(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
2019年3月14日(14.03.2019)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2019/050035 A1

(51) 国際特許分類:
G01N 1/28 (2006.01)　　*G01N 15/00* (2006.01)

(21) 国際出願番号：　PCT/JP2018/033490

(22) 国際出願日：　2018年9月10日(10.09.2018)

(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 2017-173924　2017年9月11日(11.09.2017)　JP

(71) 出願人：株式会社堀場製作所(**HORIBA, LTD.**) [JP/JP]；〒6018510 京都府京都市南区吉祥院宮の東町２番地 Kyoto (JP).

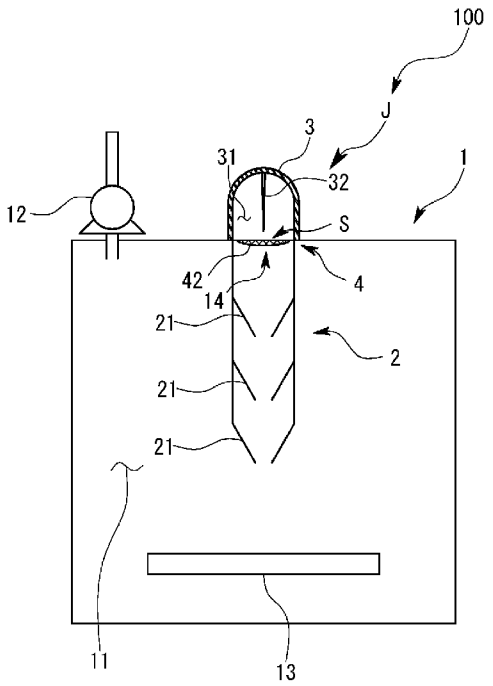
(72) 発明者：名倉 誠(**NAGURA, Makoto**)；〒6018510 京都府京都市南区吉祥院宮の東町２番地 株式会社堀場製作所内 Kyoto (JP). 青▲柳▼ 和磨(**AOYAGI, Kazuma**)；〒6018510 京都府京都市南区吉祥院宮の東町２番地 株式会社堀場製作所内 Kyoto (JP). 南 昌宏(**MINAMI, Akihiro**)；〒6018510 京都府京都市南区吉祥院宮の東町２番地 株式会社堀場製作所内 Kyoto (JP). 舘野 宏志(**TATENO, Hiroshi**)；〒6018510 京都府京都市南区吉祥院宮の東町２番地 株式会社堀場製作所内 Kyoto (JP). 清水 智也(**SHIMIZU, Tomoya**)；〒6018510 京都府京都市南区吉祥院宮の東町２番地 株式会社堀場製作所内 Kyoto (JP). 上野 楠夫(**UENO, Kusuo**)；〒6018510 京都府京都市南区吉祥院宮の東町２番地 株式会社堀場製作所内 Kyoto (JP).

(74) 代理人：西 村　竜 平 (**NISHIMURA, Ryuhei**)；〒6040857 京都府京都市中京区蒔絵屋町２８０番地 ヤサカ烏丸御所南ビル３Ｆ 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 DISPERSING DEVICE

(54) 発明の名称： 試料分散装置



(57) **Abstract:** In order to provide a sample dispersing device with which it is possible for a powder sample to be dispersed uniformly with a higher level of dispersion than in the past, this sample dispersing device is provided with a container 1 having formed therein a dispersal chamber 11 for dispersing the powder sample S, and an introducing mechanism J which, by means of a pressure difference between the inside and the outside of the container 1, introduces a gas containing the powder sample into the dispersal chamber 11 from outside the container 1, wherein the introducing mechanism J is equipped with an introduction pipe 2 through which the gas containing the powder sample S flows, and a plurality of restrictors which are provided in the introduction pipe 2.

(57) 要約：粉末試料を従来よりもさらに高い水準で均一に分散させることができる試料分散装置を提供するために、粉末試料Ｓが分散される分散室１１を内部に形成する容器１と、前記容器１の内外の圧力差によって、粉末試料を含む気体を前記容器１の外側から前記分散室１１内へ導入する導入機構Ｊと、を備え、前記導入機構Ｊが、粉末試料Ｓを含む気体が流れる導入管２と、前記導入管２に設けられた複数の絞りと、を具備した。

WO 2019/050035 A1

［続葉有］

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:

一　国際調査報告（条約第21条(3)）

明　細　書

発明の名称 ： 試料分散装置

技術分野

[0001] ＳＥＭ等の電子顕微鏡、光学顕微鏡、ラマン顕微鏡等の装置で観察を行うための測定試料を作成する試料分散装置に関するものである。

背景技術

[0002] 従来、粉末試料を顕微鏡等で観察する場合には、試料板上に均一に粉末試料の粒子を分散させた測定試料を作成している。

[0003] このような測定試料を作成する試料分散装置は、内部が所定の真空度に保たれるとともに試料板が内部に配置される試料分散室を形成する容器と、容器の内外の圧力差によって前記試料分散室内に粉末試料を導入する導入機構と、を備えている。

[0004] 例えば、特許文献１に示される試料分散装置では、粉末試料の導入機構は、容器の内外を貫通するように設けられた導入管と、導入管において容器の外側である基端部に設けられた粉末試料のホッパーと、前記導入管において容器内の先端部に形成されたラッパ状に拡大開口する噴出口部と、当該噴出口部内に配置されたディフューザと、導入管に設けられた容器の内外を開閉するバルブと、を備えている。

[0005] この導入機構は、バルブが閉じられた状態で容器内が十分に減圧されると、当該バルブが開放されて、容器の内外の圧力差によって粉末試料は噴出口部から噴出される。さらに、噴出口部から噴出された粉末試料はディフューザに衝突することによって粉末試料中において凝集状態にある粒子群を粉砕して、均一な分散状態を得られるようにしている。

[0006] しかしながら、近年の画像解析技術の向上によってさらに高い分解能での分析が行われるようになっているため、測定試料に対して求められる粒子の分散性は、従来よりも高度な水準となっており、上記のような構成の試料分散装置では要求に応えることが難しくなりつつある。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：特許３５３０４５３号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] 本発明は、上述したような問題を鑑みてなされたものであり、粉末試料を従来よりもさらに高い水準で均一に分散させることができる試料分散装置を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0009] すなわち、本発明に係る試料分散装置は、粉末試料が分散される分散室を内部に形成する容器と、前記容器の内外の圧力差によって、粉末試料含む気体を前記容器の外側から前記分散室内へ導入する導入機構と、を備え、前記導入機構が、粉末試料を含む気体が流れる導入管と、前記導入管に設けられた複数の絞りと、を具備することを特徴とする。

[0010] このようなものであれば、粉末試料を含む気体は、複数の絞りを通過する度に少なくとも圧縮され、流体の加速度がその度に変化して、気体中の粉末試料の粒子に対してせん断力が加わる。このため、粉末試料において凝集している粒子群には、各粒子を引き離す方向の力を複数回繰り返して作用させ、粒子ごとに分散させることができる。

[0011] また、あまり分散されずに凝集状態を保った粒子群があったとしても、凝集状態の粒子群は、分散した粒子と比較して、複数の絞りを通過する際に導入管又は絞りの壁面に吸着される等する可能性が高い。したがって、複数の絞りがあることによって、各絞りを通過される間に分散された粒子のほうが通過しやすくなるフィルタ作用も発揮させることができる。

[0012] これらのことから、従来よりも凝集状態の粒子群が分散室内に導入されにくく、分散された粒子の割合を高めることができ、例えば顕微鏡等に用いられる測定試料に求められる粒子の分散性を得ることが可能となる。

[0013] 粉末試料を含む気体が、複数の絞りを通過する度に圧縮と膨張が繰り返されて、凝集状態の粒子群に対してせん断力が大きく変化して作用するようにして、より分散されやすくするには、前記導入管において流体が前記複数の絞りを通過した後、又は、前記複数の絞りを通過する際に最小流路径となった後、に流路径が拡大するように構成されていればよい。

[0014] 粉末試料が分散室内に導入された後に粉末試料を含まない気体が導入されてしまい、分散室内において粒子が舞い上がってしまって均一性が損なわれるのを防ぐには、前記分散室内を減圧する減圧器をさらに備え、前記導入機構が、粉末試料が前記分散室内に導入される前の状態において、粉末試料と所定容量の気体が収容される試料室と、粉末試料が前記分散室内に導入される前の状態において、前記試料室内と前記分散室との間を仕切り、粉末試料が導入される際に開放される仕切り構造と、をさらに具備するものであればよい。

[0015] 従来の試料分散装置では容器の内外を仕切るためにバルブを設けていたが、このバルブに粉末試料の一部が詰まったり、汚れが発生したりするといった問題も生じていた。このような問題が生じないように導入機構にバルブを設けなくてもよいようにするには、前記仕切り構造が、前記容器に形成された粉末試料が導入される導入開口を仕切る仕切り膜を具備し、前記導入機構が、前記容器の外側に設けられ、内部に前記試料室を形成する弾性隔壁体と、前記弾性隔壁体の前記内部に設けられ、当該弾性隔壁体を変形させることによって前記仕切り膜と接触して破るように構成された膜開放部材と、を具備するものであればよい。また、このようなものであれば、前記仕切り膜を破るための構造には、機械的な可動部や摺動部、あるいは、隙間を形成しないようにでき、粉末試料が入り込む等して装置が汚れてしまうこともない。加えて、粉末試料が残留して汚れが発生しにくいので、従来と比較して清掃や整備の手間を減らすことができる。

[0016] 粉末試料を分散室内に導入するための準備作業を低減しつつ、所定容量の試料室を容器の外側に簡単に形成できるようにするには、前記仕切り構造が

、前記容器の外側に対して取り付けられ、前記導入開口の周囲との間において前記仕切り膜の周辺部を挟み込む固定部材と、前記固定部材が前記容器に取り付けられた状態において、前記導入開口と対向するように前記固定部材に対して形成された貫通穴と、前記固定部材において前記貫通穴の前記容器とは反対側の開口の周囲に形成され、前記弾性隔壁体の内側面と係合する係合突起と、を備えたものであればよい。

[0017] 粉末試料を含む気体に圧縮と膨張を繰り返させるのに適した具体的な構成としては、前記複数の絞りが、流れ方向に所定長を有し、前記導入管の基端側から先端側に進むに連れて流路径が小さくなる部分を有するノズルであるものが挙げられる。

[0018] 分散室内において粉末試料を凝集状態が無くなった後に、スプレー状に分散室内に噴射されるようにするには、前記複数の絞りのうち１つが、前記分散室内において粉末試料の噴出口を形成するものであればよい。

[0019] 分散室内において分散された粉末試料を効率よく捕集して、例えば顕微鏡用の測定試料等を形成できるようにするには、前記分散室内に設けられた粉末試料を捕集する捕集部材に対して粉末試料とは逆電位の電圧を印加する電圧印加機構をさらに備えたものであればよい。

[0020] 凝集した粒子が複数の絞りを通過する間にさらに壁面等にぶつかりやすくし、分散された粒子の均一性を向上させるには、前記複数の絞りのうちの少なくとも１つが、他の絞りとは中心軸をずらして前記導入管内に設けられていればよい。

[0021] 凝集した粒子のうち粒子径が所定値よりも大きいものについては、導入管内を通過して分散室内に到達しにくくするには、前記複数の絞りのうちの少なくとも１つが、先端部が閉塞した筒状をなし、側面に孔が形成されたものであればよい。

発明の効果

[0022] このように本発明に係る試料分散装置によれば、導入管に複数の絞りが設けられているので、複数回にわたって粉末試料中の凝集状態の粒子群に対し

てせん断力を発生させて、分散した粒子にすることができる。また、例えば径が大きい凝集状態の粒子群については、分散した粒子と比較して絞りを複数回通過する際に導入管又は絞りの表面内に捉えられてしまう可能性が高い。したがって、分散室内に導入される粉末試料の分散性を従来よりも高くすることが可能となる。

図面の簡単な説明

[0023] [図1]本発明の第１実施形態に係る試料分散装置の模式図。

[図2]同実施形態における試料分散装置の分散開始時の状態を示す模式図。

[図3]同実施形態における導入機構を示す模式的斜視図。

[図4]同実施形態における導入機構の分解状態を示す模式的分解斜視図。

[図5]本発明の第２実施形態に係る試料分散装置の導入機構の構造を示す模式的断面図。

[図6]本発明の第３実施形態に係る試料分散装置の導入機構の構造を示す模式的断面図。

[図7]本発明の第３実施形態に係る試料分散装置の導入機構の構造を示す模式的斜視図。

符号の説明

[0024] １００・・・試料分散装置

１　　・・・容器

１１　・・・分散室

１２　・・・減圧器

１３　・・・保持部材

１４　・・・導入開口

Ｊ　　・・・導入機構

２　　・・・導入管

２１　・・・ノズル（絞り）

３　　・・・弾性隔壁体

３１　・・・試料室

３２　・・・針（膜開放部材）

４　・・・仕切り構造

４１　・・・ベース部

４２　・・・仕切り膜

４３　・・・固定部材

５１　・・・シール材

５２　・・・円形溝

５３　・・・突出部

５４　・・・貫通穴

５５　・・・リング状溝

５６　・・・係合突起

Ｓ　・・・粉末試料

発明を実施するための形態

[0025] 本発明の第１実施形態に係る試料分散装置１００について各図を参照しながら説明する。

[0026] 第１実施形態の試料分散装置１００は、例えば電子顕微鏡、光学顕微鏡、又は、ラマン顕微鏡によって粒子の状態を測定又は観察するための測定試料を作成するためのものである。測定試料は、例えばガラス板等の保持部材１３の上に試料分散装置１００によって粉末試料Ｓに含まれる凝集状態にある粒子群が分散されて粒子として保持されているものである。

[0027] 図１、図２に示すように、第１実施形態の試料分散装置１００は、内部に粉末試料Ｓが分散される容器１と、容器１の外側から当該容器１内に粉末試料Ｓを導入する導入機構Ｊと、を備えている。

[0028] 容器１は、内部に粉末試料Ｓが分散される分散室１１を形成するものであり、概略中空円筒状をなすものである。また、容器１は、容器１の内部を大気圧よりも低い所定圧力に減圧する減圧器１２を備えている。容器１の天面には導入機構Ｊを介して容器１の外部から内部の分散室１１内へ粉末試料Ｓを導入するための導入開口１４が形成してある。

[0029] 導入機構Ｊは、容器１の内外の圧力差によって、容器１の外側から内側へ粉末試料Ｓを導入するように構成してある。この導入機構Ｊは、容器１の導入開口１４を仕切る仕切り構造４と、分散室１１内へ粉末試料Ｓの導入が開始される前の状態において粉末試料Ｓが収容される試料室３１を形成する弾性隔壁体３と、容器１内部に設けられ、容器１の導入開口１４を通過した粉末試料Ｓを含む気体が流れる導入管２と、を備えている。この導入管２には、粉末試料Ｓを含む気体の流れが複数回圧縮と膨張を繰り返すように絞りとして複数のノズル２１が設けてある。これらの複数のノズル２１を粉末試料Ｓが通過することによって凝集状態にある粒子群にせん断力が働き、粒子ごとに分散されるようにしてある。

[0030] 次に導入機構Ｊの詳細について図１乃至図４を参照しながら説明する。なお、図３は容器１の外側部分に形成される導入機構Ｊの詳細を示す斜視図であり、図４は分解した状態を示す斜視図である。

[0031] 仕切り構造４は、図３及び図４に示すように、容器１の外表面において導入開口１４の周囲部分であるベース部４１と、導入開口１４を塞ぐように設けられる仕切り膜４２と、ベース部４１との間に仕切り膜４２の外周部を挟んで固定する円板状の固定部材４３と、を備えている。

[0032] 図４に示すように、ベース部４１には、導入開口１４の周囲にリング状のシール材５１が挿入される円形溝５２と、固定部材４３をネジによってベース部４１に対して固定するための複数のネジ穴が円環状に並べて形成してある。また、導入開口１４の周囲は、一部平円筒状に外側へ突出させた突出部５３を形成してある。

[0033] 仕切り膜４２は、例えば透明樹脂製の円形状の薄膜であって、ベース部４１と固定部材４３との間に挟持されて、導入開口１４を塞いでいる状態において、前記減圧器１２により容器１の内部が所定の真空度に減圧されても破れない強度を有している。

[0034] 固定部材４３は、中央部にベース部４１の突出部５３の外径とほぼ同じ直径の貫通穴５４を有しており、突出部５３の上に仕切り膜４２が配置された

状態で貫通穴５４を突出部５３に対して嵌め込んでベース部４１に対して取り付けられる。また、固定部材４３は、ベース部４１に取り付けられることによって、固定部材４３の裏側の面で仕切り膜４２をベース部４１との間で挟みこむとともに、円形溝５２内に挿入されているシール材５１を押し潰すように平面状に形成してある。すなわち、固定部材４３がベース部４１に対して固定された状態において、貫通孔の仕切り膜４２側の開口は容器１の導入開口１４と仕切り膜４２を介して対向するように設けてある。

[0035] さらに、固定部材４３の表側の面には、貫通穴５４の周囲を囲うようにドーナツ状溝５５が形成してあるとともに、貫通穴５４とドーナツ状溝５５との間を仕切る薄肉円筒状の係合突起５６が形成してある。この係合突起５６の外側周面に対しては、弾性隔壁体３の内周面を嵌め合わすことで取り付けられる。

[0036] 試料室３１は、図１に示すように、固定部材４３に取り付けられた弾性隔壁体３と仕切り膜４２との間に形成される空間であり、粉末試料Ｓが分散室１１内に導入される前の状態において、粉末試料Ｓと所定容量の気体が収容される空間である。この試料室３１は、容器１の導入開口１４の周囲を覆うように仕切り構造４に対して弾性隔壁体３を取り付けることで形成される。第１実施形態では、ベース部４１と固定部材４３との間に仕切り部材が挟まれている状態で、固定部材４３の貫通穴５４を介して仕切り膜４２上に粉末試料Ｓが載置され、その後、固定部材４３の係合突起５６に対して弾性隔壁体３が取り付けられる。

[0037] 弾性隔壁体３は、図１乃至図４に示すように開口側にフランジを有した概略半球殻形状のものである。この弾性隔壁体３は、例えばゴムで形成してあり、人の手で内側へ凹ますことができる。この弾性隔壁体３の内側天面には開口側に向かって膜開放部材である針３２が設けてある。針３２の長さは、弾性隔壁体３が固定部材４３の係合突起５６に対して嵌められており、かつ、変形していない自然状態において、針３２の先端が仕切り膜４２から所定距離離間するように設定してある。すなわち、図２に示すように、弾性変形

体の天面側を仕切り膜４２側へ押し込むことにより、針３２の先端を仕切り膜４２に対して接触、貫通させて、仕切り膜４２が破れるようにしてある。この結果、仕切り膜４２上に載置されていた粉末試料Ｓは容器１内にある導入管２内に導入される。また、容器１内は所定の真空度に保たれているので、弾性隔壁体３は、仕切り膜４２が破れた後においては容器１の導入開口１４側へ凹み、塞ぐように作用する。したがって、仕切り膜４２が破れた後には試料室３１に収容されていた容積以上の気体が容器１内へ導入されない。

[0038] 導入管２は、図１及び図２に示すように、その基端側開口が容器１の導入開口１４の周囲を覆うように容器１の内部天面に対して取り付けてある。この導入管２には、同じ形状のノズル２１が同軸上に並んで３つ設けてある。このうちの１つのノズル２１は、導入管２の先端開口をなし、粉末試料Ｓが分散室１１内へ噴出される噴出口を兼ねている。

[0039] 各ノズル２１は、先細ノズルであって、導入管２全体として見た場合に最小流路径となった後に流路径が拡大するように構成してある。すなわち、各ノズル２１を気体が通過するごとに圧縮と膨張が繰り返されるようにしてある。また、導入管２の中間部分に設けてある２つのノズル２１については、その先端部が次のノズル２１の基端部に対して所定距離離間した状態で配置してある。

[0040] 次にこのように構成された試料分散装置１００の動作について説明する。

[0041] まず、図４に示すように容器１の導入開口１４を塞ぐように仕切り膜４２を配置し、その上から固定部材４３によって仕切り膜４２をベース部４１との間に挟み込みボルト締めで固定する。

[0042] 次に固定部材４３の貫通穴５４を介して仕切り膜４２上に粉末試料Ｓを載置し、図３に示すように、弾性隔壁体３を固定部材４３の係合突起５６に対して嵌め合わせた状態とする。

[0043] その後、減圧器１２によって容器１内に形成されている分散室１１内の圧力を下げ、所定の真空度にする。減圧が終了したら、図２に示すようにユーザは弾性隔壁体３の天面部を仕切り膜４２側へと押し込み、針３２によって

仕切り膜４２を破く。ここで、仕切り膜４２を破くためには、弾性隔壁体３を変形させるだけであり、摺動部や隙間を有する機械は試料室３１内に設けられていない。このため、仕切り膜４２を破いても粉末試料Ｓが隙間等に詰まり、周囲が汚れてしまうのを防ぐことができる。したがって、従来と比較して分散終了後に試料室３の周辺を清掃するのにも手間がかからない。

[0044] 試料室３１内は大気圧であり、分室内は所定の真空度であるので、容器１の内外の圧力差によって仕切り膜４２上にあった粉末試料Ｓは試料室３１内に収容されていた所定容量の気体とともに導入管２を通って分散室１１内へと吸い込まれることになる。

[0045] 粉末試料Ｓを含む気体は導入管２を流れる際に、複数のノズル２１を通過することになる。この際、流路径の縮小と拡大がノズル２１を通過するごとに発生し、その度に凝集状態にある粒子群に対して加速度の変化によるせん断力が働き、粒子群を分散させるように作用する。また、粉末試料Ｓのうち特に凝集状態に径が大きいものについては、各ノズル２１間の空間内に滞留したり、ノズル２１や導入管２の壁面に捕集されたりして、次のノズル２１に到達できないものも発生する。すなわち、粉末試料Ｓが導入管２を流れる過程において、凝集状態にあってうまく分散されなかったものは、導入管２の先端に配置されているノズル２１の噴出口から分散室１１内に噴出されにくい。

[0046] 噴出口から分散室１１内に噴出された粒子は、下方に落下していき、分散室１１内に配置されている捕集部材の表面に捕集される。容器１内を大気開放した後、粉末試料Ｓの粒子を補修した捕集部材は、容器１内から取り出され、顕微鏡等で測定試料として用いられる。

[0047] このように第１実施形態の試料分散装置１００によれば、導入管２に複数のノズル２１を設けて多段ノズルが構成されているので、粉末試料Ｓを含む気体の流れは、複数のノズル２１によって圧縮と膨張を複数回繰り返され、粒子を分散状態にするようにせん断力が複数回加えられることになる。このため、従来と比較して凝集状態にある粒子群を細かく、均一に分散すること

ができる。

[0048] また、凝集状態にある粒子群のうち、うまく分散されず径が大きいままのものは、各ノズル２１間の空間内に滞留しやすくなり、多段ノズルが一種のフィルタとして機能する。このため、凝集状態が保たれたままの粒子群についてはうまく分散された粒子と比較して、導入管２の先端に設けられたノズル２１の噴出口から噴出されにくい。したがって、分散室１１内には分散された粒子の割合も高めることができ、分散性を高めることができる。

[0049] さらに、粉末試料Ｓの導入開始前の状態において弾性隔壁体３により所定容量の気体のみが収容される試料室３１が形成されるので、粉末試料Ｓの特性に応じて分散を促進するのに適した気体の量で分散室１１内へ導入することができる。また、弾性隔壁体３は、固定部材４３の係合突起５６に対して嵌め込まれているだけなので、例えば弾性隔壁体３の内部容積を複数種類用意しておくことで、粉末試料Ｓの種類に応じて導入時に分散室１１内に流入する気体の量を変更するといったことも可能となる。

[0050] 加えて、仕切り膜４２が破かれた後は、弾性隔壁体３が導入開口１４を封止し、分散に必要な量以上の気体が大気側から分散室１１内に流入するのを防ぐことができる。このため、分散室１１内に流入した粉末試料Ｓの粒子が、大気側から気体が流入して巻き上げられて、分散性が損なわれてしまうこともない。このようなことが可能となるのは、弾性隔壁体３の内部に仕切り膜４２を破るための針３２が設けられており、仕切り膜４２を破るために弾性隔壁体３を固定部材４３から取り外す必要が無いからである。

[0051] 本発明の第２実施形態に係る試料分散装置１００について図５を参照しながら説明する。なお、第１実施形態において説明した部材に対応する部材には同じ符号を付すこととする。

[0052] 第２実施形態の試料分散装置１００は、導入管２内に設けられる複数の絞りであるノズル２１の配置が第１実施形態とは異なっている。すなわち図５に示すように、１段目と３段目のノズル２１はそれぞれの中心軸が一致するように配置されているのに対して、２段目のノズル２１が他のノズル２１と

は中心軸が一致しないように配置されている。より具体的には、１段目及び３段目のノズル２１はその中心軸が導入管２の中心軸と一致するように配置されているのに対して、２段目のノズル２１については、導入管２の中心軸に対して外周側へとずらして配置されている。このため、２段目のノズル２１を導入管２内に支持するための中心軸に対して交差する方向に広がる支持面２１Ｓが形成されている。

[0053] このように構成された第２実施形態に係る試料分散装置１００であれば、２段目のノズル２１の中心軸が他のノズル２１に対してずれているので、１段目のノズル２１を通過した粒子径の大きい凝集した粒子が２段目のノズル２１の壁面又は支持面２１Ｓでぶつかりやすくなる。また、２段目のノズル２１を通過する凝集した粒子についても３段目のノズル２１の壁面等にぶつかりやすくすることができる。

[0054] これらのことから、凝集した粒子が導入管２を通過する間に壁面等にぶつかる確率を高め、分散作用をさらに向上させることができる。

[0055] 次に本発明の第３実施形態に係る試料分散装置１００について、図６及び図７を参照しながら説明する。なお、第１実施形態において説明した部材に対応する部材には同じ符号を付すこととする。

[0056] 第３実施形態の試料分散装置１００は、導入管２内に設けられた複数の絞りのうちの１つは、先端部が閉塞した筒状をなし、側面に孔２３が形成されたノズル２１Ａである点が第１実施形態と異なっている。

[0057] すなわち、第１実施形態における１段目のノズル２１の代わりに第３実施形態では、先端部が概略円錐台形状をなし、先端部が閉塞した凝集粒子捕集部２２と、側面に開口する複数の孔２３とを備えた先端閉塞ノズル２１Ａを備えている。

[0058] このように構成された第３実施形態の試料分散装置１００であれば、凝集した粒子で粒子径の所定値よりも大きいものは、孔２３からの吸引力よりも重力の作用が大きいので、凝集粒子捕集部２２において捕集され、２段目のノズル２１へと通過することができない。また、十分に分散された粒子につ

いては孔２３からの吸引力の方が重力よりも大きいので、孔２３を通過して２段目及び３段目のノズル２１へと到達することができる。

[0059] このように第３実施形態の試料分散装置１００であれば、凝集した粒子が分散室１１内へ到達しにくくし、さらに粒子径が均一となった状態での分散が可能となる。さらに、保持部材１３に分散された後に容器１を取り外す際に破れた弾性隔壁体３等に付着していた凝集した粒子が重力の作用により落ちたとしても、凝集粒子捕集部２２において捕集することができる。このため、保持部材１３を取り出す際に新たな粒子が保持部材１３に付着することを防ぐことができ、粒子径の均一性を保ち続けることができる。

[0060] その他の実施形態について説明する。

[0061] 前記実施形態では、試料室内が大気圧であり、分散室内が負圧となるように構成することで導入機構が容器の内外の圧力差によって粉末試料を容器の内部に導入するように構成されていたが、試料室内を分散室内よりも圧力が高くなるように加圧して圧力差を形成して、粉末試料が試料室から分散室へと導入されるようにしてもよい。

[0062] また、例えば大気側から容器内の分散室へ気体の流入が続いても粉末試料の分散や分散された粒子の捕集に問題が生じないのであれば、弾性隔壁体を設けず、試料室を形成しなくてもよい。すなわち、試料分散装置が、容器と、容器内へ粉末試料を導入するための導入管を備えており、この導入管に複数のノズル等の絞りが設けられているものであってもよい。

[0063] また、絞りとしては先細ノズルに限られるものではなく、例えばラバルノズル（先細末広ノズル）を用いてもよい。すなわち、導入管に設けられる絞りは、ノズルの前後において気体の圧縮と膨張が生じるものだけでなく、ノズルの通過中に圧縮と膨張が生じるものであってもよい。複数のノズルの設置間隔については、前記実施形態に示したものに限られず、流れ方向に対して垂直な方向から見た場合に、各ノズルに重なっている部分が存在するように設置間隔を詰めても設けても良い。

[0064] 加えて、絞りはノズルに限られるものではなく、オリフィスであってもよ

い。さらに、絞りの形状は同じものでなくてもよく、それぞれ特性の異なる絞りが導入管に設けられていても良い。また、絞りを通過した後に流路径が絞りの出口と同じ径に保たれるようにして、下流側の絞りにおいてさらに流路径を絞るように構成してもよい。

[0065] 導入管は容器の内部に設けられたものに限られず、例えば、容器の内外を貫通するように設けたものや、容器の外に配置され、例えば導入管を通過した粉末試料が容器内へ導入されるようにしたものであっても構わない。また、試料室と分散室との間にもうひとつ別の部屋である中間室を形成しておき、導入管を通って分散された粉末試料を一時、中間室に流入させ、中間室から分散室内へ分散された粉末試料が流入するようにしてもよい。

[0066] 分散室内に流入した粉末試料が捕集部材によって捕集されやすくするために、捕集部材に粉末試料とは逆電位の電圧を印加する電圧印加機構をさらに備えてもよい。

[0067] 膜開放部材については針に限られるものではなく、仕切り膜を破れるものであれよく、例えば刃物等であっても構わない。

[0068] 仕切り構造については、前記実施形態に示したものに限られず、例えば導入管を容器の内外に貫通するように設けておき、導入管に開閉バルブを設けて仕切り構造としても構わない。

[0069] 第２実施形態において、中心軸をずらして配置されるノズルは２段目のノズルに限られず、１段目、３段目であっても構わない。なお、第３実施形態において先端閉塞ノズルが設けられるのはどの位置であってもよいが、凝集した粒子の捕集効果と粒子径の小さい粒子の通過効率とを両立させるには、１段目又は２段目に先端閉塞ノズルを配置することが好ましい。

[0070] その他、本発明の趣旨に反しない限りにおいて、各実施形態同士を一部又は全部組み合わせても構わない。

産業上の利用可能性

[0071] 本発明によれば、分散室内に導入される粉末試料の分散性を従来よりも高くすることが可能な試料分散装置を提供できる。

請求の範囲

[請求項1] 粉末試料が分散される分散室を内部に形成する容器と、

前記容器の内外の圧力差によって、粉末試料を含む気体を前記容器の外側から前記分散室内へ導入する導入機構と、を備え、

前記導入機構が、

粉末試料を含む気体が流れる導入管と、

前記導入管に設けられた複数の絞りと、を具備することを特徴とする試料分散装置。

[請求項2] 前記導入管において流体が前記複数の絞りを通過した後、又は、前記複数の絞りを通過する際に最小流路径となった後、に流路径が拡大するように構成されていることを特徴とする請求項１記載の試料分散装置。

[請求項3] 前記分散室内を減圧する減圧器をさらに備え、

前記導入機構が、

粉末試料が前記分散室内に導入される前の状態において、粉末試料と所定容量の気体が収容される試料室と、

粉末試料が前記分散室内に導入される前の状態において、前記試料室内と前記分散室との間を仕切り、粉末試料が導入される際に開放される仕切り構造と、をさらに具備する請求項１記載の試料分散装置。

[請求項4] 前記仕切り構造が、

前記容器に形成された粉末試料が導入される導入開口を仕切る仕切り膜を具備し、

前記導入機構が、

前記容器の外側に設けられ、内部に前記試料室を形成する弾性隔壁体と、

前記弾性隔壁体の前記内部に設けられ、当該弾性隔壁体を変形させることによって前記仕切り膜と接触して破るように構成された膜開

放部材と、を具備する請求項３記載の試料分散装置。

[請求項5] 前記仕切り構造が、

前記容器の外側に対して取り付けられ、前記導入開口の周囲との間において前記仕切り膜の周辺部を挟み込む固定部材と、

前記固定部材が前記容器に取り付けられた状態において、前記導入開口と対向するように前記固定部材に対して形成された貫通穴と、

前記固定部材において前記貫通穴の前記容器とは反対側の開口の周囲に形成され、前記弾性隔壁体の内側面と係合する係合突起と、を備えた請求項４記載の試料分散装置。

[請求項6] 前記複数の絞りが、流れ方向に所定長を有し、前記導入管の基端側から先端側に進むに連れて流路径が小さくなる部分を有するノズルである請求項１記載の試料分散装置。

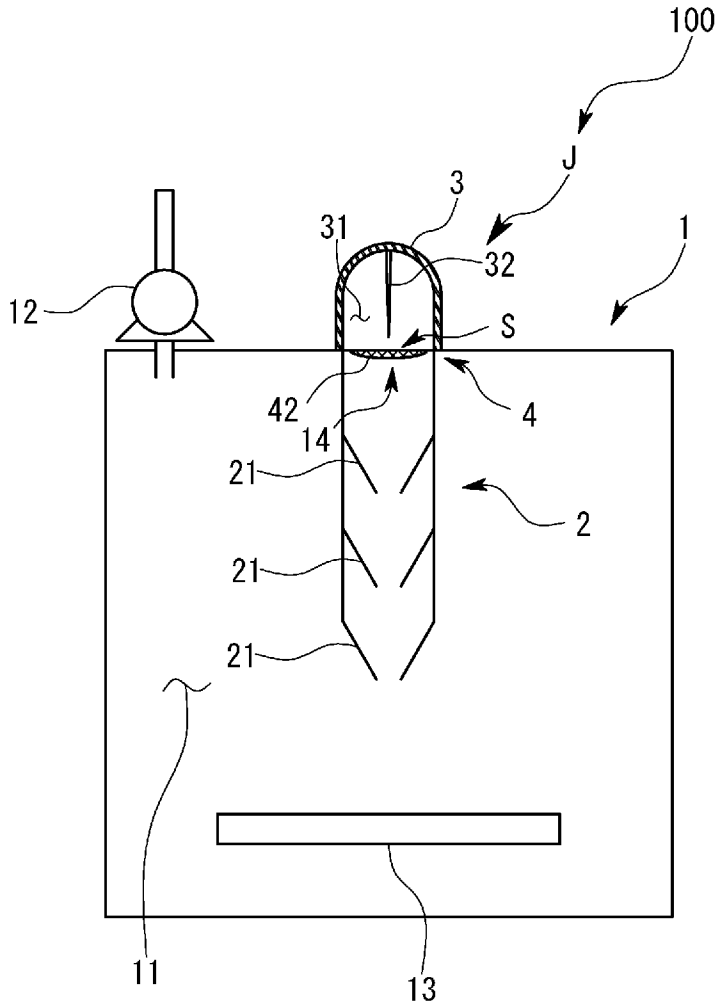
[請求項7] 前記複数の絞りのうち１つが、前記分散室内において粉末試料の噴出口を形成する請求項１記載の試料分散装置。

[請求項8] 前記分散室内に設けられた粉末試料を捕集する捕集部材に対して粉末試料とは逆電位の電圧を印加する電圧印加機構をさらに備えた請求項１記載の試料分散装置。

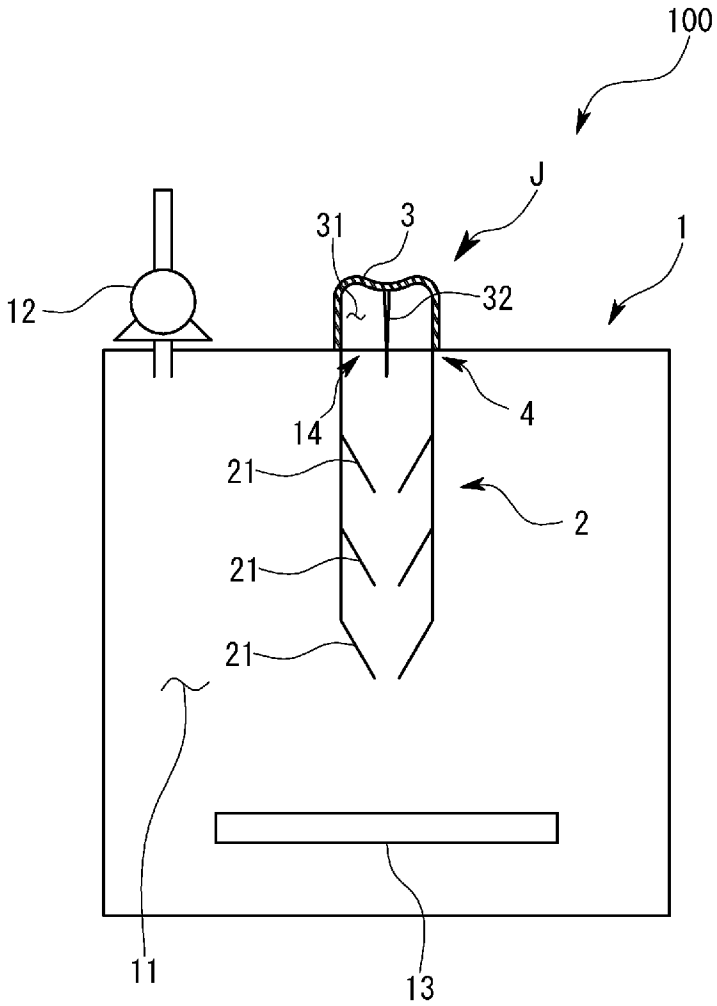
[請求項9] 前記複数の絞りのうちの少なくとも１つが、他の絞りとは中心軸をずらして前記導入管内に設けられている請求項１記載の試料分散装置。

[請求項10] 前記複数の絞りのうちの少なくとも１つが、先端部が閉塞した筒状をなし、側面に孔が形成されたものである請求項１記載の試料分散装置。

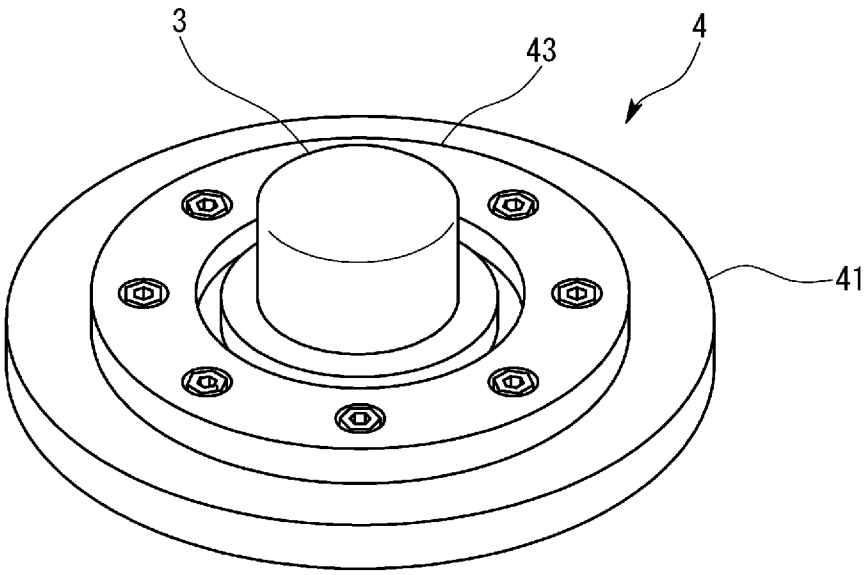
[図1]



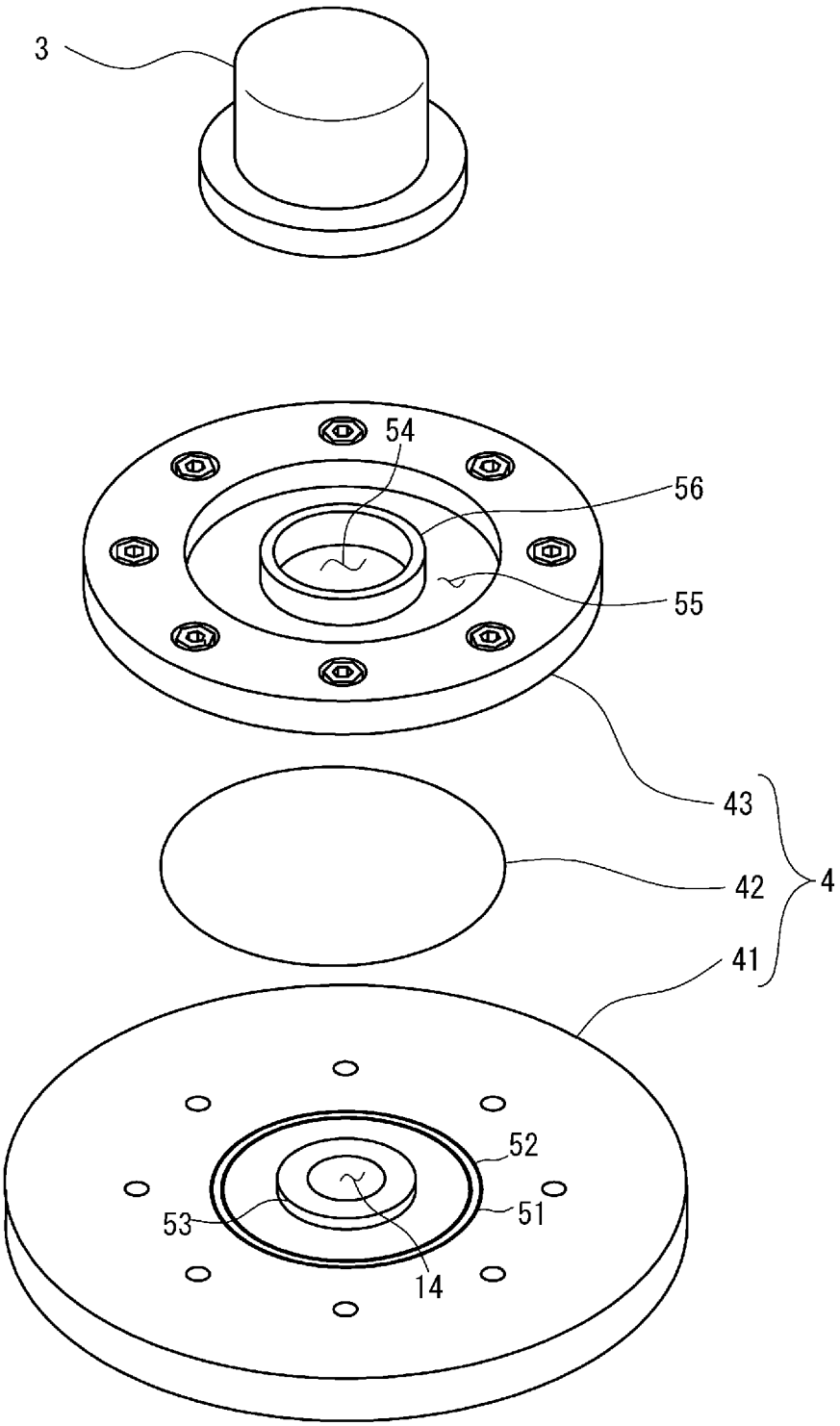
[図2]



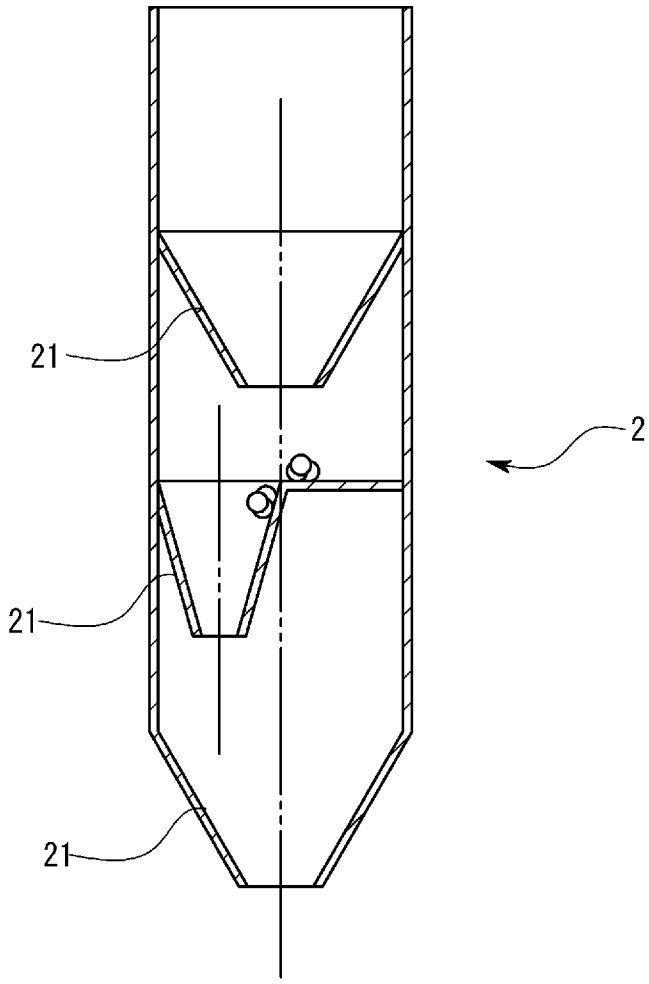
[図3]



