

(19) 日本国特許庁(JP)

## 再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

W02009/139238

発行日 平成23年9月15日(2011.9.15)

(43) 国際公開日 平成21年11月19日(2009.11.19)

(51) Int.Cl.

G01Q 60/32 (2010.01)

F1

G01Q 60/32

テーマコード(参考)

審査請求 有 予備審査請求 未請求 (全 19 頁)

出願番号 特願2010-511923 (P2010-511923)  
 (21) 国際出願番号 PCT/JP2009/057158  
 (22) 国際出願日 平成21年4月8日(2009.4.8)  
 (31) 優先権主張番号 特願2008-124891 (P2008-124891)  
 (32) 優先日 平成20年5月12日(2008.5.12)  
 (33) 優先権主張国 日本国(JP)

(71) 出願人 503360115  
 独立行政法人科学技術振興機構  
 埼玉県川口市本町四丁目1番8号  
 (74) 代理人 100089635  
 弁理士 清水 守  
 (72) 発明者 川勝 英樹  
 日本国東京都世田谷区尾山台一丁目9番1  
 8号  
 (72) 発明者 小林 大  
 日本国東京都足立区花畑六丁目2番4号

最終頁に続く

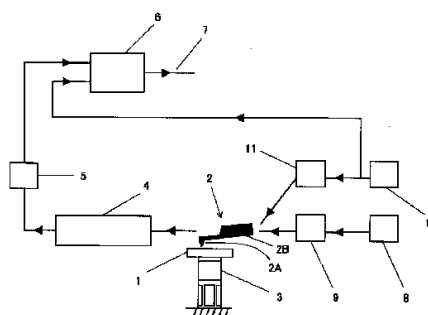
(54) 【発明の名称】 ダイナミックモードAFM装置

## (57) 【要約】

探針 - 試料間距離を自動的に求めることができる自動制御系を構成し、高速に試料表面の原子を同定することができるダイナミックモードAFM装置を提供する。

ダイナミックモードAFM装置において、カンチレバー2と試料1を相対的に3次元走査するスキャナ3と、前記カンチレバー2の撓み振動のあるモードの共振周波数の交流信号を発生する手段8と、前記共振周波数で前記カンチレバー2に撓み振動を励起する手段9と、前記撓み振動の周波数よりも低い第2の周波数の交流信号を発生する手段10と、前記第2の周波数で前記カンチレバー2の探針2A - 試料1間距離を変調する手段11と、前記共振周波数の変動を検出する手段5と、前記カンチレバー2の振動を検出する手段4と、前記共振周波数の変動を検出する手段5の検出信号に含まれる前記探針2A - 試料1間距離の変調信号に同期した変動成分を検出する手段6を備え、前記変動成分の強度と極性から前記共振周波数の探針2A - 試料1間距離に対する傾きを求める。

【図4】



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

- (a) カンチレバーと試料を相対的に 3 次元走査するスキャナと、  
 (b) 前記カンチレバーの撓み振動のあるモードの共振周波数の交流信号を発生する手段と、  
 (c) 前記共振周波数で前記カンチレバーに撓み振動を励起する手段と、  
 (d) 前記撓み振動の周波数よりも低い第 2 の周波数の交流信号を発生する手段と、  
 (e) 前記第 2 の周波数で前記カンチレバーの探針 - 試料間距離を変調する手段と、  
 (f) 前記共振周波数の変動を検出する手段と、  
 (g) 前記カンチレバーの振動を検出する手段と、  
 (h) 前記共振周波数の変動を検出する手段の検出信号に含まれる前記探針 - 試料間距離の変調信号に同期した変動成分を検出する手段を備え、  
 (i) 前記変動成分の強度と極性から前記共振周波数の探針 - 試料間距離に対する傾きを求めることを特徴とするダイナミックモード A F M 装置。

10

## 【請求項 2】

請求項 1 記載のダイナミックモード A F M 装置において、前記共振周波数の探針 - 試料間距離に対する傾きがゼロになるように前記探針 - 試料間距離を自動制御することを特徴とするダイナミックモード A F M 装置。

## 【請求項 3】

請求項 1 又は 2 記載のダイナミックモード A F M 装置において、前記第 2 の周波数として前記撓み振動のあるモードとは別の、より低い次数の撓み振動モードの周波数を使用することを特徴とするダイナミックモード A F M 装置。

20

## 【請求項 4】

請求項 1、2 又は 3 記載のダイナミックモード A F M 装置において、前記カンチレバーの撓み振動のあるモードの共振周波数の交流信号を発生する手段として、そのモードの共振周波数で発振する自励発振回路を構成し、かつ、前記共振周波数の変動を検出する手段として周波数検波を使用することを特徴とするダイナミックモード A F M 装置。

## 【請求項 5】

請求項 1、2 又は 3 記載のダイナミックモード A F M 装置において、前記カンチレバーの撓み振動のあるモードの共振周波数の交流信号を発生する手段として、そのモードの共振周波数で発振する自励発振回路を構成し、かつ前記共振周波数の変動を検出する手段として位相検波を使用することを特徴とするダイナミックモード A F M 装置。

30

## 【請求項 6】

請求項 1、2 又は 3 記載のダイナミックモード A F M 装置において、前記カンチレバーの撓み振動のあるモードの共振周波数の交流信号を発生する手段として、そのモードの共振周波数付近の一定周波数または制御によりそのモードの共振周波数を緩慢に追尾する周波数の交流信号を発生する信号源を用い、かつ、その信号に対するカンチレバーの変位または速度の位相を検出することをもって前記共振周波数の変動を検出する手段とすることを特徴とするダイナミックモード A F M 装置。

## 【発明の詳細な説明】

40

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、ダイナミックモード A F M 装置に関するものである。

## 【背景技術】

## 【0002】

まず、A F M (原子間力顕微鏡) について説明する。

## 【0003】

コンタクトモード A F M は、探針の付いたカンチレバーを試料表面に近づけたときに探針と試料の間に働く力 (通常は斥力) をカンチレバーの撓みから検出し、この検出した力が一定になるように、探針 - 試料間の距離を制御しつつ、探針を試料に対して 2 次元に走

50

査することによって、試料表面の「等力面」を画像化するものである。このコンタクトモード A F M は、探針 - 試料間に働く力が強いので試料に対するダメージが大きく、また原子分解能は達成し難い。

