

(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
2020年6月4日(04.06.2020)



(10) 国際公開番号

WO 2020/111208 A1

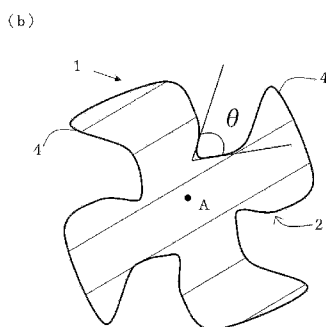
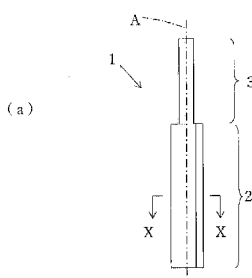
- (51) 国際特許分類:
B01F 7/16 (2006.01) *G01N 35/02* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2019/046679
- (22) 国際出願日: 2019年11月28日(28.11.2019)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2018-223756 2018年11月29日(29.11.2018) JP
- (71) 出願人: 京セラ株式会社 (KYOCERA CORPORATION) [JP/JP]; 〒6128501 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地 Kyoto (JP).
- (72) 発明者: 重吉 秀和 (SHIGEYOSHI, Hidekazu); 〒6128501 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地 京セラ株式会社内 Kyoto (JP). 四方 邦英 (SHIKATA, Kunihide); 〒6128501 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地 京セラ株式会社内 Kyoto (JP).

- (74) 代理人: 特許業務法人ブナ国際特許事務所 (BUNA PATENT ATTORNEYS); 〒5406591 大阪府大阪府中央区大手前1丁目7番31号 OMMビル8階 Osaka (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, 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,

(54) Title: STIRRER BAR AND STIRRING DEVICE

(54) 発明の名称: 攪拌棒および攪拌装置

[図1]



(57) Abstract: This stirrer bar 1 comprises an integrally molded ceramic product provided with a stirring part 2, wherein the cross-section orthogonal to the shaft core has a given shape along the axial direction. In said cross-section, multiple protrusions 4 are disposed in the circumferential direction, and the angle θ between adjacent protrusions 4 is smaller than the angle resulting from dividing 360° by the number of said protrusions. The stirrer bar 1 is provided with the stirring part 2 that has the multiple protrusions 4 and a shaft part 3, which is integrally formed on one end face of said stirring part 2 in the axial direction so as to have the same shaft core as the stirring part 2.

(57) 要約: 本開示に係る攪拌棒 1 は、軸心に直交する断面が軸方向に沿って一定の形状を有する攪拌部 2 を備えた、セラミックスの一体成形品からなり、前記断面において、複数の凸部 4 が周方向に配置されており、隣接する凸部 4 間の角度 θ が 360° を前記凸部の個数で除した角度よりも小さい。攪拌棒 1 は、複数の凸部 4 を有する攪拌部 2 と、この攪拌部 2 の軸方向の一端面に攪拌部 2 と同一軸心を有するように一体に形成された軸部 3 とを備える。

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：

- 一 国際調査報告（条約第21条(3)）

明 細 書

発明の名称： 攪拌棒および攪拌装置

技術分野

[0001] 本開示は、液体を攪拌するための攪拌棒およびこの攪拌棒を備えた攪拌装置に関する。

背景技術

[0002] 従来、主として医療目的で、血液、尿、その他の生化学的試料を分析する分析装置には、試料溶液を攪拌する攪拌装置が搭載されている。この攪拌装置には試料溶液を攪拌するための攪拌棒が備えられている。攪拌棒には試料溶液や試薬等に対して耐薬品性が求められる。そのために、攪拌棒は、例えばフッ素系樹脂を用いて表面加工したステンレス等の金属材料や、ポリエチレン、ポリプロピレンなどの樹脂材料から形成されている。中でも、テトラフルオロエチレン、トリフルオロエチレン、クロロトリフルオロエチレン、F E P（テトラフルオロエチレンとヘキサフルオロプロピレンの共重合体）等のフッ素系樹脂で表面を被覆したステンレス製の攪拌棒が、耐久性とコストの面から好適に使用されている（例えば、特許文献1、2）。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開2009-145269号公報、図3

特許文献2：特開平8-136550号公報

発明の概要

[0004] 本開示の攪拌棒は、軸心に直交する断面が軸方向に沿って一定の形状を有する攪拌部を備えた、セラミックスの一体成形品からなり、上記断面において、複数の凸部が周方向に配置されており、隣接する凸部間の角度が360°を上記凸部の個数で除した角度よりも小さい。

