

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2019年11月21日(21.11.2019)



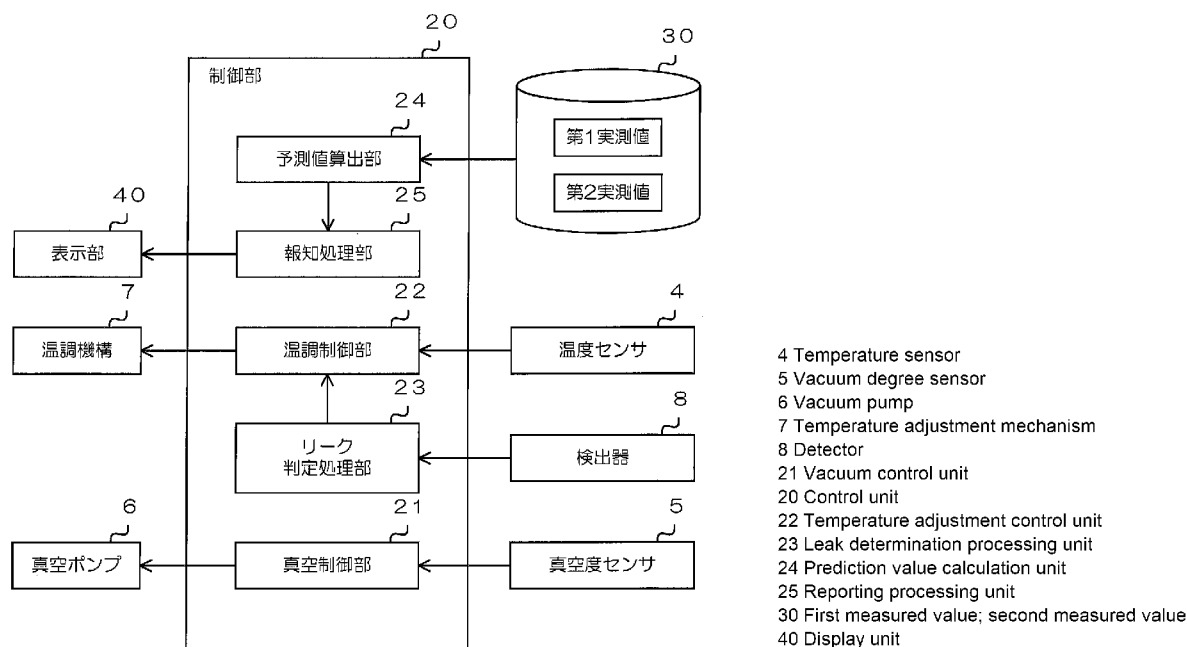
(10) 国際公開番号

WO 2019/220552 A1

- (51) 国際特許分類:
G01N 27/62 (2006.01) *G01N 30/72* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2018/018851
- (22) 国際出願日: 2018年5月16日(16.05.2018)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (71) 出願人: 株式会社島津製作所 (SHIMADZU CORPORATION) [JP/JP]; 〒6048511 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 Kyoto (JP).
- (72) 発明者: 坂本 雄紀 (SAKAMOTO, Yuki); 〒6048511 京都府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 Kyoto (JP). 住
- 吉 崇史 (SUMIYOSHI, Takashi); 〒6048511 京都府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 Kyoto (JP).
- (74) 代理人: 吉本 力, 外 (YOSHIMOTO, Tsutomu et al.); 〒5410059 大阪府大阪市中央区博労町3丁目4-15 心斎橋谷本ビル M E L O N 国際特許事務所 Osaka (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY,

(54) Title: GAS CHROMATOGRAPH MASS SPECTROMETER

(54) 発明の名称: ガスクロマトグラフ質量分析装置



(57) Abstract: A storage unit 30 stores the necessary amount of time (first measured value) for the degree of vacuum inside a vacuum chamber in an MS unit to reach a predetermined degree of vacuum at the time of starting or stopping of a gas chromatograph mass spectrometer. The storage unit 30 stores the necessary amount of time (second measured value) for the temperature of a member provided to a GC unit and/or an MS unit to reach a predetermined temperature at the time of starting or stopping of the gas chromatograph mass spectrometer. A prediction value calculation unit 24 calculates, as

MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ,
NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT,
QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL,
SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：

- 一 国際調査報告（条約第21条(3)）

a prediction value, the amount of time taken for the gas chromatograph mass spectrometer to start or stop on the basis of the amount of time stored in the storage unit 30. A reporting processing unit 25 reports the amount of time calculated as the prediction value by the prediction value calculation unit 24, or a time corresponding to the amount of time.

(57) 要約：記憶部 30 は、MS 部における真空室内の真空度が、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時又は停止時に所定の真空度に到達するまでの所要時間（第 1 実測値）を記憶する。記憶部 30 は、GC 部及び MS 部の少なくとも一方に設けられた部材の温度が、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時又は停止時に所定の温度に到達するまでの所要時間（第 2 実測値）を記憶する。予測値算出部 24 は、記憶部 30 に記憶されている時間に基づいて、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動又は停止に要する時間を予測値として算出する。報知処理部 25 は、予測値算出部 24 により予測値として算出された時間、又は、当該時間に対応する時刻を報知する。

明 細 書

発明の名称： ガスクロマトグラフ質量分析装置

技術分野

[0001] 本発明は、キャリアガスとともにカラムに導入される各試料成分を当該カラム内で分離させるGC部と、前記GC部で分離された各試料成分に対して真空室内で質量分析を行うMS部とを備えたガスクロマトグラフ質量分析装置に関するものである。

背景技術

[0002] ガスクロマトグラフ質量分析装置（GC／MS）は、食品中の残留農薬の分析、動植物の代謝物の分析（メタボロミクス）、生体試料中の薬毒物の分析などの様々な分野で利用されている。ガスクロマトグラフ質量分析装置には、ガスクロマトグラフ部（GC部）と質量分析部（MS部）とが備えられており、GC部のカラムで分離された各試料成分に対して、MS部の真空室内で質量分析が行われる。

