

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4999552号
(P4999552)

(45) 発行日 平成24年8月15日(2012.8.15)

(24) 登録日 平成24年5月25日(2012.5.25)

(51) Int.Cl.

F I

GO 1 R 33/30 (2006.01)

GO 1 N 24/02 5 1 O Z

GO 1 N 24/08 (2006.01)

GO 1 N 24/02 5 1 O B

GO 1 N 24/08 5 1 O S

請求項の数 3 (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2007-142213 (P2007-142213)
 (22) 出願日 平成19年5月29日(2007.5.29)
 (65) 公開番号 特開2008-298469 (P2008-298469A)
 (43) 公開日 平成20年12月11日(2008.12.11)
 審査請求日 平成22年3月5日(2010.3.5)

(73) 特許権者 000183233
 住友ゴム工業株式会社
 兵庫県神戸市中央区脇浜町 3 丁目 6 番 9 号
 (74) 代理人 100072660
 弁理士 大和田 和美
 (72) 発明者 小谷 真理奈
 兵庫県神戸市中央区筒井町 2 丁目 1 番 1 号
 S R I 研究開発株式会社内
 (72) 発明者 木村 英昭
 兵庫県神戸市中央区筒井町 2 丁目 1 番 1 号
 S R I 研究開発株式会社内
 (72) 発明者 土肥 英彦
 兵庫県神戸市中央区筒井町 2 丁目 1 番 1 号
 S R I 研究開発株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 固体NMR測定用ロータへの試料充填治具

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

試料の固体 N M R 測定用の管状容器からなるロータに前記試料を充填する試料充填治具であって、

セット治具本体、押し込み棒およびネジ棒を備え、

前記セット治具本体は、基台部と、該基台部の一側面から立設された支柱部と、該支柱部の上端に固定すると共に前記基台部と対向させて配置する軸受部を備え、前記基台部に前記ロータの下部を挿入する嵌合孔を設けると共に、前記軸受部に前記嵌合孔と同一軸心位置にネジ孔を備え、該ネジ孔を前記嵌合孔に嵌合固定されたロータの試料供給口と対向位置に設け、

前記押し込み棒は前記ロータの試料供給口から内部に挿入すると共に挿入状態で試料供給口から突出するものであり、

前記ネジ棒は上側部に回転操作の把持部を両側に突設しており、

前記セット治具本体の嵌合孔に前記試料を供給したロータの下部を挿入して、該ロータを垂直方向に立設保持し、該ロータの上端開口の試料供給口に前記押し込み棒を挿入し、前記ネジ孔に上方より前記ネジ棒を回転しながら挿入して前記押し込み棒の上端に当接させて、該押し込み棒を前記ロータ内部に押し込み、該押し込み棒でロータ内に供給されている前記試料を圧縮することを特徴とする固体 N M R 測定用ロータへの試料充填治具。

【請求項 2】

前記ロータは外径が 3 ～ 1 0 m m の円筒管からなり、

10

20

前記押し込み棒は前記ロータの内径に対して $-0.01 \sim -0.5 \text{ mm}$ の外径を有すると共にロータの長さ以上の長さを有する円柱棒からなる請求項 1 に記載の固体 NMR 測定用ロータへの試料充填治具。

【請求項 3】

前記ロータは底部が筒部と一体型または、筒部の下端に下部キャップを固定しており、前記ロータの下部を嵌合する前記セット治具本体の嵌合孔の深さは、前記ロータの長さの $1/5 \sim 1/2$ とし、かつ、嵌合孔の内径は前記ロータの外径より $+0.01 \text{ mm} \sim +2 \text{ mm}$ である請求項 1 または請求項 2 に記載の固体 NMR 測定用ロータへの試料充填治具。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0001】

本発明は、固体 NMR 測定用ロータへの試料充填治具に関し、詳しくは、試料の固体 NMR 測定を行うためにロータに供給されている試料を高い圧力で均一に圧縮して充填する治具に関するものである。

【背景技術】

【0002】

近年、試料の分子構造や分子運動性等を解析するために、シグナルピークが鮮明な NMR スペクトルを検出する NMR 測定が行われている。一方、固体状態の試料の固体 NMR スペクトルは、試料の化学シフト異方性や双極子相互作用によりスペクトルの線幅が極端に広くなり、測定分子の各部位のシグナルピークが分離できないために分子構造の解析が難しいという問題があった。これに対しては、試料管を静磁場 B_0 の方向から所定角度 (54.7°) 傾けて、数 kHz 以上で高速回転させるマジック角回転 (MAS) により、異方的な相互作用を取り除き、ピークがシャープな高分解能 NMR スペクトルが得られることが知られている。例えば、特開 2004-325189 号公報 (特許文献 1) において、硫黄加硫された天然ゴムの固体高分解能 ^{13}C NMR スペクトルを得るために、試料管を外部磁場に対して約 54 度傾けた状態で $2 \sim 5 \text{ kHz}$ で高速回転することが提案されている。

20

【0003】

前記マジック角回転 (MAS) においては、まず、図 4 に示すような、試料供給口 1a を有した管状容器からなるロータ 1 に固体試料 2 を充填し、羽根部が形成されたキャップ 3 をロータ 1 の試料供給口 1a に圧入する。続いて、前記ロータ 1 をマジック角回転用プロブ (図示せず) 内に配置し、ロータ 1 の周囲を取り囲んで配置されているステータ (図示せず) のノズルから噴出した気体ジェットを前記キャップ 2 の羽根部に作用させてロータ 1 を高速回転させることにより、前記マジック角回転 (MAS) が可能となる。

30

【0004】

前記マジック角回転 (MAS) において、回転時にロータ 1 がバランスを崩すことなく安定した高速回転するためには、試料 2 が均一に圧縮された状態でロータ 1 内に高密度で充填されていることが重要である。そこで、従来においては、例えば、図 5 に示すような手詰め用の押し込み棒 4 を、ロータ 1 内に試料供給口 1a より挿入し、ロータ 1 内に供給されている試料 2 の上方より作業者が手の力で前記押し込み棒 4 を押し込んで試料 2 を圧縮する方法が採られている [図 6 参照]。

40

【0005】

しかし、前記のような手詰めによる圧縮の場合、押し込み棒 4 による押し込み圧力が弱く、ロータ 1 内の試料 2 が均一に圧縮されにくいという問題がある。即ち、ロータ 1 内に試料 2 が不均一な状態で充填されていると、ロータ 1 の回転時にバランスを崩しロータ 1 が高速回転できなかつたり、回転時の遠心力によってロータ 1 内に充填されている試料 2 全体の外形がすり鉢状に変形して (図 7 参照)、ロータ 1 の回転が安定しなかつたりして、結果的にシャープなシグナルピークを有する固体高分解能 NMR スペクトルが得られにくいという問題がある。また、ロータ 1 内に試料 2 が不均一な状態で充填されると、ロータ 1 内に充填できる試料量が少なくなり、NMR 感度が低下しやすいという問題もある。

50

【 0 0 0 6 】

【特許文献 1】特開 2 0 0 4 - 3 2 5 1 8 9 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 7 】

本発明は前記問題に鑑みてなされたものであり、固体 N M R 測定を行うためにロータ内に供給されている試料を高い圧力で均一に圧縮できる治具を提供することを課題としている。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 8 】

前記課題を解決するため、試料の固体 N M R 測定用の管状容器からなるロータに前記試料を充填する試料充填治具であって、

セット治具本体、押し込み棒およびネジ棒を備え、

前記セット治具本体は、基台部と、該基台部の一側面から立設された支柱部と、該支柱部の上端に固定すると共に前記基台部と対向させて配置する軸受部を備え、前記基台部に前記ロータの下部を挿入する嵌合孔を設けると共に、前記軸受部に前記嵌合孔と同一軸心位置にネジ孔を備え、該ネジ孔を前記嵌合孔に嵌合固定されたロータの試料供給口と対向位置に設け、

前記押し込み棒は前記ロータの試料供給口から内部に挿入すると共に挿入状態で試料供給口から突出するものであり、

前記ネジ棒は上側部に回転操作用の把持部を両側に突設しており、

前記セット治具本体の嵌合孔に前記試料を供給したロータの下部を挿入して、該ロータを垂直方向に立設保持し、該ロータの上端開口の試料供給口に前記押し込み棒を挿入し、前記ネジ孔に上方より前記ネジ棒を回転しながら挿入して前記押し込み棒の上端に当接させて、該押し込み棒を前記ロータ内部に押し込み、該押し込み棒でロータ内に供給されている前記試料を圧縮することを特徴とする固体 N M R 測定用ロータへの試料充填治具を提供している。

【 0 0 0 9 】

前記のように、ネジ棒を回転させながらネジ孔に通し、該ネジ棒の先端をロータ内に挿入された押し込み棒に当接させるようにしているため、ネジ棒の回転力（締め付けトルク）によって、押し込み棒を高い圧力でロータ内部に押し込むことができる。即ち、ネジ棒を回転させ、そのトルクを利用して押し込み棒を押し込む方が、従来のような手の力による押し込み棒の押し込みに比べてはるかに大きな力で押し込むことができる。これにより前記ネジ棒によって押し込まれる押し込み棒は、ロータ内の試料を高い圧力で均一に圧縮することができ、よって、ロータを安定状態で高速回転させることが可能となる。また、ロータ内に試料を高密度で充填することができるため、ロータ内に充填できる試料量を従来の手詰めのときの 1 . 5 倍程度にまで増大させることができ、N M R 感度を高めることができる。

【 0 0 1 0 】

前記のように、セット治具本体にはロータを嵌合固定すると共に、該固定されたロータの試料供給口との対向位置に前記ネジ孔を設けているため、前記ネジ孔に通したネジ棒の進行方向に、前記試料供給口よりロータ内に挿入した押し込み棒を位置させることができる。よって、前記ネジ棒の進行により、ネジ棒の先端を前記押し込み棒に確実に当接させることができる。

【 0 0 1 1 】

前記ロータに充填する試料は、粉末状や細片状の有機化合物が好ましいが、特に限定されない。前記ゴム材料としては、例えば、天然ゴム（N R）、スチレンブタジエンゴム（S B R）、ブタジエンゴム（B R）、イソプレンゴム（I R）、ニトリルゴム（N B R）、クロロプレンゴム（C R）等の各種ゴムやこれら 2 種以上のゴムをブレンドしたもの等が挙げられる。

10

20

30

40

50

【 0 0 1 2 】

本発明の試料充填治具は、前記のように、セット治具本体は基台部と、該基台部の一側面から立設された支柱部と、該支柱部の上端に固定すると共に前記基台部と対向させて配置する軸受部を備え、

前記基台部に前記ロータの下部を挿入する嵌合孔を有すると共に、前記軸受部に前記嵌合孔と同一軸心位置に前記ネジ孔を備え、

前記ネジ棒は上側部に回転操作用の把持部を両側に突設しており、

前記セット治具本体の嵌合孔に前記試料を供給したロータの下部を挿入して、該ロータを垂直方向に立設保持し、該ロータの上端開口の試料供給口に前記押し込み棒を挿入し、前記ネジ孔に上方より前記ネジ棒を回転しながら挿入して前記押し込み棒の上端に当接させて押し込む構成としている。

10

【 0 0 1 3 】

前記構成によれば、セット治具本体を構成する基台部にロータの下部を挿入する嵌合孔を設けると共に、基台部に対面配置される軸受部の前記嵌合孔と同一軸心位置に、前記ネジ孔を設けているため、前記嵌合孔にロータの下部を挿入し垂直方向に立設保持したロータの上端開口に挿入した押し込み棒を、前記ネジ孔に通したネジ棒が垂直方向に押圧することができる。したがって、前記ネジ棒によって押し込まれる押し込み棒は、ロータに供給された試料を垂直方向に均一に圧縮することができ、より安定したロータの高速回転が可能となる。

【 0 0 1 4 】

20

また、前記のように、ネジ棒の上側部に回転操作用の把持部を両側に突設させることにより、ネジ棒の回転操作を容易にし、把持部に加える力が小さくても大きなトルクを得て、高い圧力で押し込み棒をロータ内部に押し込むことができる。

なお、両側に突出させる前記把持部の長さは限定されないが、使い易さの点から 5 ~ 10 cm 程度が好ましい。

【 0 0 1 5 】

また、前記押し込み棒の上端面には、当接させるネジ棒先端の形状に合わせた凹部を設けておくことが好ましい。これにより、ネジ棒と押し込み棒との接触面積を大きくし、押し込み棒に大きな力を負荷することができると共に、安定状態で押し込み棒をロータ内部に押し込んでいくことができる。

30

【 0 0 1 6 】

前記ロータは外径が 3 ~ 10 mm φ の円筒管からなり、

前記押し込み棒は前記ロータの内径に対して - 0.01 ~ - 0.5 mm の外径を有すると共にロータの長さ以上の長さを有する円柱棒からなることが好ましい。

【 0 0 1 7 】

前記のように、押し込み棒を、ロータの内径に対して - 0.01 ~ - 0.5 mm の外径を有する円柱棒とすることが好ましいのは、前記押し込み棒の外径が (ロータの内径 - 0.01 mm) より大きい場合には、押し込み棒をロータ内にスムーズに押し込むことができなくなるおそれがある一方、押し込み棒の外径が (ロータの内径 - 0.5 mm) より小さい場合には、ロータ内に供給されている試料全体を均一に圧縮できなくなるおそれがあるためである。

40

また、押し込み棒の長さをロータの長さ以上とすることにより、押し込み棒のロータ内への押し込みならびに試料圧縮後の押し込み棒の取り外しを容易に行うことができる。

【 0 0 1 8 】

また、前記ロータは底部が筒部と一体型または、筒部の下端に下部キャップを固定しており、前記ロータの下部を嵌合する前記セット治具本体の嵌合孔の深さは、前記ロータの長さの $1/5 \sim 1/2$ とし、かつ、嵌合孔の内径は前記ロータの外径より + 0.01 mm ~ + 2 mm であることが好ましい。

【 0 0 1 9 】

前記のように、ロータの下部を嵌合するセット治具本体の嵌合孔の深さを、前記ロータ

50

の長さの $1/5 \sim 1/2$ とすることが好ましいのは、前記嵌合孔の深さが前記ロータの長さの $1/5$ 未満である場合には、嵌合孔が浅すぎてロータを安定状態で立設保持することが難しくなるおそれがある一方、前記嵌合孔の深さが前記ロータの長さの $1/2$ を越えると、嵌合孔が深すぎてロータの取り扱いが難しくなるおそれがあるためである。

【0020】

さらに、前記のように、嵌合孔がロータの外径に対して $+0.01\text{ mm} \sim +2\text{ mm}$ の内径を有することが好ましいのは、前記嵌合孔の内径が（ロータの外径 $+0.01\text{ mm}$ ）より小さい場合には、ロータ下部の嵌合孔への挿入が困難になるおそれがある一方、前記嵌合孔の内径が（ロータの外径 $+2\text{ mm}$ ）より大きい場合には、ロータを垂直方向に立設保持することが難しくなるおそれがあるためである。

10

【0021】

また、前記のように、ロータは底部と筒部と一体型のものであっても、筒部の下部に下部キャップを固定したものであってもよいが、後者のロータを嵌合孔に挿入する場合には、前記下部キャップを保護するために、嵌合孔の底部のクッション性を高めておくことが好ましい。前記嵌合孔底部のクッション性を高める手段としては、例えば、ゴム材など弾力性のあるシート材を嵌合孔の底部に敷設すること等があげられる。

【0022】

前記押し込み棒による試料の圧縮は、所定の締め付けトルクでネジ棒を回転させ、これ以上回転しなくなった時点で圧縮を完了させることができる。所定の締め付けトルクでネジ棒を回転させるために、締め付けトルクを検出する機能を別途設けておいてもよい。

20

なお、試料の圧縮完了時において、ロータ底部から試料上面までの高さがロータ全長の $5 \sim 90\%$ 程度となるように、試料を供給し圧縮することが好ましい。

【発明の効果】

【0023】

前述したように、本発明によれば、ネジ棒を回転させながらネジ孔に通し、該ネジ棒の先端をロータ内に挿入された押し込み棒に当接させるようにしているため、ネジ棒の回転力（締め付けトルク）によって、押し込み棒を高い圧力でロータ内部に押し込むことができる。これにより、前記ネジ棒によって押し込まれる押し込み棒は、ロータ内の試料を高い圧力で均一に圧縮することができ、よって、ロータを安定状態で高速回転させることが可能となる。また、ロータ内に試料を高密度で充填することができるため、ロータ内に充填できる試料量を従来の手詰めの場合の 1.5 倍程度にまで増大させることができ、NMR感度を高めることができる。

30

【0024】

また、前記のように、セット治具本体を構成する基台部にロータの下部を挿入する嵌合孔を設けると共に、基台部に対面配置される軸受部の前記嵌合孔と同一軸心位置に、前記ネジ孔を設けることにより、前記嵌合孔にロータの下部を挿入し垂直方向に立設保持したロータの上端開口に挿入した押し込み棒を、前記ネジ孔に通したネジ棒が垂直方向に押圧することができる。したがって、前記ネジ棒によって押し込まれる押し込み棒は、ロータに供給された試料を垂直方向に均一に圧縮することができ、より安定したロータの高速回転が可能となる。

40

【0025】

さらに、前記のように、ネジ棒の上側部に回転操作用の把持部を両側に突設させることにより、ネジ棒の回転操作を容易にし、把持部に加える力が小さくても大きなトルクを得て、高い圧力で押し込み棒をロータ内部に押し込むことができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0026】

以下、本発明の実施形態を図面を参照して説明する。

図1～図3は本発明の実施形態を示している。固体NMR測定用ロータへの試料充填治具10は、図1に示すように、セット治具本体11と押し込み棒15とネジ棒16とから構成し、図2に示すように、ネジ棒16を回転させながらネジ孔14aに通し、ネジ棒1

50

6 が当接する押し込み棒 1 5 をロータ 2 0 内部に押し込んでいくことで、セット治具本体 1 1 に固定した固体 N M R 測定用ロータ 2 0 (以下、ロータ 2 0 という)内の粉末試料 3 0 を均一に圧縮するものである。

【 0 0 2 7 】

具体的には、セット治具本体 1 1 は、基台部 1 2 と、基台部 1 2 の一側面から立設した支柱部 1 3 と、支柱部 1 3 の上端に固定すると共に基台部 1 2 と対向させて配置する軸受部 1 4 とから構成した逆コ字形状をなし、基台部 1 2 には、粉末試料 3 0 が供給されたロータ 2 0 の下部を挿入しロータ 2 0 を固定する嵌合孔 1 2 a を設ける一方、軸受部 1 4 には、嵌合孔 1 2 a と同一軸心位置にネジ棒 1 6 を通すネジ孔 1 4 a を設けている。

【 0 0 2 8 】

ロータ 2 0 は、図 3 に示すように円筒管状容器からなり、試料供給口である上端開口 2 0 a より、固体 N M R 測定を行う粒径 1 0 m m ~ 1 m m の粉末試料 3 0 を供給している。なお、ロータ 2 0 の外径は 3 ~ 1 0 m m φ であり、本実施形態においては 7 m m ロータ (ブルカー社製、外径 7 m m 、内径 5 . 5 5 m m 、全長 1 8 . 0 m m) を使用している。なお、前記 7 m m ロータの材質はジルコニアであり、底部が筒部と一体型となっている。

【 0 0 2 9 】

押し込み棒 1 5 は、粉末試料 3 0 が供給され下部が嵌合孔 1 2 a に挿入されたロータ 2 0 の上端開口 2 0 a から内部に挿入される円柱棒であり、挿入状態において、押し込み棒 1 5 は上端開口 2 0 a から上方に突出した状態となる。押し込み棒 1 5 は、ロータ 2 0 の内径に対して - 0 . 0 1 ~ - 0 . 5 m m (本実施形態においてはロータの内径に対して - 0 . 0 5 m m) の外径を有し、ロータ 2 0 の長さ以上の長さを有している。なお、本実施形態における押し込み棒 1 5 の材質はステンレスであり、押し込み棒 1 5 の全長は 1 8 c m としている。

また、押し込み棒 1 5 の上端面には、当接するネジ棒 1 6 の先端形状に合わせた凹部 1 5 a を設けている。

【 0 0 3 0 】

ネジ棒 1 6 は、ネジ孔 1 4 a 内で回転しながらネジ棒 1 6 先端を押し込み棒 1 5 の上端に当接させ、押し込み棒 1 5 をロータ 2 0 内部に押し込むものである。

ネジ棒 1 6 の上側部には、回転操作用の把持部 1 6 a を両側に突設しており、把持部 1 6 a の長さは、ネジ棒 1 6 全長の 1 0 ~ 3 0 0 % 程度 [本実施形態においてはネジ棒 1 6 全長 (5 2 c m) の 6 6 %] としている。

【 0 0 3 1 】

なお、前記セット治具本体 1 2 の嵌合孔 1 2 a の深さは、ロータ 2 0 の長さの 1 / 5 から 1 / 2 (本実施形態においては、ロータ 2 0 の長さの 6 / 1 8) とし、嵌合孔 1 2 a の内径は、ロータ 2 0 の外径より + 0 . 0 1 m m ~ + 2 m m (本実施形態においては、ロータ 2 0 の外径より + 0 . 1 m m) としている。

【 0 0 3 2 】

ロータ 2 0 内に供給されている粉末試料 3 0 の圧縮は、まず、セット治具本体 1 1 の嵌合孔 1 2 a に、粉末試料 3 0 が供給されているロータ 2 0 の下部を挿入し、ロータ 2 0 を垂直方向に立設保持する。

続いて、ロータ 2 0 の上端開口 2 0 a に押し込み棒 1 5 を挿入すると共に、ネジ孔 1 4 a に上方よりネジ棒 1 6 を回転しながら挿入し、押し込み棒 1 5 の上端にネジ棒 1 6 の先端を当接させて押し込み棒 1 5 をロータ 2 0 内部に押し込んでいく。この際、ネジ棒 1 6 を回転させ、粉末試料 3 0 の十分に圧縮する。なお、本実施形態においては、圧縮完了時のロータ 2 0 底部から粉末試料 3 0 上面までの高さが、ロータ 2 0 の全長の 8 0 % 程度となるようにしている。

【 0 0 3 3 】

前記構成によれば、ネジ棒 1 6 を回転させながらネジ孔 1 4 a に通し、ネジ棒 1 6 の先端をロータ 2 0 内に挿入された押し込み棒 1 5 に当接させるようにしているため、ネジ棒 1 6 の回転力 (締め付けトルク) によって、押し込み棒 1 5 を高い圧力でロータ 2 0 内部

10

20

30

40

50

に押し込むことができる。これにより、ネジ棒 16 によって押し込まれる押し込み棒 15 は、ロータ 20 内の粉末試料 30 を高い圧力で均一に圧縮することができ、よって、ロータ 20 を安定状態で高速回転させることが可能となる。また、ロータ 20 内に粉末試料 30 を高密度で充填することができるため、ロータ 20 内に充填できる試料量を従来の手詰めの場合の 1.5 倍程度にまで増大させることができ、NMR 感度を高めることができる。

【0034】

また、前記のように、セット治具本体 11 を構成する基台部 12 にロータ 20 の下部を挿入する嵌合孔 12a を設けると共に、基台部 12 に対面配置される軸受部 14 の嵌合孔 12a と同一軸心位置に、ネジ孔 14a を設けることにより、嵌合孔 12a にロータ 20 の下部を挿入し垂直方向に立設保持したロータ 20 の上端開口 20a に挿入した押し込み棒 15 を、ネジ孔 14a に通したネジ棒 16 が垂直方向に押圧することができる。したがって、ネジ棒 16 によって押し込まれる押し込み棒 15 は、ロータ 20 に供給された粉末試料 30 を垂直方向に均一に圧縮することができ、より安定したロータの高速回転が可能となる。

【0035】

さらに、前記のように、ネジ棒 16 の上側部に回転操作用の把持部 16a を両側に突設させることにより、ネジ棒 16 の回転操作を容易にし、把持部 16a に加える力が小さくても大きなトルクを得て、高い圧力で押し込み棒 15 をロータ 20 内部に押し込むことができる。

【図面の簡単な説明】

【0036】

【図 1】本実施形態の固体 NMR 測定用ロータへの試料充填治具を示す概略斜視図である。

【図 2】試料充填治具にロータを固定し、ロータ内に供給されている粉末試料を圧縮している状態を示す概略斜視図である。

【図 3】粉末試料を供給したロータを示す概略斜視図である。

【図 4】従来例を示す図面である。

【図 5】従来例を示す図面である。

【図 6】従来例を示す図面である。

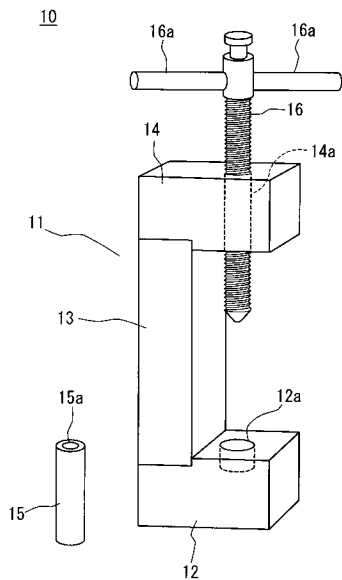
【図 7】従来例を示す図面である。

【符号の説明】

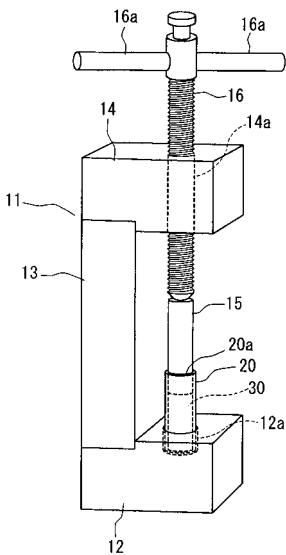
【0037】

- 10 試料充填治具
- 11 セット治具本体
 - 12 基台部
 - 12a 嵌合孔
 - 13 支柱部
 - 14 軸受部
 - 14a ネジ孔
- 15 押し込み棒
 - 15a 凹部
- 16 ネジ棒
 - 16a 把持部
- 20 ロータ
 - 20a 上端開口
- 30 粉末試料

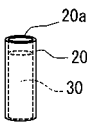
【図 1】



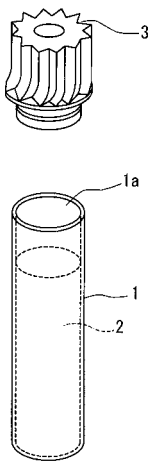
【図 2】



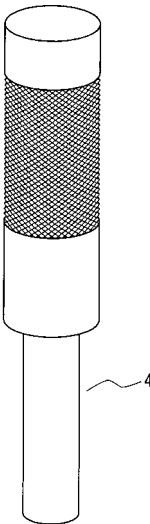
【図 3】



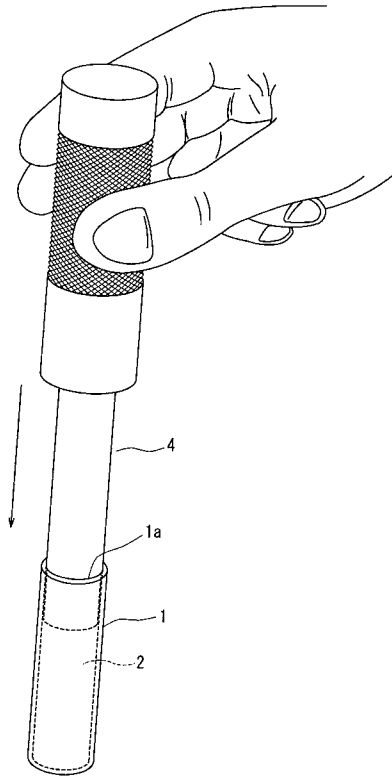
【図 4】



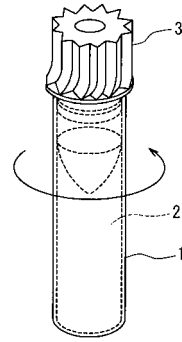
【図 5】



【図 6】



【図 7】



フロントページの続き

審査官 田中 洋介

(56)参考文献 実開平05-073580(JP,U)
特開昭48-059499(JP,A)
特開2005-255502(JP,A)
実開昭62-035248(JP,U)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
G01N 24/00 - 24/14
G01N 1/00 - 1/44
B25B 1/00 - 3/00