

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3777426号
(P3777426)

(45) 発行日 平成18年5月24日(2006.5.24)

(24) 登録日 平成18年3月10日(2006.3.10)

(51) Int. Cl.	F I
GO 1 N 21/01 (2006.01)	GO 1 N 21/01 B
GO 1 N 1/02 (2006.01)	GO 1 N 1/02 D
GO 1 N 21/35 (2006.01)	GO 1 N 21/35 Z

請求項の数 1 (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2003-373521 (P2003-373521)	(73) 特許権者	301038324
(22) 出願日	平成15年10月31日(2003.10.31)		独立行政法人産業医学総合研究所
(65) 公開番号	特開2005-134346 (P2005-134346A)		神奈川県川崎市多摩区長尾6丁目21番1号
(43) 公開日	平成17年5月26日(2005.5.26)	(74) 代理人	100078330
審査請求日	平成15年10月31日(2003.10.31)		弁理士 笹島 富二雄
		(72) 発明者	小嶋 純
			神奈川県川崎市多摩区長尾6丁目21番1号 独立行政法人産業医学総合研究所内
		審査官	樋口 宗彦

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 赤外分光分析用試料ホルダー

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

試料を担持させたフィルタを赤外線的光軸上に設置するための試料ホルダーであって、赤外線の透過孔となる第1の開口部が設けられた本体と、

本体に着脱可能に構成され、装着状態で本体に前記フィルタを保持させるとともに、赤外線の透過孔となる、前記第1の開口部よりも大きい第2の開口部が設けられた六角柱状のフィルタリテーナと、

フィルタリテーナを本体に固定するための固定手段と、を含んで構成され、
フィルタは、フィルタリテーナに対して固定され、

フィルタリテーナは、本体に対して第1の開口部と第2の開口部とがオフセットした状態で装着されるとともに、回転させて変位させるものであって、相対的に異なる所定の数の位置に装着可能であり、各装着位置において、第1の開口部が第2の開口部により実質的に包囲され、かつ第1の開口部に対する第2の開口部の相対的な位置が、装着位置毎に異なり、

また、固定手段として、本体において、フィルタリテーナの異なる側面を受ける2対の支持ピンと、各対の支持ピンの間に掛け渡されて、フィルタリテーナを本体に固定する固定パネとが設けられた赤外分光分析用試料ホルダー。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

10

20

本発明は、赤外分光法による試料分析に用いる試料ホルダー及び赤外分光分析方法に關し、詳細には、粉塵等を試料とする分析に際し、試料を担持させるフィルタに試料が不均一な厚さで堆積している場合に、分析精度を担保しつつ、試料の堆積厚を均一化する等の付加的な手段を採らずに分析を行うための技術に關する。

【背景技術】

【0002】

氣中に浮遊する鉱物性粉塵等の吸入が原因で発症するじん肺を予防するため、現行の安全衛生法では、該当する各事業所に作業環境の測定を義務付けるとともに、その測定方法の詳細を規定している。じん肺の主起因物質である粉塵は、粒子の大きさ（すなわち、粒径）に応じて人体への影響が異なるため、現行法では、粒径が7 μ m以下の吸入性粉塵のみを対象とし、これに含まれる遊離ケイ酸（すなわち、二酸化珪素）の含有率を測定するよう、規定している。赤外分光法（以下「赤外法」という。）は、この測定を行うための方法の1つに指定されている。

10

【0003】

赤外法は、試料に赤外線を照射し、透過した赤外線のスペクトルをもとに、試料の定性的又は定量的な分析を行う方法である。氣中の吸入性粉塵を赤外法により分析するには、フィルタによりこの粉塵を捕集し、フィルタ上に堆積した状態の粉塵に赤外線を照射するのが一般的である。現行法によれば、7 μ m以下の粒径のもののみを対象としなければならないため、粉塵を捕集するための採取器に加え、粒径に応じて粉塵を選別するための分粒器を併用する必要がある。この分粒器を使用することで、フィルタ上には、粉塵が不均一な厚さで堆積することとなるが、このことは、赤外法による分析結果に重大な誤差を来す原因となる。赤外法による分析に用いられる一般的な装置では、フィルタ上に照射される赤外線の光軸断面積が極めて小さく、試料がフィルタ上に不均一に堆積した状態では、赤外線が照射される1つの部位によりそのフィルタ全体を代表することができないからである。

20

【0004】

このような堆積厚の不均一さの問題を解消するための方法として、*re-deposit*法と呼ばれるものが知られている。この*re-deposit*法では、粉塵を堆積させたフィルタに高熱を加えて、フィルタのみを灰化及び消失させた後、残された粉塵にアルコールを注いで懸濁液とし、この懸濁液を別のフィルタによりろ過することで、最終的に粉塵が均一な厚さで堆積した状態のフィルタを作製する（非特許文献1）。

30

【非特許文献1】セイフティダイジェスト、第44巻第1号、第16～24頁、1998

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら、*re-deposit*法には、次のような問題がある。すなわち、*re-deposit*法では、フィルタ上に粉塵を均一な厚さで堆積させるために2度のろ過行程を経る必要があり、操作が複雑で、かつ熟練を要するとともに、コストの面で不利があることである。

本発明は、赤外法による分析に際し、分粒器による選別等の結果として、フィルタ上に粉塵等の試料が不均一な厚さで堆積したとしても、追加のろ過等の付加的な手段を採らずに、高い精度で分析を行うことを目的とする。

40

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明は、赤外分光分析用試料ホルダーを提供する。

本発明に係る赤外分光分析用試料ホルダーは、試料を担持させたフィルタを赤外線の光軸上に設置するための試料ホルダーであり、赤外線の透過孔となる第1の開口部が設けられた本体と、この本体に着脱可能に構成され、装着状態で本体に前記フィルタを保持させるとともに、赤外線の透過孔となる、第1の開口部よりも大きい第2の開口部が設けられた六角柱状のフィルタリテーナと、フィルタリテーナを本体に固定するための固定手段と

50

を含んで構成される。フィルタは、フィルタリテーナに対して固定され、フィルタリテーナは、本体に対して第1の開口部と第2の開口部とがオフセットした状態で装着されるとともに、回転させて変位させるものである、相対的に異なる所定の数の位置に装着可能であり、各装着位置において、第1の開口部が第2の開口部により実質的に包囲され、かつ第1の開口部に対する第2の開口部の相対的な位置が、装着位置毎に異なり、また、固定手段として、本体において、フィルタリテーナの異なる側面を受ける2対の支持ピンと、各対の支持ピンの間に掛け渡されて、フィルタリテーナを本体に固定する固定バネとが設けられることを特徴とする。

【0009】

本発明は、空气中に浮遊する鉱物性粉塵の成分分析（例えば、遊離ケイ酸の含有率の測定）に適用することができる。

【発明の効果】

【0010】

本発明によれば、赤外法による分析に際し、試料ホルダーを操作して、フィルタ上の複数の部位に赤外線を照射することができ、各部位に堆積している試料を透過した赤外線の分析結果を平均化することで、最終的な分析結果において、試料の堆積厚の不均一さの影響を緩和し、この不均一さに起因する誤差の発生を抑制することができる。このため、*re-deposit*法にあるような追加の過等、付加的な手段を採らずに、比較的の高い精度で分析を行うことができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

以下に図面を参照して、本発明の実施の形態について説明する。

図1は、本発明の一実施形態に係る赤外分光分析装置（以下「IR装置」という。）の試料室1の構成を示している。

本実施形態に係るIR装置は、回折格子等を用いない非分散型のIR装置であり、鉱物性粉塵の成分分析に適用される。このIR装置は、試料室1のほか、光源、干渉計、検出器（「ポロメータ」とも呼ばれる。）、AD変換器及び演算装置を含んで構成され、これらの要素のうち、試料室1及びその関連部品（後述する試料ホルダー3を含む。）以外の、光源及び干渉計等の要素の構成は、一般的に知られるものと同様であってよい。

【0012】

試料室1には、コ字状に形成されたホルダースタンド2が設置されている。赤外分光分析用試料ホルダー（以下、単に「試料ホルダー」という。）3は、試料としての粉塵を担持させたフィルタ4（図2）を保持しており、矩形平板状に形成されたホルダー本体（「本体」に相当する。）301と、このホルダー本体301に着脱可能に構成された、フィルタ4を保持するためのフィルタリテーナ302とを含んで構成される。試料ホルダー3は、ホルダー本体301が左右各側でホルダースタンド2に設けられた溝201と係合することで、試料室1に設置され、フィルタ4は、赤外線Rの光軸に垂直な面内で固定される。試料ホルダー3が試料室1に設置された状態で、フィルタ4上の所定の部位に赤外線Rが照射される。

【0013】

次に、試料ホルダー3の構成について、部品毎に説明する。

図2は、フィルタリテーナ302の構成を示している。

フィルタリテーナ302は、六角柱状に形成された本体部321と、この本体部321と係合するリング部322とを含んで構成され、これらに間に円形のフィルタ4を挟み込む六角柱状のクリップを構成している。フィルタ4の向きは、粉塵Dが堆積している面がリング部322に向くように設定される。

【0014】

本体部321の中央には、本体部321の中心を基準として、フィルタ4の直径にほぼ等しい（これよりもわずかに大きい）内径を持たせた円形のくぼみ321aが設けられており、このくぼみ321aの中央には、くぼみ321aと同心に形成された、フィルタ4

10

20

30

40

50

の直径よりも小さな内径を持たせた円形の貫通孔 3 2 1 b が設けられている。貫通孔 3 2 1 b が設けられたことで、くぼみ 3 2 1 a には、貫通孔 3 2 1 b を除く外周の部分に底面 3 2 1 c が残されており、この底面 3 2 1 c がフィルタ 4 を受ける座面となる。

【 0 0 1 5 】

他方、リング部 3 2 2 の外径は、くぼみ 3 2 1 a の内径と等しい大きさに設定され、かつリング部 3 2 2 の内径は、貫通孔 3 2 1 b の内径と等しい大きさに設定されている。本体部 3 2 1 とリング部 3 2 2 とによりフィルタ 4 を挟み込んだ状態で、リング部の中央孔 3 2 2 a と本体部の貫通孔 3 2 1 b とは、円筒状の第 2 の開口部 B を構成する。

図 3 は、ホルダー本体 3 0 1 の構成を示している。

【 0 0 1 6 】

ホルダー本体 3 0 1 は、矩形状に形成された平板 3 1 1 と、この平板 3 1 1 に取り付けられた 2 対の支持ピン 3 1 2 とを含んで構成される。支持ピン 3 1 2 は、フィルタ 4 を挟み込んだフィルタリテーナ 3 0 2 をホルダー本体 3 0 1 に装着する際に、フックとして使用される。平板 3 1 1 の所定の部位には、円形の貫通孔 3 1 1 a が設けられており、この貫通孔 3 1 1 a は、第 1 の開口部 A を構成する。なお、本実施形態では、貫通孔 3 1 1 a の内径を、貫通孔 3 2 1 b 及び中央孔 3 2 2 a (すなわち、第 2 の開口部 B) の内径の半分の大きさに設定している。

【 0 0 1 7 】

図 4 は、ホルダー本体 3 0 1 にフィルタリテーナ 3 0 2 を装着した状態を示している。

試料ホルダー 3 は、この装着状態で試料室 1 に設置される。

フィルタリテーナ 3 0 2 は、ホルダー本体 3 0 1 に対し、フィルタ 4 の粉塵堆積面が外側を向く状態で 4 つの支持ピン 3 1 2 の間に配置され、各対の支持ピン 3 1 2 の間に掛け渡された引張バネ (「固定バネ」に相当する。) 5 により固定される。この装着状態において、支持ピン 3 1 2 は、フィルタリテーナ 3 0 2 のうち、対向する 1 対の側面を除く 4 つの側面をそれぞれで支持しており、引張バネ 5 は、対応する支持ピン 3 1 2 の間で平行に掛け渡され、フィルタリテーナ 3 0 2 をホルダー本体 3 0 1 に押し付けて固定している。また、この装着状態において、第 1 の開口部 A は、第 2 の開口部 B により包囲されており、第 1 の開口部 A の円周と第 2 の開口部 B の円周とは、第 2 の開口部 B の最下部で接している。なお、本実施形態では、第 1 の開口部 A が第 2 の開口部 B により完全に包囲されているが、これらの開口部 A, B は、少なくとも一部で重なり合い、これらの開口部 A, B を介して後述する赤外線 R の光路が形成される状態にあればよい。

【 0 0 1 8 】

次に、本実施形態により構成された試料室 1 を備える I R 装置による分析について、図 1 により説明する。

まず、作業場の空气中に浮遊する粉塵を収集し、これを図示しない分粒器により粒径に応じて選別した後、7 μm 以下の吸入性粉塵のみをフィルタ 4 上に堆積させる。分粒器を使用した場合は、フィルタ 4 上に粉塵を均一な厚さで堆積させるのは困難である。本実施形態では、粉塵 D を堆積させたフィルタ 4 を、何らの付加的な行程を経ずにフィルタリテーナの本体部 3 2 1 上に載置し、本体部 3 2 1 及びリング部 3 2 2 により挟み込んでフィルタリテーナ 3 0 2 に固定するとともに、このフィルタリテーナ 3 0 2 をホルダー本体 3 0 1 上の所定の位置に装着する。そして、フィルタリテーナ 3 0 2 が固定されたホルダー本体 3 0 1 をホルダースタンド 2 に設置して、試料室 1 に設置し、フィルタ 4 を赤外線 R の光軸 R 上に配置する。

【 0 0 1 9 】

以上のようにして試料ホルダー 3 を試料室 1 に設置した状態で、1 回目の赤外線の照射を行う。ホルダー本体 3 0 1 に設けられた貫通孔 3 1 1 a (すなわち、第 1 の開口部 A) と、フィルタリテーナ 3 0 2 に設けられた貫通孔 3 2 1 b 及び中央孔 3 2 2 a (すなわち、第 2 の開口部 B) とは、赤外線 R の透過孔となり、赤外線 R の光路を形成する。フィルタ 4 上に堆積している粉塵 D を透過した赤外線 R は、粉塵 D を構成する分子種に応じて異なる赤外吸収スペクトルを示すので、この赤外吸収スペクトルを検出し、これをもとに、

10

20

30

40

50

粉塵Dの組成を同定することができる。本実施形態では、粉塵Dに含まれる遊離ケイ酸の含有率を測定する。ここで、1回目に照射した赤外線の実験結果(すなわち、遊離ケイ酸の含有率)をA1とする。

【0020】

1回目の赤外線の照射を終えると、試料室1から試料ホルダー3を取り出し、フィルタリテーナ302をホルダー本体301から取り外す。そして、フィルタリテーナ302をホルダー本体301に対して時計周り又はその反対方向に60°だけ回転させるとともに、その位置で再びホルダー本体301に装着し、装着後の試料ホルダー3を試料室1に設置する。この状態で2回目の赤外線の照射を行い、1回目の照射に際して行ったのと同様の分析を行うことで、2回目に照射した赤外線の分析結果A2が得られる。

10

【0021】

以上のような操作を繰り返し、赤外線の照射を所定の回数n(=6)だけ行い、各回に得られた分析結果をAi(i=1~n)とする。ここで、本実施形態では、各分析結果Aiを次式(1)により平均化し、得られた値を最終的な分析結果Aとして出力する。

$$A = A_i / n \quad \dots (1)$$

本実施形態によれば、次のような効果を得ることができる。

【0022】

第1に、本実施形態では、赤外法による分析に際し、フィルタリテーナ302をホルダー本体301に対して所定の角度毎に回転させて、フィルタ4上の6つの部位P1~P6(図2)に赤外線を照射するとともに、各部位に堆積している粉塵Dを透過した赤外線の分析結果Ai(i=1~6)を平均化し、得られた値を最終的な分析結果Aとして出力することとした。このため、この最終的な分析結果Aにおいて、粉塵Dの堆積厚の不均一さの影響を緩和し、この不均一さに起因する誤差の発生を抑制することができるので、分析結果Aについて高い分析精度を担保しつつ、粉塵Dが不均一な厚さで堆積したフィルタ4をそのまま用いることができ、分析の操作を単純なものとするすることができる。また、re-deposit法にあるような追加のろ過等が不要であるため、コストを抑えることもできる。作業環境の測定では、一般的に採取した多数の粉塵を分析する必要があるため、操作が単純であることは、効率と分析精度とを両立させ、実用上の利点を生むとともに、コストの面でも極めて有利である。

20

【0023】

第2に、本実施形態では、第1の開口部Aと第2の開口部Bとを装着状態でオフセットさせて設け、フィルタリテーナ302をホルダー本体301に対して回転方向に変位させることとしたので、試料ホルダー3をコンパクトに構成することができる。

30

第3に、本実施形態では、フィルタリテーナ302を回転方向に60°毎に変位させるとともに、フィルタリテーナを六角柱状に形成したことで、フィルタリテーナ302をホルダー本体301に対し、60°毎の位置に簡単に装着することができる。また、各装着位置において、フィルタリテーナ302は、ホルダー本体301に対し、支持ピン312及び引張バネ5により簡単に固定することができる。

【0025】

なお、本発明は、鉱物性粉塵の成分分析に好適に適用することができるが、赤外法による他の分析に適用することも、勿論可能である。

40

【図面の簡単な説明】

【0026】

【図1】本発明の一実施形態に係るIR装置の試料室1の構成

【図2】同上実施形態に係るフィルタリテーナの構成

【図3】同上実施形態に係るホルダー本体の構成

【図4】装着状態にあるホルダー本体及びフィルタリテーナ

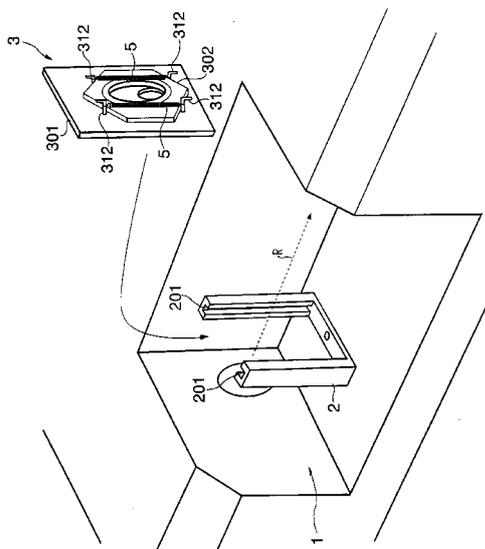
【符号の説明】

【0027】

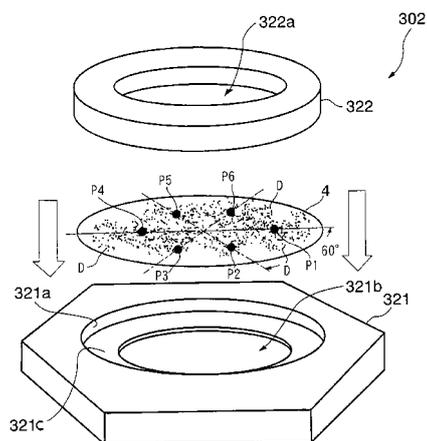
50

1 ... 試料室、2 ... ホルダースタンド、201 ... 溝、3 ... 試料ホルダー、301 ... ホルダー本体、311 ... 平板、311a ... 第1の開口部Aとしての貫通孔、312 ... 支持ピン、302 ... フィルタリテーナ、321 ... 本体部、321a ... くぼみ、321b ... 貫通孔（中央孔322aとともに第2の開口部Bを構成する。）、321c ... くぼみの底面、322 ... リング部、322a ... 中央孔、4 ... フィルタ、5 ... 固定バネとしての引張バネ、D ... 粉塵、P ... 赤外線照射部位、R ... 赤外線の光軸。

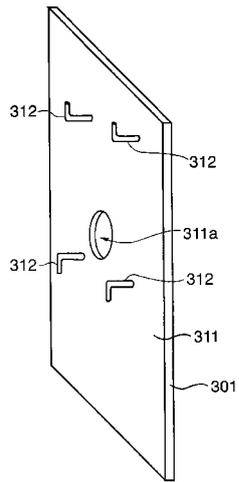
【図1】



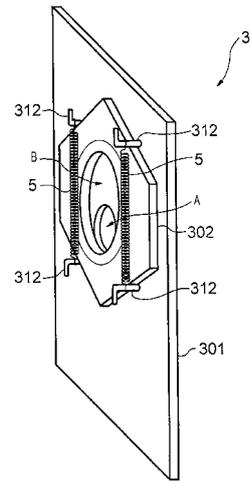
【図2】



【 図 3 】



【 図 4 】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2001-296240(JP,A)
実公昭42-000236(JP,Y1)
特開昭60-203837(JP,A)
特開平05-256767(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
G01N21/00-21/61
PATOLIS