

(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2018-91666

(P2018-91666A)

(43) 公開日 平成30年6月14日(2018.6.14)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
GO1Q 30/10 (2010.01)	GO1Q 30/10	
GO1Q 70/02 (2010.01)	GO1Q 70/02	
GO1Q 30/14 (2010.01)	GO1Q 30/14	
GO1Q 20/02 (2010.01)	GO1Q 20/02	

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2016-233494 (P2016-233494)	(71) 出願人	504160781 国立大学法人金沢大学 石川県金沢市角間町ヌ7番地
(22) 出願日	平成28年11月30日(2016.11.30)	(74) 代理人	100109210 弁理士 新居 広守
		(72) 発明者	内橋 貴之 石川県金沢市角間町ヌ7番地 国立大学法人金沢大学内
		(72) 発明者	足立 馨 石川県金沢市角間町ヌ7番地 国立大学法人金沢大学内
		(72) 発明者	古寺 哲幸 石川県金沢市角間町ヌ7番地 国立大学法人金沢大学内

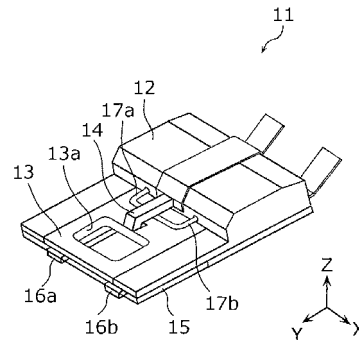
(54) 【発明の名称】 昇温ホルダおよびプローブ顕微鏡

(57) 【要約】

【課題】 試料を一定の温度で安定して昇温することができる昇温ホルダおよびプローブ顕微鏡を提供する。

【解決手段】 昇温ホルダ 11 は、溶液 41 を保持する穴部 13 a を有する溶液保持部 13 と、溶液保持部 13 の片面に設けられ、穴部 13 a の底面を構成する透明部材 15 と、透明部材 15 の溶液保持部 13 が配置された側と反対側の面に設けられた電極 16 a および 16 b とを備え、電極 16 a および 16 b に電流を流すことにより穴部 13 a に保持される観測用溶液 41 を昇温する。

【選択図】 図 2



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

溶液中で試料を計測するための前記溶液を昇温する昇温ホルダであって、
前記溶液を保持する穴部を有する溶液保持部と、
前記溶液保持部の片面に設けられ、前記穴部の底面を構成する透明部材と、
前記透明部材の前記溶液保持部が配置された側と反対側の面に設けられた電極とを備え

、
前記電極に電流を流すことにより前記穴部に保持される前記溶液を昇温する
昇温ホルダ。

【請求項 2】

10

前記昇温ホルダは、前記溶液保持部の前記透明部材が配置された側と反対側の面に、前記試料に対して相対的に走査される探針を支持する探針支持部を備え、

前記探針の先端は、前記透明部材が配置された側と反対側を向くように前記探針支持部に支持されている

請求項 1 に記載の昇温ホルダ。

【請求項 3】

前記透明部材は、ITO (Indium Tin Oxide) 膜を有する

請求項 2 に記載の昇温ホルダ。

【請求項 4】

前記透明部材は、前記 ITO 膜と前記溶液保持部との間に透明の絶縁体を有する

20

請求項 3 に記載の昇温ホルダ。

【請求項 5】

前記昇温ホルダは、前記溶液を供給する溶液供給部を備える

請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の昇温ホルダ。

【請求項 6】

請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の昇温ホルダと、

前記試料に対して相対的に走査される探針と、

前記試料を保持する試料ホルダと、

前記試料ホルダを走査するスキャナと、

前記探針に所定の周波数の電圧を印加する発振器と、

30

前記所定の周波数に対応する周波数で変化する振幅信号を検出する振幅検出部と、

前記振幅信号に基づいて画像を生成する画像処理部と、

前記画像を表示する表示部とを備える

プローブ顕微鏡。

【請求項 7】

前記昇温ホルダに保持されている前記溶液の温度を検出する温度センサ部と、

前記溶液の温度を所定の温度にするために前記昇温ホルダの温度を制御する温度制御部とを備える

請求項 6 に記載のプローブ顕微鏡。

【請求項 8】

40

前記温度制御部は、前記溶液保持部の穴部に保持されている前記溶液の温度変化から前記溶液の蒸発量を計算し、

前記プローブ顕微鏡は、前記計算した蒸発量に基づいて、前記溶液供給部により前記溶液を前記溶液保持部の前記穴部に供給する

請求項 5 に従属する請求項 6 に記載のプローブ顕微鏡。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、プローブ顕微鏡において、観測試料を昇温するための昇温ホルダに関する。

【背景技術】

50

【0002】

プローブ顕微鏡は、プローブ（探針）を試料に対して走査することにより、凹凸などの試料表面の物理情報または試料の化学的性質を信号として取得することができる装置である。

【0003】

プローブ顕微鏡には、例えば、原子間力顕微鏡（AFM）、走査型トンネル顕微鏡（STM）、走査型磁気力顕微鏡（MFM）、走査型電気容量顕微鏡（SCAM）、走査型近接場光顕微鏡（SNOM）、走査型熱顕微鏡（SThM）、走査型イオン電動顕微鏡（SIEM）などがある。これらの走査型プローブ顕微鏡では、プローブまたは試料を水平方向（XY方向）と垂直方向（Z方向）に走査し、得られた試料の物理情報または化学的性質を順次表示することにより、試料の物理情報または化学的性質を動的に画像として表す（例えば、特許文献1参考）。

