

BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

- 一 国際調査報告 (条約第21条(3))

ing the displacement of the cantilever (2) and a second curve expressing the relationship between the distance between the probe (20) and sample (S) when the sample (S) moves away from the probe (20) and the quantity expressing the displacement of the cantilever (2) and a physical quantity calculation unit (53) for determining, as a physical quantity for the sample, a quantity expressing the area between the first curve and second curve.

(57) 要約: 走査型プローブ顕微鏡 (50) は、探針 (20) と、探針 (20) を指示するカンチレバー (2) と、試料 (S) を載置するスキャナ (43) と、試料 (S) と探針 (20) との間の距離を変化させる駆動部 (4) と、カンチレバー (2) の変位を測定する変位測定部 (3) とを備える。走査型プローブ顕微鏡 (50) は、試料 (S) が探針 (20) に近づくときの探針 (20) と試料 (S) との間の距離とカンチレバー (2) の変位を表わす量との関係を表わす第1のカーブと、試料 (S) が探針 (20) から遠ざかるときの探針 (20) と試料 (S) との間の距離とカンチレバー (2) の変位を表わす量との関係を表わす第2のカーブとを作成するカーブ作成部 (11) と、第1のカーブと第2のカーブとの間の面積を表わす量を試料の物性量として求める物性量算出部 (53) とを備える。

明 細 書

発明の名称：

走査型プローブ顕微鏡、および走査型プローブ顕微鏡を用いた物性量測定方法

技術分野

[0001] 本発明は、走査型プローブ顕微鏡、および走査型プローブ顕微鏡を用いた物性量測定方法に関する。

背景技術

[0002] 従来から、走査型プローブ顕微鏡を用いて試料の特性を観察する方法が知られている（たとえば、特許文献1を参照）。走査型プローブ顕微鏡では、探針と試料表面に働く力の距離依存性を表わすフォースカーブを測定することによって、試料の形状、引力、吸着力、試料の硬さ等の物性を測定することができる。また、探針をXY方向に移動しながら物性を測定して画像化することによって、試料の表面状態の観察および解析を行うことができる。ユーザーは解析画像から凹凸状態、および物性などの試料についての知見を得ることができる。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開2000-346782号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] しかしながら、測定する試料によって探針と試料表面に働く力の距離依存性は変化する。たとえば、試料が柔らかい場合には、フォースカーブから吸着力を測定することができない。

[0005] それゆえに、本発明の目的は、試料の固さに係らず、試料の物性を表わす物理量を測定することができる走査型プローブ顕微鏡および走査型プローブ

顕微鏡を用いた物性量測定方法を提供することである。

課題を解決するための手段

- [0006] 本発明の走査型プローブ顕微鏡は、探針と、探針を指示する指示部材と、試料を載置する載置部と、試料と探針との間の距離を変化させる駆動部と、指示部材の変位を測定する変位測定部と、試料が探針に近づくときの探針と試料との間の距離と指示部材の変位を表わす量との関係を表わす第1のカーブと、試料が探針から遠ざかるときの探針と試料との間の距離と指示部材の変位を表わす量との関係を表わす第2のカーブとを作成するカーブ作成部と、第1のカーブと第2のカーブとの間の面積を表わす量を試料の物性量として求める物性量算出部とを備える。
- [0007] 好ましくは、試料の物性量は、試料の固さを表わす量である。
- 好ましくは、カーブ作成部は、指示部材の変位を表わす量として、変位に基づく指示部材が受ける力を用いる。
- [0008] 好ましくは、駆動部は、試料または探針を水平方向に走査する。変位測定部は、水平方向の各位置での指示部材の変位を測定する。カーブ作成部は、水平方向の各位置での第1のカーブおよび第2のカーブを作成する。物性量算出部は、水平方向の各位置での物性量を求める。走査型プローブ顕微鏡は、水平方向の各位置に対する物性量を画素値とした画像を生成する画像生成部を備える。
- [0009] 好ましくは、物性量算出部は、第1のカーブの傾きの大きさが閾値以上となる指示部材と試料との間の距離の範囲において、第1のカーブと第2のカーブとの間の面積を表わす量を試料の物性量として求める。
- [0010] 好ましくは、物性量算出部は、第2のカーブの傾きの大きさが閾値以上となる指示部材と試料との間の距離の範囲において、第1のカーブと第2のカーブとの間の面積を表わす量を試料の物性量として求める。
- [0011] 好ましくは、物性量算出部は、第1のカーブの傾きの大きさが第1の閾値以上であり、かつ第2のカーブの傾きの大きさが第2の閾値以上となる指示部材と試料との間の距離の範囲において、第1のカーブと第2のカーブとの

間の面積を表わす量を試料の物性量として求める。

[0012] 好ましくは、物性量算出部は、指示部材と試料との間の距離が指定された範囲において、第1のカーブと第2のカーブとの間の面積を表わす量を試料の物性量として求める。

[0013] 好ましくは、物性量算出部は、複数の指定された範囲に対して、それぞれ物性量を求める。画像生成部は、指定された範囲が異なる複数の画像を生成する。

[0014] 好ましくは、変位測定部は、探針と試料との間の距離の複数のポイントで変位を測定する。物性量算出部は、複数のポイントの各々における第1のカーブ上の変位を表わす量と第2のカーブ上の変位を表わす量との差分値を算出し、差分値の総和を試料の物性量として求める。

[0015] 本発明の走査型プローブ顕微鏡は、探針と、探針を指示する指示部材と、試料を載置する載置部と、試料と探針との間の距離を変化させる駆動部と、指示部材の変位を測定する変位測定部と、試料が探針に近づくときの探針と試料との間の距離と、指示部材の変位を表わす量との関係を表わす第1のカーブと、試料が探針から遠ざかるときの探針と試料との間の距離と、指示部材の変位を表わす量との関係を表わす第2のカーブとを作成するカーブ作成部と、第1のカーブ上または第2のカーブ上の指定された変位を表わす量に対応する指示部材と試料との間の距離を試料の表面形状を表わす形状値として求める形状値算出部とを備える。駆動部は、試料または探針を水平方向に走査する。変位測定部は、水平方向の各位置での指示部材の変位を測定する。カーブ作成部は、水平方向の各位置での第1のカーブおよび第2のカーブを作成する。形状値算出部は、水平方向の各位置での形状値を求める。走査型プローブ顕微鏡は、水平方向の各位置に対する形状値を画素値とした画像を生成する画像生成部を備える。形状値算出部は、複数の指定された変位に対して、それぞれ形状値を求める。画像生成部は、指定された変位が異なる複数の画像を生成する。

[0016] 好ましくは、指示部材は、カンチレバーである。

本発明は、探針と、探針を指示する指示部材と、試料を載置する載置部と、駆動部と、変位測定部と備えた走査型プローブ顕微鏡を用いた物性量測定方法である。物性量測定方法は、駆動部が、試料と探針との間の距離を変化させるステップと、変位測定部が、指示部材の変位を測定するステップと、試料が探針に近づくときの探針と試料との間の距離と、指示部材の変位を表わす量との関係を表わす第1のカーブと、試料が探針から遠ざかるときの探針と試料との間の距離と、指示部材の変位を表わす量との関係を表わす第2のカーブとを作成するステップと、第1のカーブと第2のカーブとの間の面積を表わす量を試料の物性量として求めるステップとを備える。

発明の効果

[0017] 本発明によれば、試料の固さに係らず、試料の物性を表わす物理量を測定することができる。

図面の簡単な説明

- [0018] [図1]第1の実施形態の走査型プローブ顕微鏡50の構成を表わす図である。
- [図2]試料Sがカンチレバー2に垂直方向にアプローチするときと、試料Sがカンチレバー2から垂直方向にリリースするときのカンチレバー2の変位を表わす図である。
- [図3]図2のようにカンチレバー2が変位した場合のフォースカーブの例を表わす図である。
- [図4]フォーカスカーブの別の例を表わす図である。
- [図5]弾性回復量の算出例を表わす図である。
- [図6]第1の実施形態の表面形状像の生成手順を表わすフローチャートである。
- 。
- [図7]第1の実施形態の弾性回復像の生成手順を表わすフローチャートである。
- 。
- [図8]試料SがH e L a細胞のときの表面形状像の例を表わす図である。
- [図9]試料SがH e L a細胞のときの弾性回復像の例を表わす図である。
- [図10]第2の実施形態の弾性回復像の生成手順を表わすフローチャートであ

る。

[図11]フォースカーブのZ位置の範囲の指定の例を表わす図である。

[図12]第3の実施形態の表面形状像の生成手順を表わすフローチャートである。

[図13]フォースカーブのフォースF Aの指定の例を表わす図である。

[図14]試料SがH e L a細胞のときの第1のフォースF A 1に対する表面形状像の例を表わす図である。

[図15]試料SがH e L a細胞のときの第2のフォースF A 2に対する表面形状像の例を表わす図である。

[図16]第4の実施形態の走査型プローブ顕微鏡5 5 0の構成を表わす図である。

[図17]変位カーブの例を表わす図である。

[図18]測定部のハードウェア構成の例を表わす図である。

発明を実施するための形態

[0019] 以下、本発明の実施の形態について、図面を参照して説明する。

[第1の実施形態]

図1は、第1の実施形態の走査型プローブ顕微鏡5 0の構成を表わす図である。

[0020] 図1に示すように、走査型プローブ顕微鏡5 0は、スキャナ4 3と、探針2 0と、カンチレバー2と、変位測定部3と、A/D変換器3 5と、測定部1と、駆動部4と、表示装置5 1とを備える。

[0021] スキャナ4 3は、試料Sを載置し、駆動部4によって3次元方向に駆動される。

カンチレバー2は、探針2 0を支持する。探針2 0と試料Sとの間の原子間力（引力または斥力）によって、カンチレバー2が変位する。

[0022] 変位測定部3は、カンチレバー2のたわみを検出する。変位測定部3は、光源3 1と、ミラー3 2, 3 3と、光検出器3 4とを備える。光源3 1は、レーザ光を発射するレーザ発振器などによって構成される。ミラー3 2およ

