

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2011-185826

(P2011-185826A)

(43) 公開日 平成23年9月22日 (2011.9.22)

(51) Int.Cl.
G01N 30/24 (2006.01)

F I
G O I N 30/24 A

テーマコード (参考)

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2010-52975 (P2010-52975)
(22) 出願日 平成22年3月10日 (2010.3.10)

(71) 出願人 000001993
株式会社島津製作所
京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地
(74) 代理人 110001069
特許業務法人京都国際特許事務所
(72) 発明者 中村 恭章
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

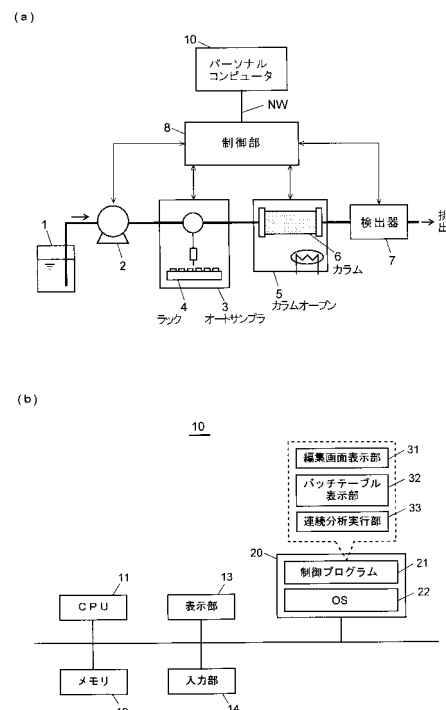
(54) 【発明の名称】 液体クロマトグラフ用分析システム及び該分析システムの制御プログラム

(57) 【要約】

【課題】液体クロマトグラフにおいて、前処理も含めた連続分析を容易に行うことができ、未熟練者であっても所望の分析を行うことが可能な分析システム及び該分析システムの制御プログラムを提供する。

【解決手段】本発明に係る液体クロマトグラフ用分析システムは、前記前処理プログラムを、外部変数を用いてユーザに作成させるための編集画面を表示する編集画面表示部31と、前記外部変数をユーザに入力させるための外部変数設定欄が設けられた、複数の分析を連続実行するためのバッチテーブルを表示するバッチテーブル表示部32と、前記前処理プログラム及び前記バッチテーブルに基づいて、オートサンプラの前処理を含む各々の分析を連続実行させる連続分析実行部33と、を備える。

【選択図】 図3



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

前処理プログラムによる前処理を実行可能なオートサンブラを備える液体クロマトグラフ用分析システムにおいて、

前記前処理プログラムを、外部変数を用いてユーザに作成させるための編集画面を表示する編集画面表示手段と、

前記外部変数をユーザに入力させるための外部変数設定欄が設けられた、複数の分析を連続実行するためのバッチテーブルを表示するバッチテーブル表示手段と、

前記前処理プログラム及び前記バッチテーブルに基づいて、オートサンブラの前処理を含む各々の分析を連続実行する連続分析実行手段と、

を有することを特徴とする液体クロマトグラフ用分析システム。

10

【請求項 2】

前処理プログラムによる前処理を実行可能なオートサンブラを備える液体クロマトグラフ用分析システムの制御プログラムにおいて、コンピュータを、

前記前処理プログラムを、外部変数を用いてユーザに作成させるための編集画面を表示する編集画面表示部、

前記外部変数をユーザに入力させるための外部変数設定欄が設けられた、複数の分析を連続実行するためのバッチテーブルを表示するバッチテーブル表示部、

前記前処理プログラム及び前記バッチテーブルに基づいて、オートサンブラの前処理を含む各々の分析を連続実行させる連続分析実行部、

として機能させることを特徴とする液体クロマトグラフ用分析システムの制御プログラム。

20

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、液体クロマトグラフにおいて液体試料を導入するためのオートサンブラ（液体試料自動サンプリング装置）等から構成される分析システム及び該分析システムを制御するための制御プログラムに関する。

