(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2017 年 9 月 21 日(21.09.2017)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2017/159062 A1

(51) 国際特許分類:
G01Q 70/14 (2010.01) *G01Q 70/16* (2010.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2017/002804

(22) 国際出願日: 2017 年 1 月 26 日(26.01.2017)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2016-054095 2016 年 3 月 17 日(17.03.2016) JP

(71) 出願人: 国立大学法人名古屋工業大学(NATIONAL UNIVERSITY CORPORATION NAGOYA INSTITUTE OF TECHNOLOGY) [JP/JP]; 〒4600061 愛知県名古屋市昭和区御器所町字木市２９番 Aichi (JP). オリンパス株式会社(OLYMPUS CORPORATION) [JP/JP]; 〒1928507 東京都八王子市石川町２９５１番地 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 種村 眞幸(TANEMURA Masaki); 〒4600061 愛知県名古屋市昭和区御器所町字木市２９番国立大学法人名古屋工業大学内 Aichi (JP). ヴィシュワカルマ ラトネシュクマール リテシュクマール(VISHWAKARMA Ratneshkumar Riteshkumar); 〒4600061 愛知県名古屋市昭和区御器所町字木市２９番国立大学法人名古屋工業大学内 Aichi (JP). ビン ロスミ モハマド サウフィ(BIN ROSMI Mohamad Saufi); 〒4600061 愛知県名古屋市昭和区御器所町字木市２９番国立大学法人名古屋工業大学内 Aichi (JP). ビン ヤコブ ヤジド(BIN YAAKOB Yazid); 〒4600061 愛知県名古屋市昭和区御器所町字木市２９番国立大学法人名古屋工業大学内 Aichi (JP). 若松 裕司(WAKAMATSU Yuji); 〒4600061 愛知県名古屋市昭和区御器所町字木市２９番国立大学法人名古屋工業大学内 Aichi (JP). 北澤 正志(KITAZAWA Masashi); 〒1928507 東京都八王子市石川町２９５１番地オリンパス株式会社内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 伊藤 進(ITOH Susumu); 〒1600023 東京都新宿区西新宿七丁目４番４号 武蔵ビル Tokyo (JP).

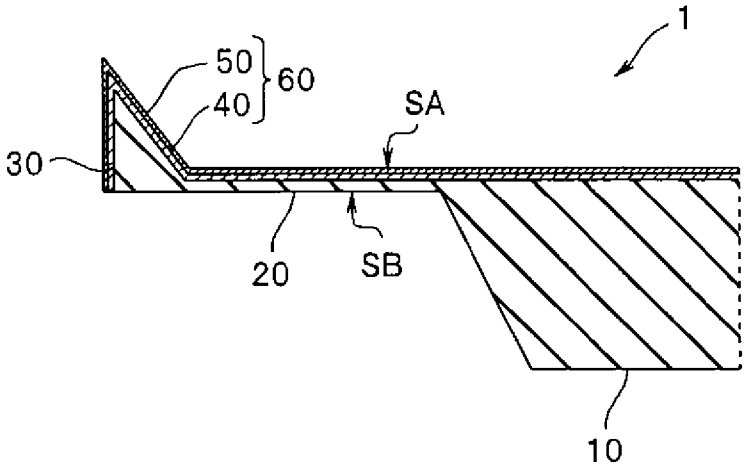
(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

[続葉有]

(54) **Title**: CANTILEVER AND METHOD FOR MANUFACTURING CANTILEVER

(54) 発明の名称 : カンチレバーおよびカンチレバーの製造方法

[図1]



(57) **Abstract**: A cantilever 1 to be used in a scanning probe microscope includes a supporting section 10, a lever section 20, and a protruding section 30, i.e., a probe, and a crystalline carbon composite layer 60 is deposited on a leading end portion of the protruding section 30, said crystalline carbon composite layer containing a crystalline carbon nano material, and a metal material having a melting point MP of 420°C or lower.

(57) 要約: 走査型プローブ顕微鏡に用いられるカンチレバー１は、支持部１０とレバー部２０と探針である突起部３０とを含み、突起部３０の先端部に、結晶性炭素ナノ材料と融点ＭＰが４２０℃以下の金属材料とを含む結晶性炭素複合層６０が、堆積されている

WO 2017/159062 A1

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, 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, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

明　細　書

発明の名称 ： カンチレバーおよびカンチレバーの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、走査型プローブ顕微鏡に用いられるカンチレバーおよび前記カンチレバーの製造方法に関する。

背景技術

[0002] 走査型プローブ顕微鏡（ＳＰＭ：Scanning Probe Microscope）は、試料表面の形状を高分解能で検出するのに適しており、半導体、光ディスク、又はバイオ試料等の表面形状の測定に利用されている。ナノスケールの微細構造を検出するために、ＳＰＭに用いられるカンチレバーの突起部の先端部は尖鋭である。

[0003] 各種の電気特性測定を行うためには、シリコン等からなるカンチレバーは、導電金属、例えば、白金からなる金属層が堆積され、導電化される。

[0004] カンチレバーは表面に金属層が堆積されると、突起部の先端部も、金属層の厚さの分だけ太くなり先端が微細な凹部の底まで届かなくなるおそれがある。すなわち、カンチレバーは金属層の堆積により先端部の曲率半径Ｒが増加すると、空間分解能が低下する。このため、導電化のための金属層の厚さは、より薄いことが好ましい。

[0005] しかし、金属層は厚さ（平均厚さ）が薄いと、その構造は連続層ではなく、アイランド状（島状）になりやすい。島と島とは導通状態ではないため、薄い金属層では、カンチレバーの表面を十分に導電化することはできない。十分に導電化するために、例えば、先端部の曲率半径Ｒが、５ｎｍのカンチレバー表面に２０ｎｍの白金層を堆積すると、先端部の曲率半径Ｒは２５ｎｍに増加する。

[0006] 中国特許出願公開第１０２３５３８１７号明細書および国際公開第２０１４／０９０９３８号には、表面にグラフェン層を堆積したカンチレバーが開示されている。グラフェン層は、単層であっても、電子移動度が非常に高く

、カンチレバーの導電層として好適である。

[0007] 中国特許出願公開第１０２３５３８１７号明細書に開示されているカンチレバーでは、Ｎｉ層の上に１層から数層のグラフェン層がＣＶＤ法により堆積されている。

[0008] 上記明細書には詳細は開示されていないが、Ｎｉを金属触媒とするグラフェン層の製造方法では、メタン等の炭化水素を１０００℃程度に加熱して反応する熱化学気相合成法が用いられることは当業者にとり周知である。

[0009] また、日本国特開２０１３－９８３９６号公報には、ケイ素を含む炭素化合物層を加熱する無転写法によるグラフェンの製造方法が開示されている。この方法では、１２００℃以上の加熱によりケイ素が触媒となり、炭素化合物がグラフェンに変化する。

[0010] 日本国特許第４９７０６１９号明細書には、アモルファスカーボン膜とガリウム（Ｇａ）とを接触させ、接触界面にグラフェン膜を形成する工程を含むグラフェン膜の製造方法が記載されている。

[0011] さらに、ガリウムと同様の性質に基づき、インジウム（Ｉｎ）、スズ（Ｓｎ）およびアンチモン（Ｓｂ）にも、同様の効果が類推されると記載されている。

[0012] 上記明細書によれば、冶金学的には、ガリウムと炭素とは全率非固溶である。しかし、真空中、約１０００℃程度の熱処理中に、固体の炭素原子と液体のガリウム原子との界面に原子結合が形成されるため、アモルファスカーボン膜がグラフェン膜に変化すると考えられている。

[0013] すなわち、従来の無転写法または原子結合法によるグラフェン堆積法では、少なくとも１０００℃程度の高温加熱が不可欠であるため、カンチレバーが変形し歩留まりが低下するおそれがあった。

[0014] 一方、国際公開第２０１４／０９０９３８号に開示されているカンチレバーは、ポリメタクリル酸メチル（ＰＭＭＡ）の薄層を中間層として、別途、作製されたグラフェンシートを接着する、いわゆる転写法により製造されている。

[0015] また、日本国特許第５７０５３１５号明細書には、金属触媒層を含むロール変形する基材上に５００℃以下で、グラフェン層を形成した後にグラフェン層を転写するロールツーロール工程が記載されている。

[0016] しかし、カンチレバーの先端部にグラフェンシートを均一に転写（接着）するのは容易ではない。さらに、中間層の厚さにより、カンチレバーの空間分解能（解像度）が低下するおそれがあった。

先行技術文献

特許文献

[0017] 特許文献1：中国特許出願公開第１０２３５３８１７号明細書

特許文献2：特開２０１３－９８３９６号公報

特許文献3：国際公開第２０１４／０９０９３８号

特許文献4：特許第５７０５３１５号公報

特許文献5：特許第４９７０６１９号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0018] 本発明の実施形態は、低抵抗で、かつ、空間分解能が高いカンチレバーを提供することを目的とする。

[0019] 本発明の別の実施形態は、低抵抗で、かつ、空間分解能が高いカンチレバーの製造方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0020] 本発明の実施形態のカンチレバーは、走査型プローブ顕微鏡に用いられる、支持部とレバー部と探針である突起部とを含むカンチレバーであって、前記突起部の先端部に、結晶性炭素ナノ材料と融点ＭＰが４２０℃以下の金属材料とを含む結晶性炭素複合層が、堆積されている。

[0021] 本発明の別の実施形態のカンチレバーの製造方法は、支持部とレバー部と探針である突起部とを含むカンチレバー本体の前記突起部の先端部に、結晶性炭素ナノ材料からなる結晶性炭素層が堆積されているカンチレバーの製造

方法であって、前記カンチレバー本体が作製される工程と、前記突起部の前記先端部に、融点ＭＰが４２０℃以下の金属材料と炭素原料とを含む炭素複合層が堆積される炭素複合層堆積工程と、温度が４５０℃以下の加熱工程と、を具備する。