[0005] 本開示の攪拌装置は、上記の攪拌棒を備える。

図面の簡単な説明

[0006] [図1] (a) および (b) は、それぞれ本開示の攪拌棒の一実施形態を示す正面図およびそのX-X線断面図である。

[図2] 本開示の攪拌棒の製造工程を示す概略図である。

[図3] 本開示の攪拌棒の反りを説明するための概略図である。

[図4] 本開示の攪拌棒の使用状態を示す概略図である。

[図5] (a) および (b) は、それぞれ本開示の攪拌棒の他の実施形態を示す正面図である。

発明を実施するための形態

[0007] 以下、本開示の一実施形態に係る攪拌棒を図面に基づいて説明する。図1 (a) に示すように、本実施形態に係る攪拌棒1は、攪拌部2と、この攪拌部2の軸方向の一端面に攪拌部2と同一軸心Aを有するように攪拌部2と一体に形成された軸部3とを備えている。

[0008] 攪拌部2は、軸心Aに直交する断面が軸方向に沿った攪拌部2の全長にわたって一定の形状を有する。すなわち、図1 (b) に示すように、攪拌部2の断面は、複数の凸部4が周方向に配置された形状を有する。本実施形態に係る攪拌棒1は、複数の凸部4を備えていることにより軸方向に流れを発生させて攪拌することができる。

[0009] 攪拌棒1は、耐薬品性に優れたセラミックスの一体成形品からなる。すなわち、複数の凸部4が周方向に配置された断面形状を全長にわたって有する攪拌部2は、例えば、押出成形により得ることができる。

[0010] 押出成形は以下の手順で行う。まず、原料（粉末状）に水およびバインダー（粘結剤）を添加・混合してシリンダ内に連続供給して加熱溶融させ、次に、この溶融した材料を、シリンダ内のスクリーンの回転によってシリンダ前部のダイスを通して押し出し、冷却して成形する。図2に示す、押し出された成形品11は、全長にわたって図1 (b) に示す断面形状を有する。この成形品11を焼成後、研削・研磨工程にて成形品11を回転させながら一端部を研削・研磨して軸部3を形成する。このとき、軸部3と攪拌部2とは軸心Aを共通にする。

- [0011] なお、軸部3の断面形状は特に限定されず、例えば円形、四角形、楕円形状等が挙げられる。
- [0012] また、研削・研磨工程では、焼成された攪拌棒1のバリや傷を除去し、平滑にする。このとき、攪拌部2の周面、とくに凸部4は全面を曲面状にするのが好ましい。これにより、攪拌棒1に部分的な応力集中が発生せず、ヒビや破損が減少し、耐久性が向上する。
- [0013] このようなセラミックスの原材料としては、耐薬品性に優れたものであれば特に限定されず、例えば高純度アルミナ、ジルコニア、窒化ケイ素、炭化ケイ素、アルミナジルコニア複合材料などが挙げられる。
- [0014] 図1(b)に戻って、攪拌部2の周方向に配置された複数の凸部4は、軸心Aから半径方向に放射状に延びており、各凸部4は等間隔で配置されている。
- [0015] また、凸部4は先端に向かって幅が細くなる先細形状を有している。このような先細形状であれば、凸部4の先端部が受ける抵抗（応力）が軽減され、耐久性が向上する。
- [0016] 前記したように、凸部4は全面が曲面状に形成されている。そのため、隣接する凸部4、4の間、すなわち谷部も曲面状である。
- [0017] 本実施形態では、隣接する凸部4、4間の角度は、 360° を凸部4の個数で除した角度よりも小さい。すなわち、各凸部4は、付け根部よりも、軸心Aから離れた位置において太くなっている。そのため、攪拌棒1の外周と攪拌槽9の内壁との対向する面積が大きくなるため、流体にかかるせん断力が大きくなり、混合効率を高めることができる。
- [0018] 隣接する凸部4、4間の角度は、 360° を凸部4の個数で除した角度を α としたときに、角度 α よりも $1/4\alpha$ 以上小さくてもよい。これにより、混合効率をより高めることができる。
- [0019] また、本実施形態では、隣接する凸部4、4の角度 θ は 90° 未満の鋭角を形成してもよい。具体的には、角度 θ は 40° 以上、 90° 未満の範囲であってもよい。角度 θ が鋭角に形成されると攪拌棒1の外周と攪拌槽9の内

壁との対向する面積がさらに大きくなるため、流体にかかるせん断力がさらに大きくなり、混合効率を高めることができるという効果がある。

[0020] ここで、角度 θ とは、隣接する凸部4，4において、最も谷部に近い部位の接線同士のなす角度をいう。図1（b）に示すような形状の凸部4の場合は、一方の凸部4の外側接線と他方の凸部4の内側接線との角度をいう。

