

(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
2018年8月30日(30.08.2018)



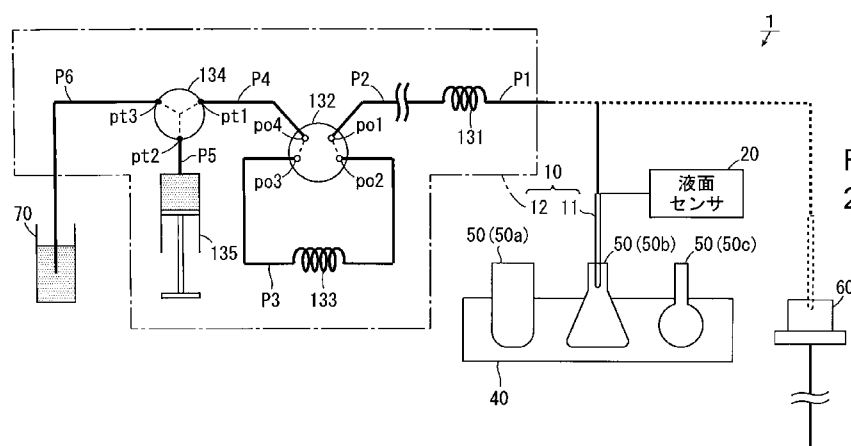
(10) 国際公開番号

WO 2018/155117 A1

- (51) 国際特許分類:
G01N 35/10 (2006.01) *G01N 30/24* (2006.01)
G01F 23/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2018/003330
- (22) 国際出願日: 2018年2月1日(01.02.2018)
- (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 2017-031330 2017年2月22日(22.02.2017) JP
- (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: 大古場 努 (OKOBA Tsutomu); 〒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: 喜多 俊文, 外 (KITA Toshifumi et al.); 〒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).
- (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, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ,

(54) Title: SAMPLE INJECTION DEVICE AND CONTAINER INFORMATION ACQUISITION METHOD

(54) 発明の名称: 試料注入装置および容器情報取得方法



(57) Abstract: In a container information acquisition mode, this control device 30 controls a liquid supply unit 10 such that a liquid injection operation and detection operation are repeated multiple times and generates a correspondence relationship between the liquid volume of the sample container 50 and the liquid surface height on the basis of the liquid volumes in the sample container 50 after each liquid injection operation and the liquid surface heights detected through the detection operations. Further, in a sample injection mode, the control device 30 controls the liquid supply unit 10 such that the liquid surface height of the sample in the sample container 50 is detected through the detection operation, detects the liquid volume of the sample in the sample container 50 on the basis of the detected liquid surface height and the correspondence relationship, and controls the liquid supply unit 10 such that a suction operation and sample injection operation are carried

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:

- 国際調査報告 (条約第21条(3))

out on the basis of the detected liquid volume.

(57) 要約: 制御装置 30 は、容器情報取得モード時に、液体注入動作および検出動作を複数回繰り返すように液体供給部 10 を制御し、各液体注入動作後の試料容器 50 内の液量および検出動作により検出される液面高さに基づいて試料容器 50 内の液量と液面高さとの対応関係を生成する。また、制御装置 30 は、試料注入モード時に、検出動作により試料容器 50 内の試料の液面高さを検出するように液体供給部 10 を制御し、検出された液面高さおよび対応関係に基づいて試料容器 50 内の試料の液量を検出し、検出された液量に基づいて吸引動作および試料注入動作を行うように液体供給部 10 を制御する。

明 細 書

発明の名称： 試料注入装置および容器情報取得方法

技術分野

[0001] 本発明は、試料容器内の試料を所定の注入部に注入する試料注入装置、および試料容器の内部形状に関する情報を取得する容器情報取得方法に関する。

背景技術

[0002] 試料注入装置は、水平方向および垂直方向に移動可能なニードルと、試料の吸引および吐出を行うための送液機構とを備える。この試料注入装置では、液体の測定試料（以下、試料と略記する。）が収容された試料瓶等の試料容器がラック上に載置される。ニードルがラック上の試料容器の上方まで水平方向に移動し、下降して試料容器内の試料を吸引する。その後、ニードルは上昇して例えば液体クロマトグラフの試料注入口の上方まで水平方向に移動し、下降して試料注入口内に試料を注入する。

[0003] このような試料注入装置においては、使用者が試料容器内の試料の量を入力することなく、試料容器内の試料の量を自動的に検出して欲しいという要求がある。このような要求に関して、例えば特許文献1には、試料容器内の液面高さを検知する検知機能を有する液体試料導入装置が記載されている。特許文献1に記載された液体試料導入装置は、液面検知ニードルおよび液体吸引／吐出ニードルを備える。液面検知ニードルは、先端部に電極を有し、先端部が試料容器内の試料に接触したことを電氣的に検知する液面検知機能を有する。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開2014-202721号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] 上記の特許文献 1 の液体試料導入装置（試料注入装置）では、液面検知ニードルを用いて試料容器内の液面高さを検出することができる。それにより、試料容器の内部空間の断面積を高さについて積分することにより試料容器内の液量を算出することができる。

[0006] しかしながら、試料容器の内部形状は、試料容器の種類により異なる。そのため、試料容器の種類に合わせて液面高さから液量を計算するための計算式が必要となる。従来の試料注入装置では、予め定められた種類の試料容器についてのみ液量計算式が用意されている。予め定められた種類以外の試料容器内の試料を測定する場合には、試料容器の内径から概算の断面積を求め、その断面積から液量計算式を求める必要がある。この方法によると、断面積が高さ方向に一定でないような複雑な内部形状を有する試料容器を用いる場合には、試料容器内の液量の誤差が大きくなる。

[0007] 本発明の目的は、試料容器の内部形状に関わらず試料容器内の液量を正確に取得することが可能な試料注入装置および容器情報取得方法を提供することである。

課題を解決するための手段

[0008] （１）本発明に係る試料注入装置は、試料容器内に所定量の液体を注入する液体注入動作、試料容器内の試料を吸引する吸引動作、および所定の注入部に試料を注入する試料注入動作を行う液体供給部と、試料容器内の液面の高さを検出する検出動作を行う液面検出部と、試料容器の内部形状に基づく情報を容器情報として取得するための容器情報取得モードと試料容器内の試料を注入部に注入するための試料注入モードとで動作可能な制御部とを備え、制御部は、容器情報取得モード時に、液体注入動作および検出動作を複数回繰り返すように液体供給部および液面検出部を制御し、各液体注入動作後の試料容器内の液体の量および検出動作により検出される液面の高さに基づいて試料容器内の液体の量と液面の高さとの対応関係を生成し、試料注入モード時に、検出動作により試料容器内の試料の液面の高さを検出するように液面検出部を制御し、検出された高さおよび対応関係に基づいて試料容器内

の試料の量を検出し、検出された量に基づいて吸引動作および試料注入動作を行うように液体供給部を制御する。

[0009] その試料注入装置においては、容器情報取得モード時に、液体注入動作および試料容器内の液面の高さを検出する検出動作が複数回繰り返される。各液体注入動作後の試料容器内の液体の量および検出動作により検出される液面の高さに基づいて試料容器内の液体の量と液面の高さとの対応関係が生成される。試料注入モード時には、検出動作により試料容器内の試料の液面の高さが検出され、検出された高さおよび対応関係に基づいて試料容器内の試料の量が検出され、検出された量に基づいて吸引動作および試料注入動作が行われる。したがって、上記の構成により、試料容器の内部形状に関わらず試料容器内の液量を正確に取得することが可能となる。

