

(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
2023年7月6日(06.07.2023)



(10) 国際公開番号

WO 2023/127327 A1

- (51) 国際特許分類:
G01N 30/32 (2006.01) F04B 23/06 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2022/042160
- (22) 国際出願日: 2022年11月14日(14.11.2022)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2021-214281 2021年12月28日(28.12.2021) JP
- (71) 出願人: 株式会社日立ハイテク
(HITACHI HIGH-TECH CORPORATION) [JP/
JP]; 〒1056409 東京都港区虎ノ門一丁目
1 7 番 1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 塚田 修大 (TSUKADA Nobuhiro);
〒1008280 東京都千代田区丸の内一丁目 6 番
6 号 株式会社日立製作所内 Tokyo (JP). 金
井 大輔 (KANAI Daisuke); 〒1056409 東京都港
区虎ノ門一丁目 1 7 番 1 号 株式会社日立
ハイテク内 Tokyo (JP). 岩佐 翔 (IWASA Sho);

〒1056409 東京都港区虎ノ門一丁目 1 7 番 1
号 株式会社日立ハイテク内 Tokyo (JP). 原田
裕至 (HARADA Yushi); 〒1056409 東京都港区
虎ノ門一丁目 1 7 番 1 号 株式会社日立ハイ
テク内 Tokyo (JP). 用田 祐介 (YOTA Yusuke);
〒1056409 東京都港区虎ノ門一丁目 1 7 番 1
号 株式会社日立ハイテク内 Tokyo (JP).

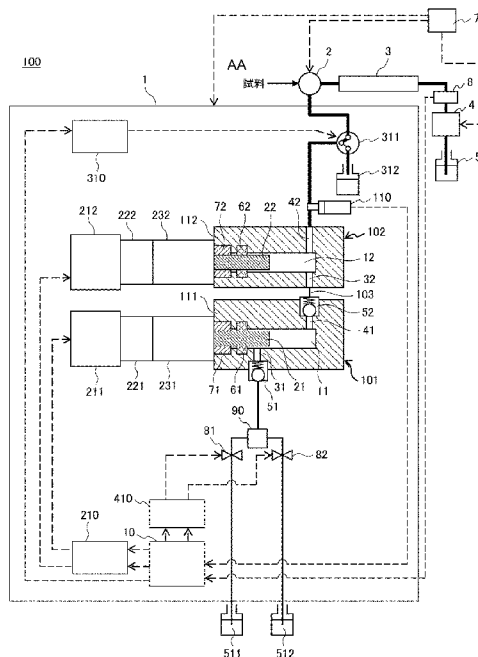
(74) 代理人: ポレール弁理士法人 (POLAIRE I.P.C.);
〒1030021 東京都中央区日本橋本石町三
丁目 3 番 5 号 Tokyo (JP).

(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, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO,
DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, KE,
KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR,
LS, LU, LY, MA, MD, 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,

(54) Title: LIQUID DELIVERY PUMP

(54) 発明の名称: 送液ポンプ

[図1]



AA Sample

(57) Abstract: The present invention provides a liquid delivery pump which is capable of delivering a liquid at a high accuracy of flow while taking into consideration solvent expansion, leakage dependent on solvent pressure, and leakage dependent on solvent flow. This liquid delivery pump (1) is equipped with: a first plunger pump (101) provided with a first plunger (21); a second plunger pump (102) provided with a second plunger (22) and connected to the first plunger pump (101); a pressure sensor (110) for measuring the liquid delivery pressure (P2) from the second plunger pump (102); and a control unit (10) for controlling the driving of the first plunger (21) and the second plunger (22). A control unit (10) obtains the moving velocity (v1) of the first plunger (21) and the moving velocity (v2) of the second plunger (22) by using a parameter (C1, C0) dependent on liquid delivery pressure (P2), the liquid delivery pressure (P2), and the liquid target flow. The parameter (C1, C0) is a parameter of a formula which expresses the relationship between the liquid delivery pressure (P2) and the liquid flow (Q0).

[続葉有]

SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, WS, 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, CV, 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, ME, 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:

— 国際調査報告 (条約第21条(3))

(57) 要約: 本発明は、溶媒の膨張と、溶媒の圧力に依存する漏れと、溶媒の流量に依存する漏れを考慮できて、流量精度の高い送液が可能な送液ポンプを提供する。本発明による送液ポンプ(1)は、第1プランジャ(21)を備える第1プランジャポンプ(101)と、第2プランジャ(22)を備え、第1プランジャポンプ(101)と接続された第2プランジャポンプ(102)と、第2プランジャポンプ(102)からの送液圧力(P2)を測定する圧力センサ(110)と、第1プランジャ(21)と第2プランジャ(22)の駆動を制御する制御部(10)とを備える。制御部(10)は、送液圧力(P2)に依存するパラメータ(C1、C0)と、送液圧力(P2)と、液体の目標流量とを用いて、第1プランジャ(21)の移動速度(v1)と第2プランジャ(22)の移動速度(v2)を求める。パラメータ(C1、C0)は、送液圧力(P2)と、液体の流量(Q0)との関係を表す式のパラメータである。

明 細 書

発明の名称：送液ポンプ

技術分野

[0001] 本発明は、液体を送るポンプに関する。

背景技術

[0002] 送液ポンプは、定量の液体を送るためのポンプであり、例えば液体クロマトグラフに用いられる。液体クロマトグラフを用いた分析では、分析結果に高い再現性が必要であり、このためには送液ポンプに高い流量精度が求められる。

[0003] 一般に、液体クロマトグラフは、液体である溶媒を送液する送液ポンプ、試料を液体クロマトグラフに導入するためのインジェクタ、分離カラム、検出器、廃液容器、及びこれらの機器を制御するシステム制御部を備える。液体クロマトグラフに用いられる送液ポンプは、直列に接続された2台のプランジャポンプで構成されることが一般的である。上流側のプランジャポンプ（第1プランジャポンプ）は、溶媒を吸引し、圧縮して吐出する。第1プランジャポンプのみでは一定流量を送液することができないため、第1プランジャポンプの下流側にもう一台のプランジャポンプ（第2プランジャポンプ）が接続される。第2プランジャポンプは、第1プランジャポンプの脈流を打ち消す動作をする（すなわち、第1プランジャポンプが溶媒を吸引し圧縮するときに、溶媒を吐出する）。送液ポンプは、第1プランジャポンプと第2プランジャポンプのこのような動作により、一定流量の溶媒を送液することができる。

[0004] 送液ポンプから吐出された溶媒には、インジェクタによって、分析対象である試料が注入される。試料が注入された溶媒は、分離カラムに導入されて成分ごとに分離され、その後、検出器により、試料成分に応じた特性、例えば吸光度、蛍光強度、及び屈折率などが検出される。分離カラムには、微小粒子が充填されている。溶媒が微小粒子の隙間を流れる際の流体抵抗によっ

て、送液ポンプには数十メガパスカルから百メガパスカル超の負荷圧力が発生する。この負荷圧力の大きさは、分離カラムの径（例えば、数ミリメートル程度）、微小粒子の大きさ（例えば、数マイクロメートル程度）、及び通過流量に応じて異なる。

[0005] 溶媒は、負荷圧力まで圧縮されて送液ポンプから吐出される。分離カラムの下流側にある検出器では、溶媒の圧力はほぼ大気圧である。このため、溶媒は、検出器では送液ポンプ内の状態に対して膨張している。また、送液ポンプでは、シール部や構成部品の接続部から微小な量の溶媒が漏れることがある。したがって、送液ポンプで高い流量精度を得るためには、溶媒の膨張と漏れを考慮して、送液ポンプを制御する必要がある。溶媒の漏れには、圧力に依存する漏れと流量に依存する漏れがある。

[0006] 溶媒の膨張又は漏れを考慮した従来の送液ポンプの例は、例えば特許文献1と特許文献2に開示されている。

[0007] 特許文献1には、溶媒の圧縮の影響を補正する技術が開示されている。特許文献1に記載された送液装置は、ポンプ部から吐出流路へ吐出される移動相（流体）の流量の大気圧下についての換算値が設定された流量になるようなプランジャポンプの吐出速度を求める吐出速度算出部と、吐出速度算出部が求めた吐出速度で吐出行程中のプランジャポンプを動作させる吐出動作制御部とを備えるので、大気圧下での移動相の体積流量が設定された流量となるようにプランジャの駆動速度を正確に制御することができ、移動相の圧縮性に起因する送液流量のずれを小さくすることができる。

[0008] 特許文献2には、漏れを検出して、さらに補正する技術が開示されている。特許文献2に記載された装置では、所定のある一定の圧力において流量が0になるようにポンプを駆動し、このときのプランジャの変位を分析することで漏れの検出を行い、検出した漏れを補正するようにポンプ流量を調整する。

先行技術文献

特許文献

[0009] 特許文献1：国際公開第2019/082243号

特許文献2：欧州特許第2244091号明細書

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0010] 特許文献1に開示された技術では、溶媒の膨張のみを考慮して送液ポンプを制御し、溶媒の漏れが考慮されていない。このため、送液ポンプに求められた流量精度に対して、漏れの大きさが無視できない場合には、求められた流量精度を達成することが難しい。

[0011] 特許文献2に開示された技術では、溶媒の漏れを考慮してポンプ流量を調整するが、溶媒の圧力に依存する漏れのみを考慮しており、流量に依存する漏れを考慮していない。このため、送液ポンプに求められた流量精度に対して、流量が変化した場合の漏れの変化が無視できない場合には、求められた流量精度を達成することが難しい。

