



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 108956834 B

(45)授权公告日 2020.11.06

(21)申请号 201810927775.1

(22)申请日 2017.02.22

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 108956834 A

(43)申请公布日 2018.12.07

(30)优先权数据

2016-036674 2016.02.29 JP

(62)分案原申请数据

201710096530.4 2017.02.22

(73)专利权人 株式会社岛津制作所

地址 日本京都府京都市中京区西之京桑原
町1番地

(72)发明人 长井悠佑 渡边真人

(74)专利代理机构 上海华诚知识产权代理有限公司 31300

代理人 肖华

(51)Int.Cl.

G01N 30/74(2006.01)

G01N 30/24(2006.01)

(56)对比文件

CN 103439282 A, 2013.12.11

CN 101149341 A, 2008.03.26

US 3503683 A, 1970.03.31

CN 104011547 A, 2014.08.27

US 5661558 A, 1997.08.26

EP 1785719 A1, 2007.05.16

审查员 肖锡峰

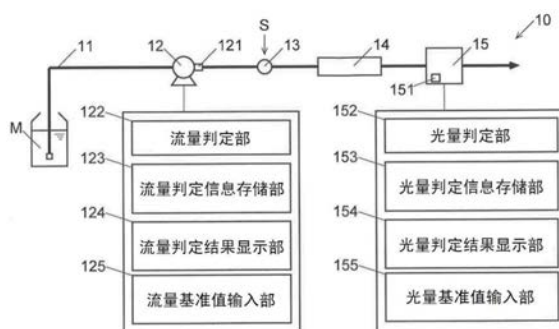
权利要求书1页 说明书7页 附图2页

(54)发明名称

分析测定装置系统

(57)摘要

所提供的是一种具有多个单元(送液泵(12);检测器(15))的分析测定装置系统(10),包括:设置在多个单元之中的至少一个单元中的传感器(流量传感器(121);光量检测器(151)),用于检测单元的特定的部分的状态;设置在单元中的判定部(流量判定部(122);光量判定部(152)),用于接收来自于传感器的信号,以及用于基于预设的判定基准判定单元的整体状态;设置在单元中的存储部(流量判定信息存储部(123);光量判定信息存储部(153)),用于存储判定基准和通过判定部判定的结果;以及设置在单元中的显示部(流量判定结果显示部(124);光量判定结果显示部(154)),用于显示判定结果。



1. 一种色谱仪,其包含送液泵、进样器、分析柱以及检测器,所述色谱仪的特征在于,所述检测器包括:

光源;

供含有样品的流动相流动的流通池;

将来自所述光源的光作为样品光对流通池进行照射的光学元件;

检测所述样品光的样品光检测部;

检测参照光的参照光检测部;以及

光量判定部,所述光量判定部判定所述样品光的光量以及所述参照光的光量是否包含在指定的基准范围内,在判定所述样品光的光量以及所述参照光的光量两者都在指定的基准范围内的情况下,判定所述检测器处于正常的状态,在判定所述样品光的光量以及所述参照光的光量两者都在指定的基准范围外的情况下,判定所述光源或者所述光学元件有故障,在判定所述参照光的光量在指定的基准范围内、所述样品光的光量在基准范围外的情况下,判定所述流通池有故障,在判定所述样品光的光量在指定的基准范围内、所述参照光的光量在指定的基准范围外的情况下,判定所述参照光的光轴的对准有问题。

2. 根据权利要求1所述的色谱仪,其特征在于,

所述送液泵具有流量传感器,所述流量传感器检测每单位时间由所述送液泵供应的流动相的流量,

所述光量判定部在所述样品光的光量在指定的基准范围外时,将所述样品光的光量的时间变化和流动相的流量的时间变化进行对比,在发现所述样品光的光量的时间变化和流动相的流量的时间变化有相关性的情况下,判定所述送液泵有故障,在所述送液泵没有故障的情况下,判定所述参照光的光量是否包含在所述指定的基准范围内。