[0010] (2) 液体供給部は、液体の注入、試料の吸引および試料の注入を行うためのニードルと、ニードルを試料容器および注入部に移動させる移動機構と、液体注入動作時にニードルを通して試料容器内に液体を注入し、吸引動作時にニードルを通して試料容器内の試料を吸引し、試料注入動作時にニードルを通して試料を注入部に注入する送液機構とを含み、液面検出部は、ニードルの先端が試料容器内の液面に接触したか否かを検出する液面センサと、液面センサの出力信号と移動機構により移動するニードルの先端の高さとに基づいて試料容器内の液面の高さを算出する液面高さ算出部とを含んでもよい。

[0011] この場合、ニードルを用いて液体の注入、試料の吸引および試料の注入が行われるとともに試料容器内の液面の高さが検出される。それにより、部品点数の増加を抑制しつつ試料容器内の液量を正確に取得することが可能となる。

[0012] (3) 制御部は、容器情報取得モード時において、各液体注入動作後に検出動作を複数回行うように液面検出部を制御し、複数回の検出動作により得られた複数の高さの演算により各液体注入動作後の液面の高さを算出してもよい。この場合、試料容器内の液面の高さをより正確に検出することができ

る。

[0013] (4) 試料注入装置は、制御部により生成された対応関係を試料容器の種類ごとに記憶する記憶部と、試料注入モードにおいて使用すべき試料容器の種類についての対応関係を選択する選択部とをさらに備え、制御部は、選択部により選択された対応関係に基づいて試料容器内の試料の量を検出してもよい。

[0014] この場合、容器情報取得モードにより取得された対応関係が試料容器の種類ごとに記憶されるので、同じ種類の試料容器が用いられる場合には容器情報取得モードにより対応関係を取得する必要がない。それにより、試料の注入を効率的に行うことができる。

[0015] (5) 試料注入装置は、試料容器の種類を示す識別情報を試料容器から読み取る情報読取部をさらに備え、選択部は、情報読取部により読み取られた識別情報に基づいて、対応関係を選択してもよい。

[0016] この場合、使用者が試料容器の種類を入力する手間が不要となる。それにより、試料の注入を効率的に行うことができる。

[0017] (6) 本発明に係る容器情報取得方法は、試料容器の内部形状に基づく情報を容器情報として取得する容器情報取得方法であって、試料容器内に所定量の液体を注入する注入動作および試料容器内の液面の高さを検出する検出動作を複数回繰り返すステップと、各注入動作後における試料容器内の液体の量および液面の高さに基づいて試料容器内の液体の量と液面の高さとの対応関係を容器情報として生成するステップとを含む。

[0018] その容器情報取得方法によれば、液体注入動作および検出動作が複数回繰り返される。各液体注入動作後の試料容器内の液体の量および検出動作により検出される液面の高さに基づいて試料容器内の液体の量と液面の高さとの対応関係が容器情報として生成される。

したがって、試料容器の内部形状に関わらず試料容器内の液量を正確に取得することが可能となる。

発明の効果

[0019] 本発明によれば、試料容器の内部形状に関わらず試料容器内の液量を正確に取得することが可能となる。

図面の簡単な説明

[0020] [図1]本発明の一実施の形態に係る試料注入装置の構成を示す模式図である。

[図2]図1の試料注入装置の機能的な構成を示すブロック図である。

[図3]図2の試料注入装置の動作を示すフローチャートである。

[図4]図2の試料注入装置の動作を示すフローチャートである。

[図5]容器情報取得モードにより得られる液面高さとの対応データの例を示す図である。

[図6]液量計算近似式の生成方法の一例を示す図である。

[図7]容器情報取得モード時の液面高さの算出方法の他の例を示すフローチャートである。

発明を実施するための形態

[0021] 以下、本発明の実施の形態に係る試料注入装置および容器情報取得方法について図面を参照しながら詳細に説明する。

[0022] (1) 試料注入装置の構成

図1は本発明の一実施の形態に係る試料注入装置の構成を示す模式図である。図1の試料注入装置1は、ニードル11、送液機構12、液面センサ20、ラック40、注入部（注入ポート）60および液体供給源70を備える。ニードル11および送液機構12が液体供給部10を構成する。注入部60は、例えば液体クロマトグラフの試料注入部である。

[0023] ニードル11は、後述する移動機構13（図2）により水平方向および垂直方向に移動可能に設けられる。ニードル11の基端（上端）には液面センサ20が接続される。液面センサ20としては、静電容量方式または空気圧検知方式の液面センサが用いられる。静電容量方式の液面センサは、ニードル11の先端（下端）が液面に接触するとニードル11を含む回路の静電容量が変化することを利用して液面を検出する。例えば、静電容量が一定のしきい値を超えたときのニードル11の先端の高さが液面の高さと判定される

。空気圧検知方式の液面センサは、ニードル 11 の先端が液面に接触するとニードル 11 内の圧力が変化することを利用して液面を検出する。

[0024] 送液機構 12 は、配管 P1～P6、サンプルループ 131, 133、高圧弁 132、三方弁 134 および計量シリンジ 135 を含む。ニードル 11 の基端は配管 P1 を通してサンプルループ 131 の一端に接続される。高圧弁 132 は、例えば 6 注入 3 ポート高圧弁である。図 1 には高圧弁 132 の 4 つのポート p o 1～p o 4 のみが示される。サンプルループ 131 の他端は配管 P2 を通して高圧弁 132 のポート p o 1 に接続される。高圧弁 132 のポート p o 2 とポート p o 3 との間には配管 P3 が接続され、配管 P3 にサンプルループ 133 が設けられる。高圧弁 132 のポート p o 4 は配管 P4 を通して三方弁 134 のポート p t 1 に接続される。三方弁 134 のポート p t 2 は、配管 P5 を通して計量シリンジ 135 に接続される。三方弁 134 のポート p t 3 は、配管 P6 の一端に接続され、配管 P6 の他端は液体供給源 70 に挿入される。液体供給源 70 には、液体として例えば水が貯留される。

[0025] ラック 40 には、複数の試料容器 50 が載置される。図 1 の例では、ラック 40 に試料容器 50 として異なる種類の複数の試料容器 50 a, 50 b, 50 c が載置されている。複数の試料容器 50 a, 50 b, 50 c は異なる内部形状を有する。

[0026] 試料注入装置 1 は、容器情報取得モードおよび試料注入モードで動作する。容器情報取得モード時には、空の試料容器 50 がラック 40 上に載置される。なお、ニードル 11 の先端が試料容器 50 の内部の底面に接触するときには液面高さが 0 となるようにニードル 11 の高さが予め調整されている。まず、ニードル 11 が試料容器 50 内に挿入される。計量シリンジ 135 の動作により液体供給源 70 内の液体が配管 P6、三方弁 134 および配管 P5 を通して吸引される。吸引された液体は、計量シリンジ 135 の動作により三方弁 134、配管 P4、高圧弁 132 および配管 P3 を通してサンプルループ 133 に供給され、さらに高圧弁 132 および配管 P2 を介してサンプ

ルループ１３１に供給される。サンプルループ１３１内の一定量の液体がニードル１１を通して試料容器５０内に注入される。

[0027] 試料注入モード時には、試料を収容する試料容器５０がラック４０上に載置される。まず、ニードル１１が試料容器５０内に挿入される。計量シリンジ１３５の動作により試料容器５０内の試料がニードル１１および配管Ｐ１を通して吸引され、吸引された試料がサンプルループ１３１内に供給され、さらに配管Ｐ２および高圧弁１３２を通してサンプルループ１３３内に供給される。その後、ニードル１１が注入部６０内に挿入され、計量シリンジ１３５の動作によりサンプルループ１３１，１３３内の試料が注入部６０内に注入される。

