

(19)日本国特許庁(JP)

## (12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7071849号

(P7071849)

(45)発行日 令和4年5月19日(2022.5.19)

(24)登録日 令和4年5月11日(2022.5.11)

(51)国際特許分類

G 0 1 N 15/02 (2006.01)

F I

G 0 1 N 15/02

A

請求項の数 4 (全16頁)

(21)出願番号	特願2018-43571(P2018-43571)	(73)特許権者	000115636
(22)出願日	平成30年3月9日(2018.3.9)		リオン株式会社
(65)公開番号	特開2019-158478(P2019-158478 A)		東京都国分寺市東元町3丁目20番41号
(43)公開日	令和1年9月19日(2019.9.19)	(74)代理人	100114971
審査請求日	令和3年2月10日(2021.2.10)		弁理士 青木 修
		(72)発明者	松田 朋信
			東京都国分寺市東元町3丁目20番41号 リオン株式会社内
		(72)発明者	進村 正樹
			東京都国分寺市東元町3丁目20番41号 リオン株式会社内
		(72)発明者	齊藤 光秋
			東京都国分寺市東元町3丁目20番41号 リオン株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 パーティクルカウンタ

## (57)【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

光を出射する光源と、  
2つの光を空間的に重畳する光重畳部と、  
前記光源からの光を分岐して得られる複数の光のうちの第1光を流路内を流れる流体に照射して検出領域を形成する照射光学系と、  
前記検出領域内の前記流体に含まれる粒子からの散乱光のうち、前記照射光学系の光軸とは異なる方向の散乱光を、前記光重畳部に入射させる検出光学系と、  
前記複数の光のうちの第2光を参照光として前記光重畳部に入射させる参照光学系と、  
前記光重畳部によって得られる、前記散乱光と前記参照光との干渉光を受光素子で受光し、  
前記干渉光に対応する検出信号を生成しアンプで増幅する検出部と、  
前記粒子を測定するための測定期間における前記検出信号に基づいて前記粒子の計数を行う計数部と、  
前記第1光および前記散乱光の光路である第1光路および前記第2光の光路である第2光路の少なくとも一方の光路長を所定速度で変化させる光路長可変部とを備え、  
前記所定速度は、前記散乱光と前記参照光との位相差の変化が遅くなることで前記検出信号の周波数が所定値以下になるように、前記流体の流速に基づいて設定されることが、  
を特徴とするパーティクルカウンタ。

## 【請求項2】

前記光路長可変部は、前記第1光路または前記第2光路に配置される固定反射面と、前記

測定期間において、前記光路長が前記所定速度で変化するように可動反射面を配置して、前記可動反射面を移動させるスライダとを備えることを特徴とする請求項 1 記載のパーティクルカウンタ。

【請求項 3】

前記スライダは、前記測定期間において基準位置から前記可動反射面を移動させ、非測定期間において前記可動反射面を前記基準位置に戻すことで、前記可動反射面を往復運動させ、

前記計数部は、前記測定期間において前記粒子の計数を行い、前記非測定期間において前記粒子の計数を行わないこと、

を特徴とする請求項 2 記載のパーティクルカウンタ。

10

【請求項 4】

前記所定速度は、さらに、前記受光素子の周波数特性、および前記アンプの周波数特性に基づいて設定されることを特徴とする請求項 1 から請求項 3 のうちのいずれか 1 項記載のパーティクルカウンタ。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、パーティクルカウンタに関するものである。

【背景技術】

【0002】

20

薬液、水などの液体や空気などの気体である流体中の粒子を測定する装置としてパーティクルカウンタがある。あるパーティクルカウンタでは、光源からの光を照射光と参照光とに分離し、照射光を、粒子を含む流体に照射し、照射光による粒子の散乱光と参照光とを干渉させ、その干渉光に基づき、粒径ごとに粒子を計数している（例えば特許文献 1 参照）。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【文献】特許第 5 8 5 9 1 5 4 号公報

【発明の概要】

30

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

上述のように、干渉光に基づき粒子を計数する場合、フォトダイオードなどの半導体受光素子で干渉光を受光し、光電変換によって干渉光に対応する検出信号が生成され、半導体受光素子の後段のアンプによって、検出信号が増幅される。そして、増幅後の検出信号に基づいて粒子が計数される。

【0005】

他方、粒子からの散乱光と参照光とによる干渉光の強度変化（つまり、干渉光の明暗であり、検出信号の周波数）は、粒子の移動速度（つまり、試料流体の流速）に依存する。例えば、所定量の試料流体をより短時間で測定するためには、試料流体の流速を高くしなければならないので、検出信号の周波数も高くなる。

40

【0006】

したがって、試料流体の流速が高く検出信号の周波数が高い場合、半導体受光素子および／またはアンプの周波数特性に起因して検出信号の振幅レベルが低下してしまい、正確に粒子が計数されない可能性がある。

【0007】

本発明は、上記の問題に鑑みてなされたものであり、試料流体の流速を比較的高くしても正確な粒子計数を行えるパーティクルカウンタを得ることを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

50

本発明に係るパーティクルカウンタは、光を出射する光源と、2つの光を空間的に重畳する光重畳部と、光源からの光を分岐して得られる複数の光のうちの第1光を流路内を流れる流体に照射して検出領域を形成する照射光学系と、検出領域内の流体に含まれる粒子からの散乱光のうち、照射光学系の光軸とは異なる方向の散乱光を、光重畳部に入射させる検出光学系と、複数の光のうちの第2光を参照光として光重畳部に入射させる参照光学系と、光重畳部によって得られる、散乱光と参照光との干渉光を受光素子で受光し、干渉光に対応する検出信号を生成しアンプで増幅する検出部と、粒子を測定するための測定期間における検出信号に基づいて粒子の計数を行う計数部と、第1光および散乱光の光路である第1光路および第2光の光路である第2光路の少なくとも一方の光路差を所定速度で変化させる光路長可変部とを備える。そして、上述の所定速度は、前記散乱光と前記参照光との位相差の変化が遅くなることで前記検出信号の周波数が所定値以下になるように、前記流体の流速に基づいて設定される。

10

【発明の効果】

【0009】

本発明によれば、試料流体の流速を比較的高くしても正確な粒子計数を行えるパーティクルカウンタが得られる。

【図面の簡単な説明】

【0010】

【図1】図1は、本発明の実施の形態1に係るパーティクルカウンタの構成を示すブロック図である。

20

【図2】図2は、図1におけるフローセル2の一例を示す斜視図である。

【図3】図3は、図1におけるフローセル2、検出光学系13、およびビームスプリッタ17の配置を説明する図である。

【図4】図4は、図1におけるビームスプリッタ17における光の重畳について説明する図である。

【図5】図5は、図1における光路長可変部31の一例を示す図である。

【図6】図6は、図6におけるスライダ45の動作速度Vsを説明する図である。

【図7】図7は、図1における検出部4により得られる検出信号について説明するタイミングチャートである。

【図8】図8は、光路長変化による検出信号の周波数変化を説明する図である。

30

【図9】図9は、実施の形態2に係るパーティクルカウンタにおける光路長可変部31の一例を示す図である。

【図10】図10は、実施の形態3に係るパーティクルカウンタにおける光路長可変部31の一例を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0011】

以下、図に基づいて本発明の実施の形態を説明する。

【0012】

実施の形態1.

