

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4754873号
(P4754873)

(45) 発行日 平成23年8月24日(2011.8.24)

(24) 登録日 平成23年6月3日(2011.6.3)

(51) Int.Cl.

G01F 23/22 (2006.01)
G01N 35/10 (2006.01)

F 1

G01F 23/22
G01N 35/06H
C

請求項の数 15 外国語出願 (全 17 頁)

(21) 出願番号 特願2005-141824 (P2005-141824)
 (22) 出願日 平成17年5月13日 (2005.5.13)
 (65) 公開番号 特開2005-345466 (P2005-345466A)
 (43) 公開日 平成17年12月15日 (2005.12.15)
 審査請求日 平成20年3月3日 (2008.3.3)
 (31) 優先権主張番号 04076435.9
 (32) 優先日 平成16年5月14日 (2004.5.14)
 (33) 優先権主張国 欧州特許庁 (EP)

(73) 特許権者 591003013
 エフ. ホフマン-ラ ロシュ アーゲー
 F. HOFFMANN-LA ROCHE
 E AKTIENGESELLSCHAFT
 スイス・シーエイチ-4070バーゼル・
 グレンツアーヘルストラツセ124
 (74) 代理人 100091096
 弁理士 平木 祐輔
 (74) 代理人 100096183
 弁理士 石井 貞次
 (74) 代理人 100118773
 弁理士 藤田 節
 (74) 代理人 100122389
 弁理士 新井 栄一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】ピペットニードルと容器中の液体との接触を検出するための液面検出装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ピペットニードルと容器に入っている液体との接触を検出するための液面検出装置であつて、

(a) ある機械的共振周波数をもち且つ

- (a.1) ピペットニードル(12)、
- (a.2) このピペットニードル(12)を保持するためのニードルホルダー(14)、
- (a.3) このピペットニードル(12)に機械的に接続された電気機械変換器(15)、

を有する検出器ヘッド部、

(b) 駆動信号を発生させ且つその信号を電気機械変換器(15)に加えて前記共振周波数でピペットニードル(12)の振動を引き起こすための電気信号発生手段(16)、

(c) この駆動信号によりピペットニードル(12)が駆動される時のその振動を表す、電気機械変換器(15)から出される電気信号パラメーターを測定するための手段、および

(d) このパラメーターの経時変化を評価してピペットニードル(12)と容器(11)に入っている液体(28)との接触を検出し且つその評価の結果を表す信号を出すための手段(17)、
を有してなる上記装置。

【請求項 2】

前記評価するための手段が、その振動信号の位相の経時変化を評価するための手段を有している請求項 1 に記載の液面検出装置。

【請求項 3】

10

20

前記評価するための手段が、その振動信号の振幅の経時変化を評価するための手段を有している請求項1に記載の液面検出装置。

【請求項4】

前記評価するための手段が、容器(11)の上端部にある開口部を閉じているキャップまたはカバー(13)の有無に関する利用可能な情報を考慮に入れるための手段を有している請求項1に記載の液面検出装置。

【請求項5】

前記評価するための手段が、容器(11)中の液体液面の垂直位置に関する利用可能な情報を前記経時変化に対する時間窓として考慮に入れるための手段を有している請求項1に記載の液面検出装置。

10

【請求項6】

前記評価するための手段が、容器(11)に入っている液体の量に関する利用可能な情報と、その容器の形状、寸法および垂直位置に関する利用可能な情報とから、その容器(11)中の液体液面の垂直位置を計算し、当該垂直位置に対応する前記時間窓を設定するための手段を有している請求項5に記載の液面検出装置。

【請求項7】

電気機械変換器(15)およびそのピペットニードル(12)への機械的結合がピペットニードルをその長さ方向に振動を引き起こすようにされている請求項1に記載の液面検出装置。

【請求項8】

電気機械変換器(15)およびそのピペットニードル(12)への機械的結合がピペットニードルを軸に対して曲げる方向に振動を引き起こすようにされている請求項1に記載の液面検出装置。

20

【請求項9】

前記検出器ヘッド部は、その共振周波数でのピペットニードル(12)の自由先端部における振動の振幅を最大化するように、ピペットニードル(12)の他端を前記電気機械変換器(15)に直接結合する請求項1に記載の液面検出装置。

【請求項10】

与えられたピペットニードル(12)の駆動信号を周波数掃引し、その共振曲線を測定する手段と、

ピペットニードル(12)をその長さ方向に振動させる長さモード及びピペットニードル(12)を軸に対して曲げる方向に振動させる曲げモードにそれぞれ対応する共振周波数を、ピペットニードルのタイプ別に格納するテーブルと、

30

測定された共振周波数と前記テーブルに格納された共振周波数とを比較し、ピペットニードル(12)のタイプ、実施形態に適した振動モード及び共振周波数を自動的に見つける手段をさらに有している請求項1に記載の液面検出装置。

【請求項11】

環境温度の変化又は電気機械変換器とピペットニードル間の機械的結合の変化によって、ピペットニードル(12)をその長さ方向に振動させる長さモード又はピペットニードルを軸に対して曲げる方向に振動させる曲げモードにおける共振周波数に変化がもたらされた場合に、その駆動信号の周波数を元の共振周波数に戻すための制御回路を、電気信号発生手段(16)が有している請求項1に記載の液面検出装置。

40

【請求項12】

与えられたピペットニードル(12)の駆動信号を周波数掃引し、その共振曲線を測定する手段と、

ピペットニードル(12)をその長さ方向に振動させる長さモード及びピペットニードル(12)を軸に対して曲げる方向に振動させる曲げモードにそれぞれ対応する共振周波数を、ピペットニードルのタイプ別に格納するテーブルと、

測定された共振周波数と前記テーブルに格納された共振周波数とを比較し、ピペットニードル(12)の存在または不存在を検出するための手段をさらに有している請求項1に記載の液面検出装置。

50

【請求項 1 3】

与えられたピペットニードル(12)の駆動信号を周波数掃引し、その共振曲線を測定する手段と、

ピペットニードル(12)をその長さ方向に振動させる長さモード及びピペットニードル(12)を軸に対して曲げる方向に振動させる曲げモードにそれぞれ対応する共振周波数を、ピペットニードルのタイプ別に格納するテーブルと、

測定された共振周波数と前記テーブルに格納された共振周波数とを比較し、ピペットニードル(12)の変形または欠陥を検出するための手段をさらに有している請求項 1 に記載の液面検出装置。

【請求項 1 4】

10

パラメーターの経時変化を評価して、ピペットニードル(12)と容器(11)の底壁との望ましくない接触を検出するための手段をさらに有している請求項 1 に記載の液面検出装置。

