

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4558574号
(P4558574)

(45) 発行日 平成22年10月6日(2010.10.6)

(24) 登録日 平成22年7月30日(2010.7.30)

(51) Int. Cl. F I
 GO 1 Q 60/18 (2010.01) GO 1 N 13/14 I O 1
 HO 1 J 37/285 (2006.01) HO 1 J 37/285

請求項の数 5 (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願2005-132774 (P2005-132774)	(73) 特許権者	000000974 川崎重工業株式会社
(22) 出願日	平成17年4月28日(2005.4.28)		兵庫県神戸市中央区東川崎町3丁目1番1号
(65) 公開番号	特開2006-308475 (P2006-308475A)	(74) 代理人	100104341 弁理士 関 正治
(43) 公開日	平成18年11月9日(2006.11.9)	(72) 発明者	佐藤 栄治 兵庫県明石市川崎町1番1号 川崎重工業株式会社明石工場内
審査請求日	平成20年4月10日(2008.4.10)	(72) 発明者	柳瀬 悦也 兵庫県明石市川崎町1番1号 川崎重工業株式会社明石工場内
		(72) 発明者	藤井 貞夫 兵庫県明石市川崎町1番1号 川崎重工業株式会社明石工場内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 近接場光電子顕微鏡

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

試料を密着して配置し照射光を当てたときに該試料に発生する近接場光を電子線に変換して電子像を形成する光電変換膜、該光電変換膜で発生する電子像から電子線を引き出す陽極、電子像を拡大する対物レンズとして作用する第1電磁コイル、投射レンズとして作用する第2電磁コイル、拡大して投影された電子像を検出する電子線検出素子、および検出された電子像を画像化する画像処理装置を備える近接場光電子顕微鏡。

【請求項 2】

前記光電変換膜は、試料に当てる照射光の波長と同等以下の厚みを有することを特徴とする請求項1記載の近接場光電子顕微鏡。

【請求項 3】

さらに前記光電変換膜を支持する耐真空支持膜を備えることを特徴とする請求項1または2に記載の近接場光電子顕微鏡。

【請求項 4】

前記耐真空支持膜は四窒化三ケイ素で形成されることを特徴とする請求項3記載の近接場光電子顕微鏡。

【請求項 5】

試料側から電子像側に向けて順に、透明膜と前記光電変換膜とを備え、前記光電変換膜が、前記照射光のうち、前記透明膜を通過し前記光電変換膜の表面に対して全反射臨界角度より低い角度で入射する光を全反射させる、請求項1記載の近接場光電子顕微鏡。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、近接場光を利用して物体の細部を観察する顕微鏡に関し、特に生物試料を生きたままリアルタイムで観察できる電子顕微鏡に関する。

【背景技術】

【0002】

ナノテクノロジー、バイオテクノロジーなどの技術が進展するのに伴い、微細な領域を高分解能で観察する要求が高まってきた。

光学顕微鏡の空間分解能は光の回折限界で決定するので、光の波長程度の分解能しか得られない。したがって、高い分解能が必要であれば、電子顕微鏡、X線顕微鏡などを使うことになるが、これらの顕微鏡は試料に与えるダメージが大きく、生物試料を観察するには適していない。

【0003】

ところで、試料に光を照射すると、試料の周りにまつわりついて伝搬しない表面波が生じる。この表面波は、エネルギー値が試料から遠ざかるにつれて急激に減少し、試料表面に近接したところに集中した光なので近接場光と呼ばれる。近接場光は、試料の周りに照射光の波長程度の厚さを有する光の膜として形成され、試料の微細構造に応じた強度分布を持っている。

したがって、試料表面に密着して存在する近接場光を介して試料を観察すると、光の波長で見るとより十分高い分解能で試料の構造を知ることができる。

【0004】

このような近接場光顕微鏡として、光照射によって試料表面に生じた近接場光を、微細なプローブを走査させて検出し、データ処理によって3次元表面像を得る方法や、先端に光波長より小さな微細開口を形成したプローブに観察光を入射し先端に発生する近接場光で試料表面を走査して、近接場光を散乱光に変換して観察する方法が提案されている。

近接場光顕微鏡では、試料の観察に可視領域の光を用いることができるため分光測定による試料の定性分析が可能であること、また照射光は侵襲性がなく真空が必要でないため生きた生物試料をそのまま観察することができることなどの利点がある。

しかし、この顕微鏡では、走査に時間が必要な上、S/Nを向上させるためにデータ積算が必要なため、動きのある生物試料や高速現象の観察には適さない。

【0005】

特許文献1には、マイクロマシニング加工によって形成した角錐形の微小開口を配列したアレイを試料に近接させて、近接場光が作る試料像を観察するようにしたニアフィールド顕微鏡装置が開示されている。この顕微鏡では、開口の数を 20×20 としたときに1面当たりの走査速度が0.025秒となり、かなり高速になる。

