

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号  
特許第4719516号  
(P4719516)

(45) 発行日 平成23年7月6日(2011.7.6)

(24) 登録日 平成23年4月8日(2011.4.8)

(51) Int.Cl.

GO 1 N 30/20 (2006.01)

F I

GO 1 N 30/20 C

GO 1 N 30/20 Z

請求項の数 10 (全 16 頁)

(21) 出願番号 特願2005-175861 (P2005-175861)

(22) 出願日 平成17年6月16日 (2005. 6. 16)

(65) 公開番号 特開2006-3360 (P2006-3360A)

(43) 公開日 平成18年1月5日 (2006. 1. 5)

審査請求日 平成20年3月27日 (2008. 3. 27)

(31) 優先権主張番号 10/871930

(32) 優先日 平成16年6月18日 (2004. 6. 18)

(33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 399117121  
アジレント・テクノロジーズ・インク  
AGILENT TECHNOLOGIE  
S, INC.  
アメリカ合衆国カリフォルニア州サンタク  
ララ スティーブンス・クリーク・プール  
バード 5301

(74) 代理人 100087642  
弁理士 古谷 聡

(74) 代理人 100076680  
弁理士 溝部 孝彦

(74) 代理人 100121061  
弁理士 西山 清春

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 電子制御式背圧レギュレータ

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ベント経路と、試料が入口を通過してカラムに注入される前に該試料を装填する試料ループとを有する試料弁であって、前記入口に結合された別個の出口を有する試料弁と、

前記ベント経路とベントの間に結合されて、装填及び試料注入中に、前記試料ループ内の圧力を制御及び変更するための背圧レギュレータ

を備えるガス・クロマトグラフィシステムであって、

前記背圧レギュレータが、

前記ベント経路及び前記ベントに結合された比例式弁と、

前記ベント経路に結合され、かつ、基準圧力を受けるように結合されて、前記基準圧力に対する前記ベント経路内の圧力を決定するための圧力センサと、

前記圧力センサ及び前記比例式弁に結合され、かつ、所定の圧力設定値を受け取るように結合された閉ループ・コントローラであって、前記比例式弁を制御して、前記ベント経路内の前記所定の圧力及び前記圧力設定値に基づいて、前記ベント経路を通る流れを調整し、これによって、前記試料ループ内の圧力を制御及び変更し、及び、前記カラムに前記試料が注入される前に前記試料ループ内の前記試料の量を制御する閉ループ・コントローラ

を備え、

前記圧力センサが絶対圧センサであり、前記基準圧力が絶対圧である、ガス・クロマトグラフィシステム。

10

20

**【請求項 2】**

前記ベント経路内の圧力を高くすることによって、前記試料ループ内の圧力を上昇させて、該試料ループ内に追加の試料が充填されるように動作する、請求項 1 のガス・クロマトグラフシステム。

**【請求項 3】**

前記圧力センサがゲージ圧センサであり、前記基準圧力が雰囲気圧である、請求項 1 のガス・クロマトグラフシステム。

**【請求項 4】**

前記閉ループ・コントローラに前記雰囲気圧を表わす信号を供給するように構成された絶対圧センサをさらに備え、前記閉ループ・コントローラが、前記ゲージ圧センサからの圧力信号と前記絶対圧センサからの雰囲気圧信号を演算により組み合わせることによって、前記ベント経路内の絶対圧を決定する、請求項 3 のガス・クロマトグラフシステム。

10

**【請求項 5】**

前記圧力設定値が絶対圧設定値である、請求項 4 のガス・クロマトグラフシステム。

**【請求項 6】**

前記閉ループ・コントローラが、前記ベント経路内の絶対圧の値が、前記圧力設定値の値よりも大きいかな否かを判定し、大きい場合には、前記比例式弁を制御して前記ベント経路内の圧力を低減させ、これによって、前記試料ループ内の圧力を制御及び変更する、請求項 5 のガス・クロマトグラフシステム。

**【請求項 7】**

20

前記閉ループ・コントローラが、前記ベント経路内の絶対圧の値が、前記圧力設定値の値よりも小さいかな否かを判定し、小さい場合には、前記比例式弁を制御して前記ベント経路内の圧力を増加させ、これによって、前記試料ループ内の圧力を制御及び変更する、請求項 5 のガス・クロマトグラフシステム。

**【請求項 8】**

前記閉ループ・コントローラが、前記圧力センサからの圧力信号の値が、前記圧力設定値の値よりも大きいかな否かを判定し、大きい場合には、前記比例式弁を制御して前記ベント経路内の圧力を低減させ、これによって、前記試料ループ内の圧力を制御及び変更する、請求項 1 のガス・クロマトグラフシステム。

**【請求項 9】**

30

前記閉ループ・コントローラが、前記圧力センサからの圧力信号の値が、前記圧力設定値の値よりも小さいかな否かを判定し、小さい場合には、前記比例式弁を制御して前記ベント経路内の圧力を増加させ、これによって、前記試料ループ内の圧力を制御及び変更する、請求項 1 のガス・クロマトグラフシステム。

**【請求項 10】**

前記圧力設定値が調整可能である、請求項 1 のガス・クロマトグラフシステム。

**【発明の詳細な説明】****【背景技術】****【0001】**

本発明は、ガス・クロマトグラフに関し、特に、ガス・クロマトグラフ分析システムにおける背圧レギュレータに関する。ガス・クロマトグラフィのような多くの分析用途では、正確で、再現可能な測定結果を得るため、圧力を調整された流体が必要とされる。例えば、ガス・クロマトグラフの分析カラムにガス状試料を送り込む準備を行う際、まず、試料（添付図面ではサンプルと記載）は、「試料ループ」と呼ばれるものに集められ、次に、ガス試料採取弁の制御下において、クロマトグラフの分析カラムに送り込まれる（「注入される」ともいう）。試料ループへ試料流体を充填する際、ガス状試料の量は、多くの要素によって決まるが、その 1 つが、試料ループ内の流体圧である。雰囲気圧（気圧とも呼ばれる）が変化すると、試料体積中に含まれる試料の分子量に影響し、クロマトグラフ分析によって検出される化合物の絶対量にばらつきが生じることになる。

40

**【0002】**

50

さらに、試料ループは、一般に、雰囲気気圧に対して排出口が付けられるので（すなわち、雰囲気気圧中へと排出可能になっているので）、試料ループ内に含まれる分子の絶対量は、試料ループが高圧の場合に比べて少なくなる。この結果、分析のためにクロマトグラフ・カラムに注入される分子はより少量となり、従って、分析の正確度が制限される。さらに、試料ループのゲージ圧は、試料が注入されるクロマトグラフの入口圧力に比べて、相対的に低いので、試料ループの含有物をクロマトグラフに注入する際、結果として、圧力及び流量（または流れ）に乱れを生じることになる。この圧力及び流量の乱れによって、クロマトグラフ分析の正確度がさらに低下する。