【 0 0 0 4 】

それに対して、ダイナミックモード A F M は探針のついたカンチレバーを試料表面に近づけ、探針と試料の間に働く力の探針 - 試料間距離による微分値（力勾配）によってカンチレバーの共振周波数が変化するのを検出し、その共振周波数変化が一定値になるように探針 - 試料間の距離を制御しつつ、探針を試料に対して 2 次元に走査することによって、試料表面の「等力勾配面」を画像化するものである。

【 0 0 0 5 】

そこで、従来のダイナミックモード A F M 装置の試料とカンチレバー付近の構成の一例を、図 1 に示す。

【 0 0 0 6 】

図 1 において、2 0 1 は試料、2 0 2 はカンチレバー、2 0 2 A はカンチレバー 2 0 2 の探針、2 0 2 B はカンチレバーの基部、2 0 3 は X Y Z スキャナ、2 0 4 はカンチレバー励振手段、2 0 5 はカンチレバー 2 0 2 の背面にレーザー光線 2 0 6 を照射してカンチレバー 2 0 2 の位置を検出する光位置検出器（光てこによる検出器）、2 0 7 はカンチレバーの撓み振動状態を示している。

【 0 0 0 7 】

この図 1 は、以後の説明の中で X Y Z という座標を使ったので、その方向を示している。なお、ここでは、試料 2 0 1 が X Y Z スキャナ 2 0 3 上に載っている例を示しているが、カンチレバー 2 0 2 側を X Y Z スキャナ 2 0 3 に取り付けたり、試料 2 0 1 を X Y スキャナに、カンチレバー 2 0 2 を Z スキャナに取り付けるといった変形例もある。また、カンチレバー励振手段 2 0 4 として piezo 素子のようなものを描いたが、光熱励振法や電磁界を利用することも可能である。また、カンチレバー 2 0 2 の撓みを光てこで検出するため光位置検出器 2 0 5 を用いているが、レーザードップラー振動計で速度検出したり、光ファイバー干渉計で変位検出したりすることも可能である。

【 0 0 0 8 】

図 2 は探針 - 試料間距離とカンチレバーに作用する力および力勾配の関係の一例を示す図、図 3 は探針 - 試料間距離とカンチレバーの共振周波数の関係の一例を示す図である。そもそもカンチレバーの共振周波数が力勾配によって変化する原因は、距離に依存して変化する力がバネと等価なため、カンチレバーが元々持っているバネにその等価的なバネが付け加わるためである。ただし等価的なバネは力勾配の極性が正の時には負のバネ定数を持つことになる。負のバネ定数が加わると共振周波数は低下する。

【 0 0 0 9 】

共振周波数の変化を検出するには、( 1 ) カンチレバー自体を機械共振器に使った自励発振回路を構成し、その発振周波数の変化から検出する方法と、( 2 ) 共振周波数付近の一定の周波数でカンチレバーを強制振動させ、振動させるために使った信号と、検出された振動の位相差から共振周波数の変化を検出する方法がある。上記 ( 1 ) を F M ( 周波数変調 ) 法、( 2 ) を P M ( 位相変調 ) 法とそれぞれ呼ぶことにするとき、第 3 の方法として、( 3 ) 強制振動を使うものの、検出された位相差を利用して強制振動させる周波数が共振周波数を追従するように制御する方法がある。この方法をトラッキング他励法と呼ぶことにする。

【 0 0 1 0 】

いずれの方法によるにしても、周波数軸に載っている情報は観測する帯域を狭めることによって高い感度で検出できるため、ダイナミックモード A F M はコンタクトモード A F M よりも探針 - 試料間の力が弱い領域で観察でき、その結果、試料に対するダメージが少なく原子分解能も達成しやすい。

【 0 0 1 1 】

上記したように、ダイナミックモード A F M は「等力勾配面」をトレースする。一般に

10

20

30

40

50

は「等力勾配面」は「等高面」に近似していると考えられるが、図2の力勾配のグラフは原子種によって異なるため、「等力勾配面」が真の「等高面」と等しくなるのは試料が単一の原子で構成されており、しかも探針先端が原子の真上に位置しているか原子と原子の中間に位置しているかにかかわらず、図2の力勾配のグラフが変化しない場合だけである。そのため、複数の種類の原子で構成される試料では「等力勾配面」は真の「等高面」ではない上に、試料の構成元素や結晶構造についてある程度の予備情報がないと観察された原子種が何であるかを推定することができない。

#### 【0012】

しかし、図3のグラフの極小点（共振周波数が最も低下する点Bすなわち図2に示す力勾配が最大の点）の位置は原子によって異なるため、この位置を求めることによって原子種の判別が可能であるという論文（下記非特許文献1参照）が発表された。

10

#### 【0013】

この方法によれば、従来通りのダイナミックモードAFMによって観察した試料の凹凸像（「等力勾配面」の3次元グラフィック表示）を極小点位置から求めた原子種によって色付けし、あたかも原子種ごとの異なる色がついているように表示することが可能になる。

【非特許文献1】Yoshiaki Sugimoto et al., "Chemical identification of individual surface atoms by atomic force microscopy", Nature, Vol. 446, 2007, pp. 64 - 67

20

#### 【発明の開示】

#### 【0014】

しかしながら、上記非特許文献1の方法によれば、探針を試料の原子上でドリフトなく位置決めし、フォースカーブの平均化を数100回行う必要があった。つまり、図3のグラフを各原子について取得し、それらの極小点の位置を手で求め、各原子の色を決定するという工程が必要になる。この工程は、従来のダイナミックAFM並みのリアルタイムでの撮像に比べると、大変時間を要することになる。

#### 【0015】

本発明は、上記状況に鑑みて、探針 - 試料間距離を自動的に求めることができる自動制御系を構成し、高速に試料表面の原子を同定することができるダイナミックモードAFM装置を提供することを目的とする。