[0012] このように、従来の技術では、溶媒の膨張と、溶媒の圧力に依存する漏れと、溶媒の流量に依存する漏れを考慮していないので、これらを考慮して高い流量精度で送液できる送液ポンプが望まれている。

[0013] 本発明は、溶媒の膨張と、溶媒の圧力に依存する漏れと、溶媒の流量に依存する漏れを考慮できて、流量精度の高い送液が可能な送液ポンプ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

[0014] 本発明による送液ポンプは、液体を吐出する送液ポンプであって、移動可能な第1プランジャを備える第1プランジャポンプと、移動可能な第2プランジャを備え、前記第1プランジャポンプと接続された第2プランジャポンプと、前記第2プランジャポンプの下流側に配置され、前記第2プランジャポンプから吐出された前記液体の圧力である送液圧力を測定する圧力センサと、前記圧力センサが測定した前記送液圧力を入力するとともに、前記第1プランジャの駆動と前記第2プランジャの駆動を制御する制御部とを備える。前記制御部は、前記送液圧力に依存するパラメータと、前記送液圧力と、

前記液体の予め設定された流量である目標流量とを用いて、前記第 1 プランジャの移動速度と前記第 2 プランジャの移動速度を求める。前記パラメータは、前記送液圧力と前記液体の流量との関係を表す式のパラメータである。

発明の効果

[0015] 本発明によると、溶媒の膨張と、溶媒の圧力に依存する漏れと、溶媒の流量に依存する漏れを考慮できて、流量精度の高い送液が可能な送液ポンプを提供することができる。

図面の簡単な説明

[0016] [図1]本発明の実施例 1 による送液ポンプを備える液体クロマトグラフの構成を示す模式図である。

[図2]溶媒を通常送液する際の、第 1 プランジャと第 2 プランジャの変位、及び溶媒の吐出流量と吐出圧力を示すグラフである。

[図3] 2 つの送液ポンプを備える液体クロマトグラフの構成を示す模式図である。

[図4]送液ポンプの流量精度に影響を与える因子の関係を模式的に説明する図である。

[図5]送液圧力に対する検出器での溶媒の流量を模式的に示す図である。

[図6A]基本流量が $Q_b 1$ の場合に、送液圧力に対する検出器での溶媒の流量の測定値の例を模式的に示す図である。

[図6B]基本流量が $Q_b 2$ の場合に、送液圧力に対する検出器での溶媒の流量の測定値の例を模式的に示す図である。

[図7A]送液圧力に対し、式 (5) から得られたパラメータ C_1 をプロットした例を模式的に示す図である。

[図7B]送液圧力に対し、式 (6) から得られたパラメータ C_0 をプロットした例を模式的に示す図である。

発明を実施するための形態

[0017] 本発明による送液ポンプは、液体である溶媒を吐出して送るポンプであり、例えば、液体クロマトグラフに適用することができる。本発明による送液

ポンプは、溶媒の膨張と、溶媒の圧力に依存する漏れと、溶媒の流量に依存する漏れを考慮してポンプ動作（より具体的には、プランジャの移動速度）を決定し、流量精度の高い送液が可能である。本発明による送液ポンプでは、ポンプ制御部が、送液圧力と検出器での溶媒の流量との関係を表す式のパラメータの値を求め、このパラメータを用いて求めた速度でプランジャを駆動する。さらに、本発明による送液ポンプは、送液中の圧力をフィードバックして、送液中にパラメータを調整することもできる。

[0018] 以下では、本発明の実施例による送液ポンプを説明する。なお、以下で述べる流量とは、特に説明をしない限り、体積流量のことである。

実施例 1

[0019] <送液ポンプ及び液体クロマトグラフの構成例>

図1は、本発明の実施例1による送液ポンプ1を備える液体クロマトグラフ100の構成を示す模式図である。液体クロマトグラフ100は、送液ポンプ1、試料を液体クロマトグラフ100に導入するためのインジェクタ2、分離カラム3、検出器4、廃液容器5、及びこれらの機器を制御するシステム制御部7を備える。

[0020] インジェクタ2、分離カラム3、検出器4、及び廃液容器5には、液体クロマトグラフに一般に用いられるものを使用することができるので、本実施例では、これらの機器の詳細な構成についての説明を省略する。

[0021] 送液ポンプ1は、ポンプ制御部であるコントローラ10、圧力センサ110、第1プランジャポンプ101、第2プランジャポンプ102、連結流路103、第1電磁弁81、第2電磁弁82、モータドライバ210、パージバルブドライバ310、パージバルブ311、廃液タンク312、及び電磁弁ドライバ410を備える。送液ポンプ1は、液体（例えば、溶媒）を吐出する。送液ポンプ1は、その下流側に、インジェクタ2、分離カラム3、検出器4、及び廃液容器5を接続可能である。本実施例では、送液ポンプ1の下流に、インジェクタ2、分離カラム3、検出器4、及び廃液容器5が接続されている。検出器4は、送液ポンプ1が吐出した液体（溶媒）に含まれる

試料の特性を検出する。

[0022] 第1プランジャポンプ101と第2プランジャポンプ102は、互いに直列に接続されている。第1プランジャポンプ101が上流側に配置され、第2プランジャポンプ102が下流側に配置されている。なお、第1プランジャポンプ101と第2プランジャポンプ102は、互いに並列に接続されてもよい。本実施例では、第1プランジャポンプ101と第2プランジャポンプ102が直列に接続されている例を説明する。

[0023] 圧力センサ110は、第2プランジャポンプ102の下流側に設置されている。圧力センサ110は、第2プランジャポンプ102から吐出された溶媒（液体）の圧力（吐出圧力）を測定し、測定した圧力値をコントローラ10へ出力する。

[0024] 詳細は後述するが、コントローラ10は、圧力センサ110が測定した吐出圧力と予め定められた動作シーケンスに基づき、モータドライバ210及び電磁弁ドライバ410に指令値を与えてこれらのドライバを動作させる。また、コントローラ10は、予め定められた動作シーケンスに基づき、パージバルブドライバ310に指令値を与えてこれを動作させる。

[0025] 第1プランジャポンプ101は、第1加圧室11、第1プランジャ21、第1吸引通路31、第1吐出通路41、第1逆止弁51、第2逆止弁52、第1シール61、及び軸受71を有する第1ポンプヘッド111を備える。第1逆止弁51は、第1吸引通路31の流路上に配置されている。第2逆止弁52は、第1吐出通路41の流路上に配置されている。第1逆止弁51と第2逆止弁52は、溶媒の流通方向を制限する。第1プランジャ21は、加圧部材であり、軸受71により第1プランジャポンプ101内を摺動して移動可能に保持されている。第1シール61は、第1加圧室11からの液漏れを防止している。

[0026] 第2プランジャポンプ102は、第2加圧室12、第2プランジャ22、第2吸引通路32、第2吐出通路42、第2シール62、及び軸受72を有する第2ポンプヘッド112を備える。第2逆止弁52と第2吸引通路32

は、連結流路１０３により互いに連結されている。すなわち、第１プランジャポンプ１０１と第２プランジャポンプ１０２は、直列に接続され、第１プランジャポンプ１０１が上流側に設置されている。第２プランジャ２２は、加圧部材であり、軸受７２により第２プランジャポンプ１０２内を摺動して移動可能に保持されている。第２シール６２は、第２加圧室１２からの液漏れを防止している。

[0027] 本明細書において、プランジャ（第１プランジャ２１と第２プランジャ２２）の「上昇」とは、加圧室（第１加圧室１１と第２加圧室１２）の内部の溶媒が圧縮又は吐出される方向のプランジャの移動（図１における右向きの動き）を表す。一方、プランジャの「下降」とは、加圧室の内部に溶媒が吸引される方向のプランジャの移動（図１における左向きの動き）を表す。また、「上限点」とは、プランジャが加圧室の内部を移動できる範囲において、最も上昇した位置を示す。「下限点」とは、プランジャが加圧室の内部を移動できる範囲において、最も下降した位置を示す。

[0028] 第１プランジャ２１の往復運動は、第１電動モータ２１１、減速装置２２１、及び直動装置２３１により制御される。より具体的には、第１プランジャ２１は、コントローラ１０により、以下のようにして制御される。モータドライバ２１０は、コントローラ１０の指令値に基づいて第１電動モータ２１１に駆動電力を与えて、第１電動モータ２１１を回転させる。第１電動モータ２１１の回転は、減速装置２２１により減速され、直動装置２３１により直線運動に変換される。第１プランジャ２１は、直動装置２３１のこの直線運動にしたがって往復運動をする。

[0029] 同様に、第２プランジャ２２の往復運動は、第２電動モータ２１２、減速装置２２２、及び直動装置２３２により制御される。より具体的には、第２プランジャ２２は、コントローラ１０により、以下のようにして制御される。モータドライバ２１０は、コントローラ１０の指令値に基づいて第２電動モータ２１２に駆動電力を与えて、第２電動モータ２１２を回転させる。第２電動モータ２１２の回転は、減速装置２２２により減速され、直動装置２

３２により直線運動に変換される。第２プランジャ２２は、直動装置２３２のこの直線運動にしたがって往復運動をする。

[0030] 減速装置２２１と直動装置２３１は、これらを組み合わせることによって第１電動モータ２１１の回転動力を増幅して直線運動力に変換することから、広義に動力伝達機構装置と呼ぶことができる。このことは、減速装置２２２及び直動装置２３２についても同様である。

