

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2002-130124  
(P2002-130124A)

(43) 公開日 平成14年5月9日 (2002.5.9)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード* (参考)
F 0 4 B	37/16	F 0 4 B 37/16	Z 3 H 0 5 4
F 1 6 K	5/02	F 1 6 K 5/02	E 3 H 0 6 7
	11/076	11/076	Z 3 H 0 7 6
// B 0 1 J	37/00	B 0 1 J 37/00	Z 4 G 0 6 9

審査請求 有 請求項の数 6 O L (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)

(71) 出願人 391012224

名古屋大学長

愛知県名古屋市千種区不老町 (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

愛知県名古屋市千種区春岡町 2-4

(74) 代理人 100058479

弁理士 鈴江 武彦 (外 5 名)

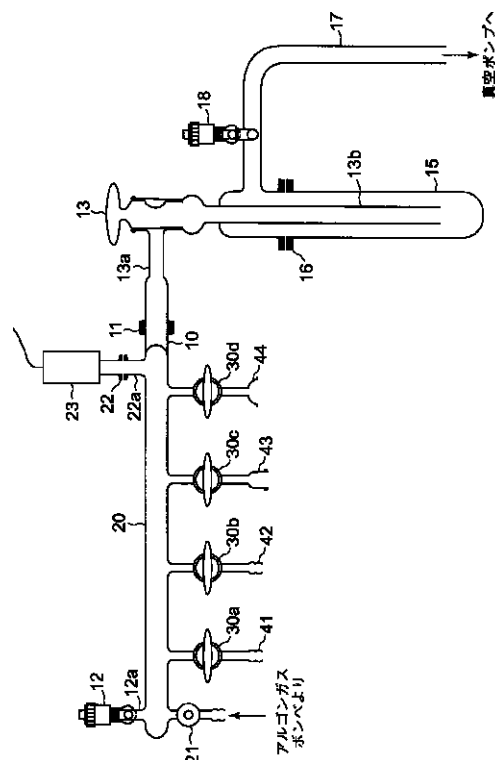
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 真空排気兼不活性ガス導入装置

(57) 【要約】

【課題】 分子不斉触媒の合成装置等において、反応室内の真空排気と不活性ガス導入との切り替えを速やかに行うことができる真空排気兼不活性ガス導入装置を提供する。

【解決手段】 真空排気ライン 10 は、真空コック 13 及び溶剤トラップ 15 を介して真空ポンプに接続されている。不活性ガス導入ライン 20 は、ヤングコック 21 を介してアルゴンガスポンプに接続されている。真空圧両用コック 30 のハウジング 35 の先端部分には減圧室 36 が設けられ、中栓 37 は減圧室 36 の方向に引き寄せられている。真空圧両用コック 30 の第一ポート 31 に真空排気ライン 10 が、第二ポート 32 に不活性ガス導入ライン 20 が接続され、第三ポート 33 には合成装置の各反応室が接続されている。真空圧両用コック 30 の中栓 37 の回転角度を変えることにより、ラインの接続状態を切り替える。



**【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續々と開拓されて  
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  
速的に増加すると予想される。分子不斉触媒は、医農  
薬製造産業に限らず、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】**

この様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。この様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、この様な三方コック

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ので、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ので、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ので、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（ $1.33 \times 10^{-2}$ ～ $1.33 \times 10^{-5}$ 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 12 a が分岐され、この枝管 12 a 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 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 22 a が分岐され、この枝管 22 a の先に、フランジ 22（改良型 S K K 30；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 30 a ~ 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 30 a ~ 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 38 a、38 b 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 38 a 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 38 b 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での切り替えを、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 30 a 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 30 b 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 30 c 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 30 d 及びポールジョイント 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。