30

#### 【0016】

本発明は、上記目的を達成するために、

〔1〕ダイナミックモードAFM装置において、カンチレバーと試料を相対的に3次元走査するスキャナと、前記カンチレバーの撓み振動のあるモードの共振周波数の交流信号を発生する手段と、前記共振周波数で前記カンチレバーに撓み振動を励起する手段と、前記撓み振動の周波数よりも低い第2の周波数の交流信号を発生する手段と、前記第2の周波数で前記カンチレバーの探針 - 試料間距離を変調する手段と、前記共振周波数の変動を検出する手段と、前記カンチレバーの振動を検出する手段と、前記共振周波数の変動を検出する手段の検出信号に含まれる前記探針 - 試料間距離の変調信号に同期した変動成分を検出する手段を備え、前記変動成分の強度と極性から前記共振周波数の探針 - 試料間距離に対する傾きを求めることを特徴とする。

40

#### 【0017】

〔2〕上記〔1〕記載のダイナミックモードAFM装置において、前記共振周波数の探針 - 試料間距離に対する傾きがゼロになるように前記探針 - 試料間距離を自動制御することを特徴とする。

#### 【0018】

〔3〕上記〔1〕又は〔2〕記載のダイナミックモードAFM装置において、前記第2の周波数として前記撓み振動のあるモードとは別の、より低い次数の撓み振動モードの周波数を使用することを特徴とする。

50

## 【 0 0 1 9 】

〔 4 〕 上記〔 1 〕、〔 2 〕又は〔 3 〕記載のダイナミックモード A F M 装置において、前記カンチレバーの撓み振動のあるモードの共振周波数の交流信号を発生する手段として、そのモードの共振周波数で発振する自励発振回路を構成し、かつ、前記共振周波数の変動を検出する手段として周波数検波を使用することを特徴とする。

## 【 0 0 2 0 】

〔 5 〕 上記〔 1 〕、〔 2 〕又は〔 3 〕記載のダイナミックモード A F M 装置において、前記カンチレバーの撓み振動のあるモードの共振周波数の交流信号を発生する手段として、そのモードの共振周波数で発振する自励発振回路を構成し、かつ前記共振周波数の変動を検出する手段として位相検波を使用することを特徴とする。

10

## 【 0 0 2 1 】

〔 6 〕 上記〔 1 〕、〔 2 〕又は〔 3 〕記載のダイナミックモード A F M 装置において、前記カンチレバーの撓み振動のあるモードの共振周波数の交流信号を発生する手段として、そのモードの共振周波数付近の一定周波数または制御によりそのモードの共振周波数を緩慢に追尾する周波数の交流信号を発生する信号源を用い、かつ、その信号に対するカンチレバーの変位または速度の位相を検出することをもって前記共振周波数の変動を検出する手段とすることを特徴とする。

## 【 図面の簡単な説明 】

## 【 0 0 2 2 】

【 図 1 】 従来のダイナミックモード A F M 装置の試料とカンチレバー付近の構成の一例を示す図である。

20

【 図 2 】 探針 - 試料間距離とカンチレバーに作用する力および力勾配の関係の一例を示す図である。

【 図 3 】 探針 - 試料間距離とカンチレバーの共振周波数の関係の一例を示す図である。

【 図 4 】 本発明の基本的なダイナミックモード A F M 装置のブロック図である。

【 図 5 】 本発明のダイナミックモード A F M 装置の共振周波数の探針 - 試料間距離に対する傾きが正の場合 ( C )、負の場合 ( A ) または零の場合 ( B ) の各位置におけるディザ信号と共振周波数変化の波形図である。

【 図 6 】 本発明の第 1 実施例を示すダイナミックモード A F M 装置のブロック図である。

【 図 7 】 本発明のダイナミックモード A F M 装置における探針 - 試料間距離の時間変化を示す図である。

30

【 図 8 】 本発明の第 2 実施例を示すダイナミックモード A F M 装置のブロック図である。

【 図 9 】 本発明のダイナミックモード A F M 装置の共振周波数の探針 - 試料間距離に対する傾きが正の場合 ( C )、負の場合 ( A ) または零の場合 ( B ) の各位置における振動の波形と共振周波数の傾きを表す信号の波形図である。

【 図 1 0 】 本発明の第 3 実施例を示すダイナミックモード A F M 装置のブロック図である。

【 図 1 1 】 本発明の第 4 実施例を示すダイナミックモード A F M 装置のブロック図である。

【 図 1 2 】 本発明の第 5 実施例を示すダイナミックモード A F M 装置のブロック図である。

40

【 図 1 3 】 本発明の第 6 実施例を示すダイナミックモード A F M 装置のブロック図である。

【 図 1 4 】 本発明のダイナミックモード A F M 装置の探針 - 試料間距離と共振周波数の関係を示す図である。

【 図 1 5 】 本発明のダイナミックモード A F M 装置の探針 - 試料間距離と位相の関係を示す図である。

## 【 発明を実施するための最良の形態 】

## 【 0 0 2 3 】

ダイナミックモード A F M 装置において、カンチレバーと試料を相対的に 3 次元走査す

50

るスキャナと、前記カンチレバーの撓み振動のあるモードの共振周波数の交流信号を発生する手段と、前記共振周波数で前記カンチレバーに撓み振動を励起する手段と、前記撓み振動の周波数よりも低い第2の周波数の交流信号を発生する手段と、前記第2の周波数で前記カンチレバーの探針 - 試料間距離を変調する手段と、前記共振周波数の変動を検出する手段と、前記カンチレバーの振動を検出する手段と、前記共振周波数の変動を検出する手段の検出信号に含まれる前記探針 - 試料間距離の変調信号に同期した変動成分を検出する手段を備え、前記変動成分の強度と極性から前記共振周波数の探針 - 試料間距離に対する傾きを求める。

【実施例】

【0024】

以下、本発明の実施の形態について詳細に説明する。

【0025】

図4は本発明の基本的なダイナミックモードAFM装置のブロック図である。この図において、1は試料、2はカンチレバー、2Aはカンチレバー2の探針、2Bはカンチレバー2の基部、3はカンチレバー2と試料1を相対的に3次元走査できるスキャナ、4はカンチレバー2の振動検出器であり、ここでは振動を検出するようにしているが、検出するのは速度や変位でもよく、また、光てこ機構、レーザードップラー計などを用いてもよい。5は共振周波数の変動を検出する手段、6は共振周波数の変動を検出する手段5の検出信号に含まれるカンチレバー2の探針2A - 試料1間距離の変調信号に同期した変動成分を検出する手段であり、共振周波数のカンチレバー2の探針2A - 試料1間距離に対する傾き信号7を得ることができる。8はカンチレバー2の撓み振動のあるモードの共振周波数の交流信号を発生する手段、9はこの手段8からの信号を受けてカンチレバー2に撓み振動を励起する手段、10は第2の周波数の交流信号を発生する手段、11は第2の周波数の交流信号を発生する手段10に接続され、第2の周波数でカンチレバー2の探針2A - 試料1間距離を変調する手段であり、第2の周波数の交流信号を発生する手段10からの出力信号は、最終的には変調信号に同期した変動成分を検出する手段6に入力される。

