

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-323834

(43)公開日 平成6年(1994)11月25日

(51)Int.Cl.⁵

G 0 1 B 11/30

識別記号

1 0 2 Z 9108-2F

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 有 請求項の数 2 F D (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平5-135342

(22)出願日 平成5年(1993)5月13日

特許法第30条第1項適用申請有り 平成5年3月17日、
社団法人日本音響学会発行の「日本音響学会平成5年度
春季研究発表会講演論文集= I I =」に発表

(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

(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

(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 小木曾 久人

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

(74)指定代理人 工業技術院機械技術研究所長

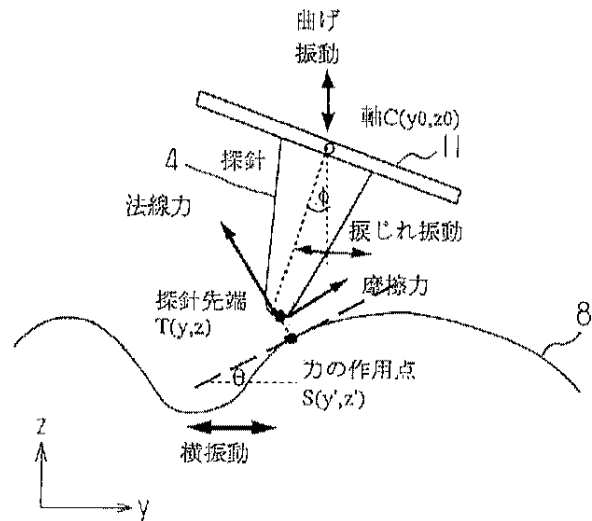
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 原子間力顕微鏡および原子間力顕微鏡における試料観察方法

(57)【要約】

【目的】 試料の凹凸と摩擦力を良く分離できる原子間
力顕微鏡における測定技術を提供すること。

【構成】 原子間力顕微鏡において、試料8と探針4に
相対的な横振動を作用させる振動装置を備える。また、
原子間力顕微鏡において、試料8を横方向に振動させ、
この試料8の横振動によって励起されるカンチレバー1
1の曲げまたは振じれ振動の位相と振幅を同時に計測
し、この計測値を用いて振動振幅像および振動位相像を
形成する。試料8を横方向に振動させると、カンチレバ
ー11の曲げ変位及び振れ角がその釣り合い位置を中心
に振動する。振じれ振動の振幅及び位相には勾配よりも
摩擦力の方がはるかに大きい影響を及ぼす。したがっ
て、振じれ振動の振幅及び位相を測定し記録することによ
って、摩擦力を強く反映する映像が得られる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 原子間力顕微鏡において、試料と探針に相対的な横振動を作用させる振動装置を備えることを特徴とする原子間力顕微鏡。

【請求項2】 原子間力顕微鏡において、試料を横方向に振動させ、この試料の横振動によって励起されるカンチレバーの曲げまたは振じれ振動の位相と振幅を同時に計測し、この計測値を用いて振動振幅像および振動位相像を形成することを特徴とする原子間力顕微鏡および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とカンチレバーに相対的に横振動を励起することによって、摩擦係数の計測と映像化を行う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)。これと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方式は、高田によって提案されたトンネル音響顕微鏡がある (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)。

【0003】一方、摩擦力顕微鏡 (Friction Force Microscope; 以下FFM とする) は、試料表面と探針の摩擦力によるカンチレバーの振じれを測って、摩擦力による映像化を行う原子間力顕微鏡である (C. M. Mate, G. M. McClelland, R. Erlandsson and S. Chiang, Phys. Rev. Lett. 59, 1942, 1987. 参照)。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、FFM では試料の凹凸と摩擦力の分離が容易でないことが指摘されている。この理由は、凹凸によってもカンチレバーの振じれが生じるためである。最近、O'Shea等は試料に横振動を加えて、静止摩擦力による振じれ振動の振幅を測定した (S. J. O'Shea and E. Welland, Appl. Phys. Lett., 61, 2240, 1992. 参照)。しかし、ここではカンチレバーの振動の位相情報は利用されていない。また、ここでは1点での計測データのみで映像は示されていない。従って、従来のFFM と比べて摩擦力と凹凸の分離性が優れた映像を実現する方法についても提示されていない。