10

【0004】

特許文献1に記載の走査型プローブ顕微鏡は、合成高分子の一本鎖の動態の観察が可能な高速走査型プローブ顕微鏡である。当該走査型プローブ顕微鏡では、溶液中に配置された試料の表面に探針を走査することにより観測試料の動態の観察を行っている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】特開2012-32389号公報

20

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

従来の走査型プローブ顕微鏡では、試料を昇温しながら観測を行う場合、試料または試料を浸漬する溶液を、ペルチェ素子またはヒータ等の加熱手段を用いたり赤外線を照射したりすることにより昇温していた。しかし、試料または溶液を一定の温度で均一に昇温することが難しく、試料の位置によって温度にムラが生じるという問題があった。

【0007】

上記課題に鑑み、本発明は、試料を一定の温度で安定して昇温することができる昇温ホルダおよびプローブ顕微鏡を提供することを目的とする。

30

【課題を解決するための手段】

【0008】

上記の課題を解決するため、本発明の一態様にかかる昇温ホルダは、溶液中で試料を計測するための前記溶液を昇温する昇温ホルダであって、前記溶液を保持する穴部を有する溶液保持部と、前記溶液保持部の片面に設けられ、前記穴部の底面を構成する透明部材と、前記透明部材の前記溶液保持部が配置された側と反対側の面に設けられた電極とを備え、前記電極に電流を流すことにより前記穴部に保持される前記溶液を昇温する。

【0009】

これにより、電極に電流を流すことにより、溶液保持部の穴部に保持されている観測用の溶液を、穴部の底面側から均一に昇温することができる。したがって、溶液に浸漬される、観測対象物である試料を均一に昇温することができる。

40

【0010】

また、前記昇温ホルダは、前記溶液保持部の前記透明部材が配置された側と反対側の面に、前記試料に対して相対的に走査される探針を支持する探針支持部を備え、前記探針の先端は、前記透明部材が配置された側と反対側を向くように前記探針支持部に支持されている。

【0011】

これにより、探針の先端が上向きになるように指示されている場合に、探針が配置された側と反対側である探針の下側から、透明部材を透過して探針にレーザ光を照射することができる。また、探針で反射され透明部材を透過したレーザ光を検出することができる。

50

【0012】

また、前記透明部材は、ITO (Indium Tin Oxide) 膜を有してもよい。

【0013】

これにより、ITO膜に電圧を印加して電流を流すことにより、溶液保持部の穴部に保持されている溶液を均一に昇温することができる。

【0014】

また、前記透明部材は、前記ITO膜と前記溶液保持部との間に透明の絶縁体を有してもよい。

【0015】

これにより、ITO膜に電圧を印加する場合であっても、溶液保持部に電圧が印加されることはなく、絶縁性を保つことができる。また、透明の絶縁体を透過して探針にレーザー光を照射することができる。また、探針で反射され透明の絶縁体を透過したレーザー光を検出することができる。

【0016】

また、前記昇温ホルダは、前記溶液を供給する溶液供給部を備えてもよい。

【0017】

これにより、昇温された溶液が蒸発した場合であっても、溶液供給部により溶液保持部に溶液を供給することができる。よって、蒸発した溶液を補償することができる。

【0018】

また、上記の課題を解決するため、本発明の一態様にかかるプローブ顕微鏡は、上述した特徴を有する昇温ホルダと、前記試料に対して相対的に走査される探針と、前記試料を保持する試料ホルダと、前記試料ホルダを走査するスキャナと、前記探針に所定の周波数の電圧を印加する発振器と、前記所定の周波数に対応する周波数で変化する振幅信号を検出する振幅検出部と、前記振幅信号に基づいて画像を生成する画像処理部と、前記画像を表示する表示部とを備える。

【0019】

これにより、昇温ホルダの溶液保持部の穴部に保持された溶液を昇温することにより、溶液に浸漬される試料を均一に昇温することができるので、試料を均一に昇温しながらプローブ顕微鏡により試料の表面の状態または動態を観測することができる。

【0020】

また、前記昇温ホルダに保持されている前記溶液の温度を検出する温度センサ部と、前記溶液の温度を所定の温度にするために前記昇温ホルダの温度を制御する温度制御部とを備えてもよい。

【0021】

これにより、溶液の温度を計測しながらフィードバック制御することにより、溶液を一定温度に均一に安定して昇温することができる。

【0022】

また、前記温度制御部は、前記溶液保持部の穴部に保持されている前記溶液の温度変化から前記溶液の蒸発量を計算し、前記プローブ顕微鏡は、前記計算した蒸発量に基づいて、前記溶液供給部により前記溶液を前記溶液保持部の前記穴部に供給してもよい。

【0023】

これにより、試料を浸漬する溶液を昇温しながら試料の表面の状態または動態の観測を行う場合であっても、蒸発した溶液を供給することができるので、安定した条件下で試料の観測を行うことができる。

【発明の効果】

【0024】

本発明により、試料を一定の温度で安定して昇温することができる昇温ホルダおよびプローブ顕微鏡を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