【0026】

なお、図4においては、ダイナミックモードAFMとして必要なコンピュータやスキャナ3のZ軸の制御回路などは省略している。

【0027】

また、カンチレバー2の撓み振動のあるモードの共振周波数の交流信号を発生する手段8としては、一定周波数の信号源や、カンチレバー2の共振周波数を緩慢に追尾する信号源や、カンチレバー2を機械共振器として使用した自励発振回路などを用いることができる。

【0028】

また、カンチレバー2に撓み振動を励起する手段9としては、 piezoアクチュエータ、光熱励振、磁気励振、電界励振などを用いることができる。

【0029】

また、第2の周波数としては、カンチレバーの共振周波数と無関係な周波数を用いる場合と、上記撓み振動のモードより低い別の撓み振動のモードの周波数を用いる場合がある。

【0030】

また、第2の周波数で探針 - 試料間距離を変調する手段11としては、スキャナ3を使用する場合や、カンチレバー2に撓み振動を励起する手段9を用いる場合や、第2の周波数専用の手段（piezoアクチュエータ、光熱励振、磁気励振、電界励振など）を使用する場合がある。

【0031】

また、共振周波数の変動を検出する手段5としてはFM検波、PM検波などがあるが、カンチレバー2の撓み振動のあるモードの共振周波数の交流信号を発生する手段8との組

10

20

30

40

50

み合わせによって成立する場合と成立しない場合がある。

【0032】

変調信号に同期した変動成分を検出する手段6としては、乗算器とローパスフィルタ、ロックインアンプ、デジタル回路による位相比較器などがある。また、アナログ回路で構成する場合もあるし、デジタル信号処理による場合もある。

【0033】

本発明の基本的な原理を説明する。

【0034】

図5は本発明のダイナミックモードAFM装置の共振周波数の探針-試料間距離に対する傾きが正の場合(C)、負の場合(A)または零の場合(B)の各位置におけるディザ信号 $z(t)$ と共振周波数変化 $f(t)$ の波形図である。

10

【0035】

従来技術の説明で述べたFM法、PM法またはトラッキング他励法等を使って、カンチレバーの共振周波数を知るための撓み振動とは別に、もっと低い第2の周波数のディザ信号で探針-試料間距離を微小に変化させる。探針-試料間距離は、上記の撓み振動による変化とディザ信号による変化の両方を同時に受けることになる。そして、ディザ信号による探針-試料間距離変化に伴い、撓み振動から検出される共振周波数も変動するが、その変化のディザ信号と同一周波数成分の極性と振幅から、図5に示すグラフの傾きを知ることができる。

【0036】

ここで、図5に示すグラフの傾きを知ることの意義について説明する。

20

【0037】

従来のダイナミックモードAFM装置の制御系は、共振周波数の傾きが正または負のどちらか一方で安定するように作られるので、極小点付近では制御の極性が反転する危険があって使用できない。一方、液体中の試料や水又は溶媒の蒸気にさらされている試料では、水や溶媒が試料表面に層を成しているため、力の勾配が、図2に示したように単純でなく、正負を繰り返す場合がある。このような場合、例えば試料に近い方から2回目の正の傾きの領域を観察したいというような時に、従来のダイナミックモードAFMでは確実にその点に到達する手段がない。そこで、本発明のような方法を用いて傾きを検出し、正負いずれの傾きの場合でも制御が安定化するように制御系の極性を変化させることによって

30

【0038】

共振周波数の探針-試料間距離に対する傾きをリアルタイムに出力するには、ディザ信号と共振周波数検出手段から出てくる信号〔図5における $z(t)$ と $f(t)$ の波形〕を乗算してローパスフィルタに通せば良い。

【0039】

更に、このようにして得た傾きを示す信号が常にゼロになるようにXYZスキャナ3のZ軸に制御をかけながらXYスキャンすれば、得られる像は「最小共振周波数面」を表すので、その深さによって原子種が同定できる。この方法によれば、従来のダイナミックモードAFMよりは遅いかもしれないが、相当高速に原子種が同定できるAFM装置が実現できる。

40

【0040】

以下、これについて説明する。

【0041】

図6は本発明の第1実施例を示すダイナミックモードAFM装置のブロック図である。

【0042】

この第1実施例では、図4に示したシステムの変調信号に同期した変動成分を検出する手段6に制御器21を付け加えて、この制御器21によりZ軸制御信号22を出力し、共振周波数の探針-試料間距離に対する傾きがゼロになるように、カンチレバー2と試料1を相対的に3次元走査できるスキャナ3のZ軸を制御する。なお、図6においても、ダイ

50

ナミックモード A F M 装置として必要なコンピュータは省略されている。

【 0 0 4 3 】

図 7 は本発明のダイナミック A F M 装置における探針 - 試料間距離の時間変化を示す図である。

【 0 0 4 4 】

ここでは、撓み振動のあるモードの周波数として 2 次の撓み振動モードの周波数を、第 2 の周波数として 1 次の撓み振動モードの周波数を使用した場合の探針 - 試料間距離の時間変化を示している。少なくとも 2 次の振動は自励振動によって発生させた場合を例として示している。

【 0 0 4 5 】

図 7 ( a ) は、1 次と 2 次の撓み振動モードの周波数をカンチレバーに同時に励起した場合の探針 - 試料間距離の時間変化を、図 7 ( b ) は、図 7 ( a ) の 1 次の撓み振動モード成分と 1 次の撓みモード形状を、図 7 ( c ) は、図 7 ( a ) の 2 次の撓みモード振動成分と 2 次の撓みモード形状を示している。

【 0 0 4 6 】

ここで、図 7 ( c ) の 2 次の振動モードの振動周波数が時間変化しているのは、図 7 ( b ) に示した 1 次の振動モード成分によって距離が変調されるためである。