【0005】この発明は、上述したFFM の問題点を解決し、試料の凹凸と摩擦力を良く分離できる原子間力顕微鏡における測定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は、原子間力顕微鏡において、試料と探針に相対的な横振動を作用させる振動装置を備え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および原子間力顕微鏡における試料観察方法は、原子間力顕微鏡において、試料を横方向に振動させ、この試料の横振動によって励起されるカンチレバーの曲げまたは振じれ振動の位相と振幅を同時に計測し、この計測値を用いて振動振幅像および振動位相像を形成することを特徴としている。

【0007】

【作用】試料を横方向に振動させると、カンチレバーの曲げ変位及び振れ角がその釣り合い位置を中心に振動する。振じれ振動の振幅及び位相には勾配よりも摩擦力の方がはるかに大きい影響を及ぼす。したがって、振じれ振動の振幅及び位相を測定し記録することによって、摩擦力を強く反映する映像が得られる。

【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2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と光検出器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機 (PSD) を使用することができる。

【0009】制御装置6はロックイン増幅器14、Z軸制御回路15、y走査信号発生器16、交流信号発生器17、x走査信号発生器18、加算器21を備えている。ここではカンチレバー11の長軸方向をx軸、短軸方向をy軸、試料8の法線方向をz軸に取る。表示装置7は振動振幅像表示装置22、振動位相像表示装置23、凹凸像表示装置24を備えている。z軸制御回路15は光検出器13からの信号を受けてカンチレバー11の位置及び姿勢に対応して制御信号を試料台駆動装置3に出力し、試料台2のZ軸方向（縦方向）の位置を制御する。x走査信号発生器18及びy走査信号発生器16は、試料台駆動装置3をx方向、またはy方向に操作する信号を発生し、試料台駆動装置3に入力する。交流信号発生器17で発生された交流信号を加算器21においてy走査信号発生器16の信号に加算された後、試料台駆動装置3に入力される。ロックイン増幅器14は交流信号発生器17で発生された交流信号を参照信号として入力し、光検出器13の出力を増幅してその交流成分の振幅と位相信号を出力する。表示装置7の振動振幅像表示装置22は、ロックイン増幅器14からの振幅信号を入力してカンチレバー11の振動振幅像を表示し、また凹凸像表示装置24はz軸制御回路15の出力から試料8の表面の凹凸を可視化する。

【0010】このように構成された原子間力顕微鏡による試料の観察作用は次の通りである。試料台2のy軸駆動信号に、交流信号発生器17で発生した交流信号を加えて試料8を横振動させる。ついで、試料8の振動の結果誘起されるカンチレバー11の曲げ振動および捩れ振動を上下左右4分割の位置敏感光検出器（PSD）等を有する光検出器13で検出し、ロックイン増幅器14を用いて捩れ振動の振幅と位相を測定し、これをパーソナルコンピュータ等に記録し、映像を表示する。この時、カンチレバーの曲げ変位信号の低周波数成分が一定になるように試料台2のz位置をフィードバック制御する。このz位置制御信号から凹凸像を得てカンチレバー11の捩れ振動の振幅および位相像と比較する。この比較によって、摩擦力和凹凸の識別ができたかどうかを検証する。

【0011】凹凸のある試料8を本発明の方法で観察する場合について、図1を用いて説明する。試料8上の力の作用点をS（ y^{\sim} 、 z^{\sim} ）、探針4上の力作用点をT（ y, z ）とすると、これらに法線力 F_N と摩擦力 F_F が作用する。この結果、カンチレバー中心軸上の点C（ y_0 、 z_0 ）には、上方向の曲げ変位 Z_0 とカンチレバー軸の周りの捩れ角 ϕ が発生する。この捩れは試料8の勾配 θ と摩擦係数の2つの要因によって誘起される。ここで、カンチレバー11の曲げ変位が一定になるように試料8の位置 z^{\sim} をフィードバック制御すると、捩れ角も試料8の勾配 θ と摩擦係数に応じて一定の値で釣り合う。この時の試料8の上下位置 z^{\sim} を用い