分析测定装置系统

[0001] 本申请是申请日为2017年02月22日、申请号为2017100965304、名称为“分析测定装置系统”的中国专利申请的分案申请。

技术领域

[0002] 本发明涉及一种用于分析样品及用于测定其特性的分析测定装置系统。特别地，涉及一种具有在问题实际发生之前使用装置检测问题的功能的分析测定装置系统。

背景技术

[0003] 在一些情况下，例如，当分析测定的结果用作诉讼依据时，为了保证分析测定结果的正确性，定期地或在具体测定前或后，进行用于确定整个分析测定装置是否具备规定特性的检查（验证）。在验证中要被检查的点是在装置中设置的规定的标准测定条件下由分析测定装置进行的对标准样品的分析或测定的结果是否满足规定的基准。构成装置的一些特定的部件是否满足规定的基准同样被检查。

[0004] 这种验证不仅在规定的时段内进行，也在每次关键性的测定之前进行。另外，在常规测定之前需要进行适度的检查。这种验证和检查的目的在于保证分析或测定结果的正确性，以及防止由装置的部件的故障导致的测定的任何中断。特别地，当测定长时间自动进行时，测定的中断不仅意味着浪费时间，也可能导致重要样品的浪费。

[0005] 为解决这个问题，专利文献1提出了一种分析测定装置系统，其中，标签被附着到构成装置的每个部件上，并且用于读取标签的识别模块被设置在装置侧，以管理消耗性部件并通知用户替换这些部件的时间。利用这个系统，避免替换消耗性部件的时间发生在计划即将进行的测定的中间的情形是可能的。这个系统也可以在错误部件被安装时通知用户。

[0006] 专利文献2公开了一种用于按照预设的分析计划表对多个样品依序进行分析的分析装置。对于每个单独的样品的分析，该分析计划表包含了用于规定是否诊断操作需要被进行以及根据诊断结果哪种操作应该被进行的项。当一系列分析被进行时，该分析装置在分析计划表中在被指定的诊断操作的样品的分析前或后，检查装置中每个特定的部件的状态，并按照在分析计划表中规定的处理步骤控制分析操作。

[0007] 引用列表

[0008] 专利文献

[0009] 专利文献1：特开平09-171022号公报（JP 09-171022A）

[0010] 专利文献2：特开平10-318803号公报（JP 10-318803A）

发明内容

[0011] 技术问题

[0012] 在包含结合在一起的多个单元的分析测定装置系统中，通常被设置用于以统一的方式控制这些部件的控制器。在一些情况下这种控制器是不可缺少的，例如，用于连续分析

多个样品的自动分析。在专利文献1和2中描述的分析测定装置中,这种控制器用以管理关于每个单元中的消耗性部件信息或者按照预设的分析计划表依序进行对多个样品的分析。

[0013] 因此,构成分析测定装置系统的每个单元的消耗性部件的信息或者诊断信息由系统的控制器保存及管理。然而,如果一个单元从系统断开,就不可能知道在该单元中的每个消耗性部件的状态或者该单元本身的状态(例如,它的精度是否正在降低)。因此,当这个单元用在不同的系统中时,有必要从这个单元先前被使用的系统中提取相关的信息,或者为该单元预先保留专用管理文件(以硬拷贝或者电子的形式),以便以令人满意的管理方式使用该单元。

[0014] 本发明要解决的问题是提供一种分析测定装置系统,该分析测定装置系统包括多个单元并且能够以比传统系统更正确的、更令人满意的方式管理每个单元。

[0015] 问题的解决方案

[0016] 为解决前述问题而被提出的本发明是一种包括多个单元的分析测定装置系统,该系统进一步地包括:

[0017] a) 设置在多个单元之中的至少一个单元中的传感器,用于检测该单元的特定的部分的状态;

[0018] b) 设置在该单元中的判定部,用于接收来自于传感器的信号以及基于预设的判定基准判定该单元的整体状态;

[0019] c) 设置在该单元中的存储部,用于存储所述判定基准和通过所述判定部的判定结果;

