

(19) 日本国特許庁 ( J P )

(12) 特 許 公 報 ( B 2 )

(11) 特許出願公告番号

特公平7-92464

(24) (44) 公告日 平成7年(1995)10月9日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 1 N 37/00	F			
G 0 1 B 21/30	Z			
G 0 1 N 29/00				

請求項の数4(全5頁)

(21) 出願番号	特願平5-133878	(71) 出願人	000001144 工業技術院長 東京都千代田区霞が関1丁目3番1号
(22) 出願日	平成5年(1993)5月12日	(74) 上記1名の復代理人	弁理士 川井 治男 (外1名)
(65) 公開番号	特開平6-323843	(71) 出願人	000002325 セイコー電子工業株式会社 千葉県千葉市美浜区中瀬1丁目8番地
(43) 公開日	平成6年(1994)11月25日	(74) 上記1名の代理人	弁理士 川井 治男
		(72) 発明者	オレグ コロソフ 茨城県つくば市並木1丁目2番地 工業技術院機械技術研究所内
		(72) 発明者	山中 一司 茨城県つくば市並木1丁目2番地 工業技術院機械技術研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 原子間力顕微鏡における超音波振動検出方法及び原子間力顕微鏡における試料観察方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 試料表面と探針の間に作用する力により、微小領域の凹凸の映像化を行う原子間力顕微鏡 ( Atomic Force Microscope; AFM ) において、試料にカンチレバーの共振周波数より十分高い周波数の超音波振動を発生し、試料の超音波振動の振幅に依存する変位をカンチレバーに誘起して、この変位を検出することを特徴とする原子間力顕微鏡における超音波振動の検出方法。

【請求項2】 前記超音波振動を、カンチレバー共振周波数以下の低周波交流信号により時間的に振幅変調し、前記試料表面と探針の間に作用する力によりカンチレバーに低周波変調信号と同じ周波数の振動を励起し、これを検出することを特徴とする請求項1記載の原子間力顕微鏡における超音波振動の検出方法。

【請求項3】 試料表面と探針の間に作用する力により

微小領域の凹凸の計測を行う原子間力顕微鏡 ( Atomic Force Microscope; AFM ) を使用した試料表面の計測方法であって、試料に試料表面と探針の間に作用する力により、微小領域の凹凸の映像化を行う原子間力顕微鏡 ( Atomic Force Microscope; AFM ) において、試料にカンチレバーの共振周波数より十分高い周波数の超音波振動を発生し、試料の超音波振動の振幅に依存する変位をカンチレバーに誘起して、この変位を検出することを特徴とする原子間力顕微鏡における試料観察方法。

【請求項4】 前記超音波振動を、カンチレバー共振周波数以下の低周波交流信号により時間的に振幅変調し、前記試料表面と探針の間に作用する力によりカンチレバーに低周波変調信号と同じ周波数の振動を励起し、これを検出することを特徴とする請求項3記載の原子間力顕微鏡における試料観察方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、原子間力顕微鏡において、試料にカンチレバーの共振周波数より十分高い周波数の振動を加え、探針と試料間に働く力が距離に対して非線形な依存性を示すことを利用して超音波振動自身でなく、その時間的な包絡線を検出する技術、およびその信号を用いた計測および映像化技術に関するものである。このような技術は材料組織観察、清浄度管理、マイクロ素子評価、精密機器故障解析、医療検査診断、生化学検査に利用し得る。