[0031] 減速装置２２１、２２２の具体例としては、平歯車、プーリー、遊星歯車、及びウォームギヤなどを挙げることができる。減速装置２２１、２２２を設ける主な理由は、第１及び第２電動モータ２１１、２１２のトルクを増大させるためである。もし第１及び第２電動モータ２１１、２１２に十分なトルクを発生させる能力があるならば、必ずしも減速装置２２１、２２２を設置する必要はない。

[0032] 直動装置２３１、２３２の具体例としては、ボールねじ、カム、及びラックピニオンなどを挙げることができる。

[0033] パージバルブドライバ３１０は、コントローラ１０の指令値に基づいてパージバルブ３１１に駆動電力を与える。パージバルブ３１１は、第２プランジャポンプ１０２の下流側に接続されている。パージバルブ３１１は、第２プランジャポンプ１０２から吐出された溶媒が流れる方向を、インジェクタ２側又は廃液タンク３１２側のどちらかに切り替える。

[0034] 電磁弁ドライバ４１０は、コントローラ１０の指令値に基づいて第１電磁弁８１と第２電磁弁８２に駆動電力を与える。送液ポンプ１の外部には、第１溶媒５１１を収容する溶媒容器と、第２溶媒５１２を収容する溶媒容器が設置されている。第１電磁弁８１と第２電磁弁８２の開閉と、第１プランジャポンプ１０１と第２プランジャポンプ１０２（第１プランジャ２１と第２プランジャ２２）の駆動により、第１溶媒５１１と第２溶媒５１２は、送液ポンプ１へ送液される。

[0035] 第１プランジャポンプ１０１が溶媒を吸引するときには、第１電磁弁８１と第２電磁弁８２のうち一方が開いて他方が閉じた状態となり、第１溶媒５

11と第2溶媒512のうち一方が吸引される。吸引された溶媒は、合流部90、第1逆止弁51、及び第1吸引通路31を通過して第1加圧室11に流入する。吸引されて第1加圧室11の内部に流入した溶媒は、第1プランジャ21の上昇に伴って圧縮される。

[0036] 溶媒が圧縮されることで第1加圧室11の内部の圧力が第2加圧室12の内部の圧力より大きくなると、溶媒は、第1吐出通路41、第2逆止弁52、連結流路103、及び第2吸引通路32を通過して第2加圧室12に流入し、第2吐出通路42から吐出される。

[0037] 送液ポンプ1から吐出された溶媒には、インジェクタ2によって、分析対象である試料が注入される。試料が注入された溶媒は、分離カラム3に導入されて成分ごとに分離され、その後、検出器4により、試料成分に応じた吸光度、蛍光強度、及び屈折率などが検出される。分離カラム3には微小粒子が充填されており、溶媒が微小粒子の隙間を流れる際の流体抵抗によって、送液ポンプ1には数十メガパスカルから百メガパスカル超の負荷圧力が発生する。この負荷圧力の大きさは、分離カラム3の径や長さ、微小粒子の種類や大きさ、及び通過流量などに応じて異なる。

[0038] 送液ポンプ1は、検出器4の上流側又は下流側に流量計8を備えることができる。図1では、一例として、流量計8が検出器4の上流側に設置されている。流量計8は、送液ポンプ1が吐出した溶媒の、検出器4での流量を測定する。流量計8が測定した値は、コントローラ10に入力される。なお、送液ポンプ1は、流量計8を備えなくてもよい。

[0039] <送液方法>

本実施例による送液ポンプ1を用いて溶媒を通常送液する際の送液方法の概略を説明する。「通常送液」とは、送液ポンプ1が吐出した溶媒をインジェクタ2、分離カラム3、及び検出器4へ流し、試料を分析する場合の送液方法である。なお、試料を分析しない場合（溶媒を廃液タンク312に送液する場合）の送液方法は、試料を分析する場合と同様の動作となるため、説明を省略する。

[0040] 図2は、送液ポンプ1により溶媒を通常送液する際の、第1プランジャ21と第2プランジャ22の変位、及び溶媒の吐出流量と吐出圧力を示すグラフである。図2に示す4つのグラフにおいて、横軸は、時間を示し、縦軸は、上から順に、第1プランジャ21の変位、第2プランジャ22の変位、溶媒の吐出流量、及び溶媒の吐出圧力を示す。ここで、吐出流量は、送液ポンプ1が吐出した溶媒の流量（送液ポンプ1が吐出した直後の溶媒の流量）であり、吐出圧力は、圧力センサ110が検出する圧力、すなわち送液ポンプ1から吐出された溶媒の圧力である。第1プランジャ21の変位と第2プランジャ22の変位は、上昇方向（図1の右方向）を正方向とし、下降方向（図1の左方向）を負方向とする。吐出流量は、吐出を正とし、吸引を負とする。

[0041] 通常送液において、第1プランジャ21と第2プランジャ22は、ともに下限点を基準として動作する。

[0042] 通常送液において、第1プランジャポンプ101と第2プランジャポンプ102は、ともに周期的な動作をする。図2では、4周期分の動作が示されている。1つの送液周期の中には、時間順に区間a、区間b、区間c、及び区間dという4つの区間がある。

[0043] 区間aは、第1プランジャ21が下降して溶媒を吸引する区間である。区間bは、第1プランジャ21が上昇して溶媒を圧縮する区間である。区間aと区間bでは、第1加圧室11から溶媒が吐出されないので、第2プランジャ22が上昇して溶媒を吐出する。詳細は後述するが、区間bには、第1プランジャ21が上昇する区間b1と、その後に第1プランジャ21が停止する区間b2がある。区間cは、第2プランジャ22が下降して溶媒を吸引する区間である。区間cでは、第1プランジャ21は、上昇して、第2プランジャ22の吸引分と送液ポンプ1が吐出する分の溶媒を吐出する。区間dでは、第1プランジャ21は、上昇して溶媒を吐出し、第2プランジャ22は、停止する。

[0044] 第1プランジャポンプ101と第2プランジャポンプ102は、このよう

な動作を行うことで、送液ポンプ 1 からの吐出流量をほぼ一定に保つことができ、吐出圧力もほぼ一定にすることができる。

[0045] 第 1 プランジャ 2 1 は、区間 b 1 と区間 b 2 とで動作が異なる。第 1 プランジャ 2 1 がこれらの動作を切り替えるタイミングは、例えば、圧力センサ 1 1 0 が吐出圧力の脈動を検出したタイミングとすることができる。具体的には、区間 b 1 で、第 1 プランジャ 2 1 が上昇して圧縮動作を続けると、第 1 加圧室 1 1 の内部の溶媒の圧力が吐出圧力を超えることによって、吐出流量が瞬間的に大きくなり、これに伴って吐出圧力も瞬間的に大きくなる。図 2 には、このようにして生じる吐出流量と吐出圧力の脈動を示している。

[0046] コントローラ 1 0 は、圧力センサ 1 1 0 が吐出圧力の脈動を検出したタイミングで、第 1 プランジャ 2 1 の動作を、区間 b 1 での動作から区間 b 2 での動作に切り替える。

[0047] 以下では、漏れがない場合に送液ポンプ 1 から吐出される、圧縮された状態（高圧の状態）の溶媒の体積流量を「基本流量 Q_b 」と呼ぶ。基本流量 Q_b は、区間 a、b と区間 c、d に分けて、以下の式（1）と式（2）で表される。

$$Q_b = v_2 \times A \quad (\text{区間 a、b}) \quad (1)$$

$$Q_b = (v_1 + v_2) \times A \quad (\text{区間 c、d}) \quad (2)$$

v_1 は、第 1 プランジャ 2 1 の移動速度である。 v_2 は、第 2 プランジャ 2 2 の移動速度である。 A は、第 1 プランジャ 2 1 と第 2 プランジャ 2 2 の断面積であり、既知の値である。ただし、第 1 プランジャ 2 1 と第 2 プランジャ 2 2 の断面積が同一であると仮定している。

[0048] 基本流量 Q_b は、区間 a、b では、第 2 プランジャ 2 2 が上昇して押しつけた溶媒の体積をその区間の時間で割った値にほぼ一致し、区間 c、d では、第 1 プランジャ 2 1 が上昇して押しつけた溶媒の体積と第 2 プランジャ 2 2 が下降して引き込んだ溶媒の体積との差分をその区間の時間で割った値にほぼ一致する。すなわち、基本流量 Q_b は、漏れがない場合に送液ポンプ 1 から吐出される、圧縮された状態の溶媒の体積流量である（ただし、脈動は

考慮しない)。図2に示した吐出流量は、漏れがない場合の体積流量、すなわち基本流量 Q_b であり、脈動も示されている。

[0049] 基本流量 Q_b がわかると、断面積 A が既知であるため、式(1)と式(2)から区間 a 、 b と区間 c 、 d での v_1 と v_2 、すなわち第1プランジャ21と第2プランジャ22を移動させる速度が求められる。ただし、 v_1 と v_2 の比を予め定めておく必要がある。具体的には、区間 a 、 b では、式(1)から v_2 が求められる。このとき、第1プランジャ21の動作は吐出流量に影響しないので、区間 a で溶媒を吸引する速度と、区間 b で溶媒を圧縮する速度は、区間 a 、 b の時間の範囲内で任意の値をとることができる。区間 d では、図2の第2プランジャ22の変位から $v_2 = 0$ なので、式(2)から v_1 が求められる。区間 c では、区間 c の時間で第2プランジャ22が下限点に戻るよう v_2 が求められ、そして式(2)から v_1 が求められる。