10

20

30

40

50

【 0 0 2 5 】

【 図 1 】 実施の形態にかかるプローブ顕微鏡の構成を示すブロック図

【 図 2 】 実施の形態にかかる昇温ホルダの構成を示す斜視図

【 図 3 A 】 図 2 に示した昇温ホルダを + Z 方向表面からみた平面図

【 図 3 B 】 図 2 に示した昇温ホルダを - Z 方向表面からみた平面図

【 図 3 C 】 図 2 に示した昇温ホルダを + X 方向表面からみた平面図

【 図 3 D 】 図 2 に示した昇温ホルダを + Y 方向表面からみた平面図

【 図 4 】 実施の形態にかかる昇温ホルダの昇温機構を説明するための概略図

【 図 5 】 実施の形態にかかる昇温ホルダにおける溶液補償を説明するための概略図

【 図 6 】 実施の形態にかかるプローブ顕微鏡を用いた観測方法を示す概略図

10

【 図 7 】 実施の形態にかかるプローブ顕微鏡を用いた観測例であり、(a) は溶液の温度を室温とした場合の観測像、(b) は溶液の温度を 3 7 ℃ とした場合の観測像、(c) は溶液の温度を 4 3 ℃ とした場合の観測像

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 2 6 】

以下、図面を用いて、本発明にかかる実施の形態について説明する。なお、図面において、同一の符号が付された構成要素は、同一または同種の構成要素を示す。

【 0 0 2 7 】

また、以下で説明する実施の形態は、本発明の好ましい一具体例を示す。以下の実施の形態で示される数値、形状、材料、構成要素、構成要素の配置位置および接続形態等は、一例であり、本発明を限定する主旨ではない。また、以下の実施の形態における構成要素のうち、本発明の最上位概念を示す独立請求項に記載されていない構成要素については、より望ましい形態を構成する任意の構成要素として説明される。

20

【 0 0 2 8 】

(実施の形態)

[プローブ顕微鏡の構成]

はじめに、本実施の形態にかかるプローブ顕微鏡 1 の構成について、図 1 を用いて説明する。図 1 は、本実施の形態にかかるプローブ顕微鏡 1 の構成を示すブロック図である。

【 0 0 2 9 】

プローブ顕微鏡 1 は、観測対象物である試料 2 0 の表面状態、動態等を、所定の溶液中で所定の温度に昇温しながら観測することができる顕微鏡である。プローブ顕微鏡 1 は、カンチレバー 1 0 の探針 1 0 a の先端を試料に接触させて走査する接触式の顕微鏡としてもよいし、カンチレバー 1 0 の探針 1 0 a の先端が試料 2 0 に間欠的に接触する間欠接触法式でもよい、あるいはカンチレバー 1 0 の探針 1 0 a の先端から所定間隔離して走査する非接触式の顕微鏡としてもよい。

30

【 0 0 3 0 】

図 1 に示すように、プローブ顕微鏡 1 は、カンチレバー 1 0 が支持された昇温ホルダ 1 1 と、試料 2 0 が保持される試料ステージ 2 2 と、試料ステージ 2 2 を三次元方向 (X 方向、Y 方向、Z 方向) に移動させるスキャナ 2 4 と、レーザユニット 3 0 と、センサ 3 1 と、振幅検出部 3 3 と、フィードバック制御部 3 4 と、コンピュータ 3 5 と、発振器 3 6 と、モニタ 3 7 と、コントローラ 3 8 とを備えている。

40

【 0 0 3 1 】

カンチレバー 1 0 は、例えば、窒化シリコンで構成されている。カンチレバー 1 0 は、探針 1 0 a と、梁部 1 0 b とを有している。探針 1 0 a は、梁部 1 0 b の一端側の片面に設けられており、先端が尖った形状に形成されている。カンチレバー 1 0 は、探針 1 0 a が形成された側と反対側の梁部 1 0 b の根元部分が、昇温ホルダ 1 1 に支持されている。すなわち、カンチレバー 1 0 の探針 1 0 a が配置された側の梁部 1 0 b は自由端となっている。このとき、探針 1 0 a が上向き、すなわち、試料 2 0 が配置される試料ステージ 2 2 側に向くように配置されている。

【 0 0 3 2 】

50

昇温ホルダ 11 は、後に詳述する試料観測用の溶液 41 を保持する溶液保持部 13 (図 2 参照) を有している。溶液 41 は、例えば、PBS (Phosphate buffered saline : リン酸緩衝生理食塩水) 溶液である。なお、溶液 41 は、塩濃度を維持するために純水を用いてもよい。

【 0033 】

溶液保持部 13 には、例えば 100 μ l 程度の溶液 41 が保持される。カンチレバー 10 の先端に配置された探針 10a は、溶液保持部 13 に保持された溶液 41 に浸るように溶液保持部 13 の内部に配置されている。なお、昇温ホルダ 11 の構成については、後に詳述する。

【 0034 】

試料ステージ 22 は、試料 20 をカンチレバー 10 の探針側に向けて保持するための試料ホルダである。試料ステージ 22 は、スキャナ 24 に搭載されている。試料ステージ 22 は、例えば、吸着機構 (図示せず) を備えることにより、試料 20 を吸着して保持してもよい。なお、試料 20 は、試料ステージに接着されるとしてもよい。

【 0035 】

スキャナ 24 は、試料ステージ 22 を X 方向、Y 方向、Z 方向に移動させることにより試料 20 を探針 10a に対して相対的に走査するための走査機構である。スキャナ 24 は、例えば、直径が 2 mm、高さが 2 mm 程度の柱状の圧電素子 (ピエゾ素子) により構成されている。スキャナ 24 の X 方向および Y 方向の走査はコンピュータ 35 により制御され、Z 方向の走査は後に詳述するフィードバック制御部 34 により制御される。具体的には、フィードバック制御部 34 からフィードバック信号 (FB 信号) がスキャナドライバ (図示せず) に供給され、増幅されてスキャナ 24 に供給される。