#### 【0003】

従来の解決法には、機械式絶対背圧レギュレータ（背圧レギュレータは背圧調整器ともいう）及び蓄圧器の導入が含まれており、この場合、機械式背圧レギュレータがクロマトグラフ内の全ての流量の基準になる。しかし、こうしたシステムには、システムからオフラインした状態で頻繁に機械式背圧レギュレータを較正する必要がある、プログラマビリティ及び調整性に欠けるという欠点がある。また、こうしたシステムにおける全ての流量は、機械式圧力レギュレータを基準にしており、機械式圧力レギュレータは、流量に影響されやすいので、システムの実際の圧力に影響を与える、レギュレータを通る流量が変動すると、分析出力にノイズとして発現する可能性があり、さらに、分析の正確度が低下することになる。

#### 【0004】

さらに、こうしたシステムにおける流れは、全て、絶対圧レギュレータを通るので、イオン化されると（例えば、水素炎イオン化検出器によって）、化学的に活性になる試料成分が、おそらく、反応して、レギュレータのいくつかの部分に腐食させ、その結果、レギュレータの耐用年数を短縮させることになる。さらに、機械的ドリフトのため、または、化学製品がレギュレータを通る結果として、レギュレータが老化するので、分析結果の信頼性が低下することになる。

#### 【発明の開示】

#### 【発明が解決しようとする課題】

#### 【0005】

従って、本発明の目的は、上述の欠点を克服するクロマトグラフ分析システムにおける背圧レギュレータを提供することにある。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0006】

1実施態様によれば、電子制御式背圧レギュレータは、ベントを有する分析装置と、圧力センサと、比例式弁と、圧力センサからの信号及び電子制御による圧力設定値に基づいて、ベントを通る流量を制御するように構成された電子制御式閉ループ・コントローラとを有する。ここで、ベントはベント経路を介して分析装置に結合され、圧力センサはベント経路に結合され、比例式弁は、ベント経路に結合されて、分析装置内の圧力を制御可能に変更するように構成されている。

#### 【0007】

本発明の他の方法、態様、及び、利点について、図面及び望ましい実施態様の詳細な説明に関連して説明する。

#### 【実施例】

#### 【0008】

本発明を、典型的な実施態様を例として、特に添付の図面を参照して説明する。

#### 【0009】

ガス・クロマトグラフにおける利用に関して後述するが、電子制御式背圧レギュレータは、装置の背圧を制御するのが望ましい液体クロマトグラフのような、他の分析装置にも適用可能である。さらに、包括的にリストアップしたものではないが、電子制御式背圧レギュレータは、液体または固体試料の上の蒸気圧を調整するために利用することもできるし（「ヘッドスペース・サンブラ」とも呼ばれる）、試料ループ内の試料濃度を変化させ

て、クロマトグラフ検出器のマルチレベル較正を実施するために利用することもできるし、天然ガスのカロリー含有量を決定するときに、圧力を制御し、変化させるために使用することもできるし、複数の化合物に関する測定データを同時に生成するために用いられる分析計測器の較正のため、ガス混合システムにおいて利用することもできる。

#### 【0010】

図1は、電子制御式背圧レギュレータの1実施態様を含む典型的なガス・クロマトグラフ(GC)100の諸部分を例示したブロック図である。GC100には、試料弁104、GC入口112(クロマトグラフ・カラム(不図示)に至る)、及び、GC分析装置116が含まれている。GC分析装置116は、試料材料を分析して、結果124を提供する。GC分析装置116は、GCベント118を介して大気中へと排出口が付けられている(すなわち、GCベント118を介して大気中へと排出可能となっている)。

10

#### 【0011】

試料は、接続102を介して試料弁104へ導入される。さらに詳細に後述するように、試料弁の出力は、接続106を介して、GC入口112に送ることもできるし、または、接続108を介して、試料ベント168に送ることもできる。充填作業中に、試料弁104によって、試料が「試料ループ」(図1には示されていない)と呼ばれるものに送り込まれる。試料弁104によって送られる際、試料は、試料ループからGC入口112に注入される。

#### 【0012】

試料弁104により、試料を、接続108、及び、接続166を介して、さらに、比例式弁164を通過させて、試料ベント168へと送ることができる。本発明の1実施態様によれば、比例式弁164は、接続172を介して電子制御可能である。閉ループ・コントローラ158によって、試料弁168の動作が制御される。本例では、試料ベントに結合されているものとして説明されるが、電子背圧レギュレータ150は、電子背圧制御を施すのが望ましい任意の用途に導入することが可能である。例えば、電子背圧レギュレータ150を利用して、分析システムにおけるキャリアまたはスイッチング・ガス(switching gas)の圧力調整を施すことが可能である。

20

#### 【0013】

閉ループ・コントローラ158は、電子背圧レギュレータ150の一部である。電子背圧レギュレータ150には、接続108に結合されていて、接続154を介して試料弁104の出力におけるゲージ圧を検知するゲージ圧センサ152が含まれている。ゲージ圧センサ152は、接続174における雰囲気圧を検知し、接続108における圧力を検知することによって、雰囲気(大気)圧に関連した圧力を測定する。ゲージ圧センサ152は、接続156を介して、接続108における圧力を表す信号を閉ループ・コントローラ158に送る。閉ループ・コントローラ158に圧力設定値を電子的にプログラムすることが可能である。圧力設定値を、例えば、ユーザ入力またはプログラムに従って、後述するパーソナル・コンピュータまたは他のコントローラを介して電子的に制御することも可能である。閉ループ・コントローラ158は、圧力設定値情報及びゲージ圧センサ152からの圧力信号を利用し、接続162を介して、比例式弁164の可調整入力172を制御することによって、試料弁104の出力108における圧力を制御可能に変更する。こうして、ユーザが入力した設定値またはプログラムされた圧力設定に基づいて、試料ループ内の圧力、及び、GC入口112に試料を注入する際の圧力を制御することが可能になる。