【0013】

40

図1は、本発明の実施の形態1に係るパーティクルカウンタの構成を示すブロック図である。図1に示すパーティクルカウンタは、光源1、フローセル2、光学系3、検出部4、フィルタ5、および計数部6を備える。

【0014】

光源1は、所定の波長の光（ここではレーザ光）を出射する光源である。この実施の形態では、光源1は、縦シングルモードで高コヒーレントな光を出射する。例えば、光源1には、波長532nmで出力500mW程度のレーザ光源が使用される。

【0015】

フローセル2は、計数対象の粒子を含む流体の流路を形成している。なお、この実施の形態では、計数対象の粒子を含む流体は、液体である。

50

## 【 0 0 1 6 】

図 2 は、図 1 におけるフローセル 2 の一例を示す斜視図である。図 2 に示すように、フローセル 2 は、L 形に屈曲しており、屈曲した流路 2 a を形成する透明な管状の部材である。なお、計数対象の粒子を含む流体が強酸性または強アルカリ性などの薬液である場合、フローセル 2 は、例えば、サファイヤ製とされる。

## 【 0 0 1 7 】

フローセル 2 において、光源 1 からの光を分岐して得られる光のうちの 1 つの光を、流路 2 a 内を流れる流体に照射して、検出領域が形成される。

## 【 0 0 1 8 】

光学系 3 は、ビームスプリッタ 1 1、照射光学系 1 2、検出光学系 1 3、アッテネータ 1 4、ミラー 1 5、ビームエキスパンダ 1 6、ビームスプリッタ 1 7、集光部 1 8 a、1 8 b、および光路長可変部 3 1 を備える。

## 【 0 0 1 9 】

ビームスプリッタ 1 1 は、光源 1 からの光を 2 つの光（第 1 光および第 2 光）に分岐する。第 1 光は、測定光として、照射光学系 1 2 に入射する。また、第 2 光は、参照光として、アッテネータ 1 4 に入射する。例えば、ビームスプリッタ 1 1 は、所定の不均等な比率（例えば 9 0 : 1 0）で光源 1 からの光を分岐しており、測定光の強度は参照光の強度より大きい。

## 【 0 0 2 0 】

照射光学系 1 2 は、フローセル 2 の流路 2 a における流体の進行方向（図 2 における X 方向）とは異なる方向（ここでは、垂直な方向、つまり図 2 における Z 方向）から測定光を、流路 2 a 内を流れる流体に照射する。なお、照射光学系 1 2 は、例えば特開 2 0 0 3 - 2 7 0 1 2 0 号公報に記載されているようなレンズ群で、エネルギー密度が高まるようにレーザ光を整形している。

## 【 0 0 2 1 】

検出光学系 1 3 は、上述の測定光の照射による流路 2 a 内の粒子からの散乱光をビームスプリッタ 1 7 の所定の入射面に入射させる。例えば、検出光学系 1 3 には、集光レンズが使用されたり、背景光を遮蔽するためのピンホール並びにその前後にそれぞれ配置された集光レンズを有する光学系が使用されたりする。

## 【 0 0 2 2 】

この実施の形態では、検出光学系 1 3 の光軸とは異なる方向から測定光が流路 2 a に入射しているため、側方散乱の散乱光が検出光学系 1 3 によってビームスプリッタ 1 7 へ入射する。

## 【 0 0 2 3 】

図 3 は、図 1 におけるフローセル 2、検出光学系 1 3、およびビームスプリッタ 1 7 の配置を説明する図である。具体的には、図 3 に示すように、検出光学系 1 3 は、流路 2 a 内の粒子および流体が発する散乱光のうち、検出領域での流体（つまり、粒子）の進行方向へ沿って発する散乱光をビームスプリッタ 1 7 に入射させる。

## 【 0 0 2 4 】

この実施の形態では、図 3 に示すように、流体（つまり、粒子）の進行方向と、検出光学系 1 3 の光軸とは、同一の方向とされており、検出領域の中心から所定の立体角内の散乱光がビームスプリッタ 1 7 に入射する。

## 【 0 0 2 5 】

他方、ビームスプリッタ 1 1 により分岐した参照光は、アッテネータ 1 4 に入射する。

## 【 0 0 2 6 】

アッテネータ 1 4 は、光の強度を所定の割合で減衰させる。アッテネータ 1 4 には、例えば ND（Neutral Density）フィルタが使用される。ミラー 1 5 は、アッテネータ 1 4 から出射する参照光を反射し、その参照光をビームエキスパンダ 1 6 に入射させる。例えば、ビームスプリッタ 1 1 およびアッテネータ 1 4 によって、参照光の強度は、光源 1 から出射される光の強度の 1 万分の 1 程度とされる。なお、ビームスプリッタ 1 7 に入射する

10

20

30

40

50

参照光の強度は、計数対象の粒子の粒径、散乱光強度などに応じて設定され、その参照光の強度を実現するようにアッテネータ 14 の減衰率などが設定される。

【0027】

ビームエキスパンダ 16 は、参照光のビーム径を所定の径へ拡大し、ビーム径を拡大された参照光を略平行光としてビームスプリッタ 17 の所定の入射面（散乱光の入射面とは別の入射面）に入射させる。

【0028】

この実施の形態では、検出光学系 13、ミラー 15、およびビームエキスパンダ 16 は、ビームスプリッタ 17 において粒子の散乱光の波面形状と参照光の波面形状が略一致するようにする。この実施の形態では、検出光学系 13 およびビームエキスパンダ 16 は、散乱光および参照光をそれぞれ略平行光で出射させている。なお、散乱光および参照光の波面形状は曲面でもよい。

10

【0029】

また、検出光学系 13、ミラー 15、およびビームエキスパンダ 16 は、ビームスプリッタ 17 において偏光角が一致するようにする。

【0030】

このように、この実施の形態では、より干渉の度合いを高めるために、参照光の光路において、参照光の強度、偏光角、および波面形状を制御するアッテネータ 14、ミラー 15、ビームエキスパンダ 16 などが設置されている。