[0003] ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時や停止時には、通常、ユーザにとって待ち時間が発生する（例えば、下記特許文献1参照）。具体的には、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時には、真空室内を真空にするために真空ポンプが駆動されるとともに、GC部やMS部に設けられた各種部材の温度が所定の温度に上昇するまで暖機が行われる。そのため、真空室内の真空度及び各部材の温度が安定するまでの間、分析を開始することができず、待ち時間が発生する。

[0004] 一方、メンテナンスを行う際などには、ガスクロマトグラフ質量分析装置を停止させてから作業を行う必要がある。ガスクロマトグラフ質量分析装置の停止時には、真空ポンプを停止させてから真空室内が大気圧になるまでの間、及び、GC部やMS部に設けられた各種部材の温度が所定の温度に降下するまでの間は、装置を完全に停止させることができず、待ち時間が発生する。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：実用新案登録第2580487号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] 上記のようなガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時や停止時に発生する待ち時間は、従来、ユーザに報知されなかったため、待ち時間が終了するタイミングをユーザが把握することができなかった。そのため、ユーザは、待ち時間の間に別の作業を行ったりする場合もあり、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動又は停止が完了した後も、必要以上に放置される場合があった。

[0007] 本発明は、上記実情に鑑みてなされたものであり、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時や停止時に発生する待ち時間が終了するタイミングをユーザが容易に把握することができるガスクロマトグラフ質量分析装置を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0008] (1) 本発明に係るガスクロマトグラフ質量分析装置は、キャリアガスとともにカラムに導入される各試料成分を当該カラム内で分離させるGC部と、前記GC部で分離された各試料成分に対して真空室内で質量分析を行うMS部とを備えたガスクロマトグラフ質量分析装置であって、第1所要時間記憶部と、第2所要時間記憶部と、予測値算出部と、報知処理部とを備える。前記第1所要時間記憶部は、前記MS部における前記真空室内の真空度が、前記ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時又は停止時に所定の真空度に到達するまでの時間を記憶する。前記第2所要時間記憶部は、前記GC部及び前記MS部の少なくとも一方に設けられた部材の温度が、前記ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時又は停止時に所定の温度に到達するまでの時間を記憶する。前記予測値算出部は、前記第1所要時間記憶部及び前記第2所

要時間記憶部にそれぞれ記憶されている時間に基づいて、前記ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動又は停止に要する時間を予測値として算出する。前記報知処理部は、前記予測値算出部により予測値として算出された時間、又は、当該時間に対応する時刻を報知する。

[0009] このような構成によれば、MS部における真空室内の真空度が起動時又は停止時に所定の真空度に到達するまでの時間と、GC部及びMS部の少なくとも一方に設けられた部材の温度が起動時又は停止時に所定の温度に到達するまでの時間とに基づいて、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動又は停止に要する時間を予測値として算出することができる。そして、予測値として算出された時間、又は、当該時間に対応する時刻が報知されるため、それを確認したユーザは、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時や停止時に発生する待ち時間が終了するタイミングを容易に把握することができる。

[0010] (2) 前記報知処理部は、前記予測値算出部により予測値として算出された時間を報知した後、当該時間をカウントダウンしながら報知してもよい。

[0011] このような構成によれば、予測値として算出された時間が報知された後、当該時間がカウントダウンしながら報知されるため、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時や停止時に発生する待ち時間が終了するタイミングがユーザにとって分かりやすい。

[0012] (3) 前記ガスクロマトグラフ質量分析装置は、前記カラムを使用可能な上限温度、又は、直前の分析時に用いられた温度条件に基づいて、前記ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時に、前記GC部及び前記MS部の少なくとも一方に設けられた部材の温調を行う温調制御部をさらに備えていてもよい。

[0013] このような構成によれば、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時に、GC部及びMS部の少なくとも一方に設けられた部材の温調を自動的に行うことができる。このとき、カラムを使用可能な上限温度に基づいて温調を行えば、カラムが高温に晒されて破損するのを防止することができる。また、直前の分析時に用いられた温度条件に基づいて温調を行えば、温度条件の設

定作業を省略することが可能になるため、ユーザの作業負担を軽減することができる。

[0014] (4) 前記ガスクロマトグラフ質量分析装置は、前記ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時に、前記真空室内への外気の進入の有無を判定するリーク判定処理部をさらに備えていてもよい。この場合、前記温調制御部は、前記リーク判定処理部により前記真空室内への外気の進入がないと判定された場合に、前記カラムを使用可能な上限温度、又は、直前の分析時に用いられた温度条件に基づいて、前記GC部及び前記MS部の少なくとも一方に設けられた部材の温調を行ってもよい。

[0015] このような構成によれば、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時に、真空室内への外気の進入の有無を判定し、進入がないと判定された場合にのみ温調を行うことができる。これにより、真空室内への外気の進入がある場合に、無駄に温調が開始されるのを防止して、装置を自動停止させるなどの措置を行うことが可能になる。

[0016] (5) 前記温調制御部は、前記リーク判定処理部により前記真空室内への外気の進入があると判定された場合に、前記GC部及び前記MS部の少なくとも一方に設けられた部材の温調を自動的に停止してもよい。

[0017] (6) 前記ガスクロマトグラフ質量分析装置は、前記リーク判定処理部により前記真空室内への外気の進入があると判定された場合に、前記ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動を自動的に停止する真空制御部をさらに備えていてもよい。

[0018] (7) 前記第1所要時間記憶部に記憶されている所要時間は、前記MS部における前記真空室内の真空度が、前記ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時又は停止時に所定の真空度に到達するまでの時間の実測値であってもよい。また、前記第2所要時間記憶部に記憶されている所要時間は、前記GC部及び前記MS部の少なくとも一方に設けられた部材の温度が、前記ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時又は停止時に所定の温度に到達するまでの時間の実測値であってもよい。

発明の効果

[0019] 本発明によれば、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動又は停止に要する時間が予測値として算出され、予測値として算出された時間、又は、当該時間に対応する時刻が報知されるため、それを確認したユーザは、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時や停止時に発生する待ち時間が終了するタイミングを容易に把握することができる。

図面の簡単な説明

[0020] [図1]本発明の一実施形態に係るガスクロマトグラフ質量分析装置の構成例を示した概略図である。

[図2]図1のガスクロマトグラフ質量分析装置の電氣的構成を示したブロック図である。

[図3]ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時における制御部の制御について説明するためのフローチャートである。

