

(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
2024年8月15日(15.08.2024)

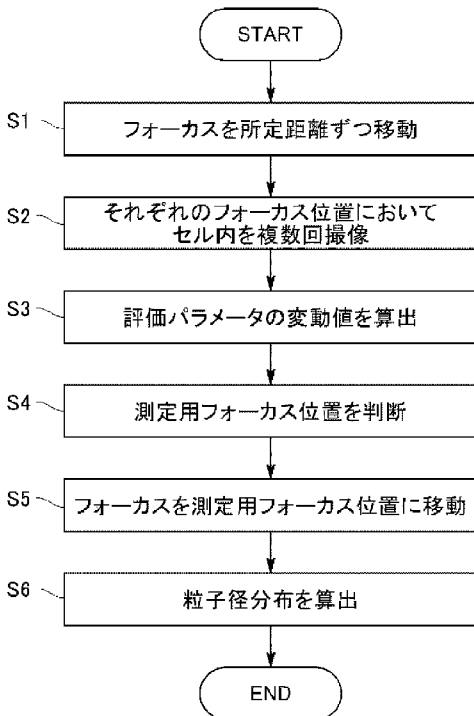


(10) 国際公開番号
WO 2024/166705 A1

- (51) 国際特許分類:
G01N 15/0227 (2024.01) G03B 13/36 (2021.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2024/002288
- (22) 国際出願日: 2024年1月25日(25.01.2024)
- (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 2023-018935 2023年2月10日(10.02.2023) 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: 菅澤 央昌(SUGASAWA, Hirosuke);
〒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, 外(NISHIMURA, Ryuhei et al.); 〒6008441 京都府京都市下京区四条町347番地1 CUBE西烏丸9階 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, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, MW, MX, MY,

(54) Title: PARTICLE DIAMETER DISTRIBUTION MEASUREMENT DEVICE, PARTICLE DIAMETER DISTRIBUTION MEASUREMENT METHOD, AND PARTICLE DIAMETER DISTRIBUTION MEASUREMENT PROGRAM

(54) 発明の名称: 粒子径分布測定装置、粒子径分布測定方法、及び、粒子径分布測定用プログラム



S1 Move focus in increments of prescribed distance
S2 Image inside of cell plurality of times at each focus position
S3 Calculate variable value of evaluation parameter
S4 Determine measurement focus position
S5 Move focus to measurement focus position
S6 Calculate particle diameter distribution

(57) Abstract: A particle diameter distribution measurement device 100 comprising an imaging means 3 that images particles in a cell 1 and an analysis unit 41 that calculates a particle diameter distribution by calculating diffusion velocity due to Brownian motion of the particles in imaging data obtained by the imaging means 3, said particle diameter distribution measurement device 100 being provided with: a data group acquisition unit 43 that acquires, at each of a plurality of



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, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, WS, 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, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, 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, ME, 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))

focus positions in the cell 1, an imaging data group which comprises a plurality of pieces of imaging data obtained by the imaging means 3; a variable value calculation unit 44 that calculates a variable value of a prescribed evaluation parameter obtained from each of the plurality of pieces of imaging data constituting the imaging data groups; and a focus position determination unit 45 that, on the basis of variable values respectively corresponding to the plurality of focus positions, determines a measurement focus position to be used during measurement.

(57) 要約: セル1内の粒子を撮像する撮像手段3と、撮像手段3により得られる撮像データに基づいて、粒子のブラウン運動による拡散速度を算出することにより粒子径分布を算出する分析部41と、を備える粒子径分布測定装置100であって、撮像手段3により得られる複数の撮像データからなる撮像データ群を、セル1内における複数のフォーカス位置それぞれにおいて取得するデータ群取得部43と、撮像データ群を構成する複数の撮像データそれぞれから得られる所定の評価パラメータの変動値を算出する変動値算出部44と、複数のフォーカス位置それぞれに対応する変動値に基づいて、測定時に用いる測定用フォーカス位置を判断するフォーカス位置判断部45と、を備えるようにした。

明 細 書

発明の名称：

粒子径分布測定装置、粒子径分布測定方法、及び、粒子径分布測定用プログラム

技術分野

[0001] 本発明は、粒子径分布測定装置、粒子径分布測定方法、及び、粒子径分布測定用プログラムに関するものである。

背景技術

[0002] 従来の粒子径分布測定装置としては、特許文献1に示すように、粒子軌跡解析法（PTA法）と称される測定法を用いたものがある。

[0003] この測定法は、セル内の粒子を撮像して得られる撮像データに基づいて、粒子のブラウン運動による拡散速度を算出することで粒子径分布を測定するものである。

[0004] 測定精度を担保するためには、多くの粒子にフォーカスを合わせた状態で撮像データを得ることが望ましいものの、現状では、作業者が手動でフォーカス位置を調整しており、この作業には手間や時間がかかっている。

[0005] そこで本発明者は、装置にフォーカスを自動で合わせる機能を備えさせるべく、カメラ等に搭載されている既存のオートフォーカス機能の適用を試みた。

[0006] かかる既存のオートフォーカス機能としては、例えば画像のコントラストを一次微分等により数値化して、その最大となる位置にフォーカスを合わせるものがある。

[0007] ところが、粒子のブラウン運動は、本質的に不連続な運動であり、言い換えれば、いたるタイミングで微分不可能な運動であるから、粒子は常にちらついており、上述した既存のオートフォーカス機能を用いても、コントラストを最大化する動作が収束しない場合が多い。

[0008] このことは、コントラストに限らず、オートフォーカスに際してどのよう

なパラメータを用いるにせよ共通することである。つまり、画像に現れる種々のパラメータが短時間で変化し得るので、例えばハイスピードカメラを用いて撮像間隔を短くするなどといった工夫をしたとしても、前の撮像データと次の撮像データとが似通ったものになる保証はなく、反ってガラッと変わることもあり、フォーカス位置が定まらないことが多い。

[0009] その結果、P T A法にフォーカス機能を適用しても成功確率は非常に低く、現実的には時間の短縮化につながらない。

先行技術文献

特許文献

[0010] 特許文献1：特開2020-204604

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0011] そこで、本発明は上述した問題を一挙に解決するものであり、P T A法による粒子径分布測定において、フォーカス位置を高い成功確率で合わせることができるようになることをその主たる課題とするものである。

課題を解決するための手段

[0012] すなわち本発明に係る粒子径分布測定装置は、セル内の粒子を撮像する撮像手段と、前記撮像手段により得られる撮像データに基づいて、粒子のブラウン運動による拡散速度を算出することにより粒子径分布を算出する分析部と、を備える粒子径分布測定装置であって、前記撮像手段により得られる複数の撮像データからなる撮像データ群を、前記セル内における複数のフォーカス位置それぞれにおいて取得するデータ群取得部と、前記撮像データ群を構成する複数の撮像データそれぞれから得られる所定の評価パラメータの変動値を算出する変動値算出部と、前記複数のフォーカス位置それぞれに対応する前記変動値に基づいて、測定時に用いる測定用フォーカス位置を判断するフォーカス位置判断部と、を備えることを特徴とするものである。

[0013] ここで、上述した通り、撮像データに含まれる種々のパラメータは短時間

で変化し得るが、この時間的な変化の度合いは、ピントの合わないフォーカス位置では大きくなり、ピントの合うフォーカス位置では小さくなるはずである。

このことに鑑みれば、本発明に係る粒子径分布測定装置は、複数のフォーカス位置それぞれに対応する評価パラメータの変動値に基づいて測定用フォーカス位置を判断しており、言い換えれば、時間的な変動というブラウン運動の本質を用いて測定用フォーカス位置を判断していることになる。

その結果、本発明によれば、ピントの合うフォーカス位置に高い成功確率で合わせることができ、フォーカスを合わす手間を大幅に削減することが可能となる。

[0014] ところで、粒子のブラウン運動は本質的に不連続な運動であるから、フォーカスの合わないフォーカス位置においても、変動値が偶発的に小さくなることが考えられる。

そこで、このようなフォーカス位置が測定用フォーカス位置として判断されてしまうことを防ぐためには、前記フォーカス位置判断部が、前記変動値が閾値を下回る複数のフォーカス位置を含む安定範囲の中から前記測定用フォーカス位置を定めることが好ましい。

[0015] 測定用フォーカス位置をフォーカスの合う位置により近づけるためには、前記フォーカス位置判断部が、前記安定範囲において前記変動値が最小となるフォーカス位置、又は、前記前記安定範囲の中央部のフォーカス位置を前記測定用フォーカス位置として判断することが好ましい。

[0016] 前記評価パラメータを値が時間的に変動するものとするためには、前記撮像データの示す画像のコントラスト、該画像に写る粒子数、該画像を構成する各ピクセルの強度、又は、該画像に含まれる所定強度を上回るピクセルの数であることが好ましい。

[0017] 前記変動値が、前記評価パラメータの時間変動の度合いを示す値であることで、時間的な変動というブラウン運動の本質を用いて測定用フォーカス位置を判断することができる。

[0018] ここで、一方の軸を評価パラメータの値とし、他方の軸を頻度とした分布グラフが、例えば値の大きい側に広いテールを引いており、外れ値が発生しやすい分布であった場合、変動値を算出するには、外れ値をカットするか、外れ値があることを前提に算出するか2通りが考えられる。しかしながら、外れ値をカットする外れ値処理は、サンプルによって大きく状況が異なり、プログラムの煩雑化を招来し得る。

そこで、前記変動値算出部が、一方の軸を前記評価パラメータの値とし、他方の軸を頻度とした分布グラフに所定関数をフィッティングして前記変動値を算出することが好ましい。

このような構成であれば、上述した分布が外れ値の発生しやすい分布であったとしても、煩雑になり得る外れ値処理を用いることなく、尤もらしい変動値を算出することが可能となる。

[0019] 前記変動値算出部が、前記セルの奥行方向の一部に設定された探索領域に含まれる前記フォーカス位置に対応する前記分布グラフに前記所定関数をフィッティングすることが好ましい。

このような構成であれば、セルの奥行方向の全領域に亘りフォーカス位置を移動させずに済み、フォーカス位置をより短時間で調整することができる。

[0020] ところで、PTA法による測定では、粒子径分布の測定後、セル内の粒子を攪拌したり、或いは、撮像する位置を変更したりして、再び粒子径分布を測定するといった作業を繰り返すことで、測定回数を増やして測定精度の向上を図る場合がある。

この場合、現状では、攪拌後はフォーカスが大きく外れていないと考え、攪拌前のフォーカス位置を変えずに測定を続けているが、測定精度のさらなる向上を図るには、攪拌後もフォーカス位置を再調整することが好ましい。

とはいえ、攪拌する度にフォーカスを手動で合わせるのでは、時間や手間が膨大にかかってしまう。

[0021] そこで、前記粒子径分布測定装置が、前記セル内の粒子を攪拌させる攪拌

手段をさらに備える構成であれば、本発明の作用効果がより顕著に発揮され、短時間で手間をかけずに測定精度のさらなる向上を図れる。

[0022] 前記撮像手段のフォーカスを前記測定用フォーカス位置に合わせるフォーカス調整部を備えることが好ましい。

このような構成であれば、測定用フォーカス位置に自動的にフォーカスを合わせるオートフォーカス機能を発揮させることができる。

[0023] 上述した攪拌手段及びフォーカス調整部を備える構成において、測定の自動化を図るためには、前記フォーカス調整部による前記撮像手段のフォーカスの位置合わせと、前記分析部による前記粒子径分布の算出と、前記攪拌手段による前記セル内の粒子の攪拌とが繰り返されることが好ましい。

[0024] 本発明に係る粒子径分布測定方法は、セル内の粒子を撮像する撮像手段と、前記撮像手段により得られる撮像データに基づいて、粒子のブラウン運動による拡散速度を算出することにより粒子径分布を算出する分析部と、を備える粒子径分布測定装置を用いた粒子径分布測定方法であって、前記撮像手段により得られる複数の撮像データからなる撮像データ群を、前記セル内における複数のフォーカス位置それぞれにおいて取得するデータ群取得ステップと、前記撮像データ群を構成する複数の撮像データそれぞれから得られる所定の評価パラメータの変動値を算出する変動値算出ステップと、前記複数のフォーカス位置それぞれに対応する前記変動値に基づいて、測定時に用いる測定用フォーカス位置を判断するフォーカス位置判断ステップと、を備えることを特徴とする方法である。

[0025] 本発明に係る粒子径分布測定用プログラムは、セル内の粒子を撮像する撮像手段と、前記撮像手段により得られる撮像データに基づいて、粒子のブラウン運動による拡散速度を算出することにより粒子径分布を算出する分析部と、を備える粒子径分布測定装置に用いられるプログラムであって、前記撮像手段により得られる複数の撮像データからなる撮像データ群を、前記セル内における複数のフォーカス位置それぞれにおいて取得するデータ群取得部と、前記撮像データ群を構成する複数の撮像データそれぞれから得られる所

定の評価パラメータの変動値を算出する変動値算出部と、前記複数のフォーカス位置それぞれに対応する前記変動値に基づいて、測定時に用いる測定用フォーカス位置を判断するフォーカス位置判断部と、としての機能をコンピュータに発揮させることを特徴とするものである。

[0026] このような粒子径分布測定方法及び粒子径分布測定用プログラムであれば、上述した粒子径分布測定装置と同様の作用効果が得られる。

発明の効果

[0027] 以上に述べた本発明によれば、PTA法による粒子径分布測定において、フォーカス位置を高い成功確率で合わせることが可能となり、フォーカス調整の手間を大幅に削減することができる。

図面の簡単な説明

[0028] [図1]本発明の一実施形態に係る粒子径分布測定装置を示す模式図。
[図2]同実施形態の情報処理装置の機能を示す機能ブロック図。
[図3]同実施形態におけるオートフォーカス機能を説明するための模式図。
[図4]同実施形態の評価パラメータのばらつきを示す実験結果。
[図5]同実施形態の評価パラメータのばらつきを示す分布グラフ。
[図6]その他の実施形態における粒子径分布測定装置を示す模式図。
[図7]その他の実施形態における粒子径分布測定装置の動作を示すフローチャート。

発明を実施するための形態

[0029] 以下、本発明に係る粒子径分布測定装置の一実施形態について、図面を参照しながら説明する。

[0030] <装置構成>

本実施形態における粒子径分布測定装置100は、図1に示すように、セル1内の粒子に励起波長の光を照射する光照射部2と、セル1内の粒子による散乱光を検出することで粒子を撮像する撮像手段3と、撮像手段3により得られた撮像データを解析する情報処理装置4とを備える。

[0031] 光照射部2は、異なる励起波長の光を照射する複数の光源21、22、2

3を有している。光源21、22、23は、例えばレーザー光源である。ここで、粒子による散乱光を検出して粒子を撮像する場合、粒子径に応じて適した励起波長の光を照射する必要がある。本実施形態では、様々な粒子径の粒子対応するために、3つの光源21、22、23を有している。なお、1つの光源において3つの励起波長を含む光を照射するものであっても良い。また、光源の数は3つ以上であっても良いし、1つであっても良い。

[0032] 第1の光源21は、所定の第1の励起波長 λ_1 の光を照射するものであり、第2の光源22は、所定の第2の励起波長 λ_2 の光を照射するものであり、第3の光源23は、所定の第3の励起波長 λ_3 の光を照射するものである。また、これら各光源21、22、23から射出された光は、反射ミラー241、242、ハーフミラー243、244、集光レンズ245等の照射光学系24を介して、セル1に導光される。

[0033] これらの光源21、22、23は、図示しない制御部によって、各励起波長 λ_1 、 λ_2 、 λ_3 の光を同時に照射するように制御されている。なお、これらの光源21、22、23は、個別に光を照射するように制御することもできる。

[0034] 撮像手段3は、セル1内の粒子による散乱光を検出することで粒子を撮像するものであり、本実施形態では、例えばCCDカメラ等の撮像カメラであり、撮像データとして例えば画像データを出力する。なお、図1では、光照射部2の光照射方向と撮像手段3の撮像方向とが互いに直交して設けられているが、これに限られない。

[0035] 情報処理装置4は、CPU、メモリ、ディスプレイ、各種入出力機器等を備えたコンピュータであり、撮像手段3と有線又は無線でつながれている。

[0036] この情報処理装置4は、前記メモリに格納されている粒子径分布測定用プログラムが実行されることにより、図2に示すように、少なくとも分析部41としての機能を発揮する。

[0037] 分析部41は、撮像手段3から撮像データを取得するとともに、この撮像データに基づいてPTA法により粒子径分布を算出するものであり、より具

体的には、撮像データに基づいて、粒子のブラウン運動による拡散速度を算出することにより粒子径分布を算出する。

[0038] 然して、本実施形態の粒子径分布測定装置 100 は、上述した撮像手段 3 のフォーカスをセル 1 内の粒子に自動で合わせるオートフォーカス機能を備えてなる。

[0039] 具体的には、上述した情報処理装置 4 が、図 2 に示すように、フォーカス調整部 42、データ群取得部 43、変動値算出部 44、及び、フォーカス位置判断部 45 としての機能を発揮するように構成されている。

[0040] 以下、これらの機能の説明をしつつ、図 3 に示すフローチャートを参照しながら情報処理装置 4 の動作を説明する。

[0041] フォーカス調整部 42 は、撮像手段 3 のフォーカスをセル 1 内における複数のフォーカス位置に移動させるものであり、具体的には撮像手段 3 のフォーカスを所定の規則に従ってセル 1 に対して進退移動させるように構成されている。

[0042] 本実施形態のフォーカス調整部 42 は、撮像手段 3 のフォーカスをセル 1 の手前側から奥側に、又は、奥側から手前側に所定距離ずつ移動させるように構成されている（図 3 の S1）。なお、フォーカス調整部 42 としては、撮像手段 3 のフォーカスを、セル 1 の奥行方向の全領域に亘り移動させるものであっても良いが、ここでは奥行方向の一部の領域（以下、探索領域という）にのみ移動させるように構成されている。なお、この探索領域は、装置の生産時などに予め設定された不変の範囲であっても良いし、ユーザにより変更可能な範囲であっても良いし、セル内の溶媒などの測定条件に応じて自動的に変更される範囲であっても良い。

[0043] データ群取得部 43 は、撮像手段 3 により得られる複数の撮像データからなる撮像データ群を、セル 1 内における複数のフォーカス位置それぞれにおいて取得するものである。

[0044] より具体的に説明すると、撮像手段 3 のフォーカスがフォーカス調整部 42 により移動されると、その移動先のフォーカス位置それぞれにおいて撮像

手段3によりセル1内が複数回撮像され、それら複数の撮像データからなる撮像データ群をデータ群取得部43が取得する（図3のS2）。

[0045] ただし、それぞれフォーカス位置でセル1内を必ずしも複数回撮像する必要はなく、それぞれのフォーカス位置でセル1内を1回撮像するとともに、それぞれのフォーカス位置を複数回移動させることにより、複数のフォーカス位置それぞれにおける撮像データ群をデータ群取得部43が取得しても良い。

[0046] なお、撮像データ群に含まれる撮像データのデータ数は特に限られるものではないが、少なすぎるとオートフォーカス機能の成功確率が低下し得るし、多すぎるとオートフォーカスにかかる時間が長くなるので、例えば数十～数百程度であることが望ましい。

[0047] ここで、ある撮像データ群に含まれる複数の撮像データは、同じフォーカス位置においてセル1内を撮像したものであるが、撮像したタイミング（時刻）が異なっており、粒子がブラウン運動していることから、各撮像データの示す画像には差が現れる。

[0048] 具体的には、各撮像データの示す画像のコントラスト、その画像に写る粒子数、その画像を構成する各ピクセルの強度、又は、その画像に含まれる所定強度を上回るピクセルの数など、各撮像データから取得可能な種々のパラメータ（以下、評価パラメータともいう。）は、各撮像データの撮像タイミングの違いによる差が生じる。

[0049] そこで、変動値算出部44は、撮像データ群を構成する複数の撮像データそれぞれから得られる所定の評価パラメータの変動値を算出する（図3のS3）。

[0050] この評価パラメータは、撮像データから取得可能なパラメータであって、その値が時間変動する、言い換えれば、撮像データの撮像タイミングに応じて変動するものであり、その時間変動の度合い、言い換えれば、評価パラメータの値のばらつきを示すものが変動値である。

[0051] また、この評価パラメータの時間的な変化の度合い、すなわち評価パメー

タのばらつきは、ピントの合わないフォーカス位置では大きくなり、ピントの合うフォーカス位置では小さくなるはずである。

[0052] このような評価パラメータとしては、上述した通り、種々のものを挙げることができるが、この実施形態では、評価パラメータとして、撮像データの示す画像のRMSコントラスト (Root mean square contrast) 等のコントラストを取り上げて説明する。

[0053] また、変動値としては、評価パラメータの値のばらつきの指標になるものであれば良く、例えば標準偏差、分散、又は、残差平方和などを挙げることができ、この実施形態では、変動値として評価パラメータの分布の幅（以下、分布幅ともいう）を取り上げて説明する。

[0054] つまり、本実施形態の変動値算出部44は、撮像データ群を構成する複数の撮像データそれぞれを画像処理又は画像解析することで、それらの撮像データそれぞれから画像のコントラストを評価パラメータとして取得し、それらのコントラストの分布幅を変動値として算出する。

[0055] なお、変動値算出部44により取得されるコントラストは、撮像データの示す画像全体のコントラストであっても良いし、その画像において予め定められている一部の領域のコントラストであっても良い。

[0056] ここで、図4に示すグラフは、横軸をフォーカス位置とし、縦軸を評価パラメータの値としたグラフに、複数枚の撮像データそれぞれから取得される評価パラメータたるコントラストをプロットしたものである。このグラフからも分かるように、ある撮像データ群に含まれる複数の撮像データそれぞれから取得される評価パラメータの値は、多少なりともばらつきがある。

[0057] このことから、ある撮像データ群に含まれる複数の撮像データそれぞれから取得される評価パラメータの値を、図5に示すような一方の軸を評価パラメータの値とし、他方の軸を頻度としたグラフにプロットした場合に、広がりのある分布グラフが得られる。

[0058] そこで、本実施形態の変動値算出部44は、上述した分布グラフに所定関数をフィッティングして変動値を算出するように構成されている。

- [0059] より具体的に説明すると、所定関数としては、例えばGumble分布やFrechet分布などの確率密度分布を表す式を挙げることができ、変動値算出部44は、これらの関数を分布グラフにフィッティングするとともに、そのフィッティング後の関数に含まれるパラメータから分布幅を得る。
- [0060] 変動値算出部44としては、上述した探索領域において得られた全ての撮像データ群に対応する分布グラフ、言い換えれば、探索領域における撮像手段3のフォーカスの移動先である全てのフォーカス位置に対応する分布グラフに所定関数をフィッティングしても良いし、一部のフォーカス位置に対応する分布グラフのみに所定関数をフィッティングしても良い。
- [0061] そして、変動値算出部44は、フィッティング後に得られる変動値（分布幅）それぞれと閾値とを比較して、変動値が閾値を下回る複数のフォーカス位置を含む範囲（以下、安定範囲という）を特定する（図4参照）。
- [0062] フォーカス位置判断部45は、複数のフォーカス位置それぞれに対応する変動値に基づいて、測定時に用いる測定用フォーカス位置を判断するものである（図3のS4）。
- [0063] このフォーカス位置判断部45は、上述した安定範囲の中から測定用フォーカス位置を定めるものであり、ここでは安定範囲に含まれるフォーカス位置の1つを測定用フォーカス位置とする。なお、安定範囲に含まれる複数のフォーカス位置を測定用フォーカス位置として定め、これらのフォーカス位置を選択可能に出力するように構成されていても良い。
- [0064] ここでのフォーカス位置判断部45は、安定範囲において変動値が最小となるフォーカス位置、又は、安定範囲の中央部のフォーカス位置を測定用フォーカス位置として判断する。なお、安定範囲の中央部とは、安定範囲の中央そのものであっても良いし、中央から変動値が最小となるフォーカス位置側に偏った位置（重心位置）であっても良い。
- [0065] そして、フォーカス位置判断部45により判断された測定用フォーカス位置は、上述したフォーカス調整部42に出力されて、フォーカス調整部42が、撮像手段3のフォーカスを粒子径分布の測定前に測定用フォーカス位置

に合わせ（図3のS5）、その後、分析部41による粒子径分布の算出が行われる（図3のS6）。

[0066] <本実施形態の効果>

このように構成された本実施形態の粒子径分布測定装置100によれば、複数のフォーカス位置それぞれに対応する評価パラメータの変動値に基づいて測定用フォーカス位置を判断しており、言い換えれば、時間的な変動というブラウン運動の本質を用いて測定用フォーカス位置を判断しているので、ピントの合うフォーカス位置を高い成功確率で自動的に合わせることができ、フォーカスを合わす手間を大幅に削減することが可能となる。

[0067] また、評価パラメータとして、撮像データの示す画像のコントラストを用いており、変動値として標準偏差を用いているので、複雑な演算処理を用いることなく変動値を算出することができる。

[0068] ところで、粒子のブラウン運動は本質的に不連続な運動であるから、フォーカスの合わないフォーカス位置においても、変動値が偶発的に小さくなることが考えられる。

これに対して、本実施形態では、フォーカス位置判断部45が、安定範囲の中から測定用フォーカス位置を定めるので、変動値が偶発的に小さくなるフォーカス位置を測定用フォーカス位置として判断してしまうことを防ぐことができる。

[0069] さらに、フォーカス位置判断部45が、安定範囲において変動値が最小となるフォーカス位置、又は、前記安定範囲の中央部のフォーカス位置を測定用フォーカス位置として判断するので、測定用フォーカス位置をフォーカスの合う位置により近づけることができる。

[0070] そのうえ、変動値算出部44が、一方の軸を評価パラメータの値とし、他方の軸を頻度とした分布グラフに所定関数をフィッティングして変動値を算出するので、外れ値の発生しやすい分布であったとしても、外れ値処理を用いることなく、尤もらしい変動値を算出することが可能となる。

[0071] 加えて、変動値算出部44が、探索領域に含まれるフォーカス位置に対応

する分布グラフに所定関数をフィッティングするので、セル 1 の奥行方向の全体に亘りフォーカス位置を移動させずに済み、フォーカス位置をより短時間で調整することができる。

[0072] <その他の実施形態>

なお、本発明は前記実施形態に限られるものではない。

[0073] 例えば、粒子径分布測定装置 100 としては、図 6 に示すように、セル 1 内の粒子を攪拌させる攪拌手段 5 をさらに備えていても良い。

[0074] この場合、情報処理装置 4 としては、図 7 に示すように、オートフォーカス機能による撮像手段 3 のフォーカスの位置調整 (T1) と、分析部 41 による粒子径分布の算出 (T2) と、攪拌手段 7 によるセル 1 内の粒子の攪拌 (T3) とのそれぞれを複数回繰り返す制御部を備えていても良い。

このような構成であれば、PTA 法による測定において、測定回数を増やすことができる (すなわち、測定対象粒子数を増やすことができる) うえ、攪拌の度に撮像手段 3 のフォーカスを自動で合わせることができ、短時間で手間をかけずに測定精度のさらなる向上を図れる。

[0075] また、評価パラメータは、コントラストに限らず、撮像データの示す画像に写る粒子数、又は、その画像を構成する各ピクセルの強度などであっても良い。

[0076] 変動値は、標準偏差に限らず、分散、又は、残差平方和などであっても良い。

[0077] また、粒子径分布測定装置 100 としては、例えばオートフォーカス動作の完了後などにフォーカス位置を微調整できるようにするべく、撮像手段 3 のフォーカスを手動で変更できるように構成されていても良い。

この場合の実施態様としては、例えばディスプレイ等にフォーカス位置変更ボタンを表示しておき、このボタンを操作することにより、撮像手段 3 のフォーカスを手動で変更できるようになる態様を挙げることができる。

[0078] さらに、本発明に係る粒子径分布測定装置 100 としては、必ずしもフォーカス調整部 42 によるオートフォーカス機能を必ずしも備えている必要は

なく、フォーカス位置判断部45が判断した測定用フォーカス位置に、作業者が手動でフォーカスを合わせるようにしても良い。

[0079] その他、本発明は前記実施形態に限られず、その趣旨を逸脱しない範囲で種々の変形が可能であるのは言うまでもない。

産業上の利用可能性

[0080] 上記した本発明によれば、PTA法による粒子径分布測定において、フォーカス位置を高い成功確率で自動的に合わせることができるようになる。

符号の説明

[0081] 100・・・粒子径分布測定装置

- 1・・・セル
- 2・・・光照射部
- 3・・・撮像手段
- 4・・・情報処理装置
- 41・・・分析部
- 42・・・フォーカス調整部
- 43・・・データ群取得部
- 44・・・変動値算出部
- 45・・・フォーカス位置判断部

請求の範囲

- [請求項1] セル内の粒子を撮像する撮像手段と、前記撮像手段により得られる撮像データに基づいて、粒子のブラウン運動による拡散速度を算出することにより粒子径分布を算出する分析部と、を備える粒子径分布測定装置であって、
- 前記撮像手段により得られる複数の撮像データからなる撮像データ群を、前記セル内における複数のフォーカス位置それぞれにおいて取得するデータ群取得部と、
- 前記撮像データ群を構成する複数の撮像データそれぞれから得られる所定の評価パラメータの変動値を算出する変動値算出部と、
- 前記複数のフォーカス位置それぞれに対応する前記変動値に基づいて、測定時に用いる測定用フォーカス位置を判断するフォーカス位置判断部と、を備えることを特徴とする粒子径分布測定装置。
- [請求項2] 前記フォーカス位置判断部が、前記変動値が閾値を下回る複数のフォーカス位置を含む安定範囲の中から前記測定用フォーカス位置を定める、請求項1記載の粒子径分布測定装置。
- [請求項3] 前記フォーカス位置判断部が、前記安定範囲において前記変動値が最小となるフォーカス位置、又は、前記前記安定範囲の中央部のフォーカス位置を前記測定用フォーカス位置として判断する、請求項2記載の粒子径分布測定装置。
- [請求項4] 前記評価パラメータが、前記撮像データの示す画像のコントラスト、該画像に写る粒子数、該画像を構成する各ピクセルの強度、又は、該画像に含まれる所定強度を上回るピクセルの数である、請求項1乃至3のうち何れか一項に記載の粒子径分布測定装置。
- [請求項5] 前記変動値が、前記評価パラメータの時間変動の度合いを示す値である、請求項1記載の粒子径分布測定装置。
- [請求項6] 前記変動値算出部が、一方の軸を前記評価パラメータの値とし、他方の軸を頻度とした分布グラフに所定関数をフィッティングして前記

変動値を算出する、請求項 1 乃至 5 のうち何れか一項に記載の粒子径分布測定装置。

[請求項7] 前記変動値算出部が、前記セルの奥行方向の一部に設定された探索領域に含まれる前記フォーカス位置に対応する前記分布グラフに前記所定関数をフィッティングする、請求項 6 記載の粒子径分布測定装置。

[請求項8] 前記セル内の粒子を攪拌させる攪拌手段をさらに備える、請求項 1 乃至 7 のうち何れか一項に記載の粒子径分布測定装置。

[請求項9] 前記撮像手段のフォーカスを前記測定用フォーカス位置に合わせるフォーカス調整部を備える、請求項 1 乃至 8 のうち何れか一項に記載の粒子径分布測定装置。

[請求項10] 前記フォーカス調整部による前記撮像手段のフォーカスの位置合わせと、前記分析部による前記粒子径分布の算出と、前記攪拌手段による前記セル内の粒子の攪拌とが繰り返される、請求項 8 を引用する請求項 9 に記載の粒子径分布測定装置。

[請求項11] セル内の粒子を撮像する撮像手段と、前記撮像手段により得られる撮像データに基づいて、粒子のブラウン運動による拡散速度を算出することにより粒子径分布を算出する分析部と、を備える粒子径分布測定装置を用いた粒子径分布測定方法であって、

前記撮像手段により得られる複数の撮像データからなる撮像データ群を、前記セル内における複数のフォーカス位置それぞれにおいて取得するデータ群取得ステップと、

前記撮像データ群を構成する複数の撮像データそれぞれから得られる所定の評価パラメータの変動値を算出する変動値算出ステップと、

前記複数のフォーカス位置それぞれに対応する前記変動値に基づいて、測定時に用いる測定用フォーカス位置を判断するフォーカス位置判断ステップと、を備えることを特徴とする粒子径分布測定方法。

[請求項12] セル内の粒子を撮像する撮像手段と、前記撮像手段により得られる

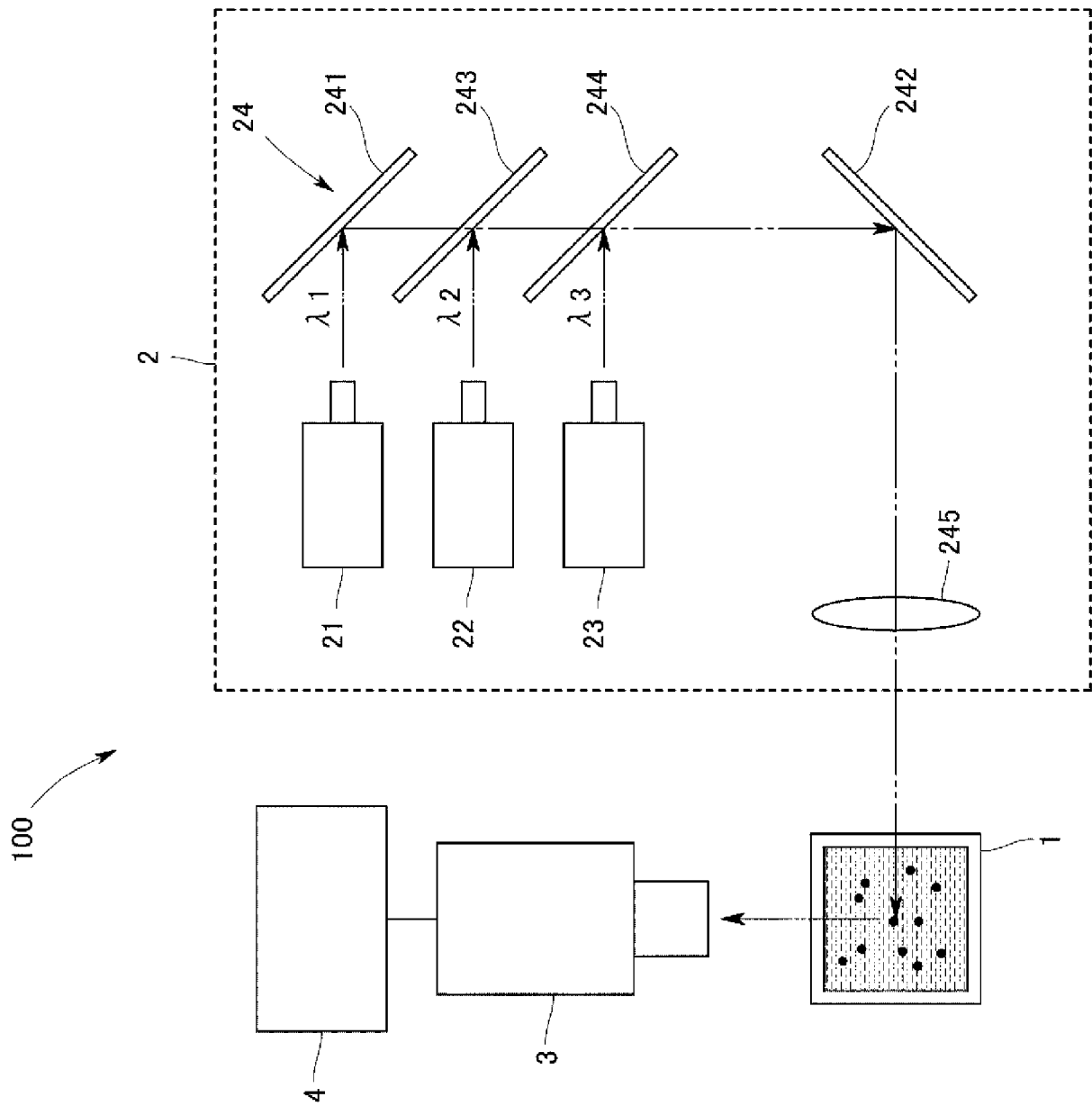
撮像データに基づいて、粒子のブラウン運動による拡散速度を算出することにより粒子径分布を算出する分析部と、を備える粒子径分布測定装置に用いられるプログラムであって、

前記撮像手段により得られる複数の撮像データからなる撮像データ群を、前記セル内における複数のフォーカス位置それぞれにおいて取得するデータ群取得部と、

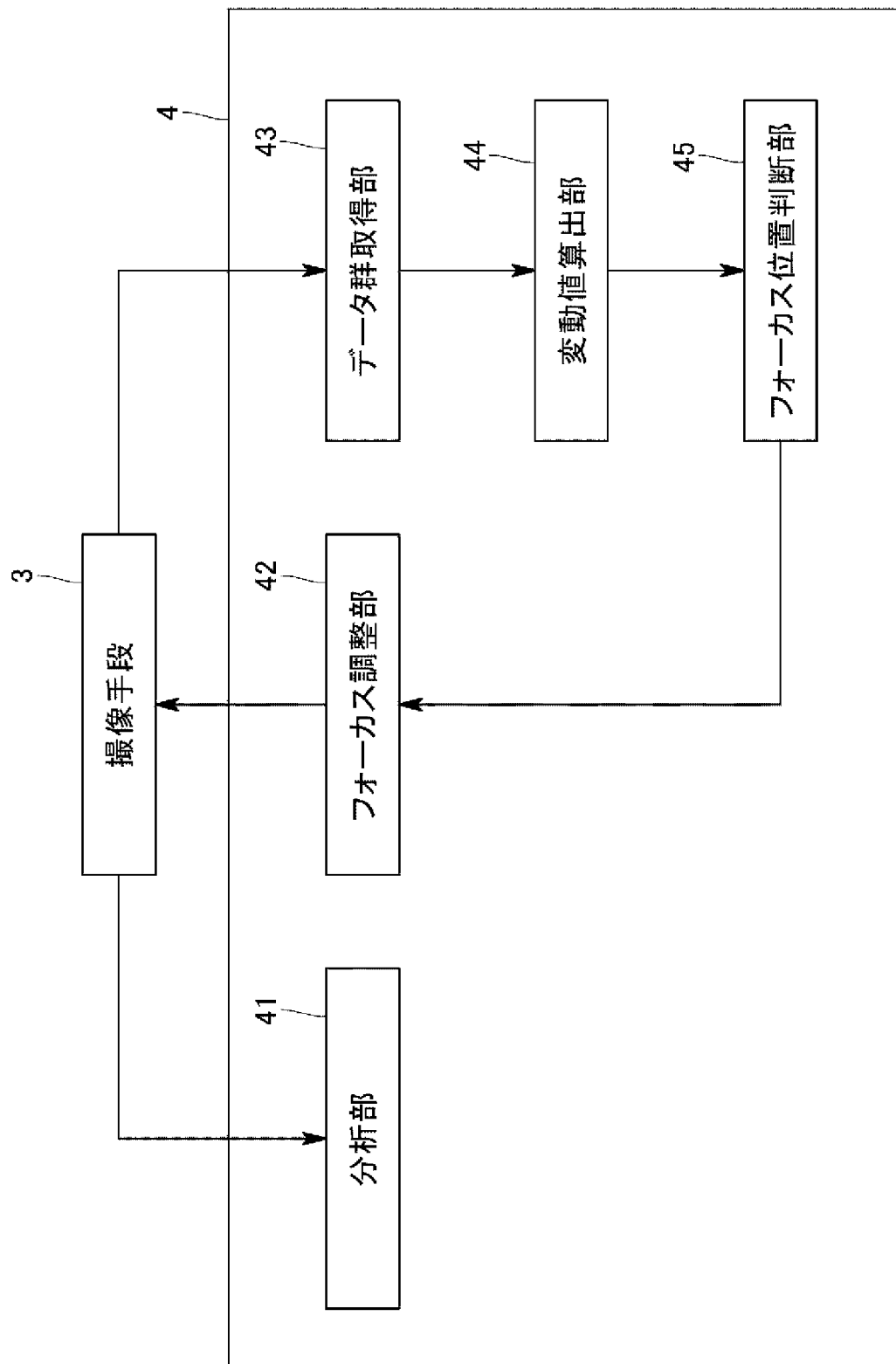
前記撮像データ群を構成する複数の撮像データそれぞれから得られる所定の評価パラメータの変動値を算出する変動値算出部と、

前記複数のフォーカス位置それぞれに対応する前記変動値に基づいて、測定時に用いる測定用フォーカス位置を判断するフォーカス位置判断部と、としての機能をコンピュータに発揮させることを特徴とする粒子径分布測定用プログラム。

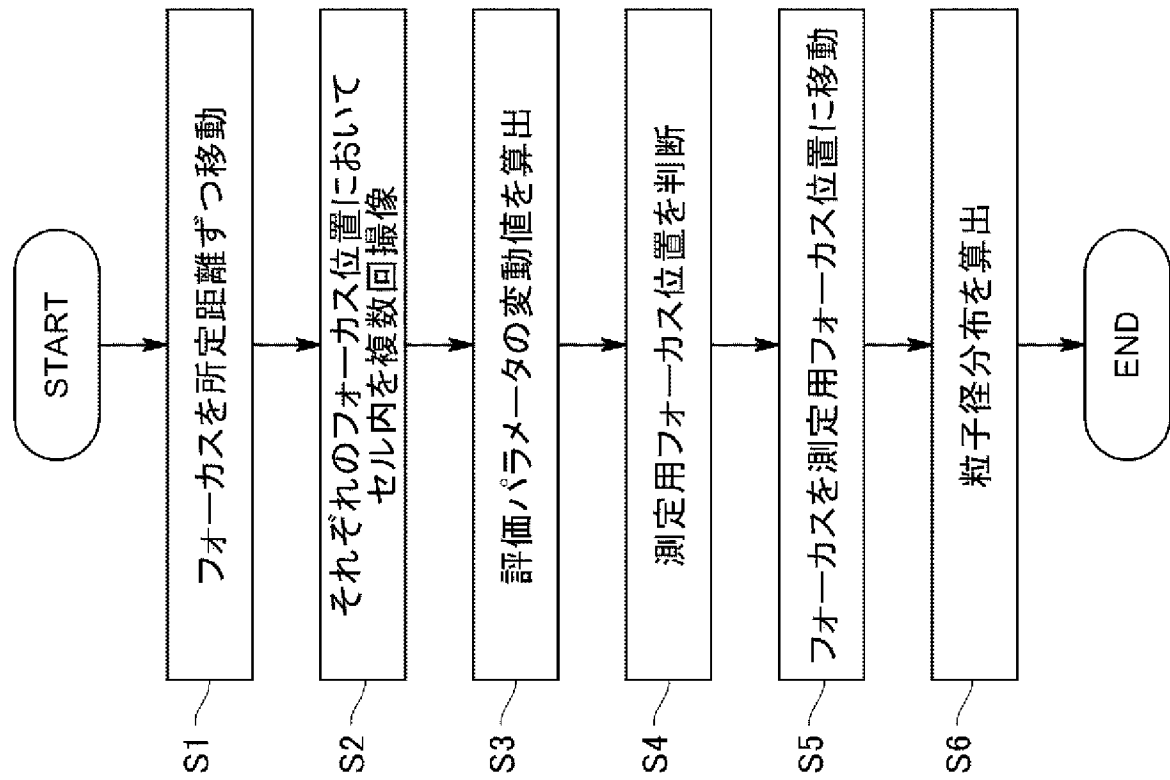
[図1]



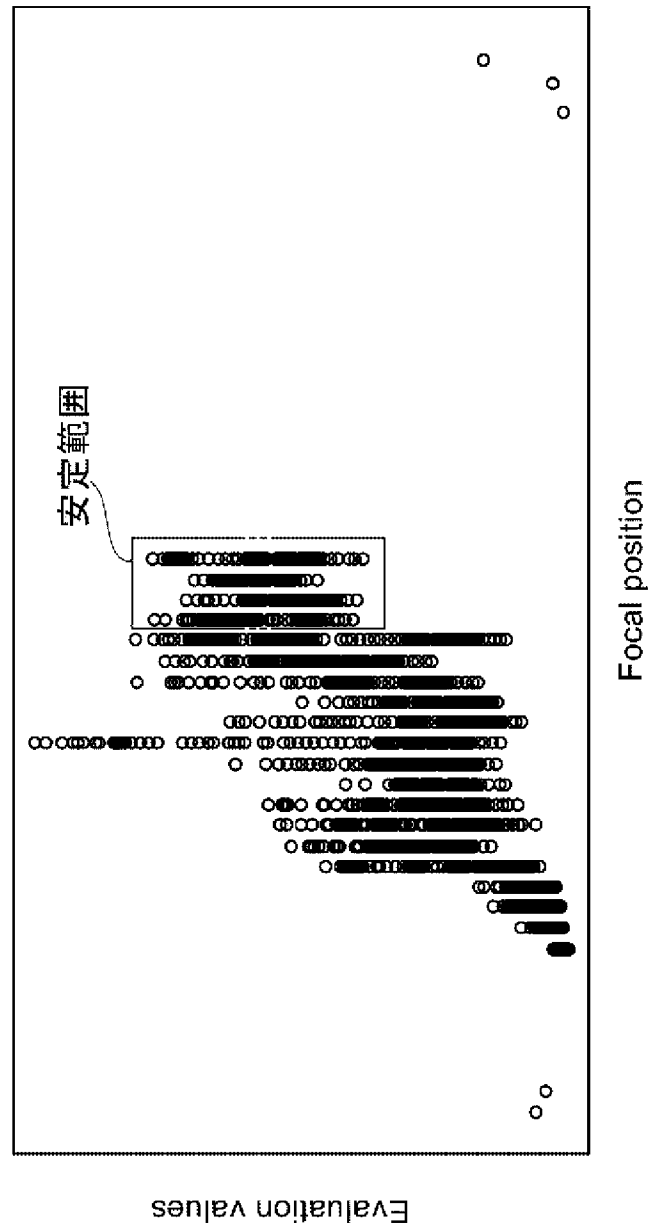
[図2]



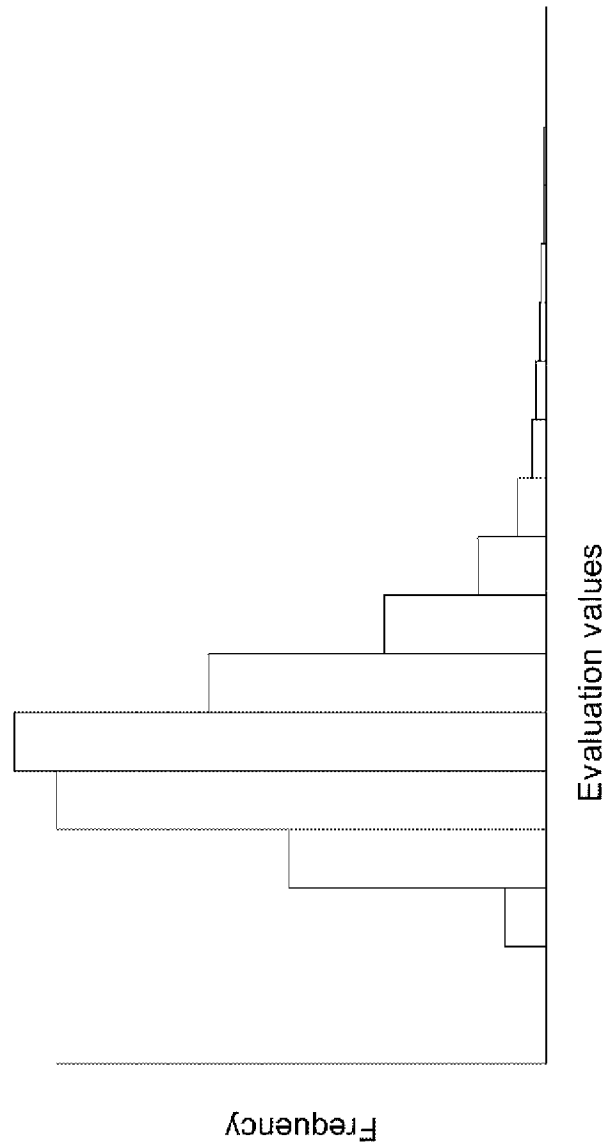
[図3]



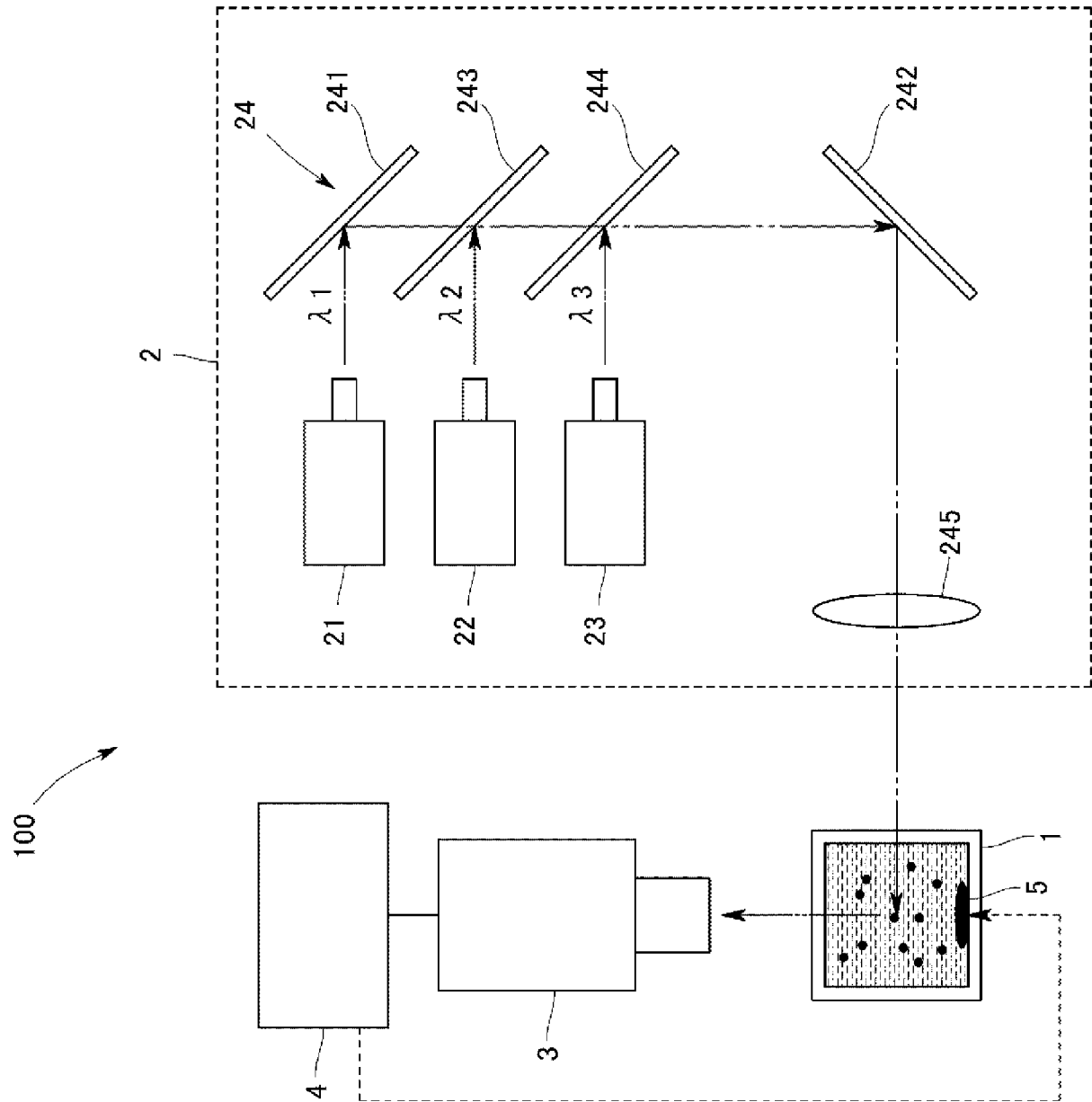
[図4]



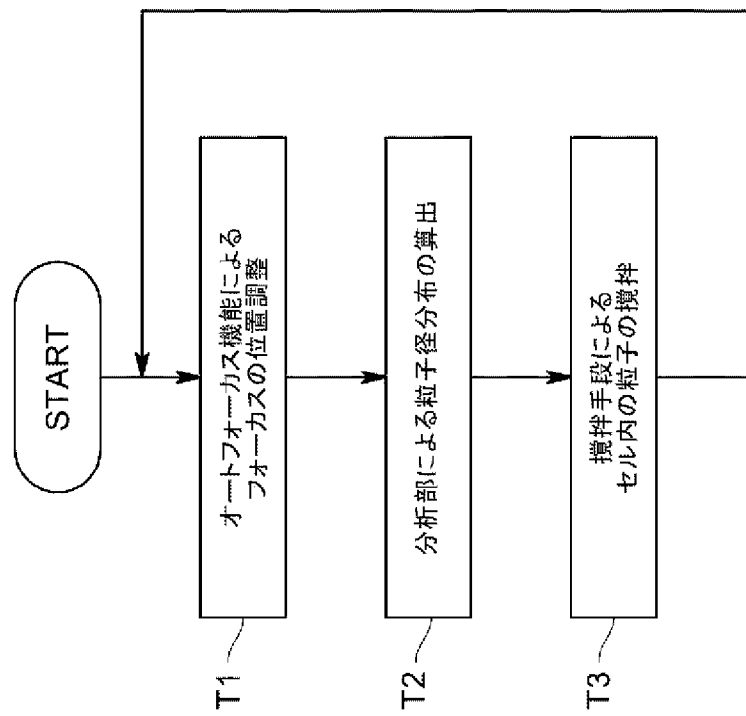
[図5]



[図6]



[図7]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2024/002288

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**G01N 15/0227**(2024.01)i; **G03B 13/36**(2021.01)i

FI: G01N15/0227 100; G03B13/36

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)

G01N15/0227; G03B13/36

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 1971-2024

Registered utility model specifications of Japan 1996-2024

Published registered utility model applications of Japan 1994-2024

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	WO 2022/163230 A1 (HORIBA, LTD.) 04 August 2022 (2022-08-04) paragraph [0069]	1-12
A	KR 10-2017-0089232 A (WINFORSYS CO., LTD.) 03 August 2017 (2017-08-03) paragraphs [0107]-[0116]	1-12
A	WO 2021/090574 A1 (SONY CORPORATION) 14 May 2021 (2021-05-14) paragraphs [0097]-[0123]	1-12



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

“D” document cited by the applicant in the international application

“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

27 March 2024

Date of mailing of the international search report

09 April 2024

Name and mailing address of the ISA/JP

Japan Patent Office (ISA/JP)
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/JP2024/002288

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
WO	2022/163230	A1	04 August 2022	(Family: none)	
KR	10-2017-0089232	A	03 August 2017	(Family: none)	
WO	2021/090574	A1	14 May 2021	US 2022/0349806 A1	
				paragraphs [0214]-[0245]	
				EP 4043862 A1	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

G01N 15/0227(2024.01)i; G03B 13/36(2021.01)i

FI: G01N15/0227 100; G03B13/36

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））

G01N15/0227; G03B13/36

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 - 2024年

日本国実用新案登録公報

1996 - 2024年

日本国登録実用新案公報

1994 - 2024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	WO 2022/163230 A1（株式会社堀場製作所）04.08.2022（2022 - 08 - 04） [0069]	1-12
A	KR 10-2017-0089232 A（WINFORSYS CO., LTD.）03.08.2017（2017 - 08 - 03） [0107]-[0116]	1-12
A	WO 2021/090574 A1（ソニー株式会社）14.05.2021（2021 - 05 - 14） [0097]-[0123]	1-12

☐ 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、一般的技术水準を示すもの

“D” 国際出願で出願人が先行技術文献として記載した文献

“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

“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

27.03.2024

国際調査報告の発送日

09.04.2024

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）

福田 裕司 2J 9109

電話番号 03-3581-1101 内線 3252

様式 PCT/ISA/210（第2ページ）（2022年7月）

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/JP2024/002288

引用文献			公表日	パテントファミリー文献	公表日
WO	2022/163230	A1	04.08.2022	(ファミリーなし)	
KR	10-2017-0089232	A	03.08.2017	(ファミリーなし)	
WO	2021/090574	A1	14.05.2021	US 2022/0349806 A1	
				[0214]-[0245]	
				EP 4043862 A1	