30

40

#### 【0014】

図2A及び図2Bは、図1の試料弁104を例示した概略図200である。図2Aを参照すると、試料弁104には、弁本体204及び回転子206が含まれている。試料弁104には、第1のポート208、ベント・ポート212、試料ポート214、第2のポート216、キャリア・ガス・ポート218、及び、カラム・ポート222が含まれている。図2Aには、「充填」状態の試料弁104が例示されている。流量コントローラ234の制御を受けるキャリア・ガス源236によって、キャリア・ガスが供給され、ポート2

50

18、試料弁104を通り、カラム・ポート222から出て、GC入口112に送り込まれる。充填状態において、試料226は、試料ポート214を経て、ポート216を通り、導管228に送られて、試料ループ230に導入される。試料は、試料ループ230を満たし、導管232を介して試料ループを出ると、ポート208を介して弁104に入り、ポート212を介して弁104を出て、ベント224に通される。試料ループは、試料材料で充填され、該ループには、ベント224を介して排出口が設けられている（すなわち、ベント224を介して排出可能になっている）。

#### 【0015】

図2Bには、「注入」状態と呼ばれる状態にある試料弁104が例示されている。注入状態において、キャリア・ガス236は、流量レギュレータ234を介してポート218に流入し、ポート216を出て、導管228に入り、試料ループ230を通る。キャリア・ガス236によって、試料材料が試料ループ230に送り込まれ、導管232を通過して、ポート208に入り、ポート222を出て、GC入口112に入る。注入状態にある間、試料226は、弁104を通過して、ベント224に送られる。

#### 【0016】

上述のように、試料ループ230に含まれる試料の量を、図2A及び図2Bにおけるポート212及びベント224に相当する、図1における接続108に加えられる背圧を制御することによって制御することが可能である。さらに、閉ループ・コントローラ158、及び、ユーザ定義設定値または電子的にプログラムされた設定値を利用して、図1の接続108に加えられる背圧を上昇させることによって、試料ループ230（図2A及び図2B）内の圧力を上昇させ、試料ループ230内に追加試料材料を充填して、結果として、GC分析装置116の感度が高まるようにすることが可能である。さらに、背圧を調整して、GC入口112における圧力と同程度の圧力にすることによって、入口への試料の注入から生じる、圧力及び結果生じる流量の乱れが最小限に抑えられ、その結果、GC分析装置116によって提供される分析の精度が向上する。

#### 【0017】

図3は、図1に示すガス・クロマトグラフの一部の1代替実施態様を例示したブロック図である。GC300には、試料弁304、GC入口312（クロマトグラフ・カラム（不図示）に至る）、及び、GC分析装置316が含まれている。GC分析装置316は、試料材料を分析して、結果324を提供する。GC分析装置316は、GCベント318を介して大気中へと排出口が付けられている（すなわち、GCベント318を介して大気中へと排出可能になっている）。試料は、接続302を介して試料弁304に導入される。試料弁304は、上述の試料弁104と同様の働きをする。

#### 【0018】

閉ループ・コントローラ358は、電子背圧レギュレータ350の一部である。この実施態様の場合、電子背圧レギュレータ350には、接続375及び接続308における雰囲気圧に結合されていて、接続354を介して試料弁304の出力におけるゲージ圧を検知するゲージ圧センサ352が含まれている。ゲージ圧センサ352は、接続356を介して、接続308における圧力を表す信号を閉ループ・コントローラ358に供給する。

#### 【0019】

この実施態様の場合、接続374を介して雰囲気（大気）圧を検知する絶対圧センサ376が、接続378を介して、閉ループ・コントローラ358に絶対圧信号を供給する。絶対圧センサの場合、圧力センサ（絶対圧センサ）におけるダイヤフラムの一方の側には雰囲気圧への排出口が設けられておらず（すなわち、その一方の側からは雰囲気圧中に排出可能になっておらず）、真空化された容積に接続されており、雰囲気圧ではなく、真空に対する圧力を測定するようになっている。この実施態様の場合、閉ループ・コントローラ358は、2つの圧力センサ入力、ゲージ・センサ352からの標準ゲージ圧センサ入力、及び、絶対圧センサ376からの絶対圧入力を備えている。閉ループ・コントローラ358は、2つの圧力センサの読み取り値を演算によって組み合わせて、接続354における絶対圧を求めることができる。この機能によって、ユーザは、絶対背圧設定値を設定

10

20

30

40

50

して、試料ループ（図 2 A 及び図 2 B）内の圧力を制御するか、または、ある方法の起動手順の一部としてクロマトグラフによってプログラムされた絶対背圧を得ることが可能である。

#### 【 0 0 2 0 】

絶対圧設定値を、閉ループ・コントローラ 3 5 8 に電子的にプログラムすることが可能である。絶対圧設定値を、例えば、ユーザ入力またはプログラムに従って、後述するパーソナル・コンピュータまたは他のコントローラを介して電子的に制御することも可能である。閉ループ・コントローラ 3 5 8 は、絶対圧設定値情報及びゲージ圧センサ 3 5 2 からの圧力信号を利用し、接続 3 6 2 を介して、比例式弁 3 6 4 の可調整入力 3 7 2 を制御することによって、試料弁 3 0 4 の出力 3 0 8 における圧力を制御可能に変更する。こうして、ユーザ入力による設定値またはプログラムされた圧力設定に基づいて、試料ループ内の圧力、及び、GC 入口 3 1 2 に試料を注入する際の圧力を制御することが可能になる。こうした実施方法によって、GC 3 0 0 は、大気圧とはほぼ無関係な試料流が得られるようにすることが可能になり、GC 3 0 0 の絶対背圧を電子的に制御することが可能になる。

10

#### 【 0 0 2 1 】

図 4 は、図 1 に示すガス・クロマトグラフの一部の 1 代替実施態様を例示したブロック図 4 0 0 である。GC 4 0 0 には、試料弁 4 0 4、GC 入口 4 1 2（クロマトグラフ・カラム（不図示）に至る）、及び、GC 分析装置 4 1 6 が含まれている。GC 分析装置 4 1 6 は、試料材料を分析して、結果 4 2 4 を提供する。GC 分析装置 4 1 6 は、GC ベント 4 1 8 を介して大気中へと排出口が付けられている（すなわち、GC ベント 4 1 8 を介して排出可能になっている）。試料は、接続 4 0 2 を介して試料弁 4 0 4 に導入される。試料弁 4 0 4 は、上述の試料弁 1 0 4 と同様の働きをする。

20

#### 【 0 0 2 2 】

閉ループ・コントローラ 4 5 8 は、電子背圧レギュレータ 4 5 0 の一部である。この実施態様の場合、ゲージ圧センサは省略され、図 3 の絶対圧センサ 3 7 6 と同様の絶対圧センサ 4 7 6 が、接続 4 5 6 を介して、接続 4 5 4 における絶対圧を表す絶対圧信号を閉ループ・コントローラ 4 5 8 に供給するため、試料弁 4 0 4 の出力 4 0 8 に配置されている。

