 5 A】

SPC 5000					
典型的な ISO の特性					
Dulux 2000 は、(TM) Valspar (R) SCP-5000 は、高弾性率と、向上した大きな安定性として、従来のポリイミド樹脂と比べて、これは、高温でより高い強度および剛性を提供する。					
機械的特性	温度	ASTM 法	SI (英) 単位	典型値	
引張強度	23°C (73°F) 260°C (500°F)	D-638 D-1708 機械室物	MPa (kpsi)	163 (23.6) 62 (9.0)	
引張伸長率	23°C (73°F) 260°C (500°F)	D-638 D-1708 機械室物	%	7.5 49	
ヤング係数	23°C (73°F) 260°C (500°F)	D-638 D-1708 機械室物	MPa (kpsi)	3,990 (580) 2,370 (340)	
曲げ強度	23°C (73°F) 260°C (500°F)	D-790	MPa (kpsi)	254 (36.8) 96.5 (14.0)	
曲げ弾性率	23°C (73°F) 260°C (500°F)	D-790	MPa (kpsi)	5,760 (836) 3,007 (436)	
圧縮強度	23°C (73°F) 260°C (500°F)	D-695	MPa (kpsi)	640 (92.9) 549 (79.6)	
圧縮係数	23°C (73°F) 260°C (500°F)	D-695	MPa (kpsi)	9,060 (1,314) 3,698 (536)	
10% の歪みでの圧縮応力	23°C (73°F) 260°C (500°F)	D-695	MPa (kpsi)	230 (33.4) 73.6 (10.7)	
1.4 MPa (205 psi)、 2.4 時間 負荷での変形	23°C (73°F)	D-621	% 変形	0.05	
ロックウェル「E」硬度	—	D-785	—	95	

FIG. 5A

【図 5 B】

熱的特性	温度	ASTM 法	SI (英) 単位	典型値	
熱膨張係数	23°C - 300°C (73°F - 572°F)	E-831	m/m °C or m/m K (in/in °F)	45 X 10 ⁻⁶ (26 X 10 ⁻⁶)	
比熱	60°C (140°F)	E-1269	J/kg °C (Btu/lb °F)	9.2 X 10 ⁵ (0.22)	
電気特性	温度	ASTM 法	SI (英) 単位	典型値	
誘電定数, 10 ⁴ Hz 10 ⁶ Hz	23°C (73°F)	D-150	—	3.3 3.3	
誘電率, 10 ⁴ Hz 10 ⁶ Hz	23°C (73°F)	D-150	—	0.001 0.001	
体積抵抗率	23°C (73°F)	D-257	Ohm-m	10 ¹⁴	
表面抵抗率	23°C (73°F)	D-257	Ohm-m	10 ¹⁵	
摩耗性	温度	ASTM 法	SI (英) 単位	典型値	
摩耗係数、無潤滑、空気 - 0.88 (23K) PV - 3.50 (100K) PV	0.7 m/s (134 fpm) 2.0 m/s (400 fpm)	1.3 MPa (187 psi) 1.7 MPa (250 psi)	FALEX	0.26 0.15	
他の特性	温度	ASTM 法	SI (英) 単位	典型値	
比重	—	D-792	—	1.46	
2.4 時間後の水吸収率	23°C (73°F)	D-570	% 重量変化	0.08	