【0031】

ビームスプリッタ 17 は、入射した散乱光と入射した参照光とを空間的に重畳し、強め合うまたは弱め合うように干渉させる。この実施の形態では、ビームスプリッタ 17 は、ビームスプリッタ 11 とは別に設けられている。ビームスプリッタ 17 では、検出領域での粒子の移動に伴う光路長の変化に応じて、散乱光と参照光との位相差が変化し、ビームスプリッタ 17 自体を透過または反射する光によって、後述するように、干渉光の強度が変化する。また、検出領域での流体（つまり、粒子）の進行方向における速度に応じた散乱光と参照光との位相差の変化の周期（つまり周波数）で干渉光の強度が変化する。なお、粒子による散乱光が入射していない期間においては、ビームスプリッタ 17 から、流体による散乱光の透過成分と参照光の反射成分とが干渉し、かつ流体による散乱光の反射成分と参照光の透過成分とが干渉して出射する。この場合、流体の分子は極小であり、かつ極めて多数であるため、それらの散乱光はランダムであり、それらの干渉光の強度変化は粒子によるものに比べて小さい。

20

30

【0032】

集光部 18a は、ビームスプリッタ 17 のある出射面から出射する光を集光し受光素子 21a に入射させる。集光部 18b は、ビームスプリッタ 17 の別の出射面から出射する光を集光し受光素子 21b に入射させる。集光部 18a、18b には、例えば集光レンズが使用される。

【0033】

図 4 は、図 1 におけるビームスプリッタ 17 における光の重畳について説明する図である。図 4 に示すように、ビームスプリッタ 17 では、散乱光 S の反射成分 S1 の光軸と参照光 R の透過成分 R2 の光軸が一致し、散乱光 S の透過成分 S2 の光軸と参照光 R の反射成分 R1 の光軸が一致するように、散乱光 S と参照光 R が入射している。したがって、ビームスプリッタ 17 から、散乱光 S の反射成分 S1 と参照光 R の透過成分 R2 とによる第 1 干渉光と、散乱光 S の透過成分 S2 と参照光 R の反射成分 R1 とによる第 2 干渉光とが出射する。この第 1 干渉光と第 2 干渉光は、集光部 18a、18b を介して検出部 4 の受光素子 21a、21b にそれぞれ入射する。

40

【0034】

なお、ビームスプリッタ 17 の光分岐面に対して散乱光 S および参照光 R はそれぞれ略 45 度で入射しており、透過成分 S2、R2 は散乱光 S および参照光 R に対してそれぞれ同相となり、反射成分 S1、R1 の位相は散乱光 S および参照光 R に対してそれぞれ 90 度

50

遅れるため、第 1 干渉光の強度変化と第 2 干渉光の強度変化とは、後述するように、互いに逆相となる。

【 0 0 3 5 】

また、ビームスプリッタ 1 7 における透過成分と反射成分との比率は、5 0 : 5 0 が好ましいが、6 0 : 4 0 などの不均等な比率でもよい。ビームスプリッタ 1 7 における透過成分と反射成分との比率が不均等である場合、その比率に応じて、電気信号 V 1 における参照光の透過成分と電気信号 V 2 における参照光の反射成分とが同一になるように、アンプ 2 2 a , 2 2 b のゲインが設定される。

【 0 0 3 6 】

なお、ビームダンパ 1 9 は、フローセル 2 を通過した光を吸収する。これにより、フローセル 2 を通過した光の乱反射、漏洩などによる光学系 3 への影響を抑制することができる。

【 0 0 3 7 】

光路長可変部 3 1 は、後述の測定期間において、測定光および散乱光の光路（第 1 光路）の第 1 光路長および参照光の光路（第 2 光路）の第 2 光路長の少なくとも一方を後述の所定速度で変化させる。実施の形態 1 では、光路長可変部 3 1 は、測定期間において第 1 光路長を所定速度で変化させる。例えば、光路長可変部 3 1 による第 1 光路長を変化させない場合、光重畳部となるビームスプリッタ 1 7 において、粒子の散乱光の位相と参照光の位相との位相差は、粒子の移動に伴って発生し、粒子の移動速度と位相の変化速度（つまり、干渉光の強度の変化速度）は比例する。ここで、粒子がビームスプリッタ 1 7 に向かって進む場合、光路長可変部 3 1 によって粒子の移動速度より遅い速度で第 1 光路長を長くするように変化させると、粒子の散乱光の位相と参照光との位相の位相差の変化速度を遅くすることができる。または、光路長可変部 3 1 によって粒子の移動速度より遅い速度で第 2 光路長を短くするように変化させると、粒子の散乱光の位相と参照光の位相との位相差の変化の速さを遅くすることができる。

【 0 0 3 8 】

具体的には、図 3 に示すように、流体（つまり、粒子）の進行方向と同じ方向で散乱光を受光する場合には、光路長可変部 3 1 は、第 1 光路長を所定速度で増加させる。一方、流体（つまり、粒子）の進行方向と反対方向で散乱光を受光する場合には、光路長可変部 3 1 は、第 1 光路長を所定速度で減少させる。なお、第 2 光路長を所定速度で変化させる場合、前述とは逆に第 2 光路長を増加または減少させることで同様の効果が得られる。

【 0 0 3 9 】

図 5 は、図 1 における光路長可変部 3 1 の一例を示す図である。図 5 に示すように、光路長可変部 3 1 は、第 1 光路に配置される 2 つの固定反射面 4 1 , 4 2 と、2 つの可動反射面 4 3 , 4 4 を配置したスライダ 4 5 とを備える。

【 0 0 4 0 】

この実施の形態 1 では、固定反射面 4 1 , 4 2 および可動反射面 4 3 , 4 4 は、平板状のミラー部材でそれぞれ形成される。固定反射面 4 1 , 4 2 および可動反射面 4 3 , 4 4 は、それらに対する測定光の入射角が 4 5 度になるように配置されている。そして、それぞれのミラー 4 1 , 4 2 , 4 3 , 4 4 の反射を利用して第 1 光路長を変化させる。具体的には、後述するように、スライダ 4 5 は、測定期間において、第 1 光路長が所定速度で変化するように 2 つの可動反射面 4 3 , 4 4 を移動させる。

【 0 0 4 1 】

図 6 は、図 5 におけるスライダ 4 5 の動作速度 V s を説明する図である。図 6 に示すように、具体的には、スライダ 4 5 は、基準位置から可動反射面 4 3 , 4 4 の移動を開始し（時刻 T o ）、測定期間において所定速度 + V で可動反射面 4 3 , 4 4 を移動させ、測定期間が終了すると（時刻 T e ）、非測定期間において、可動反射面 4 3 , 4 4 を、所定速度 + V より高い速度で逆方向に移動させて基準位置に戻す。このように、スライダ 4 5 は、可動反射面 4 3 , 4 4 を往復運動させる。