#### 【 0 0 2 3 】

絶対圧設定値を、閉ループ・コントローラ 4 5 8 に電子的にプログラムすることが可能である。絶対圧設定値を、例えば、ユーザ入力またはプログラムに従って、後述するパーソナル・コンピュータまたは他のコントローラを介して電子的に制御することも可能である。閉ループ・コントローラ 4 5 8 は、絶対圧設定値情報及び絶対圧センサ 4 7 6 からの絶対圧信号を利用し、接続 4 6 2 を介して、比例式弁 4 6 4 の可調整入力 4 7 2 を制御することによって、試料弁 4 0 4 の出力 4 0 8 における圧力を制御可能に変更する。こうして、ユーザ入力による絶対圧設定値またはプログラムされた圧力設定に基づいて、試料ループ内の圧力、及び、GC 入口 4 1 2 に試料を注入する際の圧力を制御することが可能になる。こうした実施方法によって、GC 4 0 0 は、大気圧とはほぼ無関係な試料流が得られるようにすることが可能になり、GC 4 0 0 の絶対背圧を電子的に制御することが可能になる。

30

40

#### 【 0 0 2 4 】

図 5 は、GC 1 0 0 及びコントローラ/コンピュータ 6 0 0 を含むシステム 5 0 0 を例示したブロック図である。GC 1 0 0 は、双方向接続 5 0 2 によってコントローラ/コンピュータ 6 0 0 に結合されている。GC 1 0 0 は、上述のように、試料マトリックスをなす化合物を分離して、検出し、各化合物毎に、保持時間データを生成する。コントローラ/コンピュータ 6 0 0 は、GC 1 0 0 に関する機能性、データ収集、及び、データ処理を制御する。コントローラ 6 0 0 は、例えば、コンピュータ、コンピュータ化コントローラ、または、GC 1 0 0 の全態様を制御するために用いられる処理、インターフェース、及び、ソフトウェア・コンポーネントを含む他のタイプのコンピューティング装置（計算装

50

置)とすることが可能である。あるいはまた、コントローラ600の機能性をGC100に組み込むことも可能である。

【0025】

図6は、本発明の1実施態様に従って構成された典型的なコントローラ/コンピュータ600を例示したブロック図である。一般に、図6に示すようなハードウェア・アーキテクチャに関して、コンピュータ600には、共に接続され、ローカル・インターフェイス618を介して互いに通信を行う、プロセッサ604、メモリ606(1つ以上のランダム・アクセス・メモリ(RAM)素子、読み取り専用メモリ(ROM)素子等)、オプションの取り外し可能媒体ディスク・ドライブ612、コントローラ600をGC100(図5)に結合する「GCインターフェイス208」と呼ばれるガス・クロマトグラフ・インターフェイス608、入力/出力コントローラ622、及び、電源モジュール665が含まれている。ローカル・インターフェイス618は、例えば、限定するわけではないが、当業者には既知の、1つ以上のバスまたは他の有線または無線接続とすることが可能である。ローカル・インターフェイス618は、簡略化のため省略されている、バッファ(キャッシュ)、ドライバ、及び、コントローラのような、通信を可能にするための追加構成要素を備えることも可能である。さらに、ローカル・インターフェイス618には、前述のコンポーネント間における適切な通信を可能にするため、アドレス、制御、及び、データ接続が含まれている。

【0026】

プロセッサ604は、メモリ606に記憶することが可能なソフトウェアを実行するためのハードウェア装置である。プロセッサ604は、コントローラ/コンピュータ600の機能を実施するのに適した任意のプロセッサとすることが可能である。実施態様の1つでは、コントローラ/コンピュータ600は、パーソナル・コンピュータ(PC)で実施される。

【0027】

メモリ606には、揮発性メモリ素子(例えば、ランダム・アクセス・メモリ(DRAM、SRAM等のようなRAM)、及び、不揮発性メモリ素子(例えば、NVRAM、ROM、ハード・ドライブ、テープ、CDROM等)の任意の1つまたは組み合わせを含むことが可能である。さらに、メモリ606には、電子的、磁氣的、光学的、及び/または、他のタイプの記憶媒体を含めることも可能である。メモリ606は、さまざまなコンポーネントが互いに離れて配置されるが、プロセッサ604によってアクセスすることが可能な、分散アーキテクチャを備えることも可能である点に留意されたい。

【0028】

メモリ606内のソフトウェアには、各プログラム毎に、論理機能を実施するための実行可能命令の順序付けられたリストである、1つ以上のコード・セグメントを具備する、1つ以上の独立したプログラムを含めることが可能である。図6の例の場合、メモリ606内のソフトウェアには、ガス・クロマトグラフ(GC)・ソフトウェア636、及び、背圧制御ソフトウェア650の形をとるソフトウェアが含まれている。代替実施態様の場合、背圧制御ソフトウェア650を、GCソフトウェア636に組み込むことが可能である。GCソフトウェア636は、例えば、保持時間分析を利用して上述のGC分析を実施する所有権の存するソフトウェア・モジュールとすることが可能である。背圧制御ソフトウェア650には、上述のGC100の背圧を制御するための論理及びプログラム命令を含めることが可能である。

【0029】

メモリ606には、グラフィカル・ユーザ・インターフェイス(GUI)649も含まれている。GUI649は、コントローラ/コンピュータ600のためのグラフィカル・ユーザ・インターフェイスを提供し、ディスプレイ680にユーザへの情報も表示する。メモリ606には、オペレーティング・システム(OS)610と総称される、1つ以上のオペレーティング・ソフトウェア・モジュールも含まれている。OS610には、本明細書では詳述されないコントローラ/コンピュータ600の機能の一部を実施するソ

フトウェア・モジュールを含めることが可能である。

【0030】

望ましい実施態様の場合、O/S 610は、マイクロソフトから市販されている、一般に利用可能なMicrosoft 2000またはXPオペレーティング・システムである。しかし、他のオペレーティング・システムを利用することも可能である。オペレーティング・システム610は、基本的に、GCソフトウェア636及び背圧制御ソフトウェア650のような他のコンピュータ・プログラムの実行を制御する。プロセッサ604及びオペレーティング・システム610は、コンピュータ・プラットフォームを形成しており、GCソフトウェア636及び背圧制御ソフトウェア650といった、それ用のアプリケーション・プログラムが高水準プログラミング言語で書かれる。GCソフトウェア636及び背圧制御ソフトウェア650には、コントローラ/コンピュータ600が、試料ループ内の試料の背圧を制御できるようにし、さらに、試料マトリックスをなすターゲットの化合物を検出し、分離して、識別できるようにする、実行可能命令が含まれている。