【請求項 1 5】

請求項 1 ~ 1 4 のいずれか 1 項に記載の液面検出装置を有している、ピペットニードル(12)により容器(11)に入っている液体からピペット操作で液体容量を出し入れするためのピペット装置。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0 0 0 1】**

本発明はピペットニードルと容器に入っている液体との接触を検出するための液面検出装置（レベルセンサー）に関する。

20

【0 0 0 2】

本発明はさらに上記した種類の液面検出装置を有している、ピペットニードルにより容器に入っている液体から液体容量をピペット操作で出し入れするためのピペット装置に関する。

【背景技術】**【0 0 0 3】**

液体液面（レベル）の検出は自動化学分析器において重要な役割を演じ、それによりピペット操作工程がより良く制御される。ピペット操作を行う場合、容器に入っている液体のサンプルを吸引するためあるいはその容器中の液体に他の液体容量を送達するためにピペットニードルはその容器中の液体と接触する。持ち越し（キャリーオーバー）を減らしまたピペットシステムの所望の精度を得るには、ピペットニードルと容器の内容物との接触を最小限にする必要がある。この目的のために液体液面の検出は重要な役割を演じる。

30

【0 0 0 4】

液体液面の検出法の多くは通常の状況下では信頼の置けるものであるが、ピペットシステムの操作の中にピペットニードルで容器の蓋を突き通すことがある場合あるいはピペットニードルが容器に入っている液体の表面に到達する前に泡に出くわす場合は失敗するものである。

【0 0 0 5】

40

通常試薬の貯蔵に使われるカバーで閉じられた液体の入った容器の場合、ピペットシステムの液面検出器は容器のカバーまたは蓋（膜、フォイル）の下に在る液体液面を検出できるべきである。化学分析で広く使われている静電容量式液面検出器はこのような場合適切に働かず、また湿ったカバーに出会うと液体表面の検出を間違って示す。また静電容量式液体検出器は多くの場合液体表面上に存在する泡を液体液面であると間違って検出する。

【発明の開示】**【0 0 0 6】**

従って本発明の第 1 の目的は、たとえピペットニードルが液体表面に到達するために容器のカバーを突き通らなければならなくともあるいはピペットニードルが液体表面に到達するために泡の中を通らなければならなくともピペットニードルと容器に入っている液体

50

との接触を信頼性良く検出できる液面検出装置を提供することにある。

【0007】

本発明の第1の態様によればこの第1の目的は請求項1に記載の液面検出装置により達成される。好ましい実施形態は従属の請求項に記載されている。

【0008】

本発明の第2の目的は、上記に加えて、ピペットニードルがピペット装置の中に存在するかしないか、またそのピペットニードルに変形があるかどうか、さらにはピペットニードルと身体との望ましくない接触があるかどうかを確かめることができる液面検出装置を提供することである。本発明の第2の態様によれば上記第2の目的は請求項20、21および22に記載の液面検出装置の実施形態でそれぞれ達成される。

10

【0009】

本発明の第3の態様によれば上記第1および第2の目的は請求項23に記載のピペット装置で好適に達成される。

【発明を実施するための最良の形態】

【0010】

次に本発明を添付の図面を参照しながらその好ましい実施形態により説明する。これらの実施形態は本発明の理解を助けるためのものであり、限定するものとるべきでない。

【0011】

本発明による装置の好ましい実施形態の例

本発明の第1の態様による液面検出装置をピペット装置の一部として以下に説明する。しかしながらこのような液面検出装置は、例として以下で説明するもの以外の用途にも適している。

20

【0012】

本発明の第2の態様によるピペット装置を図1～13を参照しながら以下に説明する。このピペット装置は、容器のカバーまたは蓋13を突き通すのに適しているピペットニードル12によりある液体容量を容器11の中に注入するのに適している。図1に示すピペット装置は、ピペットニードル12と容器11に入っている液体28の表面27との接触を検出するための液面検出装置を有している。

【0013】

図1に示すように、本発明によるピペット装置は、

30

- ・ピペットニードル12、ニードルホルダー14および電気機械変換器15を有している検出器ヘッド部、
- ・所定周波数でピペットニードル12の振動を引き起こすために電気機械変換器15に加えられる電気駆動信号を発生させるための信号発生部16、
- ・ピペットニードル12の振動を代表する、電気機械変換器15の出力信号を処理することで液面を検出する電子回路部17、
- ・ニードル12と加圧源もしくは減圧源とをつないでいる管路19とニードル12とを流体連通する接続部18、
- ・ニードルホルダー14を移送するための移送システム21、および
- ・システム全体の操作を制御するための制御ユニット22、

を有している。

40

【0014】

ピペットニードル12は好ましくは鋼鉄からできており、その長さの大部分は同じ断面をもつ。ニードル12のこの部分はニードル12の全長の2分の1超に亘って延びる。好ましい実施形態では、ニードル12の末端部である送達先端部23の部分は上記したニードル12部分よりも小さい断面をもつ。ピペットニードル送達先端部の反対側にあるピペットニードル12末端部はニードルホルダー14にボルト付けされている。つまりニードルホルダー14とピペットニードル12は互いにボルト接続により接続されている。

【0015】

上記した検出器ヘッド部の構造は、ニードル12の自由先端部である送達先端部23における

50

る検出器ヘッド部の共振周波数の内の1つでの振動の振幅を最大化するような形状および寸法とする。この共振周波数はニードル12の寸法および機械特性により実質的に決まる。この共振特性の係数を高くするために変換器15はニードル12に直接結合する。

【0016】

好ましい実施形態では、ピペットニードル12は、電気機械変換器15を取り外さなければならぬことなく交換可能に取り付けられる。

【0017】

電気機械変換器15は、例えばピペットニードル12に機械的に接続された圧電変換器である。この圧電変換器は1個または複数個の圧電変換素子を有している。圧電変換器15は、ピペットニードル12の長さモードまたは曲げモードの振動を発生させるのに必須でありまた発生した振動を正確に測定するのにも必須である適切な機械的接続を達成するためにピペットニードル12にクランプ接続するかまたは接着する。好ましい実施形態では、圧電変換器15およびそのピペットニードル12への機械的結合は、ピペットニードル12の長さモードの振動を引き起こすようにつくられる。このためには圧電変換器15は好ましくは軸方向に偏極した圧電チューブかあるいは圧電リングの積重ねとするが、この結果圧電変換器15は、信号発生部16により発生される励起電圧がそれに加えられた場合主に軸方向における長さモードの変形を生じる。

10

【0018】

もう1つの好ましい実施形態では、圧電変換器15およびそのピペットニードル12への機械的結合は、ピペットニードルの曲げモードの振動を引き起こすようにつくられる。これは、圧電変換器にニードル12の曲げモードの振動を引き起こす駆動信号を加えることにより達成される。

