

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11)特許番号

特許第3448644号
(P3448644)

(45)発行日 平成15年9月22日(2003.9.22)

(24)登録日 平成15年7月11日(2003.7.11)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	
F 0 4 B 37/16		F 0 4 B 37/16	Z
F 1 6 K 5/02		F 1 6 K 5/02	E
	11/083		11/083 Z
// B 0 1 J 37/00		B 0 1 J 37/00	Z

請求項の数6(全 6 頁)

(21)出願番号 特願2000-326877(P2000-326877)
(22)出願日 平成12年10月26日(2000.10.26)
(65)公開番号 特開2002-130124(P2002-130124A)
(43)公開日 平成14年5月9日(2002.5.9)
審査請求日 平成12年10月26日(2000.10.26)

(73)特許権者 391012224
名古屋大学長
愛知県名古屋千種区不老町(番地なし)
(72)発明者 野田 敏昭
岐阜県多治見市赤坂町2-31-1
(72)発明者 香月 真澄
岐阜県多治見市市之倉町13-44-19
(72)発明者 夏目 秀子
愛知県春日井市追進町1-10
(72)発明者 北村 雅人
愛知県名古屋千種区春岡町2-4
(74)代理人 100058479
弁理士 鈴江 武彦 (外5名)
審査官 刈間 宏信

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 真空排気兼不活性ガス導入装置

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】 真空ポンプに接続された真空排気ラインと、
不活性ガスの供給源に接続された不活性ガス導入ラインと、
反応室に接続された共用ラインと、
第一ポート、第二ポート及び第三ポートを備えた真空圧
両用コックとを備え、
前記真空圧両用コックの第一ポートに真空排気ライン
が、第二ポートに不活性ガス導入ラインが、第三ポート
に共用ラインがそれぞれ接続され、前記真空圧両用コ
ックの中栓の回転角度を変えることによって、第三ポート
に第一ポートが接続された状態と、第三ポートに第二ポ
ートが接続された状態との間での切り替えが行われ、
前記真空圧両用コックのハウジングの先端部分には減圧

室が設けられ、この減圧室によって前記中栓がハウジン
グの先端方向に引き寄せられる様に構成されていること
を特徴とする真空排気兼不活性ガス導入装置。

【請求項2】 前記第一ポート及び前記第二ポートが、
前記ハウジングの一方の側面に、中栓の回転軸方向に並
んで形成され、
前記第三ポートが、前記一方の側面の反対側に当たる側
面に形成され、
前記中栓には、回転軸に対して斜めに交差する二つの貫
通孔が形成され、
前記中栓を180度回すことによって、前記二つの貫通
孔の一方を介して第三ポートに第一ポートが接続された
状態と、他方の貫通孔を介して第三ポートに第二ポ
ートが接続された状態との間での切り替えが行われるよ
うに、前記真空圧両用コックが構成されていることを特徴

とする請求項1に記載の真空排気兼不活性ガス導入装置。

【請求項3】 前記真空排気ラインが、溶剤トラップを介して前記真空ポンプに接続されていることを特徴とする請求項1に記載の真空排気兼不活性ガス導入装置。

【請求項4】 前記真空圧両用コックが複数個並列に設けられ、これらの各真空圧両用コックに、それぞれ、前記真空排気ライン、前記不活性ガス導入ライン及び前記共用ラインが接続されていることを特徴とする請求項1に記載の真空排気兼不活性ガス導入装置。

【請求項5】 第一ポート、第二ポート及び第三ポートが設けられ、内面にスリ合わせ面が形成された円錐台状のハウジングと、

外面にスリ合わせ面が形成され、このスリ合わせ面を介して前記ハウジングの内側に嵌合し、内部に貫通孔が設けられた中栓とから構成され、

前記中栓の回転角度を変えることによって、前記貫通孔を介して第三ポートに第一ポートが接続された状態と、前記貫通孔を介して第三ポートに第二ポートが接続された状態との間での切り替えが行われ、

前記ハウジングの先端部分には減圧室が設けられ、この減圧室によって、前記中栓がハウジングの先端方向に引き寄せられる様に構成されていることを特徴とする真空圧両用コック。