FIG. 5B

【図 5 C】

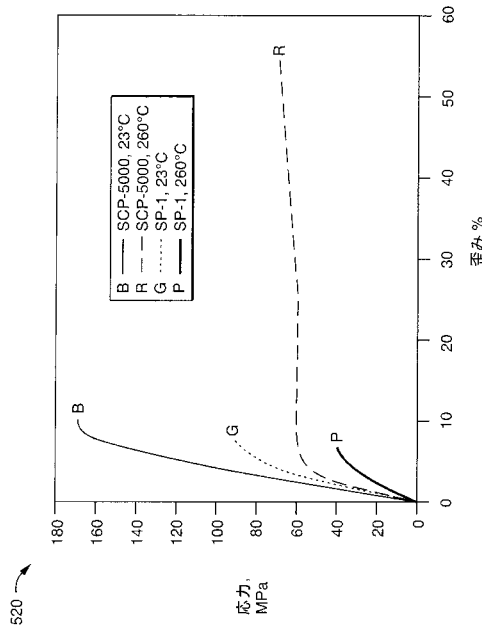


FIG. 5C

【図 5 D】

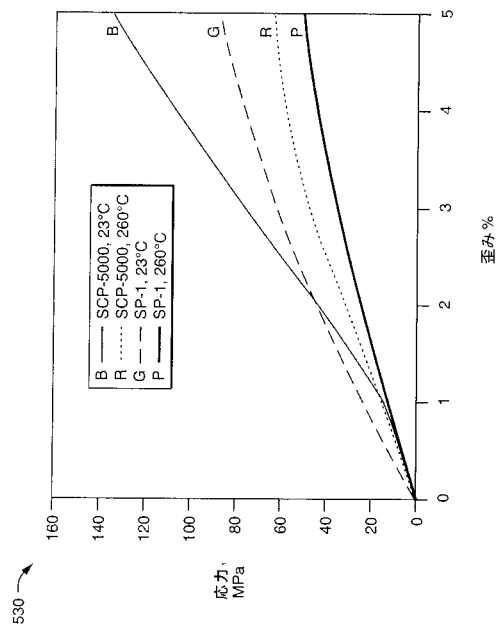
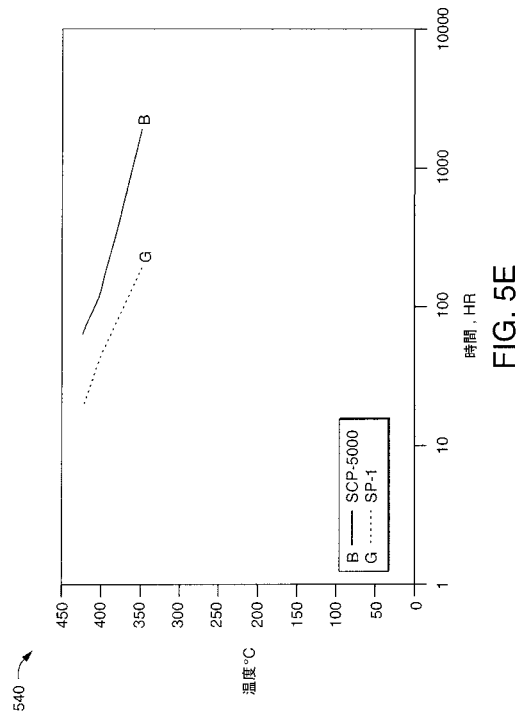
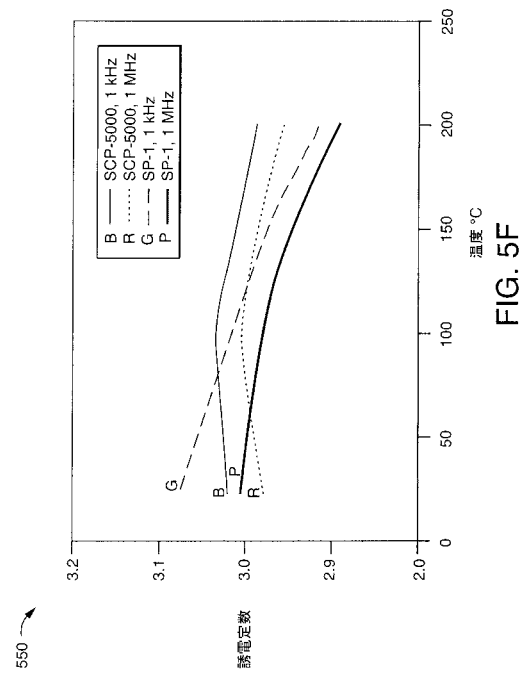