【 0 0 4 2 】

また、検出部 4 は、ビームスプリッタ 1 7 からの干渉光を受光素子 2 1 a , 2 1 b でそれ

10

20

30

40

50

ぞれ受光し、それらの干渉光の差分に対応する検出信号  $V_o$  を生成する。この実施の形態では、図 1 に示すように、検出部 4 は、受光素子 21a、21b、アンプ 22a、22b、および差分演算部 23 を備える。

【0043】

受光素子 21a、21b は、フォトダイオード、フォトトランジスタなどの半導体受光素子であって、入射する光に対応する電気信号をそれぞれ出力する。アンプ 22a、22b は、受光素子 21a、21b から出力される電気信号を所定のゲインで増幅する。ここでは、アンプ 22a、22b は、トランスインピーダンスアンプであって、受光素子 21a、21b の出力電流に応じた出力電圧を生成する。

【0044】

差分演算部 23 は、受光素子 21a により得られる第 1 干渉光に対応する電気信号  $V_1$  と受光素子 21b により得られる第 2 干渉光に対応する電気信号  $V_2$  との差分を演算し検出信号  $V_o$  として出力する。

【0045】

なお、粒子による散乱光成分を含まない状態（流体による散乱光成分と参照光成分）において、電気信号  $V_1$  の電圧と電気信号  $V_2$  の電圧とが同一になるように、アンプ 22a、22b のゲインは調整されている。その代わりに、アンプ 22a、22b のうちの 1 つだけを設け、上述の両者が同一になるように、そのアンプのゲインを調整するようにしてもよい。また、受光素子 21a の電気信号の電圧と受光素子 21b の電気信号の電圧とが同一であれば、アンプ 22a、22b を設けなくてもよい。

【0046】

図 7 は、図 1 における検出部 4 により得られる検出信号について説明するタイミングチャートである。

【0047】

ある粒子が検出領域を時刻  $T_1$  から時刻  $T_2$  までの期間で通過する際に、その期間において粒子による散乱光が生じる。そして、検出領域内での粒子の進行方向への移動に応じて、粒子からビームスプリッタ 17 の光分岐面までの光路長が変化し、粒子による散乱光と参照光との位相差が変化して、干渉光の強度（振幅）は、強め合ったり弱め合ったり変化する。

【0048】

したがって、図 7 に示すように、電気信号  $V_1$  は、粒子がない状態の電圧  $V_{1o}$  を基準として、粒子が検出領域を通過する期間においては、干渉の度合いに応じて基準に対し正負に変動する。同様に、電気信号  $V_2$  は、粒子がない状態の電圧  $V_{2o}$  を基準として、粒子が検出領域を通過する期間においては、干渉の度合いに応じて基準に対し正負に変動する。ただし、その期間における電気信号  $V_1$ 、 $V_2$  の交流成分は、互いに逆相となる。

【0049】

アンプ 22a、22b から出力される電気信号  $V_1$ 、 $V_2$  の基準電圧  $V_{1o}$ 、 $V_{2o}$  は、互いに同一となっているため、差分演算部 23 により得られる検出信号  $V_o$  は、図 7 に示すように、粒子が検出領域を通過する期間においては、電気信号  $V_1$ 、 $V_2$  のそれぞれにおける干渉に起因する交流成分より振幅の大きい（約 2 倍）交流成分を有しており、その期間以外においては、略ゼロの電圧となる。

【0050】

なお、本発明の実施の形態では、粒子が検出領域を通過する際に光路長の変化が大きくなるように、検出領域での流体の進行方向へ沿って発する散乱光を検出することとした。ただし、散乱光を検出できるのであれば、散乱光の検出方向を限定するものではない。

【0051】

なお、流体の媒質である液体からの散乱光（背景光）は、検出領域の全域で発生し、さらに、異なる位置からの背景光も存在するが差分演算により打ち消されるため、検出信号  $V_o$  において、粒子からの散乱光の干渉に起因する交流成分に比べ、背景光の干渉に起因する交流成分は小さくなる。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 5 2 】

この実施の形態では、計数対象の粒子の粒径は、光源 1 から出射される光の波長より小さいため、レイリー散乱による散乱光の強度は、粒径の 6 乗に比例する。これに対し、この散乱光と参照光との干渉光の強度は、光強度  $I$  と電場強度  $E$  の関係式 ( $I = 0.5 \cdot c \cdot E^2$ ) に基づいており、粒径と干渉光の強度  $I_i$  との関係式 ( $I_i = E_r \cdot E_{D0} (D_1 / D_0)^3$ ) から、粒径の比の 3 乗に比例する。よって、散乱光を直接検出するより、干渉光を検出したほうが、粒径を小さくした場合の、その強度の減少が少ない。ここで、 $D_0$ 、 $D_1$  は粒径であり、 $E_r$  は参照光の電場強度であり、 $E_{D0}$  は粒子  $D_0$  からの散乱光の電場強度である。

## 【 0 0 5 3 】

10

また、散乱光と参照光との干渉光の強度の最大値と最低値との差 (散乱光と参照光との位相差が 0 であるときと 180 度であるときの干渉光強度の差  $= 2 \cdot c \cdot E_s \cdot E_r \cdot$  単位面積) は、参照光の電場強度  $E_r$  と散乱光の電場強度  $E_s$  との積に比例する。したがって、散乱光と参照光の強度を高くすることで、十分強い干渉光が得られ、ひいては、十分大きな振幅の検出信号が得られる。参照光の強度は、検出部 4、フィルタ 5、および計数部 7 のダイナミックレンジに応じて検出信号を良好に処理可能な値とされる。

## 【 0 0 5 4 】

例えば、粒径 20 nm の粒子の散乱光強度  $I_s$  が  $7.0 \times 10^{-6} \mu W$  である場合、単位面積当たりの散乱光強度  $I_s / a$  に変換し、光強度と電場強度の関係式 ( $I_s / a = 0.5 \cdot c \cdot E_s^2$ ) から、散乱光の電場強度  $E_s$  は約  $5.8 \times 10^{-3} V/m$  となる。他方、参照光強度  $I_r$  を  $1.2 \mu W$  とすると、参照光の電場強度  $E_r$  は約  $2.4 V/m$  となる。そして、散乱光と参照光が波面全域で干渉したとすると、上述の干渉光強度の差は、約  $1.2 \times 10^{-2} \mu W$  となり、散乱光強度の約 1600 倍となっており、粒径 70 nm の粒子の散乱光強度と同等レベルに増幅される。ここで、 $c$  は光速 ( $m/s$ ) であり、 $F$  は空気の誘電率 ( $F/m$ ) である。