[0020] d) 设置在该单元中的显示部,用于显示所述判定结果。

[0021] “该单元的特定的部分的状态”意指能够用通常使用的传感器检测或测定的特定的物理量,而不是与整个单元有关的量。例如,在分析测定装置系统为液相色谱仪系统的情形,如果涉及的单元是泵,那么物理量可以是压力,温度或者与泵相关的其他的量。如果涉及的部件是紫外(UV)检测器,那么物理量可以是透射通过样品池的光量,绕开样品池的光(参照光)的量或者其他量。“该单元的整体状态”意指该单元是否处于正常的状态并且能够正确地运行,或者是否处于有故障的状态并且不能提供要求的性能。增加“退化的”状态也是可能的,在该状态下该单元还不是有故障的但是正在接近有故障的状态。

[0022] 在根据本发明的分析测定装置中,判定部比较由传感器检测到的表示单元的特定的部分的状态的信号和存储在存储部中的判定基准,以判定单元的整体状态。换句话说,单元进行自身的自诊断。

[0023] 存储在存储部中的判定基准可以为该单元预先地被确定(通过制造商),或者它可以作为一项可变更的信息被提供,用户可以使用提供给该单元的输入设备适当地修改并预先保存在存储部中。如果本分析测定装置系统具有用于控制整个系统的系统控制器,则判定基准也可以从系统控制器被提供。判定部将判定结果(自诊断结果)保存在存储部中并将它显示在显示部上。通过查看单元的显示部上的显示,用户可以知道通过单元的自诊断的结果并确定单元是否是可运转的。当单元用于另一个分析测定装置系统中时,在那个系统中单元可以被正确地管理并使用,因为自诊断的结果被存储在单元的存储部中。单元也可以通过将指示装置在测定期间是正确地运行的信息保存为自诊断的结果来为测定的正确执行留下证据。

[0024] 在根据本发明的分析测定装置系统中,如果有具有如前所述的传感器、判定部、存储部和显示部的两个或更多的单元,这些单元的每个单元可以额外地具有通信器,用于使这些单元互相发送和接收信号。该结构使一个单元中的判定部还能够额外地考虑利用另一个单元的传感器检测到的结果,并判定它自己的单元的整体状态。因此,更正确的和更令人满意的自诊断是可能的。

[0025] 发明的有益效果

[0026] 在根据本发明的分析测定装置系统中,构成系统的多个单元中的至少一个单元具有用于检测单元的特定的部分的状态的传感器。使用该传感器,单元可以确定单元的整体状态并进行自诊断。自诊断的结果被保存在存储部中并被显示在显示部上。即使当单元从系统断连时,用户可以知道单元的(整体)状态并确定单元是否是可运转的。当单元用于另一个分析测定装置系统中时,在那个系统中单元能够以正确的和令人满意的方式被管理和使用。

[0027] 在传统的分析测定装置系统中系统的总体的控制器额外地进行管理每个单元的任务的情形下,在样品的分析期间不可能执行对任何单元的诊断,即使该单元不被包含在分析中。相比之下,在根据本发明的分析测定装置系统中,即使在样品的分析的中间,如果单元不被包含在分析中,判定单元的状态是可能的,因为该单元具有以前述方式进行自诊断的功能。当在长时间段内对许多样品进行连续的分析时,这种功能尤其地有用。

附图说明

[0028] 图1是示出根据本发明的分析测定装置系统的第一实施例的概略结构图;

[0029] 图2是示出第一实施例的分析测定装置系统的一个变化的概略结构图;

[0030] 图3是示出波长可变紫外检测器的一个实例的概略结构图;