## 【0002】

【従来の技術】原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscope; AFM) は試料表面と探針の間に作用する力により探針を保持するカンチレバーに誘起される変位を用いて、微小領域の凹凸の映像化を行う新しい顕微鏡である (Binnig, Quate and Gerber, Phys. Rev. Lett. 12, 930, 1986. 参照)。Martinらはカンチレバーに縦振動を加えて、共振周波数の変化から試料による引力を検出する方法を開発した (Y. Martin, C. C. Williams, H. K. Wickramasinghe: J. Appl. Phys., 61 (1987)4723 参照)。一方、Maivaldら、およびRadmacherらは振動型AFMを開発し、試料を縦振動させた時のカンチレバー振動応答から、粘弾性を計測した (P. Maivald, H. J. Butt, S. A. C. Gould, C. B. Prater, B. Drake, J. A. Gurley, V. B. Elings, and P. K. Hansma: Nanotechnology 2 (1991)103. 及びM. Radmacher, R. W. Tillmann, M. Fritz, and H. E. Gaub: Science, 257(1992)1900参照)。高田らは、逆の過程すなわち探針に振動を与えて、試料の振動を検出するトンネル音響顕微鏡を提案した (K. Takata, T. Hasegawa, Sumio Hosaka, Shigeyuki Hosoku, Tsutomu Komoda: Appl. Phys. Lett. 55(1989)17参照)。これは、Cretinらによって内部欠陥の映像化に利用された (B. Cretin and F. Stahl Proc IEEE Ultrasonic Symposium, B5, 1992. 参照)。これらの振動型AFMにおける振動発生検出の方法においては、振動発生と検出の方法は多様だが、発生した振動の周波数と同じ周波数の信号として検出する点は共通である。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】従来の振動型AFMでは、使用する振動の周波数の上限は、カンチレバーの共振周波数であった。通常のカンチレバーでは共振周波数は最大100KHz程度であるので、振動周波数の上限も100KHz程度であった。しかし合成および生体高分子の中には、1MHz以上の周波数の振動を与えた場合に興味深い応答を行うものがある。しかし、このような対象を計測するのは、従来の振動型AFMでは困難であった。

【0004】その理由は、そのような高周波の振動を試料に与えるためには装置が大がかりとなり、従来の振動型AFMをそのまま使用することができないことと、また

試料にそのような高周波が作用していることを検出することが従来のAFMでは不可能であったからである。

【0005】この発明は、AFMの上記問題点を解決し、1MHz以上の周波数の超音波振動をAFMの試料に発生させ、通常のカンチレバーを用いて検出することによって、AFMにおける粘弾性的性質等を1MHz以上の周波数で測定することを可能にするAFMの技術を提供することを目的とするものである。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】この目的に対応して、この発明の原子間力顕微鏡における超音波振動検出方法は、試料表面と探針の間に作用する力により、微小領域の凹凸の映像化を行う原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscope; AFM) において、試料にカンチレバーの共振周波数より十分高い周波数の超音波振動を発生し、試料の超音波振動の振幅に依存する変位をカンチレバーに誘起して、この変位を検出することを特徴としている。また、この発明の原子間力顕微鏡における試料観察方法は、試料表面と探針の間に作用する力により微小領域の凹凸の計測を行う原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscope; AFM) を使用した試料表面の計測方法であって、試料に試料表面と探針の間に作用する力により、微小領域の凹凸の映像化を行う原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscope; AFM) において、試料にカンチレバーの共振周波数より十分高い周波数の超音波振動を発生し、試料の超音波振動の振幅に依存する変位をカンチレバーに誘起して、この変位を検出することを特徴としている。

## 【0007】

【作用】原子間力顕微鏡において、試料にカンチレバーの共振周波数より十分高い超音波周波数の振動を加える。探針と試料間に働く力が距離に対して非線形な依存性を示すので、超音波の包絡線が形成される。この超音波の包絡線を検出して超音波を検出する。

## 【0008】

【実施例】以下、この発明の詳細を一実施例を示す図面について説明する。図1において1は原子間力顕微鏡である。原子間力顕微鏡1は試料台2と試料台2を駆動する試料台駆動装置3と探針4とカンチレバー計測装置5と制御装置6と及び表示装置7とを備えている。試料台2はその表面に試料8を取り付けることができ、かつ試料台2は試料台駆動装置3によって駆動される。探針4は試料台2上の試料8に接近して位置し、カンチレバー11の先端に保持されている。カンチレバー計測装置5はレーザー発生装置12と光検出機13とからなり、レーザー発生装置12はレーザービームをカンチレバー11に放射し、また光検出器13はカンチレバー11からの反射光を検出してカンチレバー11の位置及び姿勢を計測する。光検出器13としては上下左右4分割の位置敏感光検出器 (PSD) を使用することができる。