【背景技術】**【0002】**

液体クロマトグラフでは、予めバイアル瓶に準備された多数の液体試料の中から所定の順番で分析対象の試料を自動的に選択して採取しカラムに導入するために、オートサンブラが使用される。ユーザ（分析者）は、予め多数の試料をオートサンブラのラックにセットしておき、そのオートサンブラを制御するパソコン上でユーザがそれら試料の分析順序や分析条件などを設定する。例えば、パソコンの画面上に図1に示すようなバッチテーブル（スケジュールテーブル）が表示されるので、ユーザがそこに条件等を入力した上で分析開始を指示すると、このテーブルに記載された順序に従って試料が選択され、各々設定されている分析条件の下で、各分析が連続的に実行される（特許文献1）。

30

【0003】

近年、分析対象の試料はその種類が非常に多様化し、複雑化している。こうした試料に対して正確な分析を行うためには、単に液体試料を選択的に採取するだけでなく、採取した試料をカラムに導入する前に、例えば成分の濃縮や希釈、不要成分・妨害成分の除去、或いは試薬の添加など、様々な前処理を行わなければならない場合がある。オートサンブラ自体にそのような機能があるとしても、こうした前処理を行うには、図2に示すような前処理プログラムを予め作成し、オートサンブラの動作を制御する必要がある（特許文献2）。

40

【先行技術文献】**【特許文献】****【0004】**

【特許文献1】特開平11-201961号公報

50

【特許文献2】特開平10-281948号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

従来の分析システムでは、分析を行う際にオートサンプラに対して行う制御は、分析対象とする試料が入ったバイアル瓶の選択や該試料のカラムへの注入量の調整などであり、前処理動作そのものを制御することはできなかった。従って、例えば試薬の添加量や種類など前処理の方法がそれぞれ異なる複数の試料に対して連続分析を行う場合、それらの前処理を全て前処理プログラムに予め記載しておく必要があった。

【0006】

しかしながら、オートサンプラの動作を制御する前処理プログラムは非常に複雑かつ長い。そのため、たとえ熟練者であっても前処理プログラムの書き換え作業は面倒である。また未熟練者に至っては、前処理プログラムの書き換え自体が難しく、所望の分析を行うことが困難であった。

【0007】

本発明が解決しようとする課題は、液体クロマトグラフにおいて前処理を含めた連続分析を容易に行うことができ、未熟練者であっても所望の分析を行うことが可能な分析システム及び該分析システムの制御プログラムを提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0008】

上記課題を解決するために成された本発明は、前処理プログラムによる前処理を実行可能なオートサンプラを備える液体クロマトグラフ用分析システムにおいて、

前記前処理プログラムを、外部変数を用いてユーザに作成させるための編集画面を表示する編集画面表示手段と、

前記外部変数をユーザに入力させるための外部変数設定欄が設けられた、複数の分析を連続実行するためのバッチテーブルを表示するバッチテーブル表示手段と、

前記前処理プログラム及び前記バッチテーブルに基づいて、オートサンプラの前処理を含む各々の分析を連続実行する連続分析実行手段と、

を有することを特徴とする。

【0009】

また、上記課題を解決するために成された本発明は、

前処理プログラムによる前処理を実行可能なオートサンプラを備える液体クロマトグラフ用分析システムの制御プログラムにおいて、コンピュータを、

前記前処理プログラムを、外部変数を用いてユーザに作成させるための編集画面を表示する編集画面表示部、

前記外部変数をユーザに入力させるための外部変数設定欄が設けられた、複数の分析を連続実行するためのバッチテーブルを表示するバッチテーブル表示部、

前記前処理プログラム及び前記バッチテーブルに基づいて、オートサンプラの前処理を含む各々の分析を連続実行させる連続分析実行部、

として機能させることを特徴とする。

【0010】

なお、本発明における「外部変数」とは、前処理プログラム内で実際に使用される数値やコマンド等が前処理プログラムの外部（具体的にはバッチテーブルの外部変数設定欄）で与えられる変数のことである。

