



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 118355275 A

(43) 申请公布日 2024.07.16

(21) 申请号 202280080410.4

(74) 专利代理机构 北京银龙知识产权代理有限公司

公司 11243

(22) 申请日 2022.11.14

专利代理人 范胜杰 曹鑫

(30) 优先权数据

2021-214281 2021.12.28 JP

(85) PCT 国际申请进入国家阶段日

(51) Int.Cl.

G01N 30/32 (2006.01)

E04B 23/06 (2006.01)

2024.06.04

7-07B 23

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2022/042160 2022.11.14

(87) PCT国际申请的公布数据

WO2023/127327 JA 2023.07.06

(71) 申请人 株式会社日立高新技术

地址 日本

(72) 发明人 塚田修大 金井大辅 岩佐翔
原田裕至 用田祐介

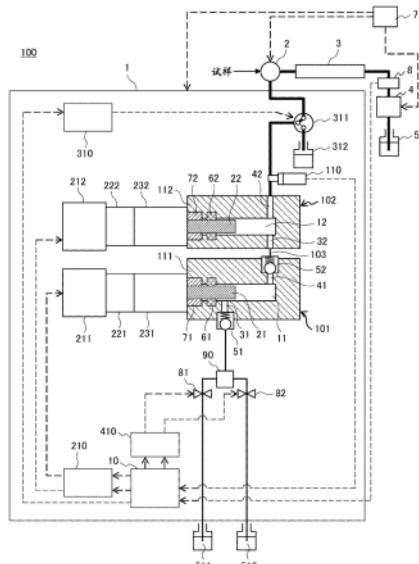
权利要求书1页 说明书11页 附图5页

(54) 发明名称

送液泵

(57) 摘要

本发明提供一种送液泵，能够考虑溶剂的膨胀、依赖于溶剂的压力的泄漏、依赖于溶剂的流量的泄漏，能够进行流量精度高的送液。本发明的送液泵(1)具备：具备第一柱塞(21)的第一柱塞泵(101)；具备第二柱塞(22)且与第一柱塞泵(101)连接的第二柱塞泵(102)；测定来自第二柱塞泵(102)的送液压力(P2)的压力传感器(110)；控制第一柱塞(21)和第二柱塞(22)的驱动的控制部(10)。控制部(10)使用依赖于送液压力(P2)的参数(C1、C0)、送液压力(P2)和液体的目标流量，求出第一柱塞(21)的移动速度(v1)和第二柱塞(22)的移动速度(v2)。参数(C1、C0)是表示送液压力(P2)与液体的流量(Q0)的关系的式子的参数。



1. 一种排出液体的送液泵，其特征在于，所述送液泵具备：
第一柱塞泵，其具备能够移动的第一柱塞；
第二柱塞泵，其具备能够移动的第二柱塞，并与所述第一柱塞泵连接；
压力传感器，其配置于所述第二柱塞泵的下游侧，并测定从所述第二柱塞泵排出的所述液体的压力即送液压力；以及
控制部，其输入所述压力传感器测定出的所述送液压力，并且控制所述第一柱塞的驱动和所述第二柱塞的驱动，
所述控制部使用依赖于所述送液压力的参数、所述送液压力、以及所述液体的预先设定的流量即目标流量，求出所述第一柱塞的移动速度和所述第二柱塞的移动速度，
所述参数是表示所述送液压力与所述液体的流量的关系的式子的参数。
2. 根据权利要求1所述的送液泵，其特征在于，
所述控制部在所述送液泵排出所述液体的期间，从所述压力传感器输入所述送液压力来计算求出所述参数，使用求出的所述参数求出所述第一柱塞的移动速度和所述第二柱塞的移动速度。
3. 根据权利要求1所述的送液泵，其特征在于，
所述参数是相对于所述送液压力线性变化的参数。
4. 根据权利要求1所述的送液泵，其特征在于，
所述送液泵具备测定所述液体的流量的流量计，
所述控制部基于所述送液压力与所述流量计测定出的流量的关系来求出所述参数。

送液泵

技术领域

[0001] 本发明涉及输送液体的泵。

背景技术

[0002] 送液泵是用于输送定量的液体的泵,例如用于液相色谱仪。在使用液相色谱仪的分析中,分析结果需要高再现性,因此要求送液泵具有高流量精度。

[0003] 一般而言,液相色谱仪具备输送作为液体的溶剂的送液泵、用于将试样导入液相色谱仪的注射器、分离柱、检测器、废液容器以及控制这些设备的系统控制部。液相色谱仪所使用的送液泵一般由串联连接的2台柱塞泵构成。上游侧的柱塞泵(第一柱塞泵)吸引溶剂,进行压缩并排出。由于仅通过第一柱塞泵无法输送恒定流量,因此在第一柱塞泵的下游侧连接有另一台柱塞泵(第二柱塞泵)。第二柱塞泵进行抵消第一柱塞泵的脉动流的动作(即,在第一柱塞泵吸引并压缩溶剂时,排出溶剂)。送液泵通过第一柱塞泵和第二柱塞泵的这样的动作,能够输送恒定流量的溶剂。

[0004] 在从送液泵排出的溶剂中,通过注射器注入作为分析对象的试样。注入有试样的溶剂被导入分离柱并按成分分离,之后,通过检测器检测与试样成分相应的特性,例如吸光度、荧光强度以及折射率等。在分离柱中填充有微小粒子。由于溶剂在微小粒子的间隙中流动时的流体阻力,在送液泵中产生数十兆帕至超过百兆帕的负载压力。该负载压力的大小根据分离柱的直径(例如,几毫米左右)、微小粒子的大小(例如,几微米左右)以及通过流量而不同。

[0005] 溶剂被压缩至负载压力并从送液泵排出。在位于分离柱的下游侧的检测器中,溶剂的压力大致为大气压。因此,溶剂在检测器中相对于送液泵内的状态膨胀。另外,在送液泵中,有时从密封部、构成部件的连接部泄漏微小量的溶剂。因此,为了通过送液泵得到高流量精度,需要考虑溶剂的膨胀和泄漏来控制送液泵。溶剂的泄漏存在依赖于压力的泄漏和依赖于流量的泄漏。

[0006] 例如,在专利文献1和专利文献2中公开了考虑了溶剂的膨胀或泄漏的以往的送液泵的例子。

[0007] 在专利文献1中公开了一种对溶剂的压缩的影响进行校正的技术。专利文献1所记载的送液装置具备:排出速度计算部,其求出成为设定有从泵部向排出流路排出的流动相(流体)的流量在大气压下的换算值的流量的柱塞泵的排出速度;以及排出动作控制部,其使排出行程中的柱塞泵以由排出速度计算部求出的排出速度动作,因此,能够准确地控制柱塞的驱动速度,使得大气压下的流动相的体积流量成为所设定的流量,能够减小由流动相的压缩性引起的送液流量的偏差。

[0008] 在专利文献2中公开了检测泄漏并进一步进行校正的技术。在专利文献2所记载的装置中,以在预定的某一定的压力下流量成为0的方式驱动泵,通过分析此时的柱塞的位移来进行泄漏的检测,以校正检测到的泄漏的方式调整泵流量。