FIG. 5D

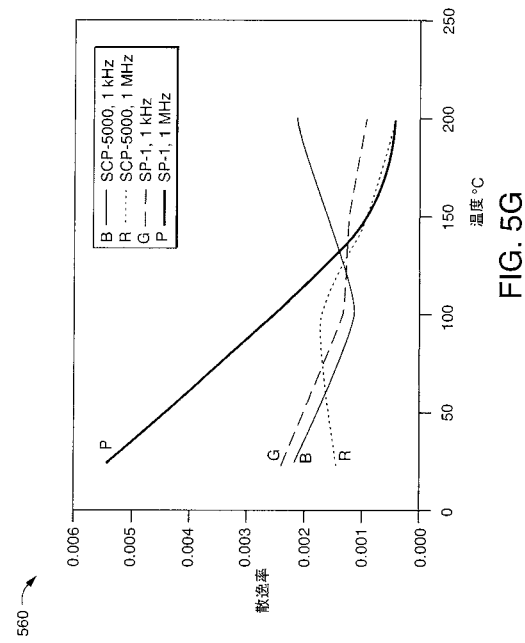
【図 5 E】



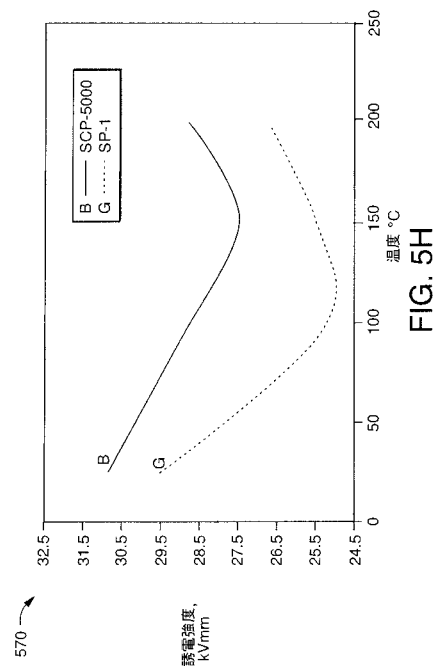
【図 5 F】



【図 5 G】



【図 5 H】



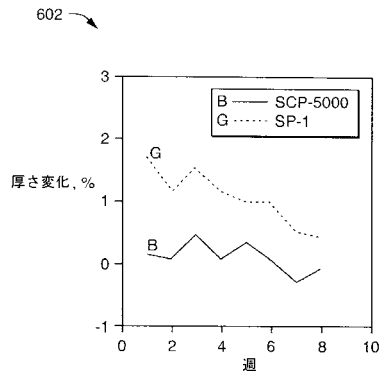
【図 5 I】

572

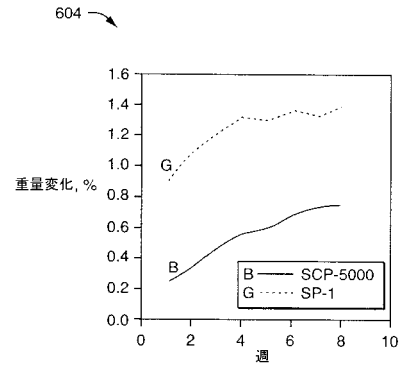
表面抵抗率 (オーム/スクエア)	
SCP-5000	SP-1
1.4 E + 17	4.0 E + 16
体積抵抗率 (オーム/cm)	
SCP-5000	SP-1
3.6 E + 16	5.5 E + 16