び33は、光学系を構成する。光検出器34は、入射されるレーザ光を検出するフォトダイオードなどによって構成される。光源31から発射されたレーザ光は、ミラー32で反射されて、カンチレバー2に入射される。レーザ光は、カンチレバー2で反射され、さらにミラー33に反射されて、光検出器34に入射される。光検出器34がレーザ光を検出することによって、カンチレバー2の変位を測定することができる。

[0023] A/D変換器35は、光検出器34によって検出された変位信号をデジタル信号に変換する。

[0024] 測定部1は、フォースカーブ作成部11と、形状値算出部52と、表面形状像生成部12と、物性量算出部53と、物性量画像生成部13とを備える。

[0025] フォースカーブ作成部11は、カンチレバー2の変位の時間変化から作用力（フォース）の時間変化を表わすフォースカーブを作成する。

[0026] 具体的には、フォースカーブ作成部11は、カンチレバー2の変位 D [V] に、バネ定数 K [N/m] と感度 S [m/V] とを乗算することによって、フォース [N] を算出する。バネ定数 K は、探針20に接続されるバネのバネ定数である。感度は、変形のない固い試料でフォースカーブを作成したときのフォースカーブの傾きの逆数である。

[0027] 形状値算出部52は、フォースカーブから試料Sの形状値を算出する。

表面形状像生成部12は、スキャナ43によって試料SをXY平面（水平方向）で走査することによって得られる各場所での形状値を画素値とした表面形状像を生成する。

[0028] 物性量算出部53は、フォースカーブから弾性回復量を試料Sの物性量として算出する。弾性回復量は、探針20を試料Sに押し込んで試料Sを凹ませ、その後探針20を試料Sから離れたときに試料Sの凹みがどれだけ早く元に戻るかを表わす量である。試料Sが柔らかいほど、弾性回復量が大きくなる。したがって、弾性回復量は、試料Sの固さを表わす量でもある。

[0029] 物性量画像生成部13は、スキャナ43によって試料SをXY平面（水平

方向)で走査することによって得られる各場所での弾性回復量を画素値とした弾性回復像を生成する。

[0030] 測定部1は、駆動部4に対して制御信号を出力する。

駆動部4は、D/A変換器41と、スキャナドライバ42とを備える。D/A変換器41は、測定部1からのデジタルの制御信号をアナログ信号に変換して、スキャナドライバ42に送る。

[0031] スキャナドライバ42は、制御信号を受けて、スキャナ43をX軸方向、Y軸方向、およびZ軸方向に駆動することによって、試料Sを走査することができる。図1において、Z軸方向は、鉛直方向であり、XY平面が水平面である。画像を生成するために、駆動部4は、試料SをX方向、Y方向にそれぞれ数10 μ m～数10nmの範囲を移動させる。

[0032] 図2は、試料Sが探針20に垂直方向にアプローチするときと、試料Sが探針20から垂直方向にリリースするときのカンチレバー2の変位を表わす図である。

[0033] (1)～(4)に示すように、試料Sが探針20にアプローチし、(4)～(6)に示すように、試料Sが探針20からリリースする。図3は、図2のようにカンチレバー2が変位した場合のフォースカーブの例を表わす図である。図3において、横軸は、探針20の位置を原点とした試料Sの垂直方向の位置Zを表わす。垂直方向の位置Zは、探針20と試料Sの垂直方向の距離を表わす。図2の縦軸は、フォース、すなわちカンチレバー2が受ける力を表わす。

[0034] (1)では、カンチレバー2の先端の探針20と試料Sとが完全に離れている。(2)では、カンチレバー2が試料Sからわずかな引力を受け、下側に反る。これをジャンプインという。(3)では、カンチレバー2が斥力を受け、上側に反る。(4)では、探針20と試料Sとが最も近く接触し、斥力が最大となる。(5)では、カンチレバー2の受ける力が斥力から引力に変わる。(6)では、カンチレバー2と試料Sとの間に吸着力が働き、引力が最大となる。(6)の直後に探針20が試料Sから離れて、(1)の状態

に戻る。これをジャンプアウトという。

[0035] 図3のフォースカーブは、アプローチ時のアプローチカーブと、リリース時のリリースカーブとから構成される。表面形状像は、アプローチカーブ上のある一定のフォース F_0 に対するZ位置の値 Z_0 を画素値とする画像である。また、ジャンプアウト時のフォース F の始点（最小値）と終点（最大値）との差分から吸着量を測定することができる。

[0036] 図4は、フォーカスカーブの別の例を表わす図である。

たとえば試料Sが柔らかい場合には、図4に示すように、フォースカーブにジャンプインおよびジャンプアウトが発生しない。試料Sが柔らかい場合には、ジャンプアウトが発生しないので、吸着力を測定することができない。

[0037] 本実施の形態では、物性量算出部53は、フォースカーブから弾性回復量を試料Sの物性量として算出する。アプローチカーブとリリースカーブとの間の面積を表わす量を試料Sの弾性回復量として求める。物性量算出部53は、アプローチカーブの傾きの大きさが閾値 TH_1 以上となる探針20と試料Sとの間の距離の範囲において、アプローチカーブとリリースカーブとの間の面積を表わす量を求めてもよい。

[0038] アプローチカーブおよびリリースカーブは、複数のサンプルポイントから構成されているので、物性量算出部53は、アプローチカーブの傾きの大きさが閾値 TH_1 以上となる探針20と試料Sとの間の距離の範囲において、探針20と試料Sとの間の距離の各サンプルポイントにおけるアプローチカーブ上のフォース F_1 とリリースカーブ上のフォース F_2 との差分値 ΔF を求め、差分値 ΔF の総和を弾性回復量として求めることとしてもよい。

[0039] 図5は、弾性回復量の算出例を表わす図である。

図5に示すように、 $Z_A \sim Z_B$ の範囲において、アプローチカーブとリリースカーブとの間の面積が弾性回復量として求めることができる。 $Z_A \sim Z_B$ の範囲は、アプローチカーブの傾きの大きさが閾値 TH_1 以上となる範囲である。

- [0040] 図6は、第1の実施形態の表面形状像の生成手順を表わすフローチャートである。表面形状像の大きさを $X_MAX \times Y_MAX$ とする。
- [0041] ステップS101において、表面形状像生成部12は、表面形状像の画素の位置 (X, Y) を $(0, 0)$ に設定する。
- [0042] ステップS102において、駆動部4は、試料Sの水平方向の位置を (X, Y) に対応する位置に移動させる。
- [0043] ステップS103において、フォースカーブ作成部11は、 (X, Y) についてのフォースカーブを生成する。
- [0044] ステップS104において、形状値算出部52は、 (X, Y) についてのフォースカーブを構成するアプローチカーブ上の一定のフォース F_0 に対するZ位置 $Z_0(X, Y)$ を形状値として求める。
- [0045] ステップS105において、表面形状像生成部12は、表面形状像の画素の位置 (X, Y) の画素値を形状値 $Z_0(X, Y)$ とする。
- [0046] ステップS106において、 $X = MAX_X - 1$ の場合には、処理がステップS108に進み、 $X = MAX_X - 1$ でない場合には、処理がステップS107に進む。
- [0047] ステップS107において、表面形状像生成部12は、 X をインクリメントする。その後、処理がステップS102に戻る。
- [0048] ステップS108において、 $Y = MAX_Y - 1$ の場合には、処理がステップS110に進み、 $Y = MAX_Y - 1$ でない場合には、処理がステップS109に進む。
- [0049] ステップS109において、表面形状像生成部12は、 $X = 0$ とするとともに、 Y をインクリメントする。その後、処理がステップS102に戻る。
- [0050] ステップS110において、表面形状像生成部12は、表面形状像を表示装置51に表示する。
- [0051] 図7は、第1の実施形態の弾性回復像の生成手順を表わすフローチャートである。弾性回復像の大きさを $X_MAX \times Y_MAX$ とする。
- [0052] ステップS201において、物性量画像生成部13は、弾性回復像の画素

の位置 (X, Y) を (0, 0) に設定する。

- [0053] ステップ S 2 0 2 において、駆動部 4 は、試料 S の水平方向の位置を (X, Y) に対応する位置に移動させる。
- [0054] ステップ S 2 0 3 において、フォースカーブ作成部 1 1 は、(X, Y) についてのフォースカーブを生成する。
- [0055] ステップ S 2 0 4 において、物性量算出部 5 3 は、(X, Y) についてのフォースカーブの Z 位置の最小値「0」を始点 Z A に設定する。
- [0056] ステップ S 2 0 5 において、物性量算出部 5 3 は、(X, Y) についてのフォースカーブを構成するアプローチカーブの傾きの大きさが閾値 T H 1 以上となる Z 位置の最大値を終点 Z B として求める。始点 Z A ~ 終点 Z B の範囲において、アプローチカーブの傾きの大きさが閾値 T H 1 以上となる。
- [0057] ステップ S 2 0 6 において、物性量算出部 5 3 は、Z 位置が Z A と Z B の間の区間におけるアプローチカーブとリリースカーブとの間の面積を弾性回復量 E R (X, Y) として求める。
- [0058] ステップ S 2 0 7 において、物性量画像生成部 1 3 は、弾性回復像の画素の位置 (X, Y) の画素値を弾性回復量 E R (X, Y) とする。
- [0059] ステップ S 2 0 8 において、 $X = \text{MAX_}X - 1$ の場合には、処理がステップ S 2 1 0 に進み、 $X = \text{MAX_}X - 1$ でない場合には、処理がステップ S 2 0 9 に進む。
- [0060] ステップ S 2 0 9 において、物性量画像生成部 1 3 は、X をインクリメントする。その後、処理がステップ S 2 0 2 に戻る。
- [0061] ステップ S 2 1 0 において、 $Y = \text{MAX_}Y - 1$ の場合には、処理がステップ S 2 1 2 に進み、 $Y = \text{MAX_}Y - 1$ でない場合には、処理がステップ S 2 1 1 に進む。
- [0062] ステップ S 2 1 1 において、物性量画像生成部 1 3 は、 $X = 0$ とするとともに、Y をインクリメントする。その後、処理がステップ S 2 0 2 に戻る。
- [0063] ステップ S 2 1 2 において、物性量画像生成部 1 3 は、弾性回復像を表示装置 5 1 に表示する。

