

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

**特許第3762619号
(P3762619)**

(45) 発行日 平成18年4月5日(2006.4.5)

(24) 登録日 平成18年1月20日(2006.1.20)

(51) Int. Cl.

G O 1 N 35/08**(2006.01)**

F I

G O 1 N 35/08

A

請求項の数 3 (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2000-185879 (P2000-185879)	(73) 特許権者	000155023
(22) 出願日	平成12年6月21日(2000.6.21)		株式会社堀場製作所
(65) 公開番号	特開2002-5943 (P2002-5943A)		京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地
(43) 公開日	平成14年1月9日(2002.1.9)	(74) 代理人	100074273
審査請求日	平成16年6月22日(2004.6.22)		弁理士 藤本 英夫
		(72) 発明者	矢田 隆章
			京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地
			株式会社堀場製作所内
		(72) 発明者	湯原 義公
			京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地
			株式会社堀場製作所内
		審査官	秋田 将行

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 分析計

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

測定セルに試料液を導入して分析測定を行う分析計であって、前記測定セルの上流側に試料液中の気泡を除去するための気泡除去部を備え、前記測定セルに試料液を連続的に導入するとともに、前記測定セルの下流側の導出路に前記測定セルを連続的に流れる試料液の流量を少なくとも2段階に制御する流量制御手段を設け、前記測定セルを通る試料液の流量が小となり測定セル側が高圧となる測定状態と、測定セルを通る試料液の流量が大となり測定セル側が低圧となる気泡除去状態とに切り換え可能としたことを特徴とする分析計。

【請求項 2】

前記流量制御手段が前記分岐路中にも設けられている請求項 1 に記載の分析計。

【請求項 3】

前記導出路はバイパス流路を有しており、このバイパス流路が前記導出路中に設けられた前記流量制御手段をまたぐように配置されている請求項 1 または 2 に記載の分析計。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、測定セルに試料液を導入し分析測定を行う分析計に関する。

【0002】

【従来の技術】

10

20

測定セルに試料液を導入して分析測定を行う場合、測定方法によっては、試料液の液温によって測定値が大きな影響を受けることがあり、特に、近赤外分光法などの分光学的方法においてはその影響が顕著である。

【 0 0 0 3 】

例えば、分析測定しようとする試料液がアンモニア - 過酸化水素水溶液である場合、高温になると多量の気泡が発生し、この気泡によって測定データが干渉影響を受けることが多い。従って、このような場合には、正確な測定を行うため、液温を下げ、かつ、温度調整して測定することが望ましい。

【 0 0 0 4 】

上記のような点が考慮されている従来の分析計として、図 4 に示すように、試料液 S を冷却する冷却部 1 と、試料液 S 中の気泡を除去するための脱泡槽 18 と、試料液 S の分析を行うための測定セル 3 と、試料液 S の流れを一時的に停止させるための弁 19 とを備えたものがある。尚、図中、4 は試料槽、5 は吸引ポンプである。

10

【 0 0 0 5 】

【 発明が解決しようとする課題 】

しかし、上記の構成からなる従来の分析計では、測定セル 3 における試料液 S の 1 回の測定毎に、前記弁 19 によって試料液 S の流れを停止させていたことから、1 回の分析測定に要する時間が長くなる（例えば最短でも約 20 秒必要）という問題があった。

【 0 0 0 6 】

また、自然発生的に生じた気泡が前記測定セル 3 内に付着すると、分析計の分析に悪影響が及ぶため、前記気泡を測定セル 3 から除去する必要がある。

20

【 0 0 0 7 】

本発明は、上述の事柄に留意してなされたもので、その目的は、気泡の発生しやすい試料液を、短時間で精度良く分析測定することが可能な分析計を提供することである。

【 0 0 0 8 】

【 課題を解決するための手段 】

上記目的を達成するため、本発明は、測定セルに試料液を導入して分析測定を行う分析計であって、前記測定セルの上流側に試料液中の気泡を除去するための気泡除去部を備え、前記測定セルに試料液を連続的に導入するとともに、前記測定セルの下流側の導出路に前記測定セルを連続的に流れる試料液の流量を少なくとも 2 段階に制御する流量制御手段を設け、前記測定セルを通る試料液の流量が小となり測定セル側が高圧となる測定状態と、測定セルを通る試料液の流量が大となり測定セル側が低圧となる気泡除去状態とに切り換え可能としたことを特徴としている（請求項 1）。