【請求項6】 前記第一ポート及び前記第二ポートが、前記ハウジングの一方の側面に、中栓の回転軸方向に並んで形成され、

前記第三ポートが、前記一方の側面の反対側に当たる側面に形成され、

前記中栓には、回転軸に対して斜めに交差する二つの貫通孔が形成され、

前記中栓を180度回すことによって、前記二つの貫通孔の一方を介して第三ポートに第一ポートが接続された状態と、貫通孔の他方を介して第三ポートに第二ポートが接続された状態との間での切り替えが行われるように構成されていることを特徴とする請求項5に記載の真空圧両用コック。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、例えば分子不斉触媒の合成装置などの様な、反応室内の空気汚染を極めて低いレベルに抑える必要がある反応装置において使用される真空排気兼不活性ガス導入装置の構造に関する。

【0002】

【従来の技術】分子不斉触媒は、高活性を備え、物質変換の中核的技術の一つとして世界的に認識されている。分子不斉触媒は、高度文明社会の継続的維持・発展に向けて新たな価値をもつ機能性有機物質の創製の鍵を握るものである。わが国はこの分野において先導的な立場にあり、圧倒的に優れた分子不斉触媒が続々と開拓されて

いる状況にある。工業化された分子不斉触媒反応の数は、我が国の伝統的産業である微生物・酵素法に比較して、現段階では決して多くはないが、今後、その数が加速度的に増加すると予想される。分子不斉触媒は、医薬品製造産業に限らず、材料科学産業分野で広く利用される可能性が高い。

【0003】分子不斉触媒を合成する際、反応室内を真空排気するライン（真空排気ライン）と、反応室内に不活性ガスを導入するライン（不活性ガス導入ライン）とに、同一のガラス管が使用されると、真空排気工程から不活性ガス導入工程へ切り替える際に、反応室内に空気が侵入して反応室内が汚染され易いという問題が生じる。

【0004】このような問題を解決すべく、真空排気ライン及び不活性ガス導入ラインを三方コック（三口のコック）を介して反応室に接続する構造（「二系統ライン」）が提案されている。このような構造を採用することによって、真空排気工程から不活性ガス導入工程への切り替えを速やかに行うことができるので、反応室内への空気の侵入が抑制される。しかし、このような三方コックを採用した場合には、反応室内を加圧した時に中栓が抜け出て反応室内が空気で汚染されるおそれがあった。更に、中栓が勢い良く飛び出すことによる安全上の問題もあった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、以上の様な分子不斉触媒の合成装置における真空排気ライン及び不活性ガス導入ラインの構成についての問題点を鑑み成されたもので、本発明の目的は、分子不斉触媒の合成装置において、反応室内の真空排気と反応室内への不活性ガス導入と間の切り替えを速やかに行うことが可能で、気密性に優れ、且つ、操作の際の安全性にも優れた真空排気兼不活性ガス導入装置を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明の真空排気兼不活性ガス導入装置は、真空ポンプに接続された真空排気ラインと、不活性ガスの供給源に接続された不活性ガス導入ラインと、反応室に接続された共用ラインと、第一ポート、第二ポート及び第三ポートを備えた真空圧両用コックとを備え、前記真空圧両用コックの第一ポートに真空排気ラインが、第二ポートに不活性ガス導入ラインが、第三ポートに共用ラインがそれぞれ接続され、前記真空圧両用コックの中栓の回転角度を変えることによって、第三ポートに第一ポートが接続された状態と、第三ポートに第二ポートが接続された状態との間での切り替えが行われ、前記真空圧両用コックのハウジングの先端部分には減圧室が設けられ、この減圧室によって前記中栓がハウジングの先端方向に引き寄せられる様に構成されていることを特徴とする。

【0007】本発明の真空排気兼不活性ガス導入装置に

よれば、反応室内を真空に排気するライン（真空排気ライン）と、反応室内に不活性ガスを導入するライン（不活性ガス導入ライン）とを、互いに別系統で構成するとともに、両ラインと反応室との間を、上記の構造を備えた真空圧両用コックを介して接続しているため、反応室内の真空排気と反応室内への不活性ガス導入と間の切り替えを、上記の真空圧両用コックを回転することによって、一つの動作で速やかに行うことができる。これによって、この様なラインの切り替えの際に問題となる反応室内への空気の侵入を防止することができる。

【0008】また、上記の真空圧両用コックは、先端部に真空に減圧された減圧室を備えているため、反応室内を加圧したときにコックの中栓が抜け出すおそれがない。更に、コックのスリ合わせ面の圧力が高く保たれるため、反応室内を真空排気したときに、スリ合わせ部からのリークを確実に防止することができる。