[0064] 図8は、試料SがH e L a細胞のときの表面形状像の例を表わす図である。

図8に示すように、表面形状像によって、H e L a細胞の形状を知ることができる。

[0065] 図9は、試料SがH e L a細胞のときの弾性回復像の例を表わす図である。

図9に示すように、弾性回復像によって、H e L a細胞の内部の弾性回復量（すなわち、探針20でH e a L a細胞を凹ませた後、探針20をH e L a細胞から離れたときに、H e L a細胞の凹みがどれだけ早く元に戻るかを表わす量）を知ることができる。

[0066] 正常な細胞と異常な細胞の弾性回復像を比較する事で、細胞間接着の硬さの違いなどの知見を得ることができ、がんやパーキンソン病など疾患の発生前後に細胞内で起こる事象の解析を行うことができる。

[0067] [第2の実施形態]

第2の実施形態では、フォースカーブのZ位置の指定された範囲で弾性回復量を求める。

[0068] 図10は、第2の実施形態の弾性回復像の生成手順を表わすフローチャートである。弾性回復像の大きさを $X_MAX \times Y_MAX$ とする。

[0069] ステップS301において、物性量画像生成部13は、弾性回復像の画素の位置(X, Y)を(0, 0)に設定する。

[0070] ステップS302において、駆動部4は、試料Sの水平方向の位置を(X, Y)に対応する位置に移動させる。

[0071] ステップS303において、フォースカーブ作成部11は、(X, Y)についてのフォースカーブを生成する。

[0072] ステップS304において、 $X = MAX_X - 1$ の場合には、処理がステップS306に進み、 $X = MAX_X - 1$ でない場合には、処理がステップS305に進む。

[0073] ステップS305において、物性量画像生成部13は、Xをインクリメン

トする。その後、処理がステップS302に戻る。

[0074] ステップS306において、 $Y = MAX_Y - 1$ の場合には、処理がステップS308に進み、 $Y = MAX_Y - 1$ でない場合には、処理がステップS307に進む。

[0075] ステップS307において、物性量画像生成部13は、 $X = 0$ とするとともに、 Y をインクリメントする。その後、処理がステップS302に戻る。

[0076] ステップS308において、フォースカーブのZ位置の範囲（始点ZAおよび終点ZB）を指定した弾性回復像の生成要求があった場合に、処理がステップS309に進む。弾性回復像の生成要求がない場合には、処理を終了する。

[0077] ステップS309において、物性量画像生成部13は、弾性回復像の画素の位置（ X ， Y ）を（0，0）に設定する。

[0078] ステップS310において、物性量算出部53は、（ X ， Y ）についてのフォースカーブのZ位置がZAとZBとの間の区間におけるアプローチカーブとリリースカーブの間の面積を弾性回復量 $ER(X, Y)$ として求める。

[0079] ステップS311において、物性量画像生成部13は、弾性回復像の画素の位置（ X ， Y ）の画素値を弾性回復量 $ER(X, Y)$ とする。

[0080] ステップS312において、 $X = MAX_X - 1$ の場合には、処理がステップS314に進み、 $X = MAX_X - 1$ でない場合には、処理がステップS312に進む。

[0081] ステップS312において、物性量画像生成部13は、 X をインクリメントする。その後、処理がステップS310に戻る。

[0082] ステップS314において、 $Y = MAX_Y - 1$ の場合には、処理がステップS316に進み、 $Y = MAX_Y - 1$ でない場合には、処理がステップS315に進む。

[0083] ステップS315において、物性量画像生成部13は、 $X = 0$ とするとともに、 Y をインクリメントする。その後、処理がステップS310に戻る。

[0084] ステップS316において、物性量画像生成部13は、弾性回復像を表示

装置 5 1 に表示する。その後、処理がステップ S 3 0 8 に戻る。

[0085] 図 1 1 は、フォースカーブの Z 位置の範囲の指定の例を表わす図である。

第 1 の範囲は、始点を Z A (1) 、終点を Z B (1) とする範囲である。

第 2 の範囲は、始点を Z A (2) 、終点を Z B (2) とする範囲である。

[0086] ステップ S 3 0 8 において、フォースカーブの Z 位置の範囲（始点 Z A および終点 Z B）の指定が異なる複数の弾性回復像の生成要求があった場合には、物性量算出部 5 3 は、複数の指定された範囲に対して、それぞれ弾性回復量（X，Y）を求める。物性量画像生成部 1 3 は、指定された範囲が異なる複数の弾性回復像を生成する。図 1 1 に示すように、第 1 の範囲と第 2 の範囲の指定があった場合には、指定範囲が異なる 2 つの弾性回復像が得られる。

[0087] [第 3 の実施形態]

第 3 の実施形態では、フォースカーブの指定されたフォースでの形状値を求める。

[0088] 図 1 2 は、第 3 の実施形態の表面形状像の生成手順を表わすフローチャートである。表面形状像の大きさを $X_MAX \times Y_MAX$ とする。

[0089] ステップ S 4 0 1 において、表面形状像生成部 1 2 は、表面形状像の画素の位置（X，Y）を（0，0）に設定する。

[0090] ステップ S 4 0 2 において、駆動部 4 は、試料 S の水平方向の位置を（X，Y）に対応する位置に移動させる。

[0091] ステップ S 4 0 3 において、フォースカーブ作成部 1 1 は、（X，Y）についてのフォースカーブを生成する。

[0092] ステップ S 4 0 4 において、 $X = MAX_X - 1$ の場合には、処理がステップ S 4 0 6 に進み、 $X = MAX_X - 1$ でない場合には、処理がステップ S 4 0 5 に進む。

[0093] ステップ S 4 0 5 において、表面形状像生成部 1 2 は、X をインクリメントする。その後、処理がステップ S 4 0 2 に戻る。

[0094] ステップ S 4 0 6 において、 $Y = MAX_Y - 1$ の場合には、処理がステ

ップS 4 0 8に進み、 $Y = MAX_Y - 1$ でない場合には、処理がステップS 4 0 7に進む。

[0095] ステップS 4 0 7において、表面形状像生成部1 2は、 $X = 0$ とするとともに、 Y をインクリメントする。その後、処理がステップS 4 0 2に戻る。

[0096] ステップS 4 0 8において、フォースカーブのフォース $F A$ を指定した表面形状像の生成要求があった場合に、処理がステップS 4 0 9に進む。表面形状像の生成要求がない場合には、処理を終了する。

[0097] ステップS 4 0 9において、表面形状像生成部1 2は、表面形状像の画素の位置 (X, Y) を $(0, 0)$ に設定する。

[0098] ステップS 4 1 0において、形状値算出部5 2は、 (X, Y) についてのフォースカーブのアプローチカーブ上のフォース $F A$ に対する Z 位置 $Z A (X, Y)$ を形状値として求める。

[0099] ステップS 4 1 1において、表面形状像生成部1 2は、表面形状像の画素の位置 (X, Y) の画素値を形状値 $Z A (X, Y)$ とする。

[0100] ステップS 4 1 2において、 $X = MAX_X - 1$ の場合には、処理がステップS 4 1 4に進み、 $X = MAX_X - 1$ でない場合には、処理がステップS 4 1 3に進む。

[0101] ステップS 4 1 3において、表面形状像生成部1 2は、 X をインクリメントする。その後、処理がステップS 4 1 0に戻る。

[0102] ステップS 4 1 4において、 $Y = MAX_Y - 1$ の場合には、処理がステップS 4 1 6に進み、 $Y = MAX_Y - 1$ でない場合には、処理がステップS 4 1 5に進む。

[0103] ステップS 4 1 5において、表面形状像生成部1 2は、 $X = 0$ とするとともに、 Y をインクリメントする。その後、処理がステップS 4 1 0に戻る。

[0104] ステップS 4 1 6において、表面形状像生成部1 2は、表面形状像を表示装置5 1に表示する。その後、処理がステップS 4 0 8に戻る。

[0105] 図1 3は、フォースカーブのフォース $F A$ の指定の例を表わす図である。

図1 3では、第1のフォース $F A 1$ と第2のフォース $F A 2$ が指定されて

いる。

[0106] ステップS408において、フォースカーブのフォースFAの指定が異なる複数の表面形状像の生成要求があった場合には、形状値算出部52は、複数の指定されたフォースに対して、それぞれ形状値ZA(X, Y)を求める。表面形状像生成部12は、指定されたフォースが異なる複数の表面形状像を生成する。図13に示すように、第1のフォースと第2のフォースの指定があった場合には、フォースが異なる2つの表面形状像が得られる。

[0107] 図14は、試料SがHeLa細胞のときの第1のフォースFA1に対する表面形状像の例を表わす図である。図15は、試料SがHeLa細胞のときの第2のフォースFA2に対する表面形状像の例を表わす図である。

[0108] フォースの相違、つまり、HeLa細胞を押し込む力の相違によって、得られる表面形状像が相違する。押し込む力であるフォースFAを徐々に変化させて、複数個の表面形状像を作成して、これらの複数の表面形状像を動画のように連続して表示させることによって、細胞が変形していく様子を示すこともできる。

[0109] [第4の実施形態]

図16は、第4の実施形態の走査型プローブ顕微鏡550の構成を表わす図である。

[0110] 第4の実施形態の走査型プローブ顕微鏡550は、フォースカーブ作成部11に代えて、変位カーブ作成部91を備える。

[0111] 第1の実施形態では、フォースカーブ作成部11は、カンチレバー2の変位D[V]に、バネ定数K[N/m]と感度S[m/V]とを乗算してフォースを算出することによって、フォースカーブを作成した。

[0112] 本実施の形態では、変位カーブ作成部91は、カンチレバー2の変位の時間変化を表わす変位カーブを作成する。

[0113] 図17は、変位カーブの例を表わす図である。

図17において、横軸は、探針20を原点とした試料Sの垂直方向の位置Zを表わす。垂直方向の位置Zは、探針20と試料Sの垂直方向の距離を表

わす。図 16 の縦軸は、カンチレバー 2 の変位を表わす。

[0114] バネ定数 K [N/m] と感度 S [m/V] は、定数なので、本実施の形態の変位カーブは、フォースカーブと同じ形状となる。よって、第 1～第 3 の実施形態で説明した形状値および弾性回復量は、変位カーブでも求めることができる。

[0115] したがって、本実施の形態では、形状値算出部 52 は、フォースカーブを用いて形状値を算出したのと同じ方法で、変位カーブを用いて形状値を算出する。同様に、物性量算出部 53 は、フォースカーブを用いて弾性回復量を算出したのと同じ方法で、変位カーブを用いて弾性回復量を算出する。