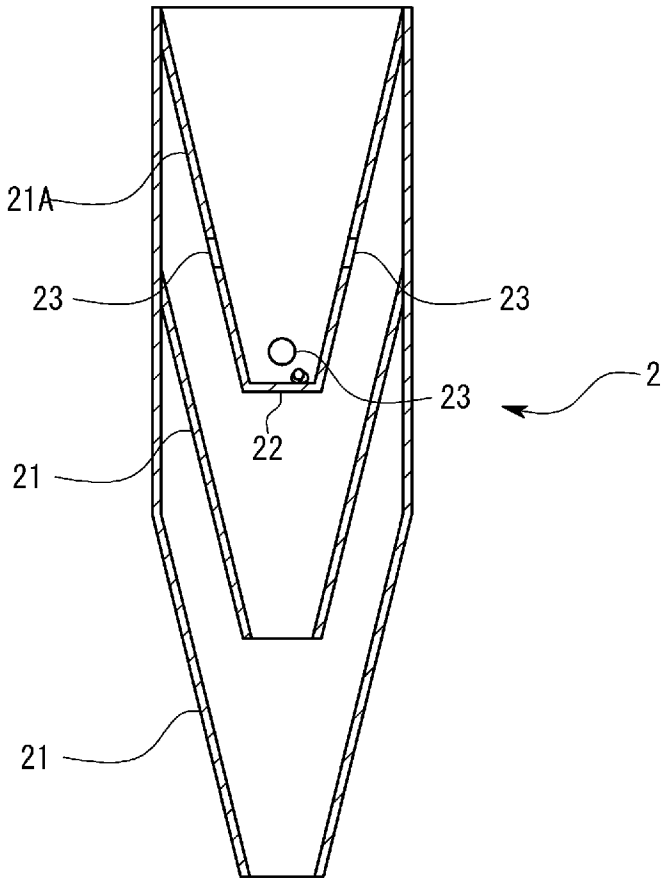
[図4]



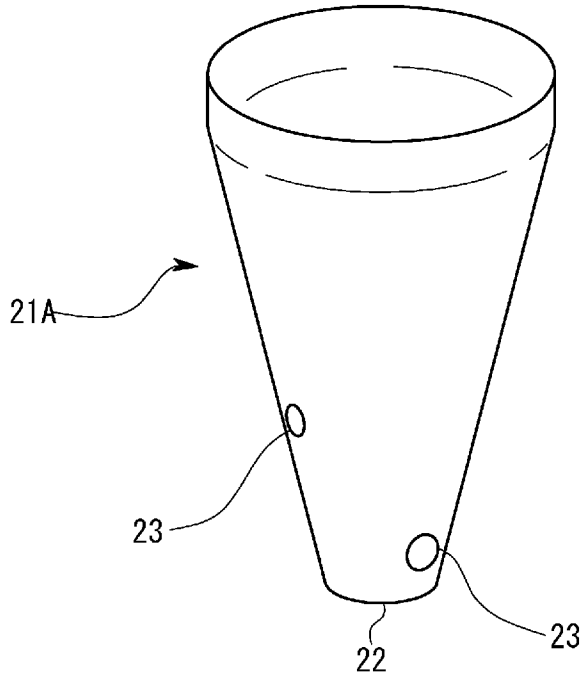
[図5]



[図6]



[図7]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2018/033490

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl. G01N1/28(2006.01)i, G01N15/00(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. G01N1/28, G01N15/00

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.
A	JP 2001-242062 A (HORIBA, LTD.) 07 September 2001, entire text, all drawings (Family: none)	1-10
A	JP 63-502213 A (ERNST LEITZ WETZLAR GMBH) 25 August 1988, entire text, all drawings & US 4868128 A1 [entire text, all drawings] & EP 250419 A1 & DE 3545865 A & DE 3545865 A1	1-10
A	JP 11-337469 A (KOWA CO., LTD.) 10 December 1999, entire text, all drawings (Family: none)	1-10

☒ 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
"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
"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	Date of mailing of the international search report
16 November 2018 (16.11.2018)	27 November 2018 (27.11.2018)

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2018/033490

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	Microfilm of the specification and drawings annexed to the request of Japanese Utility Model Application No. 2526/1976 (Laid-open No. 96331/1977) (HITACHI METALS, LTD.) 19 July 1977, entire text, all drawings (Family: none)	1-10
A	WO 2015/159870 A1 (HORIBA, LTD.) 22 October 2015, entire text, all drawings & US 2017/0045426 A1 [entire text, all drawings] & GB 2548652 A	1-10
A	JP 61-173132 A (CHIANG, William W.) 04 August 1986, entire text, all drawings & US 4590792 A1 [entire text, all drawings]	1-10
A	JP 2010-527455 A (MALVERN INSTRUMENTS LIMITED) 12 August 2010, entire text, all drawings & US 2010/0326213 A1 [entire text, all drawings] & GB 2449312 A & EP 2602603 A1	1-10
A	JP 8-201268 A (POOLE, Trent A.) 09 August 1996, entire text, all drawings & US 5522555 A1 [entire text, all drawings] & EP 670484 A1 & AU 2094495 A & CA 2184372 A & AT 195804 T	1-10

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１８／０３３４９０

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　G01N1/28(2006.01)i, G01N15/00(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.　G01N1/28, G01N15/00

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
A	JP 2001-242062 A (株式会社堀場製作所) 2001.09.07, 全文, 全図 (ファミリーなし)	1-10
A	JP 63-502213 A (エルンスト　ライツ　ヴエツラー　ゲゼルシヤフト　ミツト　ベシユレンクテル　ハフツング) 1988.08.25, 全文, 全図 & US 4868128 A1 [全文, 全図] &EP 250419 A1 & DE 3545865 A & DE 3545865 A1	1-10
A	JP 11-337469 A (興和株式会社) 1999.12.10, 全文, 全図 (ファミ	1-10

☑　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	国際調査報告の発送日
１６．１１．２０１８	２７．１１．２０１８

国際調査機関の名称及びあて先
日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ）
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）　２Ｊ　４４５５
野田　華代
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
	リーなし)	
A	日本国実用新案登録出願 51-2526 号（日本国実用新案登録出願公開 52-96331 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(日立金属株式会社) 1977.07.19, 全文, 全図（ファミリーなし)	1-10
A	WO 2015/159870 A1 (株式会社堀場製作所) 2015.10.22, 全文, 全図 & US 2017/0045426 A1 [全文, 全図] & GB 2548652 A	1-10
A	JP 61-173132 A（ウイリアム・ウエイーリ・チヤング) 1986.08.04, 全文, 全図 & US 4590792 A1 [全文, 全図]	1-10
A	JP 2010-527455 A (マルバーン　インストゥルメンツ　リミテッド) 2010.08.12, 全文, 全図 & US 2010/0326213 A1 [全文, 全図] & GB 2449312 A & EP 2602603 A1	1-10
A	JP 8-201268 A（トレント　オースティン　ポール) 1996.08.09, 全文, 全図 & US 5522555 A1 [全文, 全図] & EP 670484 A1 & AU 2094495 A & CA 2184372 A & AT 195804 T	1-10