

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5821773号  
(P5821773)

(45) 発行日 平成27年11月24日 (2015.11.24)

(24) 登録日 平成27年10月16日 (2015.10.16)

(51) Int. Cl.

G O 1 N 30/32 (2006.01)

F I

G O 1 N 30/32

A

請求項の数 5 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2012-111173 (P2012-111173)	(73) 特許権者	000001993
(22) 出願日	平成24年5月15日 (2012.5.15)		株式会社島津製作所
(65) 公開番号	特開2013-238466 (P2013-238466A)		京都府京都市中京区西ノ京桑原町 1 番地
(43) 公開日	平成25年11月28日 (2013.11.28)	(74) 代理人	110001069
審査請求日	平成26年8月27日 (2014.8.27)		特許業務法人京都国際特許事務所
		(72) 発明者	山崎 智之
			京都市中京区西ノ京桑原町 1 番地 株式会 社島津製作所内
		審査官	加々美 一恵

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 往復動型ポンプの制御装置及び制御方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ポンプ室と、該ポンプ室内を往復動することにより液体を該ポンプ室内に吸引し該ポンプ室から吐出する移動体と、該移動体を往復動させる駆動源とを備える往復動型ポンプの制御装置であって、

目的送流量又はそれに対応する値である目的量を設定するための目的量設定手段と、前記移動体の一往復当たりの前記往復動型ポンプの吐出量又はそれに対応する値である単位量を記憶する単位量記憶手段と、

前記目的量以上となる前記単位量の最小の倍数を算出する算出手段と、

前記最小の倍数だけ前記移動体を往復動させるように前記駆動源を制御する制御部とを備えることを特徴とする往復動型ポンプの制御装置。

10

【請求項 2】

前記往復動型ポンプを起動する毎に、前記移動体を定位置に復帰させる定位置復帰手段を有することを特徴とする請求項 1 に記載の往復動型ポンプの制御装置。

【請求項 3】

前記往復動型ポンプが吸引する液体は複数種類あり、

前記目的量設定手段は前記複数種類の液体のそれぞれに対して目的量を設定し、

前記算出手段は前記複数種類の液体のそれぞれに対して前記目的量以上となる前記単位量の最小の倍数を算出することを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の往復動型ポンプの制御装置。

20

## 【請求項 4】

ポンプ室と、該ポンプ室内を往復動することにより液体を該ポンプ室内に吸入し該ポンプ室から吐出する移動体と、該移動体を往復動させる駆動源とを備える往復動型ポンプを制御する方法であって、

目的送流量又はそれに対応する値である目的量を設定し、

前記移動体の一往復あたりの前記往復動型ポンプの吐出量又はそれに対応する値である単位量から、前記目的量以上となる前記単位量の最小の倍数を算出し、

前記最小の倍数だけ前記移動体を往復動させるように前記駆動源を制御する

ことを特徴とする往復動型ポンプの制御方法。

## 【請求項 5】

前記往復動型ポンプが吸引する液体は複数種類あり、

前記複数種類の液体のそれぞれに対して目的量を設定し、該目的量以上となる前記単位量の最小の倍数を算出することを特徴とする請求項 4 に記載の往復動型ポンプの制御方法

。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、液体クロマトグラフ等に使用される往復動型ポンプを制御する装置及び方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

往復動型ポンプは、シリンダやチャンバ等のポンプ室内で、プランジャやピストン、隔膜等の移動体を往復動させることにより、液体の吸引と吐出を行うポンプである。例えばプランジャ型ポンプ 60 では、図 6 に示すように、ポンプヘッド 61 内に円筒状のシリンダ 62 が設けられ、シリンダ 62 の一方の端部にはプランジャ 66 がシール 65 により液密に嵌挿されている。モータ M とカム 67 により所定のカムプロファイルでプランジャ 66 をシリンダ 62 内で往復動させることにより、吸引口 63 から液体を吸引し、吐出口 64 から液体を吐出する。（特許文献 1）。

## 【0003】

往復動型ポンプは構造が比較的単純であるため、長時間に亘って安定的に動くことができる。そのため、液体クロマトグラフ等の長時間に亘って液体を送出するための用途に多く使用される。往復動型ポンプには、上記のプランジャ型ポンプの他、ピストン型ポンプやダイヤフラム型ポンプ（膜ポンプ）等がある。

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0004】

【特許文献 1】特開平 9 - 292381 号公報

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0005】

液体クロマトグラフの一利用形態として、液体クロマトグラフにより分取された目的成分を固形物として回収する分取精製装置がある。分取精製装置では、まず、目的成分を含む溶液をトラップカラムに送ることにより、溶液中の目的成分をトラップカラムに捕集する。次に、トラップカラムに洗浄液（水又は水溶液であることが多い）を送り、トラップカラム内に洗浄液を貯留することにより、塩類等の不所望の物質を洗浄液に溶かす。続いて、トラップカラムに溶出用溶媒を送り、トラップカラム内に貯留された洗浄液をトラップカラムから押し出すと共に、トラップカラム内に溶出用溶媒を貯留する。これにより、トラップカラム内に捕集された目的成分を溶出用溶媒に溶出させる。その後、トラップカラムに更に溶出用溶媒を送ることにより、トラップカラム内の目的成分が溶出した溶出用溶媒をトラップカラムから排出し、回収容器に送る。最後に、回収容器を加熱或いは真空