[0116] (変形例)

本発明は、上記の実施形態に限定されるものではなく、たとえば、以下のような変形例も含む。

[0117] (1) 形状値

上記の実施形態では、アプローチカーブ上のあるフォース F に対する Z 位置を形状値としたが、これに限定されるものではない。たとえば、リリースカーブ上のあるフォース F に対する Z 位置を形状値としてもよい。あるいは、アプローチカーブ上のあるフォース F に対する Z 位置と、リリースカーブ上のあるフォース F に対する Z 位置を形状値としてもよい。

[0118] (2) 面積の計算

第 1 の実施形態では、物性量算出部 53 は、フォースカーブを構成するアプローチカーブの傾きの大きさが閾値 $TH1$ 以上となる Z 位置の最大値を面積計算のための終点 ZB として求めたが、これに限定されるものではない。物性量算出部 53 は、フォースカーブを構成するリリースカーブの傾きの大きさが閾値 $TH2$ 以上となる Z 位置の最大値を面積計算のための終点 ZB として求めてもよい。あるいは、物性量算出部 53 は、フォースカーブを構成するアプローチカーブの傾きの大きさが閾値 $TH1$ 以上、かつ、フォースカーブを構成するリリースカーブの傾きの大きさが閾値 $TH2$ 以上となる Z 位置の最大値を面積計算のための終点 ZB として求めてもよい。上記において

、閾値 $TH1$ と閾値 $TH2$ は、同一であってもよい。

[0119] (3) 駆動部

上記の実施形態では、駆動部が、試料 S を 3 次元方向に移動させたが、これに限定するものではない。駆動部が、探針 20 を 3 次元方向に移動させるものとしてもよい。

[0120] 今回開示された実施の形態はすべての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて請求の範囲によって示され、請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

[0121] (4) 測定部 1

図 18 は、測定部のハードウェア構成の例を表わす図である。

[0122] 図 1 の測定部 1 を構成するフォースカーブ作成部 11、形状値算出部 52、表面形状像生成部 12、物性量算出部 53、および物性量画像生成部 13 ハードウェアは、プロセッサ 1100 と、プロセッサ 1100 とバス 1300 で接続されたメモリ 1200 とを備える。制御部 40 は、CPU (Central Processing Unit) などのプロセッサ 1110 がメモリ 1200 に記憶されたプログラムを実行することにより、実現される。また、複数のプロセッサおよび複数のメモリが連携して上記構成要素の機能を実行するものとしてもよい。図 9 の測定部 81 を構成する変位カーブ作成部 91、形状値算出部 52、表面形状像生成部 12、物性量算出部 53、および物性量画像生成部 13 も同様である。

[0123] 今回開示された実施の形態はすべての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて請求の範囲によって示され、請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

符号の説明

[0124] 1, 81 測定部、2 カンチレバー、3 変位測定部、4 駆動部、11 フォースカーブ作成部、12 表面形状像生成部、13 物性量画像生

成部、20 探針、31 光源、32, 33 ミラー、34 光検出器、35 A/D変換器、41 D/A変換器、42 スキャナドライバ、43 スキャナ、50, 550 走査型プローブ顕微鏡、52 形状値算出部、53 物性値算出部、91 変位カーブ作成部、S 試料。

請求の範囲

- [請求項1] 探針と、
前記探針を指示する指示部材と、
試料を載置する載置部と、
前記試料と前記探針との間の距離を変化させる駆動部と、
前記指示部材の変位を測定する変位測定部と、
前記試料が前記探針に近づくときの前記探針と前記試料との間の距離と前記指示部材の変位を表わす量との関係を表わす第1のカーブと、
前記試料が前記探針から遠ざかるときの前記探針と前記試料との間の距離と前記指示部材の変位を表わす量との関係を表わす第2のカーブとを作成するカーブ作成部と、
前記第1のカーブと前記第2のカーブとの間の面積を表わす量を前記試料の物性量として求める物性量算出部とを備える、走査型プローブ顕微鏡。
- [請求項2] 前記試料の物性量は、前記試料の固さを表わす量である、請求項1記載の走査型プローブ顕微鏡。
- [請求項3] 前記カーブ作成部は、前記指示部材の変位を表わす量として、前記変位に基づく前記指示部材が受ける力を用いる、請求項2記載の走査型プローブ顕微鏡。
- [請求項4] 前記駆動部は、前記試料または前記探針を水平方向に走査し、
前記変位測定部は、前記水平方向の各位置での前記指示部材の変位を測定し、
前記カーブ作成部は、前記水平方向の各位置での前記第1のカーブおよび前記第2のカーブを作成し、
前記物性量算出部は、前記水平方向の各位置での前記物性量を求め、
前記水平方向の各位置に対する前記物性量を画素値とした画像を生成する画像生成部を備える、請求項2記載の走査型プローブ顕微鏡。

- [請求項5] 前記物性量算出部は、前記第1のカーブの傾きの大きさが閾値以上となる前記指示部材と前記試料との間の距離の範囲において、前記第1のカーブと前記第2のカーブとの間の面積を表わす量を前記試料の物性量として求める、請求項4記載の走査型プローブ顕微鏡。
- [請求項6] 前記物性量算出部は、前記第2のカーブの傾きの大きさが閾値以上となる前記指示部材と前記試料との間の距離の範囲において、前記第1のカーブと前記第2のカーブとの間の面積を表わす量を前記試料の物性量として求める、請求項4記載の走査型プローブ顕微鏡。
- [請求項7] 前記物性量算出部は、前記第1のカーブの傾きの大きさが第1の閾値以上であり、かつ前記第2のカーブの傾きの大きさが第2の閾値以上となる前記指示部材と前記試料との間の距離の範囲において、前記第1のカーブと前記第2のカーブとの間の面積を表わす量を前記試料の物性量として求める、請求項4記載の走査型プローブ顕微鏡。
- [請求項8] 前記物性量算出部は、前記指示部材と前記試料との間の距離が指定された範囲において、前記第1のカーブと前記第2のカーブとの間の面積を表わす量を前記試料の物性量として求める、請求項4記載の走査型プローブ顕微鏡。
- [請求項9] 前記物性量算出部は、複数の前記指定された範囲に対して、それぞれ前記物性量を求め、
前記画像生成部は、前記指定された範囲が異なる複数の前記画像を生成する、請求項8記載の走査型プローブ顕微鏡。
- [請求項10] 前記変位測定部は、前記探針と前記試料との間の距離の複数のポイントで変位を測定し、
前記物性量算出部は、前記複数のポイントの各々における前記第1のカーブ上の変位を表わす量と前記第2のカーブ上の変位を表わす量との差分値を算出し、前記差分値の総和を前記試料の物性量として求める、請求項1記載の走査型プローブ顕微鏡。
- [請求項11] 探針と、

前記探針を指示する指示部材と、
試料を載置する載置部と、
前記試料と前記探針との間の距離を変化させる駆動部と、
前記指示部材の変位を測定する変位測定部と、
前記試料が前記探針に近づくときの前記探針と前記試料との間の距離と、前記指示部材の変位を表わす量との関係を表わす第 1 のカーブと、前記試料が前記探針から遠ざかるときの前記探針と前記試料との間の距離と、前記指示部材の変位を表わす量との関係を表わす第 2 のカーブとを作成するカーブ作成部と、
前記第 1 のカーブ上または前記第 2 のカーブ上の指定された変位を表わす量に対応する前記指示部材と前記試料との間の距離を前記試料の表面形状を表わす形状値として求める形状値算出部とを備え、
前記駆動部は、前記試料または前記探針を水平方向に走査し、
前記変位測定部は、前記水平方向の各位置での前記指示部材の変位を測定し、
前記カーブ作成部は、前記水平方向の各位置での前記第 1 のカーブおよび前記第 2 のカーブを作成し、
前記形状値算出部は、前記水平方向の各位置での前記形状値を求め、
前記水平方向の各位置に対する前記形状値を画素値とした画像を生成する画像生成部を備え、
前記形状値算出部は、複数の前記指定された変位に対して、それぞれ前記形状値を求め、
前記画像生成部は、前記指定された変位が異なる複数の前記画像を生成する、走査型プローブ顕微鏡。