[図4]ガスクロマトグラフ質量分析装置の停止時における制御部の制御について説明するためのフローチャートである。

発明を実施するための形態

[0021] 1. ガスクロマトグラフ質量分析装置の全体構成

図1は、本発明の一実施形態に係るガスクロマトグラフ質量分析装置の構成例を示した概略図である。ガスクロマトグラフ質量分析装置は、ガスクロマトグラフ部（GC部1）と質量分析部（MS部2）とを備えている。

[0022] GC部1には、例えばカラム11、試料気化室12及びカラムオープン13などが備えられている。カラム11は、例えばキャピラリカラムからなり、その上流端が試料気化室12に接続されるとともに、下流端がインターフェイス3を介してMS部2に接続されている。

[0023] カラム11は、ヒータ及びファンなど（いずれも図示せず）とともにカラムオープン13内に收容されている。カラムオープン13は、カラム11を加熱するためのものであり、分析時にはヒータ及びファンを適宜駆動させることにより、カラムオープン13内の温度を一定に維持しながら分析を行う

恒温分析、又は、カラムオープン 1 3 内の温度を徐々に上昇させながら分析を行う昇温分析などが実行可能となっている。

[0024] カラム 1 1 には、試料気化室 1 2 を介してキャリアガスが供給される。キャリアガスとしては、例えば窒素ガス、水素ガス又はヘリウムガスなどが用いられる。分析時には、試料気化室 1 2 にキャリアガスが供給され、試料気化室 1 2 内で気化された試料が、キャリアガスとともにカラム 1 1 内に導入される。GC 部 1 では、キャリアガスがカラム 1 1 を通過する過程で各試料成分が分離され、MS 部 2 に順次導かれる。

[0025] MS 部 2 には、真空チャンバ、イオン源及び検出器など（いずれも図示せず）が備えられている。分析中は、カラム 1 1 で分離された各試料成分が、イオン源においてイオン化され、真空チャンバ内に形成された真空状態（負圧状態）の真空室に導かれるようになっている。そして、イオン化された各試料成分を検出器で検出することにより、質量分析を行うことができる。

[0026] 試料気化室 1 2 には、当該試料気化室 1 2 の温度を検知するための温度センサ 4 が設けられている。また、GC 部 1 と MS 部 2 との間のキャリアガスの流路を構成するインターフェイス 3 にも、当該インターフェイス 3 の温度を検知するための温度センサ 4 が設けられている。図示しないが、例えばカラムオープン 1 3 内やイオン源などにも温度センサ 4 が設けられている。

[0027] MS 部 2 の真空室内には、真空度を検知するための真空度センサ 5 が設けられている。真空室は、複数の分割室に区画されており、各分割室に対応する真空ポンプ（図示せず）が駆動されることにより、各分割室の真空度が検出器側に向かって段階的に高くなるように構成されている。図 1 では真空度センサ 5 が 1 つだけ簡略的に示されているが、真空度センサ 5 は各分割室にそれぞれ設けられている。例えばイオンガイド、四重極マスフィルタ及び検出器などの MS 部 2 を構成する各種部材（いずれも図示せず）は、それぞれ異なる分割室に設けられている。

[0028] 2. ガスクロマトグラフ質量分析装置の電氣的構成

図 2 は、図 1 のガスクロマトグラフ質量分析装置の電氣的構成を示したブ

ロック図である。このガスクロマトグラフ質量分析装置は、GC部1及びMS部2の動作や、GC部1に接続された前処理部（図示せず）などの各部の動作を制御するための制御部20を備えている。

[0029] 制御部20は、例えばCPU（Central Processing Unit）を含む構成である。制御部20は、CPUがプログラムを実行することにより、真空制御部21、温調制御部22、リーク判定処理部23、予測値算出部24及び報知処理部25などとして機能する。制御部20には、上述の温度センサ4及び真空度センサ5の他、真空ポンプ6、温調機構7、検出器8、記憶部30及び表示部40などが電氣的に接続されている。制御部20、記憶部30及び表示部40は、例えばパーソナルコンピュータにより一体的に構成されていてもよい。

[0030] 真空制御部21は、真空ポンプ6の動作を制御することにより、MS部2の真空室内の真空度を調整する。本実施形態では、真空室が複数の分割室に区画されており、各分割室に設けられた真空度センサ5により検知される真空度が、それぞれ設定された真空度に近づくように、各分割室に対応する真空ポンプ6の動作が制御される。

[0031] 温調制御部22は、温調機構7の動作を制御する。温調機構7は、例えばインターフェイス3、試料気化室12、カラムオーブン13及びイオン源などの各部の温度を調整するための機構である。これらの各部には、例えばヒータなどの加熱装置、又は、ファンなどの冷却装置が、温調機構7として適宜設けられている。温調制御部22は、各部に設けられた温度センサ4により検知される温度が、それぞれ設定された温度に近づくように、各部に対応する温調機構7の動作を制御する。

[0032] リーク判定処理部23は、真空室内への外気の進入の有無を判定する。具体的には、リーク判定処理部23は、検出器8からの検出信号に基づいてマススペクトルを取得し、そのマススペクトルにおける空気中の成分（例えば窒素）に対応するピークの強度に基づいて、真空室内への外気の進入の有無を判定する。

- [0033] リーク判定処理部23による判定時には、例えば質量校正試薬であるPFTBA (Perfluorotributylamine) がMS部2に導入され、質量分析が行われる。そして、PFTBAの質量電荷比 ($m/z = 69$) におけるピークと、空気中の成分である窒素の質量電荷比 ($m/z = 28$) におけるピークとの比が、所定の閾値と比較されることにより、真空室内への外気の進入の有無が判定される。
- [0034] リーク判定処理部23による判定は、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時に行われる。温調制御部22は、リーク判定処理部23の判定結果に基づいて、温調機構7の動作を制御する。すなわち、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時に、リーク判定処理部23により真空室内への外気の進入がないと判定された場合にのみ、温調制御部22は、温調機構7の動作を制御して各部を加熱するようになっている。
- [0035] 予測値算出部24は、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動及び停止に要する時間を予測値として算出する。予測値算出部24が予測値を算出する際には、記憶部30に予め記憶されている実測値（第1実測値及び第2実測値）が用いられる。本実施形態では、RAM (Random Access Memory) 又はハードディスクなどにより構成される記憶部30が、第1実測値を記憶する第1所要時間記憶部、及び、第2実測値を記憶する第2所要時間記憶部を構成している。ただし、第1所要時間記憶部及び第2所要時間記憶部が、それぞれ別の記憶部により構成されていてもよい。
- [0036] 第1実測値は、MS部2における真空室内の真空度が、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時及び停止時に所定の真空度に到達するまでの時間である。ガスクロマトグラフ質量分析装置を実際に起動して真空ポンプ6を動作させ、その動作開始のタイミングから、真空室の真空度が所定の閾値 V_1 に到達するタイミングまでの時間を測定することにより、起動時の第1実測値が得られる。一方、ガスクロマトグラフ質量分析装置が安定して起動している状態から真空ポンプ6の動作を停止させ、その停止開始のタイミングから、真空室の真空度が所定の閾値 V_2 に到達するタイミングまでの時間を測定す