10

20

30

40

50

遠心分離することにより固形状の目的成分を取り出す。

【 0 0 0 6 】

上記の分取精製装置では、トラップカラムに洗浄液を送る工程、トラップカラムに溶出用溶媒を送ってトラップカラムに貯留された洗浄液を溶出用溶媒で置換する工程、更に溶出用溶媒を送ってトラップカラム内で目的成分が溶出した溶出用溶媒を回収容器に入れる工程等で、所定の量の液を送ることが必要となる。所定量の液を送るためには、通常、ポンプの流量（単位時間あたりの送出液量）を予め求め（或いは設定し）、該所定量を流量で除した時間だけポンプを駆動するという方法がとられていた。

【 0 0 0 7 】

しかし、往復動型ポンプを用いた場合、このように算出した時間だけポンプを駆動しても送液量にばらつきが生じ、洗浄液の置換等の処理が正しく行われれないということがあった。

10

【 0 0 0 8 】

本発明の課題は、往復動型ポンプの送液量のばらつきをできるだけ抑えるようにした制御装置及び制御方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 9 】

上記課題を解決するために成された本発明は、ポンプ室と、該ポンプ室内を往復動することにより液体を該ポンプ室内に吸引し該ポンプ室から吐出する移動体と、該移動体を往復動させる駆動源とを備える往復動型ポンプの制御装置であって、

20

目的送液量又はそれに対応する値である目的量を設定するための目的量設定手段と、

前記移動体の一往復当たりの前記往復動型ポンプの吐出量又はそれに対応する値である単位量を記憶する単位量記憶手段と、

前記目的量以上となる前記単位量の最小の倍数を算出する算出手段と、

前記最小の倍数だけ前記移動体を往復動させるように前記駆動源を制御する制御部とを備えることを特徴とするものである。

【 0 0 1 0 】

往復動型ポンプは、ポンプ室内を移動体が往復することにより、液体の吸引と吐出のサイクルを繰り返す。移動体がポンプ室内の任意の位置から移動を開始したり、任意の位置で停止したりすると、往復動型ポンプを駆動する毎に吸引と吐出のタイミングが変化し、送液量のばらつきが生じる。この送液量のばらつきは、目的送液量に対して以下の範囲で生じる。

30

$$W \times \{ C ( V / v ) - 1 \} < V' - W \times C ( V / v ) \quad \dots (1)$$

ここでVは目的送液量、vは移動体の一往復当たりの往復動型ポンプの吐出量（単位吐出量）、Wは往復動型ポンプの流量、V'は実際の送液量、C（・）は天井関数であり、C（x）はxの小数点以下を切り上げることを意味する。

【 0 0 1 1 】

式(1)に示すように送液量がばらつくと、送液量が目的送液量よりも低下することが生じ得る。上記のように分取精製装置では、トラップカラム内の洗浄液を溶出用溶媒で置換する等の処理が行われるが、送液量が目的送液量よりも少ないと、トラップカラム内に洗浄液が残留し、回収される目的成分中に不所望物質が混入するおそれがある。

40

【 0 0 1 2 】

これに対し、本発明に係る制御装置では、目的量以上となる単位量の最小の倍数だけ往復動型ポンプを駆動させる。これにより、往復動型ポンプが駆動を終了する際、移動体は移動を開始した位置と同じ位置で停止するため、往復動型ポンプを駆動するたびに、吸引と吐出のタイミングが変化することがない。従って、式(1)のような送液量のばらつきは生じない。また、最小の倍数とは、目的送液量Vと単位吐出量vに対して、 $C ( V / v )$ となり、流量Wに対して、送液量は $W \times C ( V / v )$ となる。この送液量は目的送液量V以上となるため、上記のような分取精製装置において、洗浄液の置換等の処理が正しく行われるようになる。

50

## 【0013】

なお、単位吐出量  $v$  は、往復動型ポンプの使用環境等によって多少変化することがある。そのため、最小の倍数を算出する際にはこの変化分を見越して、 $C(V/v + \quad)$  (ただし  $> 0$ 。例えば  $= 0.5$ ) や  $C(V/v \times \quad)$  (ただし  $> 1$ 。例えば  $= 1.1$ ) とするなど、 $V/v$  よりも若干大きめに (安全側に) 算出した数値を切り上げるようにすることが望ましい。

## 【0014】

往復動型ポンプの流量が一定である場合、上記のように、目的送液量を流量で除すことにより、往復動型ポンプを駆動する時間を算出することができるが、このような場合には、目的送液量に対応する値として、該時間を用いることができる。

10

## 【0015】

目的量はユーザが入力することにより設定されても良いし、他の制御装置から受け取ったデータに基づいて設定されても良い。

## 【0016】

また、移動体の一往復当たりの往復動型ポンプの吐出量 (単位吐出量) に対応する値とは、往復動型ポンプの流量が一定の場合には、移動体が一往復するのに要する時間 (単位駆動時間) とすることができる。