20

【0019】

好ましい実施形態では電気機械変換器15は単一の圧電変換器であるが、この圧電変換器は、信号発生部16により加えられる駆動信号に応答してピペットニードルの振動を引き起こすための動作素子と同時にこのニードルの振動を表し且つそれに対応する測定信号を出すための検出素子としても用いられる。この場合この液面検出装置は好ましくは、この単一の圧電変換器15を流れる電流を測定するための且つその測定された電流を振動信号として、すなわちピペットニードルの機械的振動を表す信号として出すための通常の測定用回路部を有している。この変換器15の実施形態の利点はその構造が単純であること（これはたったの1個の圧電変換器とたったの2本の接続リード線を有している）と価格が比較的安いことである。

30

【0020】

もう1つの好ましい実施形態では、電気機械変換器15は、図2に示す変換器15およびニードルホルダー14の構成を有している。この場合電気機械変換器15は動作素子として使用される第1の圧電変換器25および検出素子として使用される第2の圧電変換器26を有している。圧電変換器25は信号発生部16と電気的に接続されていてそこからの駆動信号を受ける。圧電変換器26はピペットニードル12の機械的振動を表す電気出力信号を出す。この信号は電子回路部17に伝送される。この変換器15の実施形態の利点は、良質の振動信号すなわちより高い信号対雑音比をもつ信号を出すことで、それによって精度が高く信頼性の高い液面検出の達成が可能となっている。

40

【0021】

図2に示す実施形態では、ニードルホルダー14は上部と下部から形成されている。これら2つの部分はボルト式接続により互いに接続されており、このボルト式接続により、これらニードルホルダー14の2つの部分の間に挿入される電気機械変換器15上に所定予加重をかけることが可能となっている。ニードル12の上部末端部はニードルホルダー14の上部にボルト付けされる。

【0022】

移送システム21はアーム24を有しており、これはニードルホルダー14を持ち運ぶものでピペットニードル12を容器11の方に動かす役目をする。

50

【0023】

図3にアーム24、ニードルホルダー14、電気機械変換器15、およびニードル12の一部分の断面図を示す。

【0024】

信号発生部16は駆動信号を発生し、この信号を電気機械変換器15またはその動作素子部分に加えて検出器ヘッド部の共振周波数のどれか1つでピペットニードル12の振動を引き起こす。

【0025】

好ましい実施形態では、信号発生部16は、もし境界条件に変化、例えば環境温度の変化あるいは電気機械変換器15とピペットニードル12間の機械的結合の変化がある場合に、信号発生部16から出る駆動信号の周波数を元のピペットニードル12の振動モードでの共振周波数に戻すための制御回路を有している。この制御回路は好ましくは所定アルゴリズム、例えば振動の周波数が選択された共振周波数であることまた振動の周波数が境界条件の変化により変更された場合それを元のその周波数に戻すことを確実に行うソフトウェアで動作する。この制御回路による駆動信号周波数の調整は、本発明による液面検出装置で行われる各液面検出工程の直前に行われる。

10

【0026】

液面を検出する電子回路部17は、検出素子部分26から振動信号の出力を受ける。電子回路部17は、この振動信号のパラメーターの経時変化を評価する手段、例えば振動信号の位相の経時変化またはその振幅の経時変化を評価して、ピペットニードルと容器11に入っている液体28の表面27との接触を検出し且つその評価の結果を表す結果の信号を出すための手段を有している。

20

【0027】

好ましい実施形態では、図1に示される装置は、圧電変換器15が検出素子として使用され且つその同じ圧電変換器15が検出素子のみならず動作素子としても使用される場合、それを通じて流れる電流を測定する手段(図示されていない)をさらに有している。

【0028】

好ましい実施形態では、図1に示す装置は、圧電変換器15の検出素子部分26を横切る電圧を測定する手段(図示されていない)をさらに有している。

30

【0029】

図4に、制御ユニット22、信号発生部16、電子回路部17および電気機械変換器15の構成をさらに詳細に示すブロック線図を示す。

【0030】

図4に示されているように、信号発生部16は駆動信号発生器31および高電圧増幅器32を有しており、電子回路部17はロックイン增幅器33および信号処理器34を有している。信号発生部16から出る駆動信号はリード線36を経て電気機械変換器15の動作素子部分25の入力部に送り込まれる。電気機械変換器15の検出素子部分26から出る振動信号はリード線37を経てロックイン增幅器33の入力部に送り込まれる。図4に示されている他のリード線はブロック22、33、31、32間の必要な電気接続を行う。

【0031】

ロックイン增幅器33は入力信号として信号発生器31から出る参照信号および電気機械変換器15から出る電気出力信号を受ける。ロックイン增幅器33の入力部に加えられる参照信号は、ピペットニードル12、ピペットニードルのホルダー14および電気機械変換器15を有してなる検出器ヘッド部の所定共振周波数である周波数 f_R をもっている。電気機械変換器15から出る出力信号はピペットニードル12の振動を表すものであり、それゆえ振動信号と呼ばれる。この振動信号は、例えば単一の圧電変換器が検出素子および動作素子として使用される場合は圧電変換器15を通じて流れる電流を表す信号であり、あるいは検出素子として使用される圧電変換器26(図2に示されている)を横切って測定される電圧である。ロックイン增幅器33はこの振動信号を測定し、対応する入力信号として信号処理器34に加えられる2つの出力信号を出す。これらの入力信号の1つは振動信号の位相を表す信号で

40

50

あり、もう1つの入力信号は振動信号の振幅を表す信号である。

【0032】

本発明の範囲内において、ある1つの長さモードの共振周波数でのピペットニードル12の振動は上記した手段により達成される。ニードル12の共振の周波数および質（すなわち減衰）は、ニードルの材質および形状ならびに境界条件によって決まる。ニードル12の先端末端部23が液体液面に触れるとその境界条件が変わり、共振の周波数および共振の質も同じように変わる。

【0033】

ニードル12の振動が固定周波数をもつ駆動信号により引き起されている場合は、境界条件の変化例えばニードル12と容器11中の液体との接触はその振動信号の振幅および位相にジャンプを生じる。図5には、例えば共振周波数69.14 kHzで長さモードの振動に付されたピペットニードルが容器中の液体の中に動かされるときのまたそこから動かされるときの、振動信号の時間に関する位相の変化（°で示されている）における典型的なジャンプが示されている。本発明によれば、そのようなジャンプは、液体液面検出の土台となるものである。この振動信号の振幅および/または位相の変化におけるジャンプは電子回路部17により検出されるが、このためにはこの電子回路部は好ましくは振動信号の振幅変化の時間に関しての一次微分に対応する信号を形成する手段および/または振動信号の位相変化の時間に関しての一次微分に対応する信号を形成する手段ならびにこれらの時間に関しての一次微分の1つを表す信号が所定の閾値を超えるまたはそれより下に来る時点を検出する手段を有している。