20

## 【 0 0 5 5 】

フィルタ 5 は、検出部 4 により生成された検出信号  $V_o$  に対して、上述の干渉光の強度変化に応じた周波数成分を通過させるフィルタ処理を行う。この実施の形態では、フィルタ 5 は、干渉光の強度変化に応じた周波数成分以外の周波数成分を減衰させるバンドパスフィルタである。このバンドパスフィルタには、流路 2 a 内の流体速度 (つまり、粒子の移動速度) に対応する検出信号  $V_o$  の周波数成分 (つまり、干渉光の強度変化に応じた周波数成分) を通過させ、その流体の進行速度に対応する周波数成分以外の周波数成分を減衰させるように通過帯域が設定される。これにより、検出信号  $V_o$  におけるノイズ成分が減衰され、検出信号  $V_o$  の  $S/N$  比がより高くなる。なお、通過帯域周波数については、粒子の移動速度、測定光の波長 (つまり、光源 1 の波長) などから予め特定される。なお、ノイズの周波数が干渉光の強度変化に応じた周波数より高い場合にはローパスフィルタを使用してもよいし、ノイズの周波数が干渉光の強度変化に応じた周波数より低い場合にはハイパスフィルタを使用してもよい。

30

## 【 0 0 5 6 】

計数部 6 は、測定期間における検出信号  $V_o$  に基づいて粒子の計数を行う。この実施の形態では、計数部 6 は、フィルタ 5 によるフィルタ処理後の検出信号  $V_{o1}$  に基づいて、粒子の計数を行う。また、計数部 6 は、スライダ 4 5 による可動反射面 4 3、4 4 の往復動作を検出して測定期間を特定する。

40

## 【 0 0 5 7 】

また、例えば、計数部 6 は、検出信号  $V_o$  において上述の期間連続する交流成分 (つまり、干渉光の強度変化に応じた周波数成分) を検出すると、その振幅と粒径ごとに定めた所定の閾値とを比較し、粒径ごとに区別して、1 つの粒子をカウントする。

## 【 0 0 5 8 】

この実施の形態 1 では、図 5 に示すように、光路長可変部 3 1 は、スライダ 4 5 の動作とともに、2 つの可動反射面 4 3、4 4 が移動し、2 つの光路区間 5 1、5 2 の長さが変化

50



する。ここで、光路長可変部 3 1 内でスライダ 4 5 の動作とともに長さが変化する光路区間の数を光路区間倍数 B とすると、図 5 に示す光路長可変部 3 1 では、 $B = 2$  である。つまり、スライダ 4 5 による可動反射面 4 3 , 4 4 の移動速度の 2 倍の速度で第 1 光路長が変化する。なお、光路区間倍数 B は、通常 2 以上（例えば偶数）とされるが、1 でもよい。

【0059】

スライダ 4 5 は、測定期間において基準位置から可動反射面 4 3 , 4 4 を移動させ、非測定期間（測定期間と次の測定期間との間の期間）において可動反射面 4 3 , 4 4 をその基準位置に戻すことで、可動反射面 4 3 , 4 4 を往復運動させる。

【0060】

ここで、上述の「所定速度」は、フローセル 2 内の流体の流速、受光素子 2 1 a , 2 1 b の周波数特性、およびアンプ 2 2 a , 2 2 b の周波数特性に基づいて設定される。

10

【0061】

具体的には、受光素子 2 1 a , 2 1 b の応答周波数の上限値およびアンプ 2 2 a , 2 2 b の周波数特性（つまり増幅率の周波数特性）における所定増幅率が得られる周波数の上限値のうちの低いほうの周波数より、干渉光の検出信号の周波数が低くなるように、流速に応じて「所定速度」が設定される。

【0062】

例えば、フローセル 2 内の中心流速を  $V_m$  とし、流体の屈折率を  $r_i$  とし、真空中の光源 1 の波長を  $\lambda$  とし、スライダ 4 5 の動作速度（つまり、可動反射面 4 3 , 4 4 の移動速度）を  $V_s$  とすると、干渉光による検出信号の周波数  $f$  は、次式のように表される。

20

【0063】

$$f = |V_m \times r_i - V_s \times B| / \lambda$$

【0064】

例えば、アンプ 2 2 a , 2 2 b の周波数上限値は 120 kHz 程度であれば、検出信号の周波数  $f$  が 120 kHz 以下になるように、流速  $V_m$  および流体屈折率  $r_i$  に基づいて、スライダ 4 5 の動作速度  $V_s$  および光路区間倍数 B が設定される。

【0065】

次に、実施の形態 1 に係るパーティクルカウンタの動作について説明する。

【0066】

光源 1 は、レーザ光を出射し、ビームスプリッタ 1 1 は、そのレーザ光を測定光と参照光に分岐する。参照光は、アッテネータ 1 4 によって減衰された後、ミラー 1 5 およびビームエキスパンダ 1 6 を経て、略平行光としてビームスプリッタ 1 7 に入射する。

30

【0067】

他方、測定光は、光路長可変部 3 1 を介して、照射光学系 1 2 によってフローセル 2 内の検出領域に入射する。粒子が検出領域を通過すると、検出領域を通過している期間において粒子からの散乱光が発生する。検出光学系 1 3 は、フローセル 2 の流路 2 a 内の流体の進行方向に沿って出射してくる散乱光を略平行光としてビームスプリッタ 1 7 に入射させる。

【0068】

このように、粒子が検出領域を通過している期間においては、ビームスプリッタ 1 7 に参照光と粒子からの散乱光とが入射し、両者の干渉光がビームスプリッタ 1 7 から出射する。

40

【0069】

粒子が検出領域を通過している期間にビームスプリッタ 1 7 から出射する干渉光は、受光素子 2 1 a , 2 1 b によってそれぞれ受光され、干渉光の強度に対応する電気信号が検出信号  $V_o$  として検出部 4 から出力される。特に、実施の形態 1 では、互いに逆相となる上述の第 1 干渉光と第 2 干渉光との差分に基づく検出信号  $V_o$  が生成されるため、電気信号  $V_1$  ,  $V_2$  に対して約 2 倍の振幅の交流成分の検出信号  $V_o$  が得られる。

【0070】

そして、測定期間において、光路長可変部 3 1 のスライダ 4 5 が一定速度で動作し、測定光の光路長が大きくなるように変化させる。これにより、スライダ 4 5 が停止している場