## 【0017】

また、上記課題を解決するために成された本発明に係る往復動型ポンプの制御方法は、ポンプ室と、該ポンプ室内を往復動することにより液体を該ポンプ室内に吸入し該ポンプ室から吐出する移動体と、該移動体を往復動させる駆動源とを備える往復動型ポンプを制御する方法であって、

20

目的送液量又はそれに対応する値である目的量を設定し、

前記移動体の一往復あたりの前記往復動型ポンプの吐出量又はそれに対応する値である単位量から、前記目的量以上となる前記単位量の最小の倍数を算出し、

前記最小の倍数だけ前記移動体を往復動させるように前記駆動源を制御することを特徴とするものである。

## 【発明の効果】

## 【0018】

本発明に係る往復動型ポンプの制御装置及び制御方法では、往復動型ポンプが駆動を終了する際、移動体は移動を開始した位置と同じ位置で停止する。そのため、往復動型ポンプを駆動するたびに吸引と吐出のタイミングが変化することがなくなり、送液量のばらつきが抑えられる。

30

## 【図面の簡単な説明】

## 【0019】

【図1】本発明の一実施例に係る往復動型ポンプ制御装置を備えた分取精製装置の概略構成図。

【図2】本実施例における往復動型ポンプ及び往復動型ポンプ制御装置の概略構成図。

【図3】単位量記憶部に保持されている単位量を示すテーブルであり、(a)は単位量が単位吐出量である場合のテーブル、(b)は単位量が単位駆動時間である場合の流量との対応関係を示すテーブル。

40

【図4】往復動型ポンプの吸引・吐出のタイミングを示す図であり、(a)は従来のタイミング図、(b)は本実施例の往復動型ポンプ制御装置による制御を受けたタイミング図。

【図5】往復動型ポンプ及び往復動型ポンプ制御装置の変形例を示す概略構成図。

【図6】往復動型ポンプの構造の一例を示す図。

## 【発明を実施するための形態】

## 【実施例】

## 【0020】

本発明に係る往復動型ポンプの制御装置の一実施例を備える分取精製装置を図1に示す。図1の分取精製装置は、ここでは図示しない分取液体クロマトグラフで予め分取された

50

目的成分を含む溶液中の目的成分を精製して固形物として取得するためのものであるが、前段に分取液体クロマトグラフを直結し、該分取液体クロマトグラフで分離された目的成分を含む溶液を直接導入する構成に変更することもできる。

【 0 0 2 1 】

図 1 において、溶液容器 1 1 には上述したように予め分取された、溶媒は主として分取液体クロマトグラフに使用された移動相であって目的成分を含む溶液が収容されている。洗浄液容器 1 2 にはカラム洗浄用の洗浄液としての純水が収容されている。また、溶媒容器 1 3 には、目的成分を溶出させるための溶媒（溶出用溶媒）及びカラムからの溶出液を希釈するための希釈液としてのジクロロメタン（図中では D C M と表記）が収容されている。三方切替バルブである第一切替バルブ 1 4 は上記 3 つの容器 1 1、1 2、1 3 中の液体のいずれかを選択的に供給流路 1 5 に流すように流路を切り替えるものであり、該第一切替バルブ 1 4 の b、c、d ポートにはそれぞれ溶液容器 1 1、洗浄液容器 1 2、溶媒容器 1 3 から液体を吸引するための配管が接続されている。また、前記第一切替バルブ 1 4 の a ポートには前記供給流路 1 5 の一端が接続されており、該供給流路 1 5 の他端は先端の尖った筒状の針から成る第一ニードル 1 8 の基部に接続されている。また、供給流路 1 5 上には所定の流量で液体を吸引して送出する送液ポンプ（往復動型ポンプ）1 6 が設けられており、該送液ポンプ 1 6 と前記第一ニードル 1 8 の間には二方切替バルブである第二切替バルブ 1 7 が設けられている（詳細は後述する）。

10

【 0 0 2 2 】

カラムラック 2 0 には、目的成分を捕集するための充填剤が詰められた複数本のトラップカラム 2 1 が紙面垂直方向（すなわち図中の Y 軸方向）並べて保持されている。該カラムラック 2 0 上において各トラップカラム 2 1 は、前記供給流路 1 5 が接続される入口端を真下に、後述する回収流路 3 2 が接続される出口端を上向きにして略垂直に起立保持される。

20

【 0 0 2 3 】

トラップカラム 2 1 から出てきた液体を流すための回収流路 3 2 の一端は、先端の尖った筒状の針から成る第二ニードル 3 1 の基部に接続されており、該回収流路 3 2 の他端は、円筒状の吐出ノズル 3 4 の基部に接続されている。

【 0 0 2 4 】

容器ラック 4 1 には、分取精製された目的成分を回収するための複数本の回収容器 4 2 が前記複数本のトラップカラム 2 1 に対応した間隔で紙面垂直方向に並べて収容されており、前記吐出ノズル 3 4 の先端から吐出された液体は、これら複数本の回収容器 4 2 のいずれかに滴下される。