[0021] また、図3に示すように、攪拌棒1は、軸心Aが弓形に反った形状を有していてもよい。図3では、便宜上、攪拌部2が反った状態を示しているが、軸部3の軸心Aも同様に反っている。反りの程度は、攪拌部2の長さを40 mmとしたとき、図3に示すx（攪拌部2において鉛直線から最も離隔した距離）が0.2 mm以下であるのが好ましい。図3に示すxは、例えば隙間ゲージ等によって測定可能である。攪拌部2の長さが40 mm以外の場合は、これに比例する関係の距離xを選択すればよい。

[0022] このように、攪拌部2が反りを有することにより攪拌効率が向上する。攪拌部2に反りを付与するには、例えば成形品11の焼成時の温度および焼成時間を制御すればよい。

[0023] 図4に示すように、攪拌棒1は、攪拌装置の攪拌槽9内に攪拌部2を下にして挿入される。軸部3は、上部が試料溶液8の液面から突出している。液面から突出した軸部3には、攪拌棒1を回転させるモーターなどを備える駆動部（図示せず）が接続され、攪拌棒1を回転させる。

[0024] 本実施形態における攪拌棒1は、攪拌部2が攪拌槽9の少なくとも底部近くに位置しているので、試料溶液8の粘度に拘らず効率よく攪拌することができる。特に攪拌部2が軸方向に長く形成されていると、高粘度の試料溶液8を攪拌するのに好適である。攪拌部2は試料溶液8の深さ（攪拌槽9の底面から液面までの高さ）に対して半分以下であればよい。

[0025] 本開示の攪拌棒は図1の実施形態に限定されるものではなく、種々の変形が可能である。例えば、図5（a）に示すように攪拌部2が下部にあるものであってもよく、図5（b）に示すように、複数の攪拌部2 a、2 b、2 cを

軸部3に沿って配列したものであってもよい。

[0026] また、軸部3に設けられる凸部4の数は、図示した4つに限定されず、3～5の範囲で適宜選択可能である。

[0027] さらに、以上の実施形態では、軸部3は攪拌部2と押出成形等によって一体に成形されているが、軸部3を攪拌部2と別に作製し、攪拌部2の端面に設けた凹部に軸部3を装着して固定したものであってもよい。このとき、軸部3は断面が円形や楕円形であってもよく、空回り防止のために四角形状であってもよい。

[0028] また、上記セラミックスは、閉気孔を有し、隣り合う閉気孔の重心間距離から閉気孔の円相当径の平均値を差し引いた値(A)が $20\mu\text{m}$ ～ $85\mu\text{m}$ であってもよい。値(A)が $20\mu\text{m}$ 以上であると、空隙部分が密集することなく分散して配置されているので、高い機械的特性を有する。値(A)が $85\mu\text{m}$ 以下であると、攪拌部2の外周面から軸心方向に、または、攪拌部2の端面もしくは軸部3の端面から内部に向かって研磨等の加工をする場合、良好な加工性が得られる。さらに、隣り合う閉気孔間の間隔が狭くなるので、熱衝撃によって生じるマイクロクラックの伸展を抑制することができる。

[0029] 閉気孔の重心間距離は、以下の方法で求めることができる。

[0030] まず、例えば、攪拌部2の端面から内部に向かって、平均粒径 D_{50} が $3\mu\text{m}$ のダイヤモンド砥粒を用いて銅盤にて研磨する。その後、平均粒径 D_{50} が $0.5\mu\text{m}$ のダイヤモンド砥粒を用いて錫盤にて研磨することにより研磨面を得る。これらの研磨により、研磨面の算術平均粗さ R_a は、 $0.01\mu\text{m}$ ～ $0.2\mu\text{m}$ とすることができる。研磨面の算術平均粗さ R_a は、JIS B 0601:1994に準拠して求めることができ、触針の半径を $5\mu\text{m}$ 、触針の材質をダイヤモンド、測定長さを 1.25mm 、カットオフ値を 0.25mm とすればよい。

[0031] 研磨面を200倍の倍率で観察し、平均的な範囲を選択して、例えば、面積が 0.105mm^2 （横方向の長さが $374\mu\text{m}$ 、縦方向の長さが $280\mu\text{m}$ ）

m) となる範囲をCCDカメラで撮影して、観察像を得る。この観察像を対象として、画像解析ソフト「A像くん(ver 2.52)」(登録商標、旭化成エンジニアリング(株)製)を用いて分散度計測の重心間距離法という手法で閉気孔の重心間距離を求めればよい。以下、画像解析ソフト「A像くん」と記載した場合、旭化成エンジニアリング(株)製の画像解析ソフトを示す。

[0032] この手法の設定条件としては、例えば、画像の明暗を示す指標であるしきい値を86、明度を暗、小図形除去面積を $1\mu\text{m}^2$ 、雑音除去フィルタを有とすればよい。観察像の明るさに応じて、しきい値を調整してもよい。明度を暗とし、2値化の方法を手動とし、小図形除去面積を $1\mu\text{m}^2$ および雑音除去フィルタを有とした上で、観察像に現れるマーカが閉気孔の形状と一致するように、しきい値を調整すればよい。