ることにより、停止時の第1実測値が得られる。

[0037] 本実施形態のように、真空室が、それぞれ真空度の異なる複数の分割室に区画されている場合、高真空側の分割室の真空度が所定の真空度に到達するまでの時間を、第1実測値として測定することが好ましい。

[0038] 第2実測値は、GC部1及びMS部2の各部の温度が、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時及び停止時に所定の温度に到達するまでの時間である。ガスクロマトグラフ質量分析装置を実際に起動して各部の加熱を開始させ、その加熱開始のタイミングから、各部の温度が所定の閾値 T_1 に到達するタイミングまでの時間を測定することにより、起動時の第2実測値が得られる。一方、ガスクロマトグラフ質量分析装置が安定して起動している状態から各部の加熱を停止（又は冷却を開始）させ、その停止開始のタイミングから、各部の温度が所定の閾値 T_2 に到達するタイミングまでの時間を測定することにより、停止時の第2実測値が得られる。

[0039] 第2実測値を取得する際には、異なる閾値を設定して複数回測定が行われることにより、複数の第2実測値が取得されてもよい。例えば、閾値を200℃に設定して得られた第2実測値と、閾値を250℃に設定して得られた第2実測値を予め取得しておけば、他の温度（例えば300℃）まで各部を加熱する際に要する時間を、一次関数を用いて算出することが可能である。

[0040] 予測値算出部24は、記憶部30に第1実測値及び第2実測値として記憶されている時間に基づいて、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動及び停止に要する時間を予測値として算出する。ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動に要する時間は、例えば記憶部30に記憶されている起動時の第1実測値と、起動時の第2実測値とを加算した値に、さらに真空度及び温度が安定するまでのマージンとしての一定時間を加算することにより算出される。一方、ガスクロマトグラフ質量分析装置の停止に要する時間は、例えば記憶部30に記憶されている停止時の第1実測値と、停止時の第2実測値とを加算することにより算出される。

[0041] 報知処理部25は、予測値算出部24により算出された予測値に基づいて

、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動が完了（安定）するタイミング、及び、ガスクロマトグラフ質量分析装置の停止が完了するタイミングを報知する。報知処理部 25 による報知は、予測値算出部 24 により予測値として算出された時間、又は、当該時間に対応する時刻を表示部 40 に表示させることにより行われる。

[0042] 例えば、予測値算出部 24 により予測値として算出された時間を表示部 40 に表示させるような構成の場合には、その予測値を残り時間として表示部 40 に表示させた後、当該時間をカウントダウンしながら表示させることが好ましい。この場合、表示部 40 に表示された時間は、秒刻みでカウントダウンされてもよいし、分刻みでカウントダウンされてもよい。

[0043] 3. ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時の制御

図 3 は、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時における制御部 20 の制御について説明するためのフローチャートである。

[0044] ユーザの操作によりガスクロマトグラフ質量分析装置の起動が開始されると（ステップ S 101 で Y e s）、予測値算出部 24 により、起動に要する時間が予測値として算出される（ステップ S 102）。このとき、算出された予測値としての時間が表示部 40 に表示されることにより、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動が完了するタイミングがユーザに報知される（ステップ S 103）。その後は、表示部 40 に表示された時間が、カウントダウンされながら継続して表示される。

[0045] ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動開始後は、真空制御部 21 により、MS 部 2 の真空室内の真空度が予め設定された所定の真空度に近づくように制御される（ステップ S 104）。そして、真空室内の真空度が所定の真空度に到達すると、リーク判定処理部 23 により、真空室内への外気の進入の有無が判定される（ステップ S 105）。リーク判定処理部 23 による判定の結果、真空室内への外気の進入があると判定された場合には（ステップ S 105 で Y e s）、真空ポンプ 6 の駆動および各部の温調を自動的に停止することにより、ガスクロマトグラフ質量分析装置の動作が停止される（ス

テップS 1 0 6)。

[0046] リーク判定処理部23による判定の結果、真空室内への外気の進入がないと判定された場合には(ステップS 1 0 5でN o)、GC部1のカラム11を使用可能な上限温度と、直前の分析時に用いられた温度条件とが比較される(ステップS 1 0 7)。そして、その比較結果に基づいて、温調制御部22による温調が行われる(ステップS 1 0 8又はS 1 0 9)。

[0047] カラム11を使用可能な上限温度は、カラム11の種類に応じて予め定められた温度であり、ユーザが入力操作を行うことにより記憶部30に予め記憶される。直前の分析時に用いられた温度条件は、直前の分析の際に温調制御部22による各部の温調の目標温度として設定された温度であり、直前の分析時から記憶部30に記憶されている。

[0048] ステップS 1 0 7における比較の結果、カラム11を使用可能な上限温度が、直前の分析時に用いられた温度条件よりも高い場合には(ステップS 1 0 7でY e s)、直前の分析時に用いられた温度条件を用いて温調制御部22による温調が行われる(ステップS 1 0 8)。すなわち、記憶部30に記憶されている直前の分析時における各部の温調の目標温度に近付くように、温調制御部22が各部を温調する。