ると試料8の高さの分布（凹凸）を表す映像が得られる。これが通常の原子間力顕微鏡が与える凹凸像である。また、この状態で、試料8を横（y）方向に走査して、勾配と摩擦係数の大きさに応じて変化するカンチレバー11の捩れ角の大きさを映像化に用いるのが、従来のFFMである。

【0012】一方、試料8を横（y）方向に振動させると、カンチレバーの曲げ変位および捩れ角がその釣り合い位置を中心に振動する。ここで重要な点は、摩擦力の方向は振動の各瞬間における試料8と探針の相対速度の向きに応じて反転することである。これに対して、勾配による捩れモーメントは、速度の向きによらない。従って、摩擦力は振動の1周期の間に大きな変動をするのにに対して、勾配による捩れモーメントは大きな変動を示さない。この結果、捩れ振動の振幅及び位相には、勾配よりも摩擦力のほうがはるかに大きな影響を及ぼす。従って、捩れ振動の振幅及び位相をロックイン増幅器などの狭帯域増幅器により測定し記録すると、摩擦力を強く反映する映像が得られる。

【0013】（実験例）映像化は走査周波数1ヘルツでy方向に走査して行った。カンチレバーはオリンパス光学工業社製のバネ定数0.02N/m、共振周波数13KHzのものを用いた。試料にはガラス基板上の金の蒸着膜を用いた。

【0014】図3（a）は、カンチレバーの曲げ変位が一定になるように制御して得た凹凸像である。映像領域は500nm四方である。画像を斜めに横断する溝の他、吸着物によると思われる凹凸が映像全体に分散している。一方、図3（b）は試料にy方向の横振動を加えた場合のカンチレバーの捩れ振動による映像で、（a）と同じ場所の映像であるが、平坦な映像中にAからFまでの6箇所には顕著な振動の振幅の極小部が見えた。Bは5～6個の極小部が連結したものである。極小部での振動の大きさは平坦な正常領域の半分位であった。凹凸像ではこの5つの場所が特に他と際違った相違を見せていることはない。従って、この6つの場所の振幅極小は凹凸によるものではなく、摩擦力が小さいためと推定できる。

【0015】さらに図3（c）は、振動の位相像である。振幅像は図3（b）で極小を与えるAからFまでの6箇所でも逆に極大になった。これは振動の位相遅れが相対的に小さいことを意味する。一般に本系のような線形系の応答の位相遅れが小さい場合は、エネルギー損失が小さいことに相当する。今のように横方向の相対運動の場合には、エネルギー損失は摩擦によるので、位相遅れが小さいことは、摩擦力が小さいことを示している。これは、振幅から得られる結論と一致し、この結論を確認するのに役立つ。

【0016】以上図3（a）から（c）までの結果を総合することによって、AからFまでの6箇所は、凹凸に

際だった特徴があるのではなく、摩擦力が小さいことに特徴がある場所であることが確認できた。

【0017】これに対して図3(d)は従来の摩擦力顕微鏡PFMで同じ場所を映像化したものである。この映像の特徴は凹凸像図3(a)とは異なっていて、凹凸以外の要因、すなわち摩擦力も寄与していることが窺われるが、凹凸に妨害されて、明瞭に摩擦力によると判断できる場所はない。このことは、摩擦力を選択的に映像化する機能に関して、本発明のカンチレバーの振じれ振動を用いる方法が従来のPFMより著しく優れていることを示している。

【0018】なお、この試料を有機溶媒で洗浄すると、横振動振幅像の極小は消滅した。このことから、AからFまでの6箇所は表面に付着した汚れ(コンタミネーション)であることが判明した。また、図4はカンチレバーの振動の振幅及び位相の振動周波数依存性である。コンタミネーション上では正常部分より常に振幅が小さかった。位相は振幅ほど明瞭な差はないが、わずかに進んでいる。この傾向は周波数を変化させても顕著には変化しなかった。この結果は、ここで観察したコンタミネーションの摩擦力の性質は周波数の影響を強くうける粘性型ではなく、他のメカニズムによることを示唆する。