30

【 0 0 0 9 】

上記の構成からなる分析計では、測定セルを連続的に通る試料液の流量を、測定セル側が高圧となる測定状態と、測定セル側が低圧となる気泡除去状態との 2 段階に調整することができるので、測定セル内を流れる試料液の流量を急激に変化させることにより、測定セル内に付着した気泡を簡単に除去することができる。

【 0 0 1 0 】

【 0 0 1 1 】

さらに、前記流量制御手段は、前記分岐路中にも設けられていてもよい（請求項 2）。この場合には、前記導出路を流れる試料液の流量と前記分岐路を流れる試料液の流量とのバランスを簡単にとることができる。

40

【 0 0 1 2 】

また、前記導出路は、バイパス流路を有しており、このバイパス流路が、前記導出路中に設けられた前記流量制御手段をまたぐように配置されていてもよい（請求項 3）。この場合には、簡単な構成で、前記測定セルを流れる試料液の流量を、少なくとも 2 段階に調整することができる。

【 0 0 1 3 】

【 発明の実施の形態 】

50

以下、この発明の詳細について図を参照しながら説明する。

図 1 は、本発明の第 1 実施例に係る分析計 D の構成を概略的に示す説明図である。

本発明の分析計 D は、試料液 S 中の気泡を除去するための気泡除去部 2 を測定セル 3 の上流側に備え、測定セル 3 に、気泡が除去された状態の試料液 S を連続的に導入して試料液 S の分析測定を行うものであり、測定セル 3 を通る試料液 S の流量を少なくとも 2 段階に調整可能とし、測定セル 3 を通る試料液 S の流量が小となり、測定セル 3 側が高圧となる測定状態と、測定セル 3 を通る試料液 S の流量が大となり、測定セル 3 側が低圧となる気泡除去状態とに切り換え可能に構成されている。

【0014】

そして、前記分析計 D は、外部にある試料槽 4 から吸引ポンプ 5 によって第 1 導入路 6 を通して送られてきた試料液 S が導入される気泡除去部 2 と、この第 1 導入路 6 中に設けられ、試料液 S を冷却するための冷却部 1 と、気泡除去部 2 からの試料液 S を、試料液 S の分析測定を行うための測定セル 3 に導入するための第 2 導入路 7 と、測定セル 3 からの試料液 S を外部の試料槽 4 に導出する（戻す）ための導出路 8 と、この導出路 8 中に設けられた逆止弁 9 と、気泡除去部 2 から試料液 S の一部を導出路 8 に直接送るための分岐路 10 とを備えている。そして、前記導出路 8 中には、導出路 8 を流れる試料液 S の流量を制御するための流量制御手段 11 と、逆止弁 9 の下流側に設けられ、かつ流量制御手段 11 をまたぐように配置されているバイパス流路 12 とが設けられている。

【0015】

前記試料液 S は、例えばアンモニア - 過酸化水素水溶液であり、試料槽 4 において高温状態で保持されている。なお、試料液 S は、アンモニア - 過酸化水素水溶液に限られるものではなく、例えば硫酸 - 過酸化水素水溶液や塩酸 - 過酸化水素水溶液などの薬液でもよい。すなわち、本発明の分析計 D は、高温で気泡の発生しやすい多成分水溶液等の試料液 S をも安定に測定することができる。

【0016】

前記冷却部 1 は、第 1 導入路 6 の一部を螺旋状に巻回させることで形成した熱交換部分 1a に、排気ファン 1b を近接させて配置することにより構成されている。なお、冷却部 1 は、このような構成に限るものではなく、例えば、熱交換部分 1a が直線状やジグザグ状に設けられていてもよいが、排気ファン 1b による試料液 S の熱交換の効率をできるだけ向上させるために、短い距離でなるべく熱交換部分 1a の表面積が大きくなるような構成にしておくことが望ましい。また、冷却部 1 は、上記のように、熱交換部分 1a に排気ファン 1b を近接させるものに限られず、例えば、電気的に冷却を行う構成のものや水冷により冷却を行う構成のものでもよく、これら複数の構成をともに有するものなどであってもよい。

【0017】

前記気泡除去部 2 は、例えば脱泡槽からなり、第 1 導入路 6 を経て送られてきた試料液 S 中の気泡を分離するためのものである。そして、気泡除去部 2 は、その一端側（上部側）より、試料液 S 中から発生したガスを導出路 8 に向けて分岐路 10 中へ送出し、その他端側（下部側）より、気泡が分離された試料液 S を測定セル 3 に向けて第 2 導入路 7 中へ送出する構成となっている。なお、気泡除去部 2 は、脱泡槽に限られるものではなく、例えば T 字管などであってもよい。

【0018】

前記測定セル 3 の両側には、特定波長の光を照射する光源 3a と、その光を検出可能な検出器 3b とが配置されており、前記光源 3a からの特定波長の光を、内部に試料液 S が流れている状態の測定セル 3 に向けて照射し、前記検出器 3b によって測定セル 3 を透過した光を検出することによって、高い精度でその吸光度を測定することができる。そして、この吸光度から、ランバート・ベール（Lambert-Beer）の法則などの換算式を用いて成分濃度の検出をすることができる。

【0019】

前記第 2 導入路 7 中には、前記気泡除去部 2 において気泡が除去された後の試料液 S を

10

20

30

40

50

冷却するための冷却部 13 が設けられている。この冷却部 13 は、前記冷却部 1 と同じ構成であり、前記第 2 導入路 7 の一部を螺旋状に巻回させることで形成した熱交換部分 13a に、排気ファン 13b を近接させて配置することにより構成されている。なお、冷却部 13 は、このような構成に限るものではなく、例えば、前記熱交換部分 13a が直線状やジグザグ状に設けられていてもよいが、前記排気ファン 13b による試料液 S の熱交換の効率をできるだけ向上させるために、短い距離でなるべく熱交換部分 13a の表面積が大きくなるような構成にしておくことが望ましい。また、前記冷却部 13 は、上記のように、熱交換部分 13a に排気ファン 13b を近接させるものに限られず、例えば、電氣的に冷却を行う構成のものや水冷により冷却を行う構成のものでもよく、これら複数の構成をともに有するものなどであってもよい。

10

【0020】

なお、前記冷却部 13 は、試料液 S が特に高温である場合などに設ければよく、常に設ける必要はない。

【0021】

また、前記冷却部 1 を構成する排気ファン 1b および冷却部 13 を構成する排気ファン 13b はともに、分析計 D 内に常設のものを利用することができるが、専用の排気ファンを用いるようにしてもよいし、あるいは、例えばペルチェ素子を使用した電子冷却器などを用いるようにしてもよく、水冷により冷却を行う構成のものでもよい。もちろん、上記の冷却手段や冷却するための構成を複数あわせ持つようなものでもよい。

【0022】

20

さらに、前記冷却部 1 および冷却部 13 は、ともに分析計 D の内部・外部のいずれに配置されていてもよい。

【0023】

前記導出路 8 からの試料液 S は、試料槽 4 へと戻らずに、図示しない別の試料槽などへ送られてもよい。

【0024】

前記流量制御手段 11 は、例えば可変式のニードル弁であり、前記導出路 8 を流れる試料液 S の流量を制御するためのものである。この流量制御手段 11 によって導出路 8 を流れる試料液 S の流量を小さくする（しぼる）。この流量・流速は、測定セル 3 における試料液 S の測定に要する所要時間を考慮して決定される。なお、流量制御手段 11 としては、上記ニードル弁に限るものではなく、例えば、図 2 に示すような、所定の抵抗を得ることができる部材（例えば固定のキャピラリーなど）14 でもよいし、図 3 に示すような、試料液 S の流量調整をより簡単かつ確実に行うことができる可変バルブ 15 などでもよい。さらに、この可変バルブ 15 には、前記バイパス流路 12 を流れる試料液 S の流量の調整を行えるバイパス流量調整機能のついたバルブを用いてもよい。

30

【0025】

また、上記流量制御手段 11 と同一構造の部材である流量制御手段 16 を、前記分岐路 10 中にも設けることにより、導出路 8 を流れる試料液 S の流量と分岐路 10 を流れる試料液 S の流量とのバランスをより簡単にとることができる。

【0026】

40

前記バイパス流路 12 は、一端が前記逆止弁 9 とこの逆止弁 9 の下流側に設けられた流量制御手段 11 との間において導出路 8 に接続されており、他端が、前記分岐路 10 と導出路 8 との接続ポイントよりも下流側において導出路 8 に接続されている。なお、前記他端が、前記流量制御手段 11 よりも下流側で、かつ前記接続ポイントよりも上流側において導出路 8 に接続されていてもよい。

【0027】

また、前記バイパス流路 12 には、例えば二方電磁弁や二方空圧弁などからなる開閉弁 17 が設けられており、この開閉弁 17 によって、バイパス流路 12 に試料液 S を流したり、流さないようにしたりする操作を行うことができる。なお、バイパス流路 12 に流すことが可能な試料液 S の流量が、流量制御手段 11 が設けられている導出路 8 に流すこと

50

が可能な試料液 S の流量に比して、充分に大きくなるように構成されている。

【 0 0 2 8 】

次に、上記の構成からなる分析計 D の動作について説明する。

予め前記試料槽 4 内に收容されている試料液 S を分析計 D を用いて分析するには、まず、前記試料液 S を、吸引ポンプ 5 によって第 1 導入路 6 を通して分析計 D 内に導入する。そして、分析計 D 内に導入された試料液 S は、冷却部 1 において冷却された後、気泡除去部 2 においてその内部に発生した気泡が除去される。この気泡除去部 2 において試料液 S から除去された気泡は、分岐路 10 を通って 導出路 8 に送られる一方、前記気泡が除去された試料液 S は、第 2 導入路 7 に送出され、冷却部 13 において冷却された後、測定セル 3 に送られる。

10

【 0 0 2 9 】

そして、前記測定セル 3 において、所定の分析が行われ、その後、導出路 8 中の逆止弁 9 と流量制御手段 11 を通って分析計 D の外部へと導出され、試料槽 4 に戻される。なお、上記のように試料液 S の分析を行う測定状態においては、前記バイパス流路 12 に設けられている開閉弁 17 は閉じられており、試料液 S がバイパス流路 12 を流れることはない。

【 0 0 3 0 】

上記のように分析計 D を用いて試料液 S の分析が続けていると、前記測定セル 3 内に自然発生的に生じた気泡が付着し、測定に悪影響を及ぼすようになる場合がある。このような場合には、バイパス流路 12 中に設けられた開閉弁 17 を開き、試料液 S がバイパス流路 12 にも流れる気泡除去状態にしてやることにより、測定セル 3 の下流側における試料液 S の流量が急激に大きくなり、測定セル 3 を流れる試料液 S の流量も急激に大きくなることになる。そして、測定セル 3 に流量が急激に増大した試料液 S を流すことによって、測定セル 3 内の気泡が除去される。

20

【 0 0 3 1 】

上記の構成からなる分析計 D では、測定セル 3 を流れる試料液 S の流量を、測定セル 3 によって分析可能な程度と、測定セル 3 内に付着した気泡を除去できる程度との少なくとも 2 段階に調整可能としてあり、言い換えれば、前記測定セル 3 を通る試料液 S の流量が小となり、測定セル 3 側が高圧となる測定状態と、測定セル 3 を通る試料液 S の流量が大となり、測定セル 3 側が低圧となる気泡除去状態とに切り換え可能としてあることから、短時間で、かつ連続的に試料液 S の分析を行えるとともに、測定セル 3 内に付着した気泡を簡単に除去することができるのである。

30

【 0 0 3 2 】

なお、図 1 および図 2 に示した分析計 D では、前記測定セル 3 を流れる試料液 S の流量の少なくとも 2 段階の調整は、バイパス流路 12 に設けられた開閉弁 17 の開閉によって行われるが、図 3 に示すように、前記流量制御手段 11 として試料液 S の流量を簡単かつ確実に変化させることが可能な可変バルブ 15 を用いた分析計 D では、可変バルブ 15 のみを調整することで、測定セル 3 を流れる試料液 S の流量を少なくとも二段階に調整できることから、前記バイパス流路 12 および開閉弁 17 を省くことが可能となる。

【 0 0 3 3 】

なお、上記の構成からなる分析計 D において、測定セル 3 における気泡の検出に関しては、測定波形などより、ソフト的に気泡と判断し、データ処理することが従来から行われている。また、測定セル 3 内に付着した気泡の除去のために、バイパス流路 12 中に設けられた開閉弁 17 の開閉は、定期的・定時間毎（例えば 30 分毎、1 時間毎など）に行ってもよいし、ソフト処理で、気泡を検出したときに行うようにしてもよい。

40

【 0 0 3 4 】

上記の構成からなる分析計 D では、分析計 D の外部から導入した試料液 S を、気泡除去部 2 にまで高い速度で送ることが可能であることから、応答の遅れが問題とならない。

【 0 0 3 5 】

また、試料液 S の分析時には、測定セル 3 の下流側を流れる試料液 S の流量が、流量制

50

御手段 1 1 によって絞られることから、測定セル 3 付近を流れる試料液 S の流量が小さくなる。これにより、前記冷却部 1 3 が設けられている場合には、この冷却部 1 3 における試料液 S の冷却効率が上昇し、簡単な構成の冷却部 1 3 を用いて、試料液 S の温度を目的の温度まで下げることが可能となる。また、この冷却効率の上昇に加えて、流量制御手段 1 1 の上流側における試料液 S の圧力が高くなることから、試料液 S からの気泡の発生が抑止され、測定セル 3 における試料液 S の分析を精度良く行うことができ、さらに、測定セル 3 内に気泡が付着しにくくなり、バイパス流路 1 2 の開閉弁 1 7 を開いて測定セル 3 内に付着した気泡を一掃するという作業を行う回数を減らすことができる。

【 0 0 3 6 】

なお、上記の構成からなる分析計 D では、気泡除去部 2 から分岐路 1 0 へはガスのみが導出される構成となっているが、このような構成に限るものではなく、気泡除去部 2 から分岐路 1 0 へは、ガスのみならず試料液 S の大半を導出する構成としてもよい。この場合には、試料槽 4 から分析計 D 内への試料液 S の導入を、より短時間で行うことが可能となる。

10

【 0 0 3 7 】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明の分析計 D によれば、気泡の発生しやすい試料液を、短時間で精度良く分析測定することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の第 1 実施例に係る分析計の構成を概略的に示す説明図である。

20

【図 2】 上記第 1 実施例における流量制御手段として、所定の抵抗を得ることができる部材を用いた場合の分析計の構成を概略的に示す説明図である。

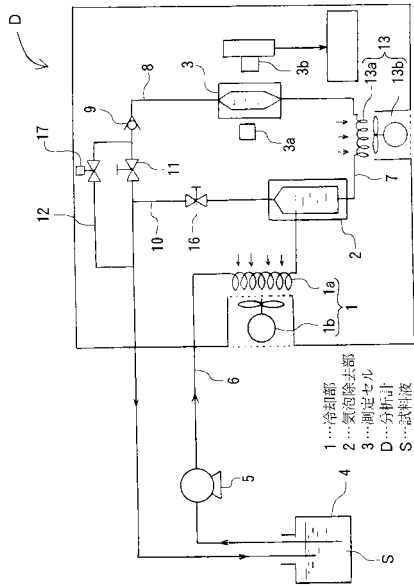
【図 3】 上記第 1 実施例における流量制御手段として、可変バルブを用いた場合の分析計の構成を概略的に示す説明図である。

【図 4】 従来の分析計の構成を概略的に示す説明図である。

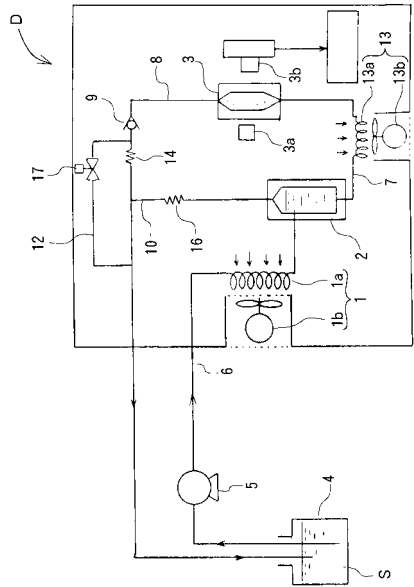
【符号の説明】

2 ... 気泡除去部、 3 ... 測定セル、 6 ... 第 1 導入路、 7 ... 第 2 導入路、 8 ... 導出路、 1 0 ... 分岐路、 1 1 , 1 6 ... 流量制御手段、 1 2 ... バイパス流路、 D ... 分析計、 S ... 試料液。

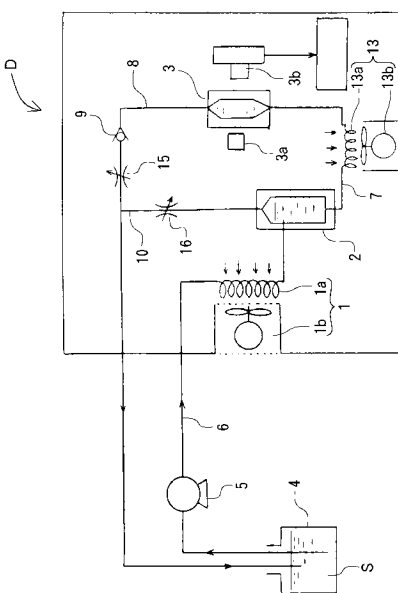
【図 1】



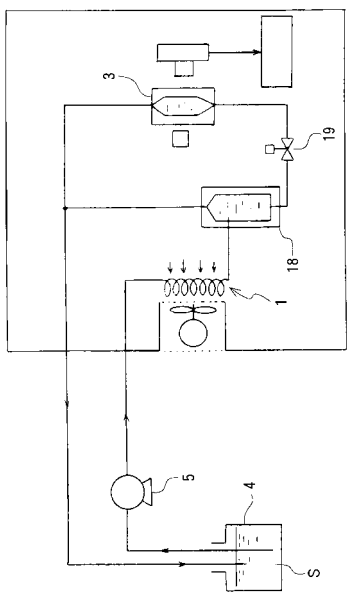
【図 2】



【図 3】



【図 4】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平 1 1 - 0 1 4 5 3 9 (J P , A)
特開平 1 0 - 0 4 8 2 2 1 (J P , A)
特開平 1 0 - 0 4 8 1 0 3 (J P , A)
特開平 0 8 - 2 7 1 3 8 4 (J P , A)
特開平 0 6 - 2 6 5 5 5 5 (J P , A)
国際公開第 9 8 / 0 2 0 3 3 8 (W O , A 1)

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

G01N 35/00-35/08