[0033] 凸部4の接液面を含む断面において、接液面上における珪素の濃度は、接液面と平行な内部の仮想面上における珪素の濃度よりも高いのがよい。

[0034] 純水に対する珪素の接触角は小さいため、このような構成であると、水溶性の洗剤を用いて洗浄した場合、汚れの除去効率を高くすることができる。

[0035] 珪素の濃度は、接液面を含む研磨した断面を対象に、電子線マイクロアナライザ(EPM A)を用いた珪素のカラーマッピング像(横方向の長さが $120\mu\text{m}$ 、縦方向の長さが $90\mu\text{m}$)を観察すればよい。

[0036] また、凸部4の接液面におけるセラミックスは、複数の結晶粒子と、粒界相とを有し、隣り合う結晶粒子の間に位置する粒界相の幅(w)は、 $0.7\mu\text{m}\sim 2.6\mu\text{m}$ であって、粒界相の幅(w)に対する粒界相の深さ(d)の比(d/w)は、 $0.06\sim 0.18$ であってもよい。粒界相の幅(w)が上記範囲であって、粒界相の深さ(d)の比(d/w)が0.06以上であると、純水に対する接触角が小さくなるので、水溶性の洗剤を用いて洗浄した場合、汚れの除去効率を高くすることができる。粒界相の幅(w)が上記範囲であって、粒界相の深さ(d)の比(d/w)が0.18以下であると、粒界相による結晶粒子同士の結合力が十分維持されているので、水溶性

の洗剤を用いて高压洗浄しても、脱粒のおそれが減少する。

[0037] 粒界相の幅 (w) および深さ (d) は、原子間力顕微鏡 (キーサイトテクノロジー製、7500AFM/SPM) を用い、測定モードをACAFMモード、測定に用いるプローブのスキャン速度を0.15 lines/sec、測定領域を $20\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$ 、測定対象の長さを $7\mu\text{m} \sim 20\mu\text{m}$ 、解像度を512ピクセル $\times$ 512ピクセルとして、接液面の断面プロファイルを求め、その比 (d/w) は、粒界相の幅 (w) および深さ (d) の各測定値を用いて算出すればよい。

[0038] また、凸部4の接液面における前記セラミックスの結晶粒子の平均径は、 $2\mu\text{m} \sim 8\mu\text{m}$ であってもよい。結晶粒子の平均径が上記範囲であると、純水に対する接触角がさらに小さくなるので、水溶性の洗剤を用いて洗浄した場合、汚れの除去効率を高くすることができる。

[0039] ここで、セラミックスの結晶粒子の平均径は、以下のようにして求めることができる。

[0040] 上記研磨面を、温度を、例えば、 1480°C で結晶粒子と粒界層とが識別可能になるまでエッチングして観察面を得る。

[0041] 走査型電子顕微鏡を用いて、観察面の反射電子像を2000倍に拡大した $60\mu\text{m} \times 44\mu\text{m}$ の範囲で、任意の点を中心にして放射状に同じ長さ、例えば、 $30\mu\text{m}$ の直線を6本引き、直線の合計長さを、直線上に存在する結晶の個数の合計で除すことによって平均径を求めることができる。

[0042] 特に、凸部4の接液面の純水に対する接触角が 37° 以下であって、その変動係数が0.02以下であってもよい。これにより、水溶性の洗剤を用いて洗浄した場合、汚れの除去効率を高くするとともに、局所的な汚れの取り残しを抑制することができる。

[0043] また、凸部4は、側面および端面の少なくともいずれかがフッ素化したポリシロキサンを含む化合物からなる膜によって被覆されていてもよい。水溶性の洗剤を用いて洗浄した後、上記膜によって被覆された表面に付着した水滴が汚れを吸着するロータス効果が得られるので、汚れの除去効率を高くす

ることができる。

[0044] 膜の接液面の純水に対する接触角が 104° 以上であって、その変動係数が0.01以下であってもよい。水溶性の洗剤を用いて洗浄した場合、汚れの除去効率を高くすることができるとともに、局部的な汚れの取り残しを抑制することができる。

[0045] 接液面の接触角は、JIS R 3257:1999に準拠して求めることができ、例えば、接触角計（協和界面科学（株）製、型式CA-X）を用い、5カ所以上測定すればよい。