【0009】図2に示すように、AFMの試料台2に超音

波振動子14を取付け、試料8を接着剤またはグリース15などで張り付ける。このような構成の原子間力顕微鏡において、試料に作用する超音波の検出を行う場合は、次の操作を行う。超音波振動子に振幅変調された高周波信号を加えると、高周波信号がオンの時、試料表面は高周波信号と同じ周波数 $\omega$ で振動する。この時、試料に近接したカンチレバー先端の探針は、図3に示したように、探針と試料表面の距離 $z$ の関数として周波数 $\omega$ で変化する力 $F$ を受けるが、カンチレバーの共振周波数が周波数 $\omega$ のより大幅に低い場合は、カンチレバーは周波数 $\omega$ で振動できない。一方、図3に示したように、力 $F$ は探針と試料表面の距離 $z$ に対して非線形的に変化するので、1周期平均すると有限の力が残ることになる。この力によって、カンチレバーは一定量持ち上げられる。ついで、高周波信号がOFFになると、この変位も無くなる。この結果、カンチレバーの変位を検出する差動型フォトダイオード等からなるカンチレバー計測装置5の出力信号は、高周波信号を変調する変調信号と同じ形を取ることになる。

【0010】AFMを改造して、図2の構成の装置を開発した。カンチレバーはPark Scientific社製のバネ定数 $0.024\text{N/m}$ 、共振周波数 $33\text{KHz}$ のものを用いた。カンチレバーの変位は差動型フォトダイオードで検出した。試料と探針の間の力が一定値 $F_0$ になるように、フォトダイオード信号の直流成分が一定値になるように $z$ 軸ピエゾ制御回路によって、 $z$ 軸ピエゾに負荷する電圧を制御した。この状態で圧電トランスデューサに断続的高周波信号(トーンバースト)を加えるとカンチレバーは時間的に変化する変位を示すが、この変位の時間平均は、 $z$ 軸ピエゾ制御回路の作用により、試料と探針の間の力の平均値が $F_0$ になるように保持された。

【0011】図4(a)に圧電トランスデューサに加えた断続的高周波信号(トーンバースト)の包絡線を示す。この包絡線の内部に図示されていないが高周波信号がある。ここで包絡線信号の周波数は $700\text{Hz}$ 、高周波信号の周波数は $3.17\text{MHz}$ 、振幅は $+10\text{dbm}$ であった。図4(b)は試料としてシリコン単結晶(100)面を用いた場合のカンチレバーの応答を示す。ここで、上向きが試料に接近する方向、下向きが遠ざかる方向に対応する。高周波振動がオンになるとカンチレバーは図3(b)に示すように試料から遠ざかる方向に変位した。

【0012】図5(a)は鋸波を包絡線とする高周波信号で、振幅が時間に比例して増加する波形が繰り返される。包絡線信号の周波数は $700\text{Hz}$ 、高周波信号の周波数は $3.17\text{MHz}$ であった。図5(b)はこの信号のような高周波信号を加えた場合のカンチレバー変位の応答波形である。高周波信号の振幅が小さい間は、カンチレバーは応答を示さず、一定の振幅の数居値を越えると急激に下向きに変位した。これはカンチレバーが試料から遠ざかる方向になる。試料と探針の間の力の平均値 $F$ が引力

( $-1.2\text{N}$ )の場合(点線)より斥力( $+1.2\text{N}$ )の場合(実線)の方が、急激な変位の起きる高周波信号振幅の数居値は増加した。この一連の観測結果は、試料と探針の間の力の相互作用に関する新しい特性化の手段として利用できる。