FIG. 5I

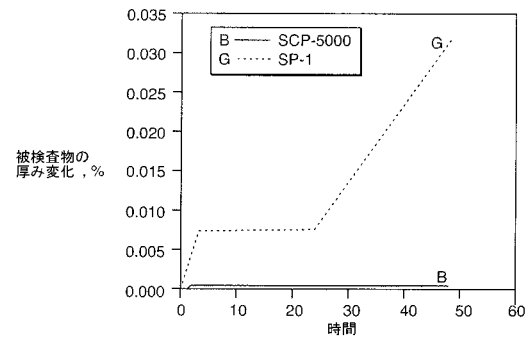
【図 6 A】



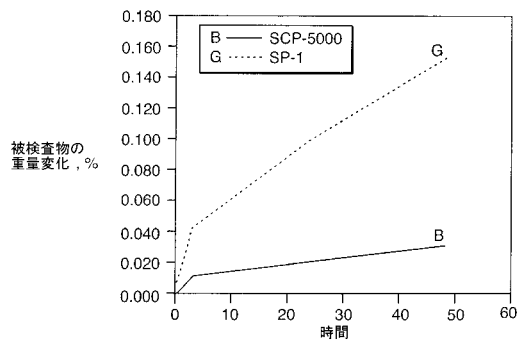
【図 6 B】



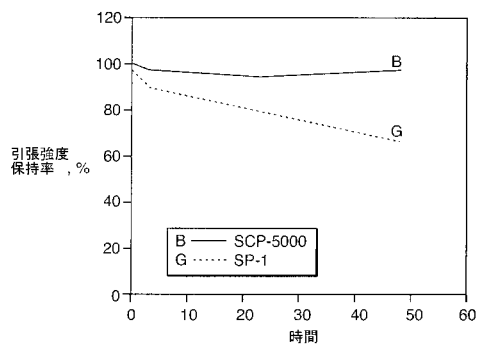
【図 6 C】



【図 6 D】



【図 6 E】



【図 6 F】

620

VESPEL SCP-5000 ISOの典型特性				
機械的	検査法	SI 単位	英単位	英単位
引張強度	ASTM D-1708	160 MPa	23.4 kpsi	24.0 in-lb/in ²
破断点伸長率	ASTM D-1708	62 MPa	8.9 kpsi	26.0 in-lb/in ²
1%での圧縮応力	ASTM D-695	60 MPa	8.7 kpsi	
10%での圧縮応力	ASTM D-695	230 MPa	33 kpsi	
圧縮弾性率	ASTM D-695	9,200 MPa	1,300 kpsi	
曲げ強度	ASTM D-790	247 MPa	38 kpsi	
曲げ弾性率	ASTM D-790	5,700 MPa	840 kpsi	
表面硬度	ASTM D-785	3,000 MPa	440 kpsi	
熱的	試験材料	SI 単位	英単位	英単位
線熱膨張係数				
平行	ASTM D-696	44 m ⁶ /m ³ °C	24.0 in-lb/in ² °F	
垂直	ASTM D-696	47 m ⁶ /m ³ °C	26.0 in-lb/in ² °F	

FIG. 6F

【図 6 G】

電気的		検査法	SI単位	英単位
10 ⁴ Hzでの誘電定数	23°C/73F°	ASTM D-150	3.3	3.3
	23°C/73F°	ASTM D-150	3.3	3.3
10 ⁶ Hzでの誘電定数	23°C/73F°	ASTM D-150	0.001	0.001
	23°C/73F°	ASTM D-150	0.001	0.001
10 ⁴ Hzでの散逸率	23°C/73F°	ASTM D-257	10 ¹⁴ Ohm-m	10 ¹⁵ Ohm
	23°C/73F°	ASTM D-257	10 ¹⁵ Ohm	10 ¹⁵ Ohm
体積抵抗率		検査法	SI単位	英単位
表面抵抗率		ASTM D-792	1.43	1.43
他の特性		ASTM D-570	0.08%	0.08%
比重		100%での24時間後の水吸収率 (重量変化)		

FIG. 6G

【図 7 A】

DUPONT VESPEL SCP-50094直接成形					
機械特性	温度	圧力	ASTM法	SI英単位	典型特性
引張強度	23°C (73F°) 260°C (500F)	—	D-638法 E-8被検査物	MPa (kpsi)	88 (12.8) 45 (6.6)
伸長率	23°C (73F°) 260°C (500F)	—	D-638法 E-8被検査物	%	21 4.6
ヤング係数	23°C (73F°) 260°C (500F)	—	D-638法 E-8被検査物	MPa (kpsi)	6490 (941) 3720 (539)
圧縮強度	23°C (73F°) 260°C (500F)	—	D-695	MPa (kpsi)	170 (24.7) 77 (11.2)
最終段階の圧縮歪み	23°C (73F°) 260°C (500F)	—	D-695	%	18 31
10%応力での圧縮応力	23°C (73F°) 260°C (500F)	—	D-695	MPa (kpsi)	168 (24.4) 64 (9.3)
曲げ弾性率	23°C (73F°) 260°C (500F)	—	D-790	MPa (kpsi)	5170 (750) 2700 (392)
曲げ強度	23°C (73F°) 260°C (500F)	—	D-790	MPa (kpsi)	109 (15.8) 69 (10.0)
ポアソン比	23°C (73F°) 130°C (374F)	—	D-638		0.25 0.32

FIG. 7A

【図 7 B】

ロックウェル「E」硬度	23°C (73F°)	—	D-785	70.4
比重	23°C (73F°)	—	D-792	1.44
10分 永久変形負荷での変形	23°C (73F°)	14 MPa (2.0 kpsi)	D-621	%
圧縮クリープ	10 Hrs 100 Hrs 1000 Hrs	10 MPa (1.5 kpsi)	D-2990	0.03 0.04 0.05
圧縮クリープ	10 Hrs 100 Hrs 1000 Hrs	14 MPa (2.5 kpsi)	D-2990	0.04 0.06 0.09
吸水率	23°C (73F°)	—	D-570	%重量変化

FIG. 7B

【図 7 C】

DUPONT VESPEL SCP-50094直接成形				
熱的特性	温度	圧力	ASTM法	典型特性
線熱膨張係数、 平行 垂直	23-300°C (73-572°F)	—	E-831	60.1 x 10 ⁻⁶ (33.4 x 10 ⁻⁶) 34.1 x 10 ⁻⁶ (18.9 x 10 ⁻⁶)
熱伝導率	50°C (122°F) 100°C (212°F) 150°C (302°F) 200°C (392°F) 250°C (482°F) 300°C (572°F)	—	F-433	0.39 (0.02) 0.40 (0.02) 0.41 (0.02) 0.41 (0.02) 0.41 (0.02) 0.43 (0.02)
比熱	60°C (140°F)	—	DSC	8.96 x 10 ⁻⁵ (0.214) (J/kg°C Btu/lb°F)
スズ 平行 垂直	ビスマスにおける熱膨み温度	1.8 MPa (0.26 kpsi)	D-648	334 (634) 336 (637)