【0009】この結果、本発明の真空排気兼不活性ガス導入装置によれば、反応室内の空気汚染の要因を減らすことができる。また、本発明の真空排気兼不活性ガス導入装置は、操作の際の安全性にも優れている。

【0010】好ましくは、本発明の真空排気兼不活性ガス導入装置で使用される前記真空圧両用コックは、前記第一ポート及び前記第二ポートが、前記ハウジングの一方の側面に、中栓の回転軸方向に並んで形成され、前記第三ポートが、前記一方の側面の反対側に当たる側面に形成され、前記中栓には、回転軸に対して斜めに交差する二つの貫通孔が形成され、前記中栓の回転角度を180度切り替えることによって、前記二つの貫通孔の一方を介して第三ポートに第一ポートが接続された状態と、貫通孔の他方を介して第三ポートに第二ポートが接続された状態との間での切り替えが行われるように構成される。

【0011】好ましくは、本発明の真空排気兼不活性ガス導入装置において、前記真空排気ラインは、溶剤トラップを介して前記真空ポンプに接続される。

【0012】

【発明の実施の形態】図1及び図2に、本発明に基づく真空排気兼不活性ガス導入装置の構成を示す。図1及び図2は、それぞれ、上面図及び正面図である。

【0013】図1に示した上面図において、上側に配置されているラインが真空排気ライン10であり、下側に配置されているラインが不活性ガス導入ライン20である。図2に示した正面図では、真空排気ライン10は、不活性ガス導入ライン20の後方に隠れており、その右端部分のみが図中に僅かに表われている。

【0014】真空排気ライン10の一端（図では右端側）は、フランジ11（改良型SKK40；ガラスフランジ面にOリング溝を入れ、バイトン製のOリングで密閉度を高めたもの）を介して、真空コック13の一方のポート13aに接続されている。真空コック13の他方

のポート13bは、その先端部分が溶媒トラップ15の中に挿入されている。溶媒トラップ15は、フランジ16（KN50）を介して、配管17に接続され、この配管17の先に真空ポンプ（図示せず）が接続されている。

【0015】なお、分子不斉触媒を合成する際には、真空ポンプとして、 10^{-4} から 10^{-7} mmHg（ 1.33×10^{-2} ～ 1.33×10^{-5} Pa）まで減圧可能な真空ポンプ（例えば、ロータリーポンプ単独使用や油拡散ポンプとの併用）が使用される。

【0016】溶媒トラップ15は、液体窒素が貯えられた冷媒浴（図示せず）の中に浸漬されている。合成装置の反応室（図示せず）内を真空排気する際、溶媒トラップ15は、排気されるガス中の溶剤類（例えば、ハロゲン系溶剤、炭化水素系溶剤、エーテル系溶剤、水、アルコールなど）を凝縮し、それらが配管17を通過して真空ポンプ（図示せず）内に侵入することを防止する。

【0017】配管17の途中から枝管18aが分岐され、この枝管18aの先にヤングコック18が接続されている。このヤングコック18は、合成作業の終了後に溶剤トラップ15内を常圧に戻す際に使用される。

【0018】真空排気ライン10の他端（図では左端側）は閉じられている。真空排気ライン10の他端の近傍から枝管12aが分岐され、この枝管12aの先にヤングコック12が接続されている。このヤングコック12は、不活性ガス導入ライン20に接続され、通常は閉鎖されている。このヤングコック12は、必要に応じて不活性ガス導入ライン20内を減圧する際に使用される。

【0019】不活性ガス導入ライン20の一端（図では左端側）は、ヤングコック21を介して、不活性ガスの供給源（図示せず；この例では、アルゴンガスボンベ）に接続されている。

【0020】不活性ガス導入ライン20の他端（図では右端側）は閉じられている。不活性ガス導入ライン20の他端の近傍から枝管22aが分岐され、この枝管22aの先に、フランジ22（改良型SKK30；ガラスフランジ面にOリング溝を入れ、バイトン製のOリングで密閉度を高めたもの）を介して、ピラニ真空計23が接続されている。このピラニ真空計23は、ヤングコック12を開放にして、系全体の真空度を調査する際に使用される。

【0021】真空排気ライン10及び不活性ガス導入ライン20は、並列に配置された4個の真空圧両用コック30a～d（三口のコック）を介して、合成装置の各反応室部分（図示せず）にそれぞれ接続されている。