発明の効果

[0022] 本発明の実施形態によれば、低抵抗で、かつ、空間分解能が高いカンチレバーが提供できる。

[0023] 本発明の別の実施形態によれば、低抵抗で、かつ、空間分解能が高いカンチレバーの製造方法を提供できる。

図面の簡単な説明

[0024] [図1]実施形態のカンチレバーの断面図である。

[図2]実施形態のカンチレバーの部分斜視図である。

[図3]実施形態のカンチレバーを用いた走査型プローブ顕微鏡の一部を示す説明図である。

[図4]実施形態のカンチレバーの製造方法のフローチャートである。

[図5A]実施形態のカンチレバーの製造方法を説明するための部分断面図である。

[図5B]実施形態のカンチレバーの製造方法を説明するための部分断面図である。

[図5C]実施形態のカンチレバーの部分断面図である。

[図6]実施形態のグラフェン複合層のラマン分光分析結果である。

[図7A]変形例１のカンチレバーの製造方法を説明するための部分断面図である。

[図7B]変形例１のカンチレバーの製造方法を説明するための部分断面図である。

[図7C]変形例１のカンチレバーの部分断面図である。

[図8]変形例２のカンチレバーの製造方法のフローチャートである。

[図9A]変形例２のカンチレバーの製造方法を説明するための部分断面図であ

る。

[図9B]変形例２のカンチレバーの製造方法を説明するための部分断面図である。

[図9C]変形例２のカンチレバーの部分断面図である。

[図10]変形例３のカンチレバーの製造方法のフローチャートである。

[図11A]変形例３のカンチレバーの製造方法を説明するための部分断面図である。

[図11B]変形例３のカンチレバーの部分断面図である。

[図11C]変形例４のカンチレバーの部分断面図である。

[図12]変形例５のカンチレバーの製造方法のフローチャートである。

[図13A]変形例５のカンチレバーの製造方法を説明するための部分断面図である。

[図13B]変形例５のカンチレバーの部分断面図である。

[図14A]変形例６のカンチレバーの部分断面図である。

[図14B]変形例７のカンチレバーの部分断面図である。

[図15A]変形例８のカンチレバーの断面図である。

[図15B]変形例９のカンチレバーの断面図である。

[図16A]変形例１０のカンチレバーの製造方法を説明するための部分断面図である。

[図16B]変形例１０のカンチレバーの部分断面図である。

[図17]変形例１１のカンチレバーの製造方法のフローチャートである。

[図18]変形例１１のカンチレバーの部分断面図である。

発明を実施するための最良の形態

[0025] ＜実施形態＞

＜カンチレバーの構造＞

本実施形態の走査型プローブ顕微鏡用のカンチレバー１の断面図を図１に、部分斜視図を図２に示す。

[0026] なお、以下の説明において、各実施形態に基づく図面は、模式的なもので

あり、各部分の厚みと幅との関係、夫々の部分の厚みの比率などは現実のものとは異なることに留意すべきであり、図面の相互間においても互いの寸法の関係や比率が異なる部分が含まれている場合がある。また、一部の構成要素の図示、符号の付与は省略する場合がある。

[0027] カンチレバー１は、支持部１０とレバー部２０と探針である突起部３０とを含む。片持ち梁であるレバー部２０は支持部１０から延設されている。テトラヘドラル（三角錐）形状の突起部３０は、レバー部２０の自由端側に形成されている、突起部３０の尖鋭な先端部は、ナノスケールの微細な凹凸に追従する。

[0028] 支持部１０とレバー部２０と突起部３０とはシリコンウエハを加工して作製されている。

[0029] そして、カンチレバー１では、突起部３０が形成されている上面ＳＡに、結晶性炭素複合層であるグラフェン複合層６０が堆積されている。グラフェン複合層６０は、金属層４０と、金属層４０の上の結晶性炭素層であるグラフェン層５０とからなる。

[0030] グラフェン層５０は、結晶性炭素ナノ材料であるグラフェンで構成されている。本明細書でいうグラフェンには、炭素原子が二次元的に配列している層が１層である、厚さ約０．３ｎｍの単層グラフェンおよび複数の単層グラフェンが積層されている多層グラフェンが含まれる。

[0031] なお後述するように、本実施形態のグラフェン層５０の厚さは、１．５ｎｍであるので、単層グラフェン４～５層の多層グラフェンである。

[0032] また、金属層４０の金属材料は、後述するように、グラフェン層５０を形成するために用いられる触媒である。換言すると、金属材料は、グラフェンの形成反応に対して触媒作用を果たす。本実施形態では、金属材料はＳｎからなる。そして、金属層４０の厚さは３ｎｍである。すなわち、グラフェン層５０と金属層４０とからなるグラフェン複合層６０の厚さは、４．５ｎｍである。

[0033] なお、厚さは、突起部３０の先端部の複数箇所を、透過型電子顕微鏡（Ｔ

ＥＭ）を用いて測定した厚さの算術平均値である。すなわち、層の厚さは、突起部３０の先端部に堆積された層の厚さをいう。また曲率半径Ｒは、走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）を用いて測定した。また、抵抗値は原子間力顕微鏡（ＡＦＭ）によりプローブ抵抗を測定した。

[0034] そして、カンチレバー１では、グラフェン複合層６０がコーティングされている先端部の曲率半径Ｒは、８ｎｍであった。また、プローブ抵抗は１ＭΩ程度であり、２０ｎｍの白金層を堆積した場合と同等の低抵抗であった。

[0035] なお、以上の説明では結晶性炭素材料がグラフェンの場合について説明した。しかし、結晶性炭素材料としては、全体の５ａｔ％以上が結晶化している炭素材料をいい、グラフェンと他の炭素結晶材料との複合層であってもよい。例えばグラフェンが、カーボンナノファイバ、カーボンナノチューブを含んでいてもよい。

[0036] 図３にカンチレバー１を用いた、走査型容量顕微鏡（ＳＣＭ：Scanning Capacitance Microscope）の測定状態を示す。カンチレバー１は、治具２に固定され、上面ＳＡに導線２Ａが電気的に接続される。導線２Ａは検出部（Detector）３と接続されている。カンチレバー１の突起部の先端が試料４と接することで、試料４の表面の局所的な電気容量が検出される。

[0037] カンチレバー１を用いて検出された電気容量は、２０ｎｍの白金層を堆積したカンチレバー１と略同じであった。

[0038] 以上の説明のように、カンチレバー１は、極薄でも低抵抗のグラフェン層５０が、転写法ではなく、低温の熱処理を含む非転写法により突起部３０の先端部に堆積されている。このため製造が容易である。さらに、カンチレバー１には、極薄でも連続膜となり、かつ、電気抵抗の低いグラフェン層が堆積されているため、先端部の曲率半径Ｒが８ｎｍであり、２０ｎｍの白金層を堆積した曲率半径Ｒが２５ｎｍのカンチレバーよりも高い空間分解能を示した。すなわち、カンチレバー１は、低抵抗で、かつ、空間分解能が高い。

[0039] また、グラフェン層５０は、化学的安定性および耐磨耗性が優れている。このため、カンチレバー１は、長期間使用しても、従来のカンチレバーより

も劣化が小さく、耐久性が優れており、長期間の使用が可能であった。特に、バイオ試料を測定した場合には、先端に汚れがつきにくく、そのため安定した像が長時間観察できた。

[0040] ＜カンチレバーの製造方法＞

次に、図４のフローチャートに沿って、カンチレバー１の製造方法を説明する。

[0041] ＜ステップＳ１０＞本体作製工程

支持部１０とレバー部２０と探針である突起部３０とを含むカンチレバー本体が作製される。カンチレバー本体は、単結晶シリコンウエハを加工して作製される。突起部３０はレバー部２０の上面に対して垂直な２面と、角度約５５度の（１１１）面と、からなる、テトラヘドラル型である。

[0042] カンチレバー本体のレバー部２０と突起部３０がシリコンとは別の材料、例えば、窒化シリコンで構成されていてもよい。

[0043] また、なお、突起部３０の先端が、公知の方法、例えば、ＦＩＢ（Focus Ion Beam）法または低温熱酸化処理により尖鋭化されていてもよい。なお、本実施形態のカンチレバー本体の先端部の曲率半径Ｒは、５ｎｍであった。

[0044] ＜ステップＳ１２＞炭素複合層堆積工程

カンチレバー本体の表面に金属材料と炭素原料とを含む炭素複合層６１が堆積される。本実施形態の製造方法では、炭素複合層堆積工程は、金属層堆積工程と、金属層４０の上に炭素原料層５１を堆積する炭素原料層堆積工程とからなる。

[0045] ＜ステップＳ１４＞金属層堆積工程

図５Ａに示すように、Ｓｎからなる金属層４０をカンチレバー本体（突起部３０）の表面に堆積させた。図５Ａ等は、突起部３０の先端部の部分断面図であるが、金属層４０は支持部１０とレバー部２０にも堆積された。

[0046] すなわち、レーザアブレーション法により真空中で、Ｓｎで構成される金属層４０を３ｎｍ堆積させた。真空度は、１．０×１０$^{-5}$Ｐａ～９．９×１０$^{-5}$Ｐａの範囲内、具体的には、３×１０$^{-5}$Ｐａ～７×１０$^{-5}$Ｐａの範囲内

であった。

[0047] ＜ステップＳ１６＞炭素原料層堆積工程

図５Ｂに示すように、金属層４０の上に非晶質炭素からなる炭素原料層５１を堆積させた。炭素原料層５１も、レーザアブレーション法により真空中で１．５ｎｍ堆積させた。真空度は金属層堆積工程と同じである。

[0048] ＜ステップＳ１８＞加熱工程

真空中で２５０℃、１時間の加熱を行い、その後、室温まで冷却した。加熱は、基板加熱ホルダーにカンチレバーを装着し、加熱ホルダーの温度をもとに制御を行った。シリコンは熱伝導率が高いため、加熱ホルダーの温度をカンチレバーの温度と見なすことができる。なお、加熱時の真空度は、１．０×１０$^{-4}$Ｐａ～９．９×１０$^{-4}$Ｐａの範囲内、具体的には、１×１０$^{-4}$Ｐａ～７×１０$^{-4}$Ｐａの範囲内であった。

[0049] 図５Ｃに示すように加熱処理により炭素複合層６１は、金属層４０と金属層４０の上の結晶性炭素であるグラフェン層５０とからなる結晶性炭素複合層である、厚さ４．５ｎｍのグラフェン複合層６０に変化した。

[0050] そして、すでに説明したように、炭素複合層６１を堆積する前のカンチレバー本体の先端部の曲率半径Ｒは５ｎｍで、結晶性炭素複合層６０が堆積されたカンチレバー１の曲率半径Ｒは、８ｎｍであった。すなわち、厚さ４．５ｎｍのグラフェン複合層６０を堆積すると、計算上では曲率半径Ｒは４．５ｎｍ増加するが、実際には３ｎｍしか増加していなかった。この原因は曲率半径を測定している最先端部ではグラフェン複合層６０の厚さが、４．５ｎｍよりも薄いためと推定される。