【 0036 】

レーザユニット 30 は、センサ 31 と共に光てこ式の変位センサを構成している。レーザユニット 30 は、カンチレバー 10 にレーザ光を照射するためのレーザ発光装置である。レーザユニット 30 から出射されたレーザ光は、のちに詳述する昇温ホルダ 11 の透明部材 15 を透過して、カンチレバー 10 の梁部 10b の自由端近傍であって探針 10a が設けられた面と反対側の面で反射する。カンチレバー 10 は、試料 20 の表面の状態または動態に合わせて振動するので、梁部 10b の自由端近傍で反射したレーザ光も試料 20 の表面の状態または動態に合わせて反射位置および反射強度が変化することとなる。

【 0037 】

センサ 31 は、例えばフォトダイオードで構成された受光センサである。カンチレバー 10 において反射したレーザ光は、後に詳述する昇温ホルダ 11 の透明部材 15 を透過し、センサ 31 で受光される。つまり、センサ 31 は、カンチレバー 10 で反射したレーザ光を受光することにより、試料 20 の表面の状態または動態に対応した変位信号を検出する。

【 0038 】

発振器 36 は、カンチレバー 10 に設置された圧電素子に周波数 f の正弦波 ($\sin 2\pi f t$) を印加するための発振器である。ここで、周波数 f は、カンチレバー 10 の共振周波数近傍に設定され、圧電素子の振動によりカンチレバー 10 が周波数 f で振動する。探針 10a が試料に接触すると、梁部 10b の変位もしくは振幅信号が変化し、この変位信号に基づいて、後述するようにスキャナ 24 の Z 方向の移動のフィードバック制御が行われる。

【 0039 】

振幅検出部 33 は、センサ 31 で検出された変位信号のうち、振幅変化を検出する振幅検出部である。振幅検出部 33 で検出された信号は、フィードバック制御部 34 に供給される。

【 0040 】

フィードバック制御部 34 は、振幅が予め設定されたセットポイント (目標値) と一致し続けるように、スキャナ 24 を Z 方向に制御する。フィードバック制御部 34 は、例え

10

20

30

40

50

ば、振幅からセットポイントを減算して偏差信号を生成する減算器と、偏差信号を増幅するPID回路とを有し、スキャナ24を制御するためのFB信号を生成する。FB信号は、コンピュータ35に供給される。

【0041】

コンピュータ35は、例えばパーソナルコンピュータ等で構成され、プローブ顕微鏡1の全体を制御する。また、コンピュータ35は、ユーザインターフェース機能を提供する。ユーザからの各種の指示がコンピュータ35に入力されると、コンピュータ35はユーザの入力に従ってプローブ顕微鏡1を制御する。また、コンピュータ35はコントローラ38に接続され昇温ホルダの溶液温度を設定し、記録する。上述したフィードバック制御のセットポイントも、コンピュータ35からフィードバック制御部34に供給される。また、コンピュータ35は、フィードバック制御部34を介して、FB信号に基づいてスキャナ24のX方向およびY方向の移動を制御する。さらに、コンピュータ35は、フィードバック制御部34から供給された振幅信号に基づいて試料表面の画像を生成し、画像処理部であり、生成した画像をモニタ37に出力する。

10

【0042】

モニタ37は、供給された信号に基づいて画像を表示する表示部であり、コンピュータ35から出力された試料の表面状態または動態に関する情報を画像として表示する。

【0043】

コントローラ38は、昇温ホルダ11に保持されている溶液の温度を所定値に調整するための温度制御部である。コントローラ38は、後述するように、電極16aおよび電極16bに接続される配線50(図4参照)と、先端が溶液保持部13の穴部13aの内部に配置され、溶液41の温度を計測する温度センサ部である熱電対52(図4参照)とを有している。

20

【0044】

コントローラ38は、熱電対52により溶液保持部13の穴部13aの内部に保持された溶液41の温度を計測し、計測された温度に基づいて配線50を介して電極16aおよび電極16bに電圧を印加する。これにより、溶液保持部13の内部に保持された溶液41を所定の温度に調整する。

【0045】

また、コントローラ38は、計測された温度に基づいて、蒸発した溶液41の量を計算する。そして、計算された溶液41の蒸発量に基づいて、溶液供給部40から溶液保持部13の穴部13aに溶液41を補償する。なお、溶液41の蒸発量の計算は、コンピュータ35において行ってもよい。この場合、コントローラ38は、熱電対52により計測された温度および時間をコンピュータ35に供給するとしてもよい。

30

【0046】

[昇温ホルダの構成]

次に、昇温ホルダ11の構成について図2~図4を用いて説明する。

【0047】

図2は、本実施の形態にかかる昇温ホルダ11の構成を示す斜視図である。図3Aは、図2に示した昇温ホルダ11を+Z方向表面からみた平面図である。図3Bは、図2に示した昇温ホルダ11を-Z方向表面からみた平面図である。図3Cは、図2に示した昇温ホルダ11を+X方向表面からみた平面図である。図3Dは、図2に示した昇温ホルダ11を+Y方向表面からみた平面図である。図4は、本実施の形態にかかる昇温ホルダ11の昇温機構を説明するための概略図である。なお、図2~図4では、カンチレバー10の図示を省略している。