【 0 0 4 7 】

図 8 は本発明の第 2 実施例を示すダイナミックモード A F M 装置のブロック図、図 9 は本発明のダイナミックモード A F M 装置の共振周波数の探針 - 試料間距離に対する傾きが正の場合 ( C )、負の場合 ( A ) または零の場合 ( B ) の各位置における振動の波形と共振周波数の傾きを表す信号の波形図である。

【 0 0 4 8 】

図 8 において、1 0 1 は試料、1 0 2 はカンチレバー、1 0 2 A はカンチレバー 1 0 2 の探針、1 0 2 B はカンチレバー 1 0 2 の基部、1 0 3 はカンチレバー 1 0 2 と試料 1 0 1 を相対的に 3 次元走査できるスキャナ、1 0 4 はカンチレバー 1 0 2 の振動検出器であり、ここでは振動を検出するようにしているが、検出するのは速度や変位でもよく、また、光てこ機構、レーザドップラー計などを用いてもよい。1 0 5 はカンチレバー 1 0 2 の撓み振動のあるモードの共振周波数の交流信号を発生する自励発振回路であり、この自励発振回路 1 0 5 は B P F ( バンドパスフィルタ ) 1 0 5 A と波形整形回路 1 0 5 B からなる。この自励発振回路 1 0 5 は、カンチレバー 1 0 2 に撓み振動を励起する手段 1 0 6 に接続され、そのカンチレバー 1 0 2 に撓み振動を励起する手段 1 0 6 からの出力は、カンチレバー 1 0 2 に付与される。この自励発振回路 1 0 5 は第 1 の位相比較器 1 0 7 にも接続される。この第 1 の位相比較器 1 0 7 はループフィルタ 1 0 8 に接続され、そのループフィルタ 1 0 8 の出力は V C O ( 電圧制御発振器 ) 1 0 9 を介して第 1 の位相比較器 1 0 7 へ入力される。つまり、F M 検波用 P L L として機能する。1 1 0 は X Y 走査信号発生装置である。

【 0 0 4 9 】

また、第 2 の周波数発生手段 1 1 1 が設けられており、この第 2 の周波数発生手段 1 1 1 の出力信号は第 2 の周波数でカンチレバー 1 0 2 の探針 1 0 2 A - 試料 1 0 1 間距離を変調する手段 1 1 2 に入力され、この第 2 の周波数でカンチレバー 1 0 2 の探針 1 0 2 A - 試料 1 0 1 間距離を変調する手段 1 1 2 の出力はカンチレバー 1 0 2 に付与される。

【 0 0 5 0 】

更に、第 2 の周波数発生手段 1 1 1 の出力信号は、ループフィルタ 1 0 8 の出力信号とともに第 2 の位相比較器 1 1 3 に入力されて位相差が検出される。この第 2 の位相比較器 1 1 3 の出力信号が L P F ( ローパスフィルタ ) 1 1 4 に入力される。この L P F 1 1 4 の出力信号は制御器 1 1 5 に入力されて、この制御器 1 1 5 の出力信号は Z 軸制御信号 1 1 6 としてスキャナ 1 0 3 の Z 軸の制御を行う。なお、図 8 において、ループフィルタ 1 0 8 の出力を 1 1 7、第 2 の周波数成分を 1 1 8、第 2 の位相比較器 1 1 3 の出力 1 1 9 としてそれぞれ表している。

10

20

30

40

50



## 【 0 0 5 1 】

ここで、出力信号の例を示すと、探針 - 試料間距離 ( z ) に対する共振周波数 ( f r ) の 3 点 A , B , C では、図 9 に示すようになる。ここで、 a 線は振動検出器 1 0 4 の出力信号である振動の波形、 b 線は L P F 1 1 4 の出力である「共振周波数の探針 - 試料間距離に対する傾きを示す信号」である。

## 【 0 0 5 2 】

制御器 1 1 5 はスキャナ 1 0 3 の Z 軸を制御することで図 9 の B の状態になるように探針 - 試料間距離を調節する。したがって、制御器 1 1 5 による制御が成立している状態ではループフィルタ 1 0 8 の出力 1 1 7 は共振周波数の最小値を示している。 X Y 走査信号発生装置 1 1 0 はスキャナ 1 0 3 の X Y 軸に走査信号を与え、また各 X Y 座標におけるループフィルタ 1 0 8 の出力値を記録し画像化することにより、共振周波数の最小値の X Y 分布の画像を表示する。この画像は、前記非特許文献 1 が示すように原子種の分布を表す。

10

## 【 0 0 5 3 】

また、第 2 実施例では、第 2 の周波数として撓み振動のあるモードの周波数とは別の、より低い次数の撓み振動モードの周波数を使用するようにしている。

## 【 0 0 5 4 】

F M 検波方式には、遅延検波、直交検波、 P L L など種々の方式があるが、ここでは P L L 検波の例を示している。ここでは制御器 1 1 5 からの Z 軸制御信号 1 1 6 による Z 軸制御によって共振周波数の極小値を維持する制御ループがある。

20

## 【 0 0 5 5 】

このように構成することにより、カンチレバー 1 0 2 の振動モードを利用することで、振幅の増幅効果によって効率よく振動させることができる。

## 【 0 0 5 6 】

図 1 0 は本発明の第 3 実施例を示すダイナミックモード A F M 装置のブロック図である。

## 【 0 0 5 7 】

この第 3 実施例では、第 2 の周波数の発生手段にも B P F 1 1 1 A と波形整形回路 1 1 1 B からなる自励発振回路 1 1 1 を使うようにしている。なお、検波回路の方式との組み合わせも考えると、非常に多くのパリエーションが考えられるがその一例を示している。

30

## 【 0 0 5 8 】

図 1 1 は本発明の第 4 実施例を示すダイナミックモード A F M 装置のブロック図である。

## 【 0 0 5 9 】

この第 4 実施例では、第 1 の位相比較器 1 0 7 の出力である P M 検波出力 1 2 0 を第 2 の位相比較器 1 1 3 に入力するようにしている。

## 【 0 0 6 0 】

この第 4 実施例は、 P L L による P M 検波を用いる例である。 F M 信号は本質的に P M 信号でもある。特に P L L 検波は F M 変調の周波数があまり高いと検波できない。このような場合、 P L L の位相比較器 1 0 7 の出力に含まれる P M 検波信号を、 F M 検波信号の代わりに使うことができる。