10

【0034】

図6には、ピペットニードル12が一定速度で容器11中の液体液面の上の位置から出発して下方に動かされるときのピペットニードル12先端部位置の函数として振動信号の振幅を表す電気信号41の変化の一例を示す。図6にはこれらの条件の下で振動信号の振幅を表す電気信号41の経時変化の一例が示されている。

20

【0035】

図7に、ピペットニードル12が一定速度で容器11中の液体液面の上の位置から出発して下方に動かされるときのピペットニードル12先端部位置の函数として電気信号41の一次微分を表す電気信号42の変化を示す。図7にはこれらの条件の下で電気信号41の一次微分を表す電気信号42の経時変化の一例が示されている。

30

【0036】

図6および7から振動信号振幅のジャンプが起る時点の検出は、その振動信号振幅の一次微分の経時変化を表す電気信号42の対応するピーク43を検出することで高い精度でもって検出することができる事が明らかである。

【0037】

図8に、ピペットニードル12が一定速度で容器11中の液体液面の上の位置から出発して下方に動かされるときのピペットニードル12先端部位置の函数として振動信号の位相を表す電気信号44の経時変化の一例を示す。図8にはこれらの条件の下で振動信号の位相を表す電気信号44の経時変化の一例が示されている。

40

【0038】

図9に、ピペットニードル12が一定速度で容器11中の液体液面の上の位置から出発して下方に動かされるときのピペットニードル12先端部位置の函数として電気信号44の一次微分を表す電気信号45の経時変化を示す。図9にはこれらの条件の下で電気信号44の一次微分を表す電気信号45の経時変化の一例が示されている。

【0039】

図8および9から振動信号位相のジャンプが起る時点の検出は、その振動信号位相の一次微分の経時変化の対応するピーク46を検出することで高い精度でもって検出することができる事が明らかである。

【0040】

本発明によれば、ピペットニードルが容器11中の液体28の表面27に接触する時点はこの

50

ように、例えば上記したピーク43または46の内の1つを検出することで上記目的のために振動信号の位相または振幅のジャンプを検出する電子回路部17により正確に検出される。

【0041】

上述したピペットニードル12と液体28との接触を検出する方法と同様の工程を実施することにより、本発明による装置は、ピペットニードル12と物体との望ましくない接触例えば移送装置21がニードル12を容器11中を下方に動かす場合に起こり得ると考えられるニードル12と容器11底壁との接触を検出することもできる。好ましい実施形態では、このような接触を検出すると電子回路部17は対応する出力信号を制御ユニット22に出し、次いで制御ユニット22は移送手段21に働きかけてピペットニードル12の下方への動きを停止させる。

10

【0042】

好ましい実施形態では、信号発生部から出る駆動信号の周波数は、検出器ヘッド部の共振周波数のある選択された1つの値に調整される。この選択は、例えば図10および11に示されているような振動信号の振幅および位相の周波数による変化を考慮に入れて行われる。

【0043】

図10に、ピペットニードルを有している検出器ヘッド部の振動信号についての振幅対周波数線図51、およびピペットニードルが付いていない検出器ヘッド部の振動信号についての振幅対周波数線図52を示す。

【0044】

図11は、ピペットニードルを有している検出器ヘッド部の振動信号についての位相対周波数線図54、およびピペットニードルが付いていない検出器ヘッド部の振動信号についての位相対周波数線図55を示す。

20

【0045】

例として挙げた検出器ヘッド部についての図10および11から解かるように、振動信号の振幅対周波数線図51は、その振動信号の位相対周波数線図54の極大値56よりも約200Hz高いところに在る周波数において極大値53に達する。

【0046】

図10および11により、信号発生部16から電気機械変換器15に加えられる駆動信号の周波数が、その振動信号の振幅対周波数線図51が極大点53に達する第1の周波数値のところに在る場合は、その位相対周波数線図54は、振幅対周波数線図51よりも大きい傾きをもつことも確認することができる。それゆえ、この共振周波数で振動信号の位相変化を検出してピペットニードルの先端部と容器11に入っている液体との接触を検出するのがちょうど良い。

30

【0047】

図10および11により、信号発生部16から電気機械変換器15に加えられる駆動信号の周波数が、その振動信号の位相対周波数線図54が極大点に達する第2の周波数値のところに在る場合は、その振幅対周波数線図51は、位相対周波数線図54よりも大きい傾きをもつことも確認することができる。それゆえ、この共振周波数で振動信号の振幅変化を検出してピペットニードルの先端部と容器11に入っている液体との接触を検出するのがちょうど良い。

40

【0048】

図10および11により、信号発生部16から電気機械変換器15に加えられる駆動信号の周波数が、上記した第1の周波数値と第2の周波数値の間に在る周波数値のところに在る場合は、振動信号の位相または振幅のどちらを検出してもピペットニードルの先端部と容器11に入っている液体との接触を検出することができる。

【0049】

ピペットニードルが容器に入っている液体に向かって動かされるときに遭遇する障害物の種類に応じて、異なる振動モードのピペットニードルが適している。以下のケースが考えられる。

50

【0050】

1) 容器に泡が入っていないなくて、ピペットニードルが液体まで到達するためには容器の蓋を突き通らなければならない場合は、長さモードまたは曲げモードのどちらのニードル振動も液体液面を検出するのに適しており、この目的のためには、振動信号の対応する位相変化を検出する。この蓋の位置はこのシステムにとっては分かっていることなので、ニードルと蓋との接触に対応する位相振動信号のジャンプはそのように認識され、ニードルと液体が接触したという誤った信号を発生させることはない。

【0051】

2) 容器は開口しているが（すなわちその最上部開口の蓋がない）、ピペットニードルが液体まで到達するためには泡を通り抜けなければならない場合は、ニードルが液体の表面に接触する時点を検出するのにはニードルの長さモード振動を使用するのが好ましく、その目的のためには、振動信号の対応する位相変化を検出する。しかしながら、液体の検出ではなくニードルと泡との接触の検出が望まれている場合は、ニードルの曲げモード振動を適用し、その振動信号の対応する位相変化を検出するのが好ましい。

10

【0052】

3) ピペットニードルが液体まで到達するためには容器の蓋を突き通らなければならなくて、且つ容器蓋と液体自由表面との間に空間に泡がある場合は、ニードルが液体の自由表面に接触する時点を検出するのにはニードルの長さモード振動が好ましく、その目的のためには、振動信号の対応する位相変化を検出する。しかしながら液体の検出ではなくニードルと泡との接触の検出が望まれている場合は、ニードルの曲げモード振動を適用し、その振動信号の対応する位相変化を検出するのが好ましい。