40

【0048】

図2に示すように、昇温ホルダ11は、ホルダ本体部12と、溶液保持部13と、探針支持部14と、透明部材15と、電極16aおよび電極16bとを備えている。

【0049】

ホルダ本体部12は、溶液保持部13と、探針支持部14と、透明部材15と、電極1

50

6 a および電極 1 6 b とを接合した、昇温ホルダ 1 1 の本体である。ホルダ本体部 1 2 は、例えば、S U S 等のステンレス鋼またはアルミニウム等の金属で形成されている。なお、ホルダ本体部 1 2 の形状は、図 2 に示した形状に限らず、溶液保持部 1 3 と、探針支持部 1 4 と、透明部材 1 5 と、電極 1 6 a および電極 1 6 b を接合することができる形状であれば他の形状であってもよい。また、ホルダ本体部 1 2 を構成する材料は、上述した材料に限らず他の材料であってもよい。

【 0 0 5 0 】

溶液保持部 1 3 は、観測試料を浸して昇温するための溶液 4 1 を保持する穴部 1 3 a が形成された保持部である。溶液保持部 1 3 は、例えば、ピーク（絶縁プラスチック樹脂）またはテフロン（登録商標）等の樹脂により構成されている。図 2 および図 3 A に示すように、穴部 1 3 a は、溶液保持部 1 3 の中央部分において、溶液保持部 1 3 の両面を貫通するように形成されている。なお、穴部 1 3 a の底面には、図 2 および図 3 B に示すように、後に説明する透明部材 1 5 が配置されている。穴部 1 3 a の大きさおよび形状は、試料ステージ 2 2 よりも大きく、例えば 1 0 mm × 5 mm 程度の長方形の形状である。穴部 1 3 a は例えば、切削、エッチング等の方法で形成される。

【 0 0 5 1 】

なお、溶液保持部 1 3 を構成する材料は、上述したものに限らず、他の材料であってもよい。また、穴部 1 3 a の大きさおよび形状は、試料ステージ 2 2 に保持された試料 2 0 が入る大きさおよび形状であればどのような大きさおよび形状であってもよい。

【 0 0 5 2 】

探針支持部 1 4 は、探針であるカンチレバー 1 0 を支持するための支持部である。探針支持部 1 4 の下すなわち溶液保持部 1 3 と対向する面側には、圧電素子（図示せず）が配置されている。この圧電素子に電圧を印加して振動させることにより、探針支持部 1 4 を振動させることができる。カンチレバー 1 0 は、例えばバネ式クランプにより探針支持部 1 4 に固定されている。このとき、少なくともカンチレバー 1 0 の探針 1 0 a が設けられた梁部 1 0 b の先端部分が、Z 方向から見たときに穴部 1 3 a の内部に配置される位置に接合されている。また、カンチレバー 1 0 は、探針 1 0 a が上向き、すなわち、図 2 に示す + Z 方向に向くように探針支持部 1 4 に接合されている。

【 0 0 5 3 】

なお、探針支持部 1 4 は、図 2 に示すように、発振器 3 6 から所定の周波数の電圧を、探針支持部 1 4 の下に設けられた圧電素子に印加するための配線 1 7 a および配線 1 7 b を備えていてもよい。

【 0 0 5 4 】

透明部材 1 5 は、図 3 B に示すように、ホルダ本体部 1 2 および溶液保持部 1 3 の下面、すなわち - Z 方向の面に配置されている。透明部材 1 5 は、例えば、ガラス基板 1 5 a と、ガラス基板 1 5 a の片面に形成された I T O (I n d i u m T i n O x i d e) 膜 1 5 b により構成されている。透明部材 1 5 は、例えば、接着剤によりホルダ本体部 1 2 および溶液保持部 1 3 に接合されている。このとき、透明部材 1 5 は、溶液保持部 1 3 の穴部 1 3 a を塞ぐようにホルダ本体部 1 2 および溶液保持部 1 3 に接合されている。したがって、I T O 膜 1 5 b は、ガラス基板 1 5 a の、ホルダ本体部 1 2 が接合された側と反対側の面に配置されている。つまり、ホルダ本体部 1 2 および溶液保持部 1 3 と導電性を有する I T O 膜 1 5 b との間に、透明かつ絶縁性を有するガラス基板 1 5 a が配置されている。これにより、ホルダ本体部 1 2 および溶液保持部 1 3 を、I T O 膜 1 5 b から電氣的に絶縁することができる。

【 0 0 5 5 】

なお、透明部材 1 5 は、ガラス基板 1 5 a のみで構成されていてもよいし、I T O 膜のみで構成されていてもよい。また、透明部材 1 5 は、ガラス基板 1 5 a、I T O 膜 1 5 b 以外の透明材料で構成されていてもよい。また、I T O 膜以外の高抵抗導通膜をガラスに蒸着してもよい。

【 0 0 5 6 】

電極 16 a および電極 16 b は、溶液保持部 13 に保持された溶液 41 を昇温するために、透明部材 15 に電圧を印加するための電極である。電極 16 a および電極 16 b は、例えば、銅により構成されている。より具体的には、電極 16 a および電極 16 b は、ITO 膜 15 b に接続されている。つまり、図 3 C および図 3 D に示すように、電極 16 a および電極 16 b は、ホルダ本体部 12 および透明部材 15 の下面、すなわち、-Z 方向の面に配置されている。このとき、電極 16 a および電極 16 b は、図 3 B および図 3 D に示すように、溶液保持部 13 を挟むように、溶液保持部 13 の両側に配置されている。これにより、電極 16 a および電極 16 b を介して ITO 膜 15 b に電圧が印加され、少なくとも溶液保持部 13 が配置された位置のガラス基板 15 a を加熱することができる。したがって、ガラス基板 15 a を介して、溶液保持部 13 に保持された溶液 41 を加熱および昇温することができる。