40

## 【 0 0 6 1 】

例えば、カンチレバーの撓み振動のあるモードの共振周波数の交流信号を発生する自励発振回路 1 0 5 の周波数をカンチレバー 1 0 2 の撓みの 2 次モード周波数、撓み振動の周波数よりも低い第 2 の周波数の交流信号を発生する第 2 の周波数発生手段 1 1 1 の周波数をカンチレバー 1 0 2 の撓みの 1 次モード周波数とした場合、検波すべき F M 信号の変調周波数は、キャリア周波数の 1 / 6 から 1 / 7 程度になり、 P L L による F M 検波は難しくなる。

## 【 0 0 6 2 】

50

なお、低速 F M 検波出力 1 1 7 は共振周波数の極小点の周波数が出力される。

【 0 0 6 3 】

図 1 2 は本発明の第 5 実施例を示すダイナミックモード A F M 装置のブロック図である。

【 0 0 6 4 】

この第 5 実施例では、図 1 1 における第 2 の周波数発生手段 1 1 1 による「第 2 の周波数」も B P F 1 1 1 A と波形整形回路 1 1 1 B からなる自励発振回路 1 1 1 で発生させるように構成している。この実施例は、第 4 実施例に示したように、カンチレバー 1 0 2 の 2 つのモードを利用する場合の具体的な構成を示している。

【 0 0 6 5 】

図 1 3 は本発明の第 6 実施例を示すダイナミックモード A F M 装置のブロック図である。

【 0 0 6 6 】

この図において、カンチレバー 1 0 2 の振動検出器 1 0 4 からの出力は、第 3 の位相比較器 1 2 2 とループフィルタ 1 2 3 と V C O 1 2 4 からなる交流信号発生源 1 2 1 において、共振周波数に緩慢に追従するように制御される。ここで、緩慢にとは、第 2 の周波数発生手段 1 1 1 からの第 2 の周波数による距離の変調によって共振周波数が変動するが、その変動には反応しない程度に遅いという意味である。

【 0 0 6 7 】

この第 6 実施例では Z 軸制御が行われるが、図 4 に示すように、Z 軸制御が無いようにする場合もある。

【 0 0 6 8 】

図 1 4 は本発明のダイナミックモード A F M 装置の探針 - 試料間距離と共振周波数の関係を示す図、図 1 5 は本発明のダイナミックモード A F M 装置の探針 - 試料間距離と位相の関係を示す図である。

【 0 0 6 9 】

上記第 6 実施例では、位相を使って共振周波数の変化が検出できるようにしている。カンチレバーを固定周波数（図 1 4 の周波数 1 ~ 3 ）で駆動したとき、励振するための力入力から速度出力までの位相が図 1 5 に示されている。このように、探針 - 試料間距離が変わると位相が変化する。位相のグラフは共振周波数のグラフよりもゆがんでいるが、傾きの方向は一致している。また、共振周波数が極小になる距離において、位相も極小になるので、位相を使って共振周波数の変動を検出することができる。

【 0 0 7 0 】

ただし、共振周波数と駆動周波数があまり離れるとカンチレバーの振幅が小さくなって S N 比が悪化してくるため、共振周波数に緩慢に追従するように制御をかける方が良好である。

【 0 0 7 1 】

位相を使う利点はカンチレバーの Q 値が低い場合にある。水中ではカンチレバーの機械的 Q 値は 1 0 とかそれ以下に下がることもあり、自励振動だと止まってしまうこともあるが、この実施例の方法では強制振動なので、カンチレバーの振動が止まることはない。また、Q 値が低いため多少共振周波数とずれた周波数で駆動しても極端に振幅が下がることはない。

【 0 0 7 2 】

本発明によれば、走査型電子顕微鏡で、形状像と組成像や X P S 像が得られているのと同じような簡便さで、原子分解能の元素同定を可能とする。それにより、走査型力顕微鏡で得られる試料の情報を各段に増やすことが可能となる。

【 0 0 7 3 】

また、本発明は、真空のみならず、気体や液体中でも適応可能であり、例えば、液中の固体表面の動的な変化を、関与している元素を高分解能で認識しつつ撮像することが可能となる。また、表面科学、表面工学に限られず、ナノ加工、バイオ高分解能イメージング

10

20

30

40

50

等への高い波及性を有する画期的発明と言える。

【 0 0 7 4 】

また、ダイナミックモード A F M 装置を構成する要素のいくつかは、複数の実現方法があり、上記実施例においてはその代表的なものを開示しているに過ぎない。

【 0 0 7 5 】

なお、本発明は上記実施例に限定されるものではなく、本発明の趣旨に基づき種々の変形が可能であり、これらを本発明の範囲から排除するものではない。

【 0 0 7 6 】

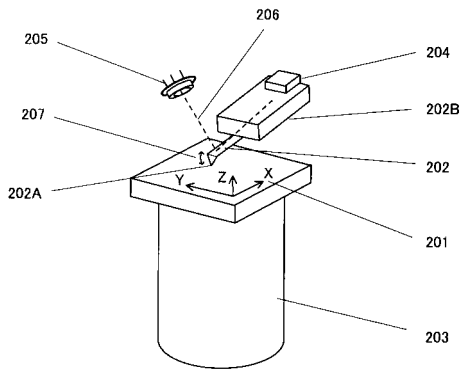
本発明によれば、探針 - 試料間距離を自動的に求めることができる自動制御系を構成し、高速に試料表面の原子を同定することができる。特に、共振周波数の探針 - 試料間距離に対する傾きを求めることができる。更に、共振周波数の探針 - 試料距離に関する傾きがゼロになるように探針 - 試料距離を自動制御して、原子種の同定を迅速に行うことができる。

【 産業上の利用可能性 】

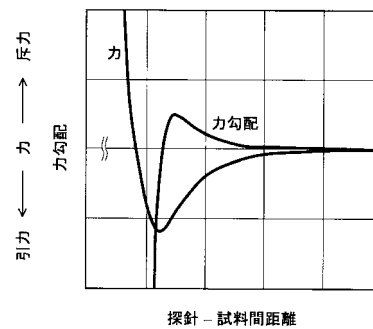
【 0 0 7 7 】

本発明のダイナミックモード A F M 装置は、原子間力顕微鏡、走査型プローブ顕微鏡、表面分析、表面科学、表面工学、ナノ加工、ナノプロセッシング、バイオ高分解能イメージングなどの分野に利用可能である。