10

【0031】

入力/出力コントローラ622には、それぞれ、ローカル・インターフェイス618と通じている、ネットワーク・インターフェイス624、入力インターフェイス645、及び、出力インターフェイス656が含まれている。ネットワーク・インターフェイス624は、接続626を介して、コントローラ/コンピュータ600を外部ネットワーク628に結合する。外部ネットワークは、情報交換のために、コントローラ/コンピュータ600が結合することができる任意のネットワークとすることが可能である。入力インターフェイス645は、接続644を介して内部キーパッド646に結合され、接続648を介して外部キーパッド652に結合されている。内部キーパッド646は、コントローラ/コンピュータ600に配置され、一方、外部キーパッド652は、コントローラ/コンピュータ600を結合することができる補助キーパッドである。

20

【0032】

出力インターフェイス656は、接続658を介してプリンタ667に結合されている。プリンタ667を利用して、コントローラ/コンピュータ600の制御下でGC100によって得られた分析結果の永久記録を行うことが可能である。出力インターフェイス656は、接続664を介してビデオ・コントローラ670にも結合されている。ビデオ・コントローラ670は、接続672を介してディスプレイ680に結合されている。ディスプレイ680は、ユーザからの入力を受け取ることが可能なLCDタッチスクリーン・ディスプレイとすることができ、適合する任意のタイプのディスプレイとすることが可能である。

30

【0033】

ディスク・ドライブ612は、任意の記憶素子またはメモリ素子とすることが可能であり、ここでは、一般に、コンパクト・フラッシュ(CF)またはPCカードと呼ばれる場合もある、フラッシュ・メモリを表わしている。

【0034】

電源モジュール665は、AC電源からコントローラ/コンピュータ600に電力を供給することもできるし、または、携帯用DC電源が得られるように、バッテリーや内蔵式充電器を含むことも可能である。GCインターフェイス608によって、GC装置に対する電氣的インターフェイスと機械的インターフェイスの両方が提供される。

40

【0035】

コントローラ/コンピュータ600が動作状態にある時、プロセッサ604は、メモリ606内に記憶されているソフトウェアを実行し、メモリ606とデータのやりとりをし、一般に、ソフトウェアに従って、コントローラ/コンピュータ600及びGC100(図5)の動作を制御するように構成されている。

【0036】

コントローラ/コンピュータ600の諸部分が、図6に示すように、ソフトウェアで実施される場合、O/S 610、GCソフトウェア636、及び、背圧制御ソフトウェア6

50



50を、任意のコンピュータ関連システムまたは方法による、または、それらに関連した使用のために、任意のコンピュータ可読媒体に格納することができることに留意されたい。本明細書では、コンピュータ可読媒体は、コンピュータ関連システムまたは方法による、または、それらに関連した使用のために、コンピュータ・プログラムを収容、または記憶することが可能な電子的、磁氣的、光学的、または、他の物理的装置または手段である。0/5610、GCソフトウェア636、及び、背圧制御ソフトウェア650は、命令実行システム、装置、または、デバイスから命令を取り出して、実行することが可能な、コンピュータベースのシステム、プロセッサを含むシステム、または、他のシステムのような、命令実行システム、装置、または、デバイスによる、またはそれらに関連した使用のために、任意のコンピュータ可読媒体において具現化されることが可能である。本明細書において、「コンピュータ可読媒体」は、命令実行システム、装置、または、デバイスによる、またはそれらに関連した使用のために、プログラムの収容、記憶、通信、伝達、または、転送が可能な任意の手段とすることが可能である。

10

#### 【0037】

コンピュータ可読媒体は、限定するわけではないが、例えば、電子的、磁氣的、光学的、電磁氣的、赤外線式、または、半導体システム、装置、デバイス、または、伝達媒体とすることが可能である。コンピュータ可読媒体のより特定の例（非網羅的リスト）には、1つ以上のワイヤ（電線）を備えた電気接続（電子的）、携帯用コンピュータ・ディスクレット（磁氣的）、ランダム・アクセス・メモリ（RAM）（電子的）、読み取り専用メモリ（ROM）（電子的）、消去可能プログラマブル読み取り専用メモリ（EPROMまたはフラッシュ・メモリ）（電子的）、光ファイバ（光学的）、及び、携帯用コンパクト・ディスク読み取り専用メモリ（CDROM）（光学的）が含まれる。例えば、紙または他の媒体の光学走査によってプログラムを電子的に捕捉し、次に、必要があれば、コンパイルするか、解釈するか、または、適合するやり方で別様に処理して、さらに、コンピュータ・メモリに記憶することができるので、コンピュータ可読媒体は、プログラムが印刷される紙または他の適合する媒体とすることさえ可能であるということに留意されたい。

20

#### 【0038】

コントローラ/コンピュータ600のハードウェア・コンポーネントは、それぞれ、当該技術分野において周知のテクノロジーである、データ信号に対する論理機能を実施するための論理ゲートを備えた個別論理回路、適切な組み合わせ論理ゲートを備えた特定用途向け集積回路（ASIC）、プログラマブル・ゲート・アレイ（PGA）、フィールド・プログラマブル・ゲート・アレイ（FPGA）等の任意の1つまたは組み合わせによって実施することが可能である。

30

#### 【0039】

図7は、図1に示す電子背圧レギュレータの実施態様の動作を説明したフローチャート700である。ブロック702では、背圧設定値が調整される。背圧設定値は、例えば、ユーザがコントローラ600のユーザ・インターフェイス649（図6）を介して設定値を入力することによって調整可能である。あるいはまた、設定値は、図6の背圧制御ソフトウェア650によって自動的に設定することも可能である。ブロック704では、ゲージ圧センサ152によって、ゲージ圧の読み取り値が閉ループ・コントローラ158に供給される。ブロック706では、背圧制御ソフトウェア650によって、ゲージ圧が設定値を超えているか否かが判定される。ゲージ圧が設定値を超えていると、ブロック708では、背圧制御ソフトウェア650に従って、閉ループ・コントローラ158が、比例式弁164のベント容量を増すことによって、圧力を低下させる。しかし、ブロック706において、検知圧（圧力の読み取り値）が設定値未満であると判定されると、ブロック712では、背圧制御ソフトウェア650に従って、閉ループ・コントローラ158が、比例式弁172を制御して、試料ループ230内の圧力を上昇させる。ブロック708における圧力低下、または、ブロック712における圧力上昇の後、プロセスはブロック714に進む。