【0019】
【発明の効果】このように、この発明の原子間力顕微鏡および原子間力顕微鏡における試料観察方法においては、試料の凹凸と摩擦力を良く分離できる映像法を得ることができる。摩擦の原因には、モノレイヤーかそれ以下の凹凸、表面に吸着している原子分子の粘弾性などが関与する。このように多様な摩擦という現象を解析するには、摩擦力の分布の映像化が重要な手掛かりとなる。また、横振動の周波数を変えた場合の検出信号の振幅および位相の変化から時間応答性も評価できる。

【0020】この発明は、磁気記録機器、媒体の潤滑材の摩擦特性、寿命の評価を始めとし表面のコンタミネーション検出と原因究明、潤滑不良の対策検討等、トライ

ボロジの応用に有用である。特に、実施例で述べた微細なコンタミネーションは、精密機器、半導体素子の表面にあって悪影響を与えるため厳密な管理が必要であるが、これまで感度が良く簡便な検出法は無かった。このような応用には、この発明は特に効果を発揮する。

【図面の簡単な説明】

【図1】カンチレバーの挙動を示す断面拡大説明図。

【図2】原子間力顕微鏡を示す構成説明図。

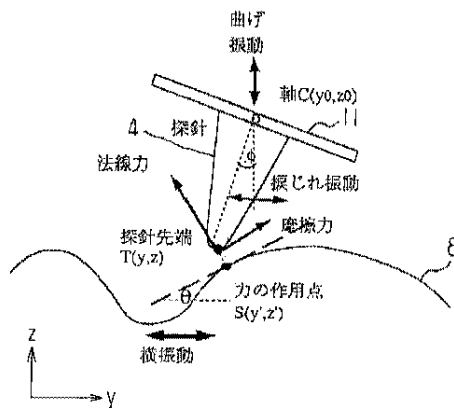
【図3】計測された凹凸の凹凸像、振じれ振動の振幅像、振じれ振動の位相像及び摩擦力顕微鏡像を示す立体図。

【図4】カンチレバーの振じれ振動振幅及び位相の周波数依存性を示すグラフ。

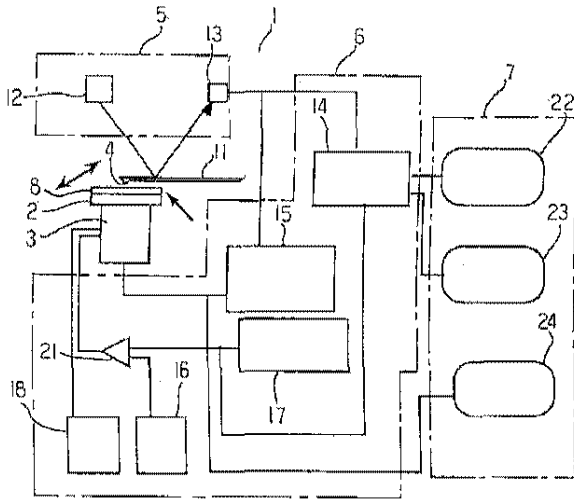
【符号の説明】

- 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
- 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 光検出器(PSD)
- 14 ロックイン増幅器
- 15 z軸制御回路
- 16 y走査信号発生器
- 17 交流信号発生器
- 18 x走査信号発生器
- 21 加算器
- 22 振動振幅像表示装置
- 23 振動位相像表示装置
- 24 凹凸像表示装置