[請求項12] 前記指示部材は、カンチレバーである、請求項 1 または 11 記載の走査型プローブ顕微鏡。

[請求項13] 探針と、前記探針を指示する指示部材と、試料を載置する載置部と

、駆動部と、変位測定部と備えた走査型プローブ顕微鏡を用いた物性量測定方法であって、

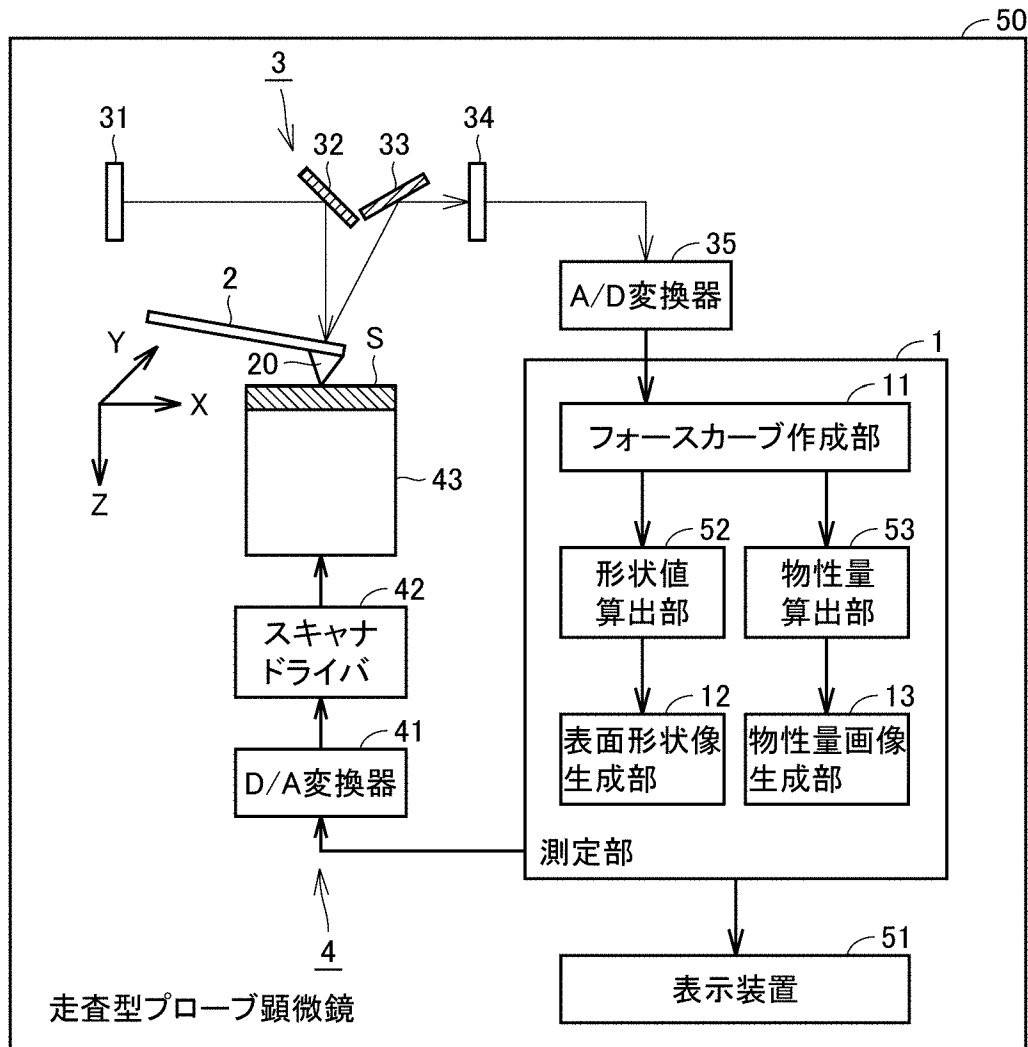
前記駆動部が、前記試料と前記探針との間の距離を変化させるステップと、

前記変位測定部が、前記指示部材の変位を測定するステップと、

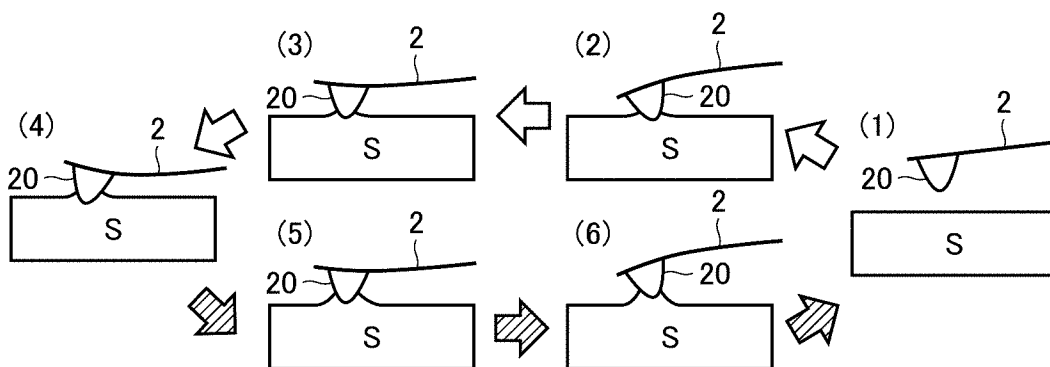
前記試料が前記探針に近づくときの前記探針と前記試料との間の距離と、前記指示部材の変位を表わす量との関係を表わす第1のカーブと、前記試料が前記探針から遠ざかるときの前記探針と前記試料との間の距離と、前記指示部材の変位を表わす量との関係を表わす第2のカーブとを作成するステップと、

前記第1のカーブと前記第2のカーブとの間の面積を表わす量を前記試料の物性量として求めるステップとを備える、走査型プローブ顕微鏡を用いた物性量測定方法。

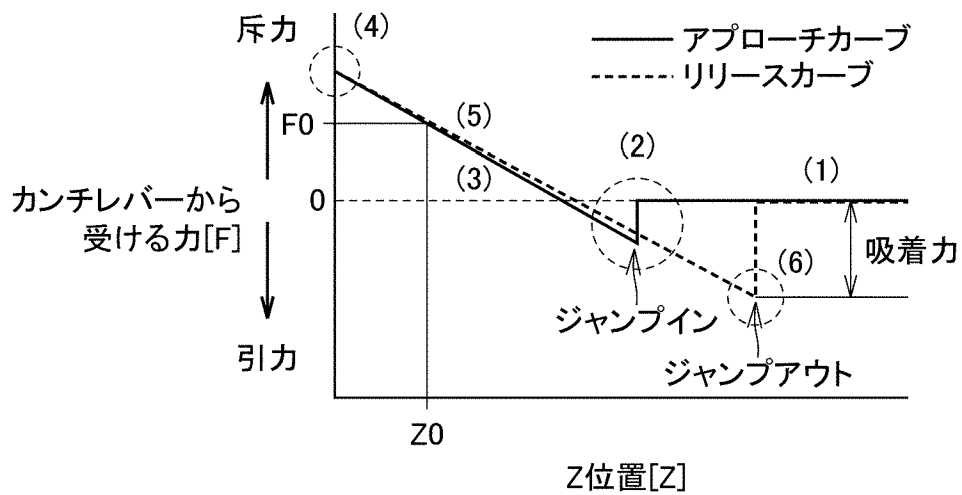
[図1]



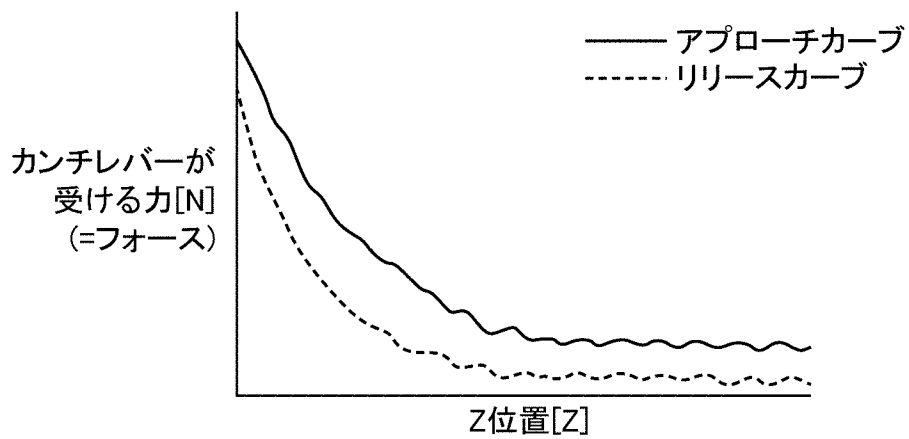
[図2]



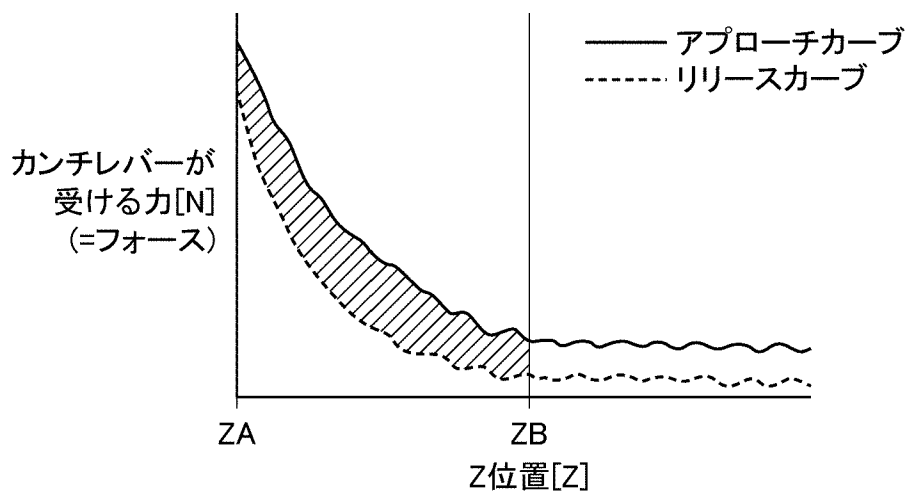
[図3]



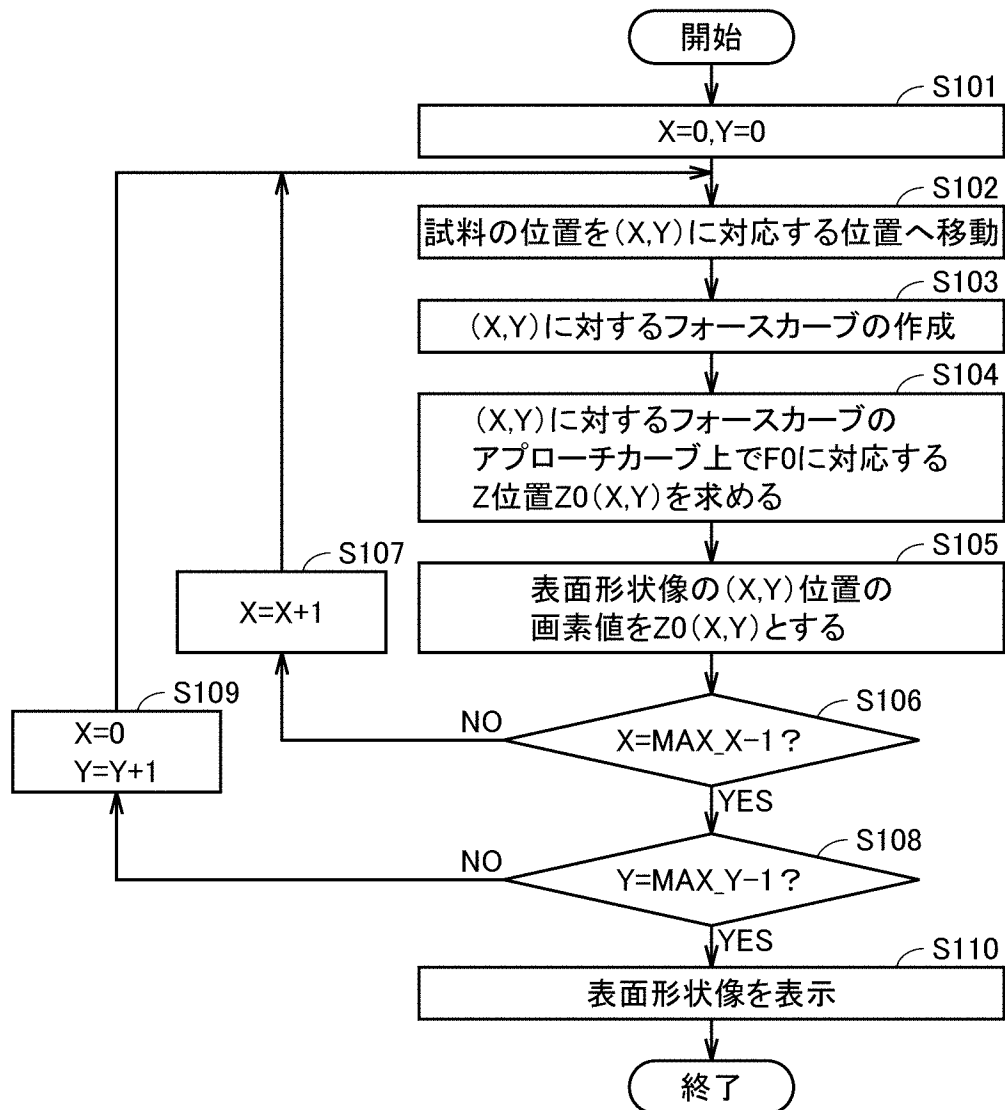
[図4]