[0046] 次に、本開示の攪拌棒の製造方法を、攪拌棒が高純度アルミナのセラミックスからなる場合について説明する。

[0047] 主成分である酸化アルミニウム粉末（純度が99.9質量%以上）と、水酸化マグネシウム、酸化珪素および炭酸カルシウムの各粉末に、有機結合剤、可塑剤、潤滑剤およびイオン交換水とを添加し、万能攪拌機、回転ミルまたはV型攪拌機等を使って攪拌した後、さらに三本ロールミルや混練機等を用いて混練することにより可塑化した坯土を得る。

[0048] ここで、上記粉末の合計100質量%における水酸化マグネシウム粉末の含有量は0.43～0.53質量%、酸化珪素粉末の含有量は0.02～0.04質量%、炭酸カルシウム粉末の含有量は0.020～0.071質量%であり、残部が酸化アルミニウム粉末および不可避不純物である。また、有機結合剤は、メチルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース等の水溶性バインダである。

[0049] 次に、坯土を押出成形機で成形し、複数の凸部を有する攪拌部の前駆体と、この前駆体の軸方向の一端面にこの前駆体と同一軸心を有する軸部の前駆体とを備えた成形体を得る。そして、成形体を、焼成温度を 1500°C ～ 1700°C 、保持時間を4時間～6時間として焼成することによって本開示の攪拌棒を得ることができる。

[0050] 焼成した後、凸部の側面および端面の少なくともいずれかを研磨した後、温度を 1600°C ～ 1700°C として、1時間～4時間保持して熱処理して

もよく、研磨および熱処理することにより、凸部の接液面の純水に対する接触角が 37° 以下であって、その変動係数が 0.02 以下である攪拌棒を得ることができる。研磨は、例えば、研磨の対象となる側面または端面にかかる面圧を $0.03\text{ MPa} \sim 0.05\text{ MPa}$ とし、平均粒径が $1\text{ }\mu\text{m} \sim 2\text{ }\mu\text{m}$ のダイヤモンド砥粒、銅からなるラップ盤を用いればよい。

[0051] ここで、凸部は、側面および端面の少なくともいずれかがフッ素化したポリシロキサンを含む化合物またはシリコンオリゴマーを含む組成物からなる膜によって被覆された攪拌棒を得るには、少なくとも被覆の対象とする凸部の表面に対して、フローコートやディッピング、スプレー法等の方法を用いて被覆した後、例えば、 $130^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$ で乾燥すればよい。

[0052] 膜の接液面の純水に対する接触角が 104° 以上であって、その変動係数が 0.01 以下である攪拌棒を得るには、例えば、上記温度で $20\text{分} \sim 40\text{分}$ 乾燥すればよい。

[0053] 本開示は、上述の実施形態に限定されるものではなく、特許請求の範囲に記載の範囲内で種々の変更や改良が可能である。

符号の説明

- [0054] 1 攪拌棒
2、2 a, 2 b, 2 c 攪拌部
3 軸部
4 凸部
8 試料溶液
9 攪拌槽
A 軸心

請求の範囲

- [請求項1] 軸心に直交する断面が軸方向に沿って一定の形状を有する攪拌部を備えた、セラミックスの一体成形品からなり、前記断面において、複数の凸部が周方向に配置されており、隣接する凸部間の角度が 360° を前記凸部の個数で除した角度よりも小さいことを特徴とする攪拌棒。
- [請求項2] 前記角度が鋭角である請求項1に記載の攪拌棒。
- [請求項3] 前記複数の凸部を有する前記攪拌部と、この攪拌部の軸方向の一端面に攪拌部と同一軸心を有するように一体に形成された軸部とを備える請求項1または2に記載の攪拌棒。
- [請求項4] 前記複数の凸部は、前記断面において、先端に向かって幅が細くなる先細形状を有する請求項1～3のいずれかに記載の攪拌棒。
- [請求項5] 前記断面において、前記複数の凸部は曲面状である請求項1～4のいずれかに記載の攪拌棒。
- [請求項6] 前記セラミックスは、閉気孔を有し、隣り合う該閉気孔の重心間距離から前記閉気孔の円相当径の平均値を差し引いた値（A）が $20\mu\text{m}$ ～ $85\mu\text{m}$ である、請求項1～5のいずれかに記載の攪拌棒。
- [請求項7] 前記凸部の接液面を含む断面において、前記接液面上における珪素の濃度は、前記接液面と平行な内部の仮想面上における珪素の濃度よりも高い、請求項1～6のいずれかに記載の攪拌棒。
- [請求項8] 前記凸部の接液面における前記セラミックスは、複数の結晶粒子と、粒界相とを有し、隣り合う前記結晶粒子の間に位置する前記粒界相の幅（w）は、 $0.7\mu\text{m}$ ～ $2.6\mu\text{m}$ であって、前記粒界相の幅（w）に対する、前記粒界相の深さ（d）の比（ d/w ）は、 0.06 ～ 0.18 である、請求項1～7のいずれかに記載の攪拌棒。
- [請求項9] 前記凸部の接液面における前記セラミックスの結晶粒子の平均径は、 $2\mu\text{m}$ ～ $8\mu\text{m}$ である、請求項8に記載の攪拌棒。
- [請求項10] 前記凸部の接液面の純水に対する接触角が 37° 以下であって、そ

の変動係数が0.02以下である請求項7～9のいずれかに記載の攪拌棒。

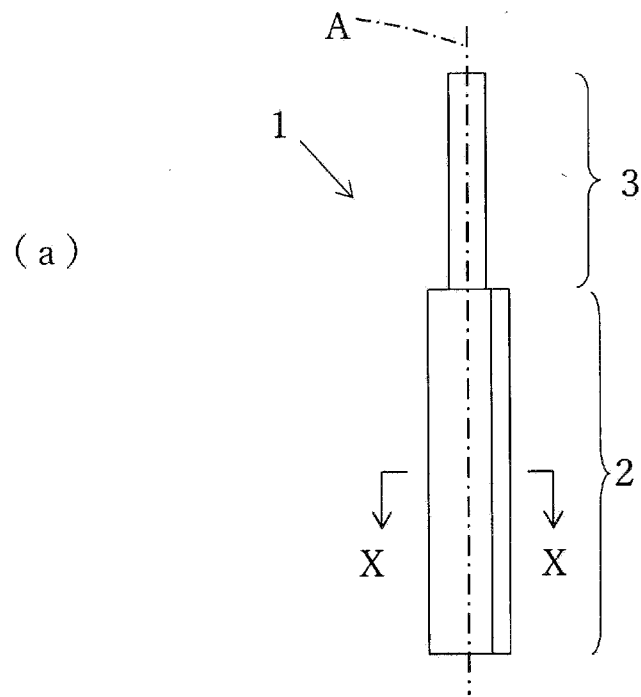
[請求項11] 請求項7～10のいずれかに記載の攪拌棒の製造方法であって、前記凸部の側面および端面の少なくともいずれかを研磨した後、温度を1600℃～1700℃として、1時間～4時間保持して熱処理する、攪拌棒の製造方法。

[請求項12] 前記凸部は、側面および端面の少なくともいずれかがフッ素化したポリシロキサンを含む化合物またはシリコンオリゴマーを含む組成物からなる膜によって被覆されてなる、請求項1～5のいずれかに記載の攪拌棒。

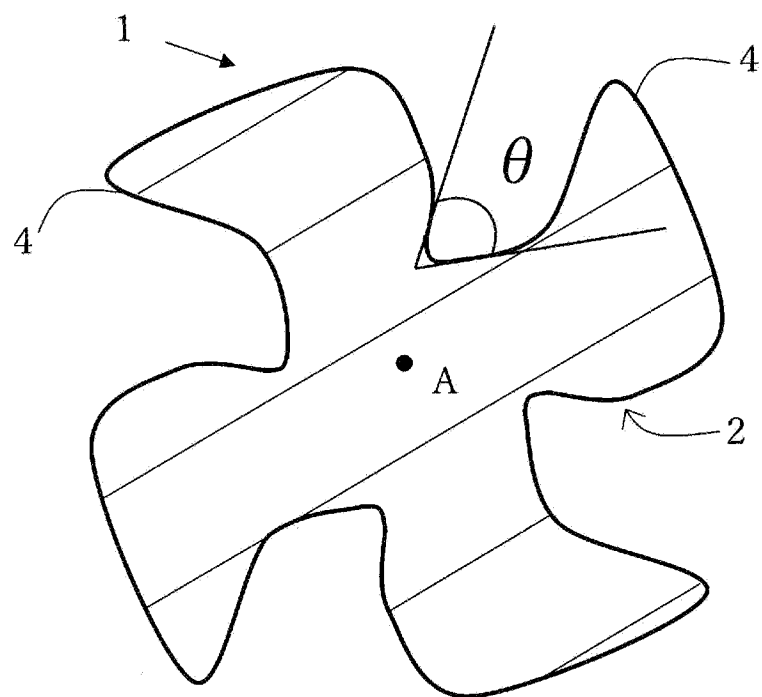
[請求項13] 前記膜の接液面の純水に対する接触角が104°以上であって、その変動係数が0.01以下である請求項12に記載の攪拌棒。

[請求項14] 請求項1～10のいずれか、請求項12または13に記載の攪拌棒を備えた攪拌装置。

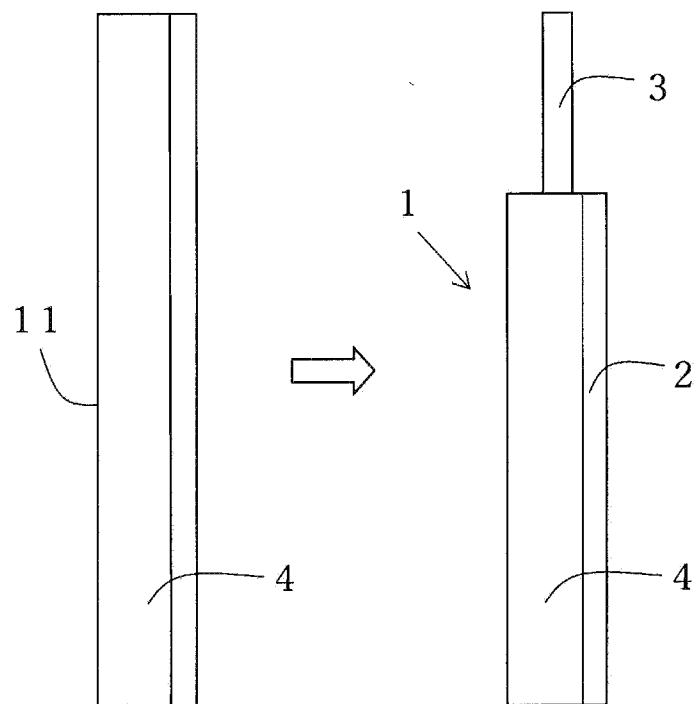
[図1]



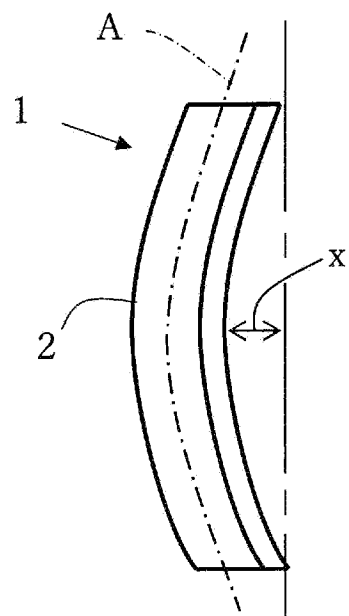
(b)



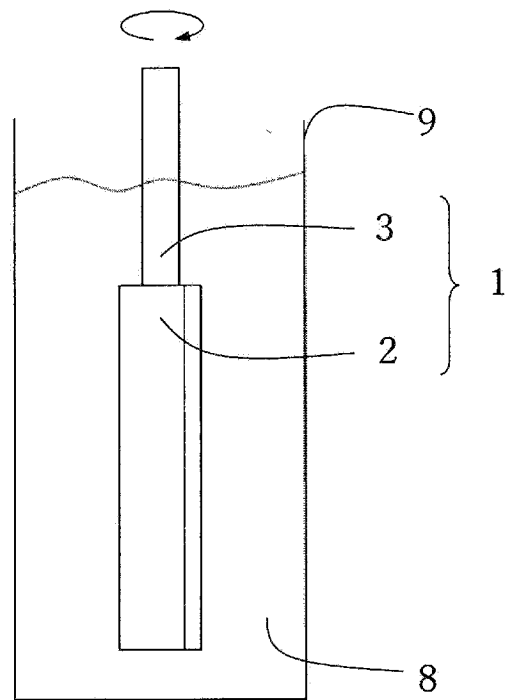
[図2]



[図3]

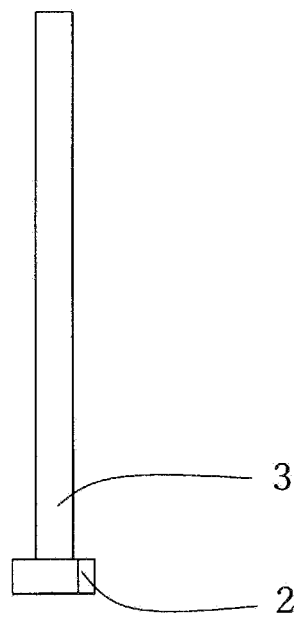


[図4]

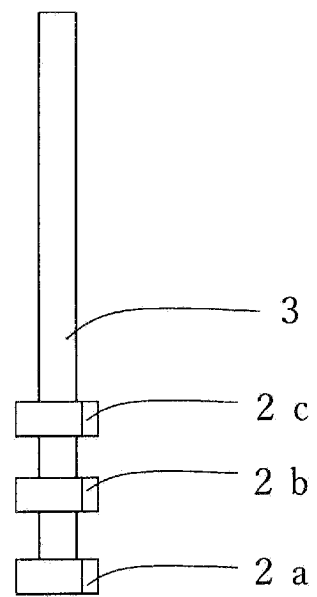


[図5]

(a)



(b)



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2019/046679

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. B01F7/16(2006.01)i, G01N35/02(2006.01)i
FI: B01F7/16F, G01N35/02D

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. B01F7/16, G01N35/02, G01N1/38, B01F7/20, A47G21/00, A47J43/044, A47G19/12

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	1971-2020
Registered utility model specifications of Japan	1996-2020
Published registered utility model applications of Japan	1994-2020

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.
A	JP 2015-221427 A (POSCO) 10.12.2015 (2015-12-10), paragraphs [0025]-[0050], fig. 2-10	1-14
A	Microfilm of the specification and drawings annexed to the request of Japanese Utility Model Application No. 40712/1990 (Laid-open No. 1448/1992) (MEIDENSHA CORPORATION) 08.01.1992 (1992-01-08), page 8, line 14 to page 9, line 13, fig. 3, 4	1-14
A	JP 3102011 U (MURAKAMI, Teruko) 24.06.2004 (2004-06-24), paragraphs [0030], [0047]-[0050], [0053], fig. 1, 4, 5	1-14
A	WO 2016/043269 A1 (SEKISUI CHEMICAL CO., LTD.) 24.03.2016 (24 March 2016), paragraph [0020], fig. 3, 4	1-14

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"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
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"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
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"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
"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)	"&" document member of the same patent family
"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	

Date of the actual completion of the international search
16.01.2020

Date of mailing of the international search report
28.01.2020

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
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/JP2019/046679

JP 2015-221427 A	10.12.2015	KR 10-2015-0138684 A paragraphs [0021]-[0029], fig. 2, 3 KR 10-2015-0134608 A CN 105087845 A
JP 4-1448 U1	08.01.1992	(Family: none)
JP 3102011 U	24.06.2004	(Family: none)
WO 2016/043269 A1	24.03.2016	CN 106687621 A paragraphs [0073]-[0075], fig. 3, 4 KR 10-2017-0055479 A TW 201622825 A

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） B01F 7/16(2006.01)i; G01N 35/02(2006.01)i FI: B01F7/16 F; G01N35/02 D														
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）） B01F7/16; G01N35/02; G01N1/38; B01F7/20; A47G21/00; A47J43/044; A47G19/12 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 - 2020年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996 - 2020年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994 - 2020年</td> </tr> </table> 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）			日本国実用新案公報	1922 - 1996年	日本国公開実用新案公報	1971 - 2020年	日本国実用新案登録公報	1996 - 2020年	日本国登録実用新案公報	1994 - 2020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 - 2020年													
日本国実用新案登録公報	1996 - 2020年													
日本国登録実用新案公報	1994 - 2020年													
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												
A	JP 2015-221427 A (ポスコ) 10.12.2015 (2015 - 12 - 10) [0025] - [0050], 図2 - 図10	1-14												
A	日本国実用新案登録出願2-40712号(日本国実用新案登録出願公開4-1448号)の願書に添付した明細書及び図面の内容を撮影したマイクロフィルム (株式会社明電舎) 08.01.1992 (1992-01-08) 第8頁14行～第9頁13行, 第3図, 第4図	1-14												
A	JP 3102011 U (村上 照子) 24.06.2004 (2004 - 06 - 24) [0030], [0047] - [0050], [0053], 図1, 図4, 図5	1-14												
A	WO 2016/043269 A1 (積水化学工業株式会社) 24.03.2016 (2016 - 03 - 24) [0020], 図3, 図4	1-14												
☐ 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</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</td> </tr> <tr> <td>"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</td> <td>"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</td> </tr> <tr> <td>"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</td> <td>"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</td> </tr> <tr> <td>"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）</td> <td>"&" 同一パテントファミリー文献</td> </tr> <tr> <td>"O" 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献</td> <td></td> </tr> <tr> <td>"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></td> </tr> </table>			* 引用文献のカテゴリー	"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	"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	"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	"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	"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	"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）	"&" 同一パテントファミリー文献	"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	
* 引用文献のカテゴリー	"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													
"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	"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													
"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	"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													
"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）	"&" 同一パテントファミリー文献													
"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														
国際調査を完了した日 16.01.2020		国際調査報告の発送日 28.01.2020												
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） 河野 隆一郎 4Q 3708 電話番号 03-3581-1101 内線 3468												

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/JP2019/046679

引用文献			公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP	2015-221427	A	10.12.2015	KR 10-2015-0138684 A [0021]-[0029], Fig.2, Fig.3 KR 10-2015-0134608 A CN 105087845 A	
JP	4-1448	U1	08.01.1992	(ファミリーなし)	
JP	3102011	U	24.06.2004	(ファミリーなし)	
WO	2016/043269	A1	24.03.2016	CN 106687621 A [0073]-[0075], Fig.3, Fig.4 KR 10-2017-0055479 A TW 201622825 A	