[0028] 図２は図１の試料注入装置１の機能的な構成を示すブロック図である。図２に示すように、試料注入装置１は、液体供給部１０、液面センサ２０、制御装置３０、識別情報読取装置８０、操作部９０および表示部１００を含む。液体供給部１０は、ニードル１１、送液機構１２および移動機構１３を含む。制御装置３０は、容器情報取得モード制御部３１、液面高さ算出部３２、対応関係生成部３３、液量算出部３４、動作モード切替部３５、記憶部３６、選択部３７、試料注入モード制御部３８および液量検出部３９を含む。

[0029] この制御装置３０は、ＣＰＵ（中央演算処理装置）、ＲＡＭ（ランダムアクセスメモリ）、ＲＯＭ（リードオンリメモリ）および記憶装置により構成される。ＣＰＵがＲＯＭまたは記憶装置等の記憶媒体に記憶されたコンピュータプログラムを実行することにより、制御装置３０の各構成要素の機能が実現される。なお、制御装置３０の一部またはすべての構成要素が電子回路等のハードウェアにより実現されてもよい。

[0030] 操作部９０は、スイッチまたはキーボード等を含み、使用者により操作される。動作モード切替部３５は、操作部９０の操作に基づいて制御装置３０の動作モードを容器情報取得モードまたは試料注入モードに設定しまたは切り替える。容器情報取得モード制御部３１は、容器情報取得モード時に、送液機構１２、移動機構１３、液面高さ算出部３２および液量算出部３４を制

御するとともに液面センサ２０の出力信号を受ける。また、容器情報取得モード制御部３１は、ニードル１１の垂直方向の移動量を液面高さ算出部３２に与えるとともに、ニードル１１から試料容器５０に注入される液体の量を液量算出部３４に与える。

[0031] 液面高さ算出部３２は、容器情報取得モード時および試料注入モード時に、液面センサ２０の出力信号およびニードル１１の移動量に基づいて試料容器５０内の液面高さを算出する。液量算出部３４は、容器情報取得モード時に、ニードル１１による液体の注入ごとに試料容器５０内の液体の量の積算値（液体の体積）を液量として算出する。対応関係生成部３３は、液面高さ算出部３２により算出された液面高さと液量算出部３４により算出された液量との対応関係を生成する。対応関係は、試料容器５０の内部形状に対応する容器情報である。本実施の形態では、対応関係として、試料容器５０内の液面高さと液量との関係を示す関係式（以下、液量計算近似式と呼ぶ。）が生成される。記憶部３６は、対応関係生成部３３により生成された液量計算近似式を試料容器５０の種類ごとに記憶する。

[0032] 試料注入モード制御部３８は、試料注入モード時に、送液機構１２、移動機構１３および液量検出部３９を制御するとともに液面センサ２０の出力信号を受ける。

[0033] 使用者は、操作部９０により試料容器５０の種類を選択部３７に入力することができる。識別情報読取装置８０は、試料容器５０の種類を示す識別情報が試料容器５０に付されている場合に、試料容器５０から識別情報を読み取るために用いられる。識別情報としては、１次元バーコード、２次元バーコード、ＲＦＩＤ（無線周波数識別子：Radio Frequency Identifier）タグ等が用いられる。識別情報読取装置８０により試料容器５０から識別情報が読み取られた場合には、識別情報により示される試料容器５０の種類が選択部３７に入力される。選択部３７は、記憶部３６に記憶された複数の液量計算近似式のうち入力された種類に対応する液量計算近似式を選択する。

[0034] 液量検出部３９は、試料注入モード時に、選択部３７により選択された液

量計算近似式

を用いて、液面高さ算出部 32 により算出された液面高さに対応する液量を検出する。試

料注入モード制御部 38 は、液量検出部 39 により検出された液量に基づいて送液機構 1

2 による試料容器 50 内の試料の吸引量を制御する。表示部 100 は、試料容器 50 の種

類およびその他の種々の情報を画面に表示する。

[0035] (2) 試料注入装置 1 の動作

図 3 および図 4 は図 2 の試料注入装置 1 の動作を示すフローチャートである。ここで、容器情報取得モードでの液体の注入回数を M とし、注入回数のカウント値を表す変数を K とする。M は 2 以上の整数である。

[0036] 動作モード切替部 35 は、操作部 90 により設定された動作モードが容器情報取得モードであるか否かを判定する（ステップ S1）。容器情報取得モード時には、使用者は空の試料容器 50 をラック 40 上に載置する。また、使用者は、操作部 90 により試料容器 50 の種類を入力する。試料容器 50 に識別情報が付されている場合には、使用者は識別情報読取装置 80 を用いて試料容器 50 から識別情報を読み取ることにより試料容器 50 の種類を入力してもよい。

[0037] 動作モードが容器情報取得モードである場合には、容器情報取得モード制御部 31 は変数 K の値を 1 に設定し（ステップ S2）、移動機構 13 によりニードル 11 を試料容器 50 の上方に移動させる（ステップ S3）。この状態で、容器情報取得モード制御部 31 は、送液機構 12 によりニードル 11 から試料容器 50 内に一定量の液体を注入させる（ステップ S4）。その後、容器情報取得モード制御部 31 は、移動機構 13 によりニードル 11 を試料容器 50 内に下降させるとともに（ステップ S5）、液面センサ 20 の出力信号に基づいて液面センサ 20 が液面を検出したか否かを判定する（ステップ S6）。液面センサ 20 の出力信号は、ニードル 11 の先端が試料容器

50内の液面に接触したときに変化する。そのため、液面センサ20の出力信号に基づいて液面センサ20が液面を検出したか否かを判定することができる。ステップS6で液面センサ20が液面を検出しない場合には、容器情報取得モード制御部31はステップS5に戻り、移動機構13によりニードル11をさらに下降させる。

[0038] ステップS6で液面センサ20が液面を検出した場合には、液面高さ算出部32は、ニードル11の垂直方向の移動量に基づいて試料容器50内の液面高さを算出する（ステップS7）。また、液量算出部34は、ニードル11による1回当たりの液体の注入量および現時点までの注入回数に基づいて試料容器50内の液量を算出する（ステップS8）。対応関係生成部33は、液面高さ算出部32により算出された液面高さと液量算出部34により算出された液量とを対応付けて対応データとして記憶部36に記憶させる（ステップS9）。その後、容器情報取得モード制御部31は、移動機構13によりニードル11を上昇させ（ステップS10）、変数Kの値がMに等しいか否かを判定する（ステップS11）。変数Kの値がMに等しくない場合には、容器情報取得モード制御部31は変数Kの値を1増加させ（ステップS12）、ステップS4に戻る。変数Kの値がMに等しくなるまでステップS4～S12の処理が繰り返し行われる。

[0039] ステップS11において変数Kの値がMに等しくなった場合には、対応関係生成部33は、M回の液体の注入により得られたM組の対応データに基づいて液量計算近似式を生成する（ステップS13）。液量計算近似式の生成方法については後述する。液量計算近似式は、試料容器50の種類と対応付けて記憶部36に記憶される。

[0040] その後、容器情報取得モード制御部31は、操作部90により動作終了が指示されたか否かを判定する（ステップS14）。容器情報取得モード制御部31は、動作終了が指示されていない場合にはステップS1に戻り、動作終了が指示された場合には容器情報取得モード時の動作を終了する。

[0041] 本実施の形態では、ステップS1において、動作モードが容器情報取得モ

ードでない場合には、動作モードが試料注入モードであると判定される。試料注入モード時には、使用者は試料を収容する試料容器 50 をラック 40 に載置する。また、使用者は、操作部 90 により試料容器 50 の種類を入力する。試料容器 50 に識別情報が付されている場合には、使用者は識別情報読取装置 80 を用いて試料容器 50 から識別情報を読み取ることにより試料容器 50 の種類を入力してもよい。

[0042] 試料注入モード制御部 38 は、移動機構 13 によりニードル 11 を試料容器 50 の上方に移動させた後（ステップ S 15）、移動機構 13 によりニードル 11 を試料容器 50 内に下降させるとともに（ステップ S 16）、液面センサ 20 の出力信号に基づいて液面センサ 20 が液面を検出したか否かを判定する（ステップ S 17）。ステップ S 17 で液面センサ 20 が液面を検出しない場合には、試料注入モード制御部 38 はステップ S 16 に戻り、移動機構 13 によりニードル 11 をさらに下降させる。

[0043] 液面センサ 20 が液面を検出した場合には、液面高さ算出部 32 は、ニードル 11 の垂直方向の移動量に基づいて試料容器 50 内の液面高さを算出する（ステップ S 18）。選択部 37 は、記憶部 36 に記憶された液量計算近似式のうち入力された種類に対応する液量計算近似式を選択する（ステップ S 19）。液量検出部 39 は、選択部 37 により選択された液量計算近似式を用いて、液面高さ算出部 32 により算出された液面高さに対応する液量を試料容器 50 内の試料の液量として検出する（ステップ S 20）。

[0044] その後、試料注入モード制御部 38 は、移動機構 13 によりニードル 11 を試料容器 50 内の試料中まで下降させ（ステップ S 21）、検出された液量に基づいて、試料容器 50 内の試料を送液機構 12 により吸引させる（ステップ S 22）。例えば、試料容器 50 内の試料の全量が吸引されるように送液機構 12 が制御される。この場合、試料容器 50 内の試料の量が正確に検出されているので、試料に空気が混入することを防止しつつ試料容器 50 内の試料の全量を吸引することができる。吸引された試料は、図 1 のサンプルループ 131, 133 に供給される。

[0045] 次に、試料注入モード制御部 38 は、移動機構 13 によりニードル 11 を試料容器 50 の上方に上昇させ（ステップ S 23）、注入部 60 の上方まで移動させた後（ステップ S 24）、注入部 60 内に下降させる（ステップ S 25）。この状態で、試料注入モード制御部 38 は、送液機構 12 によりサンプルループ 131、133 内の試料をニードル 11 から注入部 60 内に注入させる（ステップ S 26）。このようにして、例えば、試料容器 50 内の試料の全量が注入部 60 に注入される。

[0046] その後、試料注入モード制御部 38 は、移動機構 13 によりニードル 11 を注入部 60 の上方に上昇させ（ステップ S 27）、ステップ S 14 に戻る。ステップ S 14 において、試料注入モード制御部 38 は、動作終了が指示されていない場合にはステップ S 1 に戻り、動作終了が指示された場合には試料注入モード時の動作を終了する。

[0047] なお、容器情報取得モードによる試料容器 50 の種類に対応する液量計算近似式の生成に続けて同じ種類の試料容器 50 を用いて試料注入モードによる試料の吸引および注入を行う場合には、使用者は試料容器 50 の種類を入力しなくてもよい。

[0048] （3）液量計算近似式

図 5 は容器情報取得モードにより得られる液面高さとの対応データの例を示す図であり、図 6 は液量計算近似式の生成方法の一例を示す図である。

[0049] 図 5 の対応データは、1 回当たり 1 mL の液体を試料容器 50 に 10 回注入した場合に得られる。図 5 の例では、離散的な値を有する対応データが示される。図 6 には、図 5 の対応データが複数のドットで示される。複数のドット間の液量および液面高さの値は、点線で示されるように、複数のドットの値の補間により求められる。

[0050] 補間方法としては、複数のドットを最小二乗法等により 1 次直線に近似する方法、複数のドットを 2 次曲線に近似する方法、隣り合う各 2 つのドット間の区間の値を線形補間する方法等が用いられる。例えば、試料容器 50 が

円筒形状を有する場合には、複数のドットを１次直線に近似する方法を用いることができる。一方、試料容器５０が例えばナスフラスコのように複雑な内部形状を有する場合には、線形補間を用いることが好ましい。複数のドットを他の方法により補間することにより液量計算近似式を生成してもよい。

[0051] このように、離散的な値を有する対応データから補間により液量の連続的な変化と液面高さの連続的な変化との関係を示す液量計算近似式が得られる。図５および図６の例では、試料容器５０に液体を１０回に分割して注入しているが、試料容器５０への液体の注入回数は１０回に限らず、２０回、３０回等の他の回数あってもよく、注入回数が多いほど液量計算近似式の精度が向上する。試料容器へ注入する液体の量は固定に限られず、分割して注入するごとに変更するようにしてもよい。

[0052] （４）液面高さの算出方法の他の例

図７は容器情報取得モード時の液面高さの算出方法の他の例を示すフローチャートである。本例では、試料容器５０への液体の注入ごとに液面センサ２０により液面を複数回検出する。ここで、液体の注入ごとの液面センサ２０による液面の検出回数を N とし、検出回数のカウント値を表す変数を I とする。 N は２以上の整数である。

[0053] 図３のステップＳ４の処理の後、容器情報取得モード制御部３１は、変数 I の値を１に設定し（ステップＳ５１）、移動機構１３によりニードル１１を試料容器５０内に下降させるとともに（ステップＳ５２）、液面センサ２０の出力信号に基づいて液面センサ２０が液面を検出したか否かを判定する（ステップＳ５３）。液面センサ２０が液面を検出した場合には、液面高さ算出部３２は、ニードル１１の垂直方向の移動量に基づいて試料容器５０内の液面高さを算出する（ステップＳ５４）。その後、容器情報取得モード制御部３１は、変数 I の値が N に等しいか否かを判定する（ステップＳ５５）。

[0054] 変数 I の値が N に等しくない場合には、容器情報取得モード制御部３１は、変数 I の値を１増加させ（ステップＳ５６）、移動機構１３によりニード

ル 11 を上昇させ（ステップ S 57）、ステップ S 52 に戻る。変数 I の値が N に等しくなるまでステップ S 52 ～ S 57 の処理が繰り返し行われる。ステップ S 55 において変数 I の値が N に等しくなると、液面高さ算出部 32 は、複数（N 回）の液面高さの平均値を算出する（ステップ S 58）。複数の液面高さの平均値が 1 つの液量に対応する液面高さとして用いられる。

[0055] 液面高さのばらつきは、正規分布に従うことが多いと考えられる。そこで、各液量について複数回の液面高さの検出結果の平均値を液面高さとして用いることにより、液面高さの検出精度が向上する。

[0056] （５）実施の形態の効果

本実施の形態に係る試料注入装置 1 においては、容器情報取得モード時に、試料容器 50 内の液面高さと言量との対応関係として液量計算近似式が試料容器 50 の種類ごとに生成される。試料注入モード時には、試料容器 50 内の試料の液面高さが検出され、試料容器 50 の種類に対応する液量計算近似式および検出された液面高さに基づいて試料容器 50 内の試料の量を検出され、検出された量に基づいて試料容器 50 内の試料の吸引および注入部 60 への試料の注入が行われる。したがって、試料容器 50 の内部形状に関わらず試料容器 50 内の液量を正確に取得するとともに、注入部 60 へ正確な量の試料を注入することが可能となる。

[0057] （６）他の実施の形態

上記実施の形態では、試料容器 50 内の液面高さと言量との対応関係として液量計算近似式が用いられるが、対応関係として試料容器 50 内の液面高さの複数の値と言量の複数の値との対応関係を表形式で示す対応テーブルが用いられてもよい。また、上記実施の形態では、液面センサ 20 が試料を吸引および注入するためのニードル 11 に取り付けられるが、ニードル 11 とは別に液面検出用のニードルが設けられ、液面検出用のニードルに液面センサ 20 が取り付けられてもよい。

[0058] 上記実施の形態では、液面センサ 20 として静電容量方式または空気圧検知方式のセンサが用いられるが、液面センサとして光学式のセンサ等の他の

方式のセンサが用いられてもよい。また、上記実施の形態では、送液機構 12 に計量シリンジ 135 が用いられるが、計量シリンジ 135 の代わりにプランジャー式ポンプ等のポンプが用いられてもよい。

[0059] 図 4 のステップ S 16 ～ S 18 の液面高さの算出方法の代わりに図 7 のステップ S 51 ～ S 58 の液面高さの算出方法が用いられてもよい。図 7 の液面高さの算出方法では、複数の液面高さの平均値が算出されているが、これに限定されず、他の演算方法により各液量に対応する複数の液面高さから 1 つの液面高さが算出されてもよい。例えば、複数の液面高さの中間値が算出されてもよい。

[0060] 本発明に係る試料注入装置は、自動試料注入装置、オートサンプラまたは自動試料導入装置とも称され、自動分注装置も含む。

[0061] (7) 請求項の各構成要素と実施の形態の各部との対応

以下、請求項の各構成要素と実施の形態の各部との対応の例について説明するが、本発明は下記の例に限定されない。上記実施の形態における液面センサ 20 および液面高さ算出部 32 が本発明の液面検出部の例であり、制御装置 30 が制御部の例であり、液量計算近似式または対応テーブルが対応関係の例である。請求項の各構成要素として、請求項に記載されている構成または機能を有する他の種々の要素を用いることができる。

符号の説明

[0062] 1…試料注入装置, 10…液体供給部, 11…ニードル, 12…送液機構, 13…移動機構, 20…液面センサ, 30…制御装置, 31…容器情報取得モード制御部, 32…液面高さ算出部, 33…対応関係生成部, 34…液量算出部, 35…動作モード切替部, 36…記憶部, 37…選択部, 38…試料注入モード制御部, 39…液量検出部, 40…ラック, 50, 50a, 50b, 50c…試料容器, 60…注入部, 70…液体供給源, 80…識別情報読取装置, 90…操作部, 100…表示部, 131, 133…サンプルループ, 132…高圧弁, 134…三方弁, 135…計量シリンジ, P1～P6…配管, po1～po4, pt1～pt3…ポート

請求の範囲

[請求項1] 試料容器内に所定量の液体を注入する液体注入動作、試料容器内の試料を吸引する吸引動作、および所定の注入部に試料を注入する試料注入動作を行う液体供給部と、

 試料容器内の液面の高さを検出する検出動作を行う液面検出部と、

 試料容器の内部形状に基づく情報を容器情報として取得するための容器情報取得モードと試料容器内の試料を前記注入部に注入するための試料注入モードとで動作可能な制御部とを備え、

 前記制御部は、前記容器情報取得モード時に、前記液体注入動作および前記検出動作を複数回繰り返すように前記液体供給部および前記液面検出部を制御し、各液体注入動作後の試料容器内の液体の量および前記検出動作により検出される液面の高さに基づいて試料容器内の液体の量と液面の高さとの対応関係を生成し、前記試料注入モード時に、前記検出動作により前記試料容器内の試料の液面の高さを検出するように前記液面検出部を制御し、検出された高さおよび前記対応関係に基づいて試料容器内の試料の量を検出し、検出された量に基づいて前記吸引動作および前記試料注入動作を行うように前記液体供給部を制御する、試料注入装置。

[請求項2] 前記液体供給部は、
 液体の注入、試料の吸引および試料の注入を行うためのニードルと、

 、
 前記ニードルを試料容器および前記注入部に移動させる移動機構と、
 、

 前記液体注入動作時に前記ニードルを通して試料容器内に液体を注入し、前記吸引動作時に前記ニードルを通して試料容器内の試料を吸引し、前記試料注入動作時に前記ニードルを通して試料を前記注入部に注入する送液機構とを含み、

 前記液面検出部は、前記ニードルの先端が試料容器内の液面に接触

したか否かを検出する液面センサと、

前記液面センサの出力信号と前記移動機構により移動する前記ニードルの先端の高さとに基づいて試料容器内の液面の高さを算出する液面高さ算出部とを含む、請求項 1 に記載の試料注入装置。

[請求項3] 前記制御部は、前記容器情報取得モード時において、各液体注入動作後に前記検出動作を複数回行うように前記液面検出部を制御し、前記複数回の検出動作により得られた複数の高さの演算により各液体注入動作後の液面の高さを算出する、請求項 1 に記載の試料注入装置。

[請求項4] 前記制御部により生成された前記対応関係を試料容器の種類ごとに記憶する記憶部と、

前記試料注入モードにおいて使用すべき試料容器の種類についての前記対応関係を選択する選択部とをさらに備え、

前記制御部は、前記選択部により選択された前記対応関係に基づいて試料容器内の試料の量を検出する、請求項 1 に記載の試料注入装置。

[請求項5] 試料容器の種類を示す識別情報を前記試料容器から読み取る情報読取部をさらに備え、

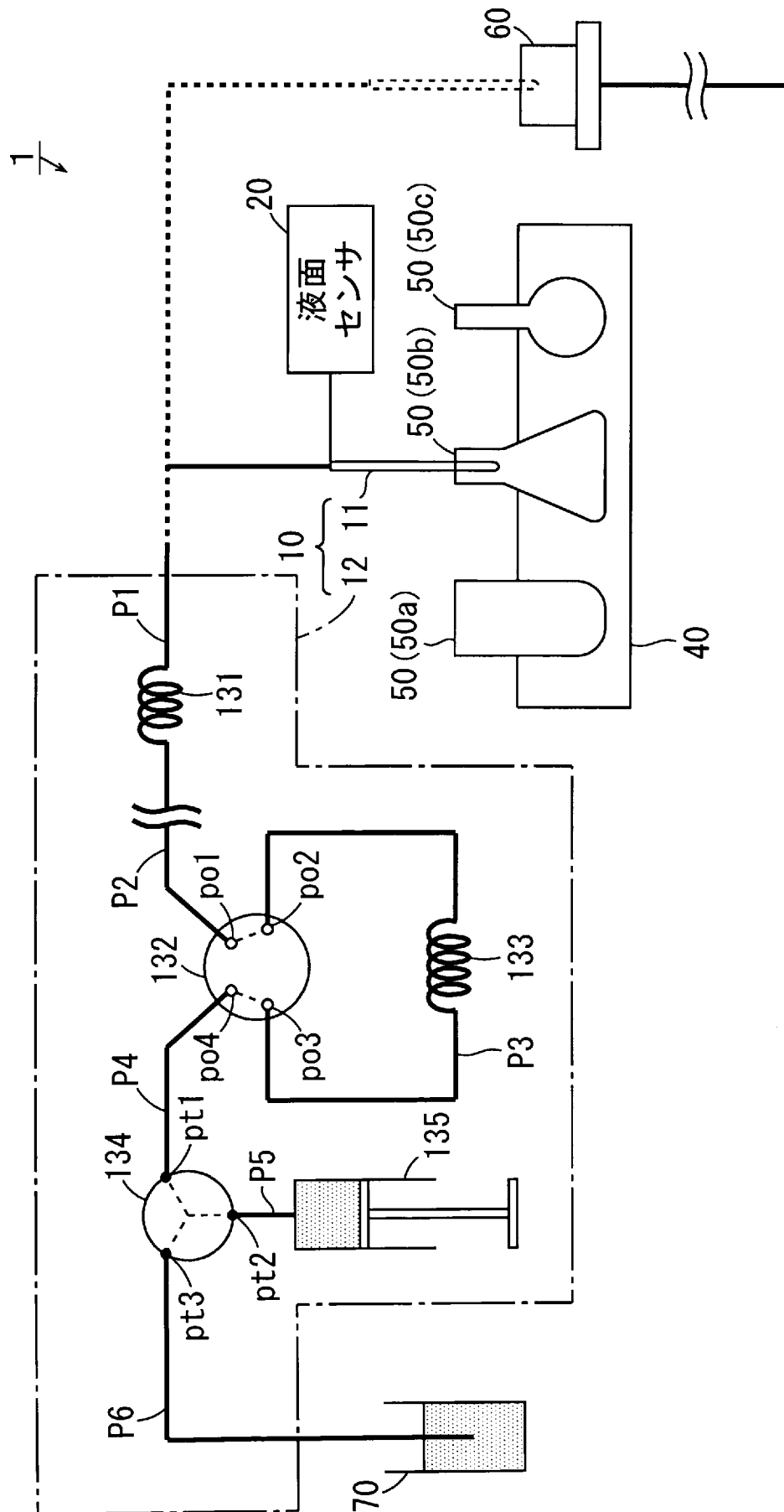
前記選択部は、前記情報読取部により読み取られた識別情報に基づいて、前記対応関係を選択する、請求項 4 に記載の試料注入装置。

[請求項6] 試料容器の内部形状に基づく情報を容器情報として取得する容器情報取得方法であって、

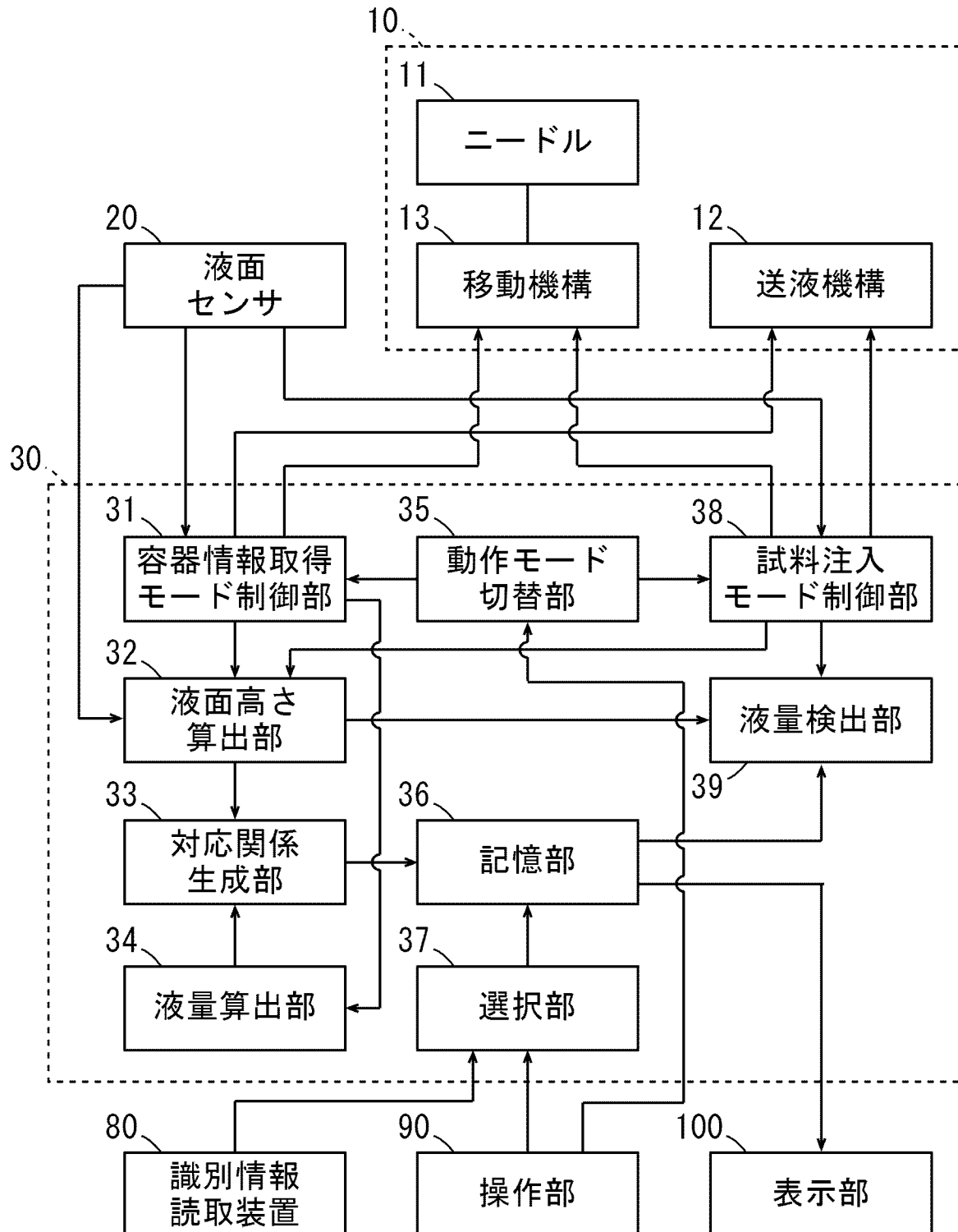
試料容器内に所定量の液体を注入する注入動作および試料容器内の液面の高さを検出する検出動作を複数回繰り返すステップと、

各注入動作後における試料容器内の液体の量および液面の高さに基づいて試料容器内の液体の量と液面の高さとの対応関係を前記容器情報として生成するステップとを含む、容器情報取得方法。

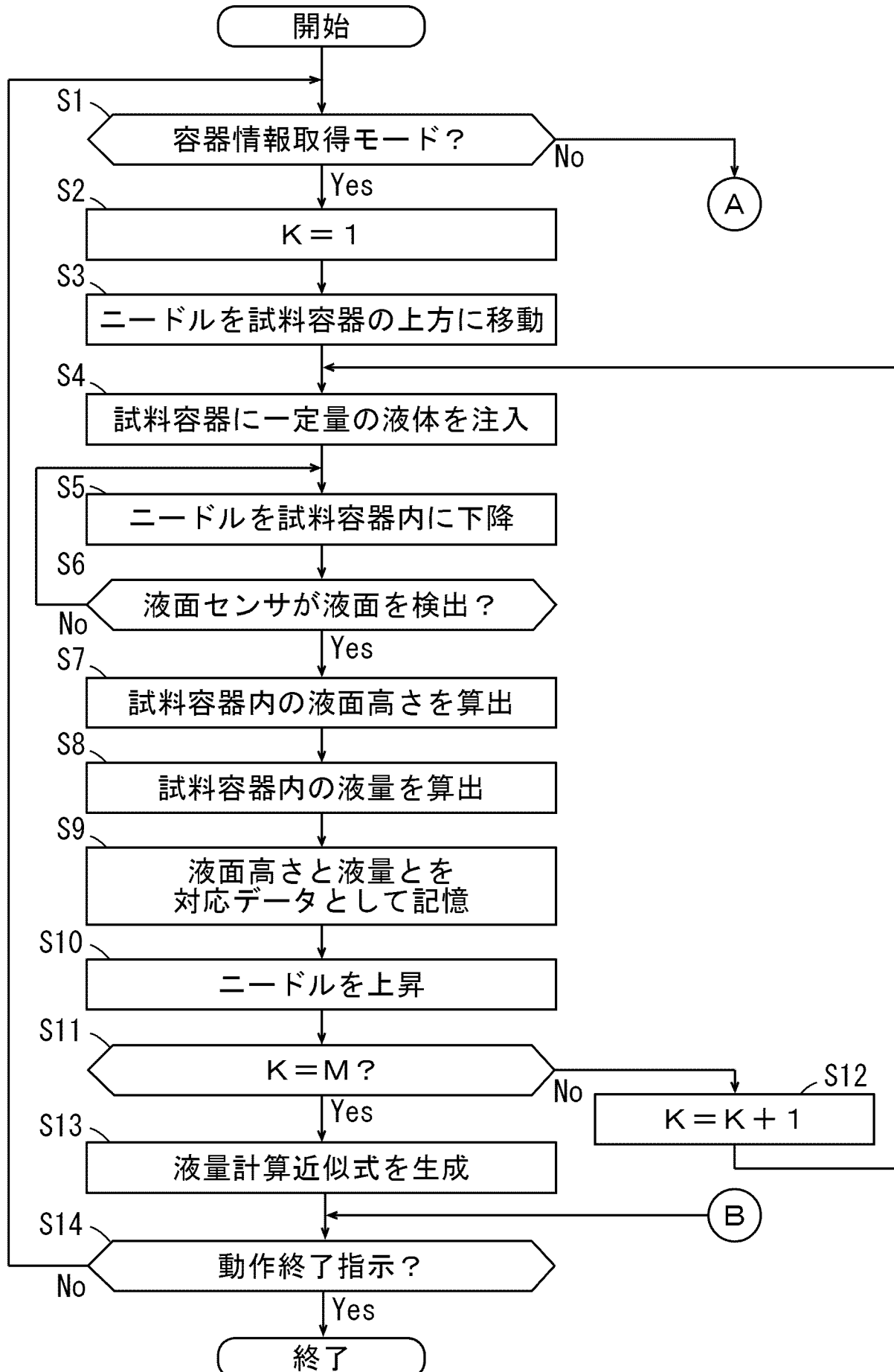
[図1]



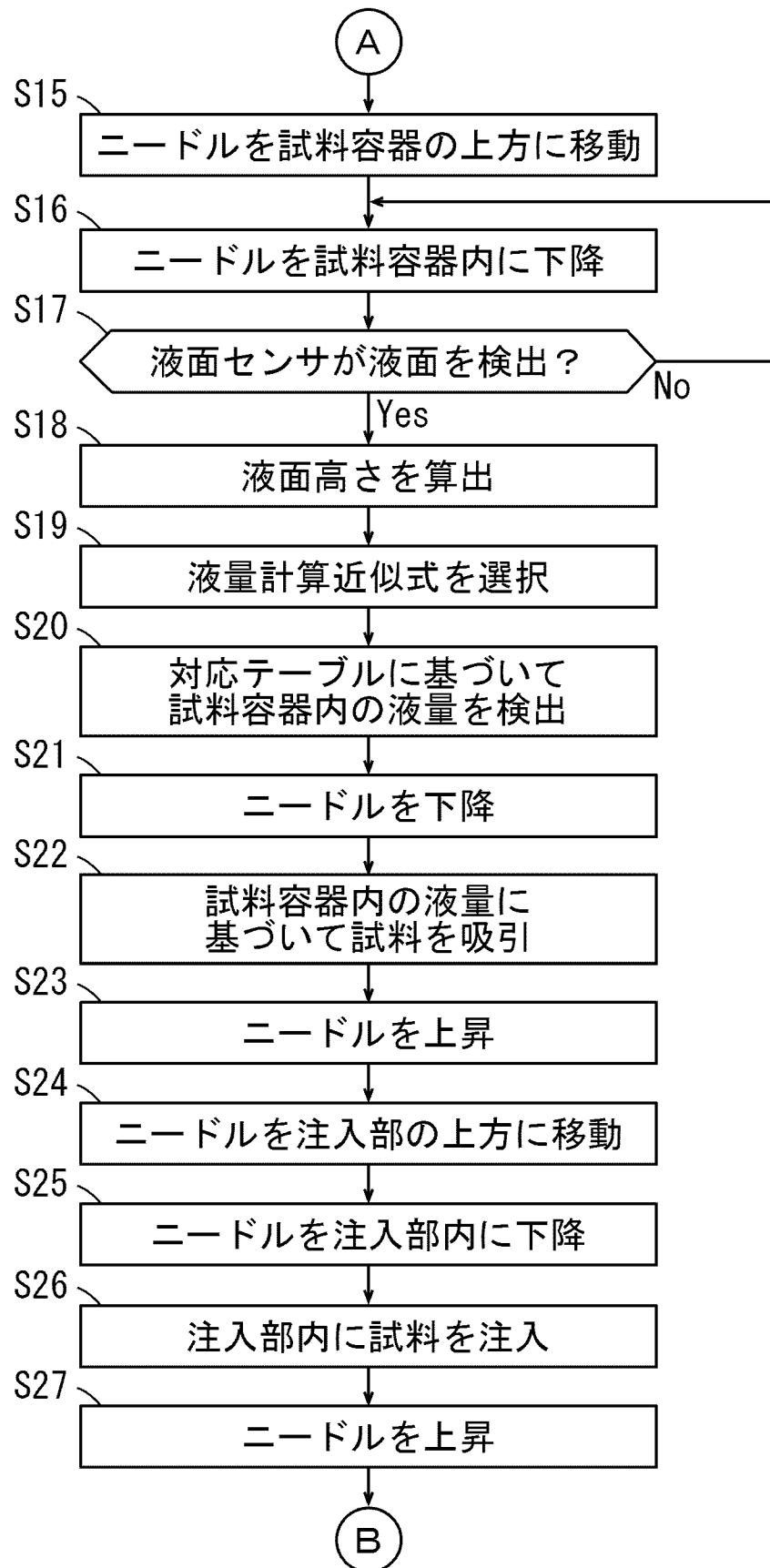
[図2]



[図3]



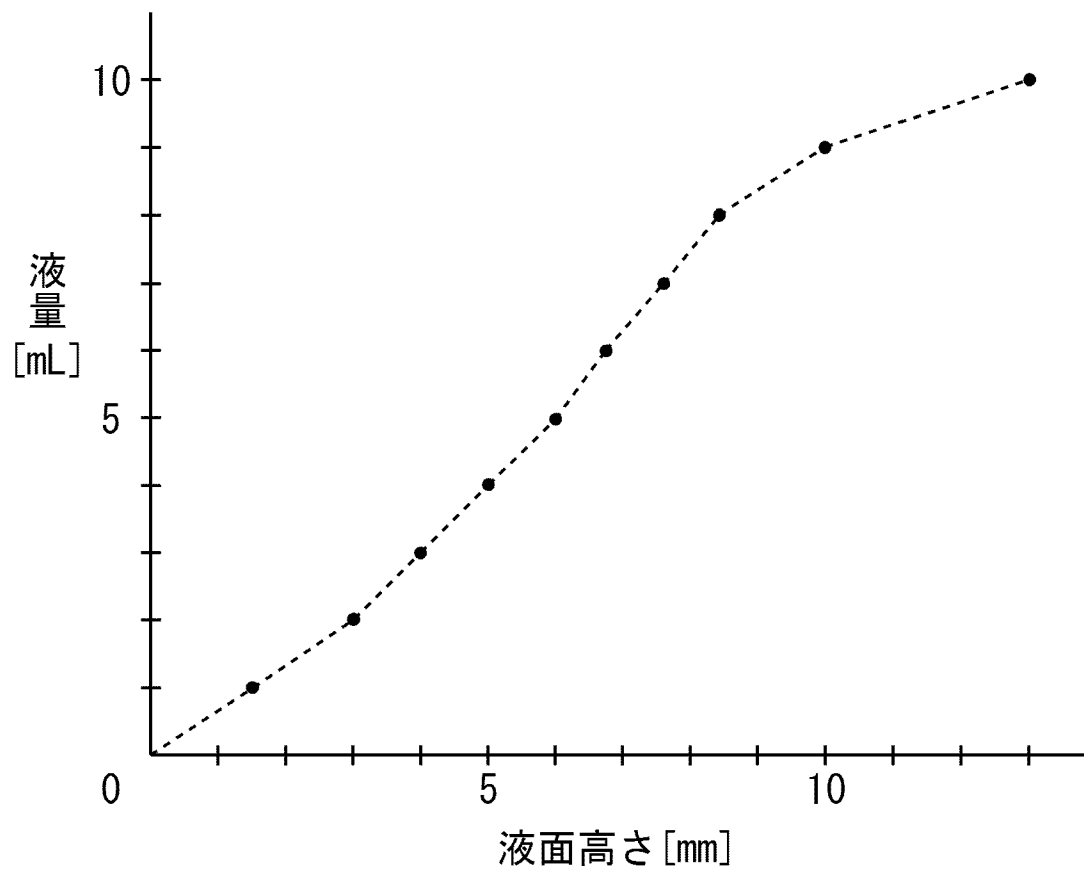
[図4]