【0013】

【発明の効果】まず、超音波振動の検出の横方向分解能の飛躍的向上を実現することができる。原子間力顕微鏡が出現する以前の超音波振動検出法は、圧電素子を用いる方法と、光プローブを用いる方法である。しかしこれらの方法では空間分解能、すなわち振動を測定する場所の大きさは、最小でも $1\mu\text{m}$ 程度で、これより小さい領域の振動分布は計測出来なかった。本方法では振動測定の空間分解能は画像の分解能と同じ、ナノメートルあるいは単原子にまで向上出来る。次に、通常の原子間力顕微鏡との両立性を計ることが出来る。原子間力顕微鏡の通常使用されているカンチレバーの共振周波数は $100\text{KHz}$ 以下なので、周波数 $1\text{MHz}$ 以上の超音波振動には応答せず、超音波振動の検出には適用出来ない。超音波振動を検出する場合は、特別なカンチレバーを設計製作せざるを得ないが、この製作技術は困難であると同時に、探針交換および機器調整に特別な知識、技能が必要である。

【0014】これに対して、本発明の方法は、試料を保持する試料台に超音波振動素子を組み込むと同時に、信号処理回路を増設するだけで、カンチレバーはまったく変更を必要としないので、通常の原子間力顕微鏡の機能を完全に保持したままで容易に増設出来る。このため、既存の原子間力顕微鏡の映像や計測データを超音波振動を加えた場合の映像の比較が可能になる。

【0015】さらに、超音波振動を、原子またはナノメートルの空間分解能で検出するという新しい技術は、超音波周波数領域の粘弾性の空間分布の調査、ナノメートルオーダーの内部構造の可視化の可能性など従来にない新しい知見をもたらす顕微鏡が生まれ、一般性と波及効果は極めて大きい。

【図面の簡単な説明】

【図1】原子間力顕微鏡の構成説明図。

【図2】超音波AFMの実験装置。

【図3】発明の原理説明図。

【図4】矩形波の包絡線をもつ高周波振動を加えた場合のカンチレバーの応答波形。

【図5】鋸歯状波の包絡線をもつ高周波振動を加えた場合のカンチレバーの応答波形。

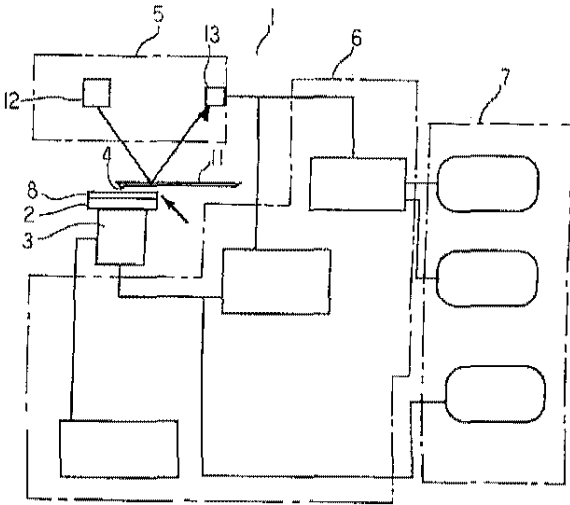
【符号の説明】

- 1 原子間力顕微鏡
- 2 試料台
- 3 試料台駆動装置
- 4 探針
- 5 カンチレバー計測装置
- 6 制御装置

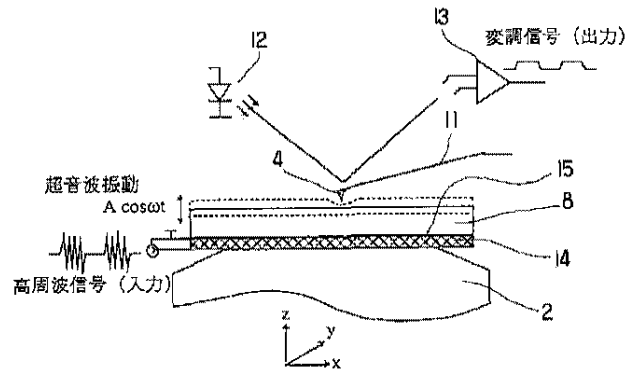
原子間力顕微鏡における(4) 振動検出方法及び原子間力顕微鏡における試料観察方法