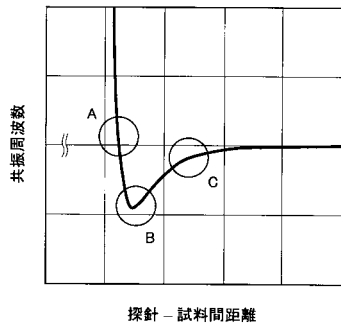
【 図 1 】



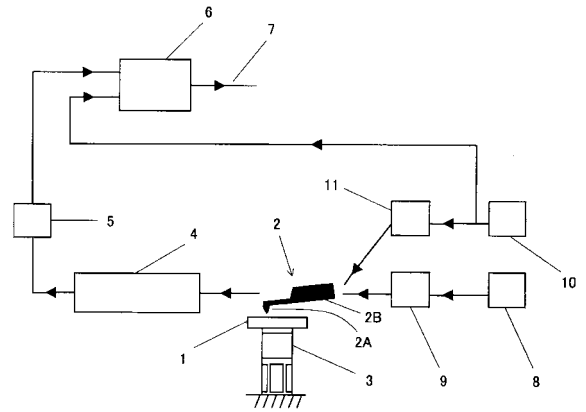
【 図 2 】



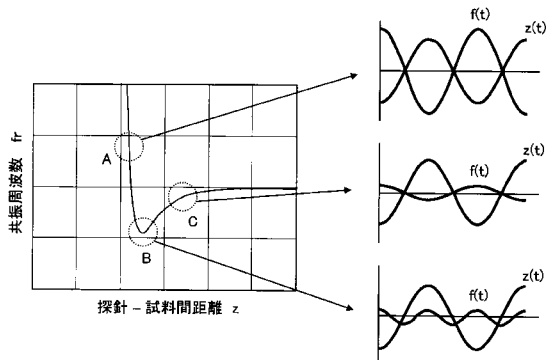
【 図 3 】



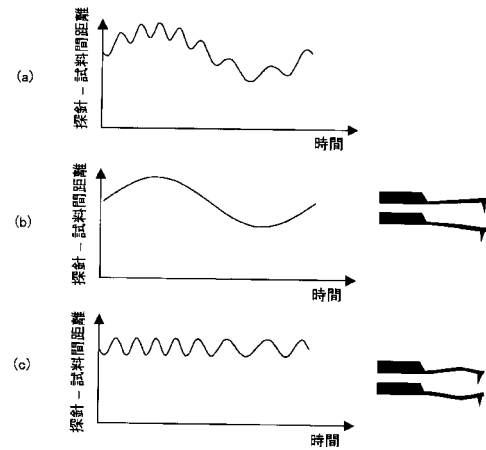
【 図 4 】



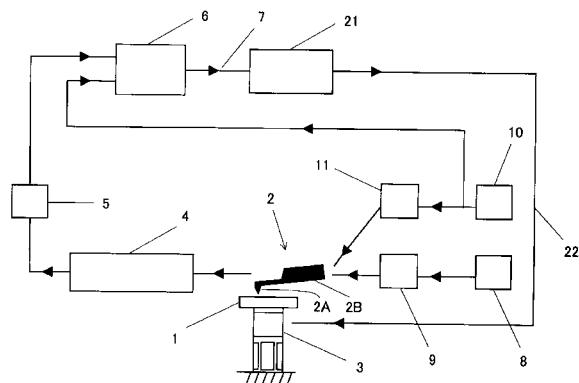
【 図 5 】



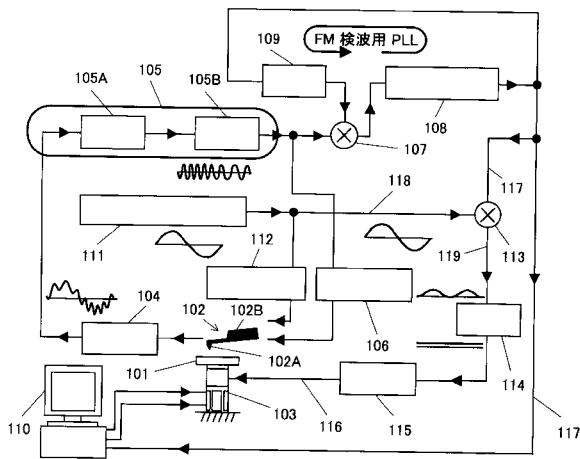
【 図 7 】



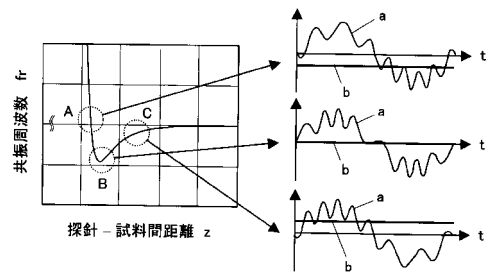
【 図 6 】



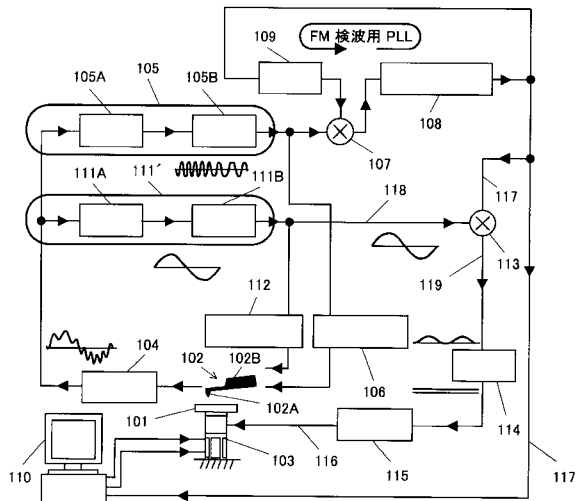
【図 8】



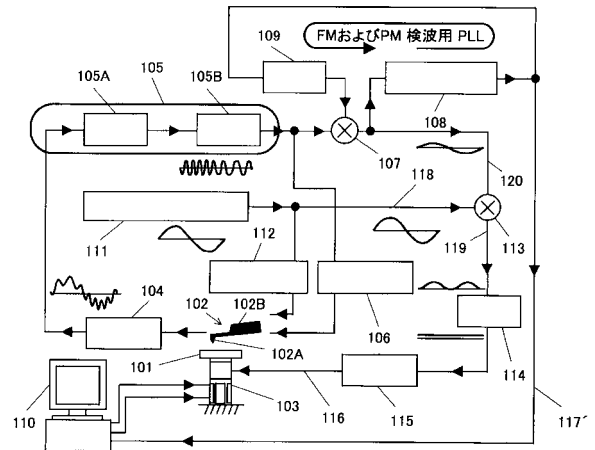
【図 9】



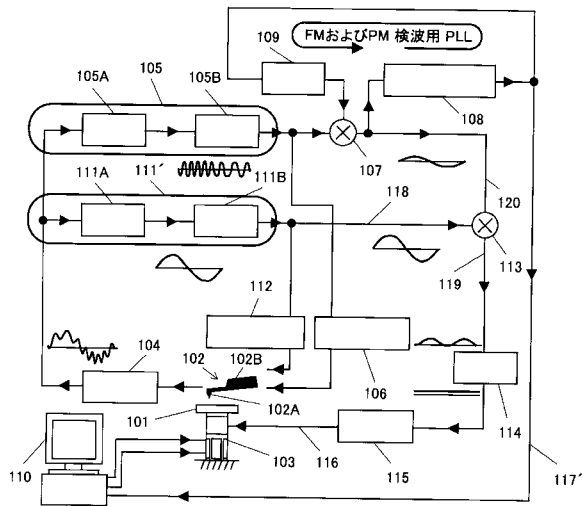
【図 10】



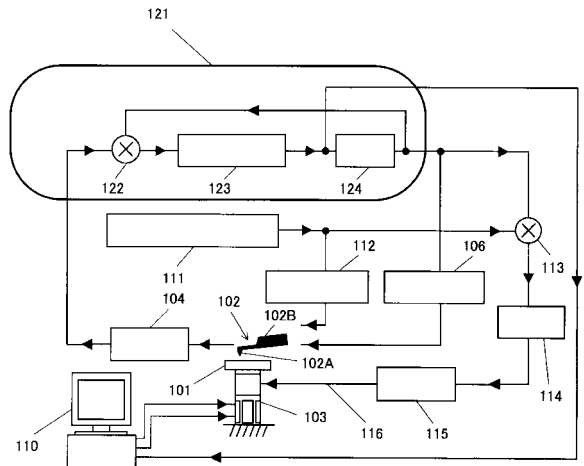
【図 11】



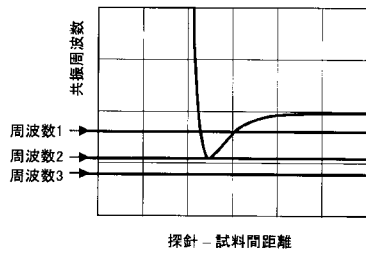
【 図 1 2 】



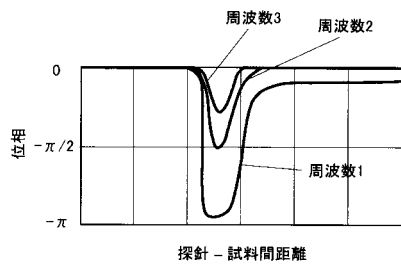
【 図 1 3 】



【 図 1 4 】



【 図 1 5 】



## 【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/JP2009/057158
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER G01N13/16(2006.01) 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) G01N13/10-13/24		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2009 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2009 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2009		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) JSTPlus (JDreamII)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2000-28624 A (International Business Machines Corp.), 28 January, 2000 (28.01.00), Full text; all drawings & US 6079254 A & US 6234009 B1	1-6
A	JP 2002-206999 A (Hitachi Kenki Fine Tech Co., Ltd.), 26 July, 2002 (26.07.02), Full text; all drawings & US 2002/0089339 A1	1-6
A	WO 2008/015916 A1 (Japan Science and Technology Agency), 07 February, 2008 (07.02.08), Full text; all drawings & EP 2048487 A	1-6
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> 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 06 July, 2009 (06.07.09)		Date of mailing of the international search report 14 July, 2009 (14.07.09)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office		Authorized officer
Facsimile No.		Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2009/057158

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P, A	WO 2008/087852 A1 (Osaka University), 24 July, 2008 (24.07.08), Full text; all drawings (Family: none)	1-6



国際調査報告		国際出願番号 PCT/JP2009/057158									
A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. G01N13/16(2006.01)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. G01N13/10 - 13/24											