【0006】

特許文献2には、有機感光材料上に試料を配置して光を照射して、試料に生じた近接場光の分布を感光材料に記録し、後に原子間力顕微鏡など適当な手法で記録された像を観察する方法が開示されている。

実施例として示された感光材は、光反応性成分のアゾ色素を側鎖として含むウレタン・ウレア共重合体材料を厚さ $1 \mu\text{m}$ の薄膜に形成したもので、吸収ピークがアルゴンイオンレーザの波長 488nm の付近にあり、感光後に水洗すると感光した部分が凹みとして記録される。

この開示発明では、記録は瞬時に行えるので、参照光を適当な間隔で照射すると、生物体の移動する様子を重ねて記録して観察することができるが、リアルタイムで観察することはできない。

【0007】

なお、本願出願人は既に特許文献3により、試料のX線透過像を電子像に変換して電子的に拡大して可視化する小型で取り扱いの容易なX線顕微鏡装置を開示している。このX

10

20

30

40

50

線頭微鏡装置は、光電変換膜を備えた電子顕微鏡で、光電変換膜の表面に試料を貼付して X 線を照射し、透過した X 線を光電変換膜で電子に変換し、この電子像を電子顕微鏡で拡大して観察するものである。

開示された X 線顕微鏡は、試料に X 線を照射するため、生物試料を生きたまま観察することは困難である。

【特許文献 1】特開平 5 - 1 6 4 9 6 8 号公報

【特許文献 2】特開平 1 1 - 2 4 8 6 2 1 号公報

【特許文献 3】特開 2 0 0 3 - 0 4 3 2 0 0 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

10

【0008】

本発明が解決しようとする課題は、リアルタイムで試料像を観察できる高分解能の近接場光電子顕微鏡を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0009】

上記課題を解決するため本発明の近接場光電子顕微鏡は、試料に照射光を当てて試料に発生させる近接場光を電子線に変換して電子像を形成する光電変換膜と、必要に応じて光電変換膜を支持する耐真空支持膜と、光電変換膜で発生する電子像から電子線を引き出す加速陽極と、電子像を拡大する対物レンズとして作用する第 1 電磁コイルと、投射レンズとして作用する第 2 電磁コイルと、拡大して投影された電子像を検出する電子線検出素子、および検出された電子像を画像化する画像処理装置を備えたものである。

20

【0010】

光電変換膜の表面に試料を密着させて可視光さらには紫外領域から赤外領域の光を照射し光電変換膜に試料に起因する近接場光像を形成させてこの近接場光像を電子像化し、陽極で光電変換膜の電子像から電子線を引き出し、さらに対物レンズと投射レンズで電子的に拡大して、電子線検出素子に拡大した電子像を投射し、電子線検出素子の出力を画像処理装置で可視化して表示装置などに表示する。

【0011】

試料により形成される近接場光を利用するので、観察に用いる光の波長より短い空間分解能を有し、より微細な構造を観察することができる。また、短波長光を利用する顕微鏡では試料に損傷を与えるが、本発明の近接場光電子顕微鏡では波長の長い光を使うので、生物試料にも損傷を与えない。さらに、近接場光像は電子線検出素子で瞬時に検出するので、生物試料の運動もリアルタイムに観察することができる。

30

【0012】

光電変換膜では、近接場光の作用が試料から波長と同等の 500 nm 程度の距離までしか及ばないのに対し、照射光は光電変換膜を透過する間中光電変換作用を呈するので、光電変換膜の厚さを試料に当てる照射光の波長と同等以下まで薄くすることにより照射光に起因する電子線の発生を抑制して、近接場光に対する照射光ノイズを低減させることが好ましい。

光電変換膜は、たとえば、金薄膜とヨウ化セシウムあるいはアンチモンセシウムの 2 層構造体を用いて形成することができる。

40

【0013】

光電変換膜以下の電子像を拡大する電子像拡大機構部は電子線が走行するので高い真空状態に保持する必要がある。したがって、光電変換膜の性質に応じて光電変換膜より薄い耐真空性の支持膜を前面に配置して支持するようにすることが好ましい。このような支持膜の材料として薄膜化が容易で薄くても強度がある窒化ケイ素 (Si_3N_4) 膜あるいは酸化珪素 (SiO_2) 膜などが使用できる。