[0050] <液体クロマトグラフの他の構成例>

図3は、2つの送液ポンプ1001、1002を備える液体クロマトグラフ200の構成を示す模式図である。図3に示す液体クロマトグラフ200は、送液ポンプ1001、送液ポンプ1002、インジェクタ2、分離カラム3、検出器4、廃液容器5、及びシステム制御部7を備える。送液ポンプ1001と送液ポンプ1002は、本実施例による送液ポンプ1(図1)と同じ構成を備える。

[0051] 図3に示した液体クロマトグラフ200は、並列に接続された2つの送液ポンプ1001、1002を有し、いわゆる高圧グラジエント分析が可能な構成を備える。送液ポンプ1001、1002は、互いに異なる溶媒を送液する。すなわち、送液ポンプ1001は、第1溶媒511と第2溶媒512を送液し、送液ポンプ1002は、第3溶媒513と第4溶媒514を送液する。送液ポンプ1001からの流路と送液ポンプ1002からの流路は、インジェクタ2の上流側にある合流点6で合流する。

[0052] 送液ポンプ1001から送液された溶媒と送液ポンプ1002から送液された溶媒は、合流点6より下流側で混合されて分離カラム3に送液される。

送液ポンプ1001、1002の流量は、分析項目に応じてシステム制御部7によりそれぞれ適切に設定される。

[0053] 高圧グラジエント分析の際には、一般に、送液ポンプ1001と送液ポンプ1002の合計の流量を一定とし、それぞれの送液ポンプ1001、1002の流量を変化させて、分離カラム3に流れる溶媒の濃度を変化させる。したがって、1回の分析で、それぞれの送液ポンプ1001、1002の流量が逐次変化していく。このため、目標流量（検出器4での目標とする流量）に応じたポンプ動作（プランジャの駆動速度）の補正が必要である。

[0054] <流量精度に影響を与える因子>

図4は、送液ポンプ1の流量精度に影響を与える因子の関係を模式的に説明する図である。図4では、紙面の左右方向に長い長方形で流量を示している。各長方形の左右方向の長さが、流量（体積流量）の大きさを示す。なお、溶媒の送液圧力（吐出圧力）をP2で表し、検出器4での溶媒の圧力をP0で表す。送液圧力P2は、送液ポンプ1の内部での溶媒の圧力であり、圧力センサ110で測定される圧力である。検出器4での溶媒の圧力P0は、大気圧にほぼ等しく、送液圧力P2よりも低い。

[0055] 溶媒の流量は、溶媒の漏れと膨張により変化する。以下では、溶媒の漏れによる流量の変化と、溶媒の膨張による流量の変化について説明する。

[0056] 溶媒は、圧力が送液圧力（吐出圧力）P2のときには圧縮されている。第1プランジャ21と第2プランジャ22は、この状態の溶媒を基本流量Qbで押しつける。溶媒の漏れがなければ、この基本流量Qbの溶媒が送液ポンプ1から吐出される。実際には、プランジャ21、22とシール61、62の隙間や、逆止弁51、52の接続部分などから溶媒の漏れが発生するため、この漏れの分だけ送液ポンプ1から吐出される流量は、基本流量Qbよりも小さくなる。

[0057] 溶媒の漏れには、圧力に依存する漏れと、流量に依存する漏れがある。圧力に依存する漏れの量をQ_{leak P}で表し、流量に依存する漏れの量をQ_{leak Q}で表す。

- [0058] 図4に示すように、圧力が送液圧力 P_2 の溶媒は、漏れない場合には、流量が基本流量 Q_b である。圧力に依存する漏れと流量に依存する漏れがある場合には、流量は、 Q_{leakP} と Q_{leakQ} の和だけ小さくなる。すなわち、漏れがある場合には、送液ポンプ1から吐出される溶媒（圧力は P_2 ）の流量 Q_2 は、溶媒の膨張を考慮しないと、基本流量 Q_b より（ $Q_{leakP} + Q_{leakQ}$ ）だけ小さい。
- [0059] 圧力に依存する漏れは、送液ポンプ1の内部の溶媒の圧力と、送液ポンプ1の外部の圧力（大気圧）との圧力差によって、上述の漏れの発生個所から溶媒が漏れ出す現象である。圧力に依存する漏れは、圧力差が大きいほど大きい。
- [0060] 流量に依存する漏れは、例えば、プランジャ21、22が下降するときにプランジャ21、22に溶媒が付着して、シール61、61とプランジャ21、22の隙間から溶媒が漏れ出す現象である。流量に依存する漏れは、例えば、図2に示した区間cにおいて第2プランジャ22が下降する際に発生する。流量が大きいと、区間cでの第2プランジャ22の下降距離が大きく、このために多くの溶媒が漏れる。
- [0061] 圧力に依存する漏れのメカニズムと流量に依存する漏れのメカニズムは、この他にもいくつか存在すると考えられる。
- [0062] また、図4に示すように、検出器4では、溶媒が膨張することにより、流量が変化する。検出器4での溶媒の圧力は、大気圧にほぼ等しい P_0 であり、送液圧力 P_2 よりも低い。このため、検出器4での溶媒は、送液ポンプ1の内部での溶媒よりも膨張している。この膨張により、検出器4での溶媒の流量 Q_0 は、 Q_2 （送液ポンプ1から送液圧力 P_2 で吐出される溶媒の流量）よりも大きい。
- [0063] 本実施例による送液ポンプ1は、溶媒の圧力に依存する漏れと、溶媒の流量に依存する漏れと、溶媒の膨張を考慮し、これらの影響による溶媒の流量の変化を補正することで、流量精度の高い送液が可能である。
- [0064] 図5は、送液圧力 P_2 に対する検出器4での溶媒の流量 Q_0 を模式的に示

す図であり、溶媒の流量の補正によって、検出器4での溶媒の流量 Q_0 がどのように変化するかを模式的に示している。図5のグラフにおいて、線1～4は溶媒の流量が大きい場合（高流量の場合）を示し、線5～8は溶媒の流量が高流量の場合よりも小さい場合（低流量の場合）を示している。なお、既に述べたように、送液圧力 P_2 は、送液ポンプ1の内部での溶媒の圧力であり、圧力センサ110で測定される圧力である。

[0065] 破線1は、送液ポンプ1から吐出された溶媒の流量が基本流量 Q_b の場合の検出器4での流量 Q_0 、すなわち溶媒の漏れがなく、流量の補正（溶媒の膨張による流量の変化の補正）が行われる前の検出器4での流量 Q_0 を示す。溶媒は、圧力が大きいほど、大きく圧縮されていて検出器4での膨張が大きい（検出器4での圧力は、大気圧にほぼ等しい P_0 である）。したがって、溶媒は、送液圧力 P_2 が大きいほど、検出器4での流量 Q_0 が大きい。なお、送液圧力 P_2 が大気圧に等しいときは、溶媒の圧縮と膨張がないために、検出器4での流量 Q_0 は基本流量 Q_b である。

[0066] 点線2は、溶媒に圧力に依存する漏れがあり、流量に依存する漏れがない場合の、流量の補正が行われる前の検出器4での流量 Q_0 を示す。点線2で示す流量は、圧力に依存する漏れの分だけ、破線1で示した流量よりも小さい。ただし、圧力に依存する漏れは、送液圧力 P_2 が大気圧に等しいときには生じないので、送液圧力 P_2 が大気圧に等しいときは、検出器4での流量 Q_0 は基本流量 Q_b である。

[0067] 一点鎖線3は、溶媒に圧力に依存する漏れと流量に依存する漏れの両方がある場合の、流量の補正が行われる前の検出器4での流量 Q_0 を示す。一点鎖線3で示す流量は、流量に依存する漏れの分だけ、点線2で示した流量よりも小さい。流量に依存する漏れは、圧力に依存せず、送液圧力 P_2 が大気圧に等しいときでも生じる。このため、送液圧力 P_2 が大気圧に等しいときの検出器4での流量 Q_0 は、基本流量 Q_b に一致しない。

[0068] 実線4は、検出器4での目標とする流量 Q_0 である目標流量を示す。実線4で示す目標流量は、一点鎖線3で示す流量に対して、溶媒の膨張と、溶媒

の圧力に依存する漏れと、溶媒の流量に依存する漏れとによる流量の変化を補正した場合の流量である。目標流量の値は、予め設定しておくことができる。

[0069] 破線 5、点線 6、一点鎖線 7、及び実線 8 で示される流量は、線 1 ～ 4 で示された流量よりも小さいが、それぞれ破線 1、点線 2、一点鎖線 3、及び実線 4 と同様の流量特性を示す。

[0070] 本実施例による送液ポンプ 1 では、検出器 4 での流量 Q_0 が、送液圧力 P_2 に対して目標流量で一定になるように、すなわち図 5 に実線 4 と実線 8 で示した流量特性となるように、コントローラ 10 が第 1 プランジャ 21 と第 2 プランジャ 22 を駆動する。実線 4 と実線 8 で示した流量特性は、送液圧力 P_2 ごとに基本流量 Q_b を変えること（すなわち、溶媒の膨張と漏れによる流量の変化を補正すること）で得られる。