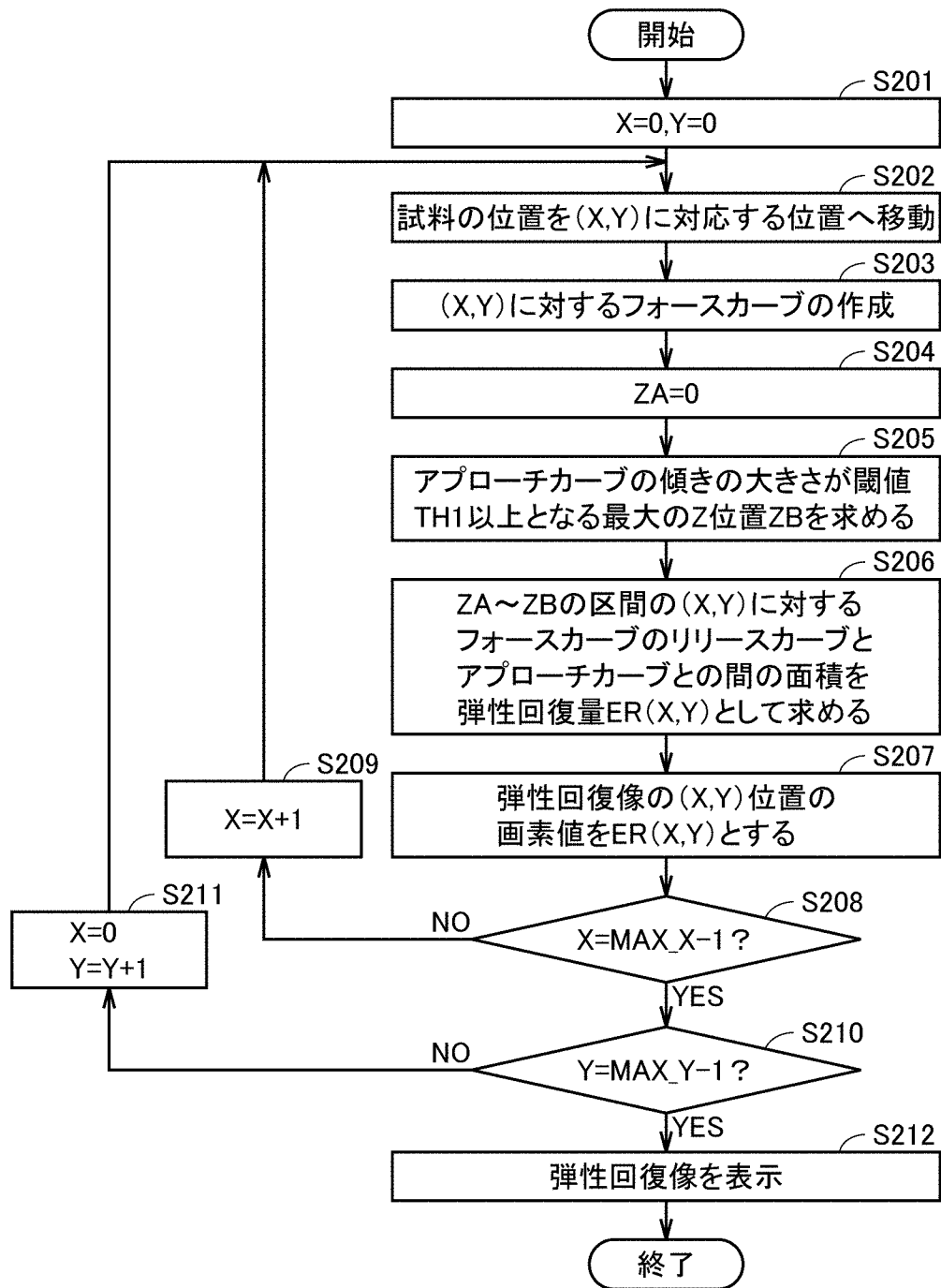
[図5]



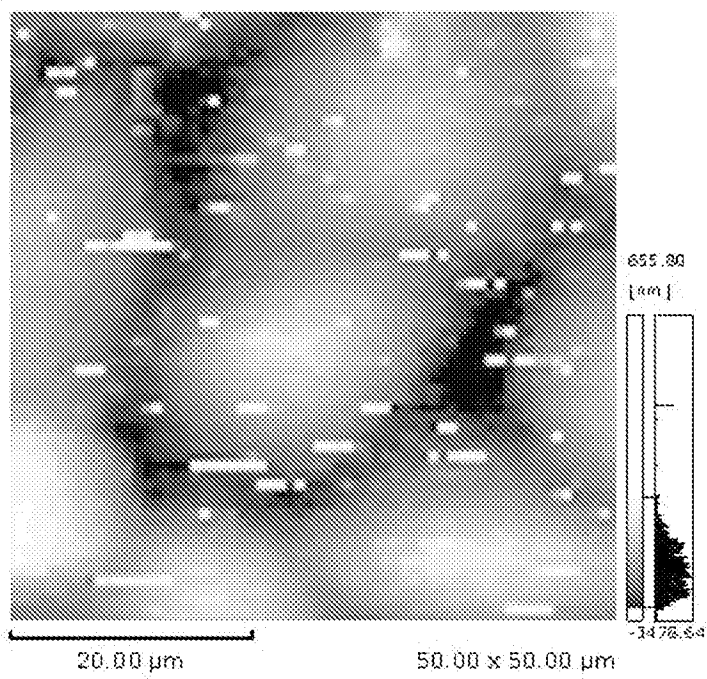
[図6]



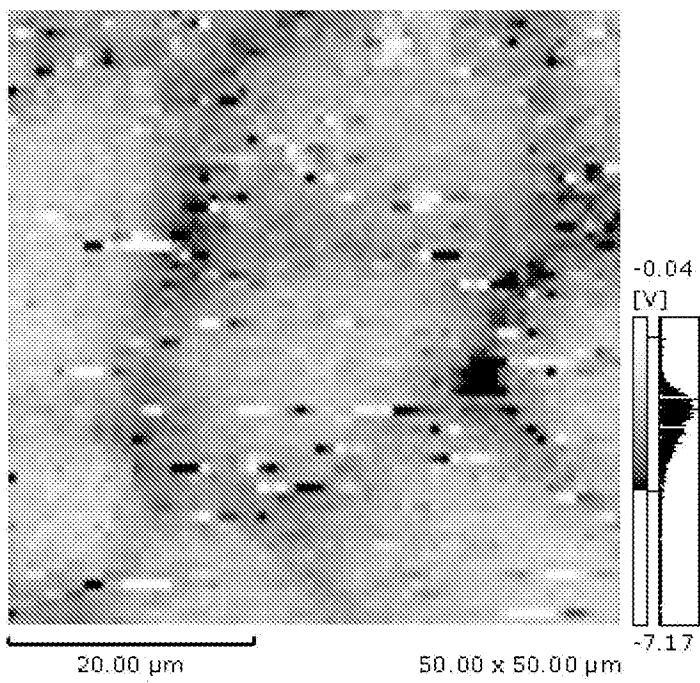
[図7]