[0051] なお、炭素複合層６１が加熱により、グラフェン複合層６０に変化したことは、電気抵抗の測定結果および透過電子顕微鏡観察から明らかである。しかし、念のため、別途、作製した試料でも確認した。すなわち、熱酸化シリコン（SiO_2）基板上に、レーザアブレーション法により真空中で、Ｓｎで構成される金属層を１５ｎｍ堆積させた。さらに、金属層の上に、レーザアブレーション法により真空中で、非晶質炭素層を５ｎｍ堆積させた。何れの

層の堆積時も、真空度は、１．０×１０$^{-5}$Ｐａ～９．９×１０$^{-5}$Ｐａの範囲内、具体的には、３×１０$^{-5}$Ｐａ～７×１０$^{-5}$Ｐａの範囲内であった。その後、この試料を基板加熱ホルダー上に装着し、真空中で２５０℃、１時間の加熱を行った。加熱時の真空度は、１．０×１０$^{-4}$～９．９×１０$^{-4}$Ｐａの範囲内、具体的には、１×１０$^{-4}$Ｐａ～７×１０$^{-4}$Ｐａの範囲内であった。その後、室温まで冷却された試料のラマン分光分析を行った。このラマン分光分析結果を図６に示す。

[0052] 図６に示すように、基板のＳｉＯ$_2$（５１９ｃｍ$^{-1}$）に由来するピークの他に、グラフェンの形成を示す２Ｄ（２７１３ｃｍ$^{-1}$）ピーク、グラファイト化を示すＧ（１５８４ｃｍ$^{-1}$）ピーク、欠陥に由来するＤ（１３５２ｃｍ$^{-1}$）ピークが確認できる。２Ｄピークが確認されており、ＤピークがＧピークに比べて非常に小さい（I_G／I_D＝３．３７）ことから、欠陥の少ない高品質のグラフェン層が形成されていることが分かる。また、２ＤピークとＧピークとの強度比（I_{2D}／I_G＝０．５４）から、グラフェン層は３層以上の複数層からなる多層グラフェン層であることが分かる。なお、非晶質炭素層の厚さは５ｎｍであったため、非晶質炭素がすべてグラフェンに変化すれば、理論的にはグラフェン層は１６～１７層となる。また、基板上の全面で、同様のラマンスペクトルが得られたことから、グラフェン層は基板全面に形成されていることが確認された。

[0053] カンチレバー１は、電気特性測定用のカンチレバーとして用いることができる。例えば、電気力顕微鏡（ＥＦＭ：Electric Force Microscope）、走査型容量顕微鏡（ＳＣＭ：Scanning Capacitance Microscope）、走査型ケルビンプローブ顕微鏡（ＫＰＭ：Kelvin Probe force Microscopy)、走査型広がり抵抗顕微鏡（ＳＳＲＭ：Scanning Spreading Resistance Microscope）、静電力顕微鏡、位相検波顕微鏡（ＰＤＭ）、走査型化学力顕微鏡（ＳＣＦＭ）、走査型電気化学顕微鏡（ＳＥｃＭ）、走査型化学ポテンシャル顕微鏡（ＳＣＰＭ）、走査型イオン伝導顕微鏡（ＳＩＣＭ）及びナノ電位差測定を含む電気特性測定用として用いることができる。

[0054] なお、本実施形態では、カンチレバー１の突起部３０の形状としてテトラヘドラル形状を示したが、頂角が鋭角であれば、ピラミダル形状もしくは多角形形状の角錐状、または円錐状の突起部であれば同様な効果が得られる。また、カンチレバー１の突起部３０の材料は、シリコンである必要はなく、例えば、窒化シリコンでもよいし、さらに、レバー部２０または支持部１０と別の材料であってもよい。

[0055] そして、本実施形態の金属層４０は、Ｚｎ、Ｓｎ、Ｂｉ、Ｐｂ、Ｔｌ、Ｃｓ、Ｉｎ、Ｃｄ、Ｒｂ、Ｇａ、Ｋ、Ｎａ、Ｓｅ、および、Ｌｉの少なくともいずれかを含んでいればよく、特に、いずれかを主成分として含んでいることが好ましい。なお、主成分とは、５０ａｔ％以上の成分をいう。金属層４０は、１種類の金属原子で構成された単体の金属、１種類の金属原子で構成された金属が複数混合された混合物、複数種類の金属原子で構成された合金のいずれであってもよい。

[0056] 金属層４０の堆積方法としては、基材の表面上に目的の材料を堆積させる種々の堆積方法が採用可能である。堆積方法としては、スパッタ法、蒸着法、レーザアブレーション法、インクジェット法、印刷法、スピンコート法、浸漬法、化学気相合成法（ＣＶＤ法）などの物理堆積法および化学堆積法が挙げられる。インクジェット法は、インクジェットプリンターを用いて、原料液の液滴を飛ばして、基材の表面に目的の材料を堆積させる方法である。浸漬法は、原料液に基材を浸漬して、基材の表面上に目的の材料を堆積させる方法である。

[0057] 堆積雰囲気は、真空、不活性ガス雰囲気、大気のいずれでもよい。例えば、インクジェット法、または浸漬法で堆積させる場合、堆積雰囲気は大気である。なお、本明細書で言う真空とは、真空ポンプで実現可能な程度の圧力の真空度であることを意味する。真空中で堆積させる場合、１０００Ｐａ以下の真空度とすることが好ましく、１０Ｐａ以下の真空度とすることがより好ましい。

[0058] 一方、炭素原料層５１として、非晶質炭素を示したが、これに限定されず

、シリコンカーバイト（ＳｉＣ）、グラッシーカーボン（ｇ－Ｃ）、ダイヤモンドライクカーボン（ＤＬＣ）、アモルファスカーボン（ａ－Ｃ）、炭化チタン（ＴｉＣ）、タングステンカーバイト（ＷＣ）、クロムカーバイト（ＣｒＣ）、バナジウムカーバイト（ＶＣ）またはニオブカーバイト（ＮｂＣ）等の炭素元素を含む層であれば、同様な効果を得ることができる。更に、炭素原料層５１の堆積方法は、ＣＶＤ法等でもよい。

[0059] すなわち、炭素原料層５１は、炭素原子のみで構成されている場合に限られない。さらに、炭素原料層５１は、無機物ではなく、酸素、水素、窒素等を含んでいる有機物であってもよい。炭素原料層５１の堆積方法としては、金属層４０の堆積方法と同様に、基材の表面上に目的の材料を堆積させる種々の堆積方法が採用可能である。堆積雰囲気は、金属層４０の形成方法と同様に、真空、不活性ガス雰囲気、または大気のいずれでもよい。

[0060] 金属層４０の厚さは、０．１ｎｍ以上が好ましく、１ｎｍ以上が特に好ましい。金属層４０は前記範囲以上であれば、触媒作用を奏する。また、金属層４０の厚さは、７ｎｍ以下であれば、カンチレバーの空間分解能を担保できる。

[0061] 炭素原料層５１の厚さは、０．３ｎｍ以上７ｎｍ以下が好ましい。炭素原料層５１の厚さは、グラフェン層５０の厚さとなるため、前記範囲以上であれば、導電性を担保できる。すなわち、厚さ０．３ｎｍの炭素原料層５１は、単層グラフェン層５０であるが、導電性は担保されている。

[0062] また、金属層４０の厚さと炭素原料層５１の厚さとの合計の厚さ、すなわち、炭素複合層６１の厚さが、７ｎｍ以下であれば、先端部の曲率半径Ｒを１０ｎｍ以下にできるため、カンチレバーの空間分解能を担保できる。

[0063] なお、窒素および炭素を含む原料、例えば、メラミン含む材料を炭素原料層として堆積しておくことで、加熱処理により窒素がドープされたグラフェン層を形成できる。窒素原子が、０．１ａｔ％～２０ａｔ％の炭素原子を置換している窒素ドープグラフェン層は、純粋なグラフェン層よりも導電性に優れているため、カンチレバーに好ましく用いることができる。ホウ素、フッ

素、または塩素等の元素をドープすることでも、グラフェン層の電気特性を向上することができる。

[0064] すなわち、炭素原料層５１は、炭素および触媒金属以外の原子、例えば、酸素、水素、窒素、ホウ素、フッ素、または塩素を含んでいてもよい。特に、炭素原料層５１に窒素、フッ素または塩素が含まれる場合加熱処理により、窒素、ホウ素、フッ素または塩素がドープされ、導電性が向上したグラフェン層が形成される。

[0065] 本実施形態の製造方法では、触媒である金属材料が加熱によって溶融し液体化した金属材料に炭素原子が溶解すると考えられる。そして、金属材料に溶解していた炭素原子が拡散し、金属層の表面に析出し規則的に配列することで、グラフェン層５０が形成される。

[0066] 炭素原子の溶解量および拡散速度は、金属が固体から液体に変化すると大幅に増加する。金属層４０は低融点金属材料からなる。このため、従来の金属触媒によるグラフェン層形成法と比べて本実施形態の製造方法では、低温でグラフェン層が形成される。

[0067] 加熱工程の加熱温度は、金属層４０の融点温度（ＭＰ）以上であればよいが、（ＭＰ＋１０℃）以上がより好ましい。加熱温度の上限は、シリコンまたは／および窒化シリコンからなるカンチレバー本体を損傷することのない４５０℃以下である。加熱温度は、融点温度ＭＰより大幅に高温にする必要はなく、例えば（ＭＰ＋３０℃）以下であることが好ましい。

[0068] 加熱温度の下限は、金属層の融点ＭＰに応じて、３００℃未満でもよく、例えば２５０℃以下でもよい。なお、金属層の融点ＭＰの下限は、特に制限はないが、安定性の観点から、室温以上が好ましく、特に好ましくは８０℃以上である。さらに本実施形態の製造方法は無転写法のため、細径の突起部の先端部にも簡単にグラフェン層を堆積できる。

[0069] なお、金属材料は溶融していなくとも、融点ＭＰより僅かに低い温度まで加熱されると、炭素原子の拡散速度は、大幅に増加する。

[0070] このため、加熱温度が金属層４０の融点温度ＭＰ以下でもグラフェン層が

得られる。加熱温度は、カンチレバー１の耐熱温度以下であればよいが、熱による損傷を最小限とするためには、金属層４０の金属材料の融点ＭＰより僅かに低い温度、例えば、（ＭＰ－２０℃）以上が好ましく、（ＭＰ－１０℃）以上が特に好ましい。

[0071] 例えば、金属層４０の金属材料として、Ｓｎ（ＭＰ＝２３０℃）を用いた場合には、加熱温度は２２０℃以上、すなわち（ＭＰ－１０）℃以上、２６０℃以下、すなわち、（ＭＰ＋３０℃）が特に好ましい。同様に、金属材料としてＳｎ－３ａｔ％Ａｇ－３ａｔ％Ｂｉ－３ａｔ％Ｉｎ合金（ＭＰ＝２００℃）を用いた場合には、加熱温度は１９０℃以上２３０℃以下が特に好ましい。同様に、金属層としてＺｎ（ＭＰ＝４２０℃）を用いた場合には、加熱温度は４１０℃以上４５０℃以下が特に好ましい。