[0071] <漏れの補正式>

図 5 に一点鎖線 3 で示した流量特性を、式 (3) で近似して表す。

$$Q_0 = \exp(f(P_2)) \times (Q_b - \text{C l e a k p} \times P_2 - \text{C l e a k q} \times Q_b) + Q_{o f f s e t} \quad (3)$$

式 (3) において、 Q_0 は検出器 4 での流量、 P_2 は送液圧力、 $f(P_2)$ は送液圧力 P_2 に対する膨張率の関数（送液圧力 P_2 での溶媒の体積に対する大気圧での溶媒の体積の比率）、 Q_b は基本流量、 C l e a k p は圧力に依存する漏れに関する比例係数、 C l e a k q は流量に依存する漏れに関する比例係数、 $Q_{o f f s e t}$ は近似式の調整係数である。

[0072] 送液圧力 P_2 は、圧力センサ 110 で測定される。関数 $f(P_2)$ で与えられる値には、文献に記載された値などの公知の値を用いてもよいし、実測して得られた値を用いてもよい。 $Q_{o f f s e t}$ は、図 4 と図 5 を用いて説明した考え方に含まれない脈動などの影響や、流量の測定誤差などを調整して、流量の測定値を式 (3) にフィッティングさせるためのパラメータである。

[0073] 式 (3) を変形して、

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

とする。ただし、パラメータ C_1 、 C_0 は、

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

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

である。また、 C_1 、 C_0 が送液圧力 P_2 に対して線形に変化するパラメータ（送液圧力 P_2 の 1 次関数で表されるパラメータ）であるとする、

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

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

と表される。

[0074] 本実施例による送液ポンプ 1 では、コントローラ 10 は、パラメータ C_1 、 C_0 と、目標とする検出器 4 での流量 Q_0 （すなわち目標流量）を用いて、式（4）から検出器 4 での目標流量（ Q_0 ）に対する基本流量 Q_b を求め、この基本流量 Q_b を用いて式（1）、（2）から第 1 プランジャ 21 の移動速度 v_1 と第 2 プランジャ 22 の移動速度 v_2 を求め、求めた移動速度 v_1 と移動速度 v_2 でそれぞれ第 1 プランジャ 21 と第 2 プランジャ 22 を駆動する。パラメータ C_1 、 C_0 は、送液圧力 P_2 に依存し、送液圧力 P_2 を用いて求めることができる。

[0075] 本実施例による送液ポンプ 1 では、送液圧力 P_2 ごとにパラメータ C_1 、 C_0 、すなわち式（4）から得られる基本流量 Q_b を変えることで、図 5 に実線 4 と実線 8 で示した流量特性（検出器 4 での流量 Q_0 が、送液圧力 P_2 に対して目標流量で一定である流量特性）が得られる。本実施例による送液ポンプ 1 は、このようにして第 1 プランジャ 21 と第 2 プランジャ 22 を駆動して流量を補正することで、流量精度の高い送液が可能である。

[0076] パラメータ C_1 と C_0 は、流量の補正に用いられるパラメータ（補正パラメータ）であり、送液圧力 P_2 と検出器 4 での溶媒の流量 Q_0 との関係を表す式（式（3）を変形させた式（4））のパラメータである。補正パラメータ

タ C_1 、 C_0 は、式(5)と式(6)にしたがって、又は式(7)と式(8)にしたがって設定される。すなわち、補正パラメータ C_1 、 C_0 は、求め方が2つある。コントローラ10は、補正パラメータ C_1 、 C_0 を式(5)と式(6)で求める場合には、係数 C_{leakp} 、 C_{leakq} 、 Q_{offset} 、及び関数 $f(P_2)$ を記憶し、補正パラメータ C_1 、 C_0 を式(7)と式(8)で求める場合には、係数 C_{1a} 、 C_{1b} 、 C_{0a} 、及び C_{0b} を記憶する。

[0077] 式(5)～式(8)の各パラメータの値は、溶媒の物性(例えば、粘度や圧縮率など)によって変化する。コントローラ10は、式(5)～式(8)の各パラメータの値を溶媒ごとに(例えばテーブルとして)記憶しておき、溶媒に応じてパラメータ C_1 、 C_0 の値を変更することができる。又は、コントローラ10は、パラメータ C_1 、 C_0 を表す係数の値を溶媒の物性に対して関数化して記憶しておき、溶媒ごとにパラメータ C_1 、 C_0 の値を求め、溶媒に応じてパラメータ C_1 、 C_0 の値を変更することができる。

[0078] なお、式(3)の C_{leakp} と C_{leakq} と Q_{offset} の求め方については、後述する。

[0079] <圧力フィードバック>

式(5)と式(6)(又は式(7)と式(8))に示すように、補正パラメータ C_1 、 C_0 は、送液圧力 P_2 に依存する。送液圧力 P_2 は、分離カラム3や配管の状態と、温度による溶媒の粘度の変化などによって変化する。このため、送液圧力 P_2 に応じてパラメータ C_1 、 C_0 を調整し、調整したパラメータ C_1 、 C_0 に基づいて送液ポンプ1を駆動させることが望ましい。そこで、圧力センサ110の測定値をコントローラ10にフィードバックさせて、コントローラ10がパラメータ C_1 、 C_0 を再計算(調整)することが望ましい。

[0080] コントローラ10は、送液圧力 P_2 のフィードバックとして、送液ポンプ1が溶媒を吐出している間に、リアルタイム(実際はコントローラ10の制御周期)で圧力センサ110から測定値(送液圧力 P_2)を入力する。コン

トローラ 10 は、送液ポンプ 1 が溶媒を吐出している間に、このフィードバックで得られた送液圧力 P_2 を用い、式 (5) と式 (6) (又は式 (7) と式 (8)) に基づいてパラメータ C_1 、 C_0 を計算して求め、求めた C_1 、 C_0 を用いて式 (4) から目標流量 (Q_0) に対する基本流量 Q_b を算出し、この基本流量 Q_b を用いて第 1 プランジャ 21 と第 2 プランジャ 22 の移動速度 v_1 、 v_2 を求めて第 1 プランジャ 21 と第 2 プランジャ 22 を駆動する。本実施例による送液ポンプ 1 は、このようにして、送液圧力 P_2 が変化しても、検出器 4 での流量 Q_0 が目標流量で一定になるように調整することができる。

[0081] 送液圧力 P_2 のフィードバックは、任意のタイミングですることができ、例えば、上記のリアルタイムや、送液ポンプ 1 の駆動周期ごとにすることもできる。送液ポンプ 1 の駆動周期ごとにフィードバックを行うと、パラメータ C_1 、 C_0 を算出する時間間隔が大きくなるため、コントローラ 10 の演算能力が低くても流量を容易に補正することができる。したがって、高価なコントローラ 10 を使う必要がなくなり、装置コストを低くすることができる。

[0082] <補正パラメータの決め方>

式 (5) と式 (6) で表される補正パラメータ C_1 、 C_0 は、溶媒ごとに、複数の基本流量 Q_b について、送液圧力 P_2 に対する検出器 4 での溶媒の流量 Q_0 を測定することで決定することができる。検出器 4 での溶媒の流量 Q_0 は、流量計 8 で測定することができる。なお、測定する基本流量 Q_b の数が多いほど、補正パラメータ C_1 、 C_0 をより精度良く求めることができる。

[0083] 図 6 A と図 6 B は、送液圧力 P_2 に対する検出器 4 での溶媒の流量 Q_0 の測定値の例を模式的に示す図である。本実施例では、一例として、基本流量 Q_b が 2 通りの場合について説明する。図 6 A には、基本流量が Q_{b1} の例を、図 6 B には、基本流量が Q_{b2} ($< Q_{b1}$) の例を、それぞれ示している。

- [0084] 図6Aと図6Bに示すように、複数（本実施例では2通り）の基本流量 Q_b （ Q_{b1} 、 Q_{b2} ）に対して、横軸を送液圧力 P_2 とし、縦軸を検出器4での流量 Q_0 として測定値をプロットし、流量特性線図を得る。そして、流量特性線図（図6Aと図6B）を、膨張率の関数 $f(P_2)$ の値に文献などから求めた公知の値を用いて、式（3）にフィッティングさせることで、 C_{leakq} 、 C_{leakp} 、及び Q_{offset} の値を求めることができる。 C_{leakq} 、 C_{leakp} 、及び Q_{offset} の値は、例えば、流量特性線図の基本流量 Q_b と送液圧力 P_2 に対する流量 Q_0 の測定値を、数値最適化の手法を用いて式（3）にフィッティングさせることで求められる。そして、求めたこれらの値を、式（5）と式（6）に代入することで、パラメータ C_1 、 C_0 を求めることができる。
- [0085] コントローラ10は、以上に説明したように、圧力センサ110が測定した送液圧力 P_2 と、流量計8が測定した検出器4での溶媒の流量 Q_0 との関係に基づいて、パラメータ C_1 、 C_0 を求めることができる。
- [0086] コントローラ10は、補正パラメータ C_1 、 C_0 を、次のようにして式（7）と式（8）から求めることもできる。
- [0087] 図7Aは、送液圧力 P_2 に対し、式（5）から得られたパラメータ C_1 をプロットした例を模式的に示す図である。図7Bは、送液圧力 P_2 に対し、式（6）から得られたパラメータ C_0 をプロットした例を模式的に示す図である。なお、 C_{leakq} 、 C_{leakp} 、及び Q_{offset} の値は、上記の方法で求めた。
- [0088] 図7Aに示すプロット線を線形近似した直線を求めることで、式（7）のパラメータ C_1 を表すパラメータ C_{1a} と C_{1b} を求めることができる。また、図7Bに示すプロット線を線形近似した直線を求めることで、式（8）のパラメータ C_0 を表すパラメータ C_{0a} と C_{0b} を求めることができる。
- [0089] 検出器4での溶媒の流量 Q_0 を流量計8で測定して補正パラメータ C_1 、 C_0 を定める又は更新するタイミングは、任意に定めることができ、例えば、送液ポンプ1の組み立て直後（初期状態）、送液ポンプ1を使用箇所に設