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 <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2009年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2009年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2009年</td> </tr> </table>				日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2009年	日本国実用新案登録公報	1996-2009年	日本国登録実用新案公報	1994-2009年
日本国実用新案公報	1922-1996年										
日本国公開実用新案公報	1971-2009年										
日本国実用新案登録公報	1996-2009年										
日本国登録実用新案公報	1994-2009年										
国際調査で使用了電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語) JSTPlus (JDreamII)											
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									
A	JP 2000-28624 A (インターナショナル・ビジネズ・マシーニズ・コーポレイション) 2000.01.28, 全文全図 & US 6079254 A & US 6234009 B1	1-6									
A	JP 2002-206999 A (日立建機ファインテック株式会社) 2002.07.26, 全文全図 & US 2002/0089339 A1	1-6									
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> 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		の日の後に公表された文献									
「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		「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									
「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		「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									
「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)		「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									
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献		「&」同一パテントファミリー文献									
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願											
国際調査を完了した日 06.07.2009		国際調査報告の発送日 14.07.2009									
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 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) 渡▲辺▼ 純也	2J 3606								
		電話番号 03-3581-1101 内線 3252									

国際調査報告		国際出願番号 PCT/J P 2 0 0 9 / 0 5 7 1 5 8
C (続き) . 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
A	WO 2008/015916 A1 (独立行政法人科学技術振興機構) 2008.02.07, 全文全図 & EP 2048487 A	1-6
P, A	WO 2008/087852 A1 (国立大学法人大阪大学) 2008.07.24, 全文全図 (ファミリーなし)	1-6

---

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(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, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(注)この公表は、国際事務局(WIPO)により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願(日本語実用新案登録出願)の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項(実用新案法第48条の13第2項)により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。