50

合に比べ、粒子の散乱光の位相と参照光の位相との位相差の変化の速度を遅くすることができる。なお、光路長可変部 31 によって参照光の第 2 光路長を短くするように変化させると、前述と同様に、位相差の変化の速度を遅くすることができる。図 8 は、光路長変化による検出信号の周波数変化を説明する図である。位相差の変化の速度を遅くなると、干渉光の強度変化が遅くなり、図 8 に示すように、検出信号  $V_o$  の周波数が低くなる。

【0071】

そして、各測定期間において、計数部 6 は、フィルタ 5 のフィルタ処理後の検出信号  $V_o$  1 に基づいて粒子の計数を行う。

【0072】

以上のように、上記実施の形態 1 によれば、照射光学系 12 は、光源 1 からの光を分岐して得られる複数の光のうちの 1 つの光を、流体の流れる方向とは異なる方向から、流路 2a 内の流体に照射し検出領域を形成する。検出光学系 13 は、検出領域内の流体に含まれる粒子からの散乱光のうち、照射光学系 12 の光軸とは異なる方向の散乱光を、ビームスプリッタ 17 に入射させる。他方、ビームエキスパンダ 16 は、その複数の光のうちの別の光を参照光としてビームスプリッタ 17 に入射させる。検出部 4 は、ビームスプリッタ 17 によって得られる、散乱光と参照光との干渉光を受光素子で受光し、その干渉光に対応する検出信号を生成する。計数部 6 は、測定期間において、その検出信号（ここでは、フィルタ 5 を通過した検出信号）に基づいて粒子の計数を行う。そして、光路長可変部 31 は、第 1 光および散乱光の光路の第 1 光路長と第 2 光の光路の第 2 光路長との光路差の変化速度を低くして、粒子の散乱光の位相と参照光の位相との位相差の変化の速さを遅くするように、測定期間において第 1 光路長および第 2 光路長の少なくとも一方を所定速度で変化させる。

【0073】

これにより、光路長可変部 31 によって干渉光の強度変化の速度が低くなるため、検出信号の周波数が低くなり、試料流体の流速を比較的高くしても、受光素子やアンプの周波数特性に起因する検出信号の振幅レベルを低下させることなく、正確な粒子計数を行える。

【0074】

実施の形態 2 .

【0075】

図 9 は、実施の形態 2 に係るパーティクルカウンタにおける光路長可変部 31 の一例を示す図である。図 9 に示すように、実施の形態 2 では、光路長可変部 31 は、第 1 光路に配置される 4 つの固定反射面 61 ~ 64 と、4 つの可動反射面 65 ~ 68 を配置したスライダ 69 とを備える。スライダ 69 は、測定期間において、第 1 光路長が所定速度で変化するように 4 つの可動反射面 65 ~ 68 を移動させる。

【0076】

したがって、図 9 に示す光路長可変部 31 では、スライダ 69 の動作により長さの変化する光路区間 71 ~ 74 が 4 つである（つまり、 $B = 4$ ）。したがって、図 5 に示す光路長可変部 31（ $B = 2$ ）に比べ、（a）第 1 光路長の同一の変化速度を得るために、スライダ 69 の動作速度 +  $V$  は、スライダ 45 の動作速度 +  $V$  の半分で済み、さらに、（b）同一長の測定期間を得るために、スライダ 69 の移動範囲の幅は、スライダ 45 の移動範囲の幅の半分で済む。また、（c）試料流体の速度をより高くすることもできる。

【0077】

この実施の形態 2 では、固定反射面 61 ~ 64 および可動反射面 65 ~ 68 は、平板状のミラー部材でそれぞれ形成される。

【0078】

スライダ 69 は、測定期間において基準位置から可動反射面 65 ~ 68 を移動させ、非測定期間において可動反射面 65 ~ 68 をその基準位置に戻すことで、可動反射面 65 ~ 68 を往復運動させる。

【0079】

なお、実施の形態 2 に係るパーティクルカウンタのその他の構成および動作については実

10

20

30

40

50

施の形態 1 と同様であるので、その説明を省略する。

【 0 0 8 0 】

実施の形態 3 .

【 0 0 8 1 】

図 1 0 は、実施の形態 3 に係るパーティクルカウンタにおける光路長可変部 3 1 の一例を示す図である。図 1 0 に示すように、実施の形態 3 では、光路長可変部 3 1 は、4 つの直角プリズム 8 1 ~ 8 4 とスライダ 8 5 とを備える。直角プリズム 8 1 ~ 8 3 は、第 1 光路に配置される 6 つの固定反射面 8 1 a , 8 1 b , 8 2 a , 8 2 b , 8 3 a , 8 3 b を有し、直角プリズム 8 4 は、第 1 光路に配置される 2 つの可動反射面 8 4 a , 8 4 b を有する。スライダ 8 5 は、測定期間において、第 1 光路長が所定速度で変化するように、可動反

10

【 0 0 8 2 】

つまり、実施の形態 3 では、直角プリズム 8 1 と直角プリズム 8 4 との間で測定光を全反射させて複数回往復させることで（図 1 0 では、3 往復）、光路区間倍数 B が大きくなっている（図 1 0 では、 $B = 6$ ）。

【 0 0 8 3 】

固定反射面 8 1 a , 8 1 b , 8 2 a , 8 2 b , 8 3 a , 8 3 b および可動反射面 8 4 a , 8 4 b は、それらに対する測定光の入射角が 4 5 度になるように配置されている。

【 0 0 8 4 】

なお、実施の形態 3 に係るパーティクルカウンタのその他の構成および動作については実施の形態 1 と同様であるので、その説明を省略する。

20

【 0 0 8 5 】

実施の形態 4 .

【 0 0 8 6 】

実施の形態 1 ~ 3 では、光路長可変部 3 1 が第 1 光路に設けられているが、実施の形態 4 では、光路長可変部 3 1 が第 2 光路（つまり、参照光側）に設けられるか、第 1 光路および第 2 光路の両方に設けられる。

【 0 0 8 7 】

光路長可変部 3 1 が第 2 光路に設けられる場合には、上述の固定反射面および可動反射面が第 2 光路に配置され、実施の形態 1 ~ 3 のように光路長可変部 3 1 が第 1 光路に設けられる場合とは逆に、測定期間において第 2 光路長を減少させる。

30

【 0 0 8 8 】

また、光路長可変部 3 1 が第 1 光路および第 2 光路の両方に設けられる場合には、第 1 光路に設けられる光路長可変部 3 1 は測定期間において第 1 光路長を増加させ、第 2 光路に設けられる光路長可変部 3 1 は測定期間において第 2 光路長を減少させる。