[0049] 一方、カラム11を使用可能な上限温度が、直前の分析時に用いられた温度条件以下である場合には(ステップS 1 0 7でN o)、カラム11を使用可能な上限温度を用いて温調制御部22による温調が行われる(ステップS 1 0 9)。すなわち、記憶部30に記憶されているカラム11を使用可能な上限温度に近付くように、温調制御部22が各部を温調する。

[0050] このようにして温調制御部22による温調が行われ、真空室内の真空度及び各部の温度が安定すれば、ガスクロマトグラフ質量分析装置が完全に起動した状態となる。このとき、表示部40によりカウントダウン表示されていた時間は、「0」となる。

[0051] 4. ガスクロマトグラフ質量分析装置の停止時の制御

図4は、ガスクロマトグラフ質量分析装置の停止時における制御部20の

制御について説明するためのフローチャートである。

[0052] ユーザの操作によりガスクロマトグラフ質量分析装置の停止が開始されると（ステップS201でYes）、予測値算出部24により、停止に要する時間が予測値として算出される（ステップS202）。このとき、算出された予測値としての時間が表示部40に表示されることにより、ガスクロマトグラフ質量分析装置の停止が完了するタイミングがユーザに報知される（ステップS203）。その後は、表示部40に表示された時間が、カウントダウンされながら継続して表示される。

[0053] ガスクロマトグラフ質量分析装置の停止開始後は、各部の温度が所定の温度まで低下するように、温調制御部22が各部を温調する（ステップS204）。このとき、温調制御部22は、温調機構7により各部を冷却してもよいし、温調機構7を単に停止させるだけであってもよい。

[0054] その後、真空制御部21により、MS部2の真空室内の真空度が予め設定された所定の真空度に近付くように制御される（ステップS205）。そして、真空室内の真空度が所定の真空度に到達すれば、ガスクロマトグラフ質量分析装置が完全に停止した状態となる。このとき、表示部40によりカウントダウン表示されていた時間は、「0」となる。

[0055] 5. 作用効果

（1）本実施形態では、MS部2における真空室内の真空度が起動時又は停止時に所定の真空度に到達するまでの時間の実測値（第1実測値）と、GC部1及びMS部2の少なくとも一方に設けられた部材の温度が起動時又は停止時に所定の温度に到達するまでの時間の実測値（第2実測値）とに基づいて、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動又は停止に要する時間を予測値として算出することができる（ステップS102又はステップ202）。そして、予測値として算出された時間、又は、当該時間に対応する時刻が報知されるため（ステップS103又はステップS203）、それを確認したユーザは、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時や停止時に発生する待ち時間が終了するタイミングを容易に把握することができる。

[0056] (2) 特に、本実施形態では、予測値として算出された時間が報知された後（ステップS 1 0 3又はステップS 2 0 3）、当該時間がカウントダウンしながら報知されるため、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時や停止時に発生する待ち時間が終了するタイミングがユーザにとって分かりやすい。

[0057] (3) また、本実施形態では、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時に、GC部1及びMS部2の少なくとも一方に設けられた部材の温調を自動的に行うことができる（ステップS 1 0 8, S 1 0 9）。このとき、カラム1 1を使用可能な上限温度に基づいて温調を行えば（ステップS 1 0 9）、カラム1 1が高温に晒されて破損するのを防止することができる。また、直前の分析時に用いられた温度条件に基づいて温調を行えば（ステップS 1 0 8）、温度条件の設定作業を省略することが可能になるため、ユーザの作業負担を軽減することができる。

[0058] (4) さらに、本実施形態では、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時に、真空室内への外気の進入の有無を判定し（ステップS 1 0 5）、進入がないと判定された場合にのみ温調を行うことができる（ステップS 1 0 8, S 1 0 9）。これにより、真空室内への外気の進入がある場合に（ステップS 1 0 5でY e s）、無駄に温調が開始されるのを防止して、装置を自動停止させることができる（ステップS 1 0 6）。

[0059] 6. 変形例

予測値算出部2 4は、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動及び停止に要する時間を予測値として算出するような構成に限らず、起動又は停止のいずれか一方に要する時間を予測値として算出するような構成であってもよい。

[0060] 温調制御部2 2は、ガスクロマトグラフ質量分析装置の各部を加熱及び冷却するような構成に限らず、加熱又は冷却のいずれか一方のみを行うような構成であってもよい。また、温調制御部2 2による温調の対象は、GC部1及びMS部2の少なくとも一方に設けられた部材であれば、インターフェイス、試料気化室1 2、カラムオーブン1 3又はイオン源に限らず、他の部材

であってもよい。

[0061] 報知処理部 25 は、表示部 40 に対する表示により報知を行うような構成に限らず、例えば音声などの他の手段を用いて報知を行うような構成であってもよい。

[0062] 第 1 所要時間記憶部および第 2 所要時間記憶部に記憶されている値は、実測値ではなく所定のガスクロマトグラフ質量分析装置の構成における計算値を使用することもできる。ただし、上記実施例のように、実測に基づく実測値を使用した場合、実際に使用する GC 部 1 や MS 部 2、真空ポンプ 6、温調機構 7 等のばらつきに起因した予測値のばらつきを低減でき、ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時や停止時に発生する待ち時間をより正確に把握することができる。

符号の説明

- [0063]
- 1 GC 部
 - 2 MS 部
 - 3 インターフェイス
 - 4 温度センサ
 - 5 真空度センサ
 - 6 真空ポンプ
 - 7 温調機構
 - 8 検出器
 - 11 カラム
 - 12 試料気化室
 - 13 カラムオーブン
 - 20 制御部
 - 21 真空制御部
 - 22 温調制御部
 - 23 リーク判定処理部
 - 24 予測値算出部