【0014】

なお、光電変換膜の前面に透明膜を配置して光電変換膜の表面に対して全反射臨界角度より低い角度で照射光を入射させると、近接場光は透明膜を介して光電変換面に侵入して

50

電子線に変換するのに対して、照射光は光電変換膜表面で全反射するので、ノイズが抑制されて明瞭な近接場光像を得ることができる。透明膜は耐真空性の支持膜を兼ねることができる。光電変換面の前面に設ける透明膜は、入射光を全反射させるため、屈折率が光電変換膜より大きいものでなければならない。

【発明を実施するための最良の形態】

【0015】

以下、図面を用いて、本発明の近接場光電子顕微鏡の最良の形態について詳細に説明する。

図1は本発明の1実施例に係る近接場光電子顕微鏡の構成を説明する概念図である。

本実施例の近接場光電子顕微鏡は、特殊な光電変換部1と電子イメージ拡大装置2と電子線検出素子3と画像処理装置4を備える。電子線検出素子として、画像検出素子としてよく使用されるCCDカメラを利用することができる。

光電変換部1は、シリコン基板13の上に多結晶シリコンを成長させ、さらにその上に熱酸化により酸化シリコンの支持膜12を形成した後、基板側をエッチングにより除去して均一な厚さの十分な強度を有する薄い酸化シリコン支持膜12を残し、エッチングによりできた穴の中の所定の位置に金およびヨウ化セシウムを蒸着させて光電変換膜11とすることにより構成し、図示しない光電変換膜支持体に固定して使用する。

【0016】

近接場光は、光の波長程度の厚さで存在するので、光電変換膜11がこの薄い近接場光を十分に受け止めて効率よく電子線に変換することが要求される。一方、照射光が光電変換膜11を透過する間にも光電変換を行うため、光電変換膜11の厚さが大きいときには、近接場光による電子量に対する照射光により発生する電子量が無視できなくなり、信号が埋没してしまう可能性がある。

そこで、これらを比較考量した結果、光電変換膜11の厚さは、被検体の周囲に近接場光を発生させるために照射する光の波長とほぼ等しい程度とすることが好ましい。また、支持膜12の厚さは、光電変換膜11に近接場光が確実に到達するために、できるだけ薄いことが要求され、たとえば数10nm程度に形成される。

なお、光電変換膜11は、金薄膜とヨウ化セシウムの2層構造体に代えて金薄膜とアンチモンセシウムなどの2層構造体を用いることもできる。また、支持膜12として、熱酸化膜の代わりに、窒化ケイ素(Si_3N_4)膜を形成させて利用することもできる。

【0017】

支持膜12の上に生物体試料51を密着配置して、照射光52を照射すると、試料51の周囲に照射光の波長程度の領域に近接場光53が発生し、薄い支持膜12を透過して光電変換膜11に到達し、光電効果により光が電子に変換する。その結果、光電変換膜11中に近接場光53に対応する電子像が形成される。

なお、照射光52は可視光あるいは紫外光ないし赤外光を用いることができる。レーザー光、特にパルス光を用いたときは、強い光線が短時間に作用するので、運動中の生物体により生成される近接場光を静止画像で観察したり連続撮影したりする目的に利用することができる。

【0018】

光電変換膜11内に形成された電子像は、電子イメージ拡大装置2により拡大される。電子イメージ拡大装置2は、加速陽極21、電子像を拡大する対物レンズとして作用する第1電磁コイル22、投射レンズとして作用する第2電磁コイル23と、拡大して投影された電子像を検出する電子線検出素子24で構成される。

加速陽極21と光電変換膜11の間には、可変直流電源25が設けられ、加速陽極21を光電変換膜11に対して正電位にして両者の間に高電界を掛け、光電変換膜11中の電子像から電子線54を引き出す。

【0019】

電子線は加速陽極21の中心に設けられた穴から第1電磁コイル22と第2電磁コイル23の拡大場に投入されて、大きな倍率で像拡大し、面状の電子線検出素子24に結像さ

10

20

30

40

50

れる。

なお、第1電磁コイル22と第2電磁コイル23の電流を調整することにより、光電変換膜11と電子線検出素子24の間の距離に相当する焦点距離を変更せずに倍率を変更することができる。

電子像拡大装置2における電子線が存在する部分は真空容器26の内に収められる。

【0020】

電子線検出素子24は、マイクロチャンネルプレートとその後方に設けられた蛍光面などで構成され電子像を可視像化する機能素子で、さらに、蛍光面の後方に設けられたリレーレンズを内蔵する光学系とCCDカメラ3により電気信号化するように構成することができる。電気信号化された画像信号は画像処理装置4により適当な画像処理を施して測定

