

(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2002 - 267588

(P 2 0 0 2 - 2 6 7 5 8 8 A)

(43)公開日 平成14年 9月18日 (2002.9.18)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード [*] (参考)
G01N 13/12		G01N 13/12	A 2F063
G01B 7/34		G01B 7/34	Z

審査請求 有 請求項の数10 O L (全10頁)

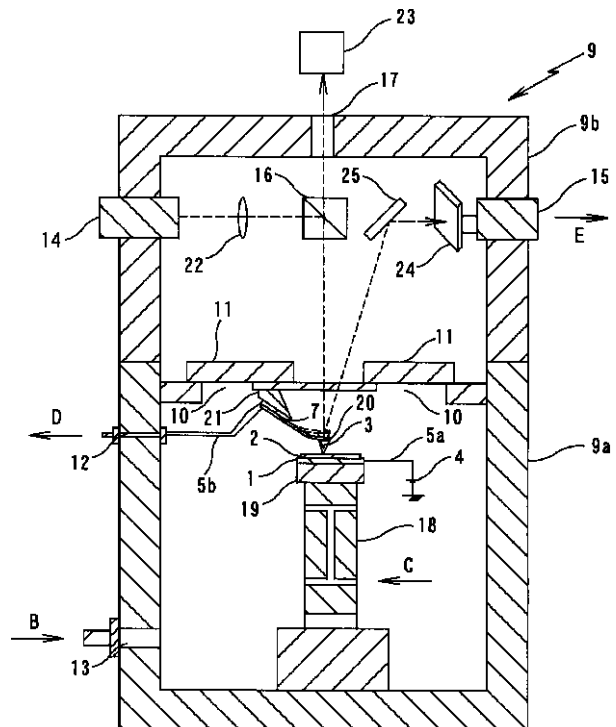
(21)出願番号	特願2001 - 64937 (P 2001 - 64937)	(71)出願人	391012246 静岡大学長 静岡県静岡市大谷836
(22)出願日	平成13年 3月 8日 (2001.3.8)	(72)発明者	坂口 浩司 静岡県浜松市名塚町266番地
		(72)発明者	岩田 太 静岡県静岡市日出町 6 番地の11号
		(72)発明者	佐々木 彰 静岡県浜松市有玉西町603番地の17号
		(74)代理人	100110607 弁理士 間山 進也 (外 1名) F ターム (参考) 2F063 AA43 BB02 DA02 DA05 EB15 EB23 FA10

(54) 【発明の名称】 電流の計測方法および表面形状の測定装置

(57) 【要約】

【課題】 基板に電圧を印加し、基板上に配置した試料に導電性の探針を振動させながら一定の力かつ所定周期で接触させることにより、機械的強度の弱い試料または不均一な硬さを有する試料を通して流れる電流を計測することができる電流の計測方法、表面の測定装置および顕微鏡装置を提供する。

【解決手段】 試料 2 を配置した導電性の基板 1 に電圧を印加させる段階と、導電性の探針 3 を一定の力かつ所定周期で試料 2 に接触するように振動させる段階と、探針 3 と試料 2 とが接触して探針 3 と基板 1 との間に流れた電流を計測する段階とを含む電流の計測方法、表面の測定装置および顕微鏡装置を用いる。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 試料を配置した導電性の基板に電圧を印加する段階と、導電性の探針を一定の力かつ所定周期で前記試料に接触するように振動させる段階と、前記探針と前記試料とが接触して前記探針と前記基板との間に流れた電流を計測する段階とを含む、電流の計測方法。

【請求項 2】 前記探針は、所定周波数の電圧が印加されることにより所定周期で振動する、請求項 1 に記載の電流の計測方法。

【請求項 3】 前記探針は、先端が 0.1 ~ 10 nm である、請求項 1 または 2 に記載の電流の計測方法。 10

【請求項 4】 前記周波数は、0.1 ~ 10 kHz である、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の電流の計測方法。

【請求項 5】 導電性の基板に配置した試料に一定の力で接触可能な導電性の探針と、所定周波数の電圧を出力させる電圧出力手段と、前記所定周波数の電圧により前記探針を所定周期で振動させる探針振動手段と、前記導電性の基板に電圧を印加する電源と、前記探針と前記試料とが接触して前記探針と前記基板との間に流れた電流を計測する電流測定手段とを備える、表面の測定装置。 20

【請求項 6】 前記探針は、先端が 0.1 ~ 10 nm である、請求項 5 に記載の表面の測定装置。

【請求項 7】 前記周波数は、0.1 ~ 10 kHz である、請求項 5 または 6 に記載の表面の測定装置。

【請求項 8】 試料表面を観測するための装置であって、導電性の基板に配置した試料に一定の力で接触可能な導電性の探針と、所定周波数の電圧を出力させる電圧出力手段と、前記所定周波数の電圧により前記探針を所定周期で振動させる探針振動手段と、前記導電性の基板に電圧を印加する電源と、前記探針と前記試料とが接触して前記探針と前記基板との間に流れた電流を計測する電流測定手段とを備える表面の測定装置と、前記電流測定手段により計測した電流から前記試料表面を解析するためのプログラムが記録されたコンピュータ・システムと、前記コンピュータ・システムにおいて解析した前記試料表面を拡大して表示させる表示装置とを備える、顕微鏡装置。 30

【請求項 9】 前記探針は、先端が 0.1 ~ 10 nm である、請求項 8 に記載の顕微鏡装置。 40

【請求項 10】 前記周波数は、0.1 ~ 10 kHz である、請求項 8 または 9 に記載の顕微鏡装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、電流の計測方法、表面の測定装置および顕微鏡装置に関し、より詳細には、導電性の探針を振動させながら一定の力かつ所定周期で試料に接触させて、探針と試料とが接触した際に流れる電流を直接計測する電流の計測方法、該計測方法に 50

より計測した電流を解析して試料表面の状態を測定する表面の測定装置および顕微鏡装置に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、試料の電気抵抗または電導度といった電気特性を知るためには、試料に流れる電流を計測する必要がある。分子レベルといった微小な試料に対しては、試料に流れるトンネル電流が計測されている。このトンネル電流を計測し、試料の表面状態を画像化する装置として走査型トンネル顕微鏡が用いられている。走査型トンネル顕微鏡は、先端が数十 nm の曲率半径を持つ金属探針を試料に数十 nm の距離まで近づけ、トンネル電流が一定となるように探針の高さを制御、記録して試料表面の凹凸を画像化する装置である。

【0003】また、試料などの表面情報においては、上述した走査型トンネル顕微鏡以外に走査型プローブ顕微鏡も用いられている。走査型プローブ顕微鏡においては、走査探針を一定の振動振幅として探針先端と試料表面との間の位置関係をフィードバック制御しながら試料の表面を測定することができるものがあり、また試料に探針の先端を接触させてより正確に測定する顕微鏡も用いられている。例えば、特開平 10 - 78440 号公報に開示の走査型プローブ顕微鏡によれば、探針を励振させることにより探針を所定の振幅で振動させ、試料と接触した探針の先端の荷重が常に一定となるように、走査探針の振幅最下点を検出することが可能な検出手段が設けられている。このように所定の振幅で振動させて接触する荷重を常に一定とすることにより、上述した生体試料などといった極めて柔らかく、かつ不均一な硬さを有する試料表面の情報を得ることが可能とされている。

【0004】上述した走査型トンネル顕微鏡において試料の電流を計測する場合、試料の定性的な電気特性を求めることはできるが、計測したトンネル電流には、試料と探針との間にギャップが存在するため、試料のみのトンネル電流を定量的に計測をすることができなかった。このため、表面に異なった電気的特性を有する分子が付着している場合、形状の差異は検出できるものの、試料を通して流れる電流を直接用いて表面の情報を得ることができなかった。また、バイオテクノロジーの分野では、生体分子や生体高分子といった生体試料、特に酵素、細菌、DNA、タンパク質などのナノメートル構造体の試料表面情報はもちろんのこと、局所的に電極を取り付けて電子やイオンの動きを計測したいといったニーズがある。しかしながら、上述した走査型プローブ顕微鏡では、このような機械的強度が弱い試料に直接探針を接触させて詳細な表面情報を得ることができるものの、直接電氣的計測を行うことはできなかった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明は、上述した問題点を鑑み、基板に電圧を印加し、基板上に配置した試料に導電性の探針を振動させながら一定の力が

つ所定周期で接触させることにより、機械的強度が弱い試料または不均一な硬さを有する試料を通して流れるトンネル電流を計測することができる電流の計測方法、該電流の計測方法を用いた表面の測定装置および該電流の計測方法を用いた顕微鏡装置を提供することを目的とする。

【 0 0 0 6 】

【課題を解決するための手段】本発明の上記目的は、本発明の電流の計測方法、表面の測定装置および顕微鏡装置を提供することによって解決される。

【 0 0 0 7 】本発明の請求項 1 の発明によれば、試料を配置した導電性の基板に電圧を印加する段階と、導電性の探針を一定の力かつ所定周期で前記試料に接触するように振動させる段階と、前記探針と前記試料とが接触して前記探針と前記基板との間に流れた電流を計測する段階とを含む電流の計測方法が提供される。

【 0 0 0 8 】本発明の請求項 2 の発明によれば、前記探針は、所定周波数の電圧が印加されることにより所定周期で振動する電流の計測方法が提供される。

【 0 0 0 9 】本発明の請求項 3 の発明によれば、前記探針は、先端が 0 . 1 ~ 1 0 n m である電流の計測方法が提供される。

【 0 0 1 0 】本発明の請求項 4 の発明によれば、前記周波数は、0 . 1 ~ 1 0 k H z である電流の計測方法が提供される。

【 0 0 1 1 】本発明の請求項 5 の発明によれば、導電性の基板に配置した試料に一定の力で接触可能な導電性の探針と、所定周波数の電圧を出力させる電圧出力手段と、前記所定周波数の電圧により前記探針を所定周期で振動させる探針振動手段と、前記導電性の基板に電圧を印加する電源と、前記探針と前記試料とが接触して前記探針と前記基板との間に流れた電流を計測する電流測定手段とを備える表面の測定装置が提供される。

【 0 0 1 2 】本発明の請求項 6 の発明によれば、前記探針は、先端が 0 . 1 ~ 1 0 n m である表面の測定装置が提供される。

【 0 0 1 3 】本発明の請求項 7 の発明によれば、前記周波数は、0 . 1 ~ 1 0 k H z である表面の測定装置が提供される。

【 0 0 1 4 】本発明の請求項 8 の発明によれば、試料表面を観測するための装置であって、導電性の基板に配置した試料に一定の力で接触可能な導電性の探針と、所定周波数の電圧を出力させる電圧出力手段と、前記所定周波数の電圧により前記探針を所定周期で振動させる探針振動手段と、前記導電性の基板に電圧を印加する電源と、前記探針と前記試料とが接触して前記探針と前記基板との間に流れた電流を計測する電流測定手段とを備える表面の測定装置と、前記電流測定手段により計測した電流から前記試料表面を解析するためのプログラムが記録されたコンピュータ・システムと、前記コンピュータ

・システムにおいて解析した前記試料表面を拡大して表示させる表示装置とを備える顕微鏡装置が提供される。

【 0 0 1 5 】本発明の請求項 9 の発明によれば、前記探針は、先端が 0 . 1 ~ 1 0 n m である顕微鏡装置が提供される。

【 0 0 1 6 】本発明の請求項 1 0 の発明によれば、前記周波数は、0 . 1 ~ 1 0 k H z である顕微鏡装置が提供される。

【 0 0 1 7 】

10 【発明の実施の形態】以下本発明を詳細に説明するが、本発明は後述する実施の形態に限定されるわけではない。本発明の電流の計測方法について図 1 を用いて説明する。図 1 は、基板 1 上の試料 2 に探針 3 を振動させながら接触させて、探針 3 が試料 2 と接触して流れた電流を電流測定手段で計測しているところを示した図である。図 1 に示す実施の形態では、基板 1 は、導電性を有し、分子といった微小の試料 2 を流れる電流を計測するために、例えば原子レベルで平坦な表面を有することが好ましい。本発明に用いる基板 1 は、導電性を有し、原子レベルで平坦な表面を有する金、銀、銅といった金属のほか、試料 2 を通して流れる電流を計測できる程度に平坦な表面を有するものであればいかなるものでも使用することができる。また、絶縁性の基板に金属といった導電性物質を蒸着といった方法によってメッキして導電性を有するようにされていても良い。

【 0 0 1 8 】また、図 1 に示す試料 2 は、基板 1 上に配置される。試料 2 の種類によっては、基板 1 と試料 2 との電気的接合を良好にするために基板 1 上に例えば、共有結合、イオン結合または配位結合などの化学結合により結合されているのが好ましい。また、試料 2 は基板 1 に対して物理吸着により結合されたものを用いても良い。試料 2 を基板 1 に結合させる場合には、加熱するなど従来知られたいかなる方法でも用いることができる。本発明に用いられる試料 2 としては、無機分子、有機分子、または機械的強度の弱く、不均一な硬さを有する細菌、酵素、DNA、タンパク質などの生体高分子といった有機高分子などいかなる試料でも用いることができる。また、基板 1 に結合される試料 2 としては、導電性の基板 1 と電気的接合を良好とする窒素 (N)、酸素 (O)、硫黄 (S)、リン (P) といったヘテロ原子を含む有機化合物などを用いることができる。

【 0 0 1 9 】図 1 に示す導電性の探針 3 と電源 4 とは、導線 5 a により接続され、基板 1 は、電流測定手段 6 を介して導線 5 b で電源 4 と接続されている。図 1 に示す実施の形態では、探針 3 が試料 2 に接触することにより閉回路が形成され、電源 4 から試料 2 を通して電流が流れ、図 1 中 A で示される電流測定手段 6 により試料 2 に流れる電流が計測されるようになっている。また、導電性の探針 3 には、探針振動手段として圧電素子 7 が設けられ、圧電素子 7 は、電圧出力手段 8 と接続されてい

る。

【0020】図1に示す電源4から供給された電流は、導線5aを通して導電性の基板1へ供給される。導電性の基板1からは、試料2に接触した導電性の探針3へ向けてトンネル電流が試料2を通して流される。流れたトンネル電流は、探針3を通して導線5bにより電流測定手段6により検出される。また、電圧出力手段8は、サイン波といった所定周波数の電圧を圧電素子7に出力する。圧電素子7に入力された電圧は、機械量へと変換され、電圧の所定周波数に対応した周期で導電性の探針3を振動させる。図1では、実線と破線とで示された間において導電性の探針3を振動させている。本発明においては、電圧出力手段8において出力する周波数は、試料2に探針3を接触させて電流を検出するために0.1~10kHzとするのが好ましい。本発明においては、探針3を振動させることにより上述したような機械的強度の弱い生体分子や生体高分子を破壊することなく測定することができる。

【0021】本発明においては、試料2を配置する際、試料2を通してトンネル電流が流れる程度に薄く試料2を基板1に配置させる必要がある。また、図1に示す基板1を移動させることによって基板1上の試料2に流れる電流を計測することができ、試料表面を直接測定することが可能となる。

【0022】本発明においては、試料2を通して電流が流れ、また電流測定手段6により流れた電流が計測できるのであれば、図1に示すような閉回路としなくても良い。また、試料2を通して流れる電流は、トンネル電流といった微小電流であるため、ピコアンペア域まで計測できる電流測定手段6を用いる必要がある。さらに、本発明に用いる電源4はバイアス電圧を供給でき、電圧を制御できるものであれば、いかなる電源装置でも用いることができる。また、本発明において電圧出力手段8は、所定の周波数の電圧を出力することができるものであればいかなるものでも用いることができ、さらに電圧出力手段8から出力された電圧を機械量に変換することができるものであればいかなる探針振動手段を用いることができる。

【0023】図2は、本発明の表面の測定装置の断面図を示す。図2に示す実施の形態では、容器9は、容器9aと蓋9bの2つに分離できるように構成されており、容器9aには、基板1を挿入して設置するための試料入口10と、試料入口10を閉めるための蓋11と、図示しない電流測定手段と接続するための導線5bを通すノズル12と、容器9a内を窒素雰囲気とするため、矢線Bの方向から窒素ガスを供給するノズル13とが備えられている。また、蓋9bには、レーザ照射装置としてレーザ・ダイオード14と、レーザ光の変位を電圧に変換するための変換装置として変換器15とが設けられている。レーザ・ダイオード14で発生させた破線に示すレ

ーザ光は、ビーム・セパレータ16で分波され、分波した一方のレーザ光は、CCD23へ入射させるため、蓋9bの上部に形成された窓17を通して容器9の外部へと導出されている。

【0024】また、本発明に用いる容器9としては、いかなる材質のものでも用いることができる。さらに、容器9a内に封入した窒素ガスが漏れないように保てるものであれば、容器9aにする蓋11は、今まで知られたいかなる構造とすることができる。また、容器9a内に封入する窒素ガスは、窒素ポンプなどを配管を使用して容器9aと連通させて供給することができる。この際、容器9a内を排気するために図示しない排気ポンプが用いられ、排気ポンプにより排気した後に窒素ガスを導入することができる。

【0025】図2に示す容器9a内には、試料2を配置した基板1がピエゾ・アクチュエータ18を含んで構成された台19上に配置されている。ピエゾ・アクチュエータ18には、矢線Cの方向より電圧が入力されて圧電効果により台19を移動可能に保持させて、容器9aの上部に固定した探針3との接触する力や接触する位置を変えることができるようになっている。本発明においては、ピエゾ・アクチュエータ18のほか、探針3との接触する力や接触する位置を変えることができれば、今まで知られているいかなる手段を用いても良い。また、本発明においては、台19を移動させる手段以外に、探針3を先端に有するカンチレバー20を直接運動させて試料2に接触する力や接触する位置を変えても良い。

【0026】また、図2に示す基板1は、電源4と導線5aにより接続されている。さらに、試料2と接触可能な探針3を先端に有するカンチレバー20が容器9aの上部に圧電素子7を介して固定部材21に配設され、カンチレバー20は、導線5bにより容器9aのノズル12を通して図示しない電流測定手段に接続されている。また、圧電素子7も導線により容器9aのノズル12を通して図示しない電圧出力手段に接続されている。本発明に用いる台19および固定部材21には、電源4から基板1、探針3およびカンチレバー20を通して矢線Dに示す方向の図示しない電流測定手段へ流すために、絶縁性の材質から構成される。また、本発明に用いるカンチレバー20は、導電性のもの以外に、絶縁性のものに金属といった導電性物質をメッキして導電性を有するようになされていても良い。

【0027】また、図2に示す実施の形態では、図2に示す容器9の蓋9b内には、レーザ・ダイオード14で発生させたレーザ光を集中させるためのレンズ22と、レーザ光をカンチレバー20の先端部およびCCD23へと分波させるビーム・セパレータ16と、カンチレバー20の先端部において反射したレーザ光を変位検知装置として用いる変位検波器24へ向けて反射させる反射板25と、反射板25で反射したレーザ光の搬送波の変

10

20

30

40

50

位を検出する変位検波器 24 とが設けられている。変位検波器 24 で検出したレーザ光は、変位検波器 24 で検出した変位を変換器 15 により電圧に変換する。変換された電圧は、矢線 E に示す方向の図示しない増幅装置へと出力される。また、CCD 23 は、カンチレバー 20 の先端の X 軸あるいは Y 軸方向の位置を目視できるように設けられている。

【0028】図 2 に示す実施の形態においては、フィードバック制御は、所定周期においてカンチレバー 20 が上下に振動し、探針 3 が所定周期の振動において反射したレーザ光の変位を変位検波器 24 で検知し、変位に応じて変換器 15 により電圧に変換される。基板 1 が位置移動して振幅が変化することによって所定周期でのレーザ光の光路長が変化し、光路長の変化に応じた変位を変換器 15 により電圧へと変換し、ピエゾ・アクチュエータ 20 の駆動制御を行うことで、試料 2 と探針 3 とが接触する力を一定とするようにフィードバック制御が行われている。

【0029】図 2 に示すフィードバック制御に用いるレーザ・ダイオード 14、レンズ 22、ビーム・セパレータ 16、CCD 23、反射板 25 および変位検波器 24 には、本発明の表面の測定装置で計測に必要なとされるカンチレバー 20 にレーザ光を適切に照射することができ、反射したレーザ光の変位を適切に検知できるものであればいかなるものでも用いることができる。

【0030】図 3 は、本発明の表面の測定装置に用いられるカンチレバー 20 の先端に設けられた探針 3 を拡大した図である。図 3 (a) は、本発明の表面の測定装置に用いるカンチレバー 20 を試料 2 の分子に接触させている図を示す。図 3 (a) に示す実施の形態においては、カンチレバー 20 は、シリコンといった絶縁性のカンチレバーの基体に白金 - イリジウム合金や金といった導電性の金属を表面全体にメッキすることによって電流が流れるようにされている。図 3 (b) は、本発明の表面の測定装置に用いるカンチレバー 20 の先端に設けられた探針 3 を拡大して示した図である。図 3 (b) に示す実施の形態においては、探針 3 は、カンチレバー 20 と同様、絶縁性の基体に金属がメッキされているものが用いられている。また、探針 3 の先端は、先が鋭く尖った形をしており、試料 2 の 1 分子ずつと接触可能なように 0.1 ~ 10 nm であることが好ましい。本発明の表面の測定装置に用いる探針 3 は、試料 2 の 1 分子ずつと接触できる構造であれば、いかなる形状をしていても良い。

【0031】図 4 は、本発明の顕微鏡装置で試料 2 の分子分布を測定するために用いる装置のブロックダイアグラムである。本発明においては、測定を行うためにまず、試料 2 を結合した基板 1 をピエゾ・アクチュエータ 18 を有する台 19 の上に配置する。この基板 1 をバイアス電圧が流れる電源 4 と導線 5 a を介して接続する。

また、探針 3 を先端に有するカンチレバー 20 は、電流増幅器 26 を介して電流測定手段 6 と接続され、さらにロックイン増幅器 27、コンピュータ・システム 28 へと電流を入力させている。さらに、カンチレバー 20 は、電圧出力手段 8 から出力された所定周波数の電圧を圧電素子 7 で機械量に変換することにより所定周期で振動させることができるようになっている。また、電圧出力手段 8 から出力された所定周波数の電圧は、ロックイン増幅器 27 へも出力され、圧電素子 7 を介してカンチレバー 20 へ出力した周波数の電圧に同期した電流をロックイン増幅器 27 で増幅することができるようになっている。

【0032】次に、コンピュータ・システム 28 は、試料 2 に探針 3 を接触させる力または基板 1 を移動する方向を制御する。電流は、電源 4 から、基板 1 および試料 2 を通して流れ、カンチレバー 20 を通して電流増幅器 26 へ入力される。電流増幅器 26 では、試料 2 を通して流れる電流がナノ域といったように微量であるため、基板 1 の移動に伴う電流をオペアンプといった増幅手段を用いて増幅している。電流増幅器 26 を通して流れる電流は、電流測定手段 6 において試料 2 を通して流れたトンネル電流に対応している。また、計測した電流は、コンピュータ・システム 28 へと出力され、トンネル電流に対して X 軸方向、Y 軸方向の位置をマッピングすることにより、電流像を画像化し、さらに表示装置により電流像を拡大して表示させることができる。表示された電流像は、試料表面の分子分布を詳細に示すものとして用いることができる。

【0033】また、図 4 のブロックダイアグラムに示す実施の形態においては、所定周期で振動される探針 3 が振動の最下点において試料 2 に一定の力で制御されるようにフィードバック制御が用いられていて、このフィードバック制御は、レーザ・ダイオード 14 で発生させたレーザー光をカンチレバー 20 の先端部に搬送させ、反射したレーザー光の変位を変位検波器 24 で検出し、変換器 15 で検出した変位を電圧に変換することにより行われる。変換された電圧は、差動増幅器 29 で増幅された後、電圧信号として図 4 中の枠で囲まれた増幅装置へと送られる。

【0034】図 4 には、増幅装置を枠で囲って示している。図 4 に示した増幅装置は、前置増幅器 30、絶対値増幅器 31、対数増幅器 32、参照信号発生器 33 および積分増幅器 34 から構成されている。差動増幅器 29 で増幅された電圧信号は、ノイズを低下させ、さらに増幅を行う前置増幅器 30 へ出力される。また、絶対値増幅器 31 および対数増幅器 32 で増幅を重ねることによって変形した電圧信号は、積分増幅器 34 へと入力され、参照信号発生器 33 からの信号を用いて整形されるとともに増幅が行われる。積分増幅器 34 で積分された電圧信号は、高速電圧増幅器 35 へ出力され、探針 3 の

振動の最下点において試料 2 にかかる力が一定となるように、台 19 を Z 軸方向へ移動させる電圧信号をピエゾ・アクチュエータ 18 に与える。さらに、高速電圧増幅器 35 の信号は、コンピュータ・システム 28 に入力されて、試料 2 に加えられている探針 3 の力と、表面状態とを解析することができるようになっている。また、コンピュータ・システム 28 に、X 軸または Y 軸方向へ移動させるように入力することによって、コンピュータ・システム 28 からの信号が高速電圧増幅器 35 に入力され、高速電圧増幅器 35 から電圧が出力されてピエゾ・

【0035】本発明の顕微鏡装置に用いられる上述した各増幅器には、微小電圧を検出して増幅できるものであれば、従来知られているいかなる増幅器でも用いることができる。また、これらの増幅器およびレーザ・ダイオード 14 を用いる方法以外に、フィードバック制御できるのであればいかなる手段でも用いることができる。

【0036】また、図 4 に示すブロック図内のコンピュータ・システム 28 には、得られた電流の大小で凹凸を解析して電流像を表示させ、またフィードバック制御系から得た電圧信号により試料 2 の表面を解析して試料表面の分子分布、ピンホールなどといった試料の表面像を表示させることができる解析プログラムが記録されている。この解析プログラムには、計測した電流から電流分布を画像化した電流像に変換させるための電流解析機能、電圧信号から試料の分子分布を測定するための表面形状測定機能のほか、カラー等高線機能、三次元表示機能、拡大機能、フィルタリング機能および任意回転機能を有するものであればいかなるプログラムであっても用

【0037】また、本発明に用いるコンピュータ・システム 28 においては、電流測定手段 6 からの電流値あるいは電圧信号を記録し、上記プログラムを記録および再生して使用することができるものであれば、いかなるものでも用いることができる。また、表示装置としては、モニターやスクリーンといった画像を拡大して表示できるものを用いることができる。コンピュータ・システム 28 にパーソナル・コンピュータを用いれば、1 台で試料 2 における分子の分布を解析し、解析した分子分布をモニターにおいて拡大して表示させることができる。

【0038】以下に本発明の顕微鏡装置についてより詳細に説明する。本発明の顕微鏡装置は、図 2 に示す表面状態の測定装置と、図 4 に示す各増幅器およびコンピュータ・システム 28 と、表示装置とから構成されている。図 5 は、本発明の顕微鏡装置の探針 3 部分を拡大して示した図である。図 5 に示す実施の形態においては、基板 1 は、平坦なマイカに金を真空蒸着させて原子レベルで平坦としたものを用いている。また、試料 2 としては、光配向熱分解グラファイト (HOPG) を用い、基

板 1 に配置する。

【0039】また、光配向熱分解グラファイト (HOPG) を配置した基板 1 は、導線 5 a を通して電源 4 から電圧が印加されている。また、図 5 に示した本発明の実施の形態においては、印加電圧 1 V を基板 1 に印加し、矢線 i の方向へ向けて試料 2 を通して電流を流す構成としている。さらに、図 5 に示した実施の形態では、カンチレバー 20 としては、白金 - イリジウム合金のものを用いている。また、カンチレバー 20 には、圧電素子 7 が設けられており、図示しない電圧発生手段から入力される周波数 1 kHz を機械量に変換し、周波数 1 kHz に対応する周期で振動させている。さらに、各周期の振動の最下点において試料 2 に一定の力で接触するようにフィードバック制御されている。

【0040】図 5 に示すように顕微鏡装置として試料表面を測定するためには、その他増幅装置 36、コンピュータ・システム 28 および表示装置 37 を用いて試料の分子分布を拡大して表示させることにより試料表面を測定できるようになっている。図 5 に示す他増幅装置 36、コンピュータ・システム 28 および表示装置 37、さらには図示しないレーザ照射装置、変位検波装置、ピエゾ・アクチュエータ、電流測定手段といった装置なども用いられるが、上述した実施の形態で使用可能なものであればいかなるものでも用いることができる。

【0041】図 6 は、上述した条件で、本発明の顕微鏡装置を用いて測定した光配向熱分解グラファイト (HOPG) を通して流れる電流と、探針 3 と試料との間の距離との関係を示した図である。図 6 に示す左側縦軸には、探針 3 の振幅 (%) を示し、右側縦軸には、電流測定手段において測定された電流 (nA) が示されている。また、横軸には、探針 3 と試料 2 との間の距離 (nm) が示されている。ここで、振幅 (%) とは、探針 3 が試料 2 に接触しない位置での探針 3 の振幅を 100% として示している。図 6 (a) は、探針 3 を振動させながら試料 2 の位置を変化させた場合の振幅変化および測定電流値を示した図である。図 6 (a) に示す振幅は、基板 1 を設置した台をピエゾ・アクチュエータ 18 により上部方向へ移動させて探針 3 が試料 2 に接触することにより減衰していき、最終的に振幅が 0 となっている。図 6 (a) に示す A は、探針 3 が試料 2 に接触していない非接触領域であり、B は、探針 3 が試料 2 に接触して探針 3 の振幅が減衰するタッピング領域であり、C は、探針 3 の振幅が 0 となったコンタクト領域である。図 6 (a) では、A の非接触領域においては電流を検出することはできないが、探針 3 が試料 2 と常に接した状態である C のコンタクト領域においては、探針 3 と試料 2 との間の距離に比例して増加している。

【0042】図 6 (b) は、図 6 (a) に示したタッピング領域を拡大して示した図である。図 6 (b) に示すようにタッピング領域においても、探針 3 が試料 2 に接

触することにより電流を検出することができることを見出すことができた。また、探針 3 と試料 2 との距離が接近し、振幅が減衰するに従って検出される電流は加速度的に増加することを見出すことができた。

【0043】図 7 は、本発明の顕微鏡装置を用いて測定した表面像と測定した電流分布を表示させた電流像とを示した図である。図 7 に示す実施の形態においては、試料 2 としてカーボンファイバ 38 をエポキシ樹脂 39 に埋め込んだものを用いた。図 7 に示す実施の形態では、探針 3 が試料 2 に接触した場合、導電性を有するカーボン

10 グラファイト 38 に電流が流れ、絶縁性のエポキシ樹脂 39 には電流が流れないようにしている。図 7 (a) は、試料 2 を配置した基板 1 に 50 mV を印加し、カンチレバー 20 にレーザー光を照射して変位をコンピュータ・システム 28 に入力して、基板 1 の表面像を表示させた図である。また、図 7 (b) は、図 7 (a) と同様に試料 2 を配置した基板 1 に 50 mV を印加し、探針 3 が接触した時に流れる電流を計測し、コンピュータ・システム 28 に入力して電流分布を表示させた電流像を示した図である。図 7 (a) に示す表面像および図 7 (b) に示す電流像においては、互いにカーボングラ

15 ファイト 38 の形状が鮮明に確認することができることが示されている。また、図 7 (a) および図 7 (b) には、所定周期で探針 3 を振動させながら測定を行うために試料 2 の表面に傷などをつけることなく試料表面を測定することができていることが示されている。

【0044】

【発明の効果】従って、本発明の電流の計測方法、表面の測定装置および顕微鏡装置を提供することにより、試料に導電性の探針を振動させながら一定の力で接触させて、試料を通して探針に流れる電流を計測することで試料に流れる電流を直接計測することができる。

【0045】また、電流を直接計測することが可能なため、試料の種類に応じて電気抵抗といった電導効率を比較することが可能となる。さらに、本発明の顕微鏡装置を用いて導電性の探針を 2 次元表面で操作することにより、試料を通して流れるトンネル電流と、試料表面との両方を観測することを可能にした。また、探針を一定の力かつ所定の周期で試料に接触させることができるため、生体試料などの極めて柔らかく、不均一の硬さを有する試料の電流の計測および電流計測から表面情報を得ることを可能にした。

【0046】本発明の電流の計測方法および表面の測定装置は、電気計測器や化学計測器といった計測装置に

40 45 50 応用が可能である。すなわち、本発明は、本発明の電流の計測方法、表面の測定装置および顕微鏡装置を提供することにより、表面の分子の分布に関する状態を明確に与えることを可能にし、電子、電気、半導体、分析触媒、分離、化学、記憶、記録の各分野、特にバイオテクノロジーの分野に対して多大な応用性を有するものである。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 試料を通して流れる電流を本発明の電流の計測方法で計測しているところを示した図。

【図 2】 本発明の表面の測定装置の断面図。

【図 3】 本発明の表面の測定装置の探針を拡大した図。

【図 4】 本発明の顕微鏡装置のブロックダイアグラムを示した図。

10 【図 5】 本発明の顕微鏡装置の探針部分を拡大して示した図。

【図 6】 本発明の顕微鏡装置を用いて測定した光配向熱分解グラファイト (HOPG) を通して流れる電流と、探針と試料との間の距離との関係を示した図。

【図 7】 本発明の顕微鏡装置を用いて測定した表面像と測定した電流分布を表示させた電流像とを示した図。

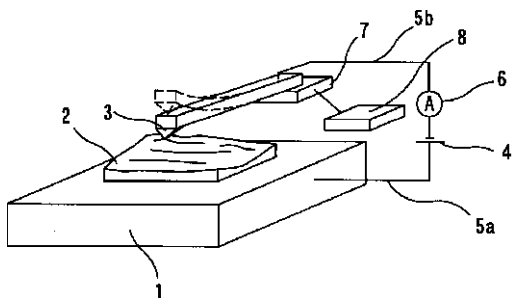
【符号の説明】

- 1...基板
- 2...試料
- 3...探針
- 4...電源
- 5 a、5 b...導線
- 6...電流測定手段
- 7...圧電素子
- 8...電圧発生手段
- 9、9 a...容器
- 9 b...蓋
- 10...試料入口
- 11...蓋
- 12...ノズル
- 13...ノズル
- 14...レーザー・ダイオード
- 15...変換器
- 16...ビーム・セパレータ
- 17...窓
- 18...ピエゾ・アクチュエータ
- 19...台
- 20...カンチレバー
- 21...固定部材
- 22...レンズ
- 23...CCD
- 24...変位検波器
- 25...反射板
- 26...電流増幅器
- 27...ロックイン増幅器
- 28...コンピュータ・システム
- 29...差動増幅器
- 30...前置増幅器
- 31...絶対値増幅器
- 32...対数増幅器
- 33...参照信号発生器

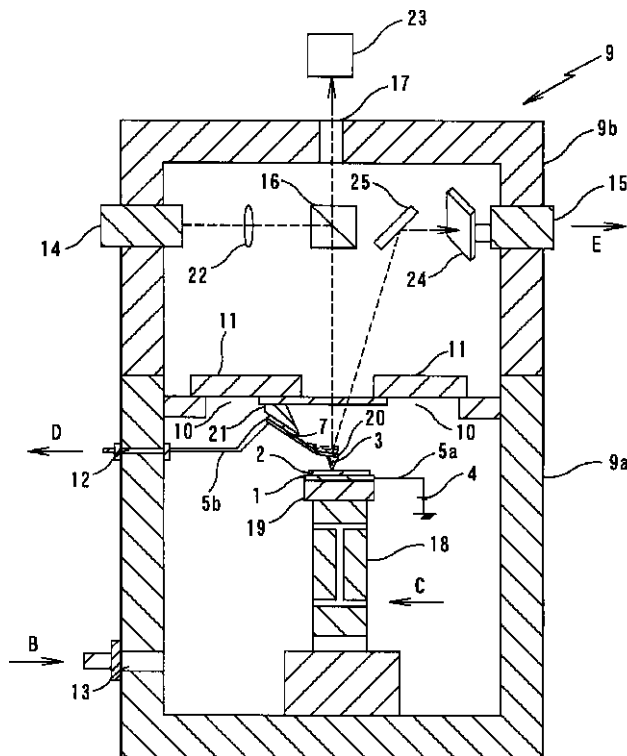
- 3 4 ... 積分増幅器
- 3 5 ... 高速電圧増幅器
- 3 6 ... 増幅装置
- 3 7 ... 表示装置

- 3 8 ... カーボングラファイト
- 3 9 ... エポキシ樹脂
- A ... 電流計

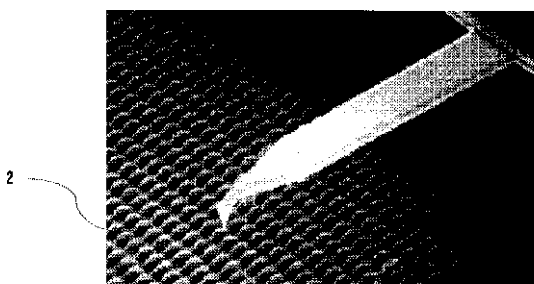
【図 1】



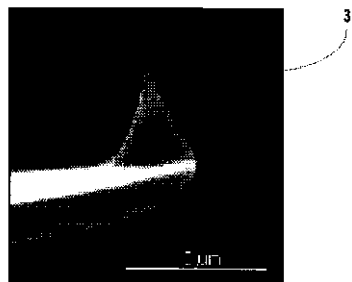
【図 2】



【図 3】

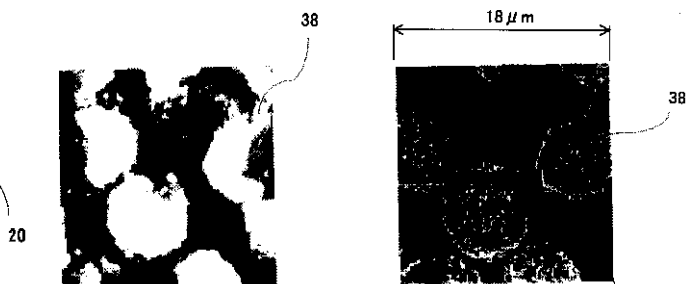


(a)

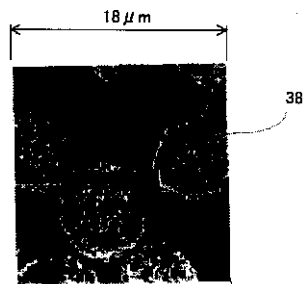


(b)

【図 7】

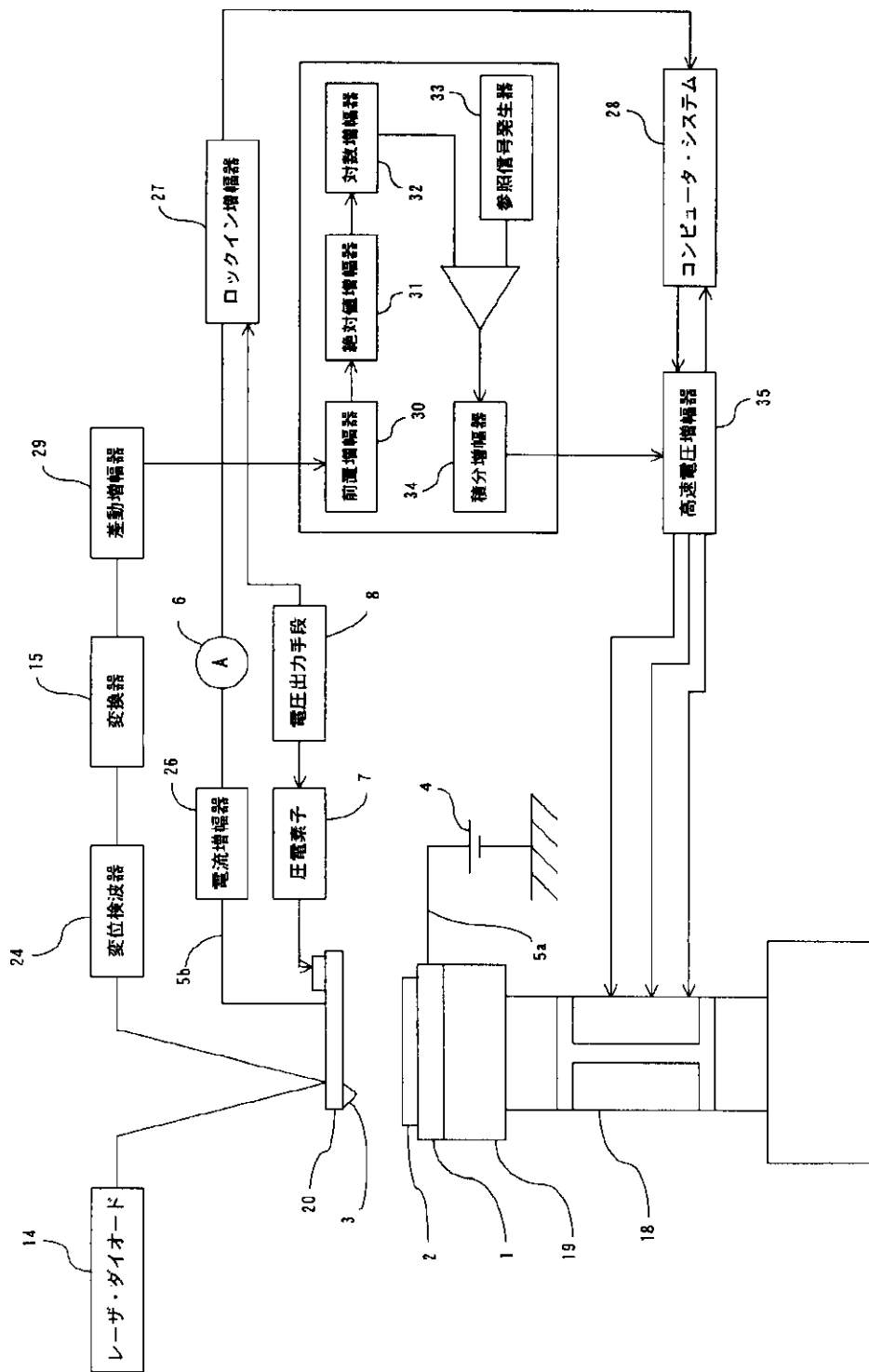


(a)

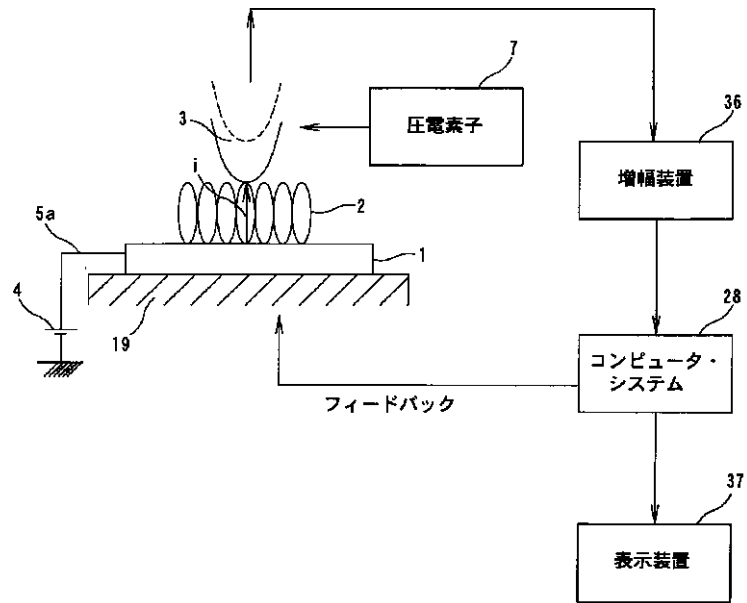


(b)

【図4】



【 図 5 】



【 図 6 】