【発明の効果】

【0011】

本発明は、前処理プログラム中の数値又はコマンドの一部に外部変数を用い、この外部変数を連続分析のスケジュールを行うバッチテーブル内で入力設定できるようにしたものである。これにより、ユーザはバッチテーブル内の外部変数設定欄の変更のみでオートサ

10

20

30

40

50

ンプラの動作を制御することができるため、前処理プログラムを逐一書き換える必要がなくなり、前処理を含めた分析を簡便に行うことができる。また、熟練者が予め外部変数を用いた前処理プログラムを作成しておけば、未熟練者であっても容易にオートサンブラの動作を制御し、所望の分析を行うことが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【0012】

【図1】連続分析を行う際に画面上に表示されるバッチテーブルの一例を示す図。

【図2】前処理プログラムを作成する際に画面上に表示される編集画面の一例を示す図。

【図3】本発明の一実施例である液体クロマトグラフ分析システムの構成図。

【図4】本実施例における前処理プログラムの一例を示す図。

【図5】本実施例におけるバッチテーブルの一例を示す図。

【図6】本発明に係るバッチテーブルの一変形例を示す図。

【発明を実施するための形態】

【実施例】

【0013】

以下、本発明の一実施例である液体クロマトグラフ分析システムについて、図面を参照しつつ説明する。

図3の(a)に示すように、本実施例の液体クロマトグラフ分析システムは、溶離液（移動相）槽1と、送液ポンプ2と、オートサンブラ3と、カラムオープン5に内装されたカラム6と、検出器7と、これら各部をそれぞれ制御する制御部8と、制御部8を通して分析作業を管理したり検出器7で得られたデータを解析・処理等を行うパーソナルコンピュータ（PC）10と、を備える。

【0014】

図3(b)は、PC10の概略構成図である。このPC10は、中央演算処理装置であるCPU（Central Processing Unit）11にメモリ12、LCD（Liquid Crystal Display）等から成るモニタ（表示部）13、キーボードやマウス等から成る入力部14、ハードディスク等の大容量記憶装置から成る記憶部20が互いに接続されている。記憶部20には、制御プログラム21、オペレーティングシステム（OS）22等が備わっている。

【0015】

制御プログラム21は、本発明に特徴的な機能として編集画面表示部31、バッチテーブル表示部32、連続分析実行部33を備えている。これらはCPU11が制御プログラム21を実行することによりソフトウェア的に実現される。

【0016】

編集画面表示部31は、モニタ13の画面上に図4に示すような前処理プログラムの編集画面311を表示させる。この編集画面311自体は図2のものと同一であるが、編集画面311上でユーザが作成する前処理プログラムの数値やコマンド等の一部に所定の外部変数が用いられている（図4の例ではB1、B2、B3が相当）点が従来のものと異なっている。なお、図4の例は前処理プログラムの一部のみを示したものである。

ここで、外部変数名は前処理プログラム内で使用されているコマンド名やパラメータ名と重複しないように注意する必要がある。また、ユーザが使用できる外部変数名やその数はシステム側で予め決めておいても良い。

【0017】

一方、バッチテーブル表示部32は、図5に示すようなバッチテーブル321をモニタ13の画面上に表示する。このバッチテーブル321は、図1に示す従来のものとは、外部変数設定欄322が設けられている点が異なっている。なお、図5の各欄について説明すると、第1列目から順に、分析順序、分析対象とする試料が収められたバイアル瓶の番号、該バイアル瓶が載置されたトレイの番号、分析条件（例えばカラムオープン5の設定温度やカラム6の流量など）を記述したメソッドファイルの名称、分析データを保存するデータファイルの名称、分析対象試料のカラムへの注入量、及び外部変数設定欄322である。