10

【0021】

本実施例の近接場光電子顕微鏡は、観察試料に赤外線、可視光線、紫外線の範囲の光を照射することにより、試料の表面に形成される近接場光を光電変換膜により電子像に変換し、電子像拡大装置（電子顕微鏡）により像を拡大して表示する。

本装置では、近接場光を利用して画像化するので、照射する光の波長より短い空間分解能を達成することができる。また、照射光は生物体に対しても損傷を与えないので、生物を生きのまま観察することができる。画像は電子線検出素子により形成されるので、リアルタイムで観察することができる。

したがって、本実施例の近接場光電子顕微鏡によれば、生物試料を生きのまま極めて高分解能でリアルタイムの画像により観察することができる。

20

【0022】

なお、近接場光以外の照射光が光電変換膜に入射すると、膜を透過する間中電子を発生するので、近接場光に起因する電子像を観察する上に重大な障害となる可能性がある。

上記実施例では、このような照射光による影響を抑制するため、光電変換膜をできるだけ薄くして、照射光により発生する電子の量を相対的に抑えているが、照射光を光電変換膜表面で全反射させることによって照射光ノイズを抑える方法がある。

【0023】

図2は、全反射を利用して照射光ノイズを抑制する原理を説明する原理図である。

球体などの測定対象61が透明膜62を介して光電変換膜63に近接して配置されている。照射光64は光電変換膜63に対して低い角度から入射しているが、近接場光65は照射光64の角度に係わらず測定対象61の球体の周囲に球体の径と同等の厚さでまとわりつくように生成する。

30

【0024】

そこで、透明膜62を光電変換膜63より屈折率が大きい物質で形成して、透明膜と光電変換膜の界面で全反射するように、透明膜62中を走行する照射光の入射角度が全反射臨界角度より小さくなるように照射光の入射方向を選択する。すると、照射光64は光電変換膜63の表面で全反射して出射光66となり、光電変換膜63の中に侵入しない。

このように、透明膜と光電変換膜の界面における全反射を利用すると、照射光が光電変換膜63に侵入しないため、光電変換作用に寄与する光は殆どが近接場光になり、照射光に起因するノイズの割合が小さくなって、画像の質が向上する。

40

【図面の簡単な説明】

【0025】

【図1】本発明の1実施例に係る近接場光電子顕微鏡の原理図である。

【図2】本実施例におけるノイズ抑制方法の例を示す原理説明図である。

【符号の説明】

【0026】

- 1 光電変換部
- 11 光電変換膜
- 12 支持膜

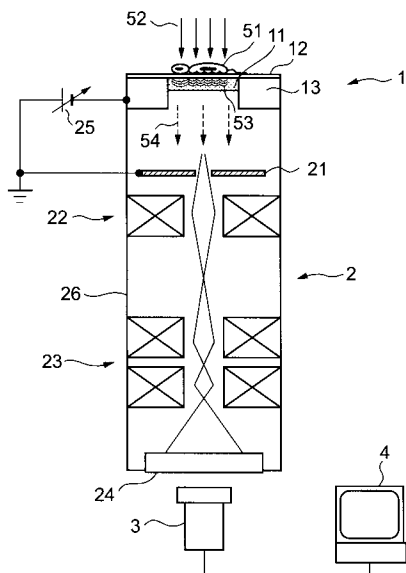
50

- 1 3 シリコン基板
- 2 電子イメージ拡大装置
- 2 1 加速陽極
- 2 2 第 1 電磁コイル
- 2 3 第 2 電磁コイル
- 2 4 電子線検出素子
- 2 5 可変直流電源
- 2 6 真空容器
- 3 電子線検出素子 (CCDカメラ)
- 4 画像処理装置
- 5 1 生物体試料
- 5 2 照射光
- 5 1 試料
- 5 3 近接場光
- 6 1 測定対象
- 6 2 透明膜
- 6 3 光電変換膜
- 6 4 照射光
- 6 5 近接場光
- 6 6 出射光
- 6 7 光電子

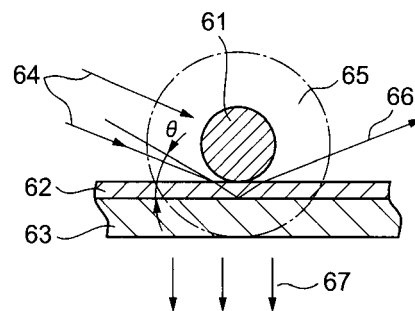
10

20

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

(72)発明者 川田 善正

静岡県浜松市山手町22-6 スカイラーク山手2

審査官 樋口 宗彦

(56)参考文献 特開2003-043200(JP,A)

特開