40

#### 【0040】

50

ブロック 714 では、何らかの追加の圧力調整が必要か否かの判定が行われる。閉ループ・コントローラの動作に従って、プロセスがブロック 702 に戻ると、引き続き閉ループ動作が続行される。追加の圧力調整が不要であれば、プロセスは終了する。

【0041】

図 8 は、図 3 に示す電子背圧レギュレータの実施態様の動作を説明したフローチャート 800 である。ブロック 802 では、背圧設定値が調整される。背圧設定値は、例えば、ユーザがコントローラ 600 のユーザ・インターフェイス 649 (図 6) を介して設定値を入力することによって調整可能である。あるいはまた、設定値は、図 6 の背圧制御ソフトウェア 650 によって自動的に設定することも可能である。ブロック 804 では、ゲージ圧センサ 352 によって、ゲージ圧信号が閉ループ・コントローラ 358 に供給される。ブロック 806 では、絶対圧センサによって、雰囲気圧を表す信号が、接続 378 を介して閉ループ・コントローラ 358 に供給される。ブロック 808 では、背圧制御ソフトウェア 650 によって、ゲージ圧の読み取り値と雰囲気圧の読み取り値が算術的に組み合わせられ、絶対圧値が得られる。ブロック 812 では、絶対圧が設定値を超えているか否かが判定される。絶対圧が設定値を超えている場合は、ブロック 814 で、閉ループ・コントローラ 358 が、比例式弁 364 を制御して、試料弁 304 の出力における圧力を低下させ、それによって、試料ループ 230 内の圧力が低下するようにする。しかし、ブロック 812 において、絶対圧値が設定値未満であると判定されると、ブロック 816 では、閉ループ・コントローラ 358 が、比例式弁 364 を制御して、試料弁 304 の出力における圧力を上昇させ、それによって、試料ループ 230 内の圧力が上昇するようにする。ブロック 814 における圧力低下またはブロック 816 における圧力上昇の後、プロセスはブロック 818 に進む。

【0042】

ブロック 818 では、何らかの追加の圧力調整が必要か否かの判定が行われる。閉ループ・コントローラの動作に従って、プロセスがブロック 802 に戻ると、引き続き閉ループ動作が続行される。追加の圧力調整が不要であれば、プロセスは終了する。

【0043】

図 9 は、図 4 に示す電子背圧レギュレータの実施態様の動作を説明したフローチャート 900 である。ブロック 902 では、背圧設定値が調整される。背圧設定値は、例えば、ユーザがコントローラ 600 のユーザ・インターフェイス 649 (図 6) を介して設定値を入力することによって調整可能である。あるいはまた、設定値は、図 6 の背圧制御ソフトウェア 650 によって自動的に設定することも可能である。ブロック 904 では、絶対圧センサ 476 によって、絶対圧の読み取り値が閉ループ・コントローラ 458 に供給される。ブロック 906 では、背圧制御ソフトウェア 650 によって、絶対圧が設定値を超えているか否かが判定される。絶対圧が設定値を超えていると、ブロック 908 で、背圧制御ソフトウェア 650 に従って、閉ループ・コントローラ 458 が、比例式弁 464 のベント容量を増すことによって、圧力を低下させる。しかし、ブロック 906 において、検知圧 (圧力の読み取り値) が設定値未満であると判定されると、ブロック 912 では、背圧制御ソフトウェア 650 に従って、閉ループ・コントローラ 458 が、比例式弁 472 を制御して、試料ループ 230 内の圧力を上昇させる。ブロック 908 における圧力低下、または、ブロック 912 における圧力上昇の後、プロセスはブロック 914 に進む。

【0044】

ブロック 914 では、何らかの追加の圧力調整が必要か否かの判定が行われる。閉ループ・コントローラの動作に従って、プロセスがブロック 902 に戻ると、引き続き閉ループ動作が続行される。追加の圧力調整が不要であれば、プロセスは終了する。

【0045】

背圧が高くなると、GC 入口 112 に、及び、GC カラムに試料を注入する際に、試料圧が低下するために、試料ループ 230 内に生じる可能性のある凝縮も減少する。上述の本発明の実施態様によれば、試料弁の出力における絶対背圧を電子的に制御し、計器セットアップの一部として保存しておき、自動的に呼び出すことが可能であり、それにより、

10

20

30

40

50

手動セットアップ操作をなくすることができる。さらに、GC100、300、及び、400内の全ての流れが独立しているので、材料の全てが背圧レギュレータを流れる問題が解消される。分析試料位置（すなわち、GC入口）の下流に電子背圧レギュレータ150、350、及び、450を配置することによって、試料流とベント流の交差汚染が排除される。

#### 【0046】

他の実施例において、電子制御式背圧レギュレータを使用することが可能である。例えば、「ヘッド・スペース・サンプラ（head space sampler）」と呼ばれるものに電子背圧レギュレータを利用することが可能である。ヘッド・スペース・サンプラは、液体/固体試料の上の蒸気の試料採取に用いられる。試料を含むバイアル（小瓶など）が、気相にある試料量を増大させるために加熱され、不活性ガスで加圧される。この場合、この「加圧されたヘッド・スペース」には、上述のように、試料弁を介して周囲（雰囲気または大気中）へと出口が設けられている（すなわち、試料弁を介して排出可能になっている）。これは、図3に示す試料（302）を提供する特定の応用例/装置を表している。

10

#### 【0047】

電子制御式背圧レギュレータは、分析装置における検出器のマルチレベル較正に利用することも可能である。純粋に線形応答する検出器はないので、クロマトグラフィでは、ある入口濃度範囲にわたって検出器を較正するのが普通である。これは、「マルチレベル較正」と呼ばれる。あるタイプの試料（例えば、AsH<sub>3</sub>、アルシンに関する濃度標準）は、極めて高価なので、試料ループにおける量（すなわち、被分析物のモル数）を変化させることが可能であり、従って、1つの濃度標準だけを用いて検出器のマルチレベル較正のための濃度範囲が得られるようにすることが可能なシステムは有益である。