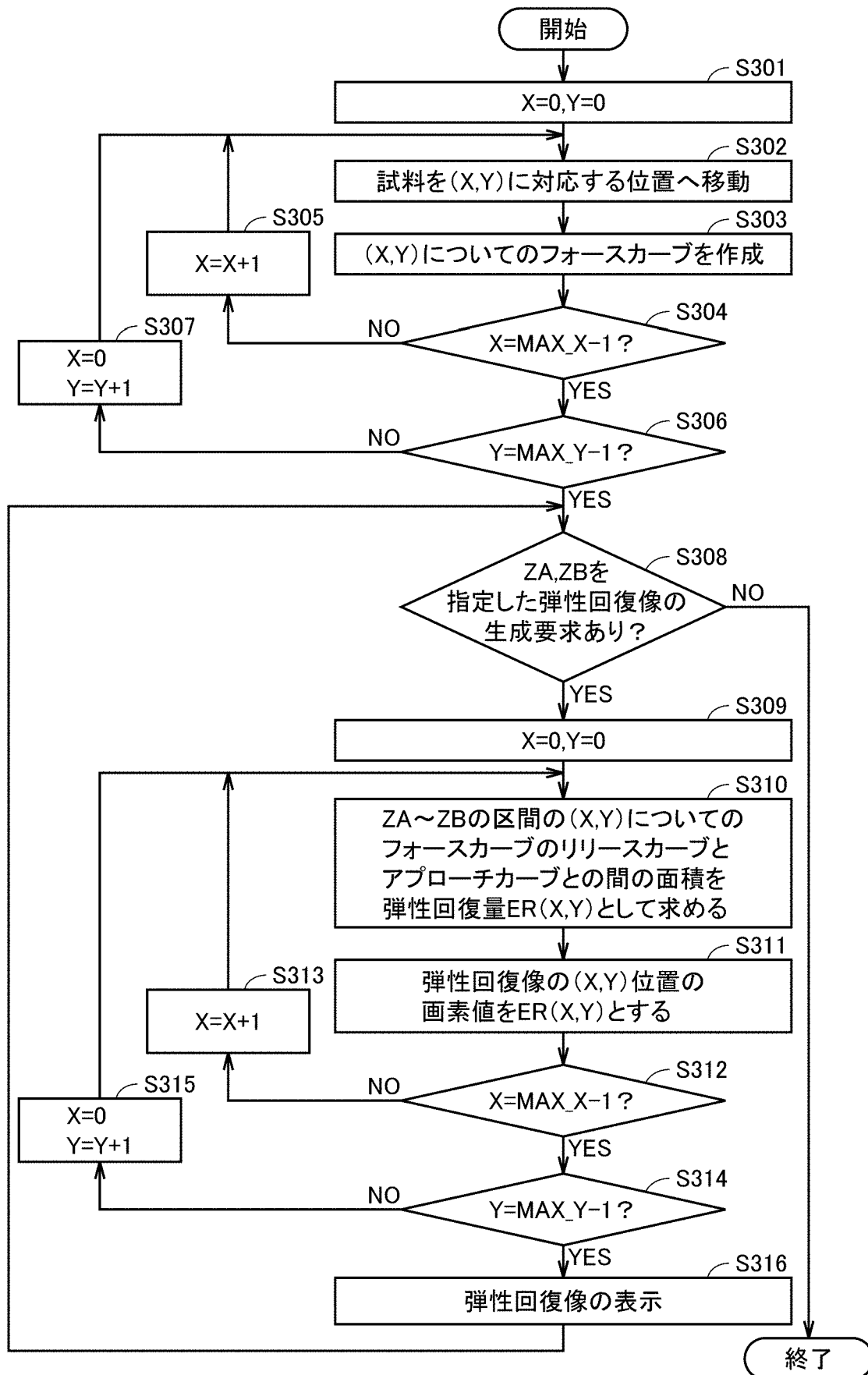
[図8]



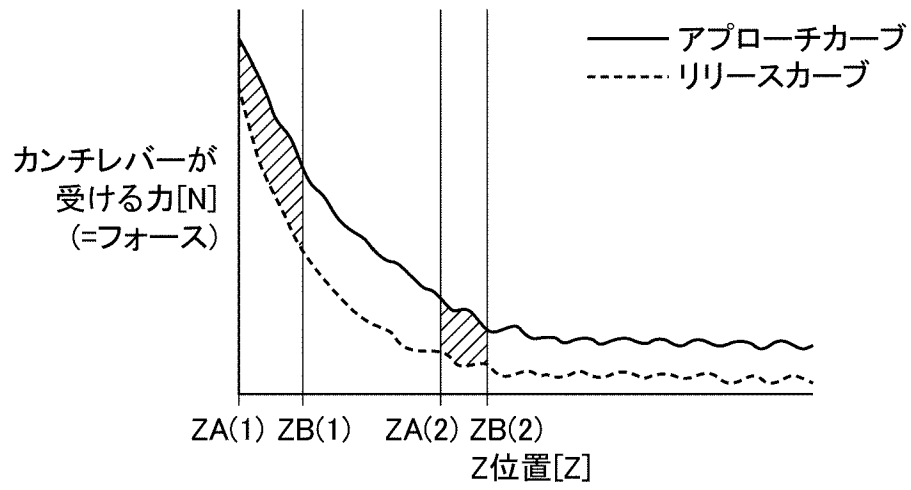
[図9]



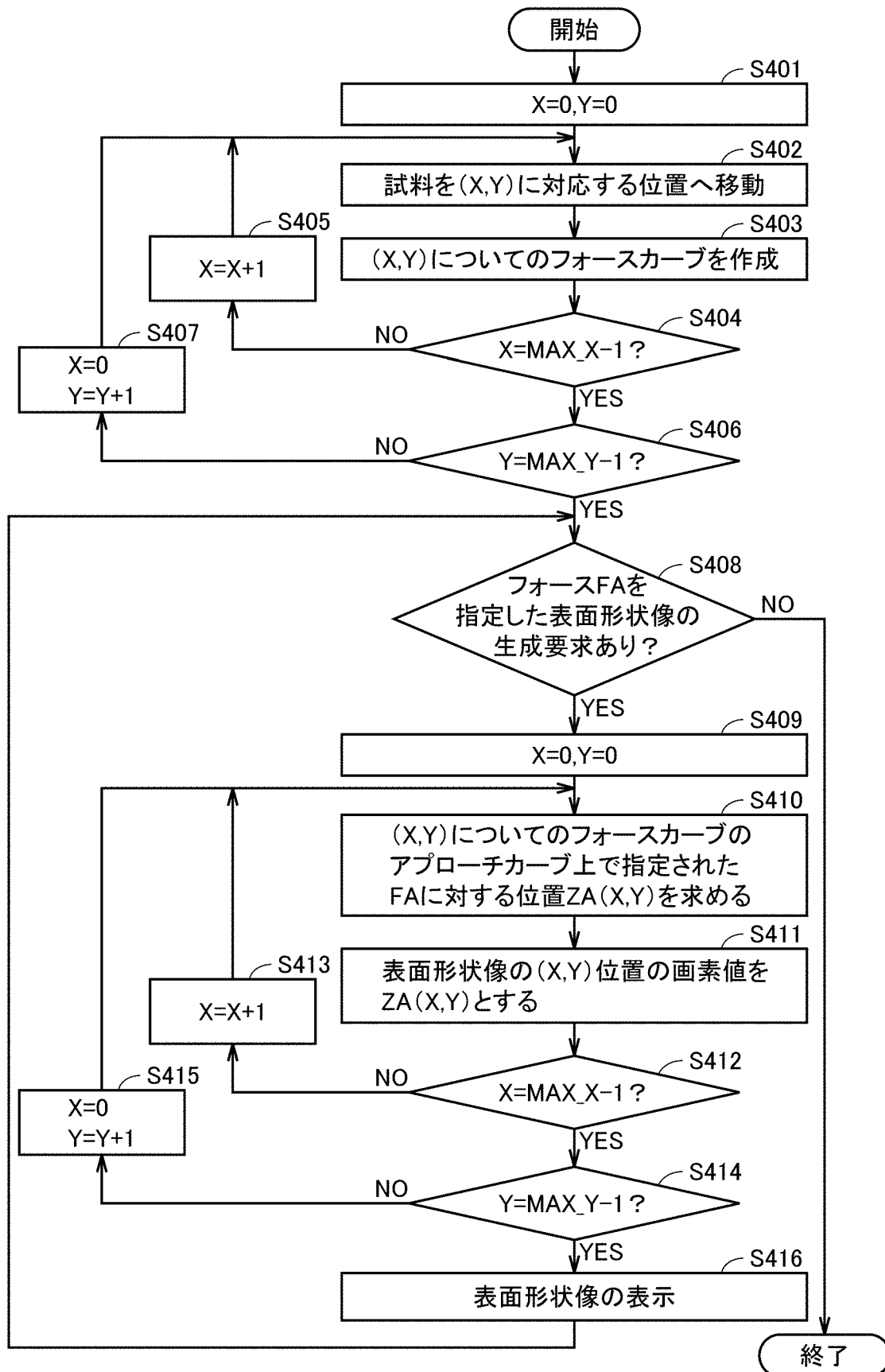
[図10]



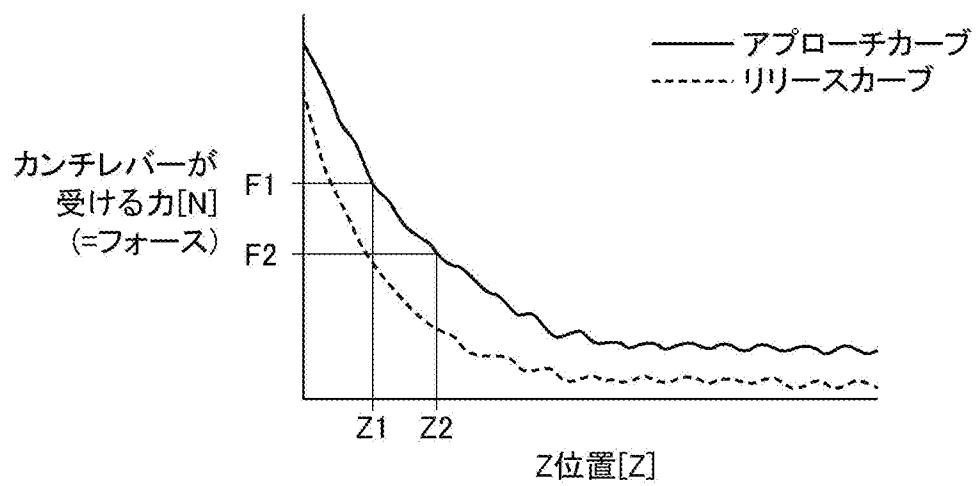
[図11]



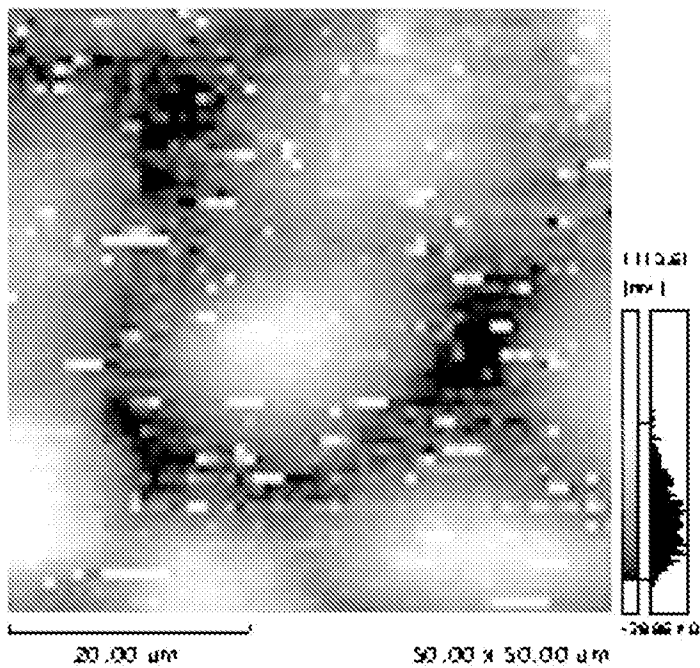
[図12]