2 5 報知処理部

3 0 記憶部

4 0 表示部

請求の範囲

- [請求項1] キャリアガスとともにカラムに導入される各試料成分を当該カラム内で分離させるGC部と、前記GC部で分離された各試料成分に対して真空室内で質量分析を行うMS部とを備えたガスクロマトグラフ質量分析装置であって、
- 前記MS部における前記真空室内の真空度が、前記ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時又は停止時に所定の真空度に到達するまでの所要時間を記憶する第1所要時間記憶部と、
- 前記GC部及び前記MS部の少なくとも一方に設けられた部材の温度が、前記ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時又は停止時に所定の温度に到達するまでの所要時間を記憶する第2所要時間記憶部と、
- 前記第1所要時間記憶部及び前記第2所要時間記憶部にそれぞれ記憶されている時間に基づいて、前記ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動又は停止に要する時間を予測値として算出する予測値算出部と、
- 前記予測値算出部により予測値として算出された時間、又は、当該時間に対応する時刻を報知する報知処理部とを備えることを特徴とするガスクロマトグラフ質量分析装置。
- [請求項2] 前記報知処理部は、前記予測値算出部により予測値として算出された時間を報知した後、当該時間をカウントダウンしながら報知することを特徴とする請求項1に記載のガスクロマトグラフ質量分析装置。
- [請求項3] 前記カラムを使用可能な上限温度、又は、直前の分析時に用いられた温度条件に基づいて、前記ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時に、前記GC部及び前記MS部の少なくとも一方に設けられた部材の温調を行う温調制御部をさらに備えることを特徴とする請求項1に記載のガスクロマトグラフ質量分析装置。
- [請求項4] 前記ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時に、前記真空室内へ

の外気の進入の有無を判定するリーク判定処理部をさらに備え、

前記温調制御部は、前記リーク判定処理部により前記真空室内への外気の進入がないと判定された場合に、前記カラムを使用可能な上限温度、又は、直前の分析時に用いられた温度条件に基づいて、前記GC部及び前記MS部の少なくとも一方に設けられた部材の温調を行うことを特徴とする請求項3に記載のガスクロマトグラフ質量分析装置。

[請求項5] 前記ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時に、前記真空室内への外気の進入の有無を判定するリーク判定処理部をさらに備え、

前記温調制御部は、前記リーク判定処理部により前記真空室内への外気の進入があると判定された場合に、前記GC部及び前記MS部の少なくとも一方に設けられた部材の温調を自動的に停止することを特徴とする請求項3に記載のガスクロマトグラフ質量分析装置。

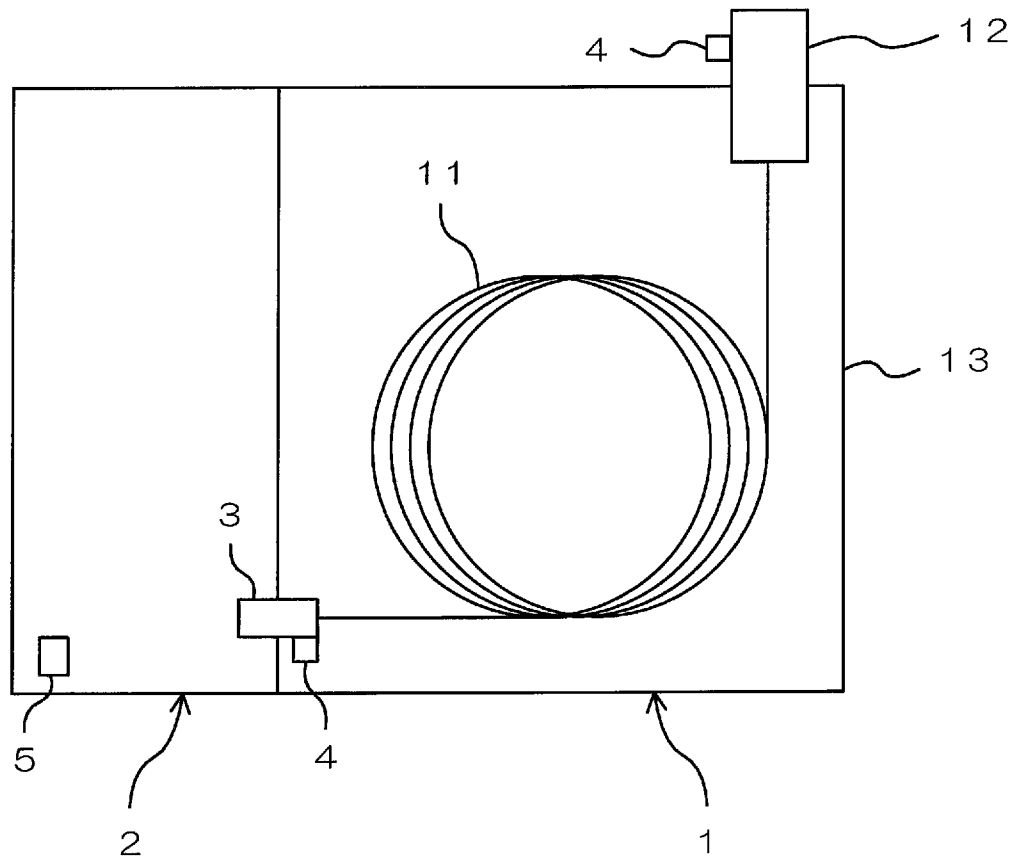
[請求項6] 前記ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時に、前記真空室内への外気の進入の有無を判定するリーク判定処理部と、

前記リーク判定処理部により前記真空室内への外気の進入があると判定された場合に、前記ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動を自動的に停止する真空制御部とをさらに備えることを特徴とする請求項1に記載のガスクロマトグラフ質量分析装置。