[0072] すなわち、Ｚｎ（ＭＰ＝４２０℃）、Ｓｎ（ＭＰ＝２３０℃）、Ｂｉ（ＭＰ＝２７１℃）、Ｐｂ（ＭＰ＝３２８℃）、ＴＩ（ＭＰ＝３０４℃）、Ｃｓ（ＭＰ＝２９℃）、Ｉｎ（ＭＰ＝１５７℃）、Ｃｄ（ＭＰ＝３２１℃）、Ｒｂ（ＭＰ＝３８．５℃）、Ｇａ（ＭＰ＝３０℃）、Ｋ（ＭＰ＝６４℃）、Ｎａ（ＭＰ＝９８℃）、Ｓｅ（ＭＰ＝２１７℃）、および、Ｌｉ（ＭＰ＝１７９℃）のいずれかの元素を主成分として含む金属で構成されている金属層４０を有するカンチレバーの製造方法は低温プロセスである。

[0073] 金属層４０は、生体安全性、層堆積の容易性、炭素の溶解度、およびコスト等を考慮すると、Ｓｎ、Ｚｎ、Ｂｉ、Ｉｎ、およびＳｅの少なくともいずれかを含んでいることが好ましく、いずれかを主成分とすることが特に好ましい。さらに、金属層４０は、融点ＭＰが、８０℃以上４２０℃以下であることが好ましい。

[0074] 例えば、融点ＭＰが、６３１℃のアンチモン（Ｓｂ）は、本発明の金属層４０として用いることは出来ない。

[0075] なお、炭素が溶解しない全率非固溶系と言われている金属、例えば、ガリウム（Ｇａ）であっても、本実施形態の製造方法によりグラフェン層が形成されることがある。これは、炭素固溶体を形成する金属が不純物として含ま

れているためと推定される。

[0076] しかし、金属層４０が、炭素と固溶体を形成する金属または合金からなることが好ましいことは言うまでも無い。

[0077] ＜実施形態の変形例＞

実施形態の変形例のカンチレバーおよび変形例のカンチレバーの製造方法は、実施形態のカンチレバー１等と類似し同じ効果を有するため、同じ機能の構成要素には同じ符号を付し説明は省略する。なお、各層の構成／層厚等、例えば、金属膜の組成は、実施形態のカンチレバー１等と同じである。

[0078] ＜変形例１＞

図７Ａに示すように、本変形例のカンチレバー１Ａの製造方法では、金属層４０Ａの構造は連続層ではなく、アイランド状（島状）である。

[0079] すなわち、金属層は、その材料（元素）の種類によっては、厚さが薄い場合に島状となりやすい。例えば、Ｓｎでは、厚さが３ｎｍ未満では島状となりやすい。なお、島状の金属層４０Ａの厚さは、積分平均値とする。言い替えれば、島状の金属層４０Ａが溶融して連続膜となったときの厚さを島状の金属層の厚さとみなす。

[0080] そして、図７Ｂに示すように、Ｓｎからなる厚さ２ｎｍのアイランド状の金属層４０Ａの上に、非晶質炭素からなる厚さ２ｎｍの炭素原料層５１が堆積される。

[0081] 加熱工程において炭素原料層５１の炭素は金属に固溶（溶解）する。一般に、Ａ／Ｂ積層体が加熱され固溶すると、表面エネルギーが小さい元素が拡散し、上の層になるように分離する。本変形例の場合、炭素は金属（Ｓｎ）に比べて表面エネルギーが小さい。このため、図７Ｃに示すように、金属に固溶（溶解）していた炭素は金属層４０を覆うようにグラフェン層５０を形成する。

[0082] すなわち、図７Ｂ～図７Ｂに示すように、金属材料と直接、接していない炭素原料層５１も、加熱処理によりグラフェン層５０に変化する。この理由は明らかではないが、アイランド状の金属層４０Ａが加熱され溶融すると連

続膜となるためとも考えられる。

[0083] 本変形例のカンチレバー１Ａの製造方法では、薄くすると、アイランド状になりやすい金属材料であっても、触媒金属として用いることができる。また、平均厚さが薄い金属層４０を有するため、カンチレバー１Ａは、グラフェン複合層の厚さが４ｎｍであり、先端部の曲率半径Ｒは６ｎｍであった。

[0084] 特に、突起部３０の最先端部に触媒金属を下地としないグラフェン層を形成することも可能である。例えば、カンチレバーの空間分解能に影響を及ぼす突起部の先端から１μｍ未満（例えば５００ｎｍ）の最先端部に金属材料が堆積されていなくとも、先端から１μｍ超の場所に島状の金属材料が堆積されていれば、最先端部にグラフェン層を配設できる。

[0085] ＜変形例２＞

図８に示すように、本変形例のカンチレバー１Ｂの製造方法では、炭素複合層堆積工程１２Ｂが、炭素原料層が堆積される工程（Ｓ１４Ｂ）と、炭素原料層の上に前記金属層が堆積される工程（Ｓ１４Ｂ）と、からなる。

[0086] すなわち、図９Ａに示すように、非晶質炭素からなる厚さ１．５ｎｍの炭素原料層５１をカンチレバー本体（突起部３０）の表面に、堆積させた。

[0087] ついで、図９Ｂに示すように、炭素原料層５１の上にＳｎで構成される厚さ３ｎｍの金属層４０を堆積させた。なお、堆積された金属層４０は、島状であってもよい。

[0088] 真空中で２５０℃、１時間の加熱を行い、その後、室温まで冷却した。すると、図９Ｃに示すように、カンチレバー１Ｂの結晶性炭素複合層６０Ｂは、カンチレバー１の結晶性炭素複合層６０と同じように、金属層４０と金属層４０の上のグラフェン層５０とに変化する。

[0089] すでに説明したように、炭素は金属（Ｓｎ）に比べて表面エネルギーが小さい。このため、図９Ｃに示すように、加熱工程において金属に固溶（溶解）していた炭素は、金属層４０を覆うように析出しグラフェン層５０を形成するためであると推定される。

[0090] なお、加熱工程において金属に固溶（溶解）していた炭素の一部は、カン

チレバー本体（突起部３０）と金属層４０との界面にも析出しグラフェン層５０を形成するが、図９Ｃでは図示していない。

[0091] ＜変形例３、４＞

図１０に示すように、変形例３のカンチレバー１Ｃの製造方法では、炭素複合層堆積工程１２Ｃが、炭素原料と金属材料とが混合した混合層が堆積される工程（Ｓ１２Ｂ）である。

[0092] すなわち、図１１Ａに示すように、５０ａｔ％非晶質炭素と５０ａｔ％Ｓｎとからなる厚さ５ｎｍの混合層６３をカンチレバー本体（突起部３０）の表面に堆積させた。

[0093] 混合層６３は加熱処理（２５０℃）により、図１１Ｂに示す結晶性炭素複合層６０に変化した。

[0094] 混合層６３のＳｎの含有率は、全体の１ａｔ％～９９ａｔ％の範囲内とすることができる。

[0095] なお、混合層６３のＳｎの含有率および加熱／冷却条件によっては、図１１Ｃに示すように、内部に金属材料（Ｓｎ）を含む結晶性炭素層（グラフェン層５０Ｄ）からなる結晶性炭素複合層６０Ｄが形成される場合もある。表面に結晶性炭素複合層６０Ｄが堆積されている変形例４のカンチレバー１Ｄでも、最表面はグラフェンで覆われているため、カンチレバー１等と同じ効果を有する。

[0096] なお、変形例２のカンチレバーの製造方法においても、条件によっては、晶性炭素複合層は、カンチレバー１Ｄと同じ構成、すなわち、金属内包構造となることがある。

[0097] ＜変形例５＞

本変形例のカンチレバーの製造方法では、炭素原料層が堆積される工程と前記加熱工程とが同時に行われると見なされる。

[0098] すなわち、図１２に示すように、金属層堆積工程（Ｓ１４）の後に、炭素原料供給工程（Ｓ１６Ｅ）と加熱工程（Ｓ１８Ｅ）とが同時に行われるグラフェン層堆積工程Ｓ１７が行われる。

[0099] すなわち、図１３Ａに示すように、Ｓｎからなる厚さ１．５ｎｍの金属層４０をカンチレバー本体（突起部３０）の表面に堆積させた。

[0100] ついで、炭素原料を供給しながら加熱処理を行うことで、冷却後には、図１３Ｂに示すように、金属層４０の上に、厚さ２ｎｍのグラフェン層５０が形成されたカンチレバー１Ｅが作製された。

[0101] 具体的には、炭素原子を含む炭素原料ガスを供給しつつ加熱する。加熱は、真空中、不活性ガス雰囲気中、水素などの還元雰囲気中、大気中いずれでもよい。

[0102] なお、変形例２～５のカンチレバーにおいても、変形例１のカンチレバー１Ａのように金属層が島状でもよいことは言うまでも無い。

[0103] ＜変形例６、７＞

カンチレバー１、１Ａ～１Ｅの製造方法において、炭素複合層を金属材料と結晶性炭素とを含む結晶性炭素複合層に変化するための加熱工程の後に、さらに金属層４０を除去する工程を有していてもよい。金属層除去工程は、例えば加熱工程と同じ温度で加熱工程の２倍以上の処理時間の追加加熱工程、加熱工程よりも高温の追加加熱工程、または、エッチング工程である。

[0104] 追加加熱工程により金属層を構成している金属材料は、加熱温度が融点ＭＰ以上の場合には蒸発し、加熱温度が融点以下の場合には昇華し、消失する。

[0105] 例えば、図１４Ａに示す変形例６のカンチレバー１Ｆでは、グラフェン層（結晶性炭素層）５０の下の金属層４０Ｆの一部が空洞４０Ｘである。さらに図１４Ｂに示す変形例７のカンチレバー１Ｇでは、金属層が消失し、グラフェン層（結晶性炭素層６０Ｇ）５０Ｇの一部が空洞４０Ｘとなっている。

[0106] また、金属層除去工程により、カンチレバーは、見かけ上、グラフェン層が基体に直接、堆積されたようになる。金属層が除去されたカンチレバーは、先端部の曲率半径Ｒがより小さくなるため、より高い空間分解能を示す。