10

【0057】

ここで、電極 16 a および電極 16 b は、図 4 に示すように、配線 50 によりコントローラ 38 に接続されている。また、溶液保持部 13 には、熱電対 52 が設けられている。熱電対 52 は、コントローラ 38 に接続されている。熱電対 52 の先端は、溶液保持部 13 の内部に配置されている。これにより、熱電対 52 により、溶液 41 の温度を計測することができる。計測された温度に基づいて、コントローラ 38 は、電極 16 a と電極 16 b との間に所定の電圧を印加する。これにより、ITO 膜 15 b に電流が流れ、ITO 膜 15 b が形成されたガラス基板 15 a が所定の温度に昇温される。

20

【0058】

また、昇温ホルダ 11 は、上述したように、蒸発した溶液 41 を補償（供給）するための溶液供給部 40 を有している。図 5 は、本実施の形態にかかる昇温ホルダ 11 における溶液 41 の補償を説明するための概略図である。

【0059】

溶液供給部 40 は、例えばシリンジポンプであり、シリンジに収容された溶液 41 を押し子により溶液供給部 40 の先端から押し出すことにより、溶液保持部 13 の穴部 13 a に溶液 41 を供給する構成である。このとき、押し子の移動量を調整することにより、溶液供給部 40 の先端から所定量の溶液 41 を押し出すことができる。

【0060】

溶液供給部 40 は、Z 方向から見たときに先端が溶液保持部 13 の穴部 13 a の内部に位置するように配置されている。これにより、図 5 に示すように、溶液供給部 40 から供給される溶液 41 は、溶液保持部 13 の穴部 13 a に滴下される。

30

【0061】

供給される溶液 41 の溶液量は、例えば、あらかじめ定められた溶液量であってもよいし、コントローラ 38 において、熱電対 52 で検出された温度から蒸発した溶液 41 の溶液量を計算することにより、決定してもよい。例えば、熱電対 52 で検出された温度と蒸発した溶液 41 の溶液量との相関データを事前に取得し、取得したデータに基づいて溶液 41 の供給量を決定してもよい。なお、蒸発した溶液 41 の溶液量の計算および供給量の決定は、コントローラ 38 を介してコンピュータ 35 により行ってもよい。

【0062】

40

[プローブ顕微鏡の動作]

ここで、プローブ顕微鏡 1 の動作について、図 6 を用いて説明する。図 6 は、本実施の形態にかかるプローブ顕微鏡 1 を用いた観測方法を示す概略図である。

【0063】

まず、プローブ顕微鏡 1 において、スキャナ 24 は、コンピュータ 35 に制御されて、試料ステージ 22 を X 方向および Y 方向に走査する。X 方向および Y 方向への試料ステージ 22 の走査中、発振器 36 は、周波数 f の正弦波電圧を圧電素子に印加しカンチレバー 10 を励振する。試料 20 およびカンチレバー 10 は、相対的に X 方向および Y 方向に走査される。

【0064】

50

試料 20 の X 方向および Y 方向の走査中、センサ 31 は、カンチレバー 10 の振動の変位信号を検出し、振幅検出部 33 に供給する。振幅検出部 33 は、供給された変位信号から振幅成分を検出してフィードバック制御部 34 に供給する。フィードバック制御部 34 は、検出された振幅がセットポイントと一致するように、スキャナ 24 の Z 方向の移動についてフィードバック制御を行う。

【0065】

スキャナ 24 の Z 方向のフィードバック制御では、フィードバック制御部 34 は、振幅とセットポイントとの差に応じたフィードバック信号を生成し、スキャナ 24 に供給する。スキャナ 24 は、供給されたフィードバック信号に従って Z 方向に動作する。ここで、振幅は、カンチレバー 10 と試料 20 との間の距離に応じて変化する。したがって、フィードバック制御により、カンチレバー 10 と試料 20 の距離は、一定に保たれる。

10

【0066】

また、試料 20 の X 方向および Y 方向の走査中、コントローラ 38 から配線 50 と電極 16a および電極 16b とを介して昇温ホルダ 11 の透明部材 15 に電圧が印加される。具体的には、電極 16a および電極 16b から ITO 膜 15b に電圧が印加される。これにより、ITO 膜 15b が形成されたガラス基板 15a 全体が均一に加熱される。よって、昇温ホルダ 11 に設けられた溶液保持部 13 の内部に配置された溶液 41 は、所定の温度に昇温される。また、試料 20 の走査中も熱電対 52 により溶液 41 の温度を計測しフィードバック制御を行うことで、試料 20 の走査中に、溶液 41 を一定の温度に均一に安定して昇温することができる。これにより、走査中の試料 20 の温度も、一定の温度に安定して昇温することができる。

20

【0067】

また、コントローラ 38 は、試料 20 の X 方向および Y 方向の走査中、熱電対 52 により計測された溶液 41 の温度に基づいて、溶液 41 の蒸発量を計算する。そして、計算された溶液 41 の蒸発量に基づいて、溶液供給部 40 から新たに溶液 41 が供給される。これにより、溶液保持部 13 に保持された溶液 41 の溶液量を試料 20 の観測中に気にする必要がなく、安定した条件下で試料 20 の表面の状態または動態の観測を続けることができる。なお、コントローラ 38 は、熱電対 52 により計測された溶液 41 の温度に基づいて、溶液 41 の蒸発量を計算することに限らず、溶液 41 の蒸発速度を計算してもよい。また、溶液 41 の蒸発速度から、さらに溶液 41 の蒸発量を計算してもよい。