【0022】図3に、この真空圧両用コック30の断面図（真空圧両用コック30a～dの間で共通）を示す。真空圧両用コック30は、ハウジング35（メス栓）とハウジング35の内側に嵌合する中栓37（オス栓）に

よって構成される。

【0023】ハウジング35は、円錐台状の形状を備え、その内面にスリ合わせ面が形成され、その側面に第一ポート31、第二ポート32及び第三ポート33が設けられている。この例では、第一ポート31及び第二ポート32が、ハウジング35の一方の側面(図3では上側)に、中栓37の回転軸方向(図3では左右方向)に並んで形成され、第三ポート33が、反対側の側面(図3では下側)に形成されている。

【0024】中栓37は、その外面にスリ合わせ面が形成され、このスリ合わせ面を介してハウジング35の内側に嵌合している。中栓37には、その回転軸に対して斜めに交差する二つの貫通孔38a、38bが形成されている。中栓37を180度回すことによって、一方の貫通孔38aを介して第三ポート33に第一ポート31が接続された状態と、他方の貫通孔38bを介して第三ポート33に第二ポート32が接続された状態との間の切り替えを、一つの動作で行うことができる。

【0025】ハウジング35の先端部分には、略球形の空洞部36(減圧室)が設けられ、この空洞部36の内部は減圧されている。これによって、中栓37が空洞部36の方向に引き寄せられるので、反応室内を加圧したとき中栓37がハウジング35から抜け出すトラブルが防止されるとともに、コックのスリあわせ面に圧力が加えられ、高い気密性が確保される。

【0026】図3に示す様に、真空排気ライン10は真空圧両用コック30の第一ポート31に接続され、不活性ガス導入ライン20は真空圧両用コック30の第二ポート32に接続され、合成装置の各反応室部分(図示せず)は真空圧両用コック30の第三ポート33に接続されている。従って、真空圧両用コック30を操作することによって、合成装置の各反応室部分(図示せず)を真空排気ラインに接続した状態から不活性ガス導入ラインに接続した状態への切り替えを(あるいは、その逆方向に切り替えを)、一つの動作で瞬時に行うことができる。

【0027】なお、図1及び図2に示した例では、真空排気ライン10及び不活性ガス導入ライン20は、真空圧両用コック30a及びゴム止め41を介して合成装置の第一のフラスコ(図示せず)に接続され、真空圧両用コック30b及びゴム止め42を介して第二のフラスコ(図示せず)に接続され、真空圧両用コック30c及びスリ合わせ43を介して第三のフラスコ(図示せず)に接続され、真空圧両用コック30d及びボールジョイント44を介して第四のフラスコ(図示せず)に接続されている。

【0028】

【発明の効果】本発明の真空排気兼不活性ガス導入装置

によれば、合成装置の反応室部分を真空排気ラインに接続した状態から不活性ガス導入ラインに接続した状態への切り替えを(あるいは、その逆方向に切り替えを)、一つの動作で瞬時に行うことができる。これによって、真空排気後のライン切り替えの際に問題となる反応室内への空気の侵入を防止することができる。

【0029】本発明の真空排気兼不活性ガス導入装置によれば、反応室内の空気汚染を大幅に減らすことができるので、高い純度を備えた分子不斉触媒を、効率良く合成することができる。なお、本発明の真空排気兼不活性ガス導入装置は、分子不斉触媒の他に、空気あるいは水による汚染に対して極めて不安定な各種金属錯体の合成の際にも有用である。

【0030】更に、本発明の真空排気兼不活性ガス導入装置によれば、反応室内を加圧したときに三方コックの中栓が抜け出すトラブルを防止することができるので、装置の安全性も改善される。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に基づく真空排気兼不活性ガス導入装置の構成を示す上面図。