[0107] ＜変形例８、９＞

以上の説明では、グラフェン層５０が、突起部３０が形成されている上面

ＳＡを覆っているカンチレバー１、１Ａ～１Ｇについて説明した。しかし、分解能に影響を及ぼすのは、突起部３０の先端部に堆積された導電層の厚さである。

[0108] 図１５Ａに示す変形例８のカンチレバー１Ｈでは、突起部３０の根元部、レバー部および支持部に、厚さの０．２μｍのアルミニウムからなる導電金属層７０が堆積されている。例えば、グラフェン層５０を堆積後にカンチレバーの全面をアルミニウム層で覆い、その後、先端部のアルミニウム層を選択的に除去することでカンチレバー１Ｈは作製される。

[0109] 突起部３０の先端部には、厚さが薄くでも高い導電性を示すグラフェン層５０だけが堆積されている。すなわち、グラフェン層５０は電気抵抗が低いが、厚さが十分に厚い金、白金、またはアルミニウム等からなる導電金属層７０は、グラフェン層５０よりも更に電気抵抗が小さく堆積が容易である。このため、カンチレバー１Ｈは、カンチレバー１等と同じ空間分解能であり、かつ、より電気抵抗が低い。

[0110] なお、導電金属層７０は、あまり厚いとカンチレバーのレバー部２０の厚さを厚くし、機械的特性が劣化する。このため導電金属層７０の厚さは、１μｍ以下が好ましく、０．３μｍ以下が特に好ましい。

[0111] なお、図１５Ｂに示す変形例９のカンチレバー１Ｉのように、突起部３０の先端部だけに、グラフェン層５０と金属層４０を含むグラフェン複合層６０が堆積されていてもよいことは言うまでも無い。なお、カンチレバー１Ｉでは、グラフェン複合層６０の堆積後に、導電金属層７０が堆積されている。これに対して、導電金属層７０を堆積後にグラフェン複合層６０を堆積してもよい。

[0112] ＜変形例１０＞

図１６Ａに示すように、変形例１０のカンチレバー１Ｊでは、まず、非晶質炭素からなる厚さ１．５ｎｍの炭素原料層５１をカンチレバー本体（突起部３０）の表面に、堆積させた。さらに、炭素原料層５１の上に、Ｉｎ（インジウム）からなる厚さ３ｎｍの金属層４０を堆積させた。すなわち、炭素

複合層６２は、炭素原料層５１と炭素原料層５１の上の金属層４０とからなる。

[0113] 真空中で１７０℃、１時間の加熱を行い、その後、室温まで冷却した。すると、図１６Ｂに示すように、炭素複合層６２は、金属層４０と、金属層４０の上の第１のグラフェン層５０Ａと、金属層４０の下の第２のグラフェン層５０Ｂと、からなる結晶性炭素複合層６０Ｊに変化した。

[0114] インジウムの融点（ＭＰ）は、１５７℃である。このため、１７０℃の加熱工程ではインジウムは溶融し、溶融インジウムに溶解した炭素が拡散し、第１のグラフェン層５０Ａとして金属層４０の上に再析出する。

[0115] そして、変形例２のカンチレバー１Ｂに対する説明のように、炭素原料層５１の一部は、再析出により金属層４０の下の第２のグラフェン層５０Ｂとなる。なお、第２のグラフェン層５０Ｂは第１のグラフェン層５０Ａよりも薄い。

[0116] また、カンチレバー１Ｊは、加熱工程の温度が１５０℃、すなわち、インジウムの融点ＭＰ未満であっても、結晶性炭素複合層６２は、金属層４０と、金属層４０の上の第１のグラフェン層５０Ａと、金属層４０の下の第２のグラフェン層５０Ｂとなった。

[0117] さらに、金属層４０として、主成分の金属よりも低融点の合金材料を用いても良い。例えば、ＳｎＩｎ合金の融点は、Ｓｎの融点（２３０℃）およびＩｎの融点（１５７℃）よりも低い、例えば１１７℃である。低融点の金属層４０を有するカンチレバーは、さらに低温の加熱処理により作製できる。例えば、融点ＭＰが１１７℃の金属層を有するカンチレバーは、１００℃以下の９７℃（ＭＰ－２０℃）でも作製できる。

[0118] ＜変形例１１＞

図１７のフローチャートに示すように、変形例１１のカンチレバー１Ｋの製造方法は、金属層４０を除去する工程（ステップＳ１９）を更に具備する。

[0119] カンチレバー１Ｋの製造方法では、まず、非晶質炭素からなる厚さ１０ｎ

ｍの炭素原料層５１をカンチレバー本体（突起部３０）の表面に、堆積させた。さらに、炭素原料層５１の上に、融点ＭＰが１２０℃のＩｎ－Ｓｎ合金からなる厚さ５０ｎｍの金属層４０を堆積させた。すなわち、炭素複合層６２は、炭素原料層５１と炭素原料層５１の上の金属層４０とからなる。

[0120] そして、窒素中で１００℃、１時間の加熱を行い、その後、室温まで冷却する加熱処理を行った。炭素複合層６２は加熱処理により、図１６Ｂに示した結晶性炭素複合層６２と同じように、金属層４０と、金属層４０の上の第１のグラフェン層５０Ａと、金属層４０の下の第２のグラフェン層５０Ｂに変化する

[0121] さらに、カンチレバー１Ｋの製造方法では、加熱工程（ステップＳ１８）の後に金属層４０を除去する工程（ステップＳ１９）が行われた。すなわち、酸性溶液（１０重量％硝酸）によるケミカルエッチング工程により、金属層４０および第１のグラフェン層５０Ａが除去された。第１のグラフェン層５０Ａは酸性溶液には溶解しない。しかし、ケミカルエッチング工程により金属層４０が溶解すると、その上の第１のグラフェン層５０Ａもカンチレバーから剥離される。

[0122] 図１８に示すように、カンチレバー１Ｋの先端部には、第２のグラフェン層５０Ｂだけが堆積されている。第２のグラフェン層５０Ｂの厚さは、２ｎｍであり、先端部の曲率半径Ｒは、６ｎｍであった。すなわち、第２のグラフェン層５０Ｂの厚さは、８ｎｍであると推定される第１のグラフェン層５０Ａの厚さよりも薄い。そして、厚い第１のグラフェン層５０Ａおよび金属層４０は除去され薄い第２のグラフェン層５０Ｂだけがカンチレバー１Ｋの先端部に残っている。

[0123] なお、加熱処理として、真空中で１３０℃、０．５時間の加熱を行った場合にも、カンチレバー１Ｋと略同じ構成のカンチレバーが作製された。

[0124] また、変形例９のカンチレバー１Ｉのように、第２のグラフェン層５０Ｂが突起部３０の先端部だけに堆積されていてもよい。

[0125] 本発明の製造方法によって製造されたカンチレバーは、その製造方法を特

定することは現実的ではない。例えば、図１８に示した変形例１１のカンチレバー１Ｋが、金属層除去工程（Ｓ１９）において第１の金属層５０Ａおよび第１のグラフェン層５０Ａが除去されていることを立証することは非常に困難である。例えば、本発明のカンチレバーの製造方法により製造されたカンチレバーは、基体とグラフェン層との界面の状態が、従来の製造方法により製造されたカンチレバーと異なっている可能性がある。しかし、界面の構造、例えば、結晶構造が、透過型電子顕微鏡等を用いて解析できたとしても、その構造から製造方法を立証することはできない。

[0126] また、加熱工程の温度が４５０℃以下であることも、製造後に特定することは出来ない。すなわち、本発明のカンチレバーの製造方法により製造されたカンチレバーは、従来技術との相違に係る構造又は特性を特定する文言を見いだすことができず、かつ、かかる構造又は特性を測定に基づき解析し特定することも不可能又は非実際的である。

[0127] 本発明は、上述した実施形態等に限定されるものではなく、本発明の要旨を変えない範囲において、種々の変更、改変、例えば、実施形態の構成要素の組み合わせ等が可能である。

[0128] 本出願は、２０１６年３月１７日に日本国に出願された特許出願２０１６－０５４０９５号を優先権主張の基礎として出願するものであり、上記の開示内容は、本願明細書、請求の範囲、図面に引用されたものとする。

符号の説明

[0129] １、１Ａ～１Ｋ・・・カンチレバー

２・・・治具

２Ａ・・・導線

４・・・試料

１０・・・支持部

２０・・・レバー部

３０・・・突起部

４０・・・金属層

５０・・・グラフェン層

５１・・・炭素原料層

６０・・・グラフェン複合層

６１・・・炭素複合層

６３・・・混合層

請求の範囲

[請求項1] 走査型プローブ顕微鏡に用いられる、支持部とレバー部と探針である突起部とを含むカンチレバーであって、

前記突起部の先端部に、結晶性炭素ナノ材料と融点が４２０℃以下の金属材料とを含む結晶性炭素複合層が、堆積されていることを特徴とするカンチレバー。

[請求項2] 前記結晶性炭素複合層の厚さが、７ｎｍ以下であり、前記先端部の曲率半径が、１０ｎｍ以下であることを特徴とする請求項１に記載のカンチレバー。

[請求項3] 前記金属材料が、Ｚｎ、Ｓｎ、Ｂｉ、Ｐｂ、Ｔｌ、Ｃｓ、Ｉｎ、Ｃｄ、Ｒｂ、Ｇａ、Ｋ、Ｎａ、Ｓｅ、および、Ｌｉの少なくともいずれかを含むことを特徴とする請求項２に記載のカンチレバー。

[請求項4] 前記金属材料の融点が、２５０℃以下であることを特徴とする請求項３に記載のカンチレバー。

[請求項5] 前記金属材料が、Ｓｎ、Ｚｎ、Ｂｉ、Ｉｎ、およびＳｅの少なくともいずれかを含むことを特徴とする請求項４に記載のカンチレバー。

[請求項6] 前記結晶性炭素複合層が、前記結晶性炭素ナノ材料からなる結晶性炭素層と、前記金属材料からなる金属層と、を含むことを特徴とする請求項１から請求項５のいずれか１項に記載のカンチレバー。

[請求項7] 支持部とレバー部と探針である突起部とを含むカンチレバー本体の前記突起部の先端部に、結晶性炭素ナノ材料からなる結晶性炭素層が堆積されているカンチレバーの製造方法であって、

前記カンチレバー本体が作製される工程と、

前記突起部の前記先端部に、融点が４２０℃以下の金属材料と炭素原料とを含む炭素複合層が堆積される炭素複合層堆積工程と、

前記炭素複合層を、前記結晶性炭素層と前記金属材料からなる金属層とを含む結晶性炭素複合層とする温度が４５０℃以下の、加熱工程と、を具備することを特徴とするカンチレバーの製造方法。