FIG. 7C

【図 7 D】

電気的特性	温度	圧力	ASTM法	SI英単位	典型特性
誘電率	23°C/73°F	—	D-149	VOLTS/mil	413
体積抵抗率	23°C/73°F	—	D-257	Ohm-cm (Ohm-in)	2.18x10 ¹⁶ (8.57x10 ¹⁵)
表面抵抗率	23°C/73°F	—	D-257	Ohm/sq	1.56x10 ¹⁷ (6.15x10 ¹⁶)
誘電定数	10 ² Hz 10 ⁴ Hz 10 ⁶ Hz	—	D-150	—	5.5 5.4 5.4
散逸率	10 ² Hz 10 ⁴ Hz 10 ⁶ Hz	—	D-150	—	0.002 0.005 0.002
摩耗性状	速度	圧力	ASTM法	SI英単位	典型特性
摩耗係数 非潤滑 空気	25K PV 100K PV 300K PV	0.7 m/s (134 fpm) 2.0 m/s (400 fpm) 3.0 m/s (565 fpm)	FALEX	—	0.253 0.064 0.064
摩耗係数 非潤滑 空気	25K PV 100K PV 300K PV	0.7 m/s (134 fpm) 2.0 m/s (400 fpm) 3.0 m/s (565 fpm)	FALEX	mm-sec/MPa-m-hr (in3-min/lb-hr)	1.0x10 ⁻³ (13x10 ⁻¹⁰) 0.6x10 ⁻³ (8x10 ⁻¹⁰) 1.2x10 ⁻³ (17x10 ⁻¹⁰)

FIG. 7D

【図 7 E】

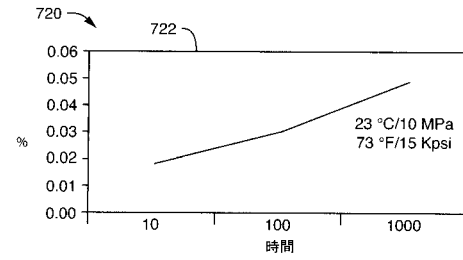


FIG. 7E

【図 7 F】

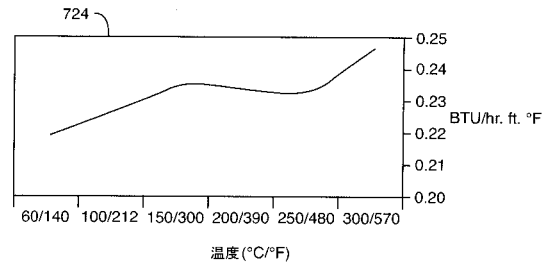


FIG. 7F

【図 7 G】

ISO 典型特性				
機械的特性	温度	圧力	ASTM法	典型特性
引張強度	23°C (73°F) 260°C (500°F)	—	D - 638 D - 1708 機械試験物	124 (18.0) 55 (8.0)
引張伸長率	23°C (73°F) 200°C (500°F)	—	D - 638 D - 1708 機械試験物	4.3 13
ヤング係数	23°C (73°F) 260°C (500°F)	—	D - 638 D - 1708 機械試験物	4,140 (600) 2,350 (340)
曲げ強度	23°C (73°F) 260°C (500°F)	—	D-790	200 (20) 96 (14)
曲げ弾性率	23°C (73°F) 260°C (500°F)	—	D-790	6,370 (923) 3,540 (514)
圧縮強度	23°C (73°F) 260°C (500°F)	—	D-695	386 (56) 450 (65)
圧縮強度、最終段階	23°C (73°F) 260°C (500°F)	—	D-695	41 63
10%歪みでの圧縮応力	23°C (73°F) 260°C (500°F)	—	D-695	220 (31.9) 81 (11.7)

FIG. 7G

【図 7 H】

24 時間後の荷重変形	23°C (73°F)	14 MPa (2 kpsi)	D-621	% 変形	0.05
圧縮クリープ • 10 時間 • 100 時間 • 1000 時間	23°C (73°F)	10 MPa (1.5 kpsi)	D-2990	%	0.02 0.02 0.05
圧縮クリープ • 10 時間 • 100 時間 • 1000 時間	23°C (73°F)	14 MPa (2.5 kpsi)	D-2990	%	0.03 0.05 0.07
ロックウェル「E」硬度	—	—	D-785	—	91
ポアゾン比	23°C (73°F) 260°C (500°F)	—	D-638	—	0.34 0.34