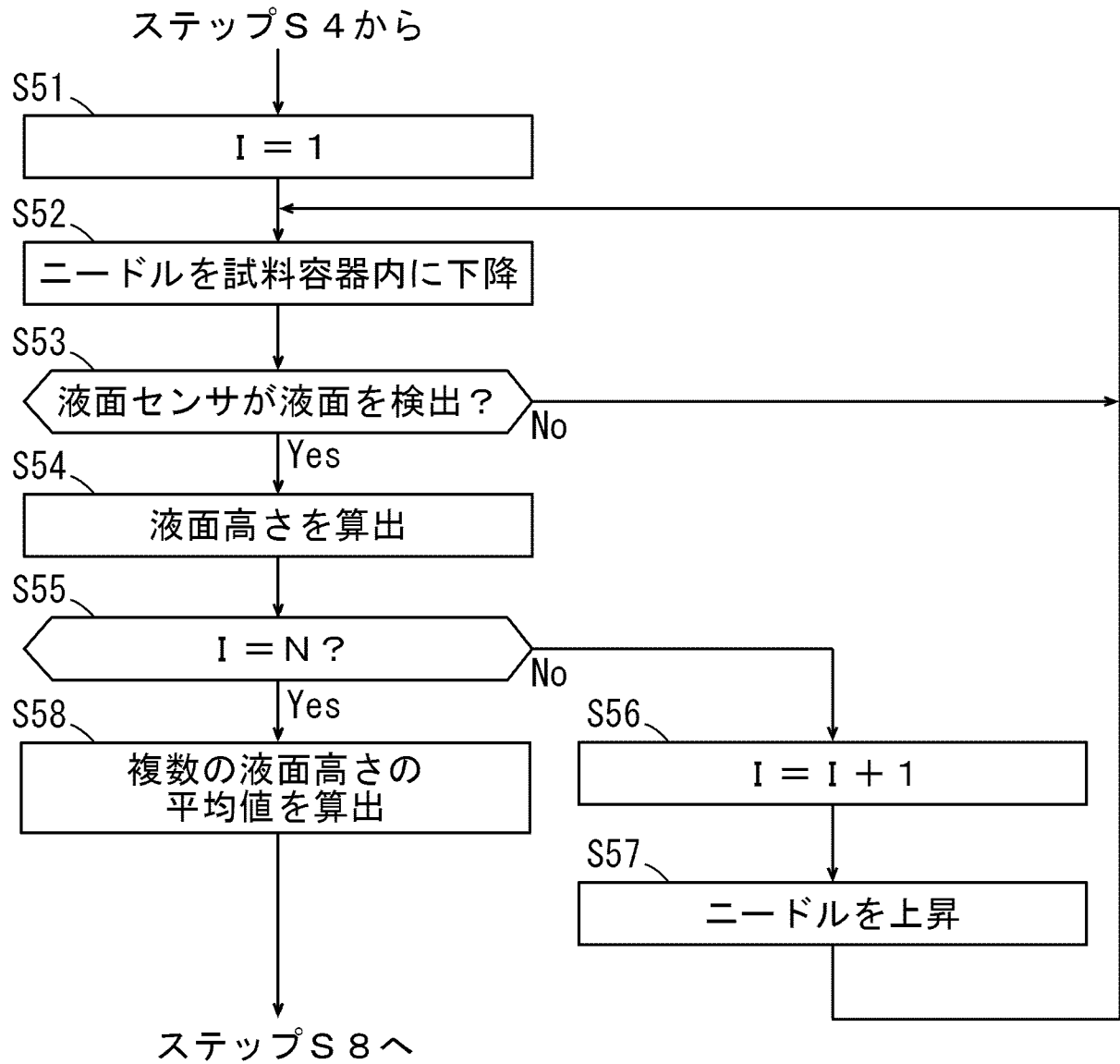
[図5]

回数	試料容器内の液量 [mL]	液面高さ [mm]
1	1.0	1.5
2	2.0	3
3	3.0	4
4	4.0	5
5	5.0	6
6	6.0	6.8
7	7.0	7.6
8	8.0	8.4
9	9.0	10
10	10.0	13

[図6]



[図7]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/003330

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. G01N35/10 (2006.01) i, G01F23/00 (2006.01) i, G01N30/24 (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. G01N35/10, G01F23/00, G01N30/24

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)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2000-46624 A (SYSMEX CORPORATION) 18 February 2000, paragraphs [0009]-[0011], [0016]-[0026], fig. 1-5 (Family: none)	1-2, 4-6 3
Y	JP 8-145763 A (SANYO ELECTRIC CO., LTD.) 07 June 1996, paragraph [0023] (Family: none)	3
A	JP 2003-222630 A (SYSMEX CORPORATION) 08 August 2003, entire text, all drawings (Family: none)	1-6
A	JP 10-123151 A (TOA MEDICAL ELECTRONICS CO., LTD.) 15 May 1998, entire text, all drawings (Family: none)	1-6
A	JP 8-304411 A (OLYMPUS OPTICAL CO., LTD.) 22 November 1996, entire text, all drawings (Family: none)	1-6

☐ 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

"I" 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
13 April 2018 (13.04.2018)

Date of mailing of the international search report
24 April 2018 (24.04.2018)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. G01N35/10(2006.01)i, G01F23/00(2006.01)i, G01N30/24(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. G01N35/10, G01F23/00, G01N30/24

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）

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	JP 2000-46624 A（シスメックス株式会社）2000.02.18, [0009]～[0011]、[0016]～[0026]、図1～5 （ファミリーなし）	1-2, 4-6 3
Y	JP 8-145763 A（三洋電機株式会社）1996.06.07, [0023] （ファミリーなし）	3

☒ 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

13.04.2018

国際調査報告の発送日

24.04.2018

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）

渡▲辺▼ 純也

2 J

3606

電話番号 03-3581-1101 内線 3252

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 2003-222630 A (シスメックス株式会社) 2003. 08. 08, 全文全図 (ファミリーなし)	1-6
A	JP 10-123151 A (東亜医用電子株式会社) 1998. 05. 15, 全文全図 (ファミリーなし)	1-6
A	JP 8-304411 A (オリンパス光学工業株式会社) 1996. 11. 22, 全文全図 (ファミリーなし)	1-6