[請求項8] 前記炭素複合層の厚さが、７ｎｍ以下であり、前記先端部の曲率半径が、１０ｎｍ以下であることを特徴とする請求項７に記載のカンチレバーの製造方法。

[請求項9] 前記金属材料が、Ｚｎ、Ｓｎ、Ｂｉ、Ｐｂ、Ｔｌ、Ｃｓ、Ｉｎ、Ｃｄ、Ｒｂ、Ｇａ、Ｋ、Ｎａ、Ｓｅ、および、Ｌｉの少なくともいずれかを含むことを特徴とする請求項８に記載のカンチレバーの製造方法。

[請求項10] 前記金属材料の融点が、２５０℃以下であることを特徴とする請求項９に記載のカンチレバーの製造方法。

[請求項11] 前記金属材料が、Ｓｎ、Ｚｎ、Ｂｉ、Ｉｎ、およびＳｅの少なくともいずれかを含むことを特徴とする請求項１０に記載のカンチレバーの製造方法。

[請求項12] 前記加熱工程の前記温度が、前記金属材料の融点以上であることを特徴とする請求項９から請求項１１のいずれか１項に記載のカンチレバーの製造方法。

[請求項13] 前記加熱工程の前記温度が、（前記金属材料の融点－２０℃）以上、前記金属材料の融点未満であることを特徴とする請求項９から請求項１１のいずれか１項に記載のカンチレバーの製造方法。

[請求項14] 前記炭素複合層堆積工程が、前記金属材料を含む金属層が堆積される工程と、前記金属層の上に前記炭素原料を含む炭素原料層が堆積される工程と、を含むことを特徴とする請求項９から請求項１３のいずれか１項に記載のカンチレバーの製造方法。

[請求項15] 前記炭素複合層堆積工程が、前記炭素原料を含む炭素原料層が堆積される工程と、前記炭素原料層の上に前記金属材料を含む金属層が堆積される工程と、を含むことを特徴とする請求項９から請求項１３のいずれか１項に記載のカンチレバーの製造方法。

[請求項16] 前記炭素複合層堆積工程が、前記炭素原料と前記金属材料とが混合した混合層が堆積される工程であることを特徴とする請求項９から請

求項１３のいずれか１項に記載のカンチレバーの製造方法。

[請求項17] 前記加熱工程の後に、前記結晶性炭素複合層から、前記金属材料を除去する工程を、更に具備することを特徴とする請求項９から請求項１６のいずれか１項に記載のカンチレバーの製造方法。

[請求項18] 前記金属材料を除去する工程が、前記金属材料からなる金属層と、前記金属層の上の第１の結晶性炭素層と、前記金属層の下の第２の結晶性炭素層と、を含む前記結晶性炭素複合層から、前記金属層および前記第１の結晶性炭素層が除去され、前記第２の結晶性炭素層は除去されないケミカルエッチング工程であることを特徴とする請求項１７に記載のカンチレバーの製造方法。

[請求項19] 支持部とレバー部と探針である突起部とを含むカンチレバー本体の前記突起部の先端部に、グラフェン層が堆積されている、走査型プローブ顕微鏡に用いられるカンチレバーの製造方法であって、

前記カンチレバー本体が作製される工程と、

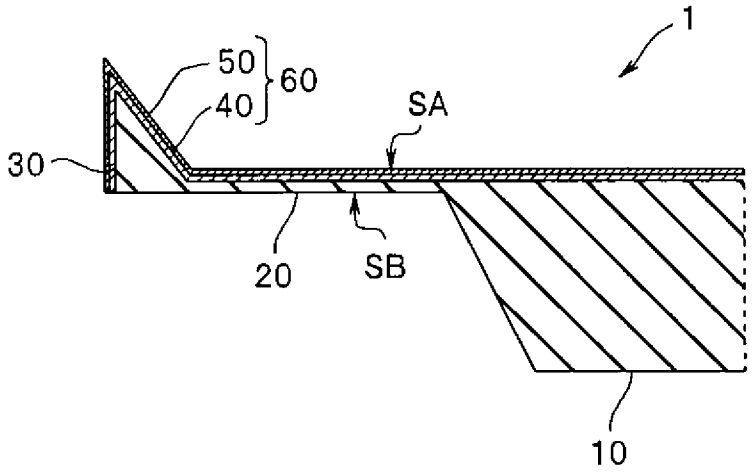
前記突起部の前記先端部に、炭素原料を含む炭素原料層が堆積され、さらに前記炭素原料層の上に、ＳｎまたはＩｎを主成分する金属材料からなる金属層が堆積される炭素複合層堆積工程と、

加熱温度が、（前記金属材料の融点－２０℃）以上（前記金属材料の前記融点＋３０℃）以下の加熱工程と、

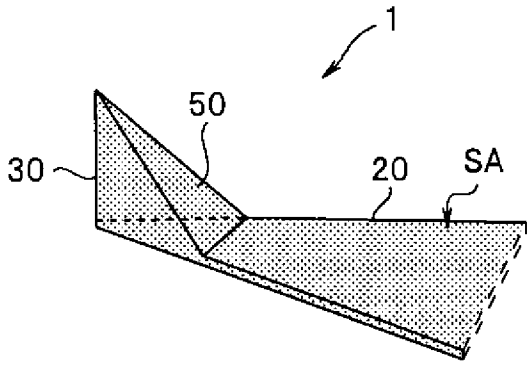
前記金属層を除去するケミカルエッチング工程と、を具備することを特徴とするカンチレバーの製造方法。

[請求項20] 請求項９から請求項１９のいずれか１項に記載のカンチレバーの製造方法により製造されたことを特徴とするカンチレバー。

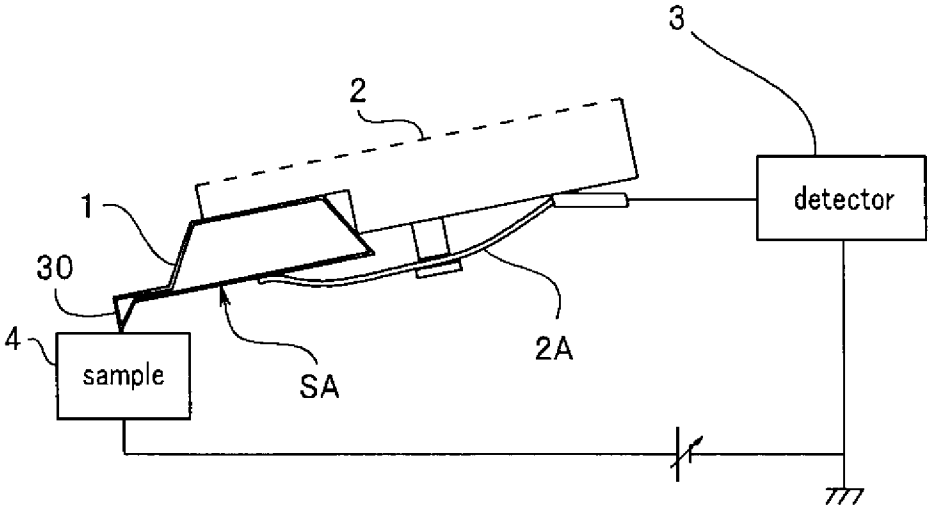
[図1]


1
50
60
40
SA
30
20
SB
10

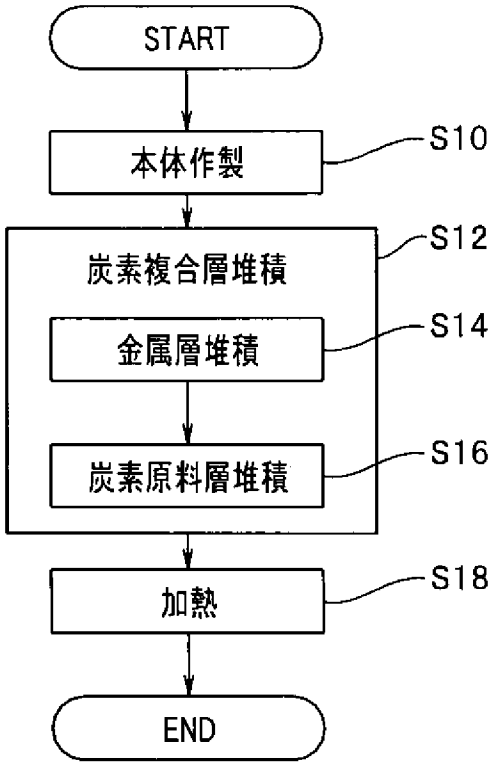
[図2]


1
50
30
20
SA

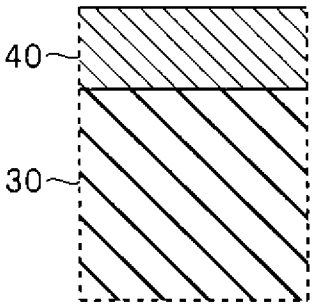
[図3]


3
2
detector
1
30
4
sample
SA
2A

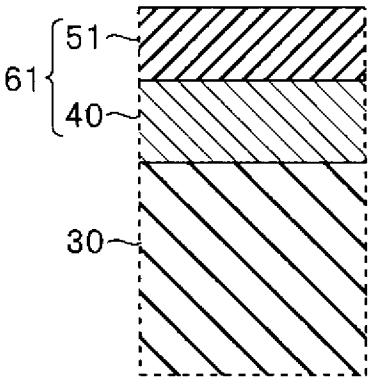
[図4]


START
本体作製
S10
炭素複合層堆積
S12
金属層堆積
S14
炭素原料層堆積
S16
加熱
S18
END

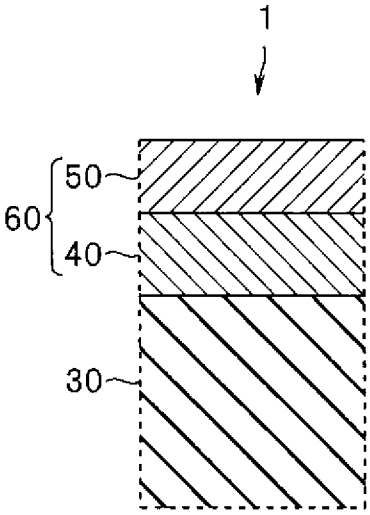
[図5A]