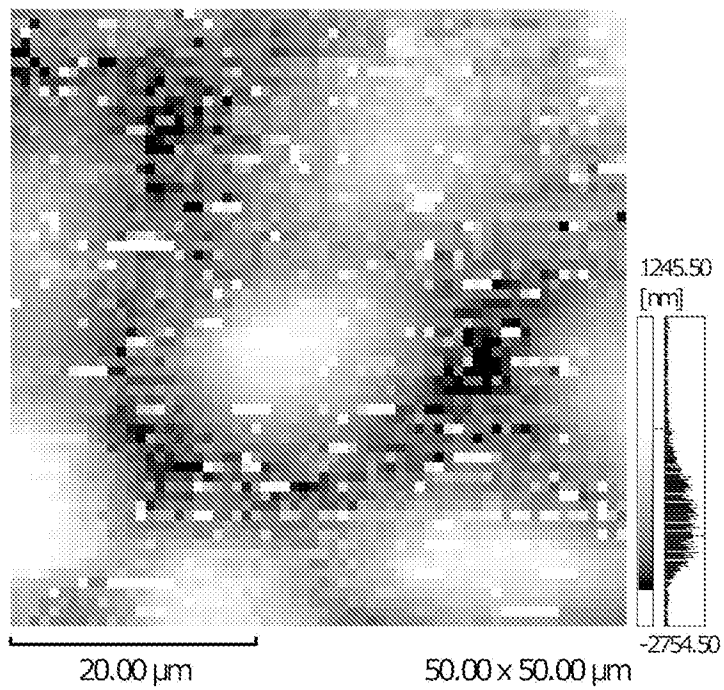
[図13]



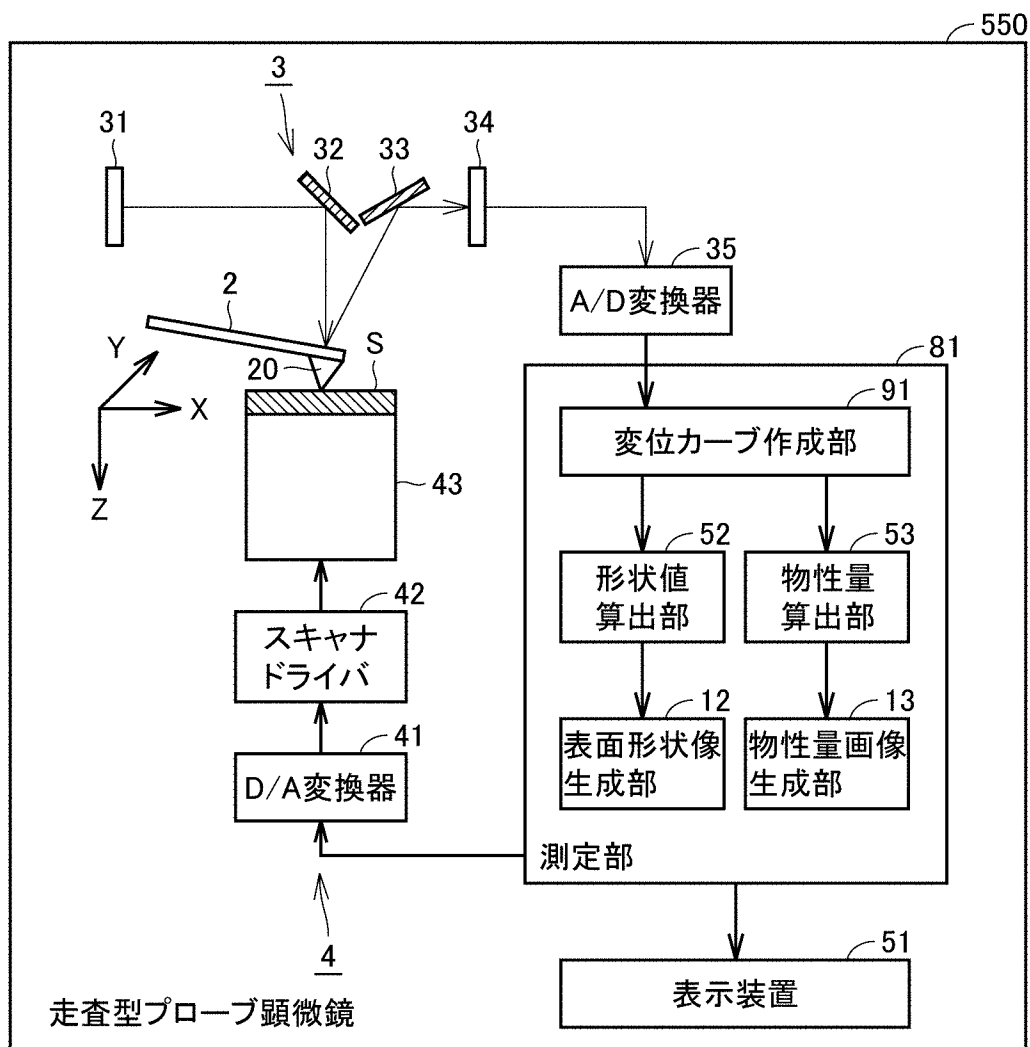
[図14]



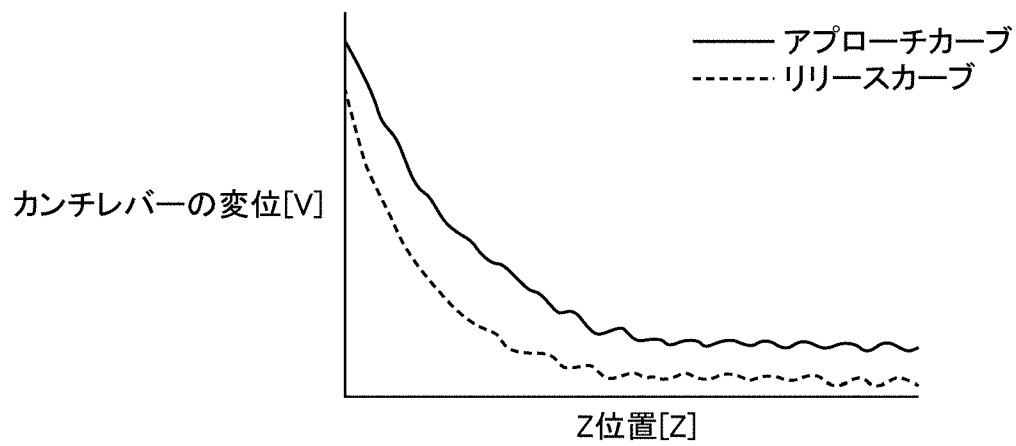
[図15]



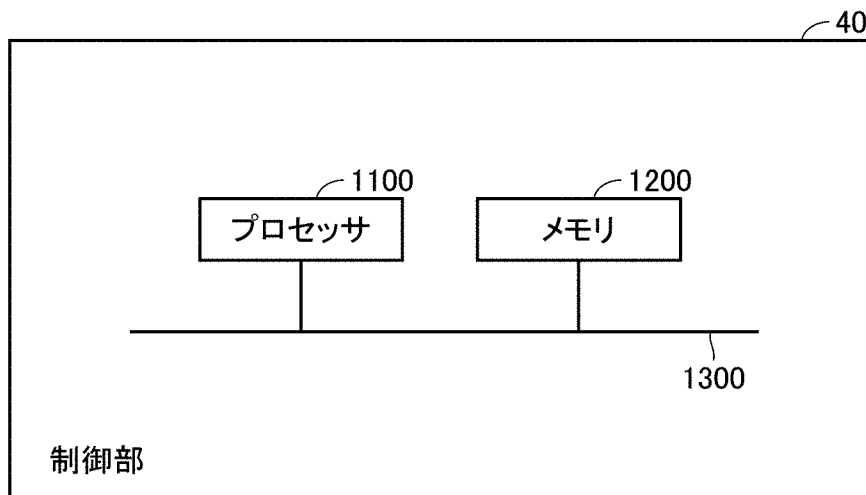
[図16]



[図17]



[図18]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/029917

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int. Cl. G01Q60/24 (2010.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int. Cl. G01Q60/24

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996

Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2018

Registered utility model specifications of Japan 1996-2018

Published registered utility model applications of Japan 1994-2018

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2018/044164 A2 (NEDERLANDSE ORGANISATIE VOOR	1-3, 10, 12-13
Y	TOEGEPAST-NATUURWETENSCHAPPELIJK ONDERZOEK TNO) 08	4
A	March 2018, page 7, line 24 to page 10, line 22, fig. 1, 2 & EP 3290929 A1	5-9, 11
Y	JP 6-307850 A (OLYMPUS OPTICAL CO., LTD.) 04	4
A	November 1994, paragraphs [0013]-[0029], fig. 1-6 (Family: none)	1-3, 5-13
A	JP 9-72925 A (NIKON CORP.) 18 March 1997, entire text, all drawings (Family: none)	1-13

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
29.10.2018

Date of mailing of the international search report
06.11.2018

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. G01Q60/24(2010.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. G01Q60/24

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2018年
日本国実用新案登録公報	1996-2018年
日本国登録実用新案公報	1994-2018年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X Y A	WO 2018/044164 A2 (NEDERLANDSE ORGANISATIE VOOR TOEGEPAST-NATUURWETENSCHAPPELIJK ONDERZOEK TNO) 2018.03.08, 第7頁第24行-第10頁第22行, 第1-2図 & EP 3290929 A1	1-3, 10, 12-13 4 5-9, 11
Y A	JP 6-307850 A (オリンパス光学工業株式会社) 1994.11.04, [0013]-[0029], 第1-6図 (ファミリーなし)	4 1-3, 5-13
A	JP 9-72925 A (株式会社ニコン) 1997.03.18, 全文, 全図 (ファミリーなし)	1-13

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

29.10.2018

国際調査報告の発送日

06.11.2018

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

萩田 裕介

2 J

3102

電話番号 03-3581-1101 内線 3252