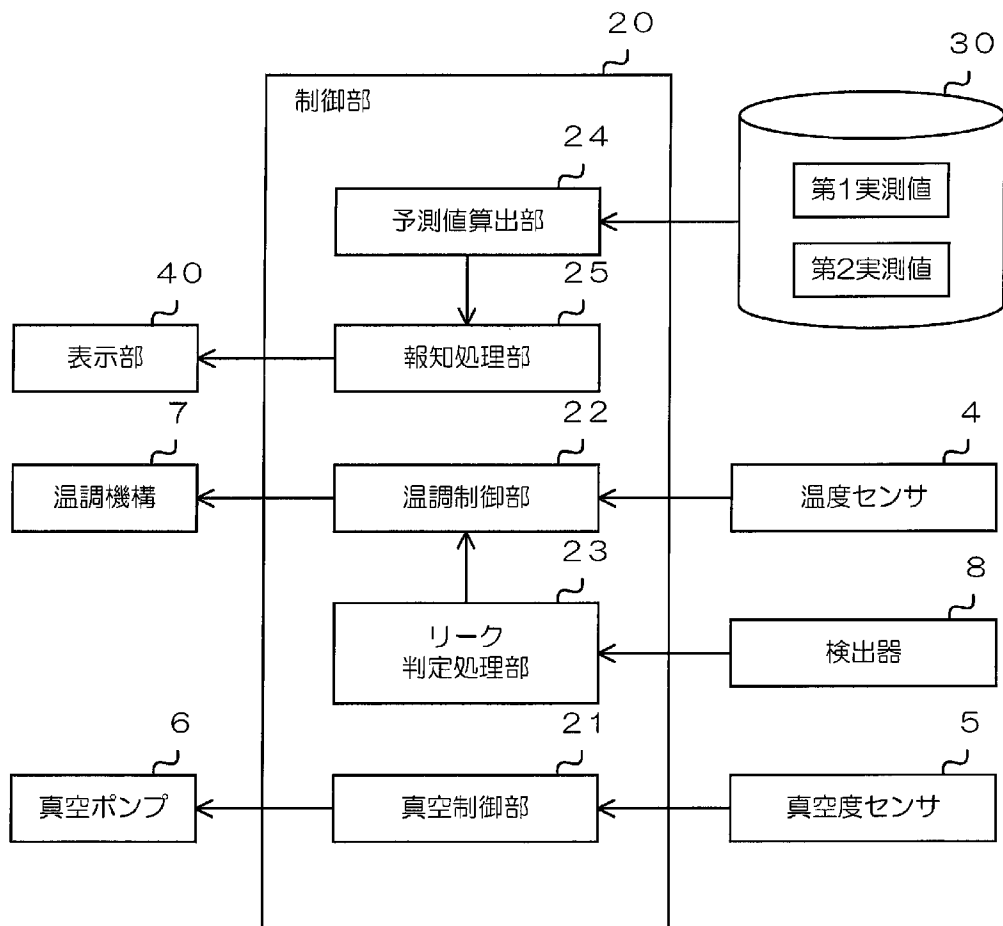
[請求項7] 前記第1所要時間記憶部に記憶されている所要時間は、前記MS部における前記真空室内の真空度が、前記ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時又は停止時に所定の真空度に到達するまでの時間の実測値であり、

前記第2所要時間記憶部に記憶されている所要時間は、前記GC部及び前記MS部の少なくとも一方に設けられた部材の温度が、前記ガスクロマトグラフ質量分析装置の起動時又は停止時に所定の温度に到達するまでの時間の実測値であることを特徴とする請求項1～6のいずれか1項に記載のガスクロマトグラフ質量分析装置。

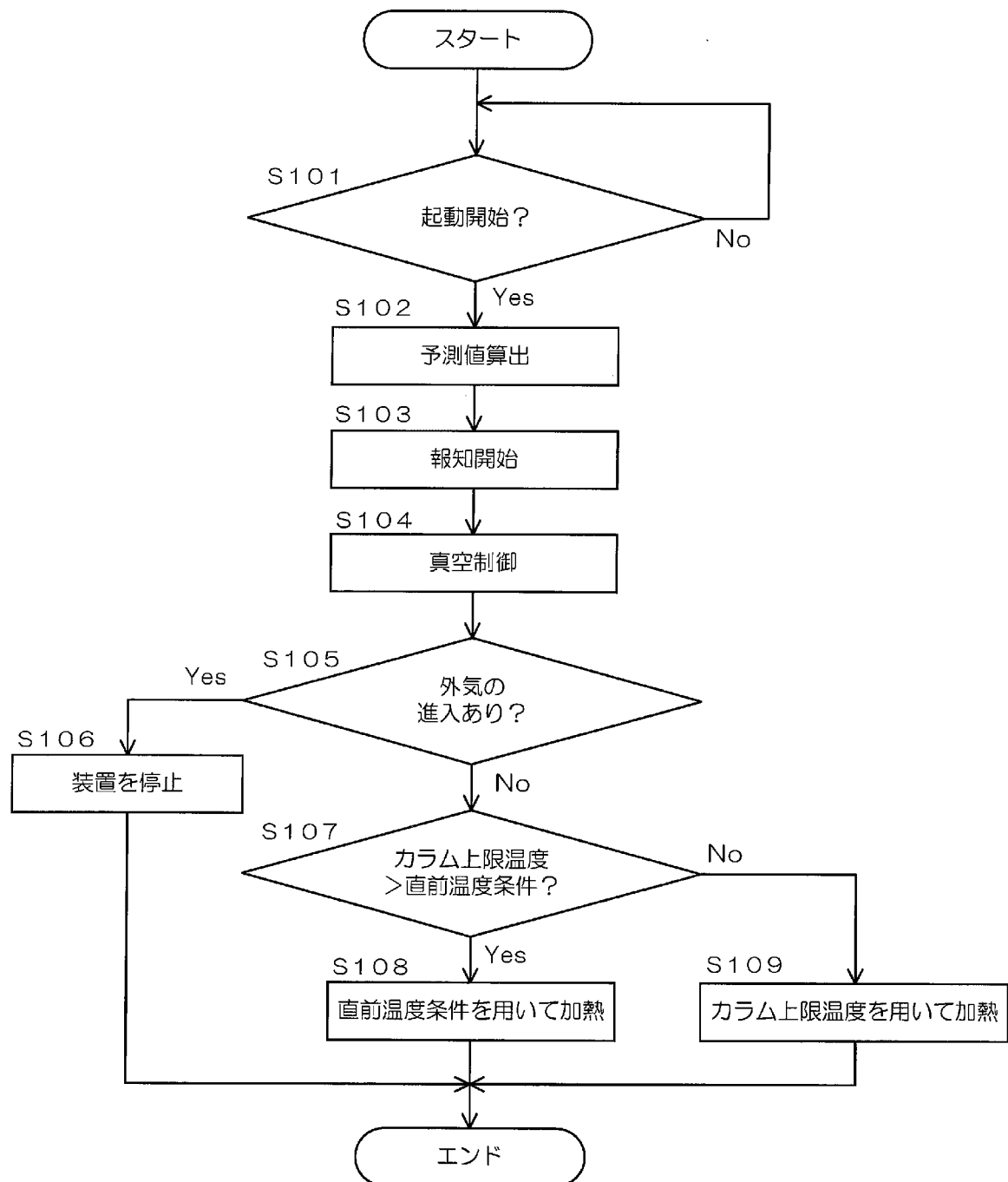
[図1]