[0031] 图4是示出根据本发明的分析测定装置系统的第二实施例的概略结构图。

具体实施方式

[0032] 根据本发明的分析测定装置系统的实施例在下文中使用图1-4被描述。

[0033] 图1示出了第一实施例的分析测定装置系统10。该分析测定装置系统10是高效液相色谱仪(HPLC),其中送液泵12,进样器13,分析柱14和检测器15以上述顺序被设置在流路11上,流动相M流动通过流路11。送液泵12供应流动相给进样器13。进样器13将样品S注入到流动通过流路11的流动相M中。分析柱14分离包含在由进样器13注射的样品S中的成分,利用这些成分之间在洗脱时间上的差异。检测器15测量从分析柱14脱离的洗脱物的光学特性、电特性或其他特性。通过测量在这些特性中的时间的变化,包含在样品中的成分可以被检测出来。在本实施例中,波长可变紫外(UV)检测器(稍后将描述)被用作检测器15。

[0034] 送液泵12具有流量传感器121,流量判定部122,流量判定信息存储部123以及流量判定结果显示部124。流量传感器121检测每单位时间由送液泵12供应的流动相的流量。流量判定部122,其使用中央处理单元(CPU)被具体化,判定利用流量传感器121检测的流量上的时间的变化的幅度是否等于或者小于预设的基准值。流量上的时间的变化发生在由于泵的一些部件的退化,送液泵12变得不能以固定的流量供应流动相时。这种变化必须被减少,因为它不利地影响了利用检测器15获取的检测信号的基线。流量判定信息存储部123用于

存储判定基准,即流量上的时间的变化的幅度的基准值,以及保存通过流量判定部122判定的判定结果。流量判定结果显示部124是用于显示判定结果的显示器(图像显示装置)。代替显示器,也可以设置两个灯,其中的一个指示判定结果为“正常的”,而另一个指示结果为“有故障的”。也可以只用一个灯来通知“有故障的”状态。

[0035] 记录在流量判定信息存储部123中的基准值可以通过分析测定装置系统10的制造商在产品发货时输入,或者可以额外地在流量判定信息存储部123中设置例如操作键等的流量基准值输入部125(图1),以允许分析测定装置系统10的用户输入基准值。使分析测定装置系统10具有系统控制器16(图2)用于分析测定装置系统10的总体的控制并也可以具有从系统控制器16将基准值提供给流量判定信息存储部123的功能。除了将判定基准提供给流量判定信息存储部123和光量判定信息存储部153(稍后将描述)之外,系统控制器16也控制多种操作和设置,例如送液泵12的开/关操作,从进样器13将样品S注入至流动相M的时间,以及检测器15中的光源和衍射光栅(稍后将描述)的操作。

[0036] 在本实施例中用作检测器15的可变波长紫外检测器中,如图3所示,从光源15L发出的光通过衍射光栅(分光镜)15D被分散成不同波长的光。具有这些波长中一个波长的一束光被选择性地投射到经过流路11中流通池C的流动相M中的样品S上。经过样品S的光的量利用光量检测器151被检测。选择的波长的光在流通池C前的点处被分束,并且光的一部分不被投射到样品上而是被用作参照光,该参照光的量利用光量检测器151或者另一个光量检测器151A(图3)来检测。为区别于参照光,投射到流通池C上的光在下文中被称为“样品光”。除了光源15L、衍射光栅15D和光量检测器151之外,检测器15包含光量判定部152、光量判定信息存储部153和光量判定结果显示部154。光量判定部152判定样品光和参照光的量的检测值中的每个是否在每一个样品光和参照光中所指定的光量基准范围内,并以稍后将描述的方式判定检测器15的状态。通过光量判定部152判断样品光的量的过程不在样品S注入至流动相M的过程中而被进行。光量判定信息存储部153用于存储参考基准,即预设的光量基准范围,并且保存通过光量判定部152判定的判定结果。光量判定结果显示部154是用于显示通过光量判定部152的判定结果的显示器。如同流量判定结果显示部124,光量判定结果显示部154可以包括代替显示器的两个灯,其中一个指示判定结果为“正常的”,而另一个指示结果为“有故障的”,或者只有通知“有故障的”状态的一个灯。