置した直後、及び使用箇所での送液ポンプ 1 の定期メンテナンスのときなどを挙げることができる。なお、送液ポンプ 1 が流量計 8 を備えない場合には、ユーザーが流量計 8 を設置して溶媒の流量 Q_0 を測定する。

[0090] コントローラ 10 は、送液ポンプ 1 が流量計 8 を備える場合には、送液ポンプ 1 の稼働中に随時、補正パラメータ C_1 、 C_0 を更新することができる。

[0091] システム制御部 7 は、流量計 8 が測定した値を、自動又はユーザーによる入力で記録することができる。システム制御部 7 は、上述した演算によって各パラメータを算出し、コントローラ 10 に入力することもできる。

[0092] また、ユーザーは、各パラメータの値をシステム制御部 7 に入力することもできる。

[0093] また、液体クロマトグラフ 100 のシステムがインターネットなどのネットワーク環境に接続されている場合には、ユーザー又は装置メーカーが、流量計 8 の測定値又は各パラメータの値をネットワーク経由でシステム制御部 7 に入力することもできる。

[0094] 以上説明したように、本実施例による送液ポンプ 1 は、溶媒の膨張と、溶媒の圧力に依存する漏れと、溶媒の流量に依存する漏れを考慮できて、目標流量に応じて基本流量 Q_b を補正することができ、流量精度の高い送液が可能である。

[0095] なお、本発明は、上記の実施例に限定されるものではなく、様々な変形が可能である。例えば、上記の実施例は、本発明を分かりやすく説明するために詳細に説明したものであり、本発明は、必ずしも説明した全ての構成を備える態様に限定されるものではない。また、ある実施例の構成の一部を他の実施例の構成に置き換えることが可能である。また、ある実施例の構成に他の実施例の構成を加えることも可能である。また、各実施例の構成の一部について、削除したり、他の構成を追加・置換したりすることが可能である。

符号の説明

[0096] 1…送液ポンプ、2…インジェクタ、3…分離カラム、4…検出器、5…

廃液容器、6…合流点、7…システム制御部、8…流量計、10…コントローラ、11…第1加圧室、12…第2加圧室、21…第1プランジャ、22…第2プランジャ、31…第1吸引通路、32…第2吸引通路、41…第1吐出通路、42…第2吐出通路、51…第1逆止弁、52…第2逆止弁、61…第1シール、62…第2シール、71、72…軸受、81…第1電磁弁、82…第2電磁弁、90…合流部、100…液体クロマトグラフ、101…第1プランジャポンプ、102…第2プランジャポンプ、103…連結管路、110…圧力センサ、111…第1ポンプヘッド、112…第2ポンプヘッド、200…液体クロマトグラフ、210…モータドライバ、211…第1電動モータ、212…第2電動モータ、221…減速装置、222…減速装置、231…直動装置、232…直動装置、310…パージバルブドライバ、311…パージバルブ、312…廃液タンク、410…電磁弁ドライバ、511…第1溶媒、512…第2溶媒、513…第3溶媒、514…第4溶媒、1001、1002…送液ポンプ。

請求の範囲

[請求項1]

液体を吐出する送液ポンプであって、
移動可能な第1 プランジャを備える第1 プランジャポンプと、
移動可能な第2 プランジャを備え、前記第1 プランジャポンプと接続された第2 プランジャポンプと、
前記第2 プランジャポンプの下流側に配置され、前記第2 プランジャポンプから吐出された前記液体の圧力である送液圧力を測定する圧力センサと、
前記圧力センサが測定した前記送液圧力を入力するとともに、前記第1 プランジャの駆動と前記第2 プランジャの駆動を制御する制御部と、
を備え、
前記制御部は、前記送液圧力に依存するパラメータと、前記送液圧力と、前記液体の予め設定された流量である目標流量とを用いて、前記第1 プランジャの移動速度と前記第2 プランジャの移動速度を求め、
前記パラメータは、前記送液圧力と前記液体の流量との関係を表す式のパラメータである、
ことを特徴とする送液ポンプ。

[請求項2]

前記制御部は、前記送液ポンプが前記液体を吐出している間に、前記圧力センサから前記送液圧力を入力して前記パラメータを計算して求め、求めた前記パラメータを用いて前記第1 プランジャの移動速度と前記第2 プランジャの移動速度を求める、
請求項1 に記載の送液ポンプ。

[請求項3]

前記パラメータは、前記送液圧力に対して線形に変化するパラメータである、
請求項1 に記載の送液ポンプ。

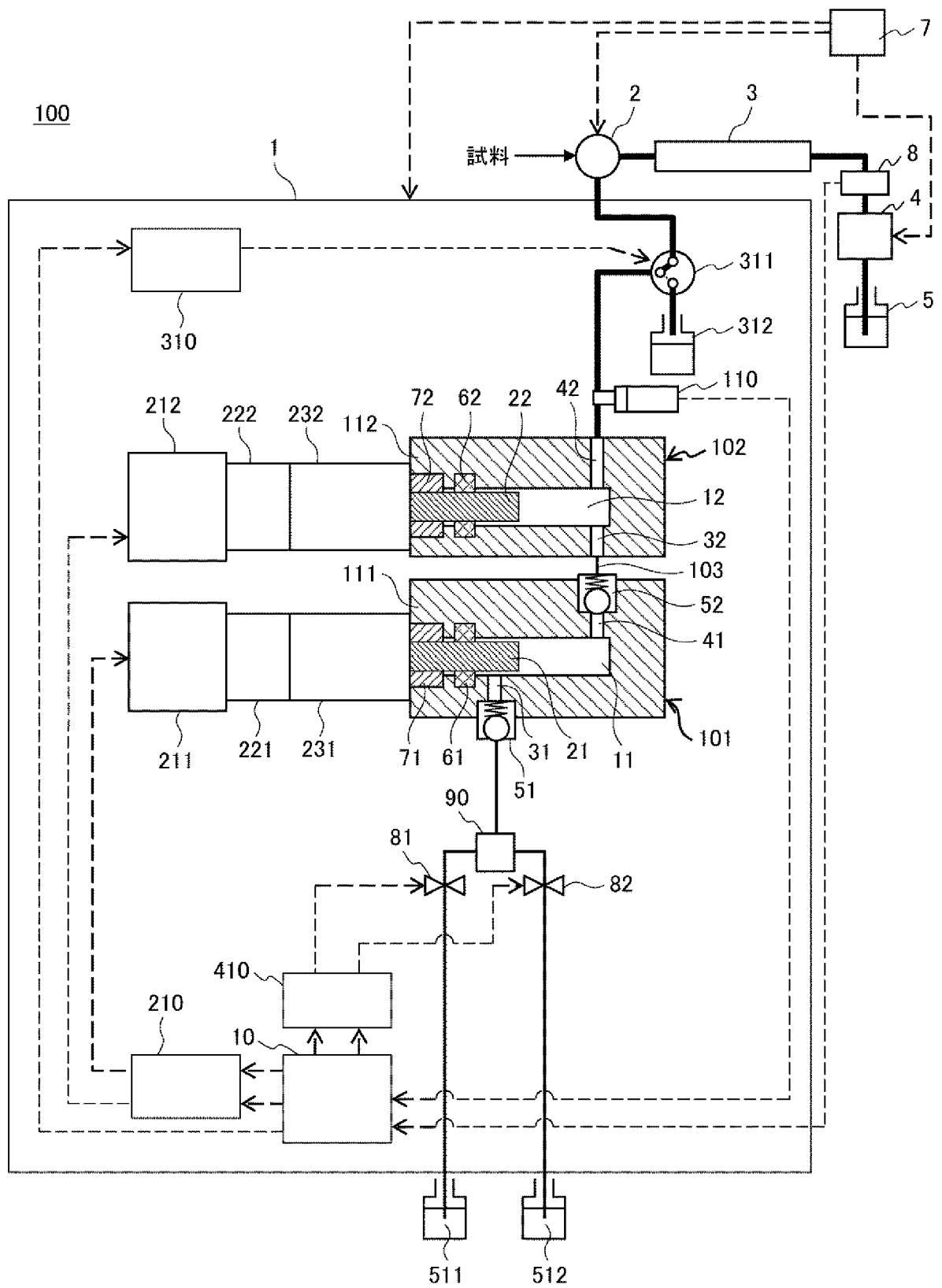
[請求項4]