[0009] 现有技术文献

- [0010] 专利文献
- [0011] 专利文献1:国际公开第2019/082243号
- [0012] 专利文献2:欧洲专利第2244091号说明书

发明内容

- [0013] 发明所要解决的课题
- [0014] 在专利文献1所公开的技术中,仅考虑溶剂的膨胀来控制送液泵,未考虑溶剂的泄漏。因此,相对于送液泵所要求的流量精度,在无法忽视泄漏的大小的情况下,难以实现所要求的流量精度。
- [0015] 在专利文献2所公开的技术中,考虑溶剂的泄漏来调整泵流量,但仅考虑依赖于溶剂的压力的泄漏,未考虑依赖于流量的泄漏。因此,在相对于送液泵所要求的流量精度,流量发生了变化时的泄漏的变化无法忽视的情况下,难以实现所要求的流量精度。
- [0016] 这样,在以往的技术中,由于没有考虑溶剂的膨胀、依赖于溶剂的压力的泄漏、依赖于溶剂的流量的泄漏,所以希望考虑这些而能够以高的流量精度进行送液的送液泵。
- [0017] 本发明的目的在于提供一种送液泵,能够考虑溶剂的膨胀、依赖于溶剂的压力的泄漏、依赖于溶剂的流量的泄漏,能够进行流量精度高的送液。
- [0018] 用于解决课题的手段
- [0019] 本发明的送液泵排出液体,所述送液泵具备:第一柱塞泵,其具备能够移动的第一柱塞;第二柱塞泵,其具备能够移动的第二柱塞,并与所述第一柱塞泵连接;压力传感器,其配置于所述第二柱塞泵的下游侧,并测定从所述第二柱塞泵排出的所述液体的压力即送液压力;以及控制部,其输入所述压力传感器测定出的所述送液压力,并且控制所述第一柱塞的驱动和所述第二柱塞的驱动。所述控制部使用依赖于所述送液压力的参数、所述送液压力、以及所述液体的预先设定的流量即目标流量,求出所述第一柱塞的移动速度和所述第二柱塞的移动速度。所述参数是表示所述送液压力与所述液体的流量的关系的式子的参数。
- [0020] 发明效果
- [0021] 根据本发明,能够提供一种送液泵,其能够考虑溶剂的膨胀、依赖于溶剂的压力的泄漏、依赖于溶剂的流量的泄漏,能够进行流量精度高的送液。

附图说明

- [0022] 图1是表示具备本发明的实施例1的送液泵的液相色谱仪的结构的示意图。
- [0023] 图2是表示通常输送溶剂时的第一柱塞和第二柱塞的位移、以及溶剂的排出流量和排出压力的图表。
- [0024] 图3是表示具备2个送液泵的液相色谱仪的结构的示意图。
- [0025] 图4是示意性地说明对送液泵的流量精度造成影响的因素的关系的图。
- [0026] 图5是示意性地表示相对于送液压力的检测器中的溶剂的流量的图。
- [0027] 图6A是示意性地表示在基本流量为Qb1的情况下,相对于送液压力的检测器中的溶剂的流量的测定值的例子的图。
- [0028] 图6B是示意性地表示在基本流量为Qb2的情况下,相对于送液压力的检测器中的

溶剂的流量测定值的例子的图。

[0029] 图7A是示意性地表示相对于送液压力绘制了由式(5)得到的参数C1的例子的图。

[0030] 图7B是示意性地表示相对于送液压力绘制了由式(6)得到的参数C0的例子的图。

具体实施方式

[0031] 本发明的送液泵是排出并输送作为液体的溶剂的泵,例如能够应用于液相色谱仪。本发明的送液泵考虑溶剂的膨胀、依赖于溶剂的压力的泄漏、依赖于溶剂的流量的泄漏来决定泵动作(更具体而言,柱塞的移动速度),能够进行流量精度高的送液。在本发明的送液泵中,泵控制部求出表示送液压力与检测器中的溶剂的流量的关系的式子的参数的值,以使用该参数求出的速度驱动柱塞。而且,本发明的送液泵也可以反馈送液中的压力,在送液中调整参数。

[0032] 以下,对本发明的实施例的送液泵进行说明。另外,以下所述的流量只要没有特别说明,就是体积流量。

[0033] 实施例1

[0034] <送液泵及液相色谱仪的结构例>

[0035] 图1是表示具备本发明的实施例1的送液泵1的液相色谱仪100的结构的示意图。液相色谱仪100具备送液泵1、用于将试样导入到液相色谱仪100的注射器2、分离柱3、检测器4、废液容器5以及控制这些设备的系统控制部7。

[0036] 注射器2、分离柱3、检测器4以及废液容器5能够使用液相色谱仪中通常使用的结构,因此在本实施例中省略对这些设备的详细结构的说明。

[0037] 送液泵1具备作为泵控制部的控制器10、压力传感器110、第一柱塞泵101、第二柱塞泵102、连结流路103、第一电磁阀81、第二电磁阀82、马达驱动器210、吹扫阀驱动器310、吹扫阀311、废液箱312以及电磁阀驱动器410。送液泵1排出液体(例如,溶剂)。送液泵1能够在其下游侧连接注射器2、分离柱3、检测器4以及废液容器5。在本实施例中,在送液泵1的下游连接有注射器2、分离柱3、检测器4以及废液容器5。检测器4检测送液泵1排出的液体(溶剂)中包含的试样的特性。

[0038] 第一柱塞泵101和第二柱塞泵102彼此串联连接。第一柱塞泵101配置在上游侧,第二柱塞泵102配置在下游侧。此外,第一柱塞泵101和第二柱塞泵102也可以相互并联连接。在本实施例中,说明第一柱塞泵101和第二柱塞泵102串联连接的例子。

[0039] 压力传感器110设置在第二柱塞泵102的下游侧。压力传感器110测定从第二柱塞泵102排出的溶剂(液体)的压力(排出压力),并将测定出的压力值向控制器10输出。

[0040] 详细情况后述,控制器10基于压力传感器110测定的排出压力和预先决定的动作序列,向马达驱动器210及电磁阀驱动器410提供指令值,使这些驱动器动作。另外,控制器10基于预先决定的动作序列,向吹扫阀驱动器310提供指令值而使其动作。

[0041] 第一柱塞泵101具备第一加压室11、第一柱塞21、第一吸引通路31、第一排出通路41、第一止回阀51、第二止回阀52、第一密封件61以及具有轴承71的第一泵头111。第一止回阀51配置在第一吸引通路31的流路上。第二止回阀52配置在第一排出通路41的流路上。第一止回阀51和第二止回阀52限制溶剂的流通方向。第一柱塞21是加压部件,被轴承71保持为能够在第一柱塞泵101内滑动地移动。第一密封件61防止液体从第一加压室11泄漏。

[0042] 第二柱塞泵102具备第二加压室12、第二柱塞22、第二吸引通路32、第二排出通路42、第二密封件62以及具有轴承72的第二泵头112。第二止回阀52和第二吸引通路32通过连结流路103相互连结。即，第一柱塞泵101和第二柱塞泵102串联连接，第一柱塞泵101设置在上游侧。第二柱塞22是加压部件，被轴承72保持为能够在第二柱塞泵102内滑动地移动。第二密封件62防止液体从第二加压室12泄漏。

[0043] 在本说明书中，柱塞（第一柱塞21和第二柱塞22）的“上升”表示加压室（第一加压室11和第二加压室12）的内部的溶剂被压缩或排出的方向的柱塞的移动（图1中的向右的移动）。另一方面，柱塞的“下降”表示向加压室的内部吸引溶剂的方向的柱塞的移动（图1中的向左的移动）。另外，“上限点”表示在柱塞能够在加压室的内部移动的范围内上升最大的位置。“下限点”表示在柱塞能够在加压室的内部移动的范围内下降最大的位置。

[0044] 第一柱塞21的往复运动由第一电动马达211、减速装置221及直动装置231控制。更具体而言，第一柱塞21由控制器10如以下那样控制。马达驱动器210基于控制器10的指令值向第一电动马达211提供驱动电力，使第一电动马达211旋转。第一电动马达211的旋转被减速装置221减速，并被直动装置231转换为直线运动。第一柱塞21随着直动装置231的该直线运动而进行往复运动。

[0045] 同样地，第二柱塞22的往复运动由第二电动马达212、减速装置222及直动装置232控制。更具体而言，第二柱塞22由控制器10如以下那样控制。马达驱动器210基于控制器10的指令值向第二电动马达212提供驱动电力，使第二电动马达212旋转。第二电动马达212的旋转被减速装置222减速，并被直动装置232转换为直线运动。第二柱塞22随着直动装置232的该直线运动而进行往复运动。

[0046] 减速装置221和直动装置231通过将它们组合而将第一电动马达211的旋转动力放大并转换为直线运动力，因此能够广义地称为动力传递机构装置。这对于减速装置222和直动装置232也是同样的。

[0047] 作为减速装置221、222的具体例，可列举正齿轮、滑轮、行星齿轮及蜗轮等。设置减速装置221、222的主要理由是为了增大第一及第二电动马达211、212的转矩。如果具有使第一及第二电动马达211、212产生足够的转矩的能力，则不一定需要设置减速装置221、222。

[0048] 作为直动装置231、232的具体例，能够举出滚珠丝杠、凸轮以及齿条齿轮等。

[0049] 吹扫阀驱动器310基于控制器10的指令值对吹扫阀311提供驱动电力。吹扫阀311与第二柱塞泵102的下游侧连接。吹扫阀311将从第二柱塞泵102排出的溶剂流动的方向切换为注射器2侧或废液箱312侧。

[0050] 电磁阀驱动器410基于控制器10的指令值向第一电磁阀81和第二电磁阀82提供驱动电力。在送液泵1的外部设置有收容第一溶剂511的溶剂容器和收容第二溶剂512的溶剂容器。通过第一电磁阀81和第二电磁阀82的开闭、第一柱塞泵101和第二柱塞泵102（第一柱塞21和第二柱塞22）的驱动，第一溶剂511和第二溶剂512被输送到送液泵1。

[0051] 在第一柱塞泵101吸引溶剂时，成为第一电磁阀81和第二电磁阀82中的一方打开而另一方关闭的状态，第一溶剂511和第二溶剂512中的一方被吸引。被吸引的溶剂通过合流部90、第一止回阀51以及第一吸引通路31而流入第一加压室11。被吸引而流入到第一加压室11的内部的溶剂随着第一柱塞21的上升而被压缩。

[0052] 当由于溶剂被压缩而第一加压室11的内部的压力变得比第二加压室12的内部的

压力大时,溶剂通过第一排出通路41、第二止回阀52、连结流路103以及第二吸引通路32而流入第二加压室12,从第二排出通路42排出。

[0053] 通过注射器2向从送液泵1排出的溶剂注入作为分析对象的试样。注入有试样的溶剂被导入分离柱3而按成分分离,之后,通过检测器4检测与试样成分相应的吸光度、荧光强度以及折射率等。在分离柱3中填充有微小粒子,由于溶剂在微小粒子的间隙中流动时的流体阻力,在送液泵1中产生数十兆帕至超过百兆帕的负载压力。该负载压力的大小根据分离柱3的直径、长度、微小粒子的种类、大小以及通过流量等而不同。

[0054] 送液泵1能够在检测器4的上游侧或下游侧具备流量计8。在图1中,作为一例,流量计8设置于检测器4的上游侧。流量计8测定送液泵1排出的溶剂在检测器4中的流量。流量计8测定出的值被输入到控制器10。此外,送液泵1也可以不具备流量计8。

[0055] <送液方法>

[0056] 对使用本实施例的送液泵1对溶剂进行通常送液时的送液方法的概略进行说明。“通常送液”是指使送液泵1排出的溶剂流向注射器2、分离柱3以及检测器4来分析试样的情况下的送液方法。另外,不分析试样时(将溶剂输送到废液箱312时)的送液方法与分析试样时的动作相同,因此省略说明。

[0057] 图2是表示通过送液泵1对溶剂进行通常送液时的第一柱塞21和第二柱塞22的位移、以及溶剂的排出流量和排出压力的图表。在图2所示的4个图表中,横轴表示时间,纵轴从上起依次表示第一柱塞21的位移、第二柱塞22的位移、溶剂的排出流量以及溶剂的排出压力。在此,排出流量是送液泵1排出的溶剂的流量(送液泵1刚排出后的溶剂的流量),排出压力是压力传感器110检测的压力、即从送液泵1排出的溶剂的压力。第一柱塞21的位移和第二柱塞22的位移以上升方向(图1的右方向)为正方向,以下降方向(图1的左方向)为负方向。排出流量以排出为正,以吸引为负。

[0058] 在通常送液中,第一柱塞21和第二柱塞22均以下限点为基准进行动作。

[0059] 在通常送液中,第一柱塞泵101和第二柱塞泵102均进行周期性的动作。在图2中示出了4个周期的动作。在一个送液周期中,按时间顺序存在区间a、区间b、区间c以及区间d这4个区间。

[0060] 区间a是第一柱塞21下降而吸引溶剂的区间。区间b是第一柱塞21上升而压缩溶剂的区间。在区间a和区间b中,不从第一加压室11排出溶剂,因此第二柱塞22上升而排出溶剂。在区间b中存在第一柱塞21上升的区间b1和之后第一柱塞21停止的区间b2,详情后述。区间c是第二柱塞22下降而吸引溶剂的区间。在区间c中,第一柱塞21上升,排出第二柱塞22的吸引量和送液泵1排出的量的溶剂。在区间d中,第一柱塞21上升而排出溶剂,第二柱塞22停止。

[0061] 第一柱塞泵101和第二柱塞泵102通过进行这样的动作,能够将来自送液泵1的排出流量保持为大致恒定,排出压力也能够大致恒定。

[0062] 第一柱塞21的动作在区间b1和区间b2中不同。第一柱塞21切换这些动作的定时例如能够设为压力传感器110检测到排出压力的脉动的定时。具体而言,在区间b1中,当第一柱塞21上升而继续压缩动作时,第一加压室11的内部的溶剂的压力超过排出压力,由此排出流量瞬间变大,与此相伴,排出压力也瞬间变大。图2表示这样产生的排出流量和排出压力的脉动。

[0063] 控制器10在压力传感器110检测到排出压力的脉动的定时,将第一柱塞21的动作从区间b1中的动作切换为区间b2中的动作。

[0064] 以下,将在没有泄漏的情况下从送液泵1排出的被压缩的状态(高压的状态)的溶剂的体积流量称为“基本流量Qb”。基本流量Qb分为区间a、b和区间c、d,由以下的式(1)和式(2)表示。

$$[0065] Q_b = v_2 \times A \quad (\text{区间a,b}) \quad (1)$$

$$[0066] Q_b = (v_1 + v_2) \times A \quad (\text{区间c,d}) \quad (2)$$

[0067] v_1 是第一柱塞21的移动速度。 v_2 是第二柱塞22的移动速度。A是第一柱塞21和第二柱塞22的截面积,是已知的值。但是,假定第一柱塞21和第二柱塞22的截面积相同。

[0068] 关于基本流量Qb,在区间a、b中与将第二柱塞22上升而推开的溶剂的体积除以该区间的时间而得到的值大致一致,在区间c、d中与将第一柱塞21上升而推开的溶剂的体积与第二柱塞22下降而引入的溶剂的体积之差除以该区间的时间而得到的值大致一致。即,基本流量Qb是在没有泄漏的情况下从送液泵1排出的被压缩的状态的溶剂的体积流量(但是,不考虑脉动)。图2所示的排出流量是没有泄漏的情况下的体积流量、即基本流量Qb,也示出脉动。

[0069] 当已知基本流量Qb时,截面积A是已知的,因此根据式(1)和式(2)求出区间a、b和区间c、d中的 v_1 和 v_2 、即使第一柱塞21和第二柱塞22移动的速度。但是,需要预先决定 v_1 与 v_2 之比。具体而言,在区间a、b中,根据式(1)求出 v_2 。此时,第一柱塞21的动作不影响排出流量,因此在区间a吸引溶剂的速度和在区间b压缩溶剂的速度能够在区间a、b的时间的范围内取任意的值。在区间d中,根据图2的第二柱塞22的位移, $v_2=0$,因此根据式(2)求出 v_1 。在区间c中,以在区间c的时间使第二柱塞22返回下限点的方式求出 v_2 ,然后根据式(2)求出 v_1 。

[0070] <液相色谱仪的其他结构例>

[0071] 图3是表示具备2个送液泵1001、1002的液相色谱仪200的结构的示意图。图3所示的液相色谱仪200具备送液泵1001、送液泵1002、注射器2、分离柱3、检测器4、废液容器5以及系统控制部7。送液泵1001和送液泵1002具备与本实施例的送液泵1(图1)相同的结构。

[0072] 图3所示的液相色谱仪200具有并联连接的2个送液泵1001、1002,具备能够进行所谓的高压梯度分析的结构。送液泵1001、1002输送互不相同的溶剂。即,送液泵1001输送第一溶剂511和第二溶剂512,送液泵1002输送第三溶剂513和第四溶剂514。来自送液泵1001的流路和来自送液泵1002的流路在位于注射器2的上游侧的合流点6合流。

[0073] 从送液泵1001输送的溶剂和从送液泵1002输送的溶剂在合流点6的下游侧的位置混合而向分离柱3输送。送液泵1001、1002的流量根据分析项目由系统控制部7分别适当地设定。

[0074] 在高压梯度分析时,一般使送液泵1001和送液泵1002的合计的流量恒定,使各自的送液泵1001、1002的流量变化,使在分离柱3中流动的溶剂的浓度变化。因此,在一次分析中,各个送液泵1001、1002的流量依次变化。因此,需要进行与目标流量(检测器4中的作为目标的流量)对应的泵动作(柱塞的驱动速度)的校正。

[0075] <影响流量精度的因素>

[0076] 图4是示意性地说明对送液泵1的流量精度造成影响的因素的关系的图。在图4中

用在纸面的左右方向上较长的长方形表示流量。各长方形的左右方向的长度表示流量(体积流量)的大小。另外,用P2表示溶剂的送液压力(排出压力),用P0表示检测器4中的溶剂的压力。送液压力P2是送液泵1的内部的溶剂的压力,是由压力传感器110测定的压力。检测器4中的溶剂的压力P0与大气压大致相等,低于送液压力P2。

[0077] 溶剂的流量根据溶剂的泄漏和膨胀而变化。以下,对由溶剂的泄漏引起的流量的变化和由溶剂的膨胀引起的流量的变化进行说明。

[0078] 溶剂在压力为送液压力(排出压力)P2时被压缩。第一柱塞21和第二柱塞22以基本流量Qb推开该状态的溶剂。如果没有溶剂的泄漏,则从送液泵1排出该基本流量Qb的溶剂。实际上,从柱塞21、22与密封件61、62的间隙、止回阀51、52的连接部分等发生溶剂的泄漏,因此从送液泵1排出的流量比基本流量Qb小与该泄漏相应的量。

[0079] 溶剂的泄漏有依赖于压力的泄漏和依赖于流量的泄漏。用QleakP表示依赖于压力的泄漏的量,用QleakQ表示依赖于流量的泄漏的量。

[0080] 如图4所示,压力为送液压力P2的溶剂在没有泄漏的情况下,流量为基本流量Qb。在存在依赖于压力的泄漏和依赖于流量的泄漏的情况下,流量减小QleakP与QleakQ之和。即,在存在泄漏的情况下,若不考虑溶剂的膨胀,则从送液泵1排出的溶剂(压力为P2)的流量Q2比基本流量Qb小(Qleak P+QleakQ)。

[0081] 依赖于压力的泄漏是由于送液泵1的内部的溶剂的压力与送液泵1的外部的压力(大气压)的压力差而溶剂从上述泄漏的发生部位漏出的现象。压力差越大,依赖于压力的泄漏越大。

[0082] 依赖于流量的泄漏例如是在柱塞21、22下降时溶剂附着于柱塞21、22而溶剂从密封件61、62与柱塞21、22的间隙漏出的现象。依赖于流量的泄漏例如在图2所示的区间c中第二柱塞22下降时产生。当流量大时,区间c中的第二柱塞22的下降距离大,因此大量的溶剂泄漏。

[0083] 认为依赖于压力的泄漏的机制和依赖于流量的泄漏的机制除此之外还存在几个。

[0084] 另外,如图4所示,在检测器4中,由于溶剂膨胀,流量发生变化。检测器4中的溶剂的压力为与大气压大致相等的P0,低于送液压力P2。因此,检测器4中的溶剂与送液泵1的内部的溶剂相比膨胀。通过该膨胀,检测器4中的溶剂的流量Q0大于Q2(从送液泵1以送液压力P2排出的溶剂的流量)。

[0085] 本实施例的送液泵1考虑依赖于溶剂的压力的泄漏、依赖于溶剂的流量的泄漏和溶剂的膨胀,校正由这些影响引起的溶剂的流量的变化,由此能够进行流量精度高的送液。

[0086] 图5是示意性地表示相对于送液压力P2的检测器4中的溶剂的流量Q0的图,示意性地表示通过溶剂的流量的校正,检测器4中的溶剂的流量Q0如何变化。在图5的图表中,线1~4表示溶剂的流量大的情况(高流量的情况),线5~8表示溶剂的流量比高流量的情况小的情况(低流量的情况)。另外,如上所述,送液压力P2是送液泵1的内部的溶剂的压力,是由压力传感器110测定的压力。

[0087] 虚线1表示从送液泵1排出的溶剂的流量为基本流量Qb的情况下检测器4中的流量Q0、即没有溶剂的泄漏且进行流量的校正(由溶剂的膨胀引起的流量的变化的校正)之前的检测器4中的流量Q0。溶剂的压力越大,被压缩得越大,检测器4中的膨胀越大(检测器4中的压力是与大气压大致相等的P0)。因此,溶剂的送液压力P2越大,检测器4中的流量Q0越

大。此外,在送液压力P2与大气压相等时,由于没有溶剂的压缩和膨胀,因此检测器4中的流量Q0为基本流量Qb。

[0088] 虚线2表示在溶剂中存在依赖于压力的泄漏且不存在依赖于流量的泄漏的情况下、进行流量的校正之前的检测器4中的流量Q0。虚线2所示的流量比虚线1所示的流量小依赖于压力的泄漏量。但是,在送液压力P2与大气压相等时不产生依赖于压力的泄漏,因此在送液压力P2与大气压相等时,检测器4中的流量Q0为基本流量Qb。

[0089] 单点划线3表示在溶剂存在依赖于压力的泄漏和依赖于流量的泄漏这两方的情况下、进行流量的校正之前的检测器4中的流量Q0。单点划线3所示的流量比虚线2所示的流量小依赖于流量的泄漏量。依赖于流量的泄漏不依赖于压力,在送液压力P2与大气压相等时也产生。因此,送液压力P2与大气压相等时的检测器4中的流量Q0与基本流量Qb不一致。

[0090] 实线4表示检测器4中的作为目标的流量Q0即目标流量。实线4所示的目标流量是相对于单点划线3所示的流量校正了由溶剂的膨胀、依赖于溶剂的压力的泄漏、依赖于溶剂的流量的泄漏引起的流量的变化的情况下的流量。目标流量的值能够预先设定。

[0091] 虚线5、点线6、单点划线7以及实线8所示的流量小于线1~4所示的流量,但分别表示与虚线1、点线2、单点划线3以及实线4相同的流量特性。

[0092] 在本实施例的送液泵1中,控制器10驱动第一柱塞21和第二柱塞22,以使检测器4中的流量Q0相对于送液压力P2恒定为目标流量,即成为图5中实线4和实线8所示的流量特性。实线4和实线8所示的流量特性是通过按送液压力P2改变基本流量Qb(即,校正由溶剂的膨胀和泄漏引起的流量的变化)而得到的。

[0093] <泄漏的校正式>

[0094] 将图5中单点划线3所示的流量特性用式(3)近似而表示。

$$Q_0 = e \times p(f(P_2)) \times (Q_b - C_{leakp} \times P_2 - C_{leakq} \times Q_b) + Q_{offset} \quad (3)$$

[0096] 式(3)中,Q0为检测器4中的流量,P2为送液压力,f(P2)为相对于送液压力P2的膨胀率的函数(大气压下的溶剂的体积相对于送液压力P2下的溶剂的体积的比率),Qb为基本流量,Cleakp为与依赖于压力的泄漏相关的比例系数,Cleakq为与依赖于流量的泄漏相关的比例系数,Qoffset为近似式的调整系数。

[0097] 送液压力P2由压力传感器110测定。由函数f(P2)给出的值可以使用文献中记载的值等公知的值,也可以使用实测得到的值。Qoffset是用于调整使用图4和图5说明的想法中不包含的脉动等的影响、流量的测定误差等,使流量的测定值与式(3)拟合的参数。

[0098] 对式(3)进行变形,设为:

$$Q_b = C_1 \times Q_0 + C_0 \quad (4)$$

[0100] 其中,参数C1、C0满足:

$$C_1 = 1 / ((1 - C_{leakq}) \times e \times p(f(P_2))) \quad (5)$$

$$C_0 = (1 / (1 - C_{leakq})) \times (C_{leakp} \times P_2 - Q_{offset} / e \times p(f(P_2))) \quad (6)$$

[0103] 另外,当C1和C0是相对于送液压力P2线性变化的参数(由送液压力P2的一次函数表示的参数)时,表示为:

$$C_1 = C_{1a} \times P_2 + C_{1b} \quad (7)$$

$$C_0 = C_{0a} \times P_2 + C_{0b} \quad (8)$$

[0106] 在本实施例的送液泵1中,控制器10使用参数C1、C0和作为目标的检测器4中的流

量Q0(即,目标流量),根据式(4)求出相对于检测器4中的目标流量(Q0)的基本流量Qb,使用该基本流量Qb根据式(1)、(2)求出第一柱塞21的移动速度v1和第二柱塞22的移动速度v2,以求出的移动速度v1和移动速度v2分别驱动第一柱塞21和第二柱塞22。参数C1、C0依赖于送液压力P2,能够使用送液压力P2来求出。

[0107] 在本实施例的送液泵1中,通过按送液压力P2改变参数C1、C0、即根据式(4)得到的基本流量Qb,能够得到图5中实线4和实线8所示的流量特性(检测器4中的流量Q0相对于送液压力P2恒定为目标流量的流量特性)。本实施例的送液泵1通过这样驱动第一柱塞21和第二柱塞22来校正流量,能够进行流量精度高的送液。

[0108] 参数C1和C0是用于流量的校正的参数(校正参数),是表示送液压力P2与检测器4中的溶剂的流量Q0的关系的式(将式(3)变形后的式(4))的参数。校正参数C1、C0按照式(5)和式(6)、或者按照式(7)和式(8)来设定。即,求出校正参数C1、C0的方法有2个。控制器10在由式(5)和式(6)求出校正参数C1、C0的情况下,存储系数Cleakp、Cleakq、Qoffset及函数f(P2),在由式(7)和式(8)求出校正参数C1、C0的情况下,存储系数C1a、C1b、C0a及C0b。

[0109] 式(5)~式(8)的各参数的值根据溶剂的物性(例如,粘度、压缩率等)而变化。控制器10能够按照每个溶剂(例如,作为表)存储式(5)~式(8)的各参数的值,并根据溶剂变更参数C1、C0的值。或者,控制器10能够将表示参数C1、C0的系数的值相对于溶剂的物性函数化并存储,按溶剂求出参数C1、C0的值,根据溶剂变更参数C1、C0的值。

[0110] 另外,关于式(3)的Cleakp、Cleakq和Qoffset的求法,在后面叙述。

[0111] <压力反馈>

[0112] 如式(5)和式(6)(或式(7)和式(8))所示,校正参数C1、C0依赖于送液压力P2。送液压力P2根据分离柱3、配管的状态和基于温度的溶剂的粘度的变化等而变化。因此,优选根据送液压力P2调整参数C1、C0,基于调整后的参数C1、C0驱动送液泵1。因此,优选将压力传感器110的测定值反馈给控制器10,控制器10再次计算(调整)参数C1、C0。

[0113] 作为送液压力P2的反馈,控制器10在送液泵1排出溶剂的期间,实时(实际上是以控制器10的控制周期)地从压力传感器110输入测定值(送液压力P2)。控制器10在送液泵1排出溶剂的期间,使用通过该反馈得到的送液压力P2,基于式(5)和式(6)(或式(7)和式(8))计算并求出参数C1、C0,使用求出的C1、C0,根据式(4)计算相对于目标流量(Q0)的基本流量Qb,使用该基本流量Qb求出第一柱塞21和第二柱塞22的移动速度v1、v2,驱动第一柱塞21和第二柱塞22。这样,本实施例的送液泵1即使送液压力P2变化,也能够将检测器4中的流量Q0调整为目标流量且恒定。

[0114] 送液压力P2的反馈能够在任意的定时进行,例如,也能够在上述的实时、送液泵1的每个驱动周期进行。若在送液泵1的每个驱动周期进行反馈,则计算参数C1、C0的时间间隔变大,因此即使控制器10的运算能力低,也能够容易地校正流量。因此,不需要使用昂贵的控制器10,能够降低装置成本。

[0115] <校正参数的决定方法>

[0116] 由式(5)和式(6)表示的校正参数C1、C0能够通过按每个溶剂,针对多个基本流量Qb测定相对于送液压力P2的检测器4中的溶剂的流量Q0来决定。检测器4中的溶剂的流量Q0能够由流量计8测定。此外,测定的基本流量Qb的数量越多,越能够更高精度地求出校正参数C1、C0。

[0117] 图6A和图6B是示意性地表示相对于送液压力P2的检测器4中的溶剂的流量Q0的测定值的例子的图。在本实施例中,作为一例,对基本流量Qb为2种的情况进行说明。图6A示出了基本流量为Qb1的示例,图6B示出了基本流量为Qb2(<Qb1)的示例。

[0118] 如图6A和图6B所示,针对多个(在本实施例中为2种)基本流量Qb(Qb1、Qb2),将横轴设为送液压力P2,将纵轴设为检测器4中的流量Q0来绘制测定值,得到流量特性线图。然后,使用根据文献等求出的公知的值作为膨胀率的函数f(P2)的值,使流量特性线图(图6A和图6B)与式(3)拟合,由此能够求出Cleakq、Cleakp和Qoffset的值。Cleakq、Cleakp及Qoffset的值例如通过使用数值最佳化的方法使流量特性线图的基本流量Qb和相对于送液压力P2的流量Q0的测定值与式(3)拟合而求出。然后,通过将求出的这些值代入式(5)和式(6),能够求出参数C1、C0。

[0119] 如以上说明的那样,控制器10能够基于压力传感器110测定出的送液压力P2与流量计8测定出的检测器4中的溶剂的流量Q0的关系,求出参数C1、C0。

[0120] 控制器10也能够如以下那样根据式(7)和式(8)求出校正参数C1、C0。

[0121] 图7A是示意性地表示相对于送液压力P2绘制了根据式(5)得到的参数C1的例子的图。图7B是示意性地表示相对于送液压力P2绘制了根据式(6)得到的参数C0的例子的图。此外,Cleakq、Cleakp和Qoffset的值通过上述方法求出。

[0122] 通过求出对图7A所示的绘制线进行线性近似而得到的直线,能够求出表示式(7)的参数C1的参数C1a和C1b。另外,通过求出对图7B所示的绘制线进行线性近似而得到的直线,能够求出表示式(8)的参数C0的参数C0a和C0b。

[0123] 利用流量计8测定检测器4中的溶剂的流量Q0来决定或更新校正参数C1、C0的定时能够任意地决定,例如能够举出送液泵1刚组装后(初始状态)、将送液泵1刚设置于使用部位后、以及使用部位处的送液泵1的定期维护时等。此外,在送液泵1不具备流量计8的情况下,用户设置流量计8来测定溶剂的流量Q0。

[0124] 在送液泵1具备流量计8的情况下,控制器10能够在送液泵1的运转中随时更新校正参数C1、C0。

[0125] 系统控制部7能够自动或通过用户的输入来记录流量计8测定出的值。系统控制部7也能够通过上述的运算来计算各参数,并输入到控制器10。

[0126] 另外,用户也能够将各参数的值输入到系统控制部7。

[0127] 另外,在液相色谱仪100的系统连接于因特网等网络环境的情况下,用户或装置制造商也可将流量计8的测定值或各参数的值经由网络而输入至系统控制部7。

[0128] 如以上说明的那样,本实施例的送液泵1能够考虑溶剂的膨胀、依赖于溶剂的压力的泄漏、依赖于溶剂的流量的泄漏,能够根据目标流量校正基本流量Qb,能够进行流量精度高的送液。

[0129] 此外,本发明并不限于上述的实施例,能够进行各种变形。例如,上述的实施例是为了容易理解地说明本发明而详细说明的例子,本发明并不限于必须具备所说明的全部结构的方式。另外,能够将某实施例的结构的一部分置换为其他实施例的结构。另外,也可以在某实施例的结构中添加其他实施例的结构。另外,对于各实施例的结构的一部分,能够删除,或者追加、置换其他结构。

[0130] 符号说明

[0131] 1…送液泵、2…注射器、3…分离柱、4…检测器、5…废液容器、6…合流点、7…系统控制部、8…流量计、10…控制器、11…第一加压室、12…第二加压室、21…第一柱塞、22…第二柱塞、31…第一吸引通路、32…第二吸引通路、41…第一排出通路、42…第二排出通路、51…第一止回阀、52…第二止回阀、61…第一密封件、62…第二密封件、71、72…轴承、81…第一电磁阀、82…第二电磁阀、90…合流部、100…液相色谱仪、101…第一柱塞泵、102…第二柱塞泵、103…连结流路、110…压力传感器、111…第一泵头、112…第二泵头、200…液相色谱仪、210…马达驱动器、211…第一电动马达、212…第二电动马达、221…减速装置、222…减速装置、231…直动装置、232…直动装置、310…吹扫阀驱动器、311…吹扫阀、312…废液箱、410…电磁阀驱动器、511…第一溶剂、512…第二溶剂、513…第三溶剂、514…第四溶剂、1001、1002…送液泵。

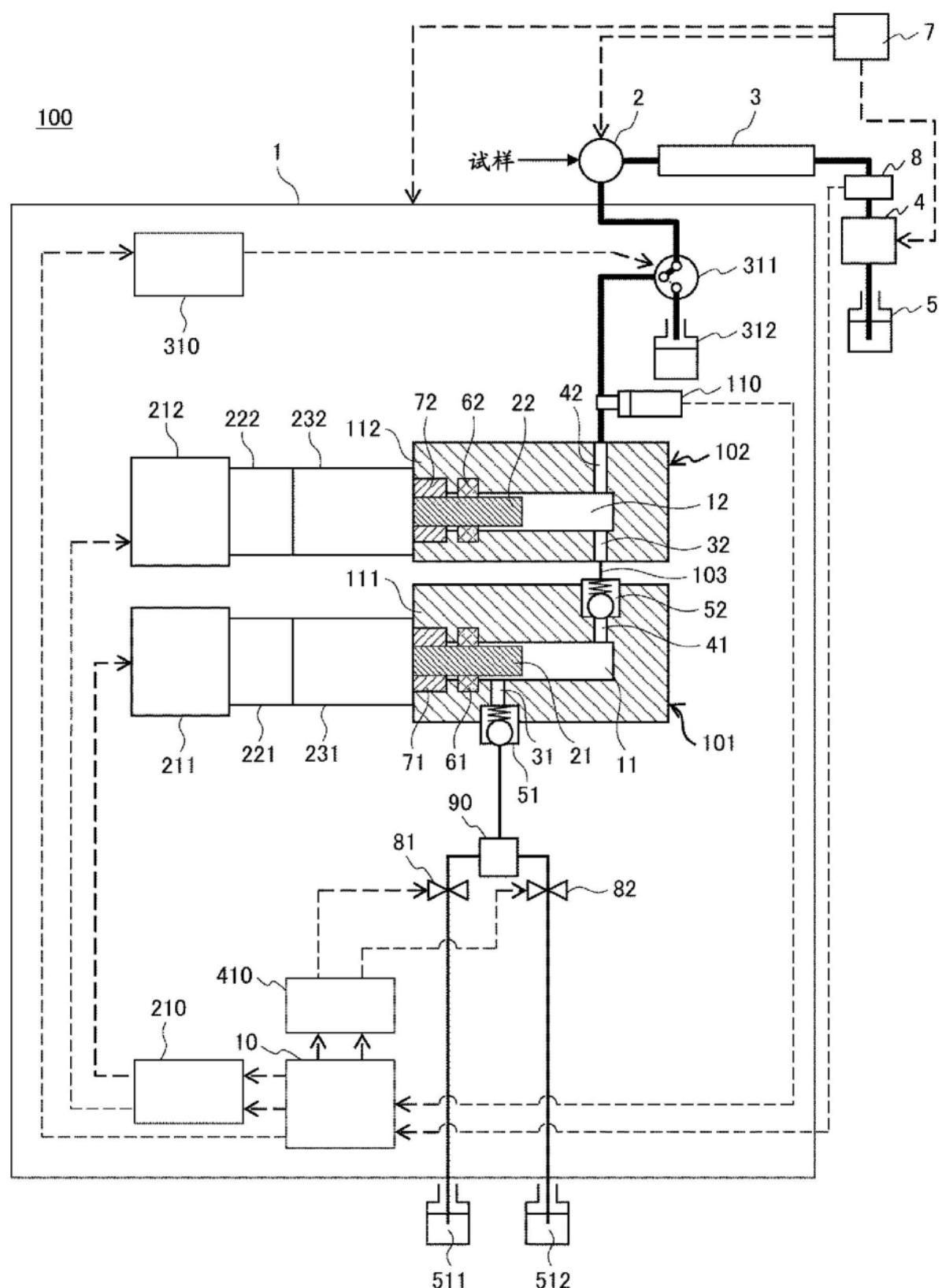


图1

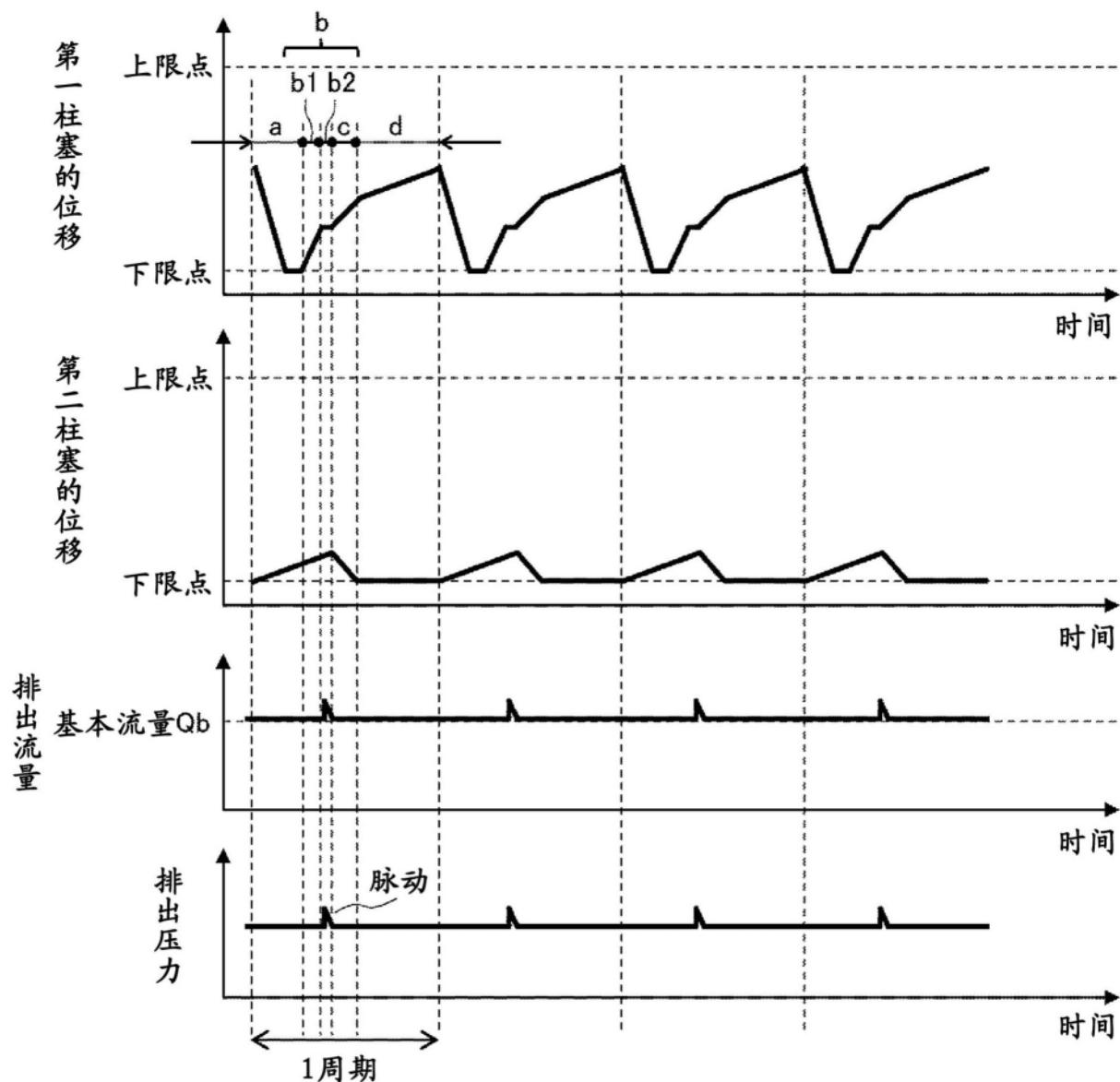


图2

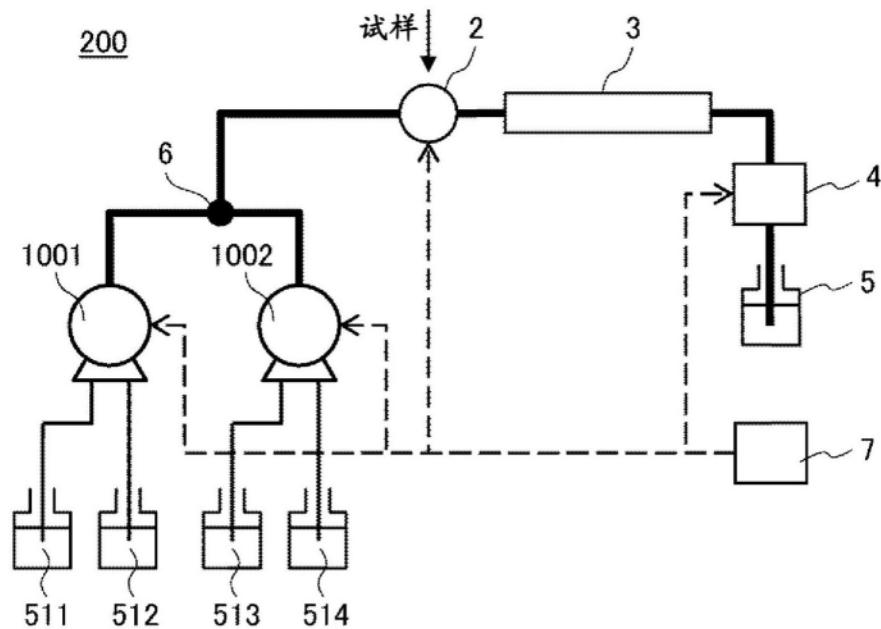


图3

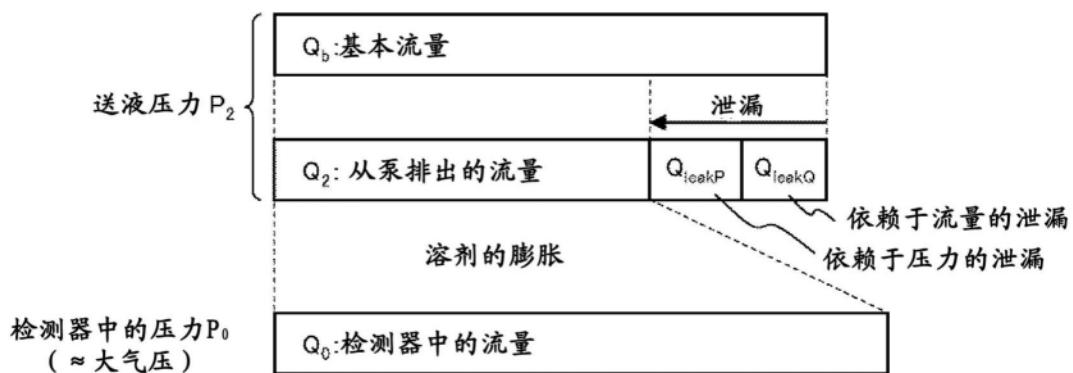


图4

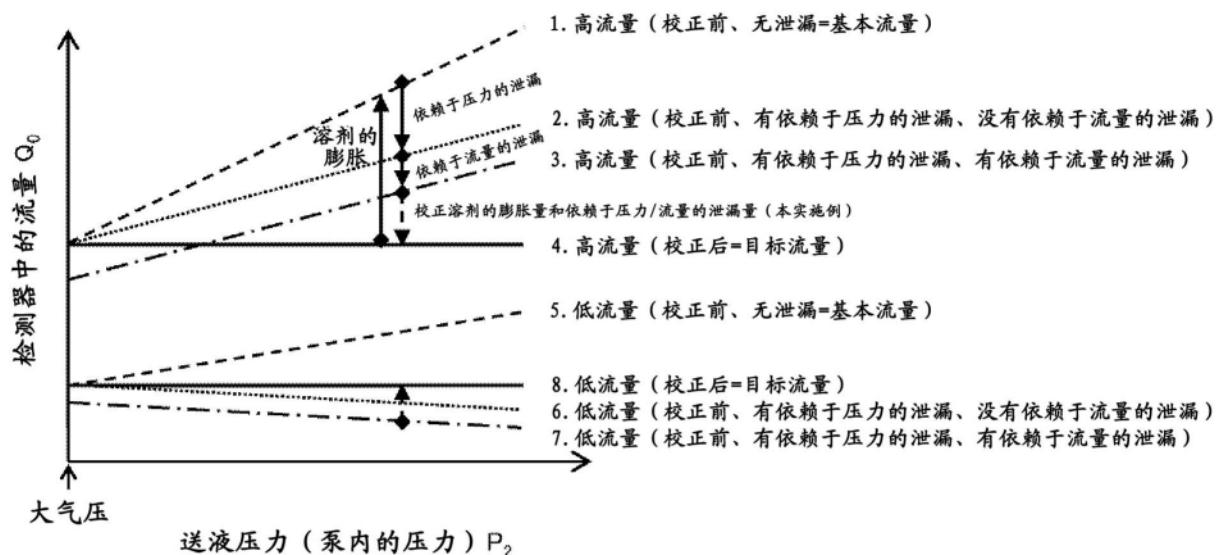


图5

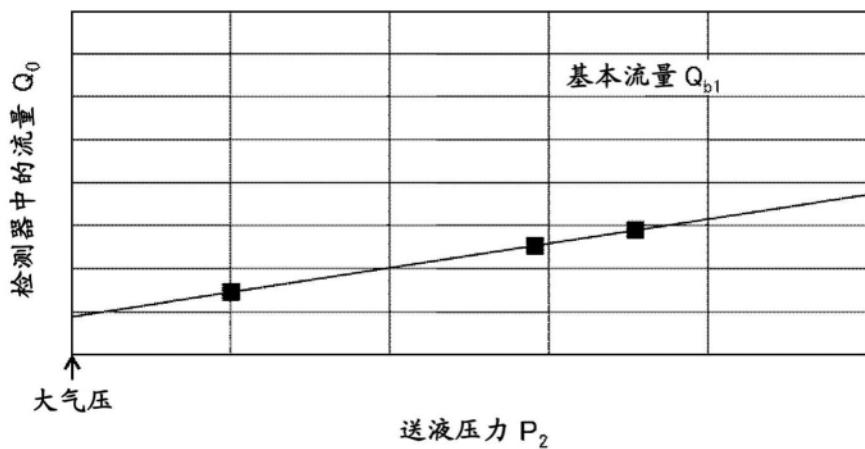


图6A

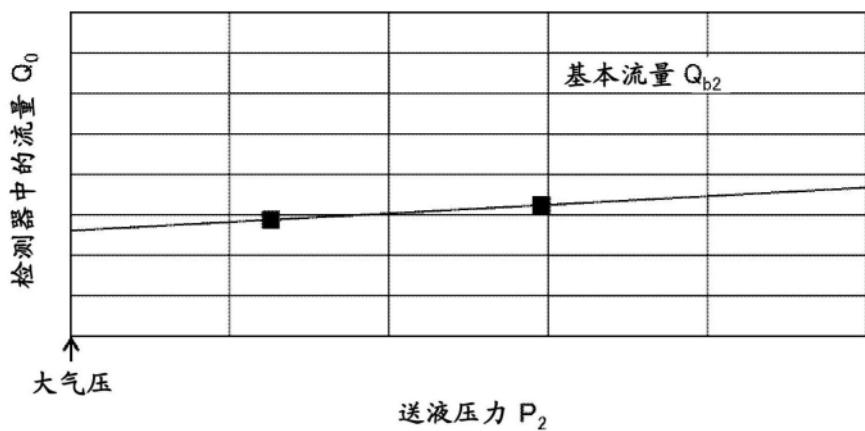


图6B

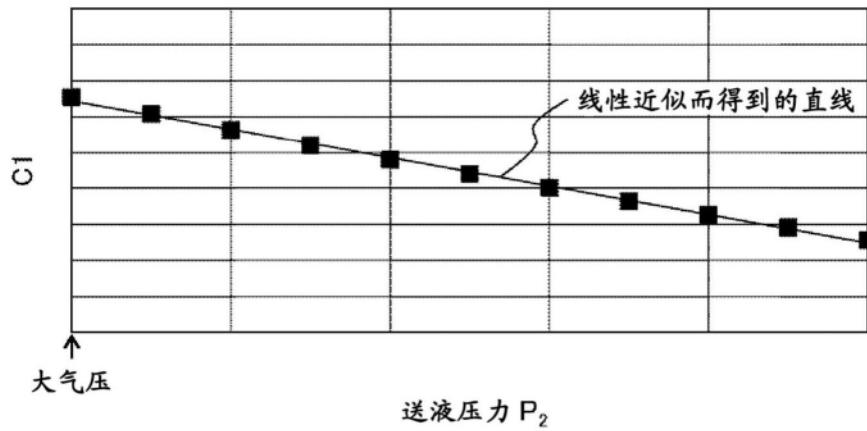


图7A

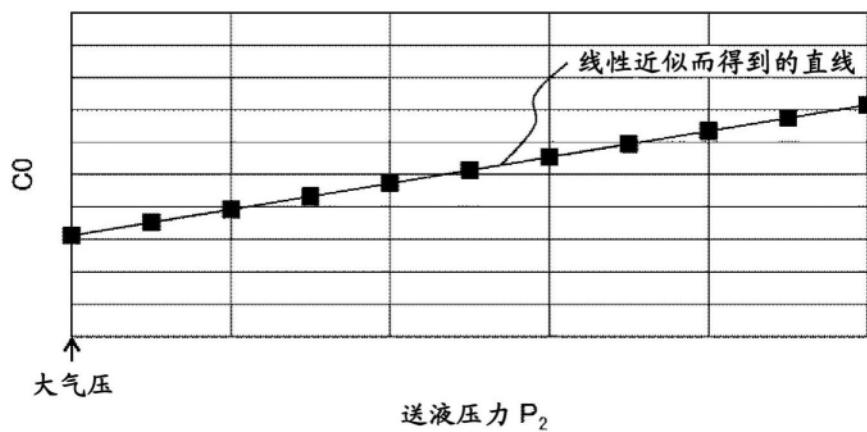


图7B