20

【0053】

4) 容器が開口していて（すなわちその最上部開口の蓋がない）且つ中に泡がない場合は、ニードルが液体の自由表面に接触する時点を検出するのにはニードルの長さモード振動または曲げモード振動のどちらも好ましく、その目的のためには、その振動信号の対応する位相変化を検出する。

【0054】

上記したケース1)~4)のそれぞれにおいて、ニードルが液体に接触する時点を決定するためには、振動信号の位相変化を検出するのではなく、振動信号の対応する振幅変化を検出してもよい。

30

【0055】

ニードル12がキャップ13を突き進んでいる間は、振動信号の位相はキャップの影響により大きく変化する。しかしながら、ニードルがキャップ13を突き通りそのキャップとニードル12先端部23との間にある一定の距離が到達された場合は、振動信号の位相は再び充分一定となり、ニードル12が容器11中の液体28表面に接触する場合は、液体液面は前と同様に振動信号の位相におけるジャンプを検出することで検出することができる。それゆえ信頼のおける液面検出が再び可能となるには、ニードル12はキャップ13を通っていくらかの距離を動かなければならない。

【0056】

好ましい実施形態では、液面検出用電子回路部17は、このような振動信号の経時変化を評価する手段を有しており、その手段の中には、図1にある容器11に入っている液体28の表面27の液面を検出するためのソフトウェア手段が含まれている。このソフトウェア手段は好ましくは、振動信号61のパラメーターが閾値に達する時点を検出するための手段を有している。1つの実施形態ではこの閾値は図12に模式的に示されている所定の固定値T1である。もう1つの実施形態ではこの閾値は図13に模式的に示されている時間と共に変動する値T2である。閾値T2は、これまでに得られた測定結果、具体的な状況、および具体的なニードルタイプの履歴などの種々の因子を考慮に入れて計算、算出される。

40

【0057】

好まし実施形態では、回路部17の電子信号処理器34は、容器11の最上部開口を閉じる取り外し可能なキャップまたはカバー式封鎖物13の形状、寸法および垂直位置に関する取得

50

可能な情報を受け入れまた格納するためのデータ格納部35を有している。振動信号を処理するときに、信号処理器34は好ましくはこの情報を本発明による液面検出の工程において考慮に入れる。この追加された情報を用いることで、容器11中の液体液面を選択的に検出するこの液面検出手段の性能および信頼性が改善される。

【0058】

好ましい実施形態では、容器11に入っている液体の量に関しての情報が制御ユニット22から入れられ、データ格納部35に格納される。容器11に入っている液体の量に関しての例えればデータ格納部35に格納された情報から、容器11の形状、寸法および垂直位置に関しての利用可能な情報と組み合せて、容器11中の液体液面の垂直位置についての推定値が例えれば電子回路部17で計算される。上記した容器11中の液体液面の垂直位置についての推定値を信号処理器34で用いることで、容器11中の液体液面を選択的に検出するこの液面検出手段の性能および信頼性がさらに改善される。上記した追加情報を基にして、液面検出用電子回路部がアクティブとなっている時間窓を画定する。液面検出信号をこの時間窓内で追跡することで、ニードル12の先端部が容器11中の液体に接触する時点が表示される。この表示から、ニードル12の実際の垂直位置が決定される。次いでニードル12のこの実際の垂直位置を考慮に入れて容器11中の液体液面が計算される。

10

【0059】

好ましい実施形態では、図1に示されている装置は、異なるタイプのピペットニードルすなわち異なる共振周波数や共振モードをもつピペットニードルでも動作するように装置を適応させる手段をさらに有している。図14に異なるピペットニードル12の異なる共振曲線62、63、64を模式的に示す。この適応は、与えられたピペットニードル12の実施形態に対して、容器中の液体液面を検出するのに適しているそれ用の振動モード（長さモードまたは曲げモードの振動）およびその振動モードの共振周波数を自動的に見つけることで達成される。この目的のためには、制御回路部22、駆動信号発生部16および電子回路部17は、駆動信号の周波数掃引[frequency sweep]（これは、電気機械変換器に適用されてピペット装置に搭載されているその特定のタイプのピペットニードルの振動を引き起こすもの）をかけ、そのピペットニードルの共振周波数値を測定し、その結果を、異なるタイプのニードルのそれぞれに対してこれまでに測定し、格納した共振周波数値と比較するよう作製される。これらの値は、例えはデータ格納部35にある参照用テーブルに格納される。このテーブルには、各共振周波数に対してその共振方式がどれであるかが示されている。このテーブルにより、システムはどのニードルのタイプが使用されているのかを自動的に認識し、所定の共振モードでピペットニードルの振動を引き起こすのに適した周波数をもつ駆動信号を圧電変換器に加える。与えられたピペットニードルタイプの各種の方式における共振点が現われる順序に関してのこれまでの知識を基にして、上記した周波数掃引は、与えられたピペットニードルの実施形態に対してちょうど良い振動モードおよび共振周波数を見つけることができるようになっている。これにより、駆動信号の周波数を、使用されるピペットニードルの与えられた実施形態に適応させることができる。

20

【0060】

図14にはまたピペットニードルを有しない検出器ヘッド部の共振曲線65も示されている。図14から解かるように、曲線65は、ピペットニードルを有する検出器ヘッド部の共振曲線62、63、64とは大きく異なる。上記した種類の周波数掃引をかけることにより、本発明による装置は共振曲線を測定することができ、またその測定された値を、これまでに測定された曲線62、63、64についてのデータ格納部35に格納された値と比較することにより、本装置は使用中の検出器ヘッド部がピペットニードル12をもつかどうか、あるいはそのようなニードルがないかどうか、別の言い方をすると検出器ヘッド部の構成の中にピペットニードル12が存在するか存在しないかを確かめることができる。

30

【0061】

図15に、変形または欠陥が全くなき適切に取り付けられたピペットニードルを有する検出器ヘッド部で測定された共振曲線66と、いくらかの変形または欠陥があるかあるいは不適切に取り付けられたピペットニードルを有する検出器ヘッド部で測定された共振曲線

40

50

67を示す。上記した種類の周波数掃引をかけることにより、本発明による装置は共振曲線67を測定することができ、また測定された値を、これまでに測定された曲線66についてのデータ格納部35に格納された値と比較することにより、本装置は使用中の検出器ヘッド部が正常な状態にあるピペットニードル12をもつかどうか、あるいはそのニードルがいくらかの変形または欠陥をもつかどうかまたは不適切に取り付けられていないかどうかを確かめることができる。さらに後者の比較からは、そのような変形または欠陥が所定の量を超えるかどうかも決定することができる。

