

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2011-7809

(P2011-7809A)

(43) 公開日 平成23年1月13日(2011.1.13)

(51) Int.Cl.

G 0 1 N 5/04 (2006.01)

F I

G 0 1 N 5/04

A

G 0 1 N 5/04

B

テーマコード (参考)

審査請求 有 請求項の数 38 O L (全 16 頁)

(21) 出願番号 特願2010-200069 (P2010-200069)
 (22) 出願日 平成22年9月7日 (2010.9.7)
 (62) 分割の表示 特願2000-570554 (P2000-570554)
 の分割
 原出願日 平成11年9月17日 (1999.9.17)
 (31) 優先権主張番号 09/156,086
 (32) 優先日 平成10年9月17日 (1998.9.17)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 500119569
 シーイーエム・コーポレーション
 アメリカ合衆国ノース・カロライナ州28
 106-0200, マッシュューズ, ピー・オ
 ー・ボックス 200, スミス・ファーム
 ・ロード 3100
 (74) 代理人 100140109
 弁理士 小野 新次郎
 (74) 代理人 100089705
 弁理士 社本 一夫
 (74) 代理人 100075270
 弁理士 小林 泰
 (74) 代理人 100080137
 弁理士 千葉 昭男

最終頁に続く

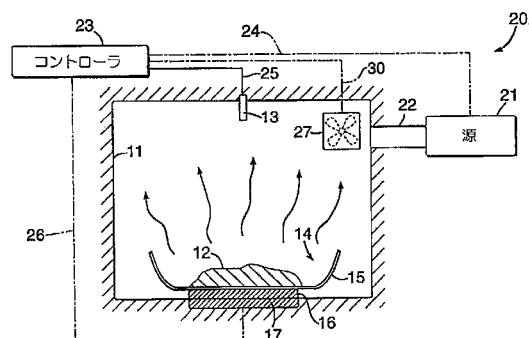
(54) 【発明の名称】揮発性物質含有量を測定する方法及び装置

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】加熱されたときに燃焼する傾向を有するサンプルに適した、サンプルの揮発性物質含有量を測定する方法及び装置。

【解決手段】サンプルから揮発物を追い出すために湿気を含んだサンプルへ所定のパワーレベルでマイクロ波放射を適用する工程と、マイクロ波パワーの適用中にサンプルの重量を監視する工程と、サンプル又はサンプルに接触するいかなる物とも接触することなく、マイクロ波パワーの適用中にサンプルの温度を監視する工程と、それ以下ではサンプルが燃焼しない所定の設定点温度で又はそれ以下にサンプルの温度を維持するために、監視された温度に基づき、サンプルに適用されているマイクロ波パワーを制御する工程とを有する。

【選択図】図2



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

サンプル温度を監視又は制御しながらサンプルの揮発性物質含有量を決定する装置において、

決定すべき揮発性物質を含むサンプル（１２）を配置することのできる空洞（１１）と

；
サンプルに接触せずに、上記空洞内に配置されたサンプルにより発せられる赤外放射を測定するように測定可能に位置決めされた赤外温度センサ（１３）と；

サンプルが上記空洞内にある間にサンプルの重量を測定するための分析計り（１４）と

；
上記空洞内の空気の運動が空気動力学的に上記分析計りの正確さ及び精度に影響を及ぼすことを阻止するための手段と；

上記空洞内へ赤外周波数とは実質上異なる周波数を有するマイクロ波を導入するためのパワー源（２１）と；

上記温度センサ及び上記パワー源に接続された処理ユニットであって、上記分析計り上のサンプルの重量変化に基づき、上記処理ユニットがサンプルの揮発性物質含有量を決定するのに十分なほど、当該源からのマイクロ波がサンプルを乾燥させるまで、サンプル温度を制御するために、当該温度センサにより測定された赤外周波数に応答して上記空洞へのマイクロ波エネルギーの上記周波数の導入を制御する処理ユニット（２３）と；
を有することを特徴とする装置。

【請求項 2】

上記パワー源がマイクロ波を発生させるための磁電管、クライストロン及びソリッドステート装置を含むグループから選択されることを特徴とする請求項 1 に記載の揮発性物質含有量測定装置。

【請求項 3】

上記処理ユニットが上記分析計りに接続され、サンプルの測定された重量に応じてサンプルへのマイクロ波エネルギーの導入を制御することを特徴とする請求項 1 に記載の揮発性物質含有量測定装置。

【請求項 4】

上記源から上記空洞へマイクロ波を導くための導波路（２２）を有することを特徴とする請求項 1 に記載の揮発性物質含有量測定装置。

【請求項 5】

上記空洞内に位置し、マイクロ波を吸収して、吸収されたマイクロ波を、サンプルを加熱する熱エネルギーに変換するマイクロ波吸収材料（３１）を更に有することを特徴とする請求項 1 に記載の揮発性物質含有量測定装置。

【請求項 6】

上記マイクロ波吸収材料がサンプルと熱伝導接触するように位置決めされることを特徴とする請求項 5 に記載の揮発性物質含有量測定装置。

【請求項 7】

上記マイクロ波吸収材料がサスセプターであることを特徴とする請求項 5 に記載の揮発性物質含有量測定装置。

【請求項 8】

サンプルが上記空洞内で加熱されているときに当該空洞から揮発物を除去するための排出ファン（２７）を更に有することを特徴とする請求項 1 に記載の揮発性物質含有量測定装置。

【請求項 9】

上記排出ファンが可変速度排出ファンであり；

上記処理ユニットが上記ファンに接続され、上記赤外フォトセンサ及び上記分析計りに応答して当該ファンの速度を制御することを特徴とする請求項 8 に記載の揮発性物質含有量測定装置。

10

20

30

40

50

【請求項 10】

上記処理ユニットが上記パワー源、上記温度センサ、上記分析計り及び上記可変速度排出ファンに接続され、サンプルを燃焼させるような温度にサンプルが到達するのを阻止するために、当該温度センサ、当該分析計り及び当該可変速度排出ファンに応答して上記空洞内へのマイクロ波の導入を制御することを特徴とする請求項 8 に記載の装置。

【請求項 11】

サンプル温度を制御しながらサンプルの揮発性物質含有量を決定する方法において、赤外フォトセンサを使用して、サンプルにより発せられる赤外放射をサンプルに接触せずに測定する工程と；

分析計りを使用してサンプルの重量を測定し、一方で、サンプルの周囲の空気の運動が空気動力学的に上記分析計りの正確さ及び精度に影響を及ぼすことを阻止する工程と；

サンプルを燃焼させることなくサンプルを加熱する所定のパワーレベルでサンプルに赤外周波数とは実質上異なる周波数を有するマイクロ波エネルギーを適用する工程と；

サンプルが燃焼する温度以下にサンプルの温度を維持するような方法で、上記赤外フォトセンサにより測定された赤外放射に応じて、サンプルに適用されるマイクロ波エネルギーを制御する工程と；

サンプルが乾燥する際に上記分析計りによりサンプルの重量の測定を続行する工程と；

サンプルの揮発性物質含有量を計算するために、十分な揮発物がサンプルから駆逐されてしまったときに、サンプルへのマイクロ波パワーの適用を終了させる工程と；
を有することを特徴とする方法。

10

20

【請求項 12】

マイクロ波パワーの適用中にサンプルの重量を監視する上記工程が、マイクロ波パワーの適用中にサンプルの重量を連続的に監視する工程を有することを特徴とする請求項 11 に記載の揮発性物質含有量測定方法。

【請求項 13】

マイクロ波パワーの適用中にサンプルの温度を監視する上記工程が、マイクロ波パワーの適用中にサンプルの温度を連続的に監視する工程を有することを特徴とする請求項 11 に記載の揮発性物質含有量測定方法。

【請求項 14】

サンプルが所定の温度に達したときにサンプルへのマイクロ波パワーの適用を終了させる工程を有することを特徴とする請求項 11 に記載の揮発性物質含有量測定方法。

30

【請求項 15】

サンプルの温度を監視する上記工程が、加熱されたサンプルにより発せられる赤外放射を監視し、発せられた赤外放射の値を温度測定値に変換する工程を有することを特徴とする請求項 11 に記載の揮発性物質含有量測定方法。

【請求項 16】

乾燥したサンプルにより生じる揮発物を除去する工程を更に有することを特徴とする請求項 11 に記載の揮発性物質含有量測定方法。

【請求項 17】

サンプルにマイクロ波放射を適用する上記工程が、
源内にマイクロ波を発生させる工程と；
導波路を通して上記源からマイクロ波を伝播する工程と；
サンプルを配置した空洞内へマイクロ波を送り出す工程と；
を有することを特徴とする請求項 11 に記載の揮発性物質含有量測定方法。

40

【請求項 18】

マイクロ波エネルギーを制御する上記工程が、上記源により生じたマイクロ波パワーを制御する工程を有することを特徴とする請求項 17 に記載の揮発性物質含有量測定方法。

【請求項 19】

マイクロ波エネルギーを制御する上記工程が、上記源とサンプルを配置した空洞との間でのマイクロ波の通過を制御する工程を有することを特徴とする請求項 17 に記載の揮発性

50

物質含有量測定方法。

【請求項 20】

分析計りを使用してサンプルの重量を測定する工程と；

サンプルが乾燥するときに上記分析計りによりサンプルの重量の測定を続行しながら、サンプルを燃焼させることなくサンプルを加熱する所定のパワーレベルでサンプルにマイクロ波エネルギーを適用する工程と；

揮発物がサンプルから追い出されてしまったときに、サンプルへのマイクロ波パワーの適用を終了させる工程と；

を有することを特徴とする請求項 12 に記載の揮発性物質含有量測定方法。

【請求項 21】

サンプルへマイクロ波エネルギーを適用する前に、サンプルの初期の重量を測定する工程を更に有することを特徴とする請求項 20 に記載の揮発性物質含有量測定方法。

【請求項 22】

サンプルへマイクロ波エネルギーを適用する前に、サンプルの初期の温度を測定する工程を更に有することを特徴とする請求項 20 に記載の揮発性物質含有量測定方法。

【請求項 23】

マイクロ波パワーの適用を終了させる上記工程は、測定された重量がサンプルの乾燥を示したときに、サンプルへのマイクロ波パワーの適用を終了させる工程からなることを特徴とする請求項 20 に記載の揮発性物質含有量測定方法。

【請求項 24】

所定のパワーレベルでマイクロ波放射を適用する上記工程が、サンプル及びサスセプターへ所定のパワーレベルでマイクロ波放射を適用する工程からなることを特徴とする請求項 11 に記載の揮発性物質含有量測定方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明はマイクロ波放射を使用してサンプルの揮発性物質含有量を測定する方法及び装置に関する。特に、本発明は揮発性物質含有量の分析中にサンプルの温度の制御を補助する方法及び装置に関する。

【背景技術】

【0002】

(多くの場合は湿気含有量である) サンプルの揮発性物質含有量の測定は多くの分析実験室内での頻繁に繰り返される面倒な仕事である。その最も簡単な形においては、揮発性又は湿気の含有量の決定は、材料の代表的なサンプルを重量測定し、材料を乾燥させ、次いで、乾燥時の損失従ってサンプルの最初の揮発性物質含有量を確認するために材料を再重量測定する工程を含む。この作業のために典型的に使用される対流式の高温空気オーブンはサンプルを「オープン乾燥」平衡状態にするのに比較的遅鈍になることがある。このような装置はまた、これらがエネルギーを非効率的に消費するので、作動を高価にすることがある。これらの問題は揮発物分析に対する高温空気装置の有用性を減少させる。

【0003】

揮発性又は湿気の含有量を決定するためにマイクロ波エネルギーを使用して物質を乾燥させることは、一般に便利で、正確である。一層重要なことは、湿気含有量を測定するためのマイクロ波乾燥が普通、等価の高温空気方法よりも迅速なことである。しかし、高温空気技術のように、ある物質は、これにマイクロ波パワーを適用したときに、単に乾燥するのではなくて、燃焼する傾向を有する。別の言い方をすれば、マイクロ波がある材料と相互作用を行う(これはある状況では明らかな利点である)ような迅速な方法は他の材料の副次的な加熱を生じさせることがあり、これは(少なくとも揮発物又は湿気の測定の目的にとっては)不利である。チーズの如きある食品は乾燥せずに燃焼する傾向を有する材料の代表例(ただし、明らかにこれに限定されない)である。

【0004】

更に、マイクロ波は「結合」として知られる様式で材料と相互作用（即ち、マイクロ波放射に対する材料（「負荷」）の反応）を行う。ある材料はマイクロ波エネルギーとうまく結合せず、乾燥又は他の揮発物除去技術を困難又は不正確にしてしまう。他の材料は、その湿気含有量又は他のマイクロ波応答性材料（例えば、アルコール及び他の極性溶剤）の含有量が多い場合には、うまく結合する。しかし、これらはマイクロ波の影響下で乾燥するので、これらの結合は少なく、有効性に乏しい、すなわち、負荷が変動する。その結果、サンプル上のマイクロ波の効果は満足できないものとなり、制御を一層困難にする。代わりに、サンプルが乾燥せずに燃焼するか又はある他の望ましくない様式で劣化する傾向を有することがある。もちろん、両方の状況は満足できない結果を生じさせる傾向を有する。

10

【0005】

別の要素として、「遊離」（即ち、いかなる化合物又は結晶とも結合しない）水の如き揮発物はマイクロ波放射に迅速に反応するが、「結合」水（例えば、一価水和炭酸ナトリウム； $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）は典型的にはマイクロ波放射に反応しない。代わりに、このような結合水は熱的に（即ち、周囲から伝導される熱により）駆動しなければならない。しかし、マイクロ波放射の性質は、マイクロ波に晒されたときに、すべてのこのような周囲が加熱されるとは限らないものである。従って、マイクロ波の単純な適用は、結合水の決定にとって典型的な普通の加熱方法よりも、満足度が一層少ない。

【0006】

熱分解を生じさせる温度以下にサンプルの温度を維持すると、燃焼を阻止する助けとなる。しかし、湿気の影響が重量測定に基づいている限り、サンプルの温度の測定はサンプルの重量の測定を回避することができない。従って、従来の直接プローブ温度測定はこの目的にとってしばしば満足できない。サンプルとの温度センサの接触は、敏感な重量測定装置を使用する場合に、誤った重量測定を生じさせることがある。更に、マイクロ波環境においては、温度プローブの型式、位置及び機能は、サンプルへのエネルギーの適正な伝播及びサンプルによるエネルギーの適正な吸収と両立できるものでなければならない。

20

【0007】

サンプルの重量測定との干渉を回避する努力としてサンプルとの接触を回避するような方法で温度を測定するある間接的な方法が開発されている。しかし、多くのこのような間接的な技術はサンプル自体以外のある物の温度を決定する。従って、このような技術は正確性に欠け、特にサンプルからセンサへの熱伝導が必要な場合は、比較的遅い反応を生じさせることがある。他の方法は非接触温度感知を利用できるが、サンプルの重量を適正に考察できない。他の方法は非接触温度測定及び重量分析を適正に利用できない。E P O 3 4 4 4 6 5 号明細書及び米国特許第 4, 3 0 4, 2 8 9 号明細書を参照。

30

【0008】

それ故、サンプルの燃焼を回避しつつ及び迅速な結果を提供する連続的な方法でサンプルの重量を測定しつつ、マイクロ波加熱の迅速反応の特徴を利用する必要性が存在する。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

本発明の目的は、サンプルを燃焼させず、しかも、サンプルの重量測定とも干渉しないような方法でサンプルの揮発性物質含有量を迅速に測定することである。従って、本発明はサンプルの温度を制御しながら、乾燥による損失に基づき、サンプルの揮発性物質含有量（普通は湿気含有量）を迅速に決定する装置及び方法である。特に、本発明は、サンプルの燃焼を阻止する補助をしながら、迅速かつ正確な湿気分析を提供する。

40

【0010】

方法は、最初にサンプル重量及びサンプル温度を測定する工程を含む。次いで、マイクロ波放射がサンプルに導入され、湿気又は他の揮発物を追い出す。その間、サンプル重量及びサンプル温度の変化を監視する。マイクロ波放射の導入はサンプルの熱分解を阻止するように選択された設定点に又は設定範囲内にサンプル温度を維持するように変更される

50

。サンプルの重量に対する増分的な変化が平衡に到達又は接近した後、マイクロ波放射の導入を停止する。その後、サンプルの湿気含有量を計算する。

【 0 0 1 1 】

装置は、サンプルを保持し、マイクロ波を収容する閉じた空洞を形成する構造体と、マイクロ波パワー源と、サンプル重量を測定する手段と、サンプル温度を測定する手段と、サンプル温度に基づきサンプルへのマイクロ波放射の導入を制御するコントローラとを含む。コントローラはサンプル温度を設定点に又は設定範囲内に維持するために、適用されたマイクロ波パワー（操作変数）を制御するようにプログラムされる。

【 0 0 1 2 】

本発明の前述及び他の目的並びに利点、及びこれを達成する方法は添付図面に関連しての以下の詳細な説明に基づき明らかとなる。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 1 3 】

【図 1】マイクロ波室、処理ユニット及び観察窓を示す、本発明の湿気含有量装置の前面斜視図である。

【図 2】分析計り、マイクロ波発生器、可変速度ファン及びコントローラを示す、本発明の概略図である。

【図 3】分析計り、マイクロ波発生器、可変速度ファン、コントローラ及びサスセプターを含む本発明の別の実施の形態を示す概略図である。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 1 4 】

本発明は、加熱したときに燃焼する傾向を有するサンプルにとって特に適した、サンプルの湿気（又は他の揮発性物質）含有量を測定する装置及び方法である。装置は図 1 に符号 10 で全体的に示し、図 2、3 に符号 20 にて概略的に示す。

【 0 0 1 5 】

装置 10 は、装置 10 又は 20 の内壁により画定され、湿気含有量を決定するサンプル 12 を保持するための空洞 11 を含む。ここで使用するように、用語「空洞」はマイクロ波を導く任意の限定された位置を参照するために広義の意味で使用される。種々の健康上及び安全上の理由で、マイクロ波分析技術は、マイクロ波が周囲の環境内へ伝播するのを阻止する適当なバリア内で実質上実行される。これらの目的のために金属壁又はスクリーンが典型的に使用される。しかし、他の空洞設計、形状及び設備を本発明に対して矛盾なく使用できることを理解されたい。

【 0 0 1 6 】

装置は空洞 11 内に置かれたサンプル 12 の温度を測定するように位置する赤外フォトセンサ 13 を含む。図 1 - 3 に示すように、赤外フォトセンサ 13 は空洞 11 内に位置するが、特に本発明の方法に関連して、フォトセンサ 13 の位置がサンプルからの赤外放射をセンサが検出できるようにする要求によってのみ限定されることを理解されたい。従って、他の実施の形態においては、フォトセンサ 13 がサンプルからの赤外放射を検出する位置にある限りは、検出器 13 は空洞の外部又は赤外透過性材料の背後に配置できることが期待される。

【 0 0 1 7 】

サンプル温度を決定する本発明の赤外フォトセンサはサンプル重量の測定と干渉しない。これは、フォトセンサがサンプルの実際の平均温度を測定し、サンプルを取り巻く空気温度を単に測定するものではないとしてもそうである。このような赤外分析は、サンプルの別個の局部部分でのみ測定を行うプローブ等に比べて、一層正確で精確な温度測定を提供する。換言すれば、赤外フォトセンサは正確で非接触式の温度測定を提供する。これは、適用されるマイクロ波エネルギーの制御を容易にし、乾燥及び湿気分析を改善する。

【 0 0 1 8 】

赤外フォトセンサはサンプル温度の測定にとって好ましい装置であるが、本発明は赤外フォトセンサに限定されないことを更に理解されたい。本発明は、（周囲温度ではなく）

10

20

30

40

50

サンプル温度を正確に測定し、かつ、計りの正確で正確な機能に干渉しない限り、他の感知装置及び技術を組み込むことができる。

【 0 0 1 9 】

装置はサンプルが空洞内にある間にサンプル 1 2 の重量を測定するための分析計り（全体を符号 1 4 で示す）を含む。図 2 に略示するように、分析計りは典型的には皿 1 5 又は等価のサンプルホルダを含み、適当な機械的又は電気的な素子 1 6、1 7 がこれに関連する。計り 1 4 の部分は、典型的には、空洞の内部及び空洞 1 1 の外部の双方に位置する。マイクロ波装置内での分析計りの使用は当業界で十分に理解されており、本発明を説明するのに必要なもの以外のいかなる特定の詳細をもここでは繰り返さない。マイクロ波装置内でのこのような分析計りの例示的な説明は本出願人に係る米国特許第 3, 9 0 9, 5 9 8 号、同第 4, 4 3 8, 5 0 0 号及び同第 4, 4 5 7, 6 3 2 号各明細書に記載されている。

10

【 0 0 2 0 】

パワー源はマイクロ波エネルギーを空洞 1 1 内へ導入する。一般に好ましい実施の形態においては、パワー源はマイクロ波を発生させる磁電管 2 1 と、磁電管 2 1 及び空洞 1 1 に波動的に接続され、磁電管 2 1 から空洞 1 1 へ、従ってサンプル 1 2 へマイクロ波を導くための導波路 2 2 とを有する。磁電管から導波路を通して空洞内へのマイクロ波の発生及び伝播は当業界でほぼ十分に理解されており、ここでは更なる詳細を述べない。しかし、クライストロンや、1 9 9 9 年 4 月 2 0 日に出願された本出願人に係る継続中の国際出願 P C T / U S 9 9 / 0 8 7 2 9 号明細書に記載された連続可変パワー供給源を含む、磁電管 2 1 以外の付加的な源が存在することを認識されたい。同様に、通信装置として現在広く適用されているソリッドステートマイクロ波装置も、ここで述べる湿気含有量分析を含むマイクロ波アシスト化学分析のためのパワー源として最終的に適するようになることが期待される。

20

【 0 0 2 1 】

コントローラ 2 3 として示される処理ユニットは赤外センサ 1 3 及びパワー源 2 1 に接続され、サンプルを燃焼させるような温度にサンプル 1 2 が到達するのを阻止するために、赤外フォトセンサ 1 3 に応答して空洞 1 1 へのマイクロ波エネルギーの導入を制御する。幾分別の言い方をすれば、コントローラは、サンプル温度がサンプルを燃焼させるような温度に接近し始めたときに、サンプルへ到達するマイクロ波パワー又はマイクロ波伝播を制御又は制御する。

30

【 0 0 2 2 】

これに関し、サンプルについて実施されるテストの多くは既知の特性のサンプル、即ちチーズの如き一定の食品に対して繰り返し行われることを理解されたい。従って、所定の設定点の選択は当業者にとって比較的簡単である。実際、一定の材料の湿気含有量又は燃焼温度が全く未知の場合でも、過度の実験無しに、これらのパラメータを比較的迅速かつ容易に特定するように、装置内でサンプルをテストできる。

【 0 0 2 3 】

制御装置の一般的な特徴及び作動は当業界で周知であるので、コントローラの選定及びその作動は、過度の実験無しに、当業者により実行できる。例示的な制御装置及び回路は、例えば、C R C プレス発行のドルフ(Dolf)著による「電気技術ハンドブック」(The Electrical Engineering Handbook) 第 2 版(1 9 9 7 年)の例えば 7 9 - 8 5 章及び 1 0 0 章を含む種々の文献に記載されているが、これらに限定されない。

40

【 0 0 2 4 】

図 2 はまた、コントローラ 2 3 を源 2 1 に接続する適当な回路 2 4、及び、コントローラ 2 3 を赤外フォトセンサ 1 3 に接続する回路 2 5 を概略的に示す。同じ方法で、しかも、好ましい実施の形態においては、コントローラ 2 3 は適当な回路 2 6 を介して計り 1 4 に接続され、サンプルの測定された重量に応じてサンプル 1 2 へのマイクロ波エネルギーの導入を制御する。別の言い方をすれば、コントローラは、サンプルが乾燥したときに、装置の更なる作動を停止させる。

50

【 0 0 2 5 】

パワー源、温度センサ及び計り間の制御された関係はまた、本発明の装置が従来のマイクロ波装置では満足できなかった種々の他の仕事（例えば、熱重量分析）を遂行できるようにする。

【 0 0 2 6 】

乾燥型式の湿気決定の終了点を決定する多数の技術があり、それらは本発明の装置及び方法に適当に組み込むことができる。一例として（ただし、これに限定されない）、サンプルの重量が決められた時間期間だけ又は決められた数の連続測定だけ一定に維持される時点で、終了点を定めることができる。代わりに、例えば本出願人に係る米国特許第 3, 9 0 9, 5 6 8 号、同第 4, 4 3 8, 5 0 0 号及び同第 4, 4 5 7, 6 3 2 号各明細書に記載されているように、乾燥時間と湿気含有量との間の数学的な関係を使用して、サンプルが完全に乾燥していない場合でさえも、終了点に達した時期を予報することができる。これら又は任意の他の適当な技術は本発明の装置及び方法に関連して使用することができる。

10

【 0 0 2 7 】

図 2 は更に、サンプル 1 2 が内部で加熱されているときに、空洞 1 1 から揮発物を除去するための排出ファン 2 7 を含む本発明の好ましい実施の形態を示す。最も好ましい実施の形態においては、排出ファン 2 7 は可変速度ファンであり、赤外フォトセンサ 1 3 及び分析計り 1 4 に応答してファン 2 7 の速度を制御するように、適当な回路 3 0 を介して処理ユニット 2 3 に連通する。この方法においては、ファン 2 7 は、排出される揮発性材料の流れが分析計りの測定に影響を与えるのを阻止する補助を行うことができ、同様に、所望なら、空洞内の温度に対する制御効果を提供できる。このような分析計りの作動及び特徴に精通している者なら、特にこれらの計りが小さなサンプル及び小さな重量変化について使用される場合に、空洞 1 1 内の空気の運動が計り皿 1 5 に空気力学的に影響を及ぼし、従って、計り 1 4 の正確さ及び精度を減少させることがあることを理解できよう。

20

【 0 0 2 8 】

図 3 は本発明の別の実施の形態を示し、この実施の形態においては、明瞭にするために、素子を図 2 の符号と同じ符号で示すが、図 3 は更にマイクロ波吸収材料をサスセプター 3 1 として示し、このサスセプターは空洞内に位置し、マイクロ波を吸収して、吸収されたマイクロ波を、サンプルを加熱する熱エネルギーに変換する。

30

【 0 0 2 9 】

「サスセプター」という用語はここではその最も広義の意味で使用する。すなわち、マイクロ波放射を吸収し、エネルギーを熱に変換する物質又は材料である。サスセプター材料が全体のプロセスとの干渉を回避する限りは、サスセプターはマイクロ波放射を吸収し、エネルギーを熱に変換する任意の材料から形成することができる。炭化ケイ素（SiC）の如きあるセラミック材料はマイクロ波サスセプターを形成するために典型的に使用されるが、サスセプターの使用はセラミック又は炭化ケイ素に限定されないことを理解されたい。マイクロ波分野での普通の使用において、「サスセプター」という用語は所望の特徴を備えた薄いフィルム材料をしばしば言い、ここで使用するように、「サスセプター」という用語はこの意味をも含む。図 3 に示すように、マイクロ波吸収材料は普通、所望の熱伝達を最も効率的にするために、サンプル 1 2 に近接するか又はこれと直接接触する。

40

【 0 0 3 0 】

本発明の温度測定及び制御と組み合わせた場合、サスセプターの使用はマイクロ波技術を十分に利用する装置及び方法を提供し、通常マイクロ波放射の適用に応答しないか又はマイクロ波放射の適用下で劣化する材料の温度制御処理まで、マイクロ波の使用を拡張する。

【 0 0 3 1 】

図 1 は装置 1 0 の典型的な商業的バージョンの外観を示し、割れても砕けないガラスと金属スクリーンとの組み合わせにより通常構成される観察領域 3 2 と、空洞 1 1 への容易な接近を提供し、点線 3 3 で示すドアと、装置への適当な始動又は作動指示を提供する制

50

御パネル 3 4 と、操作者に情報を提供するために、典型的には発光ダイオード (L E D s) 又は液晶ディスプレイ (L C D s) を組み込んだディスプレイ 3 5 とを示す。装置 1 0 はまた、所望又は必要な場合に、デジタル形のその出力を提供する。例えばドルフ著の前段部門 V I I I 「デジタル装置」 (Digital Devices)。

【 0 0 3 2 】

別の面においては、本発明は、加熱されたときに燃焼する傾向を有するサンプルにとって特に適する、サンプルの湿気含有量を測定するための方法である。この面においては、本発明は、サンプルを連続的に重量測定している間に、サンプルから湿気を追い出すために、湿気を含むサンプルに対して所定のパワーレベルでマイクロ波放射を適用する工程を有する。所定のパワーレベルは、燃焼を阻止し、好ましくはサンプルの重量及び重量変化の双方からなるサンプルの連続重量測定を期待できるのに十分なほど小さい。本発明の方法に関して説明したように、マイクロ波パワーは典型的には(ただし、これに限定されない)、源内でマイクロ波を発生させ、源から導波路を介してマイクロ波を伝播し、その後、サンプルを配置した空洞内へマイクロ波を送り出すことにより、適用される。もちろん、当業者なら、マイクロ波の使用及び送り出しは、典型的には空間及び幾何学形状を考慮するものであり、マイクロ波がサンプルへ別の方法で適当に導入される場合は、必ずしも必要ではないことを理解できよう。

10

【 0 0 3 3 】

方法は更に、マイクロ波の適用中に、サンプル又はサンプルに接触するいかなる物とも接触せずに、連続重量測定されているサンプルの温度を監視する工程を含む。最も好ましい実施の形態においては、サンプル温度を監視する工程は加熱されたサンプルにより発せられる赤外放射を監視する工程を有する。これが、接触無しにサンプルの正確な温度を得る好ましい方法を提供するからである。

20

【 0 0 3 4 】

それ以下ではサンプルが燃焼しない所定の設定点温度で又はそれ以下にサンプルの温度を維持するために、監視された温度に基づき、サンプルに適用されるマイクロ波パワーが制御される。源により発生されるマイクロ波パワーを制御するか又は源とサンプルとの間でのマイクロ波の通過を制御するカテゴリーに実質上含まれるいくつかの異なる技術を使用して、マイクロ波パワーを制御できる。上述のように、1999年4月20日に出願された本出願人に係る継続中の国際出願 P C T / U S 9 9 / 0 8 7 2 9 号明細書は源でパワーを制御する方法を開示しており、一方、本出願人に係る米国特許第 5 , 7 9 6 , 0 8 0 号明細書は源とサンプルとの間でのマイクロ波の通過を制御する装置及び技術を開示している。

30

【 0 0 3 5 】

幾分異なる態様においては、方法は、サンプルを連続的に重量測定している間に、サンプルから湿気を追い出すために、燃焼の阻止を十分期待できる小さい所定のパワーレベルで、湿気を含むサンプルに対してマイクロ波放射を適用する工程と、マイクロ波パワーの適用中に、サンプル又はサンプルに接触するいかなる物とも接触せずに、連続的に重量測定されているサンプル及びその周辺により発せられる赤外放射を監視する工程と、発せられた赤外放射の値を温度測定値に変換する工程と、湿気が連続的に重量測定されているサンプルを離れるときに、それ以下ではサンプルが燃焼しない所定の設定点温度で又はそれ以下にサンプルの温度を維持するために、測定された温度に基づき、サンプルに適用されるマイクロ波パワーを制御する工程と、サンプルの重量損失がサンプルの乾燥を示したときに、マイクロ波パワーの適用を終了させる工程とを有する。本発明の装置に関して上述したように、乾燥技術の終了点を決定し、本発明の方法に関連して適当に使用できる多数の適当な技術がある。

40

【 0 0 3 6 】

好ましい実施の形態においては、方法は、赤外フォトセンサを使用してサンプルの温度を測定する工程と、初期の温度、及び、乾燥プロセスが進行するときのサンプルの連続温度の双方を測定する工程とを有する。方法は更に、初期の重量を測定し、次いで、サンプル

50

ルを燃焼させずにサンプルを加熱する所定のパワーレベルでサンプルにマイクロ波エネルギーを適用しながら、分析計りを使用してサンプルの重量及び重量変化を連続的に測定する工程を含む。サンプルが乾燥する際に分析計りを用いてサンプルの重量及び重量変化を測定し続けながら、サンプルが燃焼する温度以下にサンプルの温度を維持するような方法で、赤外フォトセンサにより測定された温度に応じて、マイクロ波エネルギーが制御される（普通は、減少だが、増大も可能である）。測定された重量又は重量変化がサンプルの乾燥を示した時に、サンプルへのマイクロ波パワーの適用が終了する。

【 0 0 3 7 】

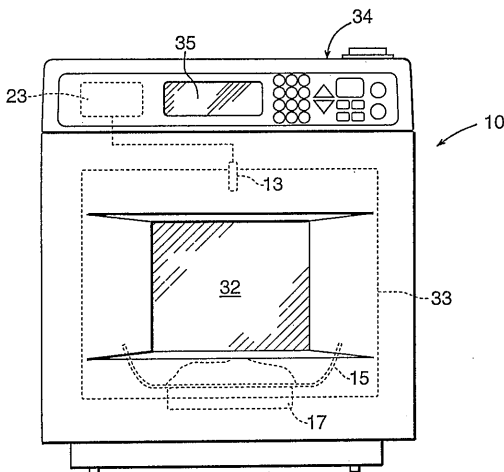
本発明の装置態様に関して説明したように、方法は更に、乾燥プロセスを向上させるか又は他の方法で技術を制御するために、乾燥しているサンプルにより発生された揮発物を除去する工程を含むことができる。

10

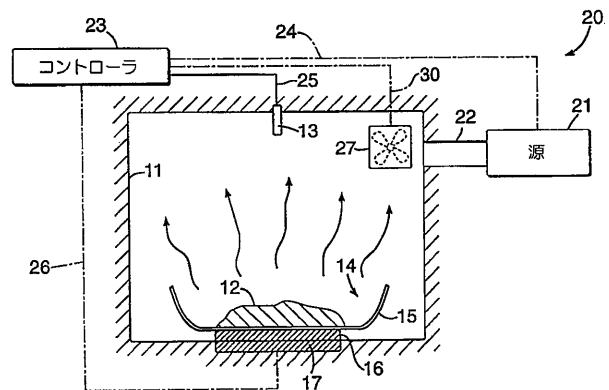
【 0 0 3 8 】

図面及び明細書において、本発明の典型的な実施の形態を開示し、特定の用語を使用した。これらは一般的で記述的な意味のみで使用したものであり、限定を意図するものではなく、本発明の要旨は特許請求の範囲に規定される。

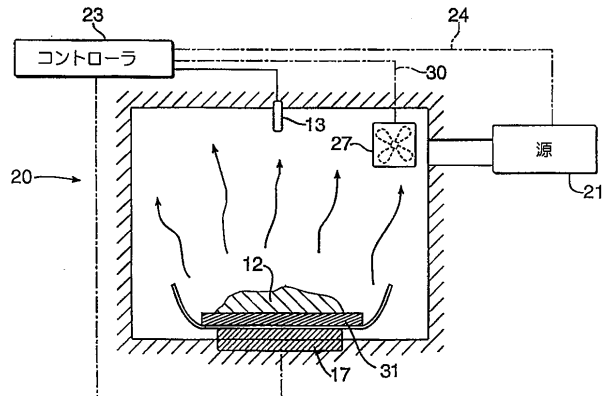
【 図 1 】



【 図 2 】



【 図 3 】



【手続補正書】

【提出日】平成22年9月7日(2010.9.7)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

サンプル温度を監視又は制御しながらサンプルの揮発性物質含有量を決定する装置において、

決定すべき揮発性物質を含むサンプルを配置することのできる空洞と；

サンプルに接触せずに、上記空洞内に配置されたサンプルにより発せられる赤外放射を測定するように測定可能に位置決めされた赤外温度センサと；

サンプルが上記空洞内にある間にサンプルの重量を測定するための分析計りと；

上記空洞内へ赤外周波数とは実質上異なる周波数を有するマイクロ波を導入するためのパワー源と；

上記温度センサ及び上記パワー源に接続された処理ユニットであって、上記分析計り上のサンプルの重量変化に基づき、上記処理ユニットがサンプルの揮発性物質含有量を決定するのに十分なほど、当該源からのマイクロ波がサンプルを乾燥させるまで、サンプル温度を制御するために、当該温度センサにより測定された赤外周波数に応答して上記空洞へのマイクロ波エネルギーの上記周波数の導入を制御する処理ユニットと；

を有することを特徴とする装置。

【請求項 2】

上記温度センサが、上記空洞又は周囲環境の温度ではなく、サンプルの温度を測定する赤外フォトセンサであることを特徴とする請求項 1 に記載の揮発性物質含有量決定装置。

【請求項 3】

上記処理ユニットが上記分析計りに接続され、サンプルの測定された重量に応じてサンプルへのマイクロ波エネルギーの導入を制御することを特徴とする請求項 1 に記載の揮発性物質含有量決定装置。

【請求項 4】

サンプルが上記空洞内で加熱されているときに当該空洞から揮発物を除去するための排出ファンを更に有することを特徴とする請求項 3 に記載の揮発性物質含有量決定装置。

【請求項 5】

上記排出ファンが可変速度排出ファンであり；

上記処理ユニットが上記ファンに接続され、上記赤外温度センサ及び上記分析計りに応答して当該ファンの速度を制御することを特徴とする請求項 4 に記載の揮発性物質含有量決定装置。

【請求項 6】

上記パワー源がマイクロ波を発生させるための磁電管、クライストロン及びソリッドステート装置を含むグループから選択されることを特徴とする請求項 1 に記載の揮発性物質含有量決定装置。

【請求項 7】

上記源から上記空洞へマイクロ波を導くための導波路を有することを特徴とする請求項 1 に記載の揮発性物質含有量決定装置。

【請求項 8】

上記空洞内に位置し、マイクロ波を吸収して、吸収されたマイクロ波を、サンプルを加熱する熱エネルギーに変換するマイクロ波吸収材料（31）を更に有することを特徴とする請求項 1 に記載の揮発性物質含有量決定装置。

【請求項 9】

上記マイクロ波吸収材料がサンプルと熱伝導接触するように位置決めされることを特徴とする請求項 8 に記載の揮発性物質含有量決定装置。

【請求項 10】

上記マイクロ波吸収材料がサスセプターを有することを特徴とする請求項 8 に記載の揮発性物質含有量決定装置。

【請求項 11】

サンプル温度を制御しながらサンプルの揮発性物質含有量を決定する装置であって、
サンプルを保持する空洞と；

赤外周波数とは実質上異なる周波数を有するマイクロ波エネルギーを発生させるマグネトロンと；

上記マグネトロンから上記空洞へマイクロ波エネルギーを導く導波路と；

上記空洞内に配置されたサンプルにより発せられる赤外放射を測定するように位置決めされた赤外フォトセンサと；

上記空洞内に配置されるサンプルの重量を測定するための分析計りと；

マイクロ波を吸収して吸収したマイクロ波を熱エネルギーに変換するための、上記空洞内のサスセプターと；

上記空洞内から揮発性物質を除去するための可変速度排出ファンと；

上記マグネトロン、上記赤外フォトセンサ、上記分析計り、および上記可変速度排出ファンに接続された処理ユニットと；を有し、上記処理ユニットは、上記処理ユニットが上記分析計り上のサンプルの重量変化に基づいてサンプルの揮発性物質含有量を決定するのに十分な程度に、上記マグネトロンからのマイクロ波がサンプルを乾燥させるまで、上記赤外フォトセンサにより測定された赤外周波数に応答して上記空洞内へのマイクロ波の周波数の導入を制御し、また、上記分析計り、および上記可変速度排出ファンを制御して、サンプルが燃焼する温度に到達するのを防止する、装置。

【請求項 12】

サンプル温度を制御しながらサンプルの揮発性物質含有量を決定する方法において、

赤外フォトセンサを使用して、サンプルにより発せられる赤外放射を測定する工程と；

分析計りを使用してサンプルの重量を測定する工程と；

サンプルを燃焼させることなくサンプルを加熱する所定のパワーレベルでサンプルに赤外周波数とは実質上異なる周波数を有するマイクロ波エネルギーを適用する工程と；

サンプルが乾燥する際に上記分析計りによりサンプルの重量の測定を続行しながら、サンプルが燃焼する温度以下にサンプルの温度を維持するような方法で、上記赤外フォトセンサにより測定された赤外放射に応じて、サンプルに適用されるマイクロ波エネルギーを制御する工程と；

サンプルの揮発性物質含有量を計算するために、十分な揮発物がサンプルから駆逐されてしまったときに、サンプルへのマイクロ波パワーの適用を終了させる工程と；

を有することを特徴とする方法。

【請求項 13】

サンプルへマイクロ波エネルギーを適用する前に、サンプルの初期の重量を測定する工程を更に有することを特徴とする請求項 12 に記載の揮発性物質含有量決定方法。

【請求項 14】

サンプルへマイクロ波エネルギーを適用する前に、サンプルの初期の温度を測定する工程を更に有することを特徴とする請求項 12 に記載の揮発性物質含有量決定方法。

【請求項 15】

上記サンプルの重量を測定する工程は、マイクロ波エネルギーがサンプルに適用されているときに、サンプルの重量を連続的に測定する工程を備えることを特徴とする請求項 12 に記載の揮発性物質含有量決定方法。

【請求項 16】

上記サンプルの温度を測定する工程は、マイクロ波エネルギーがサンプルに適用されているときに、サンプルの温度を連続的に測定する工程を備えることを特徴とする請求項 12

に記載の揮発性物質含有量決定方法。

【請求項 17】

サンプルの乾燥により生じる揮発性物質を除去する工程を更に有することを特徴とする請求項 12 に記載の揮発性物質含有量決定方法。

【請求項 18】

サンプルにマイクロ波放射を適用する上記工程が、
源内にマイクロ波を発生させる工程と；
導波路を通して上記源からマイクロ波を伝播する工程と；
サンプルを配置した空洞内へマイクロ波を送り出す工程と；
を有することを特徴とする請求項 12 に記載の揮発性物質含有量決定方法。

【請求項 19】

マイクロ波エネルギーを制御する上記工程が、上記源により生じるマイクロ波パワーを制御する工程を有することを特徴とする請求項 18 に記載の揮発性物質含有量決定方法。

【請求項 20】

マイクロ波エネルギーを制御する上記工程が、上記源とサンプルを配置した空洞との間でのマイクロ波の通過を制御する工程を有することを特徴とする請求項 18 に記載の揮発性物質含有量決定方法。

【請求項 21】

マイクロ波パワーの適用を終了させる上記工程は、測定された重量がサンプルの乾燥を示したときに、サンプルへのマイクロ波パワーの適用を終了させる工程を有することを特徴とする請求項 12 に記載の揮発性物質含有量決定方法。

【請求項 22】

加熱すると燃焼する傾向を有するサンプルに特に好適な、サンプルの湿気含有量を決定する方法において、上記方法は、
湿気含有サンプルから湿気を駆逐するために、所定のパワーレベルで赤外周波数とは実質上異なる周波数を有するマイクロ波放射を湿気含有サンプルに適用する工程と；
マイクロ波パワーの適用中にサンプルの重量を監視する工程と；
マイクロ波のパワーの適用中に、サンプルおよびサンプルに接触しているいかなるものとも接触せずにサンプルから発される赤外放射を監視する工程と、
サンプルにおける重量変化がサンプルの湿気含有量を計算するのに十分な程度になるまで、所定の設定値温度にまたはそれ以下にサンプルの温度を維持するために、監視される赤外放射に基づいてサンプルに適用されるマイクロ波パワーを制御する工程と；を有し、上記所定の設定値温度は、それ以下の温度ではサンプルが燃焼しない温度である、ことを特徴とする方法。

【請求項 23】

マイクロ波パワーを適用中にサンプルの重量を監視する上記工程は、マイクロ波の適用中にサンプルの重量を連続的に監視する工程を有することを特徴とする請求項 22 に記載の湿気含有量決定方法。

【請求項 24】

マイクロ波パワーを適用中にサンプルの温度を監視する上記工程は、マイクロ波の適用中にサンプルの温度を連続的に監視する工程を有することを特徴とする請求項 22 に記載の湿気含有量決定方法。

【請求項 25】

サンプルが所定の温度に到達したときに、マイクロ波パワーのサンプルへの適用を終了させる工程を有する請求項 22 に記載の湿気含有量決定方法。

【請求項 26】

サンプルの温度を監視する上記工程は、加熱されているサンプルから発せられる赤外放射を監視する工程を有することを特徴とする請求項 22 に記載の湿気含有量決定方法。

【請求項 27】

サンプルの乾燥により発生する揮発性物質を除去する工程をさらに有することを特徴と

する請求項 22 に記載の湿気含有量決定方法。

【請求項 28】

サンプルにマイクロ波放射を適用する上記工程は、
源内にマイクロ波を発生させる工程と；
導波路を通して上記源からマイクロ波を伝播する工程と；
サンプルを配置した空洞内へマイクロ波を送り出す工程と；

を有することを特徴とする請求項 22 に記載の湿気含有量決定方法。

【請求項 29】

マイクロ波エネルギーを制御する上記工程が、上記源により生じるマイクロ波パワーを制御する工程を有することを特徴とする請求項 28 に記載の湿気含有量決定方法。

【請求項 30】

マイクロ波エネルギーを制御する上記工程が、上記源とサンプルを配置した空洞との間でのマイクロ波の通過を制御する工程を有することを特徴とする請求項 28 に記載の湿気含有量決定方法。

【請求項 31】

加熱すると燃焼する傾向を有するサンプルに特に好適な、サンプルの湿気含有量を決定する方法において、上記方法は、

連続してサンプルの重量を測定しながら、水分含有サンプルから湿気を駆逐するために、所定のパワーレベルで赤外周波数とは実質上異なる周波数を有するマイクロ波放射を湿気含有サンプルに適用する工程と；

マイクロ波のパワーの適用中に、サンプルおよびサンプルに接触しているいかなるものとも接触せずに、連続的に重量が測定されるサンプルおよびその周囲から発される赤外放射を監視する工程と；

発された赤外放射の値を温度測定値に変換する工程と；

サンプルの温度を所定の設定値温度におよびそれ以下に維持するために、連続的に重量が測定されるサンプルから湿気が除去されるときに、監視される赤外放射および変換された温度に基づいて、サンプルに適用されるマイクロ波パワーを制御する工程と；を有し、所定の設定値温度は、それ以下の温度ではサンプルが燃焼しない温度であり、上記方法はさらに、サンプルの重量損失がサンプルの湿気含有量を計算するのに十分な程度になるときにマイクロ波エネルギーの適用を終了させる工程を有する；

ことを特徴とする湿気含有量決定方法。

【請求項 32】

連続的に重量が測定されるサンプルおよびその周囲から発される赤外放射を監視する上記工程は、連続的に重量が測定されるサンプルおよびその周囲から発される赤外放射を連続的に監視する工程を含むことを特徴とする請求項 31 に記載の湿気含有量決定方法。

【請求項 33】

乾燥するサンプルから発生する揮発性物質を除去する工程をさらに含むことを特徴とする請求項 31 に記載の湿気含有量決定方法。

【請求項 34】

サンプルにマイクロ波放射を適用する上記工程は、
源内にマイクロ波を発生させる工程と；
導波路を通して上記源からマイクロ波を伝播する工程と；
サンプルを配置した空洞内へマイクロ波を送り出す工程と；

を有することを特徴とする請求項 31 に記載の湿気含有量決定方法。

【請求項 35】

マイクロ波エネルギーを制御する上記工程が、上記源により生じるマイクロ波パワーを制御する工程を有することを特徴とする請求項 34 に記載の湿気含有量決定方法。

【請求項 36】

マイクロ波エネルギーを制御する上記工程が、上記源とサンプルを配置した空洞との間でのマイクロ波の通過を制御する工程を有することを特徴とする請求項 34 に記載の湿気含

有量決定方法。

【請求項 37】

所定のパワーレベルでマイクロ波放射を適用する上記工程は、所定のパワーレベルでマイクロ波放射をサンプルおよびサスセプターに適用する工程を有することを特徴とする請求項 31 に記載の湿気含有量決定方法。

【請求項 38】

赤外放射を監視する上記工程は、マイクロ波パワーの適用中に、サンプルまたはサスセプターに接触せずに、サンプルおよびサスセプターから発される赤外放射を監視する工程を有することを特徴とする請求項 37 に記載の湿気含有量決定方法。

フロントページの続き

(74)代理人 100096013

弁理士 富田 博行

(74)代理人 100146710

弁理士 鐘ヶ江 幸男

(72)発明者 コリンズ, マイケル・ジェイ

アメリカ合衆国ノース・カロライナ州 2 8 2 7 7, シャーロット, トーマス・ペイン・ロード 1
0 2 2 5

(72)発明者 ジェニングス, ウィリアム・エドワード

アメリカ合衆国ノース・カロライナ州 2 8 1 7 4, ウィンゲート, オリーヴ・ブランチ・ロード
5 7 2 2