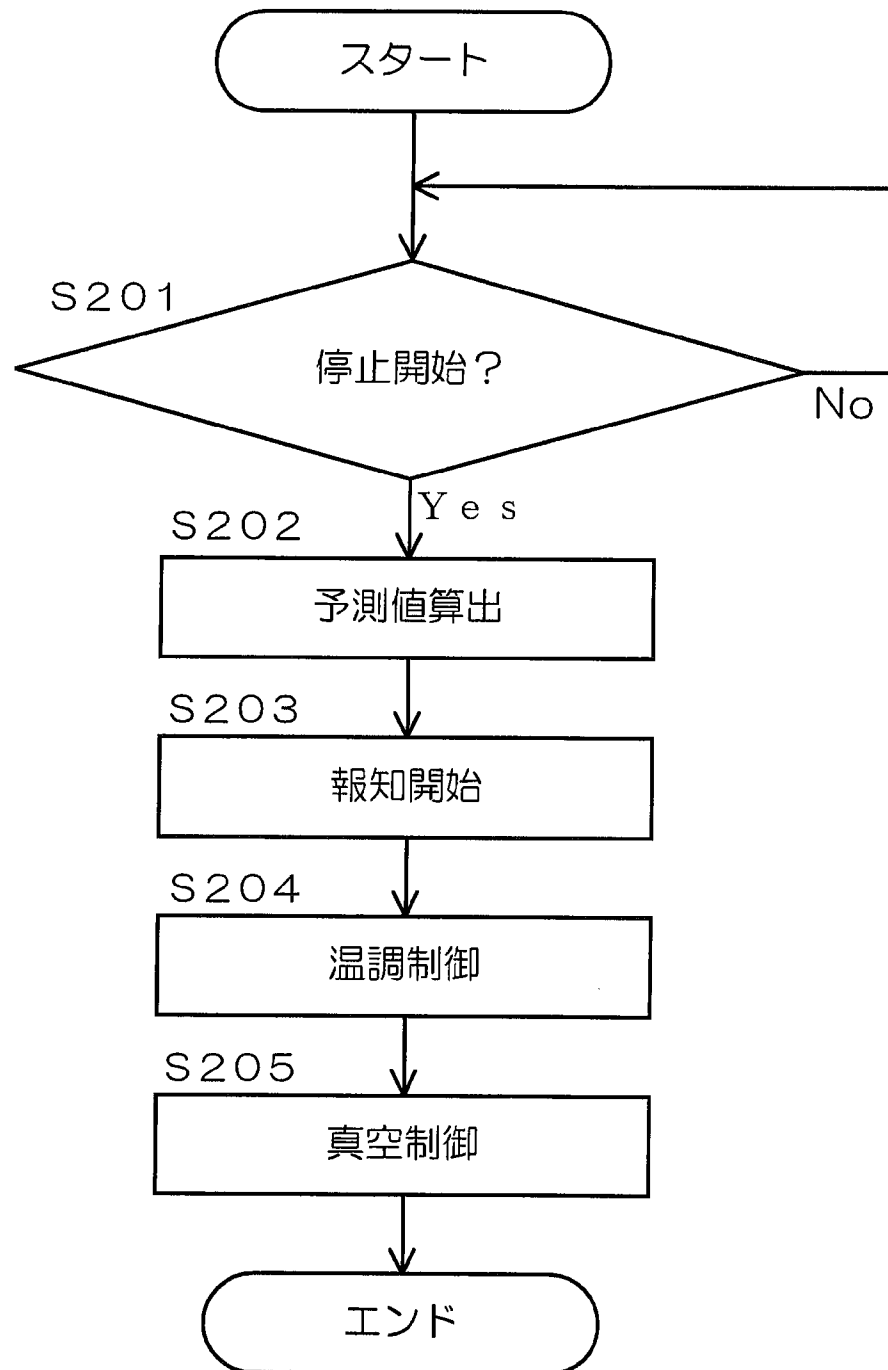
[図2]



[図3]



[図4]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/018851

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. G01N27/62 (2006.01) i, G01N30/72 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl. G01N27/62, G01N30/72

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996

Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2018

Registered utility model specifications of Japan 1996-2018

Published registered utility model applications of Japan 1994-2018

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	AGILENT, 7890GC/5975MSD Chem-Station, basic operation manual, [online], ver. 4, May 2008, [retrieved on 14 June 2018], retrieved from the internet:<URL:https://www.agilent.com/cs/library/usermanuals/public/G3170-96008_Rev4_20080804.pdf>	1-4, 7 5, 6
Y	JP 2014-185953 A (SHIMADZU CORPORATION) 02 October 2014, paragraphs [0030]-[0034] (Family: none)	5, 6



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

14.06.2018

Date of mailing of the international search report

26.06.2018

Name and mailing address of the ISA/

Japan Patent Office

3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,

Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/018851

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 6-109701A (YOKOGAWA ELECTRIC CORPORATION) 22 April 1994 (Family: none)	1-7
A	WO 2014/132357 A1 (SHIMADZU CORPORATION) 04 September 2014 (Family: none)	1-7

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. G01N27/62(2006.01)i, G01N30/72(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. G01N27/62, G01N30/72

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2018年
日本国実用新案登録公報	1996-2018年
日本国登録実用新案公報	1994-2018年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X Y	Agilent 7890GC/5975MSD ケミステーション基本操作マニュアル, [online], Ver.4, 2008.05 [retrieved on 2018.06.14], Retrieved from the Internet:<URL: https://www.agilent.com/cs/library/usermanuals/public/G3170-96008_Rev4_20080804.pdf >	1-4, 7 5, 6
Y	JP 2014-185953 A (株式会社島津製作所) 2014.10.02, [0030] - [0034] (ファミリーなし)	5, 6

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

14.06.2018

国際調査報告の発送日

26.06.2018

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

吉田 将志

2W

4636

電話番号 03-3581-1101 内線 3258

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 6-109701 A (横河電機株式会社) 1994. 04. 22, (ファミリーなし)	1-7
A	WO 2014/132357 A1 (株式会社島津製作所) 2014. 09. 04, (ファミリーなし)	1-7