[0037] 光量判定部152按照以下判定检测器15的状态:如果样品光的量和参照光的量都在它们各自的基准范围内,那么光量判定部152断定检测器15处于正常的状态。如果样品光的量和参照光的量都在它们各自的基准范围之外,那么光量判定部152断定问题与流通池C(只有样本光通过其)不相关,而与既影响样品光又影响参照光的光学元件有关,例如光源15L,光量检测器151(如果参照光利用光量检测器151被检测)或者衍射光栅15D。光源15L的问题的可能原因是由于老化而导致的光量的减少,而光量检测器151的问题的可能原因是光学元件的污染。如果参照光的量在预设的基准范围内并且只有样品光的量在预设的基准范围之外,则光量判定部152断定流通池C有问题。流通池C的问题的可能原因是其的污染。如果样本光的量在预设的基准范围内并且只有参照光的量在预设的基准范围之外,则光量判定部152断定参照光的光轴的对准有问题。

[0038] 如同在流量判定信息存储部123的情形中,记录在光量判定信息存储部153中的预设的光量基准范围可以通过分析测定装置系统10的制造商在产品发货时被输入,或者由用

户通过设置在光量判定信息存储部153中的光量基准值输入部155(图1)被输入,或者从系统控制器16(图2)被给定。

[0039] 在本实施例的分析测定装置系统10中,传感器设置在上述两个单元中的每个中,即送液泵12和检测器15中,使每个单元判定其的状态和进行自诊断成为可能。自诊断的结果被保存在每个单元中的存储部中并且显示在每个单元的显示部上。用户可以知道处于断连状态的每个单元的状态并且判定该单元是否是可运转的。当这些单元用于另一个分析测定装置系统中时,在新系统中单元能够以正确的以及令人满意的方式被管理和使用,因为自诊断的结果被存储在它们的存储部之中。

[0040] 作为检测器15,具有一排光电二极管的光电二极管阵列检测器可以用于代替波长可变紫外检测器。在具有光电二极管阵列的检测器15中,从光源投射进流通池C并透射通过样品S的光被分散成不同波长的光,分别由光电二极管阵列中的光电二极管检测。为了判定检测器15的状态,两种类型的光被使用,即样品光,其从光源沿着在样品S的测定中使用的相同的光路行进至光电二极管阵列,以及参照光,其为在流通池C前的点处被分割的来自光源的光的一部分,并绕过流通池C,沿着与经由衍射光栅最终到达光电二极管阵列的样品光相同的光路。参照光也可以为在流通池C前的点处被分割的来自光源的光的一部分,其绕过流通池C,并沿着经由可以与用于衍射样品光的衍射光栅相同或不同的衍射光栅最终到达与用于检测样品光的检测器不同的检测器(光电二极管)的光路。作为参照光,使用流通池C被移开后由检测器15检测到的通过与样品光相同的光路的光束也是可能的。使用这些样品和参照光以与波长可变紫外检测器情形下相同的方式,可以判定检测器15是否处于正常的状态或者有故障的状态。

[0041] 在上述示例中,在送液泵12的状态的判定中,只有一个流量的时间的变化的幅度的基准值被使用。作为替代,大于第一基准值的第二基准值可以额外地与第一基准值一同被使用。在这种情况下,流量判定部122可以根据利用流量传感器121检测到的数值,进行三层判断,例如,如果检测到的数值等于或者小于第一基准值,则为“正常的”,如果检测到的数值大于第一基准值并且等于或者小于第二基准值,则为“退化的”或者“接近部件替换的时间”,如果检测到的数值大于第二基准值,则为“有故障的”或者“需要替换部件”。在利用检测器15检测的光的量的判定中也可以进行类似的三层判断。

