## 論文の内容の要旨

## 論文題目 原子間力顕微鏡の高分解能化に関する研究

氏名 中川 和久

原子間力顕微鏡(Atomic Force Microscope: AFM)は、非接触撮像手法の発明により、走査型トンネル顕微鏡(Scanning Tunneling Microscope: STM)に迫る超高分解能観察を導電性試料に限らず、様々な試料で可能としている。近年では、AFM の検出感度をさらに高めることで、単一原子の操作や、探針原子と試料表面原子との化学結合力を正確に計測し、原子種の同定まで可能となりつつある。本研究は、この AFM のさらなる高分解能化を目的に、プローブ部分を含めた装置全体の改良を行った。この研究をまとめた博士論文は全七章から構成される。

第一章は、AFM の発明から現在に至るまでの主要な研究を紹介し、近年の代表的な研究について述べた。AFM のさらなる高分解能化には、(1) センサーであるカンチレバーの微細化、(2) カンチレバーの振動振幅の低振幅化、(3) マルチモード化が有効であるが、従来のカンチレバーの作製プロセスや既存の AFM 装置では困難であることを述べた。これら近年の研究課題を克服する為には、新たなカンチレバー作製プロセスの構築と高周波 AFM 装置の実現が不可欠であり、本研究はそれらの実現を目的とした。

第二章は、近年のAFMの基礎理論について説明した。カンチレバーの理論的なバネ定数、共振周波数の導出、非接触AFMにおいて一般的な周波数変調方式における探針-試料間に発生する相互間力とその力によるカンチレバーの共振周波数変化の関係、さらに熱ノイズによる検出限界について論じた。

第三章は、微小カンチレバーをバッチプロセスで作製する為の作製手法を提案し、同作製プロセスを用いた微小カンチレバーの試作、評価実験について述べた。単結晶シリコンの異方性エッチングと選択酸化の技術を用い、構成する全ての面を単結晶シリコンの結晶面で形成した長さ  $5~\mu~\sim~20~\mu$  m の微小カンチレバーを試作した。提案した作製プロセスはフォトリソグラフィの精度の影響を受けず、カンチレバー形状は単結晶シリコンの結晶方向と異方性エッチングのエッチング速度によって決定されるため、同一の作製プロセスでさらに微細なカンチレバーも作製可能であった。その結果、単一原子の質量をも計測可能な超高感度センサーを実現できる可能性がある事を述べた。

第四章は、高周波超高真空 AFM 装置の開発とその性能評価について述べた。観察室、 準備室の2つの超高真空チャンバーと高真空導入室からなる真空装置を開発した。準備 室はアルゴンスパッタ装置をはじめとする各種処理装置を取り付け、様々な試料・カンチレバーの準備を超高真空環境下で行うことが出来る装置とした。カンチレバーの振動計測には高周波、低振幅振動計測に有効なヘテロダインレーザードップラー速度計を用い、さらにコモン振動除去機能を付加した光学系を開発した。カンチレバーの励振にはスプリアウスピークを全く発生させない光熱励振法を採用した。これら計測用のレーザービームと励振用のレーザービームは超高真空チャンバー内部に設置した光プローブと名付けた内部光学ユニットにて、光軸が調整された後、カンチレバー背面に集光される。また、AFM の制御回路部分では、カンチレバーの自己励振回路にスーパーヘテロダイン方式を採用し、様々なカンチレバーの共振モードを利用可能な AFM 装置とした。開発した装置の性能評価実験では、計測ノイズレベルがカンチレバーの熱ノイズレベルよりも低く、計測部分の性能が十分であることを確認した。さらに、圧電素子励振と光熱励振との比較実験を行い、その有用性を示した。カンチレバーの励振、計測共に光を用いた本手法は、10 MHz を超えるカンチレバーの振動計測を、スプリアスピークを全く発生させる事無く計測できるものであり、従来の圧電素子と光梃子法を用いた検出手法よりも遥かに優れた性能を有することを実証した。

第五章は、開発した AFM を用いた原子分解能撮像実験について述べた。非接触 AFM による実験を行う前に、STM による予備実験を行い、AFM ヘッド部分の性能評価や試料準備の条件出し等を行った。本装置を用いた非接触 AFM 撮像は、カンチレバーの 2 次共振モードを用いたシリコン(111) $7\times7$  再構成表面と、カンチレバーの 1 次共振モードを用いた臭化カリウム劈開(001)表面を用い、それぞれの表面で原子分解能撮像に成功した。

第六章は、本研究成果を用いた応用研究と今後の展開について述べた。微小・高周波 カンチレバーによる高分解能撮像実験と、化学結合力をより敏感に検出できる撮像手法 についての研究を行った。また、今後の展開では本研究で開発した高周波超高真空 AFM をアトムプローブ顕微鏡や透過電子顕微鏡と組み合わせる研究についてその可能性を 述べた。

第七章は、本研究で得られた研究成果及び問題点を総括し、結論を述べた。

本研究は、近年の AFM 研究において、高分解能化に有効とされながらも技術的な問題から実現が困難であった、微小カンチレバーと高周波 AFM の試作とその評価に成功した。これらの成果は、これからの超高周波・超低振幅 AFM 撮像を可能とし、AFM の分解能を飛躍的に向上させるものである。