【0062】

上述した装置において使用したピペットニードル12の第1の例を図16に模式的に示す。このピペットニードルの寸法は以下のとおりである。

【0063】

寸法	大きさ (mm)
A1	69
L1	86
L2	5
L3	9
D1	0.9
D2	1.5
D3	3
D4	5
L4	13.5
L5	0.5
D5	0.6

10

20

30

ピペットニードル12の寸法が異なると、振動のスペクトルも異なる。図18~21に寸法A1の異なるピペットニードルのスペクトルを示す。図18~21では振幅は任意の単位で示されている。図18~21に示されているスペクトルは、曲げモードの共振点Bおよび長さモードの共振点Lをもっている。図18は、上記したA1 = 69mmの寸法をもつピペットニードルの振動スペクトルを示すものである。図19は、A1 = 66mmの寸法をもつピペットニードルの振動スペクトルを示すものである。図20は、A1 = 63mmの寸法をもつピペットニードルの振動スペクトルを示すものである。図21は、A1 = 60mmの上記した寸法をもつピペットニードルの振動スペクトルを示すものである。本発明による液面検出には、曲げモードBの振動共振点および長さモードLの振動共振点が明らかに互いから離れている振動スペクトルをもつピペットニードルを使用するのが有利である。

【0064】

図16に示されているピペットニードル12の実施形態では、ニードルの先端部23は示されているとおりの円筒形状をしており、この先端部は直径D5をもつと示されている。

【0065】

ピペットニードル12のもう1つの実施形態を図17に示す。この実施形態は図16に示されている実施形態と同様の形状と寸法をもつが、ニードルの先端部は鋭利な末端部を有しており、これは容器の蓋を突き通るのに適している。

40

【0066】

本発明の好ましい実施形態を特定の用語を用いて説明してきたが、そのような説明は説明のためだけのものである。本発明の精神または特許請求の範囲を逸脱することなく変更や変形を加え得ることは理解されるべきである。

【図面の簡単な説明】

【0067】

【図1】本発明によるピペット装置の構成のブロック線図を示す。

【図2】図1に示されている電気機械変換器15およびニードルホルダー14の断面図を示す。

【図3】図1に示すブロック線図の一部の拡大図を示す。

50

【図4】図1にある制御ユニット22、信号発生部16、電子回路部17および電気機械変換器15の構成をさらに詳細に示すブロック線図を示す。

【図5】ピペットニードル12が長さモードの振動に付された場合の振動信号の位相の経時変化における代表的なジャンプを示す。

【図6】ピペットニードル12先端部位置の函数として振動信号の振幅を表す電気信号41の変化の一例を示す。

【図7】ピペットニードル12先端部位置の函数として図6に示す電気信号41の一次微分を表す電気信号42の変化を示す。

【図8】ピペットニードル12先端部位置の函数として振動信号の位相を表す電気信号44の変化の一例を示す。

【図9】ピペットニードル12先端部位置の函数として図8に示す電気信号44の一次微分を表す電気信号45の変化を示す。

【図10】振動信号の振幅対周波数線図の一例を示す。

【図11】振動信号の位相対周波数線図の一例を示す。

【図12】振動信号61が固定閾値T1に達する時点の検出を模式的に示す。

【図13】振動信号61が、時間と共に変化する固定閾値T2に達する時点の検出を模式的に示す。

【図14】異なるピペットニードルを有する検出器ヘッド部の異なる共振曲線62、63、64、およびピペットニードルを有しない検出器ヘッド部の共振曲線65を模式的に示す。

【図15】損傷しておらず且つ適切に取り付けられたピペットニードルを有する検出器ヘッド部の共振曲線、および、変形したあるいはそうでなければ欠陥のあるピペットニードルを有する検出器ヘッド部の共振曲線を模式的に示す。

