

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5779963号
(P5779963)

(45) 発行日 平成27年9月16日 (2015. 9. 16)

(24) 登録日 平成27年7月24日 (2015. 7. 24)

(51) Int. Cl.

F 1

GO 1 N 21/65 (2006. 01)

GO 1 N 21/65

GO 2 B 21/34 (2006. 01)

GO 2 B 21/34

F 1 6 J 15/10 (2006. 01)

F 1 6 J 15/10

C

GO 1 N 1/28 (2006. 01)

GO 1 N 1/28

W

請求項の数 5 (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2011-100414 (P2011-100414)
 (22) 出願日 平成23年4月28日 (2011. 4. 28)
 (65) 公開番号 特開2012-233707 (P2012-233707A)
 (43) 公開日 平成24年11月29日 (2012. 11. 29)
 審査請求日 平成26年3月31日 (2014. 3. 31)

(73) 特許権者 503138134
 ナノフォトン株式会社
 大阪府大阪市北区梅田1丁目1-3 26
 7号
 (74) 代理人 100075177
 弁理士 小野 尚純
 (74) 代理人 100113217
 弁理士 奥貫 佐知子
 (72) 発明者 久保田 直義
 大阪府大阪市北区梅田一丁目1番3-26
 7号 ナノフォトン株式会社内
 (72) 発明者 小林 実
 大阪府大阪市北区梅田一丁目1番3-26
 7号 ナノフォトン株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 観察試料密閉容器

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

中央部に第1の凹部を形成し、該第1の凹部の底部に第2の凹部を形成した平板状の観察容器本体と、

前記第1の凹部に収容されて前記第2の凹部の上部を覆うことによって、第2の凹部に試料室を形成する観察窓材と、

中央部に前記試料室を見通す貫通孔を形成し、前記観察窓材の外周側端部及び前記観察容器本体の外周側表面を覆う蓋部材とを備えた観察試料密閉容器において、

前記観察容器本体と前記蓋部材とが接する面のいずれか一方の面に第1の環状溝を形成し、前記観察窓材に接する前記蓋部材の面に第2の環状溝を形成し、前記第1の環状溝に第1のO-リングを装着し、前記第2の環状溝に第2のO-リングを装着し、

前記観察容器本体に前記蓋部材を重ね合わせて、前記蓋部材と前記観察容器本体との間を前記第1のO-リングによって密閉し、前記観察窓材と前記蓋部材との間を前記第2のO-リングによって密閉するようにし、前記密閉時における前記第2のO-リングに負荷する押圧力を、前記第1のO-リングに負荷する押圧力よりも小さくするようにした観察試料密閉容器。

【請求項 2】

前記第2の環状溝の深さを前記第1の環状溝の深さよりも深くして、前記密閉時における前記第2のO-リングに負荷する押圧力を、前記第1のO-リングに負荷する押圧力よりも小さくするようにした請求項1に記載の観察試料密閉容器。

10

20

【請求項 3】

前記観察窓材の厚さが 1 mm 以下である請求項 1 又は 2 に記載の観察試料密閉容器。

【請求項 4】

前記蓋部材の貫通孔が試料室側に縮径するテーパ面を形成した請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の観察試料密閉容器。

【請求項 5】

前記観察窓材が前記第 1 の凹部に收容されている状態で、前記観察窓材と前記第 1 の凹部の底部とが接触する面積について、該観察窓材の面積の 75 % 以上である請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の観察試料密閉容器。

【発明の詳細な説明】

10

【技術分野】**【0001】**

本発明は、密閉容器内で観察する観察試料を対象とする顕微鏡画像観察用に用いられる観察試料密閉容器に関する。

【背景技術】**【0002】**

試料周辺の雰囲気を制御しながらラマン顕微鏡を用いてラマン画像を取得する場合、試料室を見通すガラスなどで形成される観察窓材を備えた密閉容器を、顕微鏡のステージに設置して用いるのが一般的である。このような密閉容器においては、観察窓材と容器本体との接触部を密閉するために、熱圧着、金属製口ウ材を用いた溶接や熱可塑性接着剤を用いたり、O - リング等を用いたりする場合がある。

20

たとえば、観察窓材を容器本体に取付けて、熱圧着を施して密閉性を確保する例として、下記の特許文献 1 があり、当該特許文献には、シールリングを介在させて石英製の観察窓材を容器本体に熱圧着させる技術が開示されている。

また、O - リングを用いた例として、下記の特許文献 2 がある。当該特許文献では、環状のフランジとセンターリングとの間に観察窓材を配設し、フランジとセンターリングの内周端によって、観察窓材の外周端を挟持している。そして、フランジとセンターリングとの間、観察窓材とフランジとの間、観察窓材とセンターリングとの間にそれぞれ O - リングを装着させている。

【先行技術文献】

30

【特許文献】**【0003】**

【特許文献 1】特開 2001 - 214973 号公報

【特許文献 2】特開 2002 - 66300 号公報

【発明の概要】**【発明が解決しようとする課題】****【0004】**

観察窓材と容器本体との接触部の密閉に、熱圧着、金属製口ウ材を用いた溶接や熱可塑性接着剤を用いた接着等を用いる場合、溶接時や接着剤乾燥時に観察窓材を歪ませてしまうおそれがある。また、O - リング等を用いる場合、観察窓材と容器本体とを押し付けることによって観察窓材を歪ませる可能性が高い。

40

観察窓材を通して、ラマン顕微鏡画像を観察する場合には、観察窓材の厚さが重要であり、観察窓材が厚すぎると空間分解能が低下し画像がぼやける。そのため、厚さが 1 mm 以下の観察窓材を用いることが望ましい。

【0005】

しかしながら、厚さ 1 mm 以下の観察窓材では上述の容器本体への装着時における歪がより大きく発生してしまうことがある。歪んだ観察窓材を用いてラマン顕微鏡画像を取得すると、試料表面での光の集光性が悪くなり、良好なラマン像が得られないという問題点があった。

本発明はこのような事情に鑑みてなされたものであって、観察窓材の歪みをなくす若し

50

くは減少させ、しかも良好なラマン画像を得ることが可能でかつ安価な観察試料密閉容器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】

【0006】

上記目的を達成するために、本発明の観察試料密閉容器は、中央部に第1の凹部を形成し、該第1の凹部の底部に第2の凹部を形成した平板状の観察容器本体と、前記第1の凹部に收容されて前記第2の凹部の上部を覆うことによって、第2の凹部に試料室を形成する観察窓材と、中央部に前記試料室を見通す貫通孔を形成し、前記観察窓材の外周側端部及び前記観察容器本体の外周側表面を覆う蓋部材とを備えた観察試料密閉容器において、前記観察容器本体と前記蓋部材とが接する面のいずれか一方の面に第1の環状溝を形成し、前記観察窓材に接する前記蓋部材の面に第2の環状溝を形成し、前記第1の環状溝に第1のO-リングを装着し、前記第2の環状溝に第2のO-リングを装着し、前記観察容器本体に前記蓋部材を重ね合わせて、前記蓋部材と前記観察容器本体との間を前記第1のO-リングによって密閉し、前記観察窓材と前記蓋部材との間を前記第2のO-リングによって密閉するようにし、前記密閉時における前記第2のO-リングに負荷する押圧力を、前記第1のO-リングに負荷する押圧力よりも小さくするようにした。

10

上記観察試料密閉容器は、前記第2の環状溝の深さを前記第1の環状溝の深さよりも深くして、前記密閉時における前記第2のO-リングに負荷する押圧力を、前記第1のO-リングに負荷する押圧力よりも小さくするようにしてもよい。

上記観察試料密閉容器は、前記観察窓材の厚さが1mm以下とすることができる。

20

上記観察試料密閉容器の前記蓋部材の貫通孔が試料室側に縮径するテーパ面を形成することができる。

上記観察試料密閉容器の前記観察窓材が、前記第1の凹部に收容されている状態で、前記観察窓材と前記第1の凹部の底部とが接触する面積について、該観察窓材の面積の75%以上にすることが好ましい。

【発明の効果】

【0007】

本発明の観察試料密閉容器は、密閉時における第2のO-リングに負荷する押圧力を、第1のO-リングに負荷する押圧力よりも小さくするようにしたので、第2のO-リングによって観察窓材に大きな負荷がかからないので、観察窓材の歪みを小さくすることができ、また、観察窓材の厚さも1mm以下として、薄くすることができる。この結果、観察試料密閉容器をラマン顕微鏡に用いる場合は、作動距離の短い高倍率の対物レンズの使用が可能となり、空間分解能の高いラマン画像を取得することが可能となり、励起光試料表面でより正しく集光させることができ、良好なラマン画像を得ることが可能になる。

30

試料室の密閉性もよく、試料室の雰囲気を初期の状態に長時間維持することができる。

【図面の簡単な説明】

【0008】

【図1】本発明の実施形態による観察試料密閉容器を上下方向に切断した断面図である。

【図2】本発明の実施形態による観察試料密閉容器の分解斜視図である。

【図3】図1の観察試料密閉容器の蓋部材を下方から見た斜視図である。

40

【図4】図1の観察試料密閉容器の容器本体を下方から見た斜視図である。

【図5】図1の観察試料密閉容器を上下方向に切断した分解断面図である。

【発明を実施するための形態】

【0009】

以下、本発明の実施形態による観察試料密閉容器について図面を参照しながら説明する。

図1は、観察試料密閉容器を上下方向に切断した断面図である。図2は、観察試料密閉容器の分解斜視図、図3は観察試料密閉容器の蓋部材を下方から見た斜視図、図4は観察試料容器の容器本体を下方から見た斜視図、図5は観察試料容器を上下方向に切断した分解断面図である。

50

図 1 及び図 2 を参照にして、本実施形態による観察試料密閉容器 1 は、ラマン顕微鏡観察用に用いられ、容器本体 2、蓋部材 3、観察窓材 4、O - リング 5、6 及び止め具 7 ~ 9 を備えている。

なお、ボルト 7、蝶ナット 8 及びワッシャ 9 を総称して止め具 7 ~ 9 とする。

【 0 0 1 0 】

容器本体 2 は、ほぼ円板形状であって、表面（上面）17 の中央部には、底面（下面）18 側に窪む第 1 の凹部 11 を形成している。第 1 の凹部 11 は周壁と底部とからなる円柱形状空間であり、第 1 の凹部 11 の底部中央には容器本体 2 の底面 18 側に窪む第 2 の凹部 12 を形成している。第 2 の凹部 12 もまた周壁と底部とからなる円柱形状空間である。これらの第 1 及び第 2 の凹部 11、12 は、容器本体 2 と同心円となるように形成されている。

10

第 1 の凹部 11 と第 2 の凹部 12 の大きさ（底面の面積）は、第 1 の凹部 11 が 75 % 以上の面積とするのが好ましい。理由は後述する。

第 1 の凹部 11 と容器本体 2 の外周縁との間には、容器本体 2 の表面 17 に底面 18 側へ窪む円環状の第 1 の環状溝 13 が形成されている。第 1 の環状溝 13 は、断面が四角形状である。

【 0 0 1 1 】

図 3 ~ 図 5 を参照にして、第 1 の環状溝 13 と容器本体 2 の外周縁との間には、容器本体 2 を上下に貫通する取付用孔 19 が形成されている。取付用孔 19 は、容器本体 2 の底面 18 側にボルト 7 の頭部を収容する座繰り孔（大径孔）20 を形成し、表面 17 側にボルト 7 の軸部を挿通させる小径孔 21 を形成している。小径孔 21 にはボルト 7 の軸部に螺着する雌ねじが形成されている。取付用孔 19 は本実施形態では、周方向に 120 度間隔で 3 カ所形成されている。

20

【 0 0 1 2 】

図 1 及び図 2 に戻って、蓋部材 3 は、ほぼ円板形状であって中央部に貫通孔 23 を形成し、貫通孔 23 は蓋部材 3 の底面（下面）26 側に縮径されるテーパ面 24 を形成している。また、底面 26 には、貫通孔 23 を圍繞するように表面 25 側に僅かに窪む円形の段差面 22 を形成している（図 3 参照）。段差面 22 には、貫通孔 23 の外側には蓋部材 3 の表面（上面）25 側に底面 26 側へ窪む円環状の第 2 の環状溝 14 が形成されている。第 2 の環状溝 14 は、断面が四角形状である。蓋部材 3 の外周側で、第 2 の環状溝 14 と蓋部材 3 の外周縁との間には、蓋部材 3 を上下に貫通する取付用孔 29 が形成されている。

30

なお、段差面 22 は省略してもよく、蓋部材 3 の底面 26 に直接第 2 の環状溝 14 を形成してもよい。

取付用孔 29 は、容器本体 2 の取付用孔 19 に対応する位置に形成され、取付用孔 19 と同様に、周方向に 120 度間隔で 3 カ所形成されている。

容器本体 2 と蓋部材 3 は、断熱効果のある金属材料が用いられ、本実施形態では SUS 304 によって形成されているが、ステンレス材やアルミ材等が使用できる。

【 0 0 1 3 】

観察窓材 4 は円板形状であり、厚みは 1 mm 以下のものを用い、直径は第 1 の凹部 11 の直径よりも僅かに小さく形成されている。第 1 の凹部 11 の深さは、観察窓材 4 の厚さとほぼ同じになるように形成され、観察窓材 4 を第 1 の凹部 11 に収容したときには、観察窓材 4 の表面と容器本体 2 の表面 17 とが面一になるのが好ましい。なお、観察窓材 4 の厚さは 1 mm と薄いですが、図面では、見易いようにそれよりも厚くしている。

40

観察窓材は、石英、フッ化カルシウム、サファイアなど、ラマン測定に用いる励起レーザーが照射されたときの発光が少ないものを用いるのが好ましい。サンプルからのラマン散乱の強度が十分に大きい場合には、通常のガラス材料を用いることができる。

【 0 0 1 4 】

第 1 の O - リング 5 は、第 1 の環状溝 13 に装着されるようにリングの直径（以下リング径とする）が第 1 の環状溝 13 の直径に対応するように形成されている。第 2 の O - リ

50

ング6は、第2の環状溝14に装着されるようにリング径が第2の環状溝14の直径に対応するように形成されている。したがって、リング径は第1のO-リング5の方が第2のO-リング6よりも大きい。本実施形態では、O-リング5, 6の軸(断面)径は、等しいものを使用している。O-リング5, 6の材質はシリコンゴム、天然ゴム、バイトン、テフロン(登録商標)製などのものが用いられる。

【0015】

図5を参照にして、第1の環状溝13の表面17からの深さ t_1 と、第2の環状溝14の底面26からの深さ t_2 は、本実施形態では、第1の環状溝13よりも第2の環状溝14の方が深くなるように形成されている。すなわち $t_1 > t_2$ の関係が成り立つ。したがって、第1及び第2の環状溝13, 14にそれぞれO-リング5, 6を装着させたときには、第1のO-リング5が容器本体2の表面17から突出する高さが、第2のO-リング6が蓋部材3の底面26から突出する高さよりも大きくなる。

10

第1の環状溝13を形成する位置、言い換えればO-リング5が装着される位置は、第1の凹部11よりも外側であって、容器本体2の表面17と蓋部材3の底面との間を密閉する。第2の環状溝14を形成する位置、言い換えればO-リング6が装着される位置は、貫通孔23の外側で観察窓材4の外周部よりも内側であって、蓋部材3の段差面22と観察窓材4との間を密閉する。なお、段差面22を省略するような場合は、底面26と観察窓材4との間を密閉することになる。

試料室30には、試料台31が配設される。試料台31は円柱形状であり、厚さの異なる数種類のステンレス製の試料台31を用意している。そして、試料台31は試料32の大きさによって、適宜交換しながら用いられ、試料32の表面と観察窓材4の底面(下面)との距離が1mm以内に調整することが好ましい。

20

【0016】

観察試料密閉容器1を組付けるには、一例として容器本体2の第1の環状溝13に第1のO-リング5を装着し、観察窓材4を第1の凹部11に収納する。そして、蓋部材3の第2の環状溝14に第2のO-リング6を装着した後、容器本体2に蓋部材3を重ね合わせる。この際、容器本体2と蓋部材3の取付用孔19, 29の位置が合うようにする。この状態では、第1のO-リング5が容器本体2の表面17から突出する高さが、第2のO-リング6が蓋部材3の裏面から突出する高さよりも大きいので、第1のO-リング5は蓋部材3の底面26に比較的強く当接するが、第2のO-リング6は観察窓材4に接触しないか、接触しても軽く当接する程度である。

30

なお、容器本体2の取付用孔19の小径孔21には雌ねじを形成しているので、予め小径孔21にボルト7を取付けておけば、作業が容易になる。ボルト7を取付用孔19, 29にセットすることで、蓋部材3の取付用孔29からボルト7の軸が突出するので、ワッシャ9をボルト軸に挿通し各蝶ナット8を締め込んで、観察試料密閉容器1を組み付ける。

また、容器本体2と蓋部材3とを組み付けるためにボルト7と蝶ナット8で行っているが、容器本体2の底面18と蓋部材3の表面25を挟み込むような他の方法で行ってもよい。

【0017】

40

本実施形態における観察試料密閉容器1は、以下のような作用効果を奏する。

第1のO-リング5が容器本体2の表面17と蓋部材3の底面との間を密閉し、容器本体2と蓋部材3の外周からの空気の入り込みを遮断し、第2のO-リング6が蓋部材3の段差面22と観察窓材4との間を密閉し、貫通孔23側からの空気の入り込みを遮断する。こうして、試料室30の内部を密閉できる。

上述したように、第1のO-リング5が容器本体2の表面17から突出する長さが、第2のO-リング6が蓋部材3の底面26から突出する長さよりも大きいので、第1のO-リング5は蓋部材3の底面26に比較的大きな押圧力が負荷するが、第2のO-リング6は密閉性に影響が及ばない程度に、比較的小さな押圧力が負荷するだけである。よって、試料室30の密閉性を確保するとともに、観察窓材4に大きな押圧力が負荷することなく

50

、歪みを防止できる。

なお、第1のO-リング5は、観察窓材4と第1の凹部11の底面との間に配設することも考えられるが、第1のO-リング5が容器本体2の表面17と蓋部材3の底面との間を密閉するようにして、第1のO-リング5を観察窓材4と無接触にしたので、観察窓材4の負荷が軽減されている。

【0018】

本実施形態における観察試料密閉容器1は、例えば、低露点のグローブボックス内で試料を設置し、密閉作業を行うと、試料室30内は、その時の雰囲気環境が、大気環境への取り出し後も一定時間保持することが可能となる。露点-70の環境で試料室30を密閉し、大気暴露後、1時間は露点-70を保持することを確認している。

10

第2の環状溝14よりも第1の環状溝13の深さを浅くしているので、第1及び第2の環状溝13, 14の深さの違いによって、組付時の各O-リング5, 6の歪み率が適正になる。観察窓材4と蓋部材3との間に設置されるO-リング6の歪み率が、蓋部材3と容器本体2との間に設置されるO-リング5のひずみ率より小さくなることによって、観察窓材4の厚さが1mm以下であっても、観察窓材4に歪みを与えないで試料室30を密閉することが可能になる。

加えて、従来のように、溶接等の熱処理が不要なため、ひずみを適正の範囲に維持することができ、様々な光学窓材料を用いることができる。

【0019】

上述したように、観察窓材4が第1の凹部11の底面と接する面積が、観察窓材4の面積の75%以上の面積で接するようにし、かつパッキン類を介さないことで、観察窓材4の表(上)面と、試料台31表(上)面とを平行にすることが容易になる。また、接触面積を大きくすることで、止め具7~9の締付け時の応力集中を回避し、観察窓材4を歪ませず、観察窓材4表面と容器本体2の平行を保つことができる。

20

第1の凹部11を底面18側へ凹ませることで、試料室30に反応性の高い液体を入れるような場合、誤って液体が試料室30の外にあふれ出ても、第1の凹部11があることにより液体が第1及び第2のO-リング5, 6に到達しにくい構造となり、O-リング5, 6と液体とが反応してO-リング5, 6を損傷させにくくする。

容器蓋2の貫通孔23は、試料室30側へ向かって縮径するテーパ構造になっている。顕微鏡用対物レンズは先端が先細になっている場合が多いので、テーパ構造とすることによって、対物レンズを貫通孔23に差し込み、より試料表面に近づけることができ、作動距離の短い高倍率の対物レンズでも使用できるようになる。

30

【0020】

厚さの異なる数種類のステンレス製の円柱型試料台31を、試料室30の底面に設置することによって、試料の厚さに応じて観察窓材4の底面と試料32表面との距離を1mm以下にすることができる。このように、試料台31を用いて観察窓材4の底面と試料32表面との距離を1mm以下にすることで、作動距離の短い高倍率の対物レンズの使用が可能となり、空間分解能の高いラマン画像を取得することが可能となる。

容器本体2の底面18には、ボルト7の取付用の座繰り孔20を有する。座繰り孔20は、ボルト7の安定を良くするとともに、ボルト7の頭部が座繰り孔20の内部に收容されて、ボルト7が底面18から突出することなく、容器本体2の底面18が顕微鏡ステージ34表面と接する。こうした構造にすることによって、観察窓材4に歪を与えず、観察窓材4の表面、底面、試料台表面、容器本体2の底面18、顕微鏡ステージ34の表面が平行に保たれ、ラマン顕微鏡の励起光は試料表面でより正しく集光させることができ、良好なラマン画像を得ることが可能になる。

40

【0021】

以上、本発明を実施形態に基づいて添付図面を参照しながら詳細に説明したが、本発明は上記実施形態に限定されるものではなく、本発明の範囲を逸脱することなく、更に他の変形あるいは変更が可能である。

例えば、上記実施形態では、O-リング5, 6の軸径を同じ大きさとし、第1の環状溝

50

1 3 と第 2 の環状溝 1 4 の深さを変えて、第 2 の O - リング 6 に負荷する押圧力を小さくしているが、例えば、第 1 及び第 2 の O - リングの軸径は同じにして、第 1 の環状溝と第 2 の環状溝の深さも同じにして、第 2 の O - リングの材質の固さを第 1 の O - リングの材質よりも柔らかくして、第 2 の O - リングに負荷する押圧力を小さくしてもよい。

また、第 1 及び第 2 の O - リングの材質は同じで、第 1 の環状溝と第 2 の環状溝の深さも同じにして、第 2 の O - リングの軸径を第 1 の O - リングの軸径よりも小さくして、第 2 の O - リングに負荷する押圧力を小さくしてもよい。ただし、いずれの場合も第 2 の O - リングの気密作用は維持できるようにする。

上記実施形態では、第 1 の環状溝 1 3 は、容器本体 2 の表面 1 7 に形成したが、蓋部材 3 の底面 2 6 に形成しても良い。

10

また、上記実施形態では、ラマン顕微鏡用の観察試料密閉容器として説明したが、他の顕微鏡の観察試料密閉容器として使用してもよい。

【符号の説明】

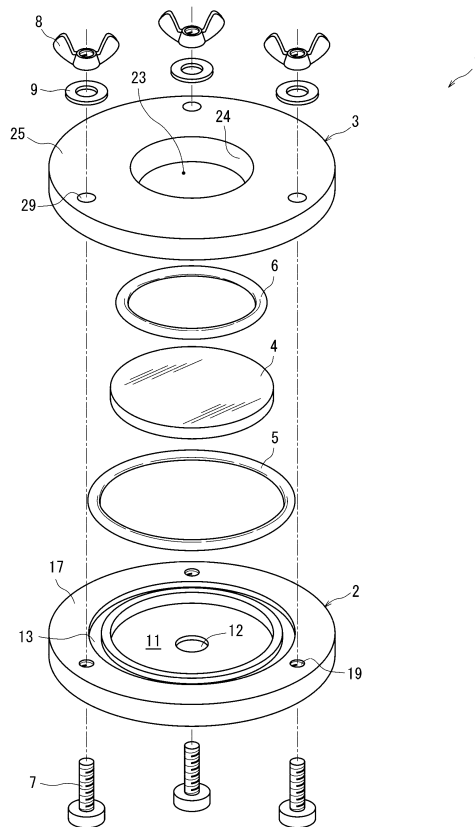
【 0 0 2 2 】

- 1 観察試料密閉容器
- 2 容器本体
- 3 蓋部材
- 4 観察窓材
- 5 第 1 の O - リング
- 6 第 2 の O - リング
- 1 1 第 1 の凹部
- 1 2 第 2 の凹部
- 1 3 第 1 の環状溝
- 1 4 第 2 の環状溝
- 1 7 , 2 5 表面
- 1 8 , 2 6 底面
- 2 3 貫通孔
- 2 4 テーパー面
- 3 0 試料室
- 3 1 試料台
- 3 2 試料

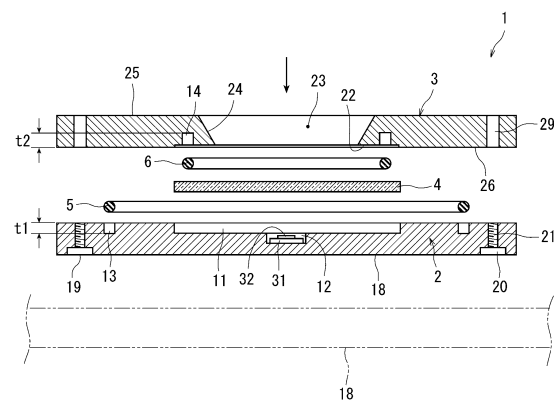
20

30

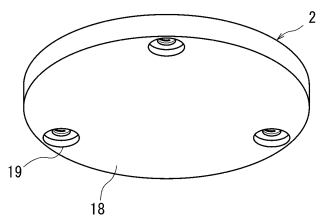
【圖 2】



【 図 5 】



【圖 4】



フロントページの続き

- (72)発明者 内山 知也
大阪府大阪市北区梅田一丁目1番3-267号 ナノフォトン株式会社内
- (72)発明者 水本 朱美
大阪府大阪市住吉区山之内4丁目1番1号 エミネンスパレス405号

審査官 田中 洋介

- (56)参考文献 特開平07-260646(JP,A)
特開平04-337448(JP,A)
特開平11-101733(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
- | | |
|------|----------------|
| G01N | 21/00 - 21/74 |
| G01N | 23/00 - 23/227 |
| G01N | 1/00 - 1/44 |