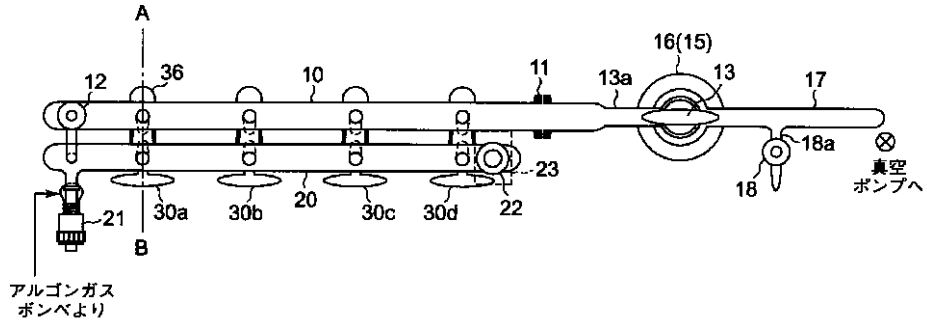
【図2】本発明に基づく真空排気兼不活性ガス導入装置の構成を示す正面図。

【図3】本発明に基づく真空排気兼不活性ガス導入装置で使用される真空圧両用コックの構造を示す断面図。

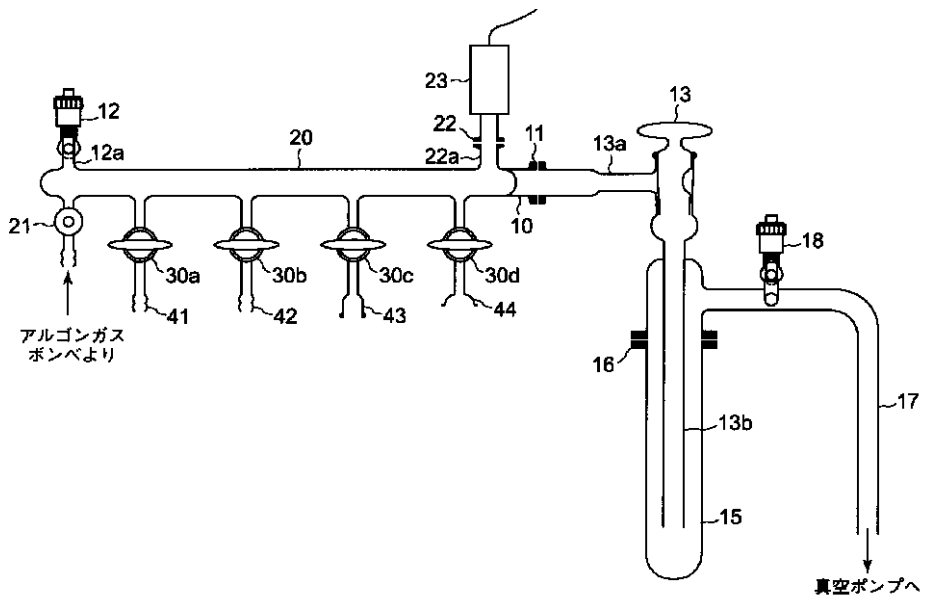
【符号の説明】

- 10・・・真空排気ライン、
- 11・・・フランジ(改良型SKK40)、
- 12・・・ヤングコック、
- 13・・・真空コック、
- 15・・・溶剤トラップ、
- 16・・・フランジ(KN50)、
- 17・・・配管、
- 18・・・ヤングコック、
- 20・・・不活性ガス導入ライン、
- 22・・・フランジ(改良型SKK30)、
- 23・・・ピラニ真空計、
- 30、30a~d・・・真空圧両用コック、
- 31・・・第一ポート、
- 32・・・第二ポート、
- 33・・・第三ポート、
- 35・・・ハウジング
- 36・・・空洞部、
- 37・・・中栓、
- 38a、38b・・・貫通孔、
- 41、42・・・ゴム止め、
- 43・・・スリ合わせ、
- 44・・・ボールジョイント。

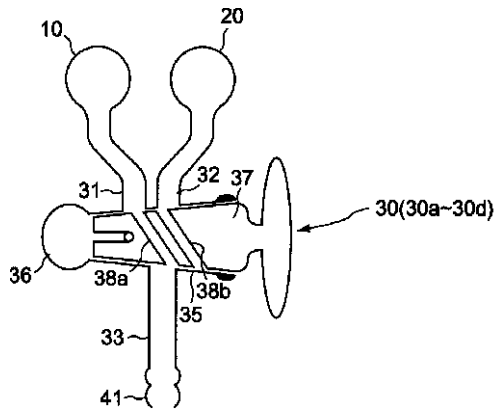
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開 平11 - 101362 (J P , A)
特開 平 9 - 158833 (J P , A)
特開 平 2 - 107775 (J P , A)
特開 平 4 - 155912 (J P , A)
特開2000 - 249058 (J P , A)
特開 平 2 - 213677 (J P , A)
特開 昭49 - 57418 (J P , A)
実開 昭53 - 34031 (J P , U)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, D B 名)
F04B 37/16
F16K 5/02
F16K 11/083