30

【 0 0 2 5 】

前記の回収流路 3 2、第二ニードル 3 1、及び吐出ノズル 3 4 は、分取ヘッド 3 7 に取り付けられており、この分取ヘッド 3 7 は三軸駆動機構 5 1 によって上下方向（すなわち図中の Z 軸方向）及び水平方向（すなわち図中の X 軸方向及び Y 軸方向）に移動可能となっている。この分取ヘッド 3 7 を水平方向に移動させることにより、第二ニードル 3 1 をカラムラック 2 0 に保持された複数本のトラップカラム 2 1 のうちの任意のものの上に移動させることができ、それと同時に、容器ラック 4 1 上で前記トラップカラム 2 1 に対応する位置に収容された回収容器 4 2 の上に吐出ノズル 3 4 を移動させることができる。更に、その状態で分取ヘッド 3 7 を下降させることにより、第二ニードル 3 1 の先端を前記トラップカラム 2 1 の出口端に設けられたニードルポート 2 3 に刺入させて回収流路 3 2 を該出口端に接続することができ、それと同時に吐出ノズル 3 4 の先端を回収容器 4 2 の内部に配置させて該回収容器 4 2 内に液滴を滴下可能な状態とすることができる。更に、三軸駆動機構 5 1 による分取ヘッド 3 7 の移動範囲には、液溜まりと図示しない廃液槽に繋がる廃液流路とを有する廃液ポート 4 3 が設置されている。

40

【 0 0 2 6 】

なお、上述の第一ニードル 1 8 も所定の駆動機構（図示略）により上下移動及び水平移動が可能となっており、カラムラック 2 0 上に保持された複数のトラップカラム 2 1 のう

50

ちの任意のもの下方に移動し、且つ該トラップカラム 2 1 の入口端に設けられたニードルポート 2 2 に該ニードル 1 8 の先端が刺入されるように上昇することで、供給流路 1 5 を該トラップカラム 2 1 の入口端に接続することができる。

【 0 0 2 7 】

上述の供給流路 1 5 上に設けられた第二切替バルブ 1 7 には、希釈流路 1 9 が接続されている。前記第二切替バルブ 1 7 は、送液ポンプ 1 6 で吸引した液体をトラップカラム 2 1 又は希釈流路 1 9 のいずれに流すかを選択的に切り替えるものであり、その e ポートには送液ポンプ 1 6 から延びる配管（すなわち供給流路 1 5 の上流側部分）が接続され、f ポートには第一ニードル 1 8 に至る配管（すなわち供給流路 1 5 の下流側部分）が、g ポートには希釈流路 1 9 の一端が接続される。希釈流路 1 9 の他端は、第二ニードル 3 1 の近傍に設けられた T 字型ジョイント 3 3 を介して回収流路 3 2 に接続されており、これにより該希釈流路 1 9 を流れてきた液体（すなわち希釈液）を回収流路 3 2 内に流入させることができるようになっている。

10

【 0 0 2 8 】

CPU 等を含む制御部 5 2 は予め設定されたプログラムに従って、第一切替バルブ 1 4 及び第二切替バルブ 1 7 の切替動作、送液ポンプ 1 6 の動作（流量又は流速）、及び三軸駆動機構 5 1 の駆動動作の設定などを実行することで、分取精製作業を自動的に遂行する。すなわち、制御部 5 2 が本発明の往復動型ポンプ制御装置としても機能する（図 2）。また、操作部 5 3 はその分取精製作業のための条件などをユーザが入力設定するためのものである。

20

【 0 0 2 9 】

次に、本実施例の分取精製装置における自動分取精製動作について説明する。まずトラップカラム 2 1 内の充填剤に目的成分を捕集するために、制御部 5 2 は第一切替バルブ 1 4 により溶液容器 1 1（b ポート）と供給流路 1 5（a ポート）を接続すると共に、第二切替バルブ 1 7 により供給流路 1 5（e ポート）と第一ニードル 1 8（f ポート）を接続し、所定の一定流量で所定の時間だけ送液を行うように送液ポンプ 1 6 を動作させる。制御部 5 2 による送液ポンプ 1 6 の制御については後述する。なお、このとき第一ニードル 1 8 は所定のトラップカラム 2 1 の入口端に設けられたニードルポート 2 2 に接続しておく。また、第二ニードル 3 1 は前記トラップカラム 2 1 の出口端に設けられたニードルポート 2 3 に接続しておき、吐出ノズル 3 4 は廃液ポート 4 3 に挿入しておく。

30

【 0 0 3 0 】

送液ポンプ 1 6 は溶液容器 1 1 中の溶液を吸引して入口端からトラップカラム 2 1 に導入する。すると、トラップカラム 2 1 中の充填剤に溶液中の目的成分が捕集される。目的成分が除去された移動相は出口端から回収流路 3 2 及び吐出ノズル 3 4 を経て廃液ポート 4 3 に廃棄される。