[0042] 在送液泵12的情形下,判断流动相M的压力上的时间的变化代替判断流动相M的流量上的时间的变化是可能的。

[0043] 在下文中,描述第二实施例的分析测定装置系统20。如图4所示,该分析测定装置系统20除了第一实施例的分析测定装置系统10的部件之外,还包含泵侧通信器22和检测器侧通信器25,以及连接泵侧和检测器侧通信器22和25的通信线21。泵侧通信器22通过通信线21发送流量传感器121的检测信号至检测器侧通信器25。检测器侧通信器25具有接收检测信号的功能。图4所示结构具有流量基准值输入部125和光量基准值输入部155,但不具有系统控制器16。采用具有系统控制器16但是不具有流量基准值输入部125和光量基准值输入部155的结构也是可能的。

[0044] 在第二实施例的分析测定装置系统20中,光量判定部152基于由光量检测器151检测到的样品光和参照光的量以及由检测器侧通信器25接收到的流量传感器121的检测信号,即,流动相M的流量来进行判断。该判断按照如下进行:样品光的量不仅只由于例如流通

池C的污染等的检测器15的问题而变化,也由于送液泵12的问题而引起的流动相M的流量的变化而变化。因此,如果样品光的量在预设的基准范围之外,那么光量判定部152比较样品光的量的时间的变化和流动相M的流量的时间的变化,并计算两者之间的相关函数。如果光的量的时间的变化和流量的时间的变化之间的相关的度等于或者高于特定的水平,光量判定部152断定问题与检测器15不相关而是与送液泵12相关;检测器15被认为是正常的。相反地,如果光的量的时间的变化与流量的时间的变化不相关,或者仅仅弱相关,光量判定部152通过与第一实施例中相同的方法,接着判定检测器15是否有问题。

[0045] 在第二实施例的分析测定装置系统20中,当光的量的时间的变化与流量的时间的变化之间的相关的度等于或者高于特定的水平,表示该事实的信号可以从检测器侧通信器25被发送至泵侧通信器22。一旦接收到这个信号,流量判定部122可以断定送液泵12有问题。

[0046] 至此,已考虑HPLC中的送液泵和检测器作为对于问题要被检查的单元。本发明也可以类似地应用于气相色谱仪中的真空泵和检测器,以及具有多个检测器的各类测定装置中。如果对于问题只有一个单元要被检查,本发明仍然是有用的,因为它能够使该单元进行自诊断。