FIG. 7H

【図 7 I】

熱的特性	温度	圧力	ASTM法	SI英単位	典型特性
熱膨張係数 ・垂直 ・平行	10 - 150°C (122 - 302°F)	—	E-831	m/m °C OR m/m-K (in/in °F)	42.7 x 10 ⁻⁶ (23.7 x 10 ⁻⁶)
熱伝導率	50°C (122°F) 100°C (212°F) 300°C (572°F)	—	F-433	W/m-K (Btu/hr-in°F)	0.59 (0.03) 0.66 (0.03) 0.58 (0.03)
比熱	60°C (140°F)	—	E-1269	J/kg °C (英熱単位/ ポンド・°F)	9.2 x 10 ⁵ (0.22)
摩擦特性	速度	圧力	方法	SI英単位	典型特性
摩擦係数、非潤滑、空気 ・0.88 (25K) PV ・3.50 (100K) PV ・10.50 (300K) PV	0.7 m/s (134 fpm) 2.0 m/s (400 fpm) 3.0 m/s (585 fpm)	1.3 MPa (187 psi) 1.7 MPa (250 psi) 3.5 MPa (500 psi)	FALEX	—	0.25 0.07 0.11
摩擦係数、非潤滑、空気 ・0.88 (25K) PV ・3.50 (100K) PV ・10.50 (300K) PV	0.7 m/s (134 fpm) 2.0 m/s (400 fpm) 3.0 m/s (585 fpm)	1.3 MPa (187 psi) 1.7 MPa (250 psi) 3.5 MPa (500 psi)	FALEX	mm-sec/MPa-m-hr (in3-min/lb-hr)	1.7x10 ⁻³ (24x10 ⁻¹⁰) 0.8x10 ⁻³ (11x10 ⁻¹⁰) 1.2x10 ⁻³ (17x10 ⁻¹⁰)
他の特性	温度	時間	ASTM法	SI英単位	典型特性
比重	23°C (73°F)	—	D-792	—	1.50
水吸収率	23°C (73°F)	24時間	D-570	%重量変化	0.06