【 0 0 3 1 】

所定時間だけ又は溶液容器 1 1 に用意された溶液が無くなるまでトラップカラム 2 1 に上記溶液が供給されると、次に制御部 5 2 は、洗浄液容器 1 2（c ポート）と供給流路 1 5（a ポート）とを接続するように第一切替バルブ 1 4 を切り替える。すると、送液ポンプ 1 6 は洗浄液容器 1 2 中の純水を吸引して入口端からトラップカラム 2 1 に導入する。これにより、先の目的成分の捕集時に充填剤に付着した塩類などの不所望で水溶性の物質がトラップカラム 2 1 内から除去され、回収流路 3 2 及び吐出ノズル 3 4 を経て廃液ポート 4 3 に廃棄される。この純水の送給により、その送給開始直前にトラップカラム 2 1 内に溜まっていた移動相は水に置換され、水がトラップカラム 2 1 内に充満した状態となる。充填剤に捕集されている目的成分は強い吸着作用により水には殆ど溶出しないため、この時点ではトラップカラム 2 1 内に捕集された状態が維持される（前処理工程）。

40

【 0 0 3 2 】

次いで、制御部 5 2 は溶媒容器 1 3（d ポート）と供給流路 1 5（a ポート）とを接続するように第一切替バルブ 1 4 を切り替える。すると、送液ポンプ 1 6 は溶媒容器 1 3 中の溶出用溶媒（ジクロロメタン）を吸引して入口端からトラップカラム 2 1 に導入し始め

50

る（水置換工程）。

【 0 0 3 3 】

トラップカラム 2 1 に溶出用溶媒が供給されると、充填剤に捕集されていた目的成分が該溶出用溶媒に溶け出していく。そこで制御部 5 2 は、例えばトラップカラム 2 1 内の空隙容積（つまりジクロロメタンを導入し始める直前にトラップカラム 2 1 内に溜まっている水の容量）と送液ポンプ 1 6 によるジクロロメタンの送液流量とから水が全て排出されるのに要する時間を計算し、溶出用溶媒の送液開始から前記時間が経過した時点で、吐出ノズル 3 4 を廃液ポート 4 3 から抜去して所定の回収容器 4 2 に挿入することにより、目的成分の分取を開始する。これにより、目的成分を含む溶出液が回収流路 3 2 を経て吐出ノズル 3 4 から滴下され、所定の回収容器 4 2 に回収される（溶出工程）。

10

【 0 0 3 4 】

このとき、ジクロロメタンは強い溶出力を有するため、トラップカラム 2 1 の出口端から前記溶出用溶媒が排出され始めるようになるとほぼ同時に、回収流路 3 2 内には目的成分を高濃度で含む溶出液が流れることとなる。そのため、従来の装置では目的成分が流路内で析出しやすい状態となり、配管やバルブの詰まりを生じて溶出液が流れにくくなるおそれがあったが、本実施例の装置では、上述のような希釈流路 1 9 を用いて回収流路 3 2 中の溶出液を希釈することにより、前記トラップカラム 2 1 の出口端よりも下流の領域における目的成分の析出を抑えられ、該下流の領域における流路の詰まりを防止することができる。すなわち、トラップカラム 2 1 の出口端から溶出用溶媒が排出され始めてから所定の時間が経過するまでの間、制御部 5 2 は、前記第二切替バルブ 1 7 を第一ニードル 1 8 側（f ポート）から希釈流路 1 9 側（g ポート）へと間欠的に切り替えるように制御を行う。このように第二切替バルブ 1 7 を希釈流路 1 9 側に切り替えることにより、送液ポンプ 1 6 で吸引されたジクロロメタンを、トラップカラム 2 1 を介さずに回収流路 3 2 に直接流入させることができる。

20

【 0 0 3 5 】

これにより、目的成分を高濃度で含む溶出液が希釈液によって希釈されるため、回収流路 3 2 内における目的成分の析出が起こりにくくなる。つまり、本実施例において溶媒容器 1 3 に収容されたジクロロメタンは、トラップカラム 2 1 から目的成分を溶出させるための溶出用溶媒としての役割に加え、回収流路 3 2 中の溶出液を希釈するための希釈液としての役割も果たす。

30

【 0 0 3 6 】

また、上記のように希釈液を間欠的に導入することにより、回収流路 3 2 にはトラップカラム 2 1 からの溶出液（目的成分を含むジクロロメタン）と希釈流路 1 9 から導入された希釈液（目的成分を含まないジクロロメタン）とが交互に流れることとなる。そのため、回収流路 3 2 に溶出液が流れている間に該溶出液中で目的成分が析出して配管やバルブ内に付着したとしても、その後に流れる希釈液によって該析出物を溶解させることができるため、流路の詰まりを効果的に防止することができる。

【 0 0 3 7 】

なお、上記のような間欠的な希釈液の送液を行う際において、希釈液の送液を行う間隔、及び希釈液の送液一回当たりの実行時間としては、ユーザが予め任意の値を設定することができる。このとき、溶出用溶媒の送液量に対する希釈液の送液量の割合を大きくするほど目的成分の析出防止効果が高くなるが、その反面、回収容器 4 2 に分取した溶出液に多量の希釈液が混入することになるため、目的成分の乾固処理に長時間を要することとなる。そのため、希釈液の送液量は流路の詰まりが生じない範囲でできるだけ少なくすることが望ましい。