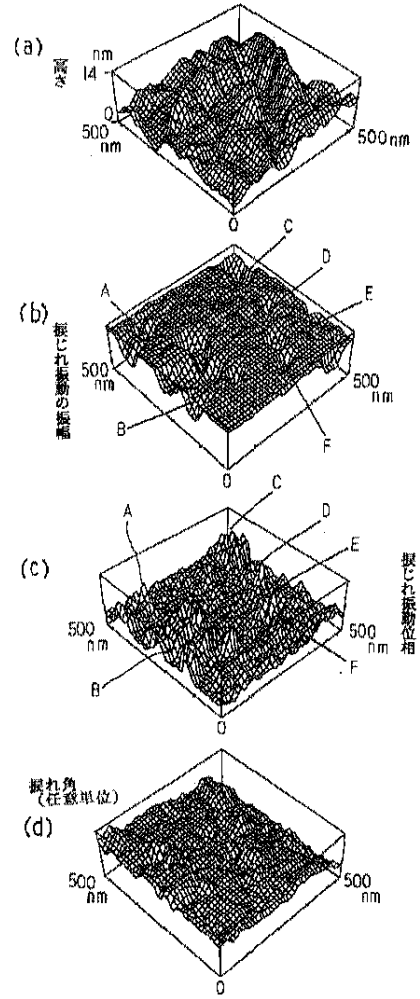
【図1】



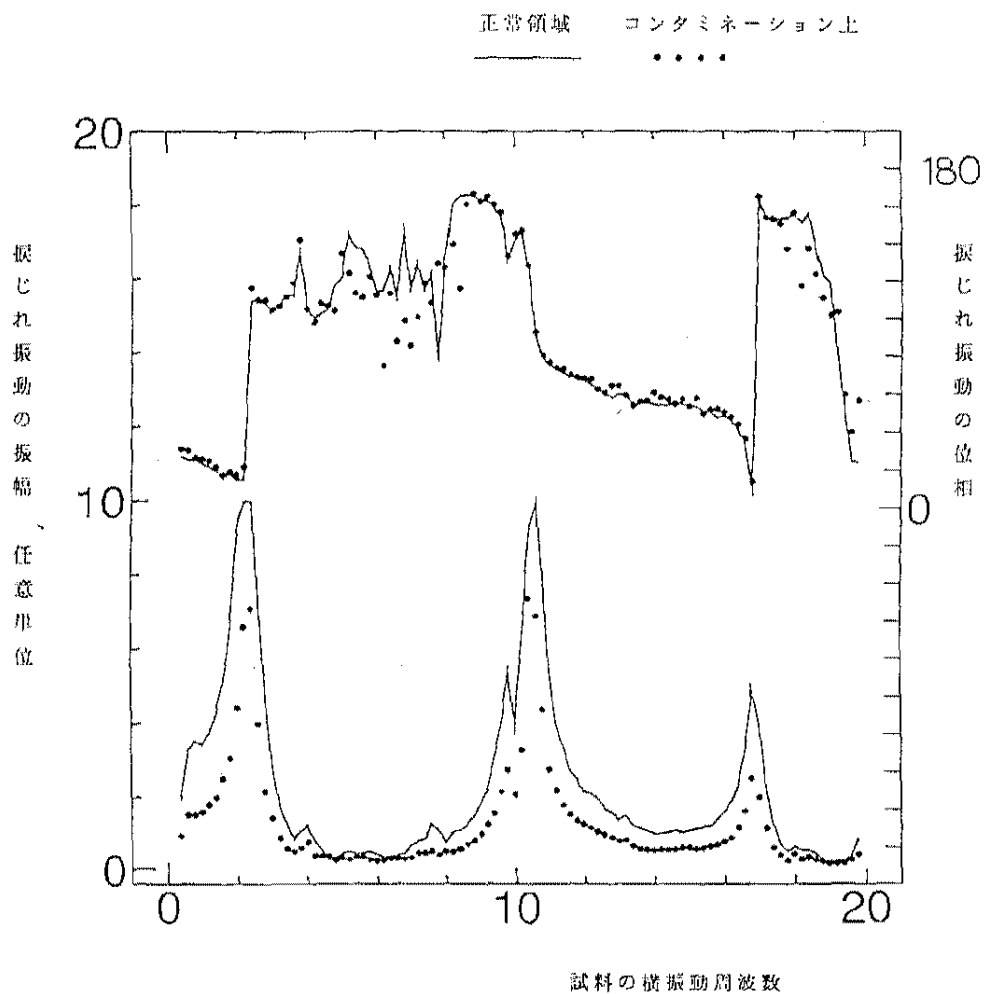
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 佐藤 治道
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 甲田 寿男
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