- 7 表示装置
- 8 試料
- 11 カンチレバー
- 12 レーザー発生装置
- 13 光検出機
- 14 超音波振動子
- 15 グリース又は接着剤

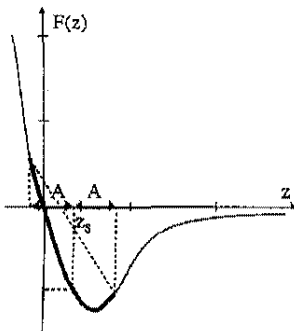
【図1】



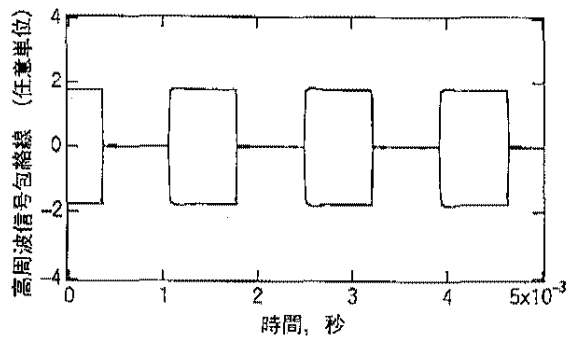
【図2】



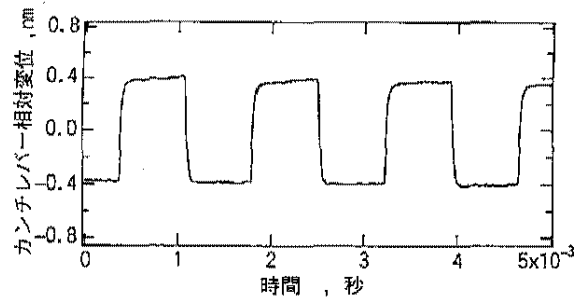
【図3】



【図4】

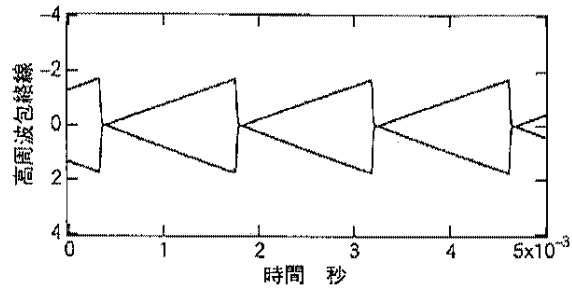


(a) 圧電トランスデューサに加えた高周波信号の包絡線

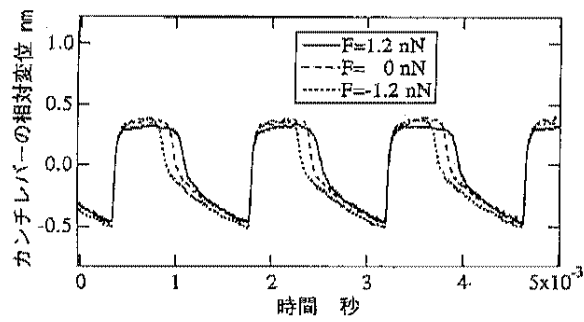


(b) カンチレバー変位の時間変化

【図5】



(a) 圧電トランスデューサに加えた高周波信号の包絡線



(b) カンチレバー変位の時間変化

フロントページの続き

(72)発明者 渡辺 和俊

東京都江東区亀戸6丁目31番1号 セイコ  
ー電子工業株式会社内

審査官 河原 英雄