[0047] 上述实施例以及它们的变形都仅为本发明的示例,在本发明的主旨内适当进行的任何的变化、修改或者增加将自然地落入本申请的权利要求的范围内。

[0048] 参考数字列表

[0049] 10,20:分析测定装置系统

[0050] 11:流路

[0051] 12:送液泵

[0052] 121:流量传感器

[0053] 122:流量判定部

[0054] 123:流量判定信息存储部

[0055] 124:流量判定结果显示部

[0056] 125:流量基准值输入部

[0057] 13:进样器

[0058] 14:分析柱

[0059] 15:检测器

[0060] 151,151A:光量检测器

[0061] 152:光量判定部

[0062] 153:光量判定信息存储部

[0063] 154:光量判定结果显示部

[0064] 155:光量基准值输入部

[0065] 15D:衍射光栅

[0066] 15L:光源

[0067] 16:系统控制器

[0068] 21:通信线

[0069] 22:泵侧通信器

- [0070] 25:检测器侧通信器
- [0071] C:流通池
- [0072] M:流动相
- [0073] S:样品。

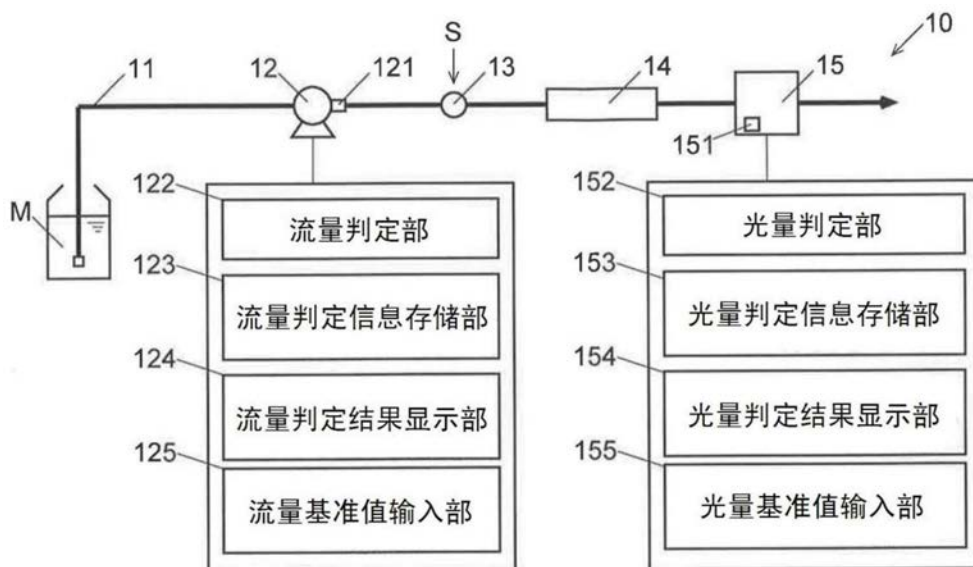


图1

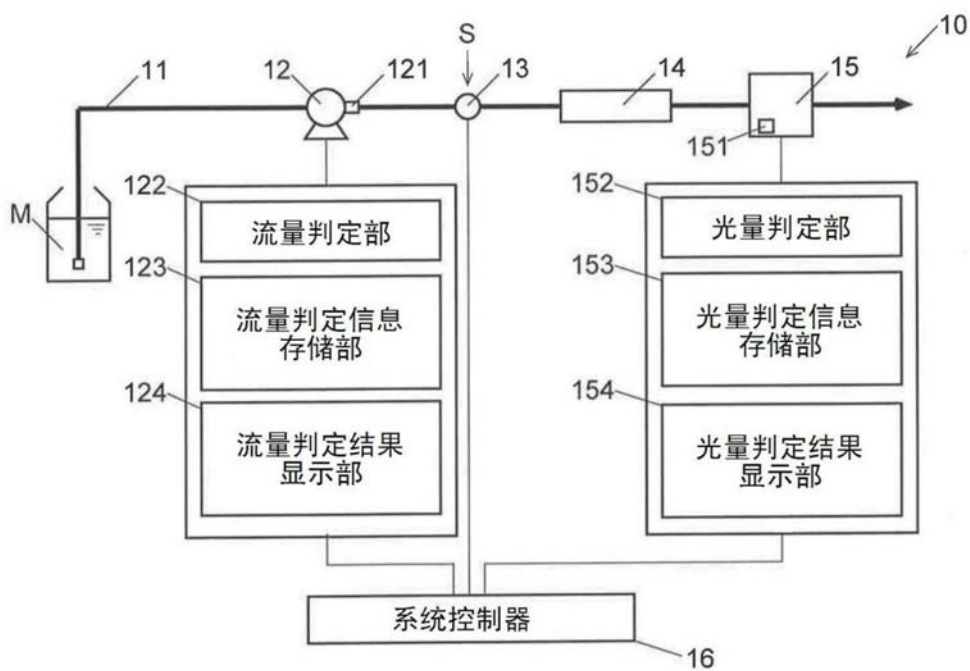


图2

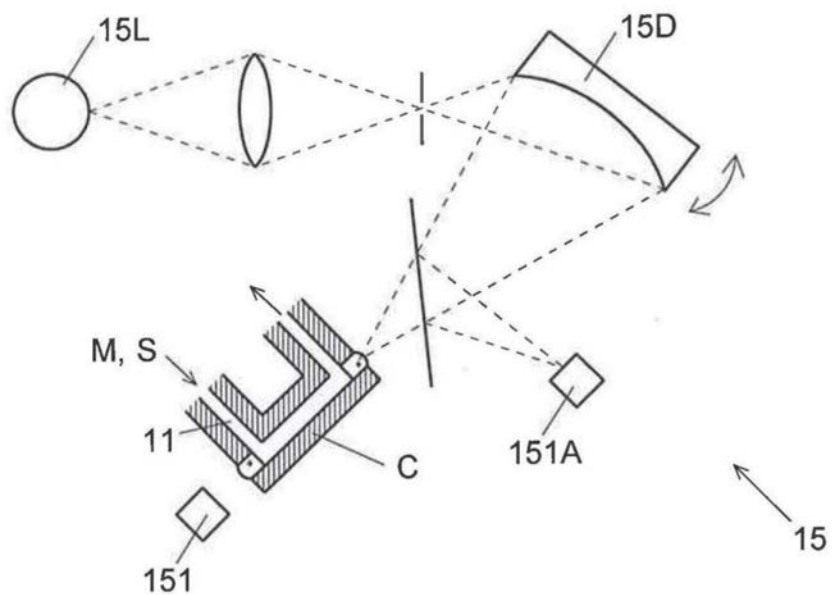


图3

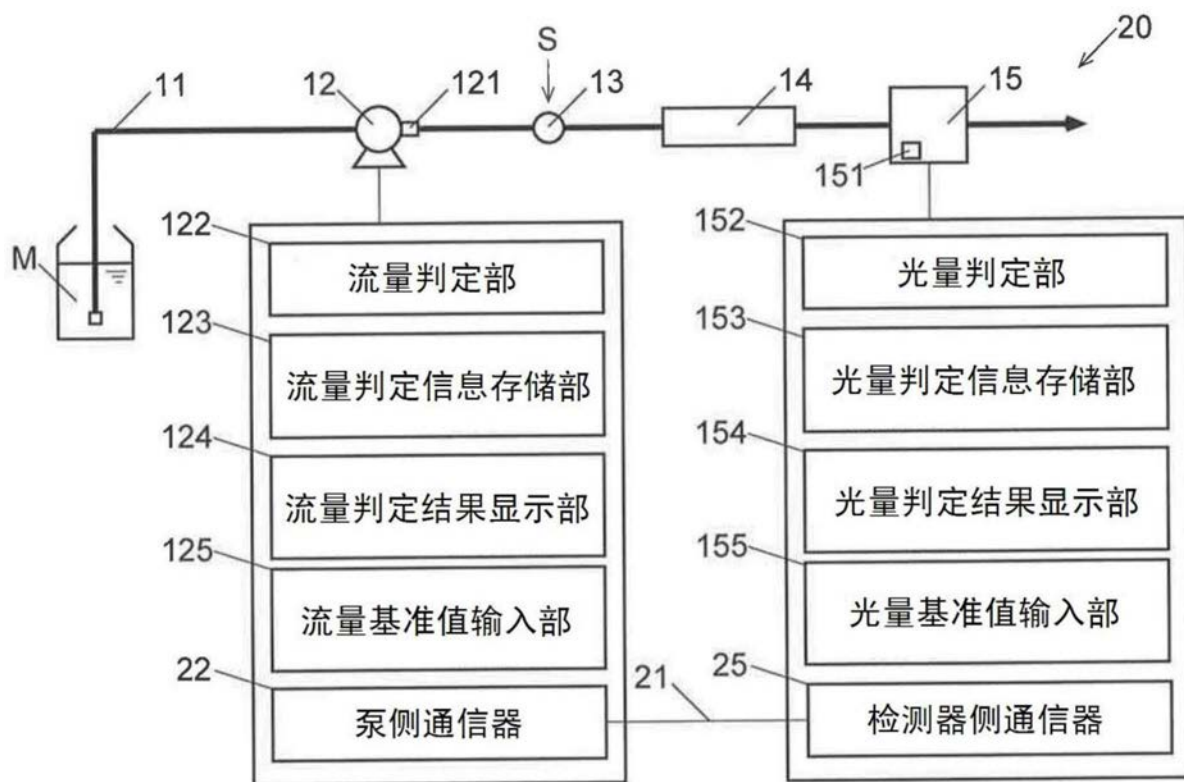


图4