20

#### 【0048】

電子制御式背圧レギュレータを、大気圧の変化に伴う天然ガスのカロリー含有量の再現可能な（または繰り返し可能な）測定を行うために利用することも可能である。

#### 【0049】

電子制御式背圧レギュレータを、ガス混合システムに利用することも可能である。複数の化合物に関する測定データを同時に生成することが可能な分析計測器（例えば、原子発光検出器、紫外-可視検出器、質量分析計など）を較正するために、ガス混合システムを利用することが可能である。こうしたガス混合システムを構成する方法の1つは、組み合わせられる各被検ガス毎に、別個の流量コントローラ（または流れコントローラ）を導入して、全ての流量コントローラの出力を組み合わせることである。複数流量コントローラの設定値を使用して、「混合」率を決定することが可能である。この場合、この混合物がガス試料採取弁に供給される。本発明の実施態様による絶対背圧レギュレータをこうした試料採取弁の出口に配置することによって、混合率に関係なく、混合ガスの全体量（すなわち、被分析物のモル数）を変化させることが可能になる。

30

#### 【0050】

本発明による電子制御式背圧レギュレータ(150)は、ベント(168)を有する分析装置(116)、圧力センサ(152)、比例式弁(164)、及び、圧力センサ(152)からの信号及び電子制御式の圧力設定値に基づいてベント(168)を通る流れを制御するよう構成された電子制御式の閉ループコントローラ(158)を有する。ここで、ベント(168)はベント経路(166)を介して分析装置(116)に結合され、圧力センサ(152)はベント経路(166)に結合され、比例式弁(164)はベント経路(166)に結合され、分析装置(116)内の圧力を制御可能に変更するよう構成されている。

40

#### 【0051】

以上の詳細な説明は、本発明の典型的な実施形態の理解のためにのみ提示されたものであって、当業者であれば、添付の特許請求の範囲及びその等価物から逸脱しない変更が明らかであるので、上記説明から、不必要な限定を導くべきではない。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0052】

50

【図 1】電子制御式背圧レギュレータの 1 実施態様を含む典型的なガス・クロマトグラフ（GC）の諸部分を例示したブロック図である。

【図 2 A】図 1 の試料弁を例示した概略図である。

【図 2 B】図 1 の試料弁を例示した概略図である。

【図 3】図 1 に示すガス・クロマトグラフの一部の代替実施態様を例示したブロック図である。

【図 4】図 1 に示すガス・クロマトグラフの一部の代替実施態様を例示したブロック図である。

【図 5】GC 及びコントローラ / コンピュータを含むシステムを例示したブロック図である。

10

【図 6】本発明の 1 実施態様に従って構成された典型的なコントローラ / コンピュータを例示したブロック図である。

【図 7】図 1 に示す電子背圧レギュレータの実施態様の動作を説明するフローチャートである。

【図 8】図 3 に示す電子制御式背圧レギュレータの実施態様の動作を説明するフローチャートである。

【図 9】図 4 に示す電子背圧レギュレータの実施態様の動作を説明するフローチャートである。

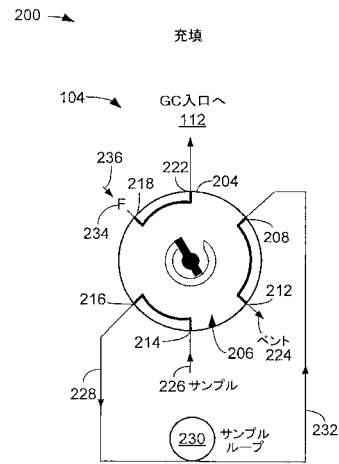
【符号の説明】

【 0 0 5 3 】

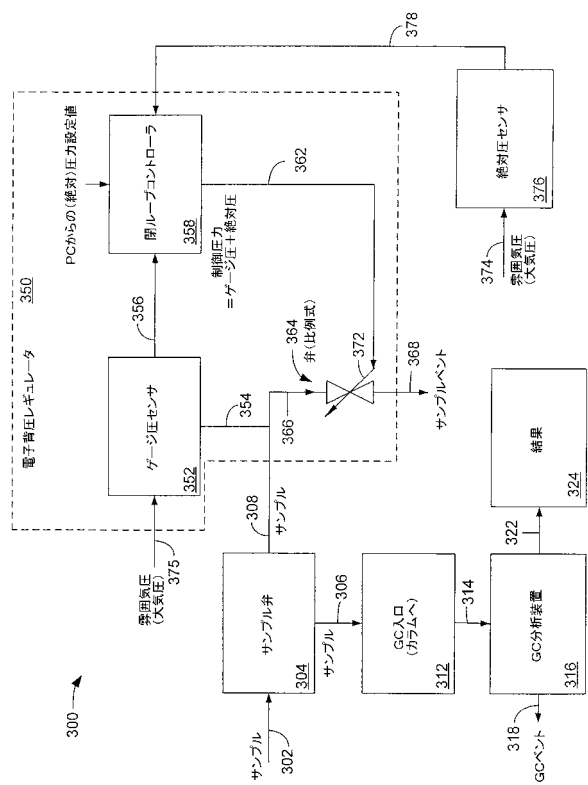
20

- 1 1 6 分析装置
- 1 5 0 背圧レギュレータ
- 1 5 2 圧力センサ
- 1 5 8 閉ループ・コントローラ
- 1 6 4 比例式弁
- 1 6 6 ベント経路
- 1 6 8 ベント