前記液体の流量を測定する流量計を備え、

前記制御部は、前記送液圧力と前記流量計が測定した流量との関係に基づいて、前記パラメータを求める、
請求項 1 に記載の送液ポンプ。

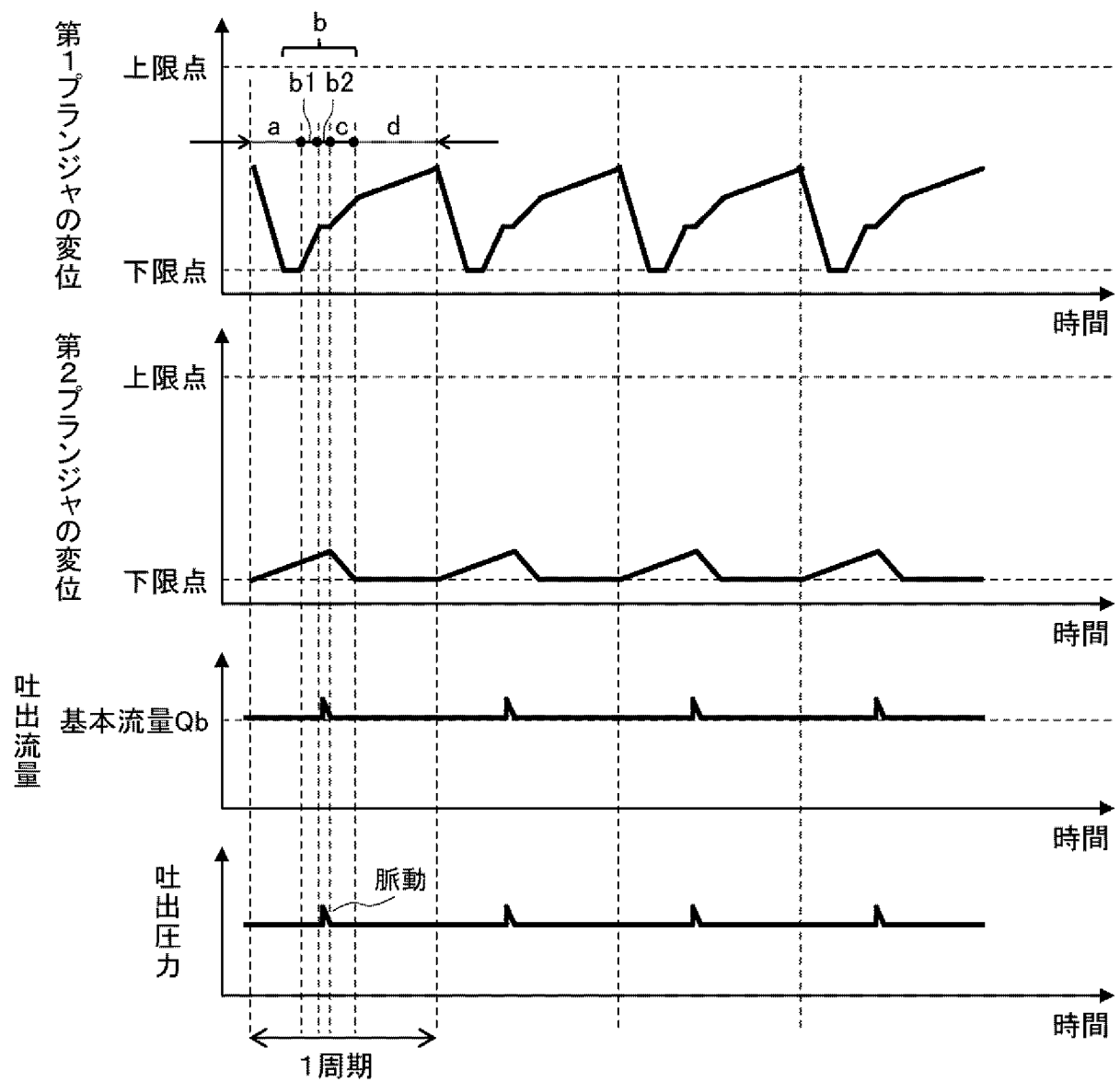
[図1]

図 1



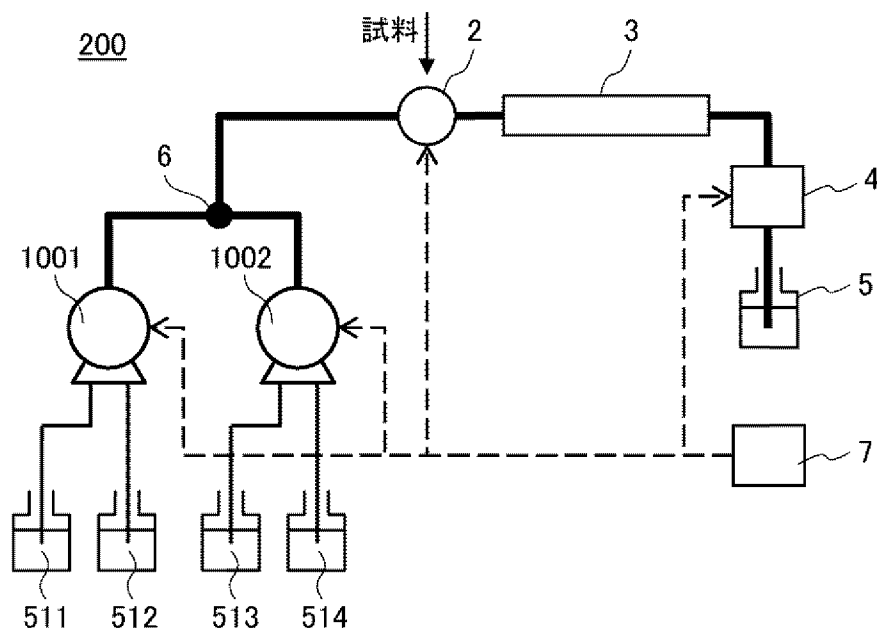
[図2]

図 2



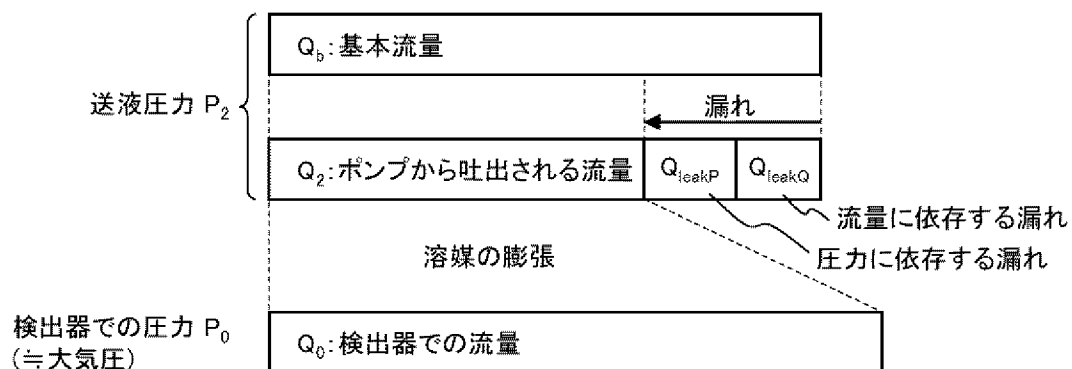
[図3]

図 3



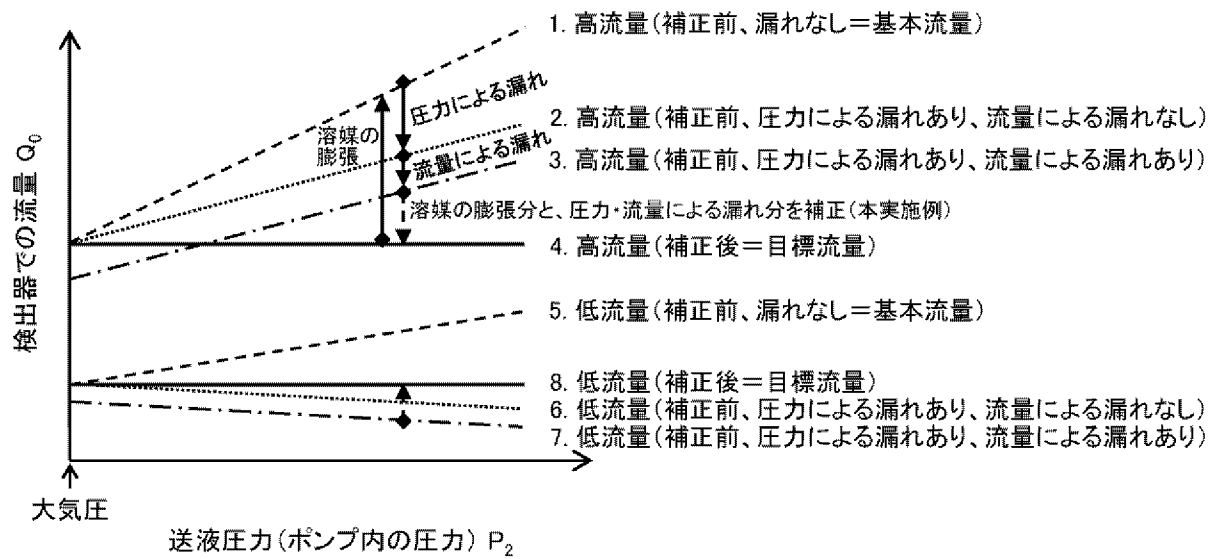
[図4]