FIG. 7I

【図 8 A】

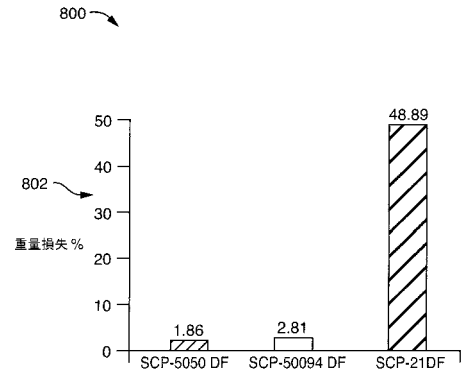


FIG. 8A

【図 8 B】

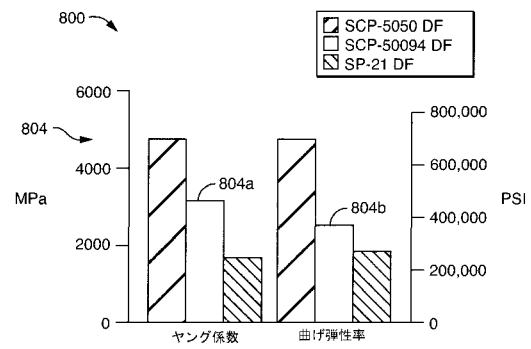


FIG. 8B

【図 8 C】

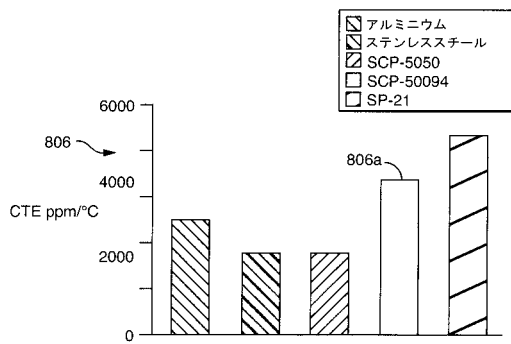


FIG. 8C

【図 8 D】

ASTM法	単位	VESPEL SP	SP-1 非充填型	SP-21 15% ガラス繊維	SP-22 40% ガラス繊維	SP-211 15% ガラス繊維	SP-3 真空 ガラス繊維 のシート	VESPEL SCP	SP-5050 ガラス繊維 のシート	SP-50094 ガラス繊維 のシート	SP-21 ガラス繊維 のシート
引張強度、73°F D1708/D638	ksi	12.5	9.5	7.5	6.5	8.2	23.6	18.0	10.5	8.0	5.6
引張強度、500°F D1708/D638	ksi	6.0	5.5	3.4	3.5	4.0	9	4.3	2.5	4.3	2.5
破断点伸長率、73°F D1708/D638	%	7.5	4.5	3.0	3.0	3.0	7.5	13	5.3	13	5.3
破断点伸長率、500°F D1708/D638	%	6.0	3.0	2.0	3.0	4.0	49	923	1,130	923	1,130
曲げ弾性率、73°F D790	ksi	450	550	700	450	475	886	436	740	436	740
曲げ弾性率、500°F D790	ksi	250	370	400	200	270	436	514	740	436	740
10%の歪み、73°Fでの引張応力 D695	ksi	19.3	19.3	16.3	14.8	18.5	33.4	31.9	25	31.9	25
2000psi 負荷下での変形 D621	%	0.14	0.10	0.08	0.13	0.12	.05	.05	0.03	.05	0.03
摩擦 PV = 25.00 psi/minでの摩擦係数 PV = 0.0005 psi/minでの摩擦係数 変形内静止摩擦係数 圧力速度限度 (非潤滑) 他の特性	ksi ft/min	0.29	0.24	0.20	0.12	0.25	0.26	0.25	0.12	0.25	0.12
熱膨張係数、73°F	10 ⁻⁶ /in-in-F	0.35	0.30	0.12	0.08	0.17	0.15	0.07	0.08	0.07	0.08
熱膨張係数、75-500°F	10 ⁻⁶ /in-in-F	30	27	21	30	29	26	24	16	24	16
水吸収率、73°Fで24時間、100% RH	%	45-60	25-45	5-25	1-20	40-55	95	91	63	91	63
硬度	D696 D785 D570	0.24	0.19	0.14	0.21	0.23	0.08	0.06	0.04	0.06	0.04

FIG. 8D

• VESPELカーボンスチール、定常状態、非潤滑、空気中、スラスト軸受
• 任意の材料の圧力速度限度は、圧力と速度ならびに他の条件の様々
な組み合わせによって変化する。

【図 8 E】

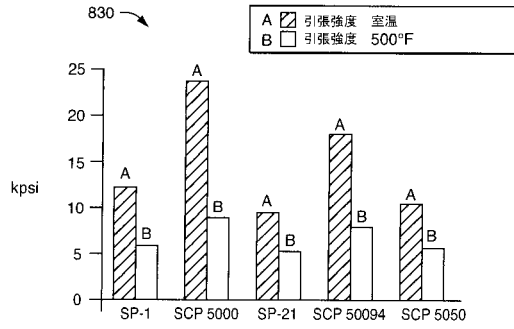


FIG. 8E

【図 8 F】

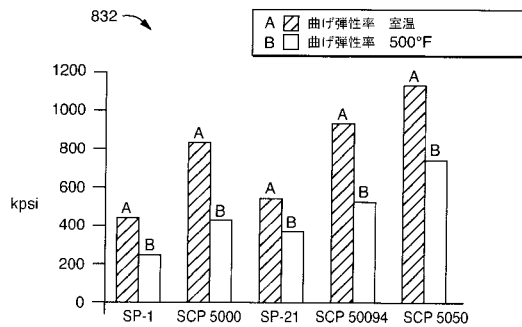


FIG. 8F

【図 9 A】

溶剤適合性材料試験 材料名 (材料表示)	
試験 #	溶剤
1	空気 (制御)
2	メタノール+ミリQ水 (50:50)
7	100% メタノール
10	100% THF (テトラヒドロフラン)
20	100% 水 (ミリQ)
23	100% ACN (アセトニトリル)
24	ACN+ミリQ水 (50:50)
3	ミリQ水内 0.2% 硝酸
8	EDTA (エチレンジアミン四酢酸) 2mM
12	アンモニウム硫酸化物 (50mM)
14	リン酸緩衝液 12pH
17	酢酸アンモニウム (50mM)
28	リン酸緩衝液 (10mM) pH 2.5
30	リン酸緩衝液 (10mM) pH 9
31	重炭酸アンモニウム (10mM)
32	アセトニトリル内 0.2% 硝酸
33	メタノール内 0.2% (ナノアクイティ)
36	ミリQ水内 1% 酢酸 (ナノアクイティ)
37	ACN内 1% 酢酸 (ナノアクイティ)
38	メタノール内 1% 酢酸 (ナノアクイティ)
39	アセトニトリルおよび水内 1% 硝酸 (ICP-MS 分析用)
40	ミリQ水内 0.1% 硝酸 (ICP-MS 分析用) pH 0.6
41	ミリQ水内 0.1% 硝酸 (ICP-MS 分析用) pH 2.0