10

20

30

40

50

【 0 0 1 8 】

外部変数設定欄 3 2 2 には、前処理プログラムで使用した外部変数の用途に基づいて数値等を入力する。例えばB1がバイアル番号、B2がトレイ番号、B3が添加量に対応している場合、図 5 のバッチテーブル 3 2 1 は、No. 1 のトレイ上のNo. 1 のバイアル瓶に収められた試料に対して、No. 1 のトレイ上のNo.100のバイアル瓶に収められた添加試薬を5～25uLまで添加しながら連続分析を行い、次にNo. 1 のトレイ上のNo.200のバイアル瓶に収められた添加試薬を5～25uLまで添加しながら連続分析を行う、というスケジュールを示すことになる。また、図 4 に示した前処理プログラムの例では、B1はバイアル番号、B2はトレイ番号、B3は吸引量を示し、さらに前処理プログラムが

```
move vial B2, B3
```

```
dilute B1
```

のように記載されていれば、B1は希釈量、B2はトレイ番号、B3はバイアル番号を示すことになる。このように、前処理プログラム内で使用した外部変数の用途は前処理プログラムの記載によって異なり、ユーザが自由に設定することができる。

【 0 0 1 9 】

連続分析実行部 3 3 は、バッチテーブル 3 2 1 に記載された順序で、制御部 8 に分析条件等の指示を順次出していく。以下に、本実施例の分析システムにおける分析操作を説明する。

【 0 0 2 0 】

PC 1 0 から指示を受けた制御部 8 の制御の下で、送液ポンプ 2 は溶離液槽 1 から吸引した溶離液を略一定流量で、オートサンプラ 3 を介してカラム 6 に流す。オートサンプラ 3 には多数のバイアル瓶が搭載されたサンプルラック 4 がセットされており、編集画面 3 1 1 で作成した前処理プログラム及びバッチテーブル 3 2 1 に基づいて前処理を実行し、前処理が施された後のバイアル瓶内の試料を溶離液中に注入する。注入された試料は溶離液に乗ってカラム 6 へと導入される。試料中の各成分がカラム 6 を通過する時間（保持時間）は成分によって異なるため、カラム 6 を通過する間に試料中の各成分は時間的に分離される。検出器 7 はこうしてカラム 6 により分離されて溶出する成分を順次検出し、検出データを制御部 8 を介して PC 1 0 へ送る。これらの操作がバッチテーブル 3 2 1 に記載された順序で順次行われる。

【 0 0 2 1 】

以上、本発明に係る液体クロマトグラフ分析システムについて実施例を用いて説明したが、上記は例に過ぎないことは明らかであり、本発明の趣旨の範囲内で適宜に変更や修正、又は追加を行っても構わない。

【 0 0 2 2 】

例えば、上記実施例では、外部変数は前処理プログラムでの記載によって用途が変化したが、システム側で外部変数名を用途毎に固定しても良い。この際、外部変数設定欄の各項目を、変数名でなく図 6 のように用途名を表示させることができる。

【 符号の説明 】

【 0 0 2 3 】

- 1 ... 溶離液槽
- 2 ... 送液ポンプ
- 3 ... オートサンプラ
- 4 ... サンプルラック
- 5 ... カラムオープン
- 6 ... カラム
- 7 ... 検出器
- 8 ... 制御部
- 1 0 ... P C
- 1 1 ... C P U
- 1 2 ... メモリ

10

20

30

40

50

- 1 3 ... モニタ
- 1 4 ... 入力部
- 2 0 ... 記憶部
- 2 1 ... 制御プログラム
- 2 2 ... OS
- 3 1 ... 編集画面表示部
- 3 1 1 ... 編集画面
- 3 2 ... バッチテーブル表示部
- 3 2 1 ... バッチテーブル
- 3 2 2 ... 外部変数設定欄
- 3 3 ... 連続分析実行部

【 図 1 】

バッチテーブル

フォルダ: G:\L\Osolution

分析/バイアル番号	トレイ	メソッドファイル	データファイル	注入量	...
1	1	sample.lcm	data001.lcd	1	...
2	1	sample.lcm	data002.lcd	1	...
3	1	sample.lcm	data003.lcd	1	...