30

【0068】

このように、プローブ顕微鏡 1 では、溶液 41 の温度を一定に均一に昇温しながら、カンチレバー 10 と試料 20 とを X 方向および Y 方向へ相対的に走査することができる。

【0069】

また、フィードバック信号は、コンピュータ 35 にも供給される。フィードバック信号は、スキャナ 24 を Z 方向に駆動する信号であり、試料 20 の Z 方向の高さに対応している。また、試料 20 における X 方向および Y 方向の位置は、コンピュータ 35 により制御されている。コンピュータ 35 は、X 方向および Y 方向への走査の制御データと、入力されるフィードバック信号とに基づいて、試料 20 の表面の状態または動態に関する画像を生成してモニタ 37 に表示する。これにより、試料 20 の表面の状態または動態に関する三次元画像が好適に生成され、表示される。

40

【0070】

[プローブ顕微鏡による計測例]

以下、プローブ顕微鏡 1 を用いた計測例について、図 7 を用いて説明する。

【0071】

本観測例では、観測用の試料 20 として、DPPC 脂質二重膜を用いた。DPPC 脂質二重膜は、固相から液相への相転移温度が 41 程度である。本観測例では、室温 (25)、37 および 43 の溶液 41 中で、DPPC 脂質二重膜の表面状態の変化を観測した。

【0072】

50

図7は、本実施の形態にかかるプローブ顕微鏡1を用いた観測例であり、(a)は溶液41の温度を室温(25)とした場合の観測像、(b)は溶液41の温度を37とした場合の観測像、(c)は溶液41の温度を43とした場合の観測像である。なお、図7の(a)、(b)および(c)は、それぞれDPPC脂質二重膜において異なる部分の表面状態を観測している。

【0073】

図7の(a)に示すように、室温(25)の溶液41中にDPPC脂質二重膜を配置し、配置後0秒、4秒、8秒、11.5秒後の試料表面の計測を行った結果、表面状態の変化は見られなかった。すなわち、室温では、DPPC脂質二重膜は固相状態のままであり、表面状態は変化していないといえる。

10

【0074】

また、図7の(b)に示すように、37の溶液41中にDPPC脂質二重膜を配置し、配置後0秒、4秒、8秒、12秒後の試料表面の計測を行った結果も同様であり、表面状態の変化は見られなかった。すなわち、相転移温度以下の37では、DPPC脂質二重膜は固相状態のままであり、表面状態は変化していないといえる。

【0075】

また、図7の(c)に示すように、43の溶液41中にDPPC脂質二重膜を配置し、配置後0秒、4秒、8秒、12秒後の試料表面の計測を行った結果、表面状態は時間が経過するにつれて変化している。すなわち、相転移温度以上の43では、DPPC脂質二重膜は時間の経過とともに固相状態から液相状態に変化しており、表面状態が柔らかく変化しているといえる。また、観測像全体について筋状の変化が表れており、試料全体が均一に昇温され、変化していることがわかる。

20

【0076】

このように、本実施の形態にかかるプローブ顕微鏡1を用いると、溶液41を介して試料20に温度を印加することができるので、温度変化により変化を伴う材料の観測を行うことができる。また、プローブ顕微鏡1によると、試料全体を均一に昇温することができるといえる。

【0077】

[効果等]

以上、本実施の形態にかかる昇温ホルダによると、電極に電流を流すことにより、溶液保持部の穴部に保持されている観測用の溶液を、穴部の底面側から均一に昇温することができる。したがって、溶液に浸漬される、観測対象物である試料を均一に昇温することができる。

30

【0078】

(その他の実施の形態)

以上、本発明にかかる昇温ホルダおよびプローブ顕微鏡について、実施の形態に基づいて説明したが、本発明は実施の形態に限定されるものではない。実施の形態に対して当業者が思いつく変形を施して得られる形態、および、複数の実施の形態における構成要素を任意に組み合わせる別の実施の形態も本発明に含まれる。

【0079】

例えば、上述した実施の形態では、透明部材として、片面にITO膜を形成したガラス基板を用いたが、透明部材の構成はこれに限らない。例えば、ガラス基板に代えて透明樹脂基板を用いてもよいし、他の構成であってもよい。

40

【0080】

また、上述した実施の形態では、探針としてカンチレバーを備えたプローブ顕微鏡について説明したが、探針はカンチレバーに限らず他の構成の探針であってもよい。また、探針以外の手段により試料の表面を走査してもよい。

【0081】

また、上述した実施の形態に示したように、昇温ホルダは、溶液供給部を備える構成であってもよいし備えない構成であってもよい。また、プローブ顕微鏡は、熱電対を備える

50

構成であってもよいし備えない構成であってもよい。

【0082】

また、上述した実施の形態では、コントローラにより溶液の蒸発量の計算を行っていたが、溶液の蒸発量の計算はコンピュータにより行ってもよい。この場合、コントローラは、熱電対により計測された温度および時間をコンピュータに供給するとしてもよい。また、コントローラおよびコンピュータは、溶液の蒸発量の計算に限らず、溶液の蒸発速度の計算を行ってもよい。また、コントローラおよびコンピュータは、計算された溶液の蒸発速度からさらに蒸発量の計算を行ってもよい。

【0083】

また、溶液の供給量は、上述した蒸発量または蒸発速度から決定してもよいし、定められた供給量であってもよいし、あらかじめ計測した蒸発量または蒸発速度のデータから決定してもよい。

10

【0084】

また、プローブ顕微鏡の構成は、上記したものに限らず、プローブ顕微鏡の種類に応じて適宜変更してもよい。例えば、カンチレバーおよび試料ステージに、フィードバック制御のための超音波を印加してもよいし、印加しなくてもよい。

【産業上の利用可能性】

【0085】

本発明にかかる昇温ホルダは、温度変化をさせながら試料表面の物理情報または試料の化学的性質を観測するプローブ顕微鏡、プローブ走査装置に有用である。

20

【符号の説明】

【0086】

- 1 プローブ顕微鏡
- 10 カンチレバー（探針）
- 10a 探針
- 10b 梁部
- 11 昇温ホルダ
- 12 ホルダ本体部
- 13 溶液保持部
- 13a 穴部
- 14 探針支持部
- 15 透明部材
- 15a ガラス基板（透明部材）
- 15b ITO膜（透明部材）
- 16a、16b 電極
- 17a、17b 配線
- 20 試料
- 22 試料ステージ（試料ホルダ）
- 24 スキャナ
- 30 レーザユニット
- 31 センサ
- 33 振幅検出部
- 34 フィードバック制御部
- 35 コンピュータ（画像処理部）
- 36 発振器
- 37 モニタ（表示部）
- 38 コントローラ（温度制御部）
- 40 溶液供給部
- 41 溶液
- 50 配線

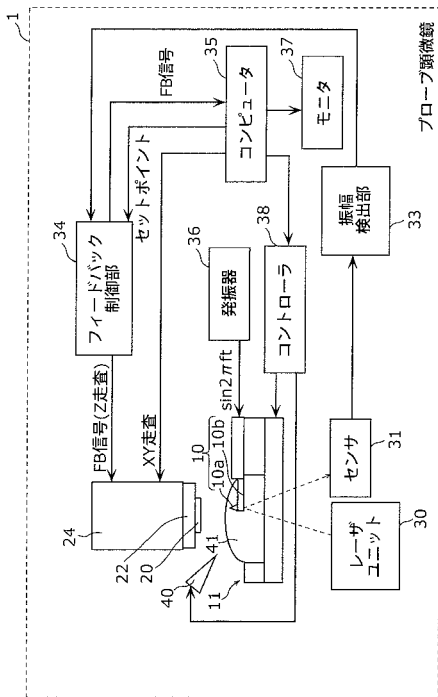
30

40

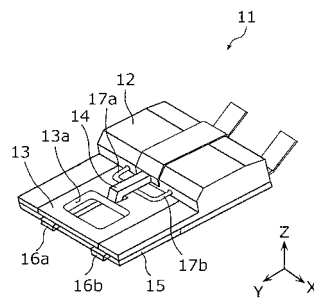
50

5 2 熱電対 (温度センサ部)

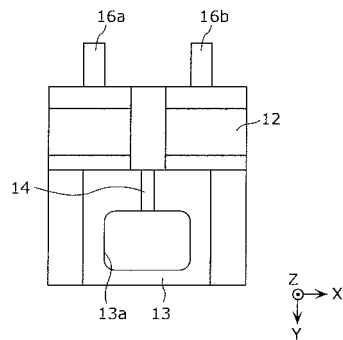
【 図 1 】



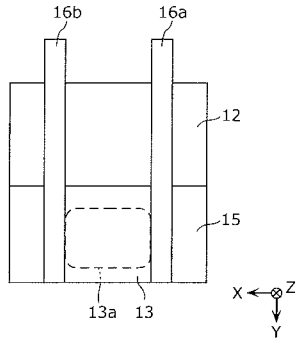
【 図 2 】



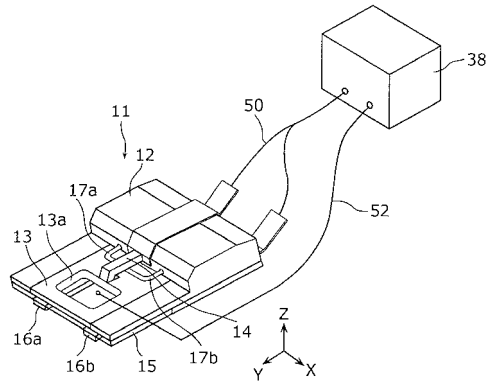
【 図 3 A 】



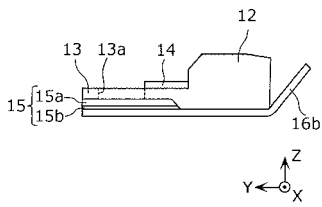
【図 3 B】



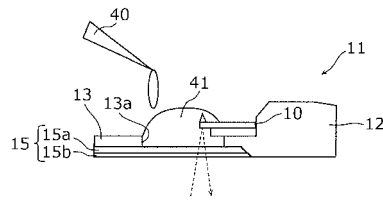
【図 4】



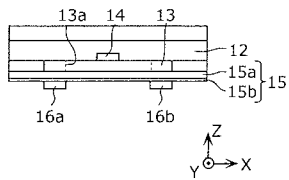
【図 3 C】



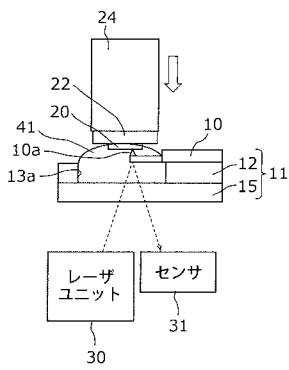
【図 5】



【図 3 D】



【図 6】



【図 7】