図 4



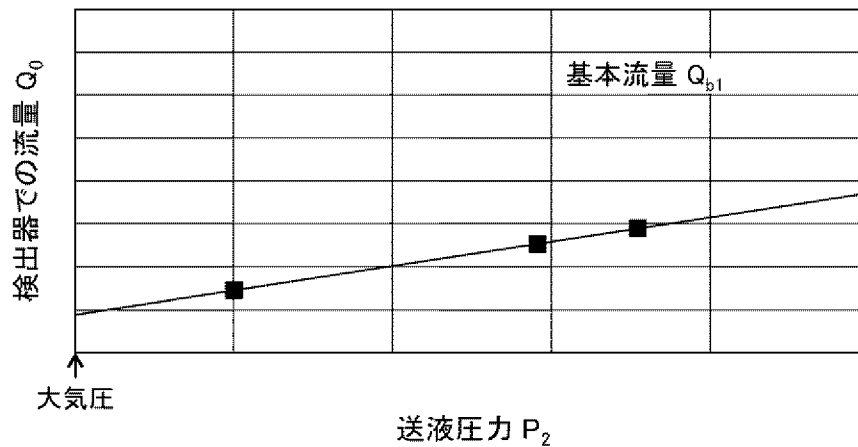
[図5]

図 5



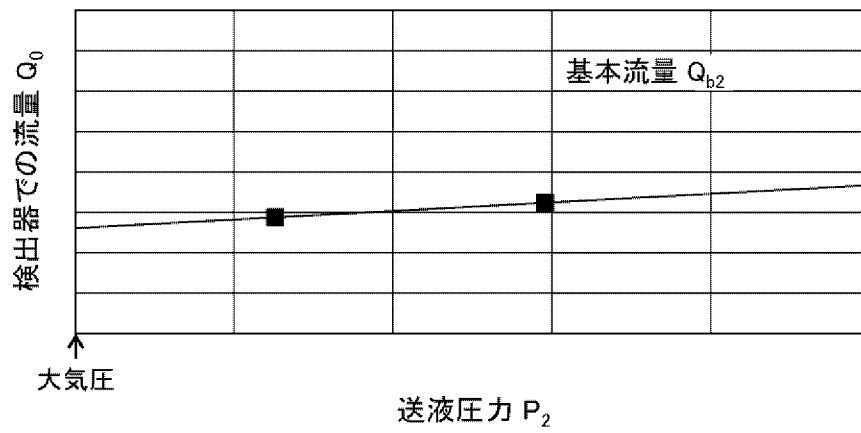
[図6A]

図 6A



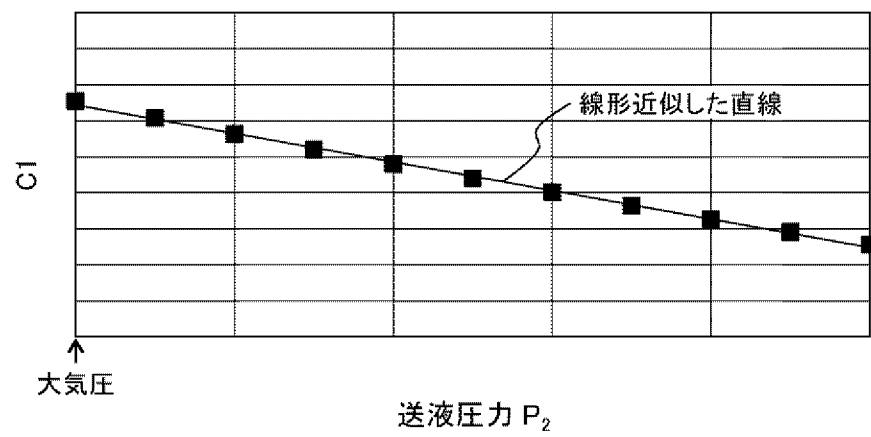
[図6B]

図 6B



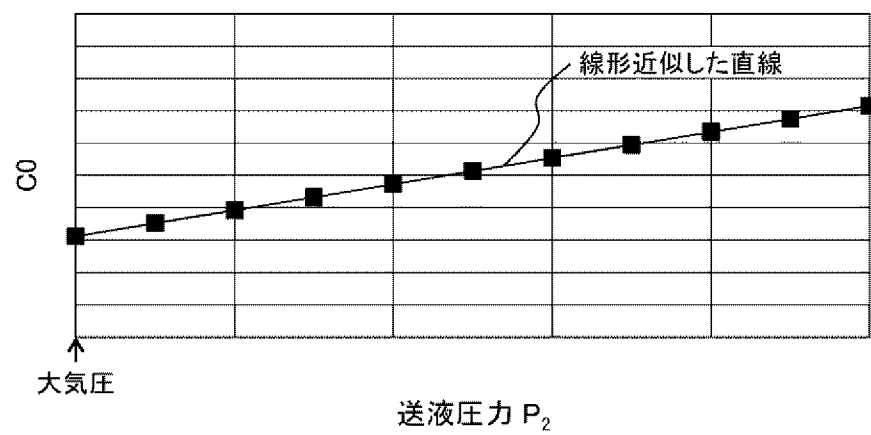
[図7A]

図 7A



[図7B]

図 7B



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2022/042160

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**G01N 30/32**(2006.01)i; **F04B 23/06**(2006.01)i

FI: G01N30/32 C; F04B23/06

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)

F04B23/06; G01N30/32

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 1971-2022
 Registered utility model specifications of Japan 1996-2022
 Published registered utility model applications of Japan 1994-2022

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.
Y	WO 2019/082243 A1 (SHIMADZU CORP) 02 May 2019 (2019-05-02) fig. 1-4, claims 1-6, paragraphs [0023]-[0024], [0051]-[0071]	1-4
Y	JP 2009-13957 A (HITACHI HIGH-TECHNOLOGIES CORP) 22 January 2009 (2009-01-22) paragraphs [0012], [0017], [0021]-[0027]	1-4
A	WO 2019/220563 A1 (SHIMADZU CORP) 21 November 2019 (2019-11-21) entire text, all drawings	1-4
A	WO 2021/005728 A1 (SHIMADZU CORP) 14 January 2021 (2021-01-14) entire text, all drawings	1-4
A	WO 2021/192929 A1 (HITACHI HIGH-TECHNOLOGIES CORP) 30 September 2021 (2021-09-30) entire text, all drawings	1-4
A	EP 2244091 B1 (AGILENT TECHNOLOGIES, INC.) 30 September 2015 (2015-09-30) entire text, all drawings	1-4

☐ 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

29 November 2022

Date of mailing of the international search report

13 December 2022

Name and mailing address of the ISA/JP

Japan Patent Office (ISA/JP)
 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915
 Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2022/042160

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
WO	2019/082243	A1	02 May 2019	US 2020/0278329 A1 fig. 1-4, claims 1-6 CN 110809713 A	
JP	2009-13957	A	22 January 2009	(Family: none)	
WO	2019/220563	A1	21 November 2019	US 2021/0231621 A1 entire text, all drawings CN 111971554 A	
WO	2021/005728	A1	14 January 2021	US 2022/0244222 A1 entire text, all drawings CN 113892030 A	
WO	2021/192929	A1	30 September 2021	(Family: none)	
EP	2244091	B1	30 September 2015	CN 101871836 A entire text, all drawings	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） G01N 30/32(2006.01)i; F04B 23/06(2006.01)i FI: G01N30/32 C; F04B23/06										
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）） F04B23/06; G01N30/32										
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 <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2022年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2022年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2022年</td> </tr> </table>			日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2022年	日本国実用新案登録公報	1996-2022年	日本国登録実用新案公報	1994-2022年
日本国実用新案公報	1922-1996年									
日本国公開実用新案公報	1971-2022年									
日本国実用新案登録公報	1996-2022年									
日本国登録実用新案公報	1994-2022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 (JDreamII)										
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								
Y	WO 2019/082243 A1 (株式会社島津製作所) 02.05.2019 (2019-05-02) 図1-4、請求項1-6、段落0023-0024, 0051-0071	1-4								
Y	JP 2009-13957 A (株式会社日立ハイテクノロジーズ) 22.01.2009 (2009-01-22) 段落0012, 0017, 0021-0027	1-4								
A	WO 2019/220563 A1 (株式会社島津製作所) 21.11.2019 (2019-11-21) 全文、全図	1-4								
A	WO 2021/005728 A1 (株式会社島津製作所) 14.01.2021 (2021-01-14) 全文、全図	1-4								
A	WO 2021/192929 A1 (株式会社日立ハイテック) 30.09.2021 (2021-09-30) 全文、全図	1-4								
A	EP 2244091 B1 (AGILENT TECHNOLOGIES, INC.) 30.09.2015 (2015-09-30) 全文、全図	1-4								
☐ 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。										
<table border="0"> <tr> <td> * 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的な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 </td> <td> “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抵触するものではなく、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 </td> </tr> </table>			* 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的な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抵触するものではなく、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						
* 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的な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抵触するものではなく、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 29.11.2022	国際調査報告の発送日 13.12.2022									
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	権限のある職員（特許庁審査官） 高田 亜希 2J 5705 電話番号 03-3581-1101 内線 3252									

国際調査報告
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2022/042160

引用文献			公表日	パテントファミリー文献	公表日
WO	2019/082243	A1	02.05.2019	US 2020/0278329 A1 Fig.1-4, Claims1-6 CN 110809713 A	
JP	2009-13957	A	22.01.2009	(ファミリーなし)	
WO	2019/220563	A1	21.11.2019	US 2021/0231621 A1 全文、全図 CN 111971554 A	
WO	2021/005728	A1	14.01.2021	US 2022/0244222 A1 全文、全図 CN 113892030 A	
WO	2021/192929	A1	30.09.2021	(ファミリーなし)	
EP	2244091	B1	30.09.2015	CN 101871836 A 全文、全図	