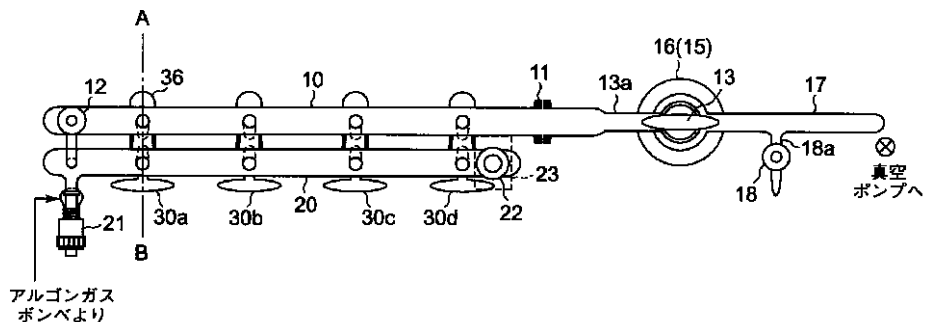
【図3】本発明に基づく真空排気兼不活性ガス導入装置  
で使用される真空圧両用コックの構造を示す断面図。

【符号の説明】

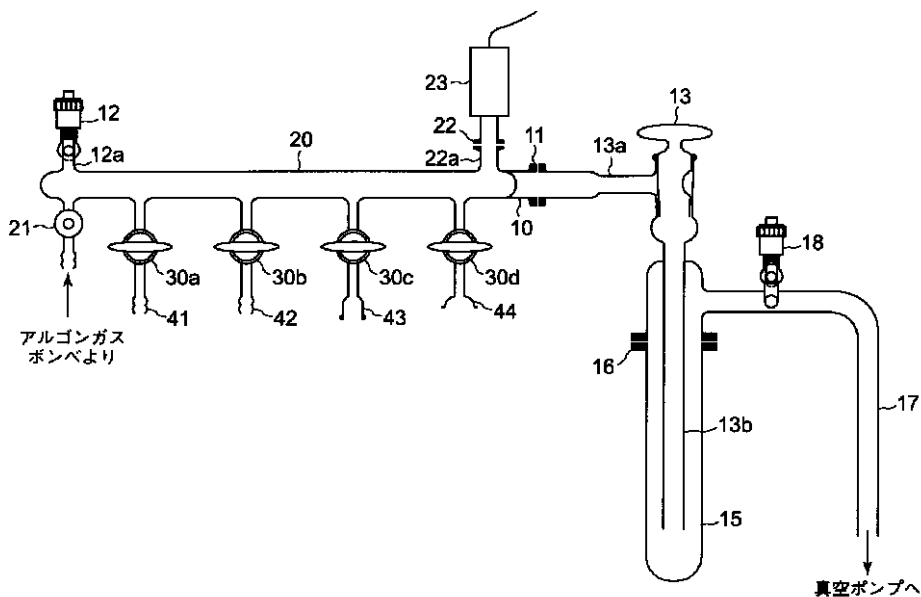
- 10・・・真空排気ライン、
- 11・・・フランジ(改良型SKK40)、
- 12・・・ヤングコック、
- 13・・・真空コック、
- 15・・・溶剤トラップ、
- 16・・・フランジ(KN50)、
- 17・・・配管、
- 18・・・ヤングコック、
- 20・・・不活性ガス導入ライン、
- 22・・・フランジ(改良型SKK30)、

- 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。

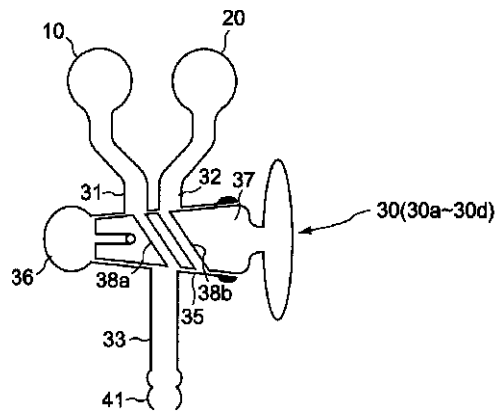
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

Fターム(参考) 3H054 AA01 BB16 BB19 BB24 BB30  
CA03 CC01 GG01 GG14  
3H067 AA22 CC32 CC42 CC55 DD03  
DD12 DD23 EA05 EC01 FF17  
GG05 GG26 GG28  
3H076 AA21 AA40 BB21 BB41 BB43  
CC41 CC91 CC97  
4G069 AA08 CB57 FB79