【 0 0 8 9 】

なお、実施の形態 4 に係るパーティクルカウンタのその他の構成および動作については実施の形態 1 ~ 3 のいずれかと同様であるので、その説明を省略する。

【 0 0 9 0 】

なお、上述の実施の形態に対する様々な変更および修正については、当業者には明らかである。そのような変更および修正は、その主題の趣旨および範囲から離れることなく、かつ、意図された利点を弱めることなく行われてもよい。つまり、そのような変更および修正が請求の範囲に含まれることを意図している。

40

【 0 0 9 1 】

例えば、上記実施の形態 1 ~ 4 では、参照光の光路にビームエキスパンダ 1 6 が設けられているが、その代わりに、あるいは追加的に、ビームスプリッタ 1 1 の前段に、ビームエキスパンダを設けてもよい。また、上記実施の形態 1 ~ 4 では、図 1 に示すように、1 つのミラー 1 5 を使用しているが、3 つのミラーを使用して三次元的に光路の方向を調整するようにしてもよい。また、上記実施の形態 1 ~ 4 では、粒子からの散乱光と参照光とを重畳するためにビームスプリッタ 1 7 を使用しているが、その代わりに、偏光プリズムを

50

使用してもよい。

【 0 0 9 2 】

また、上記実施の形態 1 ~ 4 において、光源 1 は、縦シングルモードで高コヒーレントなレーザ光を出射する光源であることが好ましい。また、検出領域のいずれの位置でも、粒子からの散乱光と参照光との干渉が起こるようなエネルギー分布の光源を使用するのが好ましい。さらに、光源 1 は、レーザ光を出射する光源に限定されず、レーザ光でなく LED 光など、参照光側と粒子散乱光側との光路長差（つまり、光路長可変部 3 1 により光路長が変化した際の光路長差の最大値）が光源 1 の光のコヒーレント長以内になっていればよい。

【 0 0 9 3 】

また、上記実施の形態 1 ~ 4 では、フィルタ 5 および計数部 7 は、アナログ回路としてもよいし、デジタル回路としてもよい。フィルタ 5 および計数部 7 をデジタル回路とする場合には、フィルタ 5 の前段にて検出信号  $V_o$  に対してアナログ - デジタル変換が行われる。

【 0 0 9 4 】

また、上記実施の形態 1 ~ 4 では、図 1 に示すように、光の分岐と光の重畳とが異なるビームスプリッタ 1 1 , 1 7 で行われる、いわゆるマッハツェンダ型の干渉光学系が採用されているが、その代わりに、マイケルソン型やその他の干渉光学系を採用してもよい。

【 0 0 9 5 】

また、上記実施の形態 1 ~ 4 では、図 3 に示すように、検出領域での流体の進行方向から検出しているが、その代わりに、検出領域での流体の進行方向とは反対方向から検出してもよいし、流体の進行方向を逆向きにして検出してもよい。その場合には、光路長可変部は、上記実施の形態 1 ~ 4 における光路長可変部 3 1 の動作とは逆に、第 1 光路に設けられる光路長可変部 3 1 は測定期間において第 1 光路長を減少させ、第 2 光路に設けられる光路長可変部 3 1 は測定期間において第 2 光路長を増加させる。

【 0 0 9 6 】

また、上記実施の形態 1 ~ 4 に係るパーティクルカウンタは、液中パーティクルカウンタであるが、上記実施の形態 1 ~ 4 に係るパーティクルカウンタを、気中パーティクルカウンタに適用してもよい。

【産業上の利用可能性】

【 0 0 9 7 】

本発明は、パーティクルカウンタに適用可能である。

【符号の説明】

【 0 0 9 8 】

- 1 光源
- 4 検出部
- 5 フィルタ
- 6 計数部
- 1 1 ビームスプリッタ（光分岐部の一例）
- 1 2 照射光学系
- 1 3 検出光学系
- 1 6 ビームエキスパンダ（参照光学系の一例）
- 1 7 ビームスプリッタ（光重畳部の一例）
- 2 1 a , 2 1 b 受光素子
- 3 1 光路長可変部
- 4 1 , 4 2 , 6 1 ~ 6 4 , 8 1 a , 8 1 b , 8 2 a , 8 2 b , 8 3 a , 8 3 b 固定反射面
- 4 3 , 4 4 , 6 5 ~ 6 8 , 8 4 a , 8 4 b 可動反射面
- 4 5 , 6 9 , 8 5 スライド

