

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4530477号
(P4530477)

(45) 発行日 平成22年8月25日 (2010. 8. 25)

(24) 登録日 平成22年6月18日 (2010. 6. 18)

(51) Int. Cl.		F I	
GO 1 N	1/06	(2006. 01)	GO 1 N 1/06 Z
GO 1 L	5/00	(2006. 01)	GO 1 L 5/00 Z
GO 1 N	1/28	(2006. 01)	GO 1 N 1/28 G

請求項の数 7 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2000-143083 (P2000-143083)	(73) 特許権者	503043481
(22) 出願日	平成12年5月16日 (2000. 5. 16)		株式会社池上精機
(65) 公開番号	特開2001-324423 (P2001-324423A)		神奈川県横浜市港北区新羽町2095
(43) 公開日	平成13年11月22日 (2001. 11. 22)	(73) 特許権者	397002614
審査請求日	平成19年3月30日 (2007. 3. 30)		朝倉 健太郎
			東京都練馬区西大泉5-21-7
		(74) 代理人	100082669
			弁理士 福田 賢三
		(74) 代理人	100095337
			弁理士 福田 伸一
		(74) 代理人	100061642
			弁理士 福田 武通
		(74) 代理人	100095061
			弁理士 加藤 恭介

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ミクロトーム用応力測定装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

生体材料、工業材料、およびこれらの積層体の力学強度、密着性強度、表面性状等評価するための試料にかかる応力を測定するミクロトーム用応力測定装置において、
 前記試料を所定位置に取り付けるとともに、上下方向に移動可能な取付基台と、
 前記取付基台に取り付けできる取付部材と、
 前記取付部材上に固定されたホルダーと、
 前記ホルダーに取り付けられている高感度力変換器と、
 前記取付部材に取り付けられ、試料にかかる応力を前記高感度力変換器に伝達する
挺構造の L 字型応力伝達部材と、
 前記挺構造の L 字型応力伝達部材の一端に設けられた試料を押さえる試料押さえと、
 前記上下動する試料に当接する際の力生成部と、
 を備えていることを特徴とするミクロトーム用応力測定装置。

【請求項 2】

前記挺構造の L 字型応力伝達部材は、試料にかかる応力がその下部に設けられた応力調整ネジによって調整されている応力調整部材を介して前記高感度力変換器にかかることを特徴とする請求項 1 記載のミクロトーム用応力測定装置。

【請求項 3】

前記挺構造の L 字型応力伝達部材は、垂直部の内側と前記高感度力変換器を保持するホルダーとの間、および前記垂直部と反対側の端部と前記取付部材との間に微細な間隙を有

することを特徴とする請求項 2 に記載のマイクロトーム用応力測定装置。

【請求項 4】

前記挺構造の L 字型応力伝達部材は、前記取付部材と少なくとも一つのネジによって横振れが防止されていることを特徴とする請求項 2 に記載のマイクロトーム用応力測定装置。

【請求項 5】

前記力生成部は、試料を切削するナイフであることを特徴とする請求項 1 から請求項 4 のいずれか 1 項に記載のマイクロトーム用応力測定装置。

【請求項 6】

試料に当接する際に発生する応力の時間的変化を検知する移動量検知手段と、

試料にかかる応力を測定する高感度力変換器と、前記移動量検知手段と高感度力変換器とによって得られた信号を A / D 変換する A / D 変換手段と、

前記 A / D 変換手段によって得られたデジタル信号を記憶する第 1 記憶手段と、

予め設定された試料の厚さ情報および試料にかかる応力情報とが記憶されている第 2 記憶手段と、

前記第 1 記憶手段における情報と第 2 記憶手段に記憶された情報とを比較する比較手段と、

前記比較手段の比較判定結果を表示または報知する出力手段と、

から構成されているマイクロトームにおける試料判定装置を備えていることを特徴とする請求項 1 から請求項 5 のいずれか 1 項に記載のマイクロトーム用応力測定装置。

【請求項 7】

前記試料を切削する際の応力情報は、パターン情報として記憶されており、前記測定されてデジタル化された応力情報をパターン情報化して、パターン認識により比較するマイクロトームにおける試料判定装置を備えていることを特徴とする請求項 6 に記載のマイクロトーム用応力測定装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、生体に埋め込む材料と筋肉組織との密着性評価、生体組織 / 異種物質との界面密着性評価を行うための試料を作製するマイクロトーム用応力測定装置に関するものである。本発明は、たとえば、前記マイクロトームによって切削された薄切片の評価を行うことができるマイクロトームにおける試料判定装置に関するものである。また、本発明は、前記マイクロトームによって切削された薄切片、あるいは応力が加えられた薄切片を正しく評価できるようにするマイクロトームにおける応力較正方法に関するものである。

【0002】

本発明は、工業材料、たとえば、カラーフィルム写真、液晶、ポリマー、フェノール樹脂、ナイロン（商標）、ポリエチレン、プラスチックレンズ、塗膜、乳剤、アルミ箔、アルマイト箔、金箔、金属多層膜、メッキ箔、細線、超微粒子、触媒、蛍光体、コピー用トナー、炭素繊維、磁気テープ、フロッピーディスク、光ディスク、プリペイドカード、人工腎臓、中空糸、骨、歯、毛髪、印刷用紙、ゴム製ガasket、感光材料等、およびこれ等の積層体の力学強度、密着性強度等を評価するためのマイクロトーム用応力測定装置に関するものである。また、上記材料の各種評価を行うためのマイクロトームにおける試料判定装置に関するものである。また、本発明は、前記マイクロトームによって切削された薄切片、あるいは応力が加えられた薄切片を正しく評価できるようにするマイクロトームにおける応力較正方法に関するものである。

【0003】

本明細書において、マイクロトームによって切削される前の状態のものを単に「試料」と記載し、前記「試料」を切削したものを「薄切片」と記載し、電子顕微鏡で前記界面密着性評価を行う際のものを「密着性評価試料」と記載する。

【0004】

【従来の技術】

従来、生体組織等の評価は、前記生体組織を摘出して決められた手法により樹脂部材で固めたものをミクロトームによって切削して薄切片とし、この薄切片を金属製の網からなるグリッド表面に載置した試料を電子顕微鏡等により観察することにより行われていた。前記ミクロトームは、試料を固定した部分が上下に移動し、固定されたナイフによって薄切片として切削される。また、試料を固定した部分は、所定位置に調整するための動き、および上下動できるようになっている。そして、オペレータは、顕微鏡によって試料を覗き込みながら、位置関係を設定した後、自動的または手動により試料を切削する。

【 0 0 0 5 】

特に、生体組織と異種物質、たとえば、ステンレス鋼、コバルト - クロム合金、純チタンおよびチタン合金、ナイロン（商標名）やポリエステル等のプラスチック部材、天然コラーゲンと合成高分子の複合体、アパタイト（商標名）との界面密着性を評価する必要がある。前記材料は、たとえば、3 mm × 2 mm × 0.5 mmの板状で、その表面に刻みを付けて、家兎または犬の大腿部筋肉組織または大臀筋中に埋め込まれる。前記材料は、埋め込まれて4週間後、12週間後、あるいは24週間後に家兎または犬から摘出される。

10

【 0 0 0 6 】

前記摘出された摘出材料は、材料と組織との界面密着性を評価するために、予め決められた方法で樹脂によって固められる。前記樹脂によって固められた摘出材料は、試料として、ミクロトームによって薄切片として切削され、電子顕微鏡によって観察し易いように金属製の網からなるグリッドの表面に載置される。

20

【 0 0 0 7 】

前記工業材料の場合、同様に、材料の断面、および積層体の界面状態が判るように切削された試料を観察することによって、力学強度を評価することができる。工業材料、たとえば、金 - アルミニウム - 銅をポリエステル基板上に接着した場合の剥離強度、各材料間の界面強度等を評価する必要がある。

【 0 0 0 8 】

前記切削された薄切片からなる試料は、力学適合性を評価するために、材料劣化試験、腐食疲労試験、耐摩耗性試験等を行う。前記材料劣化試験は、生体材料として用いられている金属材料あるいは金属イオンが長時間の使用で表面から溶出し、その機能が低下したり、あるいは長期間使用中でのインプラントの溶出挙動（耐食性）を電気化学的に評価する。

30

【 0 0 0 9 】

前記腐食疲労試験は、人工骨・人工関節に使用されるインプラントが腐食と共に、繰り返し応力が作用するため、長期間の使用中に疲労破壊する「生体内環境」を再現した条件で評価する。

【 0 0 1 0 】

生体材料は、接近している骨などの身体組織との間で摩擦が生じる。複数の材料で構成されたデバイスであれば、材料間での摩擦摩耗が生じる。耐摩耗性試験（摩擦摩耗）は、前記生体材料およびデバイスを切削した薄切片からなる試料を用いて評価を行う。

【 0 0 1 1 】

生体適合性は、細胞適合性評価と組織適合性とがあり、生体材料から溶出する金属イオンや摩耗粉の生体に対する適合性の細胞を用いて評価する。また、生体適合性は、生体材料の劣化と生体への影響の因果関係が細胞レベルで推定できれば、細胞による試験結果より、動物実験の結果、臨床結果の類推が可能となり、試験期間の短縮・試験結果の再現性の高さにつながる。

40

【 0 0 1 2 】

生体材料は、擬似体液中での微量物質分析を行う必要がある。生体材料は、長期間の使用で劣化、腐食し、微量物質の溶出が起こる。前記微量物質は、長期間の溶出により、人体へ影響するので、生体内環境液中の微量物質の定量法を確立する必要がある。

【 0 0 1 3 】

また、前記生体材料の生体適合性を評価する方法において、前記薄切片からなる試料は、

50

薄切片に切削される際の切削エネルギー、応力等の力学特性が知りたいという要望がある。この要望は、人工生体材料の力学特性、あるいは生体組織と埋設された異種物質との界面の密着性等を定量的に評価する必要があるからである。前記異種物質としては、骨と金属、あるいは筋肉と高分子材料等がある。

【0014】

Ellicson等は、測定用試料ホルダーに圧電センサーを取り付け、種々の材料（たとえば、ポリスチレン、ポリカーボネイト等）におけるせん断エネルギーの測定を行っているが、無定形高分子材料を硬化した状態のものを切削した際の切削力を求めているに過ぎない（M. L. Ellicson and H. Lindber: J. of Mater. Science, 31, (1996), 655-662 参照）。また、前記Ellicson等のせん断エネルギーの測定に使用したマイクロトームは、試料を試料押さえに挟み込むようにして切削している。

10

【0015】

図12はEllicson等のマイクロトーム用応力測定装置を説明するための図である。図12において、応力変換器用ホルダー101は、図示されていない、試料を切削位置に設定できるように、また、前記試料を切削するための上下方向に移動可能な基台に取り付けられている。前記応力変換器用ホルダー101は、試料ホルダー102と、応力変換器103とが取付ネジ105によって取り付けられている。試料ホルダー102は、試料押さえネジ104によって、上部試料押さえ102の間に試料Sを挟持する。

20

【0016】

前記基台から別れて固定されるように取り付けられているナイフ106は、試料ホルダー102に挟持されている試料Sの先端部が上下動することによって、薄切片108として切削できる。前記切削される際の応力は、試料ホルダー102を介して、応力変換器103に伝達される。また、前記切断された薄切片108は、前記ナイフ106に成形されている水溜め部（図示されていない）に溜められている水107の上面に浮かぶ。水面に浮かんだ薄切片108は、金属製の網からなるグリッドの表面に載置され、電子顕微鏡によって、観察し易い試料となる。

【0017】

【発明が解決しようとする課題】

前記Ellicson等のせん断エネルギーの測定方法は、試料Sが上下共薄く成形された試料ホルダー102と上部試料押さえ102によって挟持されているというマイクロトーム用応力測定装置の構造から見て、前記試料Sの挟持が容易であるが、切削の際の応力が応力変換器103に伝達されずに、前記試料ホルダー102と上部試料押さえ102とでエネルギーを吸収している。したがって、前記従来のマイクロトーム用応力測定装置は、試料Sを切断する際の応力が高感度力変換器に正確に伝達されないので、測定結果の信頼性が低いという欠点を有する。

30

【0018】

前記Ellicson等のせん断エネルギーの測定結果を検討すると、時間に対する応力波形が綺麗な矩形波になっていない。すなわち、前記応力波形は、試料の取付けが堅固に固定されていない、また、切削時の応力が正確に高感度力変換器に伝達されていないという二つの理由により、ノイズを多く含んだチャタリング波形となっている。また、前記測定方法は、マイクロトームを使用して試料を切削する際の応力を測定するだけであるため、前記切削された試料の場合、当該試料の品質を評価するための信頼性が乏しい。

40

【0019】

前記測定方法は、試料の切削応力を測定しているに過ぎず、試料を測定した結果、前記結果に基づいた品質情報を有する試料、試料の情報管理、あるいは正確な測定を行うための較正等を行うことが考慮されていない。

【0020】

本発明は、前記Ellicson等が開発したマイクロトームの欠点を解決するためのものであり、切削時の応力の微弱な変化であっても、その際のエネルギーが高感度力変換器に正

50

しく伝達するような構造、および較正が簡単にできる構造としたマイクローム用応力測定装置、およびマイクロームにおける試料判定装置を提供することを目的とする。また、本発明は、マイクロームによって切削された試料の情報が界面密着性評価に正しく反映できる、マイクロームにおける応力較正方法を提供することを目的とする。

【0021】

【課題を解決するための手段】

(第1発明)

第1発明のマイクローム用応力測定装置は、生体材料、工業材料、およびこれらの積層体の力学強度、密着性強度、表面性状等を評価するための試料にかかる応力を測定するためのものであり、前記試料を所定位置に取り付けるとともに、上下方向に移動可能な取付基台と、前記取付基台に取り付けできる取付部材と、前記取付部材上に固定されたホルダーと、前記ホルダーに取り付けられている高感度力変換器と、前記取付部材に取り付けられ、試料にかかる応力を前記高感度力変換器に伝達する桁構造のL字型応力伝達部材と、前記桁構造のL字型応力伝達部材の一端に設けられた試料を押さえる試料押さえと、前記上下動する試料に当接する際の力生成部とを備えていることを特徴とする。

10

【0022】

(第2発明)

第2発明のマイクローム用応力測定装置において、前記桁構造のL字型応力伝達部材は、試料にかかる応力がその下部に設けられた応力調整ネジによって調整されている応力調整部材を介して前記高感度力変換器にかかることを特徴とする。

20

【0023】

(第3発明)

第3発明のマイクローム用応力測定装置において、前記桁構造のL字型応力伝達部材は、垂直部の内側と前記高感度力変換器を保持するホルダーとの間、および前記垂直部と反対側の端部と前記取付部材との間に微細な間隙を有することを特徴とする。

【0024】

(第4発明)

第4発明の桁構造のL字型応力伝達部材は、前記取付部材と少なくとも一つのネジによって横振れが防止されていることを特徴とする。

【0025】

(第5発明)

第5発明のマイクローム用応力測定装置において、力生成部は、試料を切削するナイフであることを特徴とする。

30

【0026】

(第6発明)

第6発明のマイクローム用応力測定装置は、第1発明から第5発明において、試料に当接する際に発生する応力の時間的変化を検知する移動量検知手段と、試料にかかる応力を測定する高感度力変換器と、前記移動量検知手段と高感度力変換器とによって得られた信号をA/D変換するA/D変換手段と、前記A/D変換手段によって得られたデジタル信号を記憶する第1記憶手段と、予め設定された試料の厚さ情報および試料にかかる応力情報が記憶されている第2記憶手段と、前記第1記憶手段における情報と第2記憶手段に記憶された情報とを比較する比較手段と、前記比較手段の比較判定結果を表示または報知する出力手段とから構成されていることを特徴とする。

40

【0027】

(第7発明)

第7発明のマイクローム用応力測定装置において、試料を切削する際の応力情報は、パターン情報として記憶されており、前記測定されてデジタル化された応力情報をパターン情報化して、パターン認識により比較するマイクロームにおける試料判定装置を備えていることを特徴とする。

【0029】

50

【発明の実施の形態】

(第1発明)

第1発明は、生体に埋め込まれた生体材料、工業材料、あるいはこれらの材料からなる積層体を評価するための薄片試料を作製するため、試料を切削する際に、切削時における応力を正確に測定できるマイクローム用応力測定装置に関するものである。前記マイクロームに取り付けられた取付基台は、試料を切削位置に設定するための移動および切削のための上下方向へ移動できる構成からなる。前記取付基台には、取付部材がネジ等によって着脱自在に取り付けられている。

【0030】

前記取付基台と別に固定されている力生成部は、前記試料に対して力を与える。力生成部は、前記生体材料、工業材料、これらの材料からなる積層体の力学強度、密着性強度、あるいは表面性状を評価するためのものであり、鋭角、鈍角、凸凹状等各種のものがある。

【0031】

前記取付部材上には、高感度力変換器が取り付けられたホルダーが設けられている。また、前記取付部材には、試料にかかる応力を高感度力変換器に伝達する桁構造のL字型応力伝達部材が取り付けられている。そして、前記桁構造のL字型応力伝達部材には、試料を押さえる試料押さえが設けられている。

【0032】

前記桁構造のL字型応力伝達部材の垂直部分に設けられている試料押さえに取り付けられた試料は、前記取付基台の上下動により、固定された力生成部に当たる。この試料が力生成部に当たる際の応力は、桁構造のL字型応力伝達部材に伝達されると共に、高感度力変換器に伝達されることにより測定される。また、前記応力は、データとして蓄積されて、試料を切削する際、あるいは密着性評価試料の場合、不所望の力が加わって、不適性な試料であるか否かの判断ができる。

【0033】

前記桁構造のL字型応力伝達部材は、「桁（テコ）」の原理を利用して、試料にかかる応力が試料押さえで吸収されることがなく、高感度力変換器に正確に伝達される。また、前記桁構造のL字型応力伝達部材は、試料押さえネジが上下方向に移動して堅固に固定されるため、前記試料のかかる応力が上方に逃げて吸収されることがなく、高感度力変換器に正確に伝達される。

【0034】

前記応力は、力生成部に当たる瞬間を電圧という形で感知できる。また、前記応力を観察することにより、試料に振動があるか否かを感知することができる。前記のような感知は、試料が所望通りの表面性状となっているか否か、あるいは試料の品質をも評価することができる。また、前記応力による情報は、試料の表面性状や試料の切削枚数等の管理情報の基になる。

【0035】

(第2発明)

第2発明は、試料を切削する際の応力が桁構造のL字型応力伝達部材を介して高感度力変換器により正確に伝達させるためのものであり、応力調整部材や応力調整ネジ等の調整によって行うことができる。第2発明は、試料と高感度力変換器との間に応力調整部材や応力調整ネジがあるため、較正を行う際に較正曲線を直線に近づけることができる。

【0036】

(第3発明)

第3発明における桁構造のL字型応力伝達部材は、その垂直部の内側と前記高感度力変換器を保持するホルダーとの間に微細な間隙を有するように取付部材に取り付けられている。前記間隙は、試料を保持している試料押さえにかかる応力がL字型応力伝達部材の垂直部と高感度力変換器のホルダーによって吸収されずに高感度力変換器により正確に伝達できるようにするための構造である。

【0037】

第3発明におけるL字型応力伝達部材は、前記垂直部の反対側の端部と前記取付部材との間に微細な間隙を有するように取付部材に取り付けられている。前記間隙は、試料を保持している試料押さえにかかる応力がL字型応力伝達部材の垂直部と反対側の端部と前記取付部材とによって吸収されずに高感度力変換器により正確に伝達できるようにするための構造である。第3発明は、いずれか一方でも良く、両方であれば、より正確なデータを得ることができる。

【0038】

(第4発明)

第4発明における桁構造のL字型応力伝達部材は、前記取付部材と一つのネジによって横振れしないように取り付けられている。このような取り付けは、横振れ防止を目的としているため、複数のネジを使用するより、一本とした方が前記桁構造のL字型応力伝達部材を伝わる応力が吸収し難い。すなわち、前記構造は、前記桁構造のL字型応力伝達部材の垂直部における応力が高感度力変換器を支えている前記桁構造のL字型応力伝達部材の底部を介して高感度力変換器へ正確に伝達できるようにするためである。

10

【0039】

(第5発明)

第5発明における力生成部は、試料を切削するナイフである。前記ナイフは、固定されているため、試料が上下に移動することにより、薄片として切削される。前記ナイフと試料とが当接された際の応力は、L字型応力伝達部材を介して、高感度力変換器に伝達される。前記試料は、平板、幅の狭い試料、比較的広い幅の試料、あるいはカプセル型のよう

20

【0040】

(第6発明)

第6発明のマイクロトーム用応力測定装置は、マイクロトームによって切削された試料の善し悪しを判定するマイクロトームにおける試料判定装置を備えている。試料に当接する際に発生する応力の時間的変化を検知する移動量検知手段は、高感度力変換器によって電気信号として検知される。また、試料を切削または当接した際にかかる応力は、高感度力変換器によって電気信号として検知される。前記移動量検知手段および高感度力変換器によって検知された電気信号は、A/D変換手段によってアナログ信号からデジタル信号に変換される。

30

【0041】

また、前記A/D変換手段によって変換されたデジタル信号は、第1記憶手段に情報として記憶される。一方、第2記憶手段には、予め判っている試料の厚さ情報および試料にかかる応力が情報として記憶されている。比較手段は、前記第1の記憶手段における情報と第2の記憶手段における情報とを比較する。

【0042】

前記試料が切削される際に発生する厚さ情報および応力による情報と第1の記憶手段および第2の記憶手段に記憶されている情報とが前記比較手段によって比較された結果、両者の相違がある一定範囲内であると判断された場合、前記試料は、一定の品質にあると判断することができる。また、出力手段は、前記比較手段の比較結果をデータとして出力したり、あるいは良・不良として表示または報知することができる。また、前記出力手段は、情報処理装置と接続することにより、情報を処理することができる。

40

【0043】

(第7発明)

第7発明において、高感度力変換器によって得られる信号は、試料と力生成部あるいはナイフとの感知情報、試料を切削中の振動情報、試料の厚さ情報等がある。これらの情報は、試料を切削している間連続するものがあり、これを連続したパターン情報とすることができる。前記パターン情報は、予め判っているパターン情報と比較することにより、試料の状態がどのようなになっているかが判る。

【0044】

50

マイクロトーム用応力測定装置の応力較正方法は、たとえば、予め重さの判っている天秤の分銅を用いて行い、直線性を確認するための較正曲線を作成して、補正を行うことができる。マイクロトーム用応力測定装置において、試料を切削する際にかかる応力が高感度力変換器に伝達する部分を逆様に固定する。すなわち、取付基台に取り付けるための取付部材と、前記取付部材上に固定されたホルダーと、前記ホルダーによって取り付けられた高感度力変換器と、前記取付部材に取り付けられると共に試料にかかる応力を高感度力変換器に伝達するＬ字型応力伝達部材と、前記Ｌ字型応力伝達部材に設けられた試料を押さえる試料押さえとから構成される部分が逆様に固定される。

【００４５】

逆様になっている前記Ｌ字型応力伝達部材の下部で、試料押さえに相当する位置に予め重さが判っている分銅を載置する。そして、前記高感度力変換器の出力は、実際に重さが判っている分銅により、較正曲線を作成する。前記較正曲線は、コンピュータ等に予め記憶させておき、自動的に較正されたデータが出力されるようにすることができる。

【００４６】

【実施例】

図１は本発明の一実施例で、マイクロトーム用応力測定装置の断面図である。図２は図１に示されたマイクロトーム用応力測定装置の上面図である。図３は本発明の一実施例で、マイクロトーム用応力測定装置の試料押さえ方向から見た一部断面図である。図４は本発明の一実施例で、マイクロトーム用応力測定装置の試料押さえと反対側から見た一部断面図である。図５は本発明の一実施例で、図１と同じ方向から見た外観図である。

【００４７】

図１および図２に示す応力測定部１１は、生体に埋め込まれた生体材料、工業材料、あるいはこれら材料からなる積層体を評価するための薄片試料を作製するための試料Ｓを切削する際に、切削時における応力を正確に測定する部分である。前記応力測定部１１は、図示されていない取付基台と、応力伝達部材用ホルダー１２と、Ｌ字型応力伝達部材１４と、高感度力変換器２０とを主な構成要素としている。

【００４８】

前記マイクロトームに取り付けられた取付基台は、前記試料Ｓを所定位置に設定できるような移動、および前記試料Ｓを上下方向に移動して切削または力を与えることができるような構成になっている。前記取付基台には、応力伝達部材用ホルダー１２が取付ネジ１３によって着脱自在に取り付けられている。前記応力伝達部材用ホルダー１２は、Ｌ字型応力伝達部材１４が図５に示すネジ５１によって横振れしないように固定されている。前記Ｌ字型応力伝達部材１４は、ネジ５１によって横振れしないように固定されているため、試料Ｓにかかる応力を正確に高感度力変換器２０に伝達させることができる。前記Ｌ字型応力伝達部材１４は、垂直部１４に試料押さえネジ１５１が上下方向に移動できるようにして、前記試料Ｓを堅固に固定することができる。

【００４９】

前記試料押さえネジ１５１は、その下部に後述する試料押さえ板１５が設けられている。試料押さえ板１５と対向する位置には、後述する下部試料載置台１６が設けられている。前記試料押さえネジ１５１は、試料押さえネジ取付板１５２によって、Ｌ字型応力伝達部材１４の垂直部１４に取り付けられる。試料Ｓは、前記試料押さえ板１５を下げることによって、下部試料載置台１６との間に挟持される。

【００５０】

また、前記Ｌ字型応力伝達部材１４は、その下部中心部に応力調整部材１８を支持する支持部材１８１がある。前記応力調整部材１８は、支持部材１８１を介して、応力調整ネジ１９によって応力を調整できるようになっている。前記応力調整部材１８の上部には、変換器ホルダー１７によって支持されている高感度力変換器２０が設けられている。

【００５１】

前記Ｌ字型応力伝達部材１４は、試料押さえネジ１５１が挿入されている垂直部１４と、前記変換器ホルダー１７の側面とに、間隙１４１が設けられ、試料Ｓにかかる応力を高

10

20

30

40

50

感度力変換器 20 に正確に伝達させるような構造になっている。また、前記 L 字型応力伝達部材 14 の端部 14 と、前記応力伝達部材用ホルダー 12 との間には、間隙 121 が設けられている。これらの間隙 121、141 は、1 mm 以下のものであり、前記 L 字型応力伝達部材 14 が試料 S の応力を伝達し易くしている。前記応力は、データとして蓄積されて、試料 S を試料とする際に、不所望の力が加わって、不適性な試料であるか否かの判断ができる。

【0052】

前記 L 字型応力伝達部材 14 は、L 字型の梔となるため、試料 S にかかる応力が試料押さえ板 15、試料押さえネジ 151 等で吸収されることがなく、高感度力変換器 20 に伝達される。また、前記 L 字型応力伝達部材 14 は、その垂直部 14 において、試料押さえネジ 151 が前記試料 S を上方向から下方向に押さえるため、試料 S が切削または力が加えられた際の応力が上方に吸収されずに、高感度力変換器 20 に正確に伝達される。

10

【0053】

図 10 は本発明の実施例において、試料を切削した際の時間と応力を電圧で検出した状態を説明するための図である。図 10 において、横軸が時間 (Sec) で、縦軸が電圧 (V) であり、E p o k は、埋込樹脂で、その配合比、厚さ、切削断面積、切削速度が示されている。切削時に矩形波が非常に綺麗に出ているのが判る。このことは、試料の固定が堅固で、しかも切削時に応力が高感度力変換器 20 に正確に伝達されていることを示すものである。

【0054】

20

前記応力は、図 10 に示すように、切削時の応力が観察できるだけでなく、ナイフと試料 S とが接触した瞬間を電圧という形で感知できるため、情報処理装置による解析等が簡単にできる。また、前記応力による試料 S の観察は、ナイフによる切削時に応力による振動があるか否かを感知することができる。試料 S の切削時に、前記のような不所望な振動が感知された場合は、試料 S が所望の通りに切削されていないことが判るため、試料 S として使用することができない。

【0055】

L 字型応力伝達部材 14 は、試料 S を切削する際の応力を高感度力変換器 20 に正確に伝達させるためのものであり、応力調整部材 18 および支持部材 181 を介して応力調整ネジ 19 等の調整によって行う。前記 L 字型応力伝達部材 14 は、試料 S と高感度力変換器 20 との間に応力調整部材 18、支持部材 181、および応力調整ネジ 19 があるため、較正を行う際に較正曲線を直線に近づけることができる。

30

【0056】

図 6 (イ) は本発明の一実施例である試料押さえ板の正面図、(ロ) は試料押さえ板の挟持面を説明するための図、(ハ) は下部試料載置台を説明するための図である。試料 S の形状は、断面が板状のもの、円形、楕円形、方形のものがある。このような各種形状の試料 S に対応できるように、本実施例試料押さえ板 15 は、その下面が図 6 (ロ) に示すように、線状の凹凸部 153 が設けられている。

【0057】

一方の下部試料載置台 16 は、階段状 V 字型部材 161 を構成している。したがって、前記線状の凹凸部 153 と階段状 V 字型部材 161 との間には、平板型、断面円形、楕円形、方形、厚さの異なる試料 S であっても、堅固に固定することができる。

40

【0058】

図 7 は本発明の一実施例で、マイクロトームによって切削された試料を評価するための判定システムである。図 7 において、マイクロトームによって切削された試料 S を評価する判定システムは、マイクロトームにおける取付基台 (図示されていない) の試料 S に当接する際に発生する応力の時間的变化を電気信号として検知する移動量検知手段 71 と、前記試料 S を切削した際にかかる応力を検知する高感度力変換器 72 と、前記移動量検知手段 71 および高感度力変換器 72 によって検知された電気信号をアナログ信号からデジタル信号に変換する A / D 変換手段 73 と、前記 A / D 変換手段 73 によって変換されたデジタル

50

信号を記憶する第1記憶手段74と、予め判っている基準量を入力する基準量入力・取込手段75と、前記基準量入力・取込手段75によって入力された情報等をデータベースとして記憶する第2記憶手段76と、前記第1記憶手段74の試料Sの応力からなる情報と、第2記憶手段76に記憶されている予め判っている基準量とを比較する比較手段77と、前記比較手段77の比較結果を判定する判定手段78と、判定手段78の判定基準を入力する設定手段79と、前記判定手段78によって判定した結果を出力する出力手段80とから構成されている。

【0059】

前記試料Sが切削される際に発生する厚さ情報は、応力の時間的变化を電気信号として検知する前記移動量検知手段71によって検知し、図示されていないアナログ増幅器によって増幅された後、A/D変換手段73によってデジタル信号として、第1記憶手段74に一時格納される。また、前記試料Sの応力による情報は、高感度力変換器72によって検出された後、同様に第1記憶手段74に一時格納される。予め判っている基準量は、基準量入力・取込手段75から入力され、必要があれば、図示されていないA/D変換によりデジタル信号に変換した後、第2記憶手段76に一時記憶される。

【0060】

前記比較手段77は、第1記憶手段74のデータと第2記憶手段76のデータとを比較する。前記判定手段78は、前記比較手段77の比較結果が、ある一定範囲内であると判断した場合、前記試料Sを一定の品質にあると判断し、一定範囲外であると判断した場合、前記試料Sを不良品とすることができる。

【0061】

前記設定手段79は、前記判定手段78の評価基準を任意に設定できるようにする。前記出力手段80は、前記比較手段77の比較結果をデータとして出力したり、あるいは良・不良の判定結果をデータとして表示、あるいは出力することができる。また、前記出力手段80は、情報処理装置と接続することにより、情報を処理することができる。さらに、前記出力手段80の情報は、第2記憶手段76にフィードバックされて、データベースとして蓄積することができる。

【0062】

図7に示す判定システムは、試料Sとナイフとの感知情報、試料Sを切削中の振動情報、試料Sの厚さ情報等を検知することができる。これらの情報は、試料Sを切削している間連続するものであり、これを連続したパターン情報とすることができる。前記パターン情報は、前記図7と同様に、予め判っているパターン情報と比較することにより、試料Sの状態がどのようなになっているかが判る。

【0063】

図11は本発明のマイクローム用応力測定装置を較正するための較正曲線を示す図である。図11において、横軸が電圧(V)で、縦軸がかけられた荷重(N)である。次に、本発明におけるマイクロームの応力較正方法を説明する。図1に示す応力伝達部材用ホルダー12を逆様にし、変換器ホルダー17を固定する。前記L字型応力伝達部材14における前記試料押さえ板15の上部(逆様になっている状態で)には、予め重さが判っている分銅(図示されていない)が載置される。前記分銅の重さを順次変えていくことにより、図11に示すように、前記高感度力変換器20の出力と前記分銅の重さとによって較正曲線が作成される。前記較正曲線は、コンピュータ等に予め記憶させておき、自動的に較正されたデータが出力されるようにすることができる。図11に示された較正曲線は、略リニアになっていることが判る。

【0064】

図8は試料を切削する際の切削応力と切削時間の関係を説明するための図である。図8において、切削厚さを0.5μmと一定にした場合、切削速度を早くすると、切削応力が高く、切削時間が短いことが判る。また、同様に、切削速度を遅くすると、切削応力が小さく、切削時間が長くなる。

【0065】

図9は試料を切削する際の切削応力と切削厚さの関係を説明するための図である。図9において、切削応力は、切削厚さに略比例し、切削速度に対して影響が少ないことが判る。図8および図9の結果により、本発明のマイクロトーム用応力測定装置は、切削応力をデジタル信号として、管理を行うことにより、切削厚さも管理することができる。

【0066】

以上、本実施例を詳述したが、本発明は、前記実施例に限定されるものではない。そして、特許請求の範囲に記載された本発明を逸脱することがなければ、種々の設計変更を行なうことが可能である。たとえば、高感度力変換器は、公知または周知の力-電気変換を使用することができる。また、実施例は、本発明の技術思想を説明するためのものであり、構成要素取り付け手段等が省略されている。

10

【0067】

本発明の実施例は、主に試料の薄切片を切削する場合について、説明したが、試料に力を与えた際の応力を測定することによって、力学強度、界面密着性強度、表面性状等を評価することができる。また、本発明における「マイクロトーム」は、「ウルトラマイクロトーム」を含むことはいうまでもない。さらに、図7におけるブロックの内容は、公知または周知の技術手段によって達成される範囲のものである。また、パターン認識手段は、公知または周知の情報処理装置によって処理できるものである。

【0068】

【発明の効果】

本発明によれば、マイクロトームによって、試料を切削または加えられた力の応力に微弱な変化があっても、高感度力変換器に正しく伝達でき、切削または加えられた力により、試料の力学強度、界面密着性強度、表面性状等の評価を正しく反映できる。

20

【0069】

本発明によれば、高感度力変換器によって測定された結果と試料との情報管理や、正確な測定を行うための較正を行うことができる。

【0070】

本発明によれば、L字型応力伝達部材にマイクロトーム用応力測定装置の試料押さえを設けたため、L字型の梃を利用して、試料にかかる応力が試料押さえ部で吸収されることがなく、高感度力変換器に正確に伝達される。

【0071】

本発明によれば、前記高感度力変換器における測定データを管理することにより、試料が所望の通りに切削されているか否か、あるいは切削された際の状態を前記データから知ることにより、試料の品質をも評価することができる。また、前記応力による前記データは、試料の膜厚分布や試料の切削枚数等の管理情報にもなる。

30

【0072】

本発明によれば、前記L字型応力伝達部材にかかる応力が前記高感度力変換器に伝達されるような構造になっているため、正確なデータを得ることができる。

【0073】

本発明によれば、マイクロトーム用応力測定装置の試料押さえが、上下方向に可動な平板と、階段状V字型部材との間に試料を挟み込む構造になっているため、形状の異なる試料を堅固に固定することができる。

40

【0074】

本発明によれば、前記高感度力変換器における出力データは、正確であるため、情報処理装置と接続することにより、試料の管理を有効に行うことができる。

【0075】

本発明によれば、較正を簡単に行うことができるため、較正曲線をコンピュータ等に予め記憶させておき、自動的に較正されたデータが出力されるようにすることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例で、マイクロトーム用応力測定装置の断面図である。

【図2】図1に示されたマイクロトーム用応力測定装置の上面図である。

50

【図 3】本発明の一実施例で、ミクロトーム用応力測定装置の試料押さえ方向から見た一部断面図である。

【図 4】本発明の一実施例で、ミクロトーム用応力測定装置の試料押さえと反対側から見た一部断面図である。

【図 5】本発明の一実施例で、図 1 と同じ方向から見た外観図である。

【図 6】（イ）は本発明の一実施例である試料押さえ板の正面図、（ロ）は試料押さえ板の挟持面を説明するための図、（ハ）は下部試料載置台を説明するための図である。

【図 7】本発明の一実施例で、ミクロトームによって切削された試料を評価するための判定システムである。

【図 8】試料を切削する際の切削応力と切削時間の関係を説明するための図である。

10

【図 9】試料を切削する際の切削応力と切削厚さの関係を説明するための図である。

【図 10】本発明の実施例において、試料を切削した際の時間と応力を電圧で検出した状態を説明するための図である。

【図 11】本発明のミクロトーム用応力測定装置を較正するための較正曲線を示す図である。

【図 12】E l i c s o n 等のミクロトーム用応力測定装置を説明するための図である。

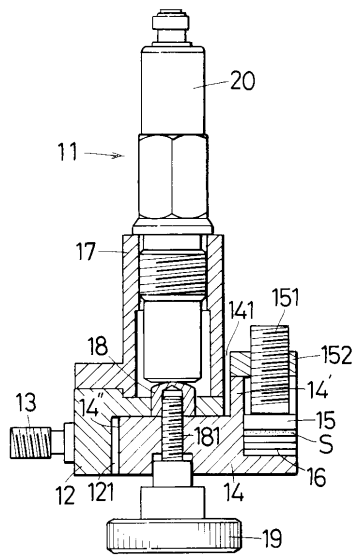
【符号の説明】

- 1 1 . . . 応力測定部
- 1 2 . . . 応力伝達部材用ホルダー
- 1 2 1 . . . 間隙
- 1 3 . . . 取付ネジ
- 1 4 . . . L 字型応力伝達部材
- 1 4 . . . 垂直部
- 1 4 . . . 端部
- 1 4 1 . . . 間隙
- 1 5 . . . 試料押さえ板
- 1 5 1 . . . 試料押さえネジ
- 1 5 2 . . . 試料押さえネジ取付板
- 1 5 3 . . . 凹凸部
- 1 6 . . . 下部試料載置台
- 1 6 1 . . . 階段状 V 字型部材
- 1 7 . . . 変換器ホルダー
- 1 8 . . . 応力調整部材
- 1 9 . . . 応力調整ネジ
- 2 0 . . . 高感度力変換器

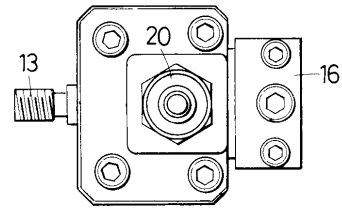
20

30

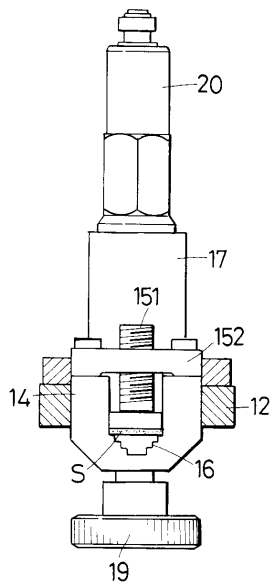
【図 1】



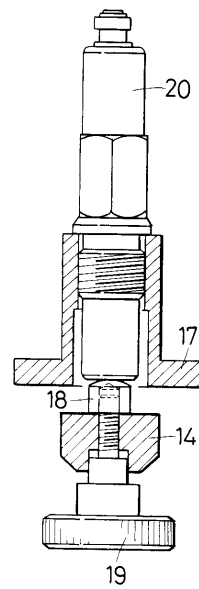
【図 2】



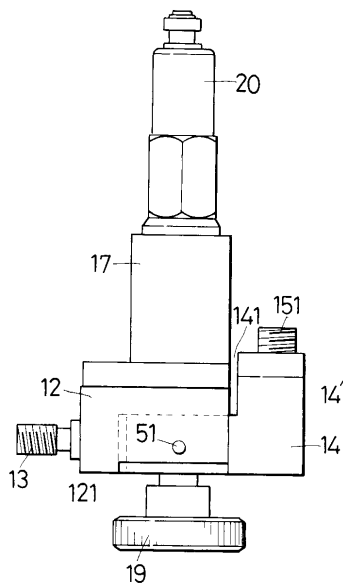
【図 3】



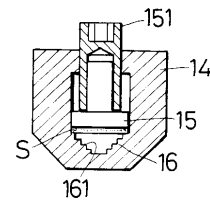
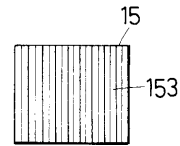
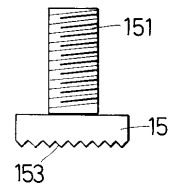
【図 4】



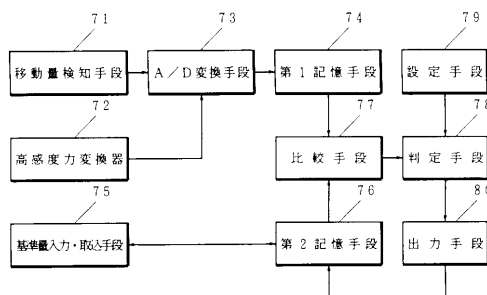
【 図 5 】



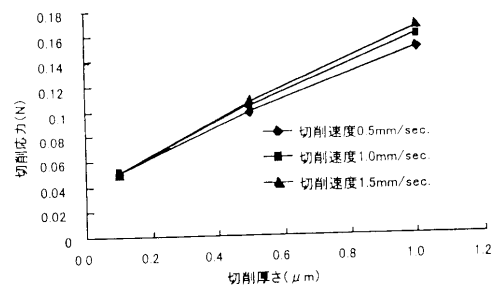
【 図 6 】



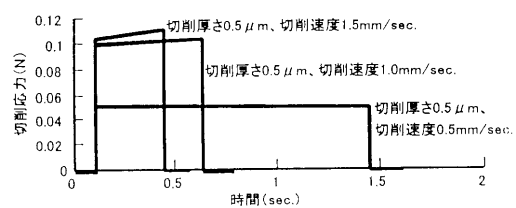
【圖 7】



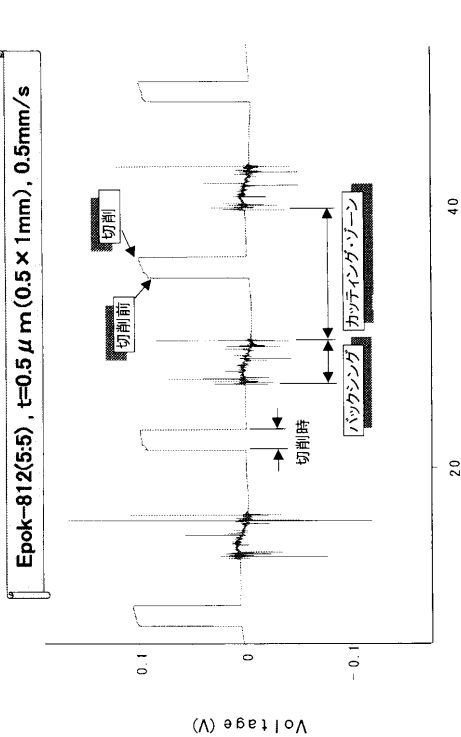
【 図 9 】



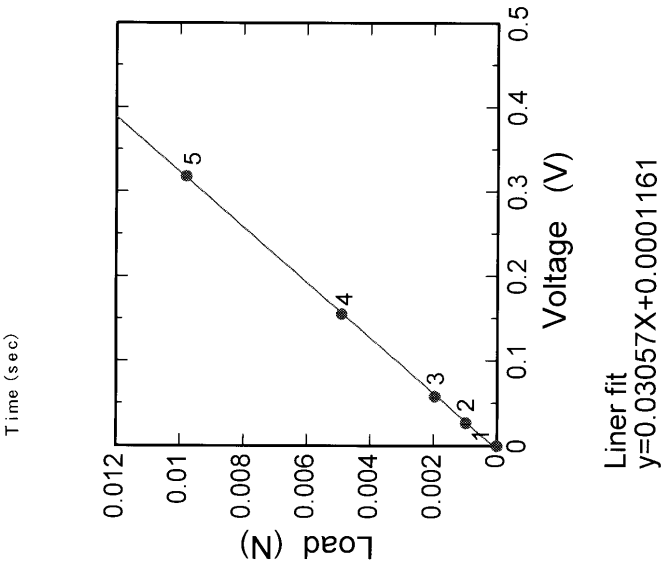
【 図 8 】



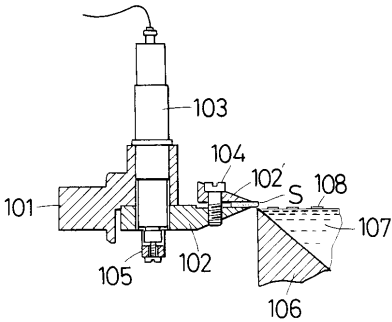
【図 1 0】



【図 1 1】



【図 1 2】



フロントページの続き

(72)発明者 朝倉 健太郎

東京都練馬区西大泉5丁目2番7号

(72)発明者 広畑 泰久

東京都中野区大和町3丁目2番15号

(72)発明者 山本 資次

東京都板橋区徳丸3丁目2番1号

審査官 高 見 重雄

(56)参考文献 特開平09-236522(JP,A)

特開平08-327470(JP,A)

特開昭57-149932(JP,A)

特開平05-057566(JP,A)

実開平04-018346(JP,U)

特開昭60-220846(JP,A)

実開昭60-037856(JP,U)

広畑泰久, 相原薫, 朝倉健太郎, 古荘貞男, 山本資次, 今坂統一, 片岡宣義, リニアモーター
ステージによるウルトラマイクロトームの開発(2), 日本電子顕微鏡学会学術講演会発表要旨集,
日本, 1996年, Vol.52nd, Page.147

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N 1/00-1/44

G01L 5/00