【図16】図1にあるピペットニードル12の第1の実施形態の形状および寸法を模式的に示す。

【図17】図1にあるピペットニードル12の第2の実施形態の形状および寸法を模式的に示す。

【図18】異なる長さをもつピペットニードルの振動スペクトルを示す。

【図19】異なる長さをもつピペットニードルの振動スペクトルを示す。

【図20】異なる長さをもつピペットニードルの振動スペクトルを示す。

【図21】異なる長さをもつピペットニードルの振動スペクトルを示す。

【符号の説明】

【0068】

11 容器

12 ピペットニードル

13 容器11のカバー／蓋

14 ピペットニードルのホルダー

15 電気機械変換器／圧電変換器

16 電気信号発生部

17 液面検出用電子回路部

18 接続部

19 管路

21 移送システム

22 制御ユニット

23 ピペットニードルの先端部

24 移送システムのアーム

25 圧電変換器15の動作素子部分

26 圧電変換器15の検出素子部分

27 容器11中の液体の表面

28 容器11中の液体

31 駆動信号発生器

10

20

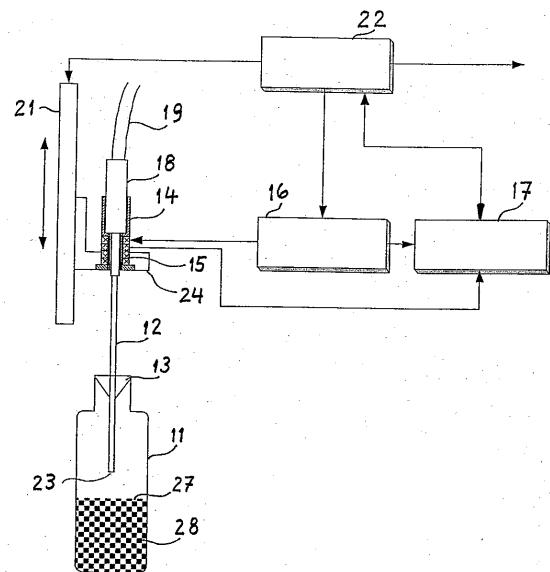
30

40

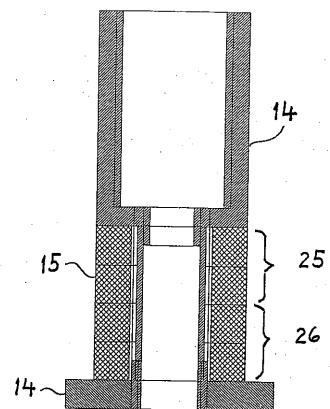
50

- 32 高電圧増幅器
33 ロックイン増幅器
34 信号処理器
35 データ格納部
36 駆動信号の伝送用リード線
37 振動信号の伝送用リード線
41 振動信号の振幅を表す電気信号
42 図 6 にある信号41の一次微分を表す電気信号
43 図 7 にある信号42のピーク
44 振動信号の位相を表す電気信号 10
45 図 8 にある信号44の一次微分を表す電気信号
46 図 9 にある信号45のピーク
51 ピペットニードルを有する検出器ヘッド部の振動信号の振幅対周波数線図
52 ピペットニードルを有しない検出器ヘッド部の振動信号の振幅対周波数線図
53 図 10 に示されている曲線51の極大値
54 ピペットニードルを有する検出器ヘッド部の振動信号の位相対周波数線図
55 ピペットニードルを有しない検出器ヘッド部の振動信号の位相対周波数線図
56 図 11 に示されている曲線54の極大値
61 振動信号 20
62 第 1 のタイプのピペットニードルを有する検出器ヘッド部の共振曲線
63 第 2 のタイプのピペットニードルを有する検出器ヘッド部の共振曲線
64 第 3 のタイプのピペットニードルを有する検出器ヘッド部の共振曲線
65 ピペットニードルを有しない検出器ヘッド部の共振曲線
66 ピペットニードルを有する検出器ヘッド部の共振曲線
67 いくらかの変形または欠陥があるかあるいは不適切に取り付けられたピペットニードルを有する検出器ヘッド部で測定された共振曲線

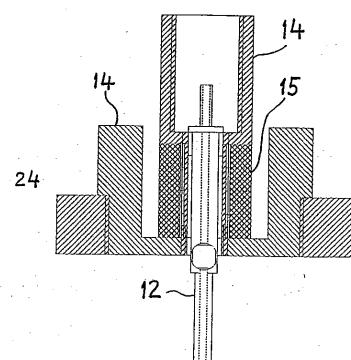
【図1】



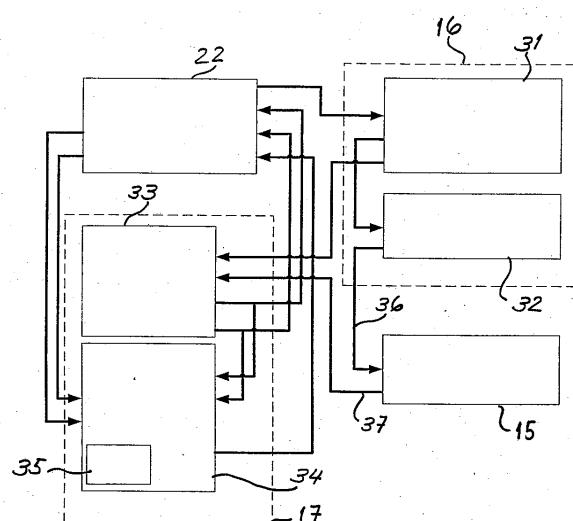
【図2】



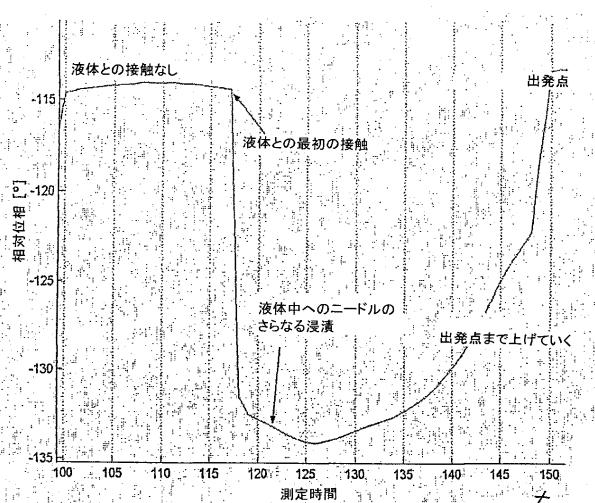
【図3】



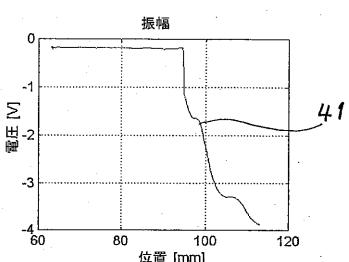
【図4】



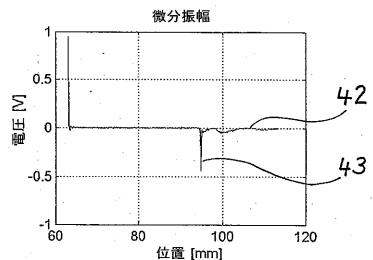
【図5】



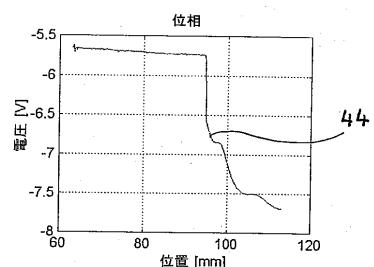
【図6】



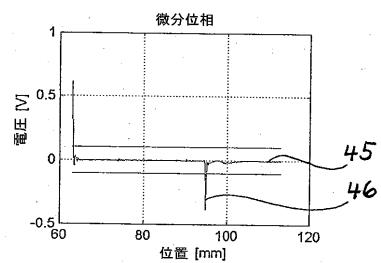
【図 7】



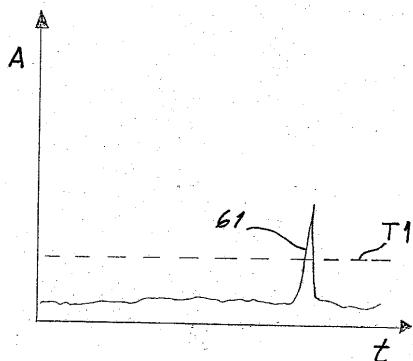
【図 8】



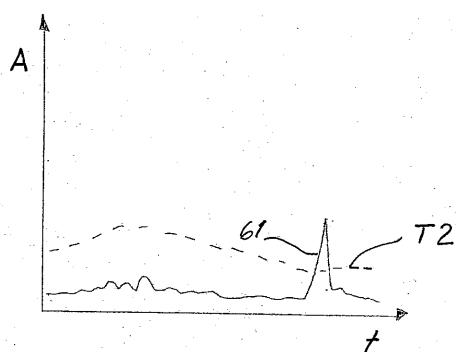
【図 9】



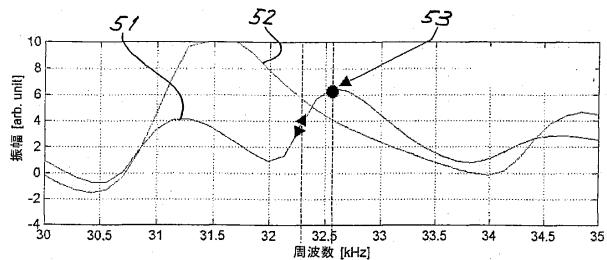
【図 12】



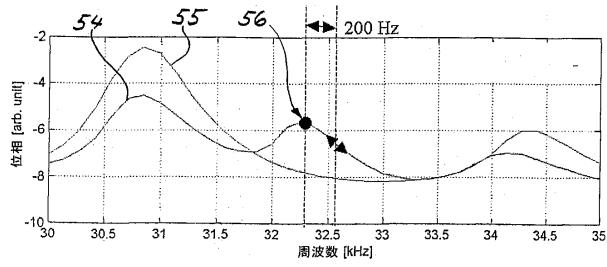
【図 13】



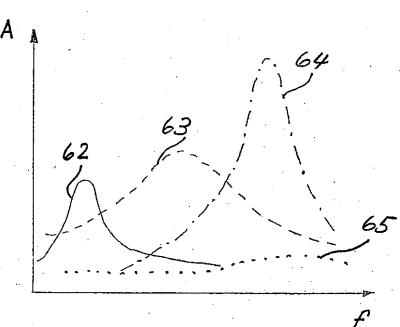
【図 10】



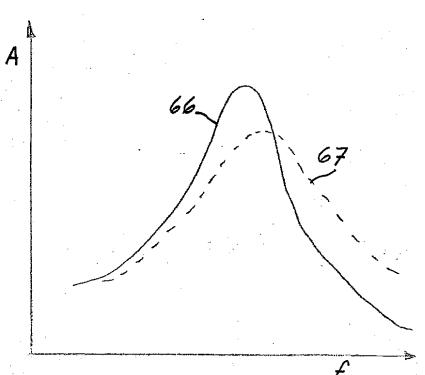
【図 11】



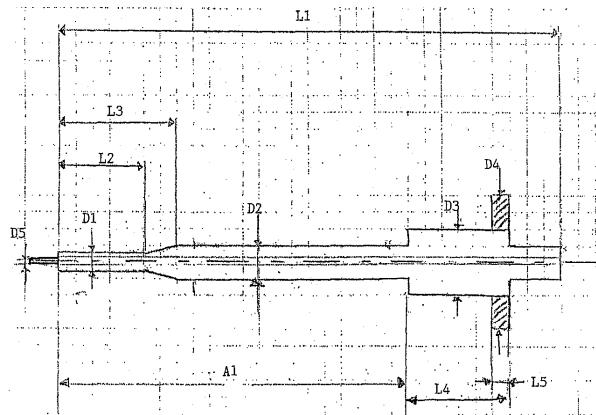
【図 14】



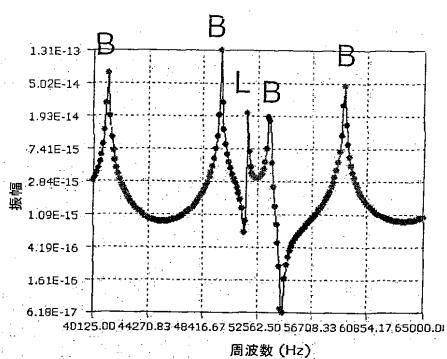
【図 15】



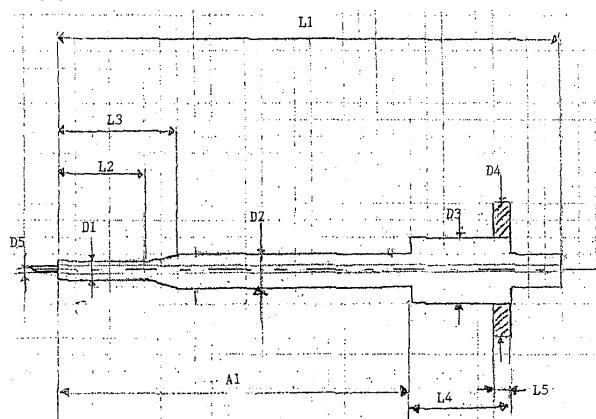
【図16】



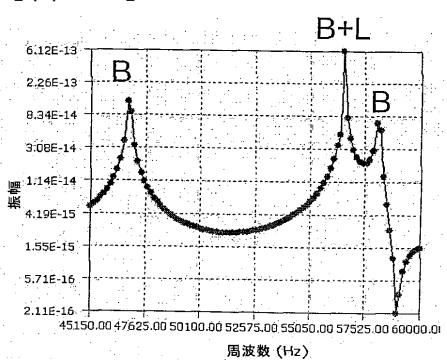
【図18】



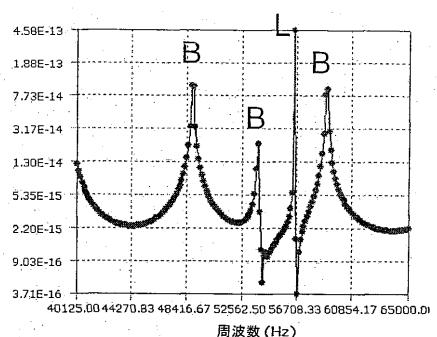
【図17】



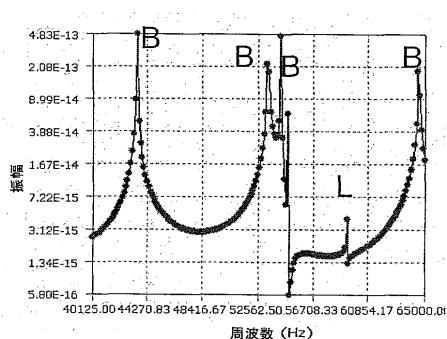
【図19】



【図20】



【図21】



フロントページの続き

(72)発明者 マルクス ブルンナー
スイス国 シーエイチ - 4 2 3 4 ブライテンバッハ , ウェガッケルヴェーク 3 0 2
(72)発明者 ヨーゲ デュアル
スイス国 シーエイチ - 8 1 2 6 ズミコン , ヴァルデック 1 0 アー
(72)発明者 オリビエ エルセンハンス
スイス国 シーエイチ - 5 6 4 3 シンズ , ヘーヘンヴェーク 1
(72)発明者 フランク メイ
スイス国 シーエイチ - 8 0 5 5 チューリッヒ , ガットシュトラーセ 7 4
(72)発明者 ヴク シルジェゴヴィク
スイス国 シーエイチ - 6 4 4 0 ブルンネン , アルテ カントンスシュトラーセ 1 4 アー

審査官 藤田 年彦

(56)参考文献 特公平06-082063 (JP, B2)
特公平03-007244 (JP, B2)
特開平11-218539 (JP, A)
特許第2768893 (JP, B2)
特許第2793044 (JP, B2)

(58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)

G 01 F 23 / 22
G 01 N 35 / 10