FIG. 9A

【図 9 B】

4	100% IPA (イソプロパノール)
6	100% 塩化メチレン
9	酢酸エチル
16	クロロホルム
18	ヘキサン
19	100% TCB (トリクロロベンゼン)
22	100% DMF (ジメチルホルムアミド)
27	100% DMSO (ジメチルスルホキシド)
5	リン酸 (50%)
13	ミリQ水内硫酸 (20mM)
15	ミリQ水内硫酸 (6M)
26	ミリQ水内硫酸化ナトリウム (1M) pH 14
29	WEXIDE (5oz/1gal H2O)
11	ミリQ水内 0.1% TFA (トリフルオロ酢酸)
21	ミリQ水内 0.1% TEA (トリエチルアミン)
25	ミリQ水内 0.1% HFBA (ヘプタフルオロ酢酸)
34	アセトニトリル内 0.1% TFA (トリフルオロ酢酸) (ナノアクイティ)
35	メタノール内 0.1% TFA (トリフルオロ酢酸) (ナノアクイティ)

FIG. 9B

【図 9 C】

1.4 の生物学的適合性材料試験 材料名 (材料表示)	
試験 #	溶剤
1	空気 (制御)
2	100% ミリQ (または同等の 18 メガオーム) 水
3	100% HPLC グレード (または同等の) メタノール
4	100% HPLC グレード (または同等の) アセトニトリル
5	ミリQ (または同等) 水内 0.2% トリフルオロ酢酸 (TFA)
6	アセトニトリル内 0.2% トリフルオロ酢酸 (TFA)
7	ミリQ水内 0.1M トリエチルアンモニウムアセテート、pH 7.0 に調整
8	pH 7.8 のミリQ水内 0.15M トリエチルアンモニウムヘキサフルオロイソプロパノール
9	pH 6.0 に調整されたミリQ水内 0.1M リン酸ナトリウム/1M 塩化ナトリウム
10	pH 6.7 のミリQ水内 0.1M リン酸ナトリウム/0.1M 塩化ナトリウム
11	pH 4.4 に調整されたミリQ水内 0.50M 酢酸アンモニウム
12	pH 2.0 に調整されたミリQ水内 0.1M リン酸ナトリウム (二塩基) / 1M 塩化ナトリウム
13	ミリQ水内 0.1M 硫酸化ナトリウム/0.5M 酢酸ナトリウム、pH が 12.0 を超えることを確認
14	ミリQ水内 0.6M 塩酸

FIG. 9C

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC(8) - B01D 15/08 (2011.01) USPC - 73/61.56 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) IPC(8) - B01D 15/08, 15/10; G01N 30/00, 30/20 (2011.01) USPC - 73/61.65, 863, 863.71, 863.72, 864; 137/625.46; 251/356, 366 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) PatBase		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4,300,393 A (STEARNS) 17 November 1981 (17.11.1981) entire document	1-4, 6-9, 17-27, 32, 34-35
Y		5, 10-16, 28-31, 33, 36-37
Y	US 2009/0050212 A1 (DOURDEVILLE et al) 26 February 2009 (26.02.2009) entire document	5, 28-31
Y	US 2007/0095158 A1 (MAEDA) 03 May 2007 (03.05.2007) entire document	10-16, 36-37
Y	US 2007/0157709 A1 (GAMBLE et al) 12 July 2007 (12.07.2007) entire document	12, 33, 37
☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐		
* 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 22 February 2011		Date of mailing of the international search report 07 MAR 2011
Name and mailing address of the ISA/US Mail Stop PCT, Attn: ISA/US, Commissioner for Patents P.O. Box 1450, Alexandria, Virginia 22313-1450 Facsimile No. 571-273-3201		Authorized officer: Blaine R. Copenheaver PCT Helpdesk: 571-272-4300 PCT OSP: 571-272-7774

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(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), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, 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, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, 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

(72)発明者 リン, トニー・エイ
アメリカ合衆国、マサチューセッツ・01721、アツシユランド、ユニオン・ストリート・344、アパートメント・エイ

(72)発明者 モーラー, マーク・ダブリュ
アメリカ合衆国、マサチューセッツ・02364、キングストン、オルト・ラーニ・サークル・20

(72)発明者 コジオル, スタニスロウ
アメリカ合衆国、マサチューセッツ・02093、レンザム、メタコメット・ストリート・95

(72)発明者 ウソビツチ, ジェームズ・イー
アメリカ合衆国、マサチューセッツ・01570、ウェブスター、ブルーベリー・ヒル・36