40

【 0 0 3 8 】

トラップカラム 2 1 中の充填剤に捕集されている目的成分の量は限られているから、ジクロロメタンがトラップカラム 2 1 に導入され始めてから或る程度の時間が経過すると、溶出液に含まれる目的成分の濃度が低下する。そこで、制御部 5 2 は分取を開始してから所定時間が経過した時点、又は所定量のジクロロメタンの送液を完了した時点で吐出ノズ

50

ル 3 4 を回収容器 4 2 から抜去し、再び廃液ポート 4 3 に挿入することで分取を終了する。その後、制御部 5 2 は、洗浄液容器 1 2 ( c ポート ) と供給流路 1 5 ( a ポート ) とを接続するように第一切替バルブ 1 4 を切り替える。これにより、洗浄液容器 1 2 中の純水が送液ポンプ 1 6 によって吸引され、トラップカラム 2 1、回収流路 3 2 及び吐出ノズル 3 4 を流れることにより、これらを洗浄する ( 後処理工程 ) 。

【 0 0 3 9 】

各回収容器 4 2 内にそれぞれ異なる目的成分を含む溶出液を回収した後は、その溶出液を加熱或いは真空遠心分離することで固形状の目的成分を取り出すことができる。

【 0 0 4 0 】

図 1 の分取精製装置の自動分取精製動作は、上記のように前処理工程、水置換工程、溶出工程及び後処理工程を有するが、これらの工程における送液ポンプ 1 6 の流量及び送液量の適正値はそれぞれ異なるため、各工程に適した流量と目的量を設定する必要がある。なお、ここで設定する目的量とは、目的送液量又は目的送液時間である。

【 0 0 4 1 】

本実施例の制御部 5 2 には、図 2 に示すように、設定部 5 4、単位量記憶部 5 5、算出部 5 6、モータ制御部 5 7 が機能ブロックとして含まれている。設定部 5 4 は、上記の各工程における送液ポンプ 1 6 の流量と目的量を設定するためのものである。流量と目的量の設定は、操作部 5 3 におけるユーザの操作を通じて行っても良いし、図 1 及び図 2 に図示されていない他の制御装置から送られたデータに基づいて行っても良い。

【 0 0 4 2 】

単位量記憶部 5 5 は、送液ポンプ 1 6 の吸引と吐出の 1 サイクル当たりの単位量を記憶するためのものである。単位量記憶部 5 5 に保持される単位量としては、プランジャ 6 6 の一往復 ( 1 サイクル ) 当たりの吐出量 ( 単位吐出量 ) であっても良いし ( 図 3 ( a ) )、流量に対応するプランジャ 6 6 の一往復当たりの駆動時間 ( 単位駆動時間 ) であっても良い ( 図 3 ( b ) )。流量  $W$  と単位吐出量  $v$  と単位駆動時間  $t$  の間には、

$$t = v / W \quad \dots (2)$$

の関係があるので、単位量記憶部 5 5 は、単位吐出量  $v$  と単位駆動時間  $t$  のいずれか一方を記憶しておくだけで良いが、もちろんこれらの両方を保持していても良い。

【 0 0 4 3 】

算出部 5 6 は、設定部 5 4 で設定された目的量の最小の倍数を算出するためのものである。設定部 5 4 で設定された目的量が送液量 ( 目的送液量 )  $V$  であり、単位量記憶部 5 5 に単位量として単位吐出量  $v$  が記憶されている場合、算出部 5 6 では、

$$N = C ( V / v ) \quad \dots (3)$$

となる  $N$  を算出する。ここで、 $C ( \cdot )$  は天井関数であり、 $C ( x )$  は  $x$  の小数点以下を切り上げることを意味する。また、目的量が時間 ( 目的送液時間 )  $T$  であり、単位量記憶部 5 5 に単位量として単位駆動時間  $t$  が記憶されている場合、算出部 5 6 では、

$$N = C ( T / t ) \quad \dots (4)$$

となる  $N$  を算出する。流量  $W$  と単位吐出量  $v$  と単位駆動時間  $t$  の間には式 (2) の関係があり、目的送液時間  $T$  と流量  $W$  と目的送液量  $V$  の間には

$$T = V / W \quad \dots (5)$$

の関係があるため、式 (3) と式 (4) は同じものである。もちろん、式 (2) 及び (5) の関係から、倍数  $N$  を式 (3) 及び (4) 以外の表現で表すこともできる。

【 0 0 4 4 】

なお、送液ポンプ 1 6 の単位量は、使用環境等によって変化することがある。そのため、 $N$  を算出する際には、この変化分を見越して、次式を用いることが実際には望ましい。

$$N = C ( V / v \times ) \quad \dots (3)'$$

ここで、 $( > 1 )$  は安全係数であり、例えば  $= 1.1$  とすることができる。

【 0 0 4 5 】

算出部 5 6 で算出された倍数  $N$  のデータはモータ制御部 5 7 に送られる。モータ制御部 5 7 は、設定部 5 4 で設定された流量  $w$  に対応する回転速度で、プランジャ 6 6 を  $N$  回往