10

20

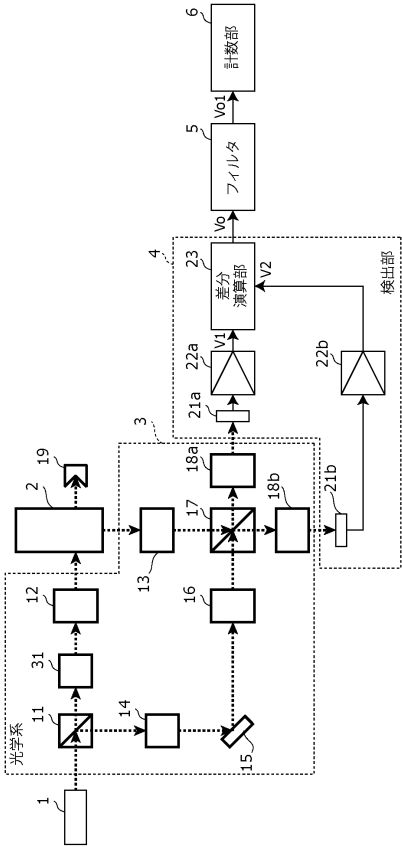
30

40

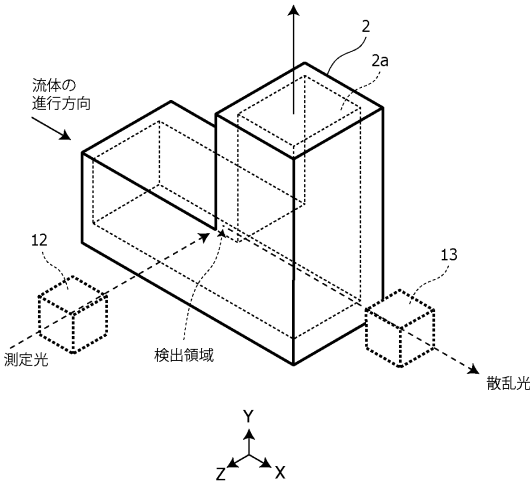
50

【図面】

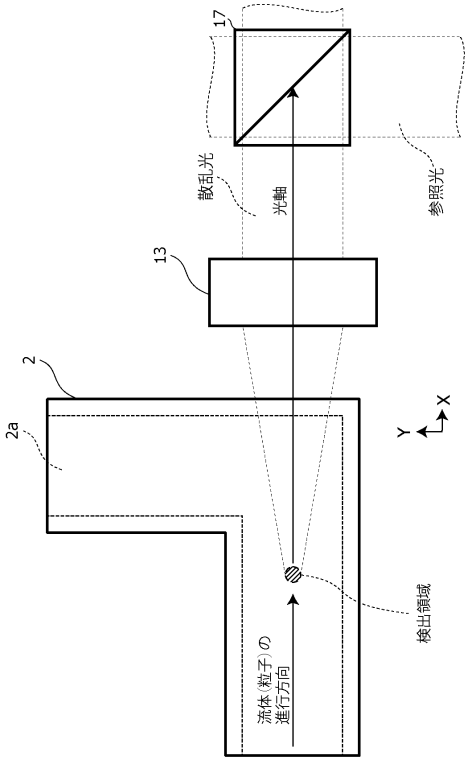
【図 1】



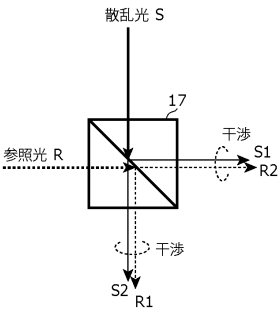
【図 2】



【図 3】



【図 4】



10

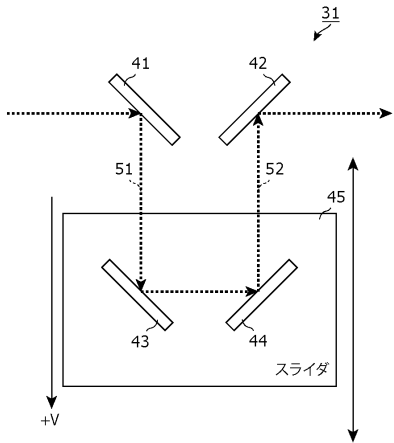
20

30

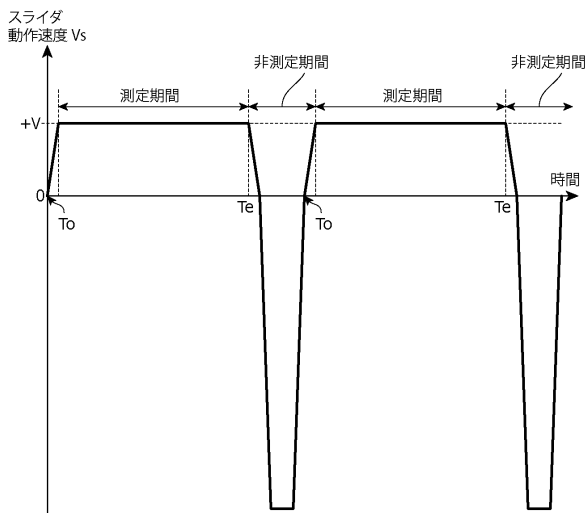
40

50

【図 5】

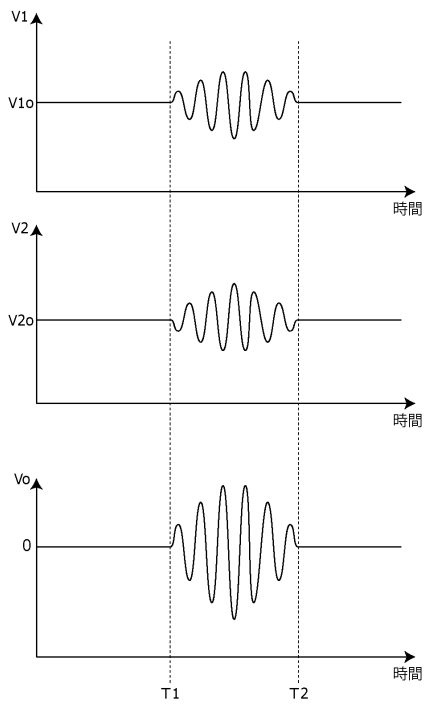


【図 6】

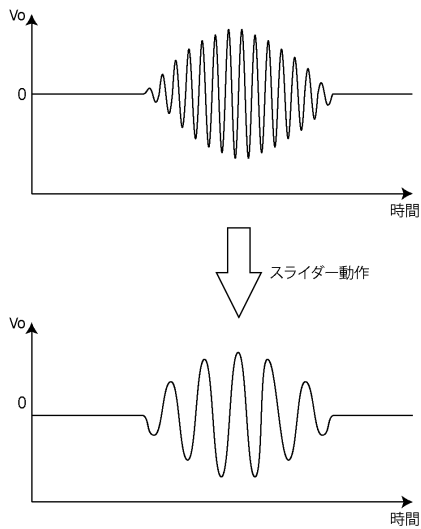


10

【図 7】



【図 8】



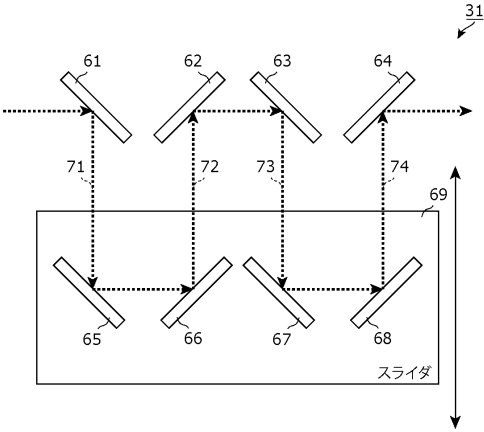
20

30

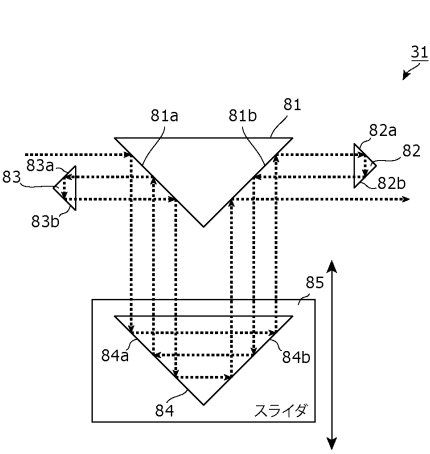
40

50

【図 9】



【図 10】



10

20

30

40

50

---

フロントページの続き

(72)発明者 山川 雄生  
東京都国分寺市東元町3丁目20番41号 リオン株式会社内

審査官 北条 弥作子

(56)参考文献 特開2005-121600(JP,A)  
特開2007-333409(JP,A)  
特開2014-153063(JP,A)  
特開2016-164530(JP,A)  
特開2017-102068(JP,A)  
特開平10-232204(JP,A)  
国際公開第2017/109928(WO,A1)  
特開昭62-228185(JP,A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

G01N 15/00 - 15/14

G01N 21/45

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamIII)