

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3933823号
(P3933823)

(45) 発行日 平成19年6月20日(2007.6.20)

(24) 登録日 平成19年3月30日(2007.3.30)

(51) Int. Cl.

F I

GO 1 N 13/16 (2006.01)

GO 1 N 13/16 A

GO 1 B 11/00 (2006.01)

GO 1 B 11/00 G

GO 1 B 21/00 (2006.01)

GO 1 B 21/00 Z

GO 1 L 5/00 (2006.01)

GO 1 L 5/00 Z

請求項の数 6 (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平11-291938
 (22) 出願日 平成11年10月14日(1999.10.14)
 (65) 公開番号 特開2001-108603(P2001-108603A)
 (43) 公開日 平成13年4月20日(2001.4.20)
 審査請求日 平成17年1月6日(2005.1.6)

(73) 特許権者 503360115
 独立行政法人科学技術振興機構
 埼玉県川口市本町4丁目1番8号
 (74) 代理人 100081466
 弁理士 伊藤 研一
 (72) 発明者 栗原 和枝
 宮城県仙台市片平町2-1-1 東北大学
 反応化学研究所内
 (72) 発明者 田島 晴雄
 名古屋市熱田区三本松町20番9号 日本
 レーザ電子株式会社内

審査官 秋田 将行

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 表面力測定装置及びその方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

チャンバー内に設けられる第1試料保持体と、先端部が第1試料保持体に相対して撓み変形可能で、所定のばね定数からなる弾性部材と、該弾性部材の先端部に設けられ、第1試料保持体の表面に相対する表面を有すると共に該表面の反対側に反射面を有した第2試料保持体と、一方が固定された試料保持体に対して他方の試料保持体を微小移動して近接させる微小移動手段と、チャンバー外に配置され、回折光を第2試料保持体の反射面にて収束するように照射し、該反射面からの回折光が結合した干渉光の光強度に基づいて弾性部材の撓み量を測定する干渉光検出装置とを備え、干渉光検出装置により検出された弾性部材の撓み量とそのばね定数により試料表面間に作用する表面力を測定する表面力測定装置

10

【請求項2】

請求項1において、第1及び第2試料保持体は表面力が測定される物質からなる表面力測定装置。

【請求項3】

請求項1において、第1及び第2試料保持体の表面には測定される物質を修飾した表面力測定装置。

【請求項4】

チャンバー内に設けられた所定のばね定数からなる弾性部材の先端部に設けられた第2試料保持体及び該第2試料保持体の表面に相対する表面を有した第1試料保持体のいずれか

20

一方を微小移動手段により互いに近接する方向へ微小移動し、近接した試料表面間に作用する表面力を測定する表面力測定方法において、回折光を第2試料保持体における表面と反対側に設けられた反射面にて収束するように照射し、該反射面からの反射回折光を結合した干渉光の光強度に基づいて弾性部材の撓み量を検出し、該撓み量と弾性部材のばね定数により試料表面間に作用する表面力を測定可能にした表面力測定方法。

【請求項5】

請求項4において、第1及び第2試料保持体は表面力が測定される物質からなる表面力測定方法。

【請求項6】

請求項4において、第1及び第2試料保持体の表面には測定される物質を修飾した表面力測定方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】

本発明は、各種試料の表面間に作用する相互作用力（斥力、引力、接着力等）を直接測定する表面力測定装置及びその方法に関する。

【0002】

【発明が解決しようとする課題】

物質における表面間の相互作用の距離依存性を測定することにより、分子間力、表面力、表面近傍の物質構造等を解明でき、生体物質（DNA）や生体関連物質に適用すると、細胞膜における分子認識や細胞間の相互作用のような生態系の特異な分子相互作用を知るための重要な情報が得られる。

【0003】

従来の表面力測定装置としては、例えば特開平9-257810号公報を示すものが提案されている。該公報に記載された表面力測定装置は、被測定表面を対向配置した試料と、一方の試料を載置する試料部を先端にもつカンチレバーと、該カンチレバー又は他方の試料を微小移動させるマイクロステップドライバ駆動のステッピングモータを有する微動機構と、試料表面間距離を計測するための干渉光学系とを備え、微動機構の移動量と光学計測による距離変化とカンチレバーのバネ定数から表面間に働く力の距離依存性を求めて試料の表面力を測定している。

【0004】

この内、試料間の距離変化を等色次数干渉法により測定する表面力測定装置にあっては、光源から照射された光を、一对の試料保持体における円筒面に修飾された試料膜に透過させて分光装置に受光して干渉光の干渉縞を測定することにより表面力を測定しているが、この装置にあっては測定可能な試料としては光が透過可能なものに限定され、光が透過不能な試料については表面力を測定できなかった。

【0005】

また、上記した等色次数干渉法では、干渉光による干渉縞の間隔等を目視により確認して試料表面間の変位を測定するため、測定作業を自動化できない問題を有していた。

【0006】

更に、一方の試料保持体に取り付けられるカンチレバーの撓み量をバイモルフや歪みゲージ等の電気信号により検出して表面力を測定する装置にあっては、バイモルフや歪みゲージ自体にヒステリシスがあるため、測定結果の信頼性が低く、表面力を高い精度及び信頼性で測定できなかった。

【0007】

本発明は上記した欠点を解決するために発明されたものであり、その課題とする処は、光が透過不能な試料であっても、試料間の表面力を高い精度で測定することができる表面力測定装置及びその方法を提供することにある。

【0008】

また、本発明の他の課題は、試料表面間に作用する表面力の測定を自動化することができ

10

20

30

40

50

る表面力測定装置及びその方法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】

本発明の請求項1は、チャンバー内に設けられる第1試料保持体と、先端部が第1試料保持体に相対して撓み変形可能で、所定のばね定数からなる弾性部材と、該弾性部材の先端部に設けられ、第1試料保持体の表面に相対する表面を有すると共に該表面の反対側に反射面を有した第2試料保持体と、一方が固定された試料保持体に対して他方の試料保持体を微小移動して近接させる微小移動手段と、チャンバー外に配置され、回折光を第2試料保持体の反射面にて収束するように照射し、該反射面からの回折光が結合した干渉光の光強度に基づいて弾性部材の撓み量を測定する干渉光検出装置とを備え、干渉光検出装置により検出された弾性部材の撓み量とそのばね定数により試料表面間に作用する表面力を測定することを特徴とする。

10

請求項4は、チャンバー内に設けられた所定のばね定数からなる弾性部材の先端部に設けられた第2試料保持体及び該第2試料保持体の表面に相対する表面を有した第1試料保持体のいずれか一方を微小移動手段により互いに近接する方向へ微小移動し、近接した試料表面間に作用する表面力を測定する表面力測定方法において、回折光を第2試料保持体における表面と反対側に設けられた反射面にて収束するように照射し、該反射面からの反射回折光を結合した干渉光の光強度に基づいて弾性部材の撓み量を検出し、該撓み量と弾性部材のばね定数により試料表面間に作用する表面力を測定可能にしたことを特徴とする。

【0010】

20

【発明の実施形態】

以下、本発明の実施形態を図に従って説明する。

図1は表面力測定装置例の概略を示す説明図、図2は試料保持体を拡大して示す説明図、図3は干渉光検出装置の概略構成図である。

【0011】

表面力測定装置1のチャンバー3内には上下方向に軸線を有したスライド軸5が上下方向へ摺動可能に支持され、チャンバー3の上面から外部に突出したスライド軸5の軸端には微小移動装置7が連結されている。該微小移動装置7はスライド軸5の軸下部に交換可能に取り付けられ、表面が球面、円筒面及び平面のいずれかからなり、ガラス製又は金属製の第1試料保持体9を測定範囲内まで移動させる粗動機構7aと、測定範囲内にて第1試料保持体9を μm 、 nm 単位で微小移動させる微動機構7bとからなる。

30

【0012】

微動機構7bの例としては、例えば5相励磁構造で500puls/rのパルスモータと、駆動パルスを所定数に分割して分割駆動パルスを発生させる分割駆動回路と、パルスモータに連結され、所定の送り量からなる送りねじ機構と、差動ばね機構（いずれも図示せず）からなる。

【0013】

この構成において、駆動パルスの分割数を250、送りねじの送り量が 1mm/r とした場合、1分割駆動パルス当りの送りねじによる送り量を $0.008\mu\text{m}$ にすることができる。そして例えば本出願人が先に出願した特願平10-17914号（特開平11-202214号）に示す微小移動装置の差動ばね機構を採用することによりスライド軸5の移動量を nm 単位にすることができる。差動ばね機構の詳細構造については、上記出願の発明の詳細な説明に記載された事項を援用する。

40

【0014】

スライド軸5の側方に応じたチャンバー3内には取り付け部材11の下部に基端部が固定され、先端部がスライド軸5の下部に向かって延出する弾性部材としてのカンチレバー13が取り付けられている。該カンチレバー13は予め決定されたばね定数の板ばねからなり、その先端部には中心部に光透過孔15aを有したホルダ15が取り付けられている。そしてホルダ15には表面が球面、円筒面及び平面のいずれかからなり、表面が上方を向いたガラス製又は金属製の第2試料保持体17が交換可能に取り付けられる。そして各第

50

1 及び第 2 試料保持体 9・17 の各表面には生体物質又は生体関連物質等の各種試料 9c・17c を吸着法又は LB 膜法等により製膜してなる。

【0015】

なお、微小移動装置 7 によりカンチレバー 13 を微小移動して第 1 試料保持体 9 に第 2 試料保持体 17 を近接する構成であってもよい。また、上記第 1 試料保持体 9 及び第 2 試料保持体 17 の各表面に、平滑性に優れた雲母（厚さ：2 μm）を接着し、修飾される各種試料 9c・17c の平滑性を確保してもよい。又、弾性部材としては板ばね状のカンチレバーを使用したか、この他に第 1 試料保持体 9 の移動方向に撓み変形可能な圧縮ばね等の弾性体であれば実施可能である。さらに、第 1 及び第 2 試料保持体 9・17 の表面に表面力を測定しようとする試料 9c・17c を修飾したが、例えば測定しようとする試料が合成樹脂やセラミックス等にあつては表面に試料を修飾することなく、これらの材質で第 1 及び第 2 試料保持体 9・17 を直接形成して測定してもよい。

10

【0016】

上記第 1 試料保持体 9・第 2 試料保持体 17 としては、予め試料 9c・17c が製膜されたものを用意しておき、表面力を測定しようとする試料 9c・17c に応じて交換する。又、第 1 試料保持体 9・第 2 試料保持体 17 は上記したように表面が球面、円筒面或いは平面のいずれかであればよいが、これらを円筒体で構成する場合には相互の軸線を直交させることにより両表面間を、局所的には球と平面又は球相互を近接させた配置と等価にすることができる。

【0017】

上記第 1 試料保持体 9・第 2 試料保持体 17 の内、カンチレバー 13 に取り付けられる第 2 試料保持体 17 の下面には銀膜又は金膜の金属反射膜 17d が製膜され、後述する回折光を反射させる。なお、金属反射膜 17d としては第 2 試料保持体 17 が取り付けられるホルダ 15 の底面に反射板を直接取り付けした構造又はホルダ 15 自体を鏡面仕上げして後述する回折光を反射可能にした構造であってもよい。

20

【0018】

第 2 試料保持体 17 の下方に位置するチャンバー 3 外には干渉光検出装置 19 がチャンバー 3 底面に設けられた透過窓 21 を介して配置される。干渉光検出装置 19 は平行ビームのレーザ光を照射するレーザ光源 19a と、レーザ光源 19a からのレーザ光を各次数の回折光に分離すると共に後述するように金属反射膜 17d から反射した回折光を結合して干渉光にする回折格子 19b と、回折格子 19b からの回折光を第 2 試料保持体 17 の金属反射膜 17d 上に所定のスポット径で収束させる光学レンズ 19c と、回折格子 19b により結合された回折光の干渉光を受光して光強度に応じた電気信号を出力する受光素子 19d と、回折格子 19b から金属反射膜 17d に至る回折光の光路長と等しい位置に配置され、基準回折光を反射して回折格子 19b に戻す参照用ミラー 19e とからなる。なお、参照用ミラー 19e としてはチャンバー 3 内に設けた取り付け台や、カンチレバー 13 における基端部等の撓まない個所に取り付けてもよい。

30

【0019】

なお、受光素子 19d としては、例えば 4 分割フォトダイオードのように複数のチャンネルで干渉光を受光させて夫々のチャンネルで光強度に応じた電気信号を出力させることにより表面力測定を高精度化すると共にカンチレバー 13 の撓み方向を測定可能にしてもよい。

40

【0020】

次に、表面力測定装置 1 による表面力の測定作用を説明する。

図 4～図 5 はカンチレバーの撓み状態を示す説明図である。

【0021】

先ず、チャンバー 3 内に液体又は不活性ガス等を充満したり、チャンバー 3 内を真空化した状態で微小移動装置 7 の粗動機構 7a を駆動して第 2 試料保持体 17 に対して第 1 試料保持体 9 を、表面力の影響がない位置から表面力の影響が現れる測定範囲内へ移動させる。

50

【0022】

一方、干渉光検出装置19を作動してレーザ光源19aから照射されるレーザ光を回折格子19bにより $\pm n$ 次光(n は任意の整数)に分離された回折光の内、例えばプラスの所定次数の回折光を金属反射膜17d上に、又マイナスの所定次数の回折光を参照用ミラー19e上に夫々収束するように照射し、これら金属反射膜17d及び参照用ミラー19eから反射した回折光を回折格子19bにより結合して干渉光にした後に受光素子19dにて受光させる。このとき、カンチレバー13が非撓み状態で、金属反射膜17dに至る測定用光路長と参照用ミラー19eに至る参照用光路長とが一致している。

【0023】

上記状態にて微小移動装置7の微動機構7bを駆動して第2試料保持体17の表面に対して第1試料保持体9をnm単位で微小駆動して接近させると、カンチレバー13は、先ず第2試料保持体17に対する第1試料保持体9の接近に伴って夫々の円筒面に修飾された試料9c・17cの表面間に作用する引力により上方へ撓んだ(図4に示す)後、両者間に作用する斥力により下方へ撓み(図5に示す)、最後にカンチレバー13のばね力が斥力以上の力となった際に両者が接触し合う。

10

【0024】

このとき、試料9c及び試料17cの両表面間に作用する引力や斥力によりカンチレバー13が上方或いは下方へ撓んだ際には回折格子19bから金属反射膜17dに至る測定用光路長が、参照用光路長よりカンチレバー13の撓み(変位)に応じた分、長くなったり、短くなったりするため、回折格子19bにより回折光を結合した際に干渉光が生じ、該干渉光の光強度を受光素子19dにより検出する。

20

【0025】

受光素子19dに受光される干渉光の光強度はカンチレバー13の撓み量に対して $\pi/2$ 周期で変化する。この結果、光強度の変化はカンチレバー13の撓みに対して正弦波を描くため、光強度変化をカンチレバー13の撓み量にnm単位で換算することができる。そして測定されたカンチレバー13の撓み量と該カンチレバー13のばね定数とから試料9c及び試料17c間に作用する引力や斥力等の表面力を測定することができる。

【0026】

本実施形態は、金属反射膜17dにより反射された回折光と参照用ミラー19eにより反射された回折光とを結合した干渉光の光強度に基づいて試料9c・17cの両表面間に作用する表面力を測定することができ、試料9c・17cが光を透過させないものであっても、両者間に作用する表面力を高精度に測定することができる。また、回折光による干渉光の光強度の変化に基づいてカンチレバー13の撓み量を測定することができるため、表面力測定を自動化することができる。

30

【0027】

【発明の効果】

本発明は、光が透過不能な試料であっても、試料間の表面力を高い精度で測定することができる。また、本発明は試料表面間に作用する表面力の測定を自動化することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】表面力測定装置例の概略を示す説明図である。

40

【図2】試料保持体を拡大して示す説明図である。

【図3】干渉光検出装置の概略構成図である。

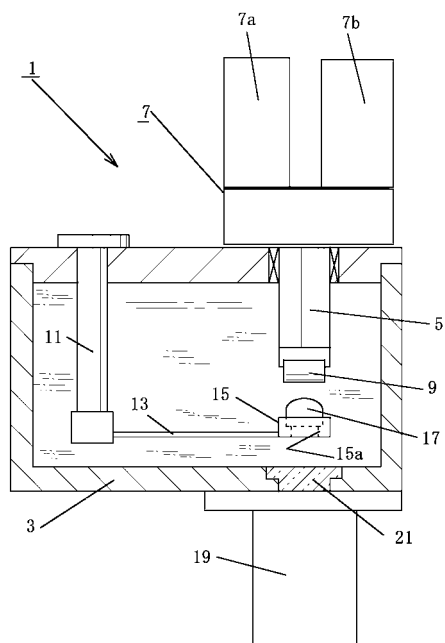
【図4】カンチレバーが上方へ撓んだ状態を示す説明図である。

【図5】カンチレバーが下方へ撓んだ状態を示す説明図である。

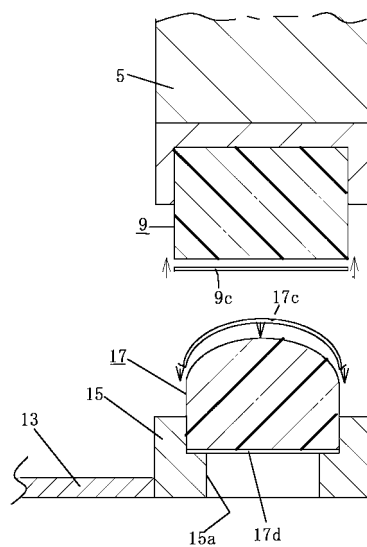
【符号の説明】

1 - 表面力測定装置、3 - チャンバー、9 - 第1試料保持体、13 - 弾性部材としてのカンチレバー、17 - 第2試料保持体、19 - 干渉光検出装置

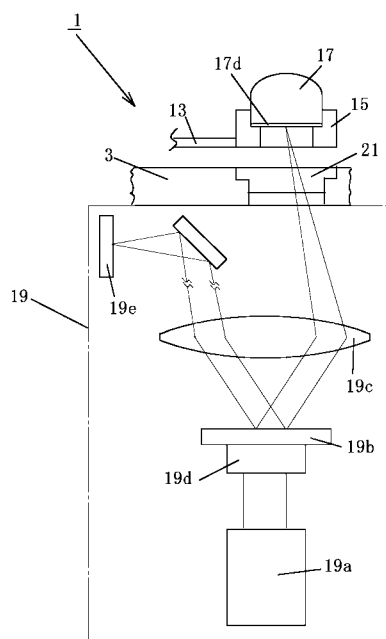
【図 1】



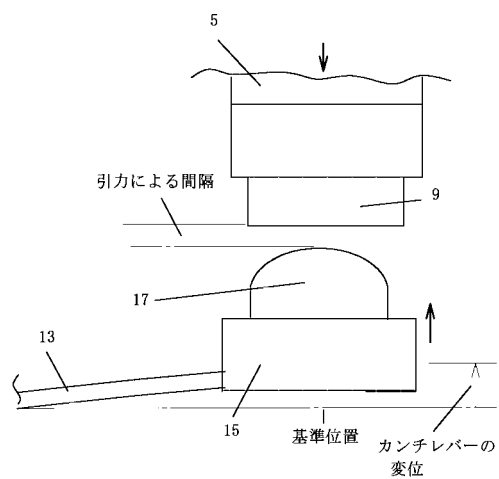
【図 2】



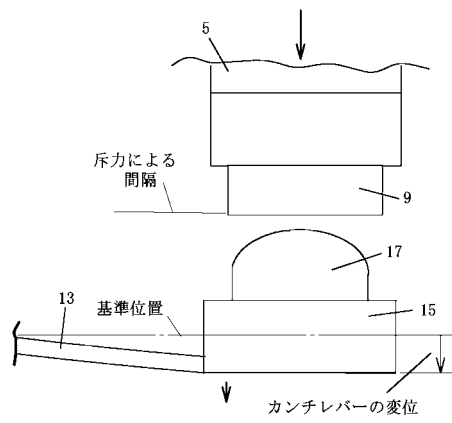
【図 3】



【図 4】



【図 5】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開平09-257810(JP,A)

特開平05-157552(JP,A)

Jacob N. Israelachvili, Gayle E. Adams, Measurement of Forces between Two Mica Surfaces in Aqueous Electrolyte Solutions in the Range 0-100 nm, JOURNAL OF THE CHEMICAL SOCIETY FARADAY TRANSACTIONS 1, 1978年12月31日, Vol.74, No.4, pp.975-1001

J.L.Parker, A Novel Method for Measuring the Force between Two Surfaces in a Surface Force Apparatus, Langmuir, 1992年, Vol.8, No.2, pp.551-556

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N 13/10-13/24