【 図 2 】

前処理

モード(M): 前処理プログラム

コマンド	編集ページ番号(P)
1 irinse rv.rs	1
2 vial sn	
3 air.a 3.ss	
4 n.strk ns	
5 a0=iv+ev	
6 aspir a0.ss	
7 air.a 5.ss	
8 inj.p	
9 disp 0.ss	
10 v.load	
11 disp iv.ss	
12 s.inj	
13 irinse rv.rs	
14 exrinse	

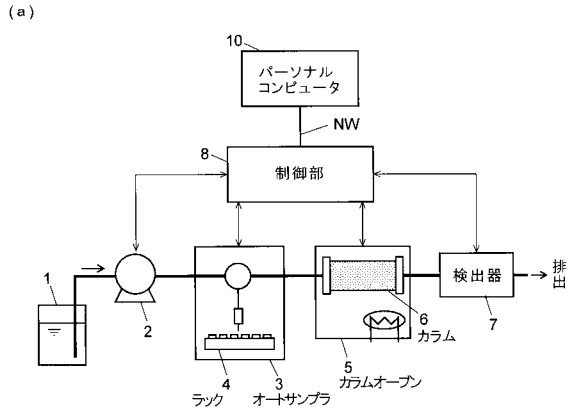
初期値に設定(D)

前処理を開始するページ番号(S) 1

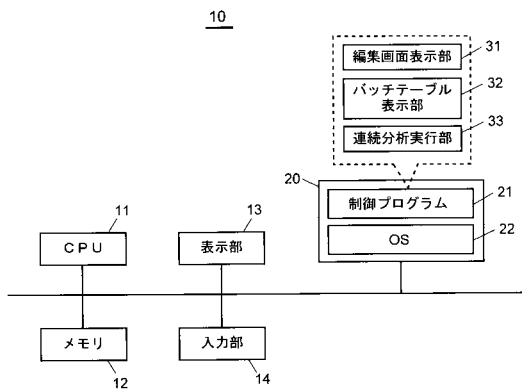
コメント(C)

OK キャンセル

【 図 3 】



(b)



【 図 5 】

321

バッチテーブル									
フォルダ: G:\Csolution									
分析	バイアル番号	トレイ	メソッドファイル	データファイル	注入力	B1	B2	B3	
1	1	1	sample.lcm	data001.lcd	1	100	1	5	B3
2	1	1	sample.lcm	data002.lcd	1	100	1	10	
3	1	1	sample.lcm	data003.lcd	1	100	1	15	
4	1	1	sample.lcm	data004.lcd	1	100	1	20	
5	1	1	sample.lcm	data005.lcd	1	100	1	25	
6	1	1	sample.lcm	data006.lcd	1	200	1	5	
7	1	1	sample.lcm	data007.lcd	1	200	1	10	
8	1	1	sample.lcm	data008.lcd	1	200	1	15	
9	1	1	sample.lcm	data009.lcd	1	200	1	20	
10	1	1	sample.lcm	data010.lcd	1	200	1	25	

322

【 図 4 】

311

前処理

モード(M): 前処理プログラム

コマンド	編集ページ番号(P)	
1	move vial B2, B1	1
2	suck B3	
3		
4		
5		
6		
7		
8		
9		
10		
11		
12		
13		
14		

初期値に設定(D)

前処理を開始するページ番号(S)

1

コメント(C)

OK キャンセル

【 図 6 】

321

バッチテーブル									
フォルダ: G:\Csolution									
分析	バイアル番号	トレイ	メソッドファイル	データファイル	注入力	バイアル	トレイ	追加	
1	1	1	sample.lcm	data001.lcd	1	100	1	5	322
2	1	1	sample.lcm	data002.lcd	1	100	1	10	
3	1	1	sample.lcm	data003.lcd	1	100	1	15	
4	1	1	sample.lcm	data004.lcd	1	100	1	20	
5	1	1	sample.lcm	data005.lcd	1	100	1	25	
6	1	1	sample.lcm	data006.lcd	1	200	1	5	
7	1	1	sample.lcm	data007.lcd	1	200	1	10	
8	1	1	sample.lcm	data008.lcd	1	200	1	15	
9	1	1	sample.lcm	data009.lcd	1	200	1	20	
10	1	1	sample.lcm	data010.lcd	1	200	1	25	

322