40
30

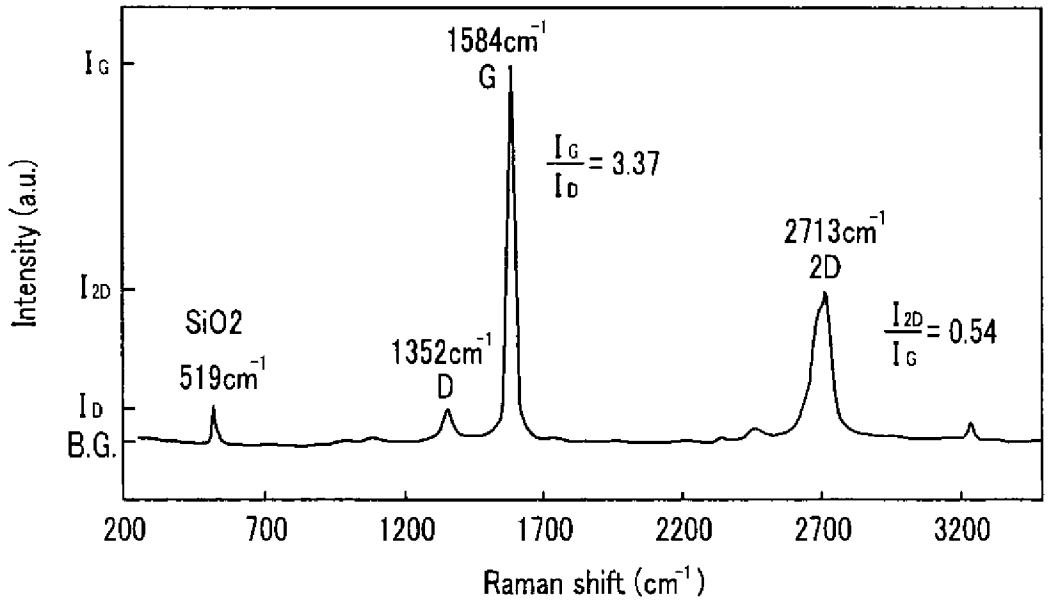
[図5B]


61
51
40
30

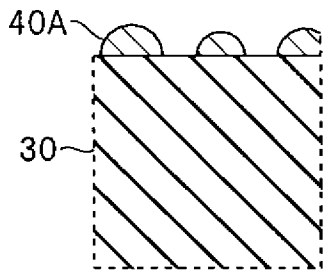
[図5C]


1
50
60
40
30

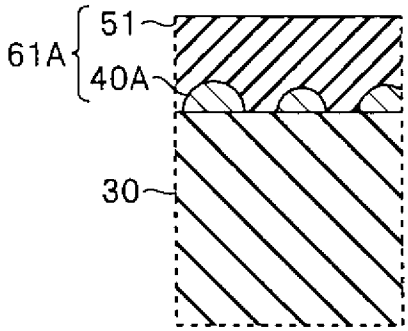
[図6]


1584cm-1
G
IG
ID
2D
2713cm-1
2D
SiO2
519cm-1
1352cm-1
D
B.G.
IG/ID = 3.37
I2D/IG = 0.54
Intensity (a.u.)
200
700
1200
1700
2200
2700
3200
Raman shift (cm-1)

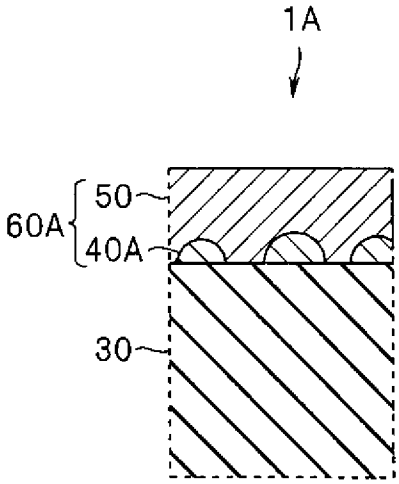
[図7A]


40A
30

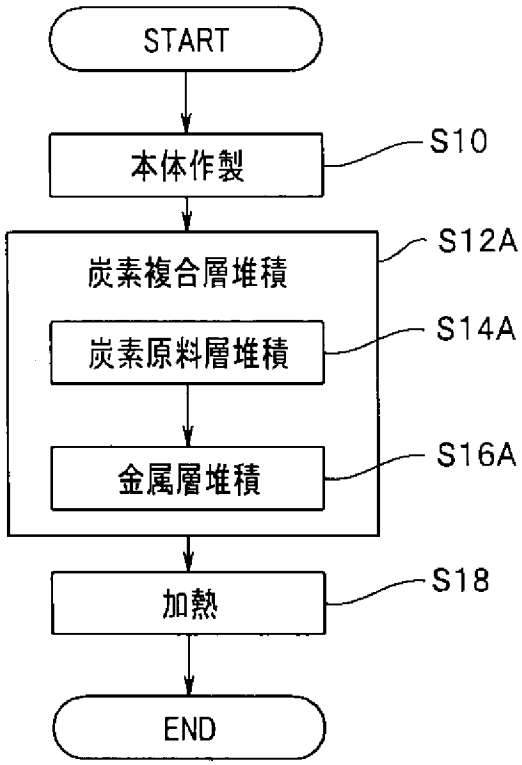
[図7B]


61A
51
40A
30

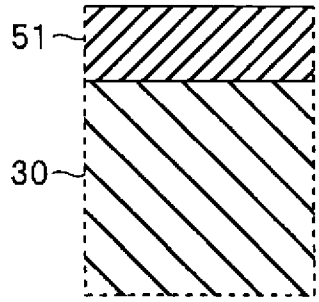
[図7C]


1A
60A
50
40A
30

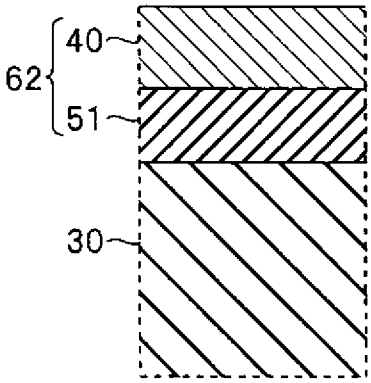
[図8]


START
本体作製
S10
炭素複合層堆積
S12A
炭素原料層堆積
S14A
金属層堆積
S16A
加熱
S18
END

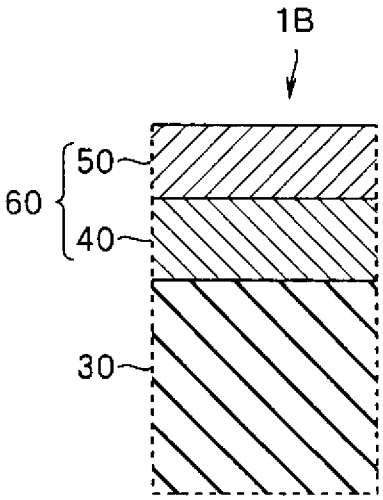
[図9A]



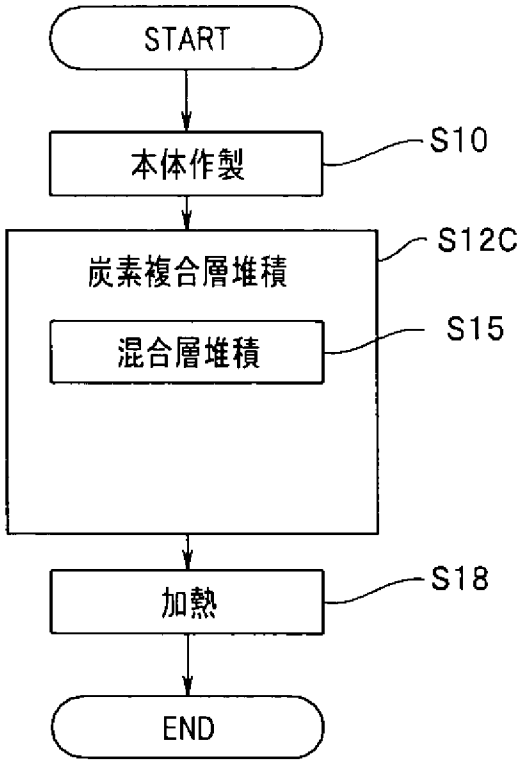
[図9B]



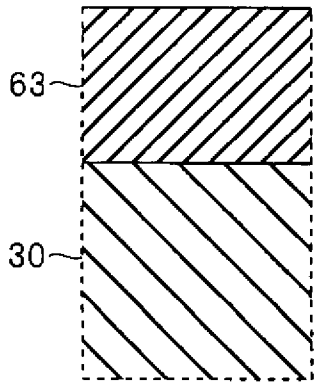
[図9C]



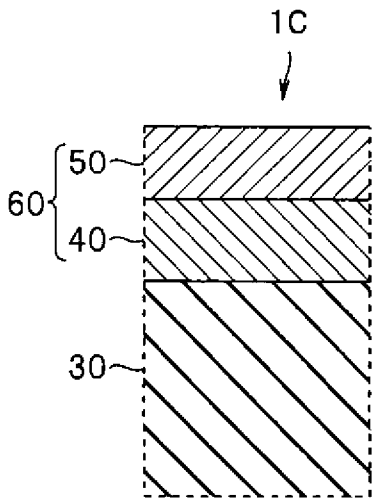
[図10]



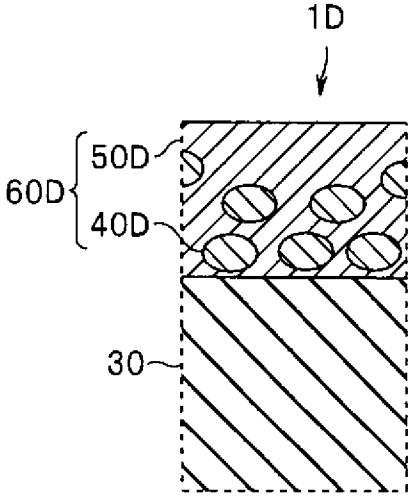
[図11A]



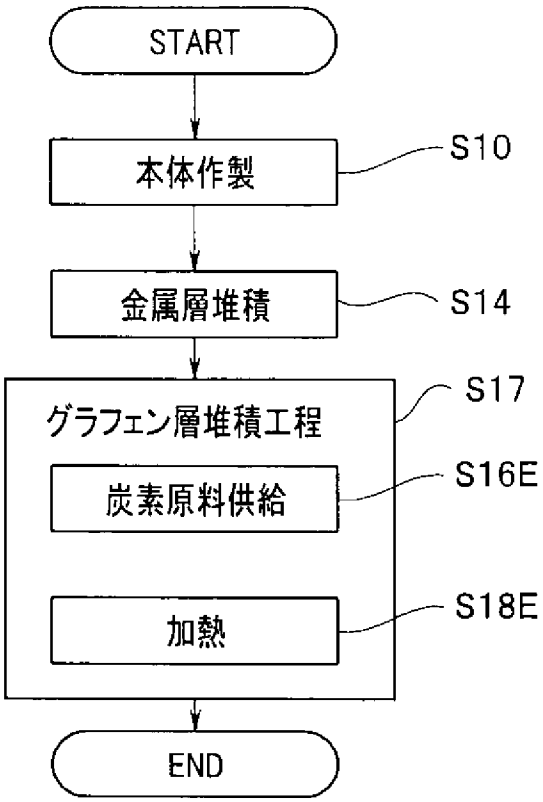
[図11B]



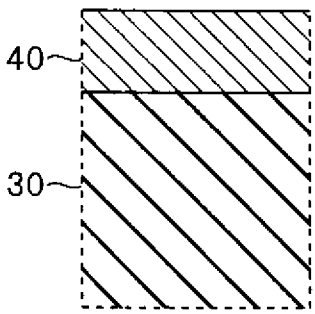
[図11C]



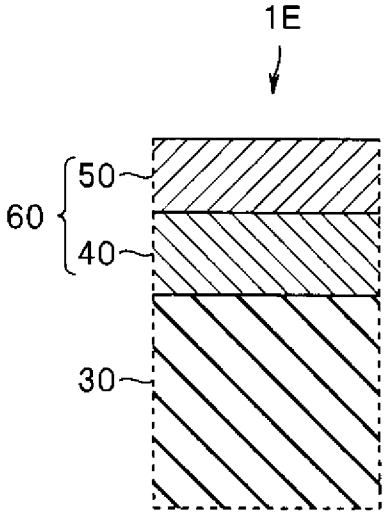
[図12]



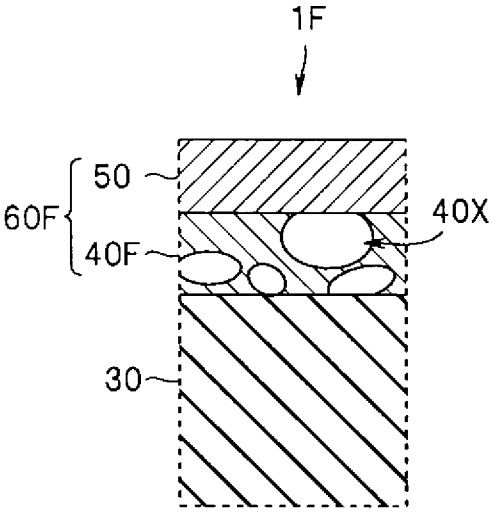
[図13A]



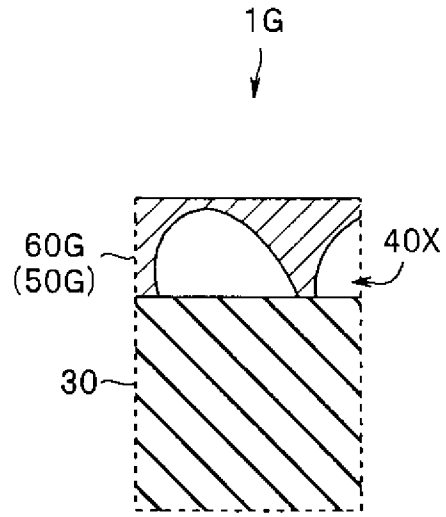
[図13B]



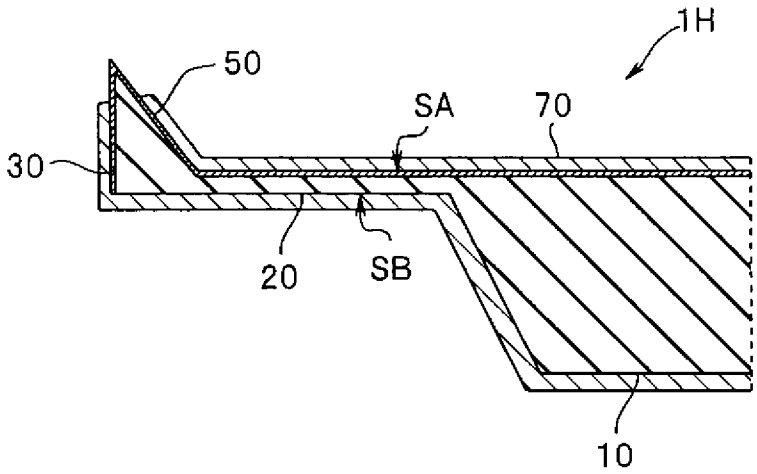
[図14A]



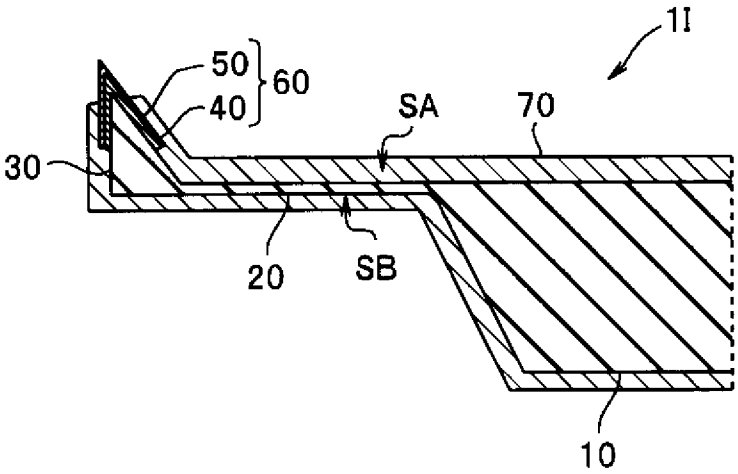
[図14B]



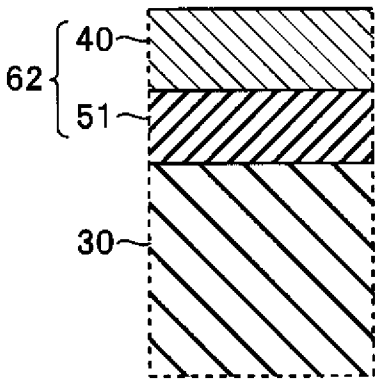
[図15A]



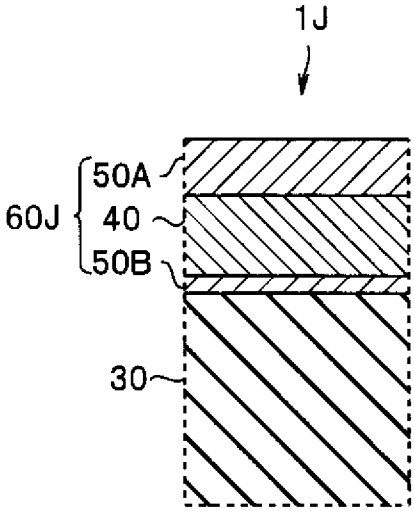
[図15B]



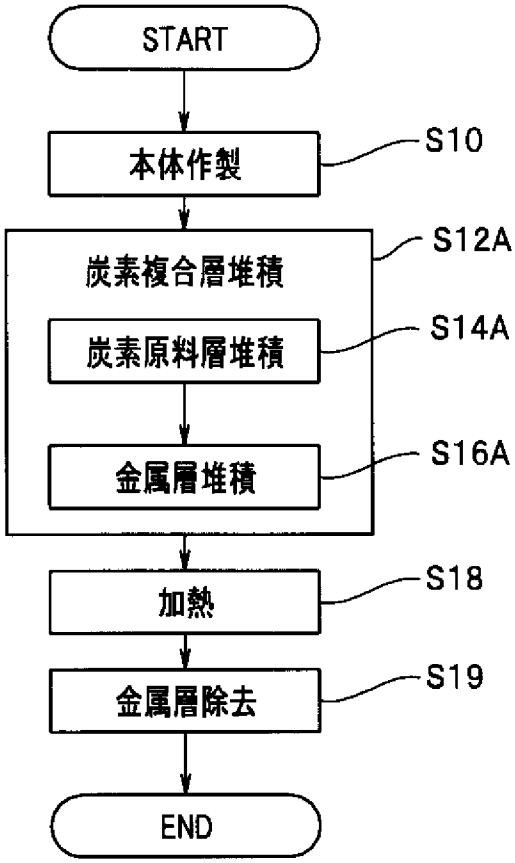
[図16A]



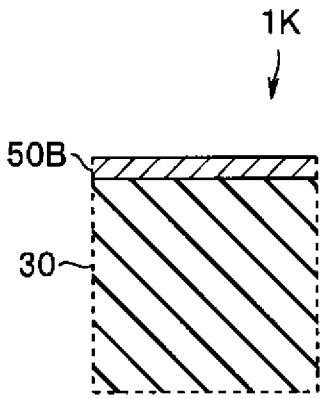
[図16B]


1J
50A
60J
40
50B
30

[図17]


START
本体作製
S10
炭素複合層堆積
S12A
炭素原料層堆積
S14A
金属層堆積
S16A
加熱
S18
金属層除去
S19
END

[図18]


1K
50B
30

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2017/002804

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
G01Q70/14(2010.01)i, *G01Q70/16*(2010.01)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)
G01Q10/00-90/00

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 1996-2017
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2017 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2017

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
DWPI(Thomson Innovation), Japio-GPG/FX, Scopus, JSTPlus(JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2014/011954 A1 (NORTHWESTERN UNIVERSITY), 16 January 2014 (16.01.2014), & US 2015/0309073 A1	1-20
A	CN 104360107 A (SOOCHOW UNIVERSITY), 18 February 2015 (18.02.2015), & WO 2016/074305 A1	1-20

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ 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	Date of mailing of the international search report
22 March 2017 (22.03.17)	04 April 2017 (04.04.17)
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3,Kasumigaseki,Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915,Japan	Authorized officer Telephone No.

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１７／００２８０４

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　G01Q70/14(2010.01)i, G01Q70/16(2010.01)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.　G01Q10/00-90/00

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

日本国実用新案公報　　１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報　　１９７１－２０１７年
日本国実用新案登録公報　　１９９６－２０１７年
日本国登録実用新案公報　　１９９４－２０１７年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

DWPI (Thomson Innovation), Japio-GPG/FX , Scopus , JSTPlus (JDreamIII)

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	WO 2014/011954 A1 (NORTHWESTERN UNIVERSITY) 2014.01.16, & US 2015/0309073 A1	1-20
A	CN 104360107 A (SOOCHOW UNIVERSITY) 2015.02.18, & WO 2016/074305 A1	1-20

☐　Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☐　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
「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
「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
「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）
「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「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
「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
「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
「＆」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
２２．０３．２０１７	０４．０４．２０１７

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）　２Ｊ　５２６１
後藤　大思
電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３２５２