10

20

30

40

50



復動させるようにモータMを制御する。

【 0 0 4 6 】

図4に、設定部54で設定された流量と目的送液量（又は目的送液時間）に対し、倍数Nを算出せずに送液ポンプ16を駆動させた場合の該送液ポンプ16における吸引と吐出のタイミング図（図4(a)）と、算出部56によって算出された倍数Nを用いて送液ポンプ16の制御を行った場合の該送液ポンプ16における吸引と吐出のタイミング図（図4(b)）を示す。

【 0 0 4 7 】

図4(a)に示すように、各工程では、送液ポンプ16の吸引と吐出のサイクル中の任意のタイミングから送液ポンプ16が駆動を開始し、任意のタイミングで駆動を終了している。これにより、例えば水置換工程では、目的送液量V1に対して実際の送液量は $v \times (N1 - 1)$ と $v \times N1$ （N1は目的送液量V1に対して式(3)によって算出される値）の間でばらついてしまう。これらの間には、

$$v \times (N1 - 1) < V1 < v \times N1 \quad \dots(6)$$

の関係が成り立つので、実際の送液量は目的送液量V1よりも少なくなる可能性がある。そのため、水置換工程においてトラップカラム内の水を溶出用溶媒で置換する際、トラップカラム内に水が残留することが生じ得てしまう。

【 0 0 4 8 】

これに対し、図4(b)では、送液ポンプ16の駆動開始と駆動終了のタイミングは、いずれの工程においてもサイクル中の同じタイミングとなる。これにより、例えば水置換工程では、目的送液量V1に対して実際の送液量は $v \times N1$ となり、式(6)のようなばらつきが生じない。また、式(6)から実際の送液量は目的送液量V1以上となる。そのため、水置換工程において、トラップカラム内の水をすべて溶出用溶媒に置換することができる。また、溶出用溶媒の目的送液量に対する実際の送液量の増加量は最小限に抑えられるため、溶出用溶媒を流し過ぎることによる目的成分の減少を最小限に抑えることができる。

【 0 0 4 9 】

図5に往復動型ポンプ及び往復動型ポンプ制御装置の変形例を示す。この変形例では、図2の構成に加えて、モータMの回転軸68に設けられたロータリエンコーダ69と、制御部52に設けられた定位置復帰部58と、を備える。

【 0 0 5 0 】

定位置復帰部57は、分取精製装置を起動する毎にロータリエンコーダ69から信号を読み込み、装置が起動した時点における回転軸68の回転角度を取得する。そして、この回転角度が所定の初期角度と異なれば、回転軸68の回転角度が初期角度と一致するように、モータMを駆動させる。これにより、例えば分取精製装置が停電により停止したり、分取精製装置を緊急停止させたりすることによってプランジャ66の駆動開始位置が変わっても、該駆動開始位置を定位置に戻すことができる。

【 0 0 5 1 】

なお、上記実施例は本発明の一例にすぎないから、本発明の趣旨の範囲で適宜変更、修正、追加などを行っても本願請求の範囲に包含されることは明らかである。

【 符号の説明 】

【 0 0 5 2 】

- 1 1 ... 溶液容器
- 1 2 ... 洗浄液容器
- 1 3 ... 溶媒容器
- 1 4 ... 第一切替バルブ
- 1 5 ... 供給流路
- 1 6 ... 送液ポンプ
- 1 7 ... 第二切替バルブ
- 1 8 ... 第一ニードル
- 1 9 ... 希釈流路

10

20

30

40

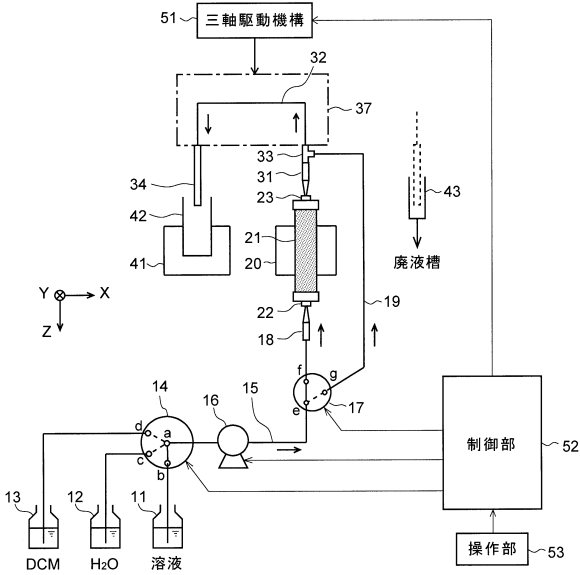
50

2 0 ... カラムラック  
2 1 ... トラップカラム  
2 2、2 3 ... ニードルポート  
3 1 ... 第二ニードル  
3 2 ... 回収流路  
3 3 ... T字型ジョイント  
3 4 ... 吐出ノズル  
3 7 ... 分取ヘッド  
4 1 ... 容器ラック  
4 2 ... 回収容器  
4 3 ... 廃液ポート  
5 1 ... 三軸駆動機構  
5 2 ... 制御部  
5 3 ... 操作部  
5 4 ... 設定部  
5 5 ... 単位量記憶部  
5 6 ... 算出部  
5 7 ... モータ制御部  
5 8 ... 定位置復帰部  
6 0 ... ブランジャポンプ  
6 1 ... ポンプヘッド  
6 2 ... シリンダ  
6 3 ... 吸引路  
6 4 ... 吐出路  
6 5 ... シール  
6 6 ... ブランジャ  
6 7 ... カム  
6 8 ... 回転軸  
6 9 ... ロータリエンコーダ

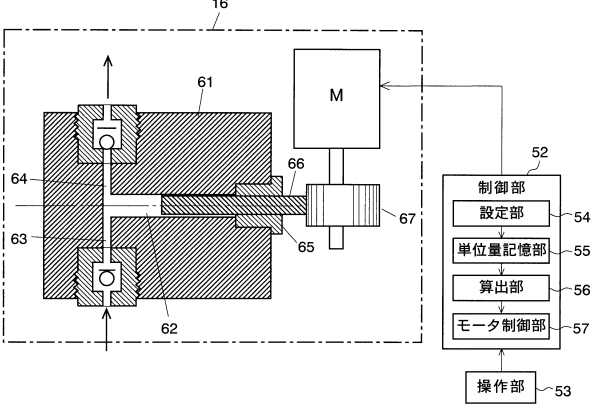
10

20

【図 1】



【図 2】



【図 3】

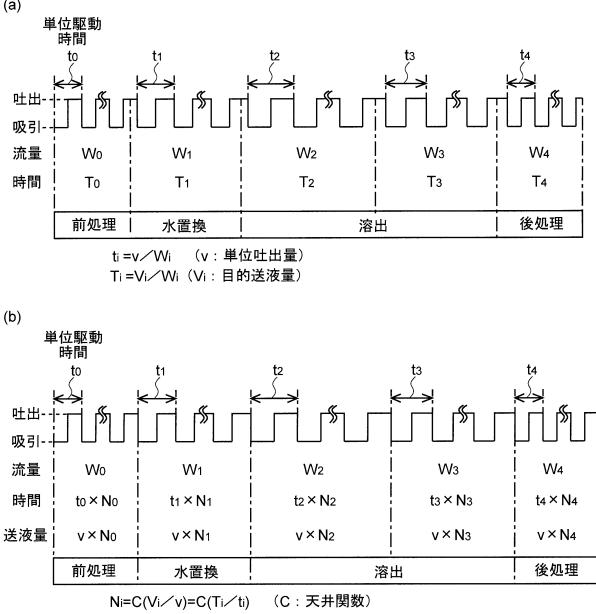
(a)

単位吐出量
0.2mL

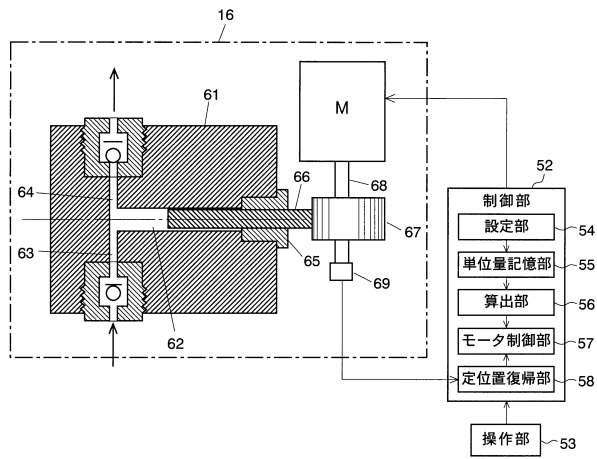
(b)

流量	単位駆動時間
0.1mL/min	120sec
0.2mL/min	60sec
0.3mL/min	40sec
0.4mL/min	30sec
0.5mL/min	24sec
1.0mL/min	12sec
1.5mL/min	8sec

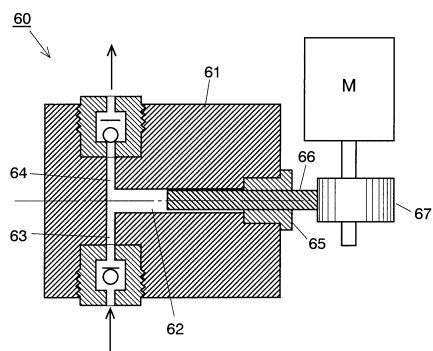
【図 4】



【図 5】



【図 6】



---

フロントページの続き

(56)参考文献 特開2001-343371(JP,A)  
特開2011-164049(JP,A)  
特開昭63-106554(JP,A)  
特開平03-160175(JP,A)  
特開昭63-173866(JP,A)  
特開2002-243712(JP,A)  
米国特許第04359312(US,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N	30/00 - 30/96
B01D	15/00 - 15/08
F04B	49/00 - 51/00