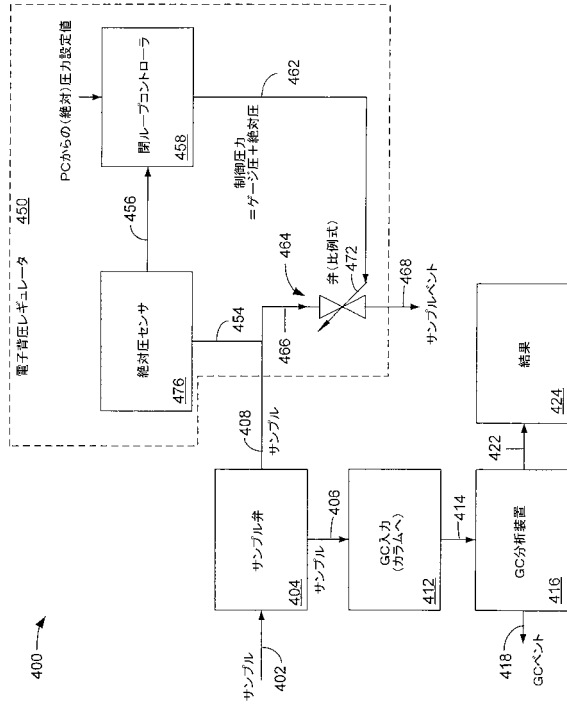
【 図 2 A 】



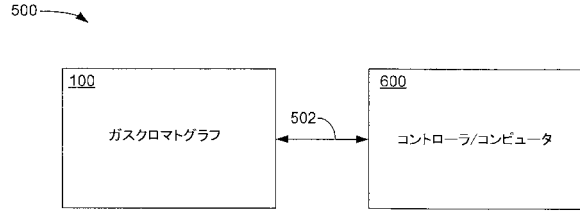
【 図 3 】



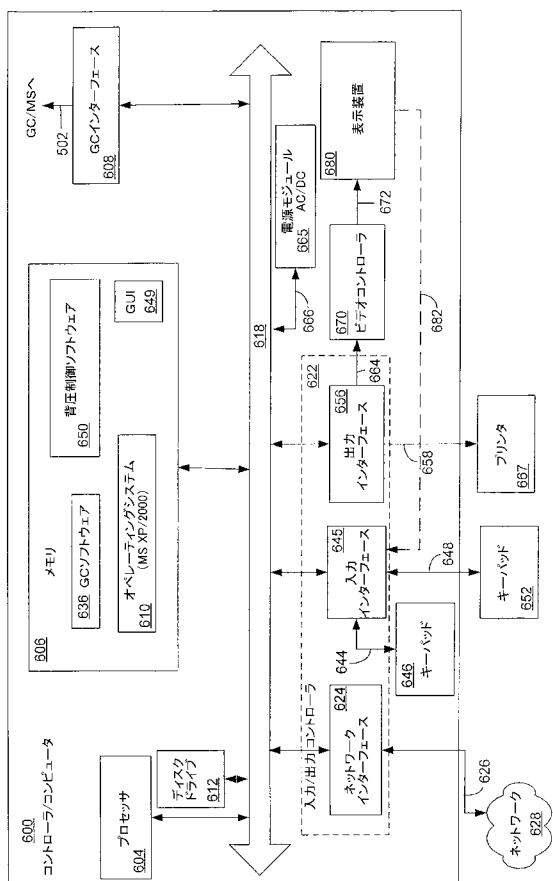
【図 4】



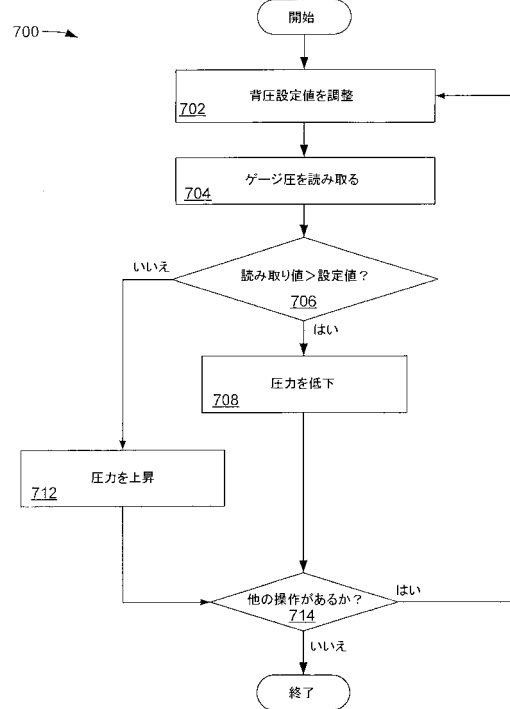
【図 5】



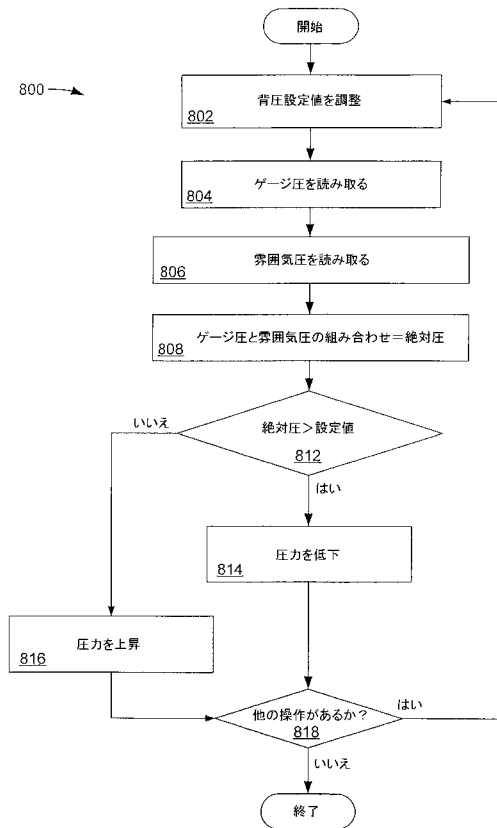
【図 6】



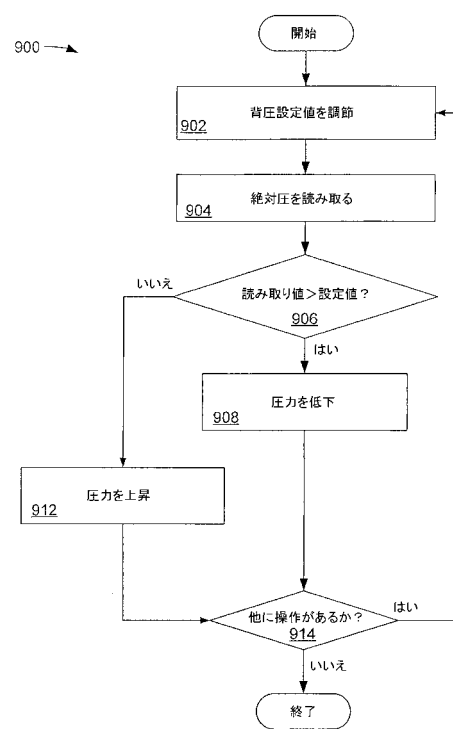
【図 7】



【図 8】



【図 9】



---

フロントページの続き

(72)発明者 ロバート・クラーク・ヘンダーソン

アメリカ合衆国ペンシルベニア州 1 9 3 1 1 , アヴォンデール, ヒルトップ・ロード・7 3

(72)発明者 ブルース・ディー・クインビー

アメリカ合衆国ペンシルベニア州 1 9 3 5 2 , リンカーンユニバーシティ, アダムス・ウェイ・5

審査官 山村 祥子

(56)参考文献 特開平 0 9 - 0 9 6 6 3 0 ( J P , A )

特開平 0 7 - 2 8 0 7 8 6 ( J P , A )

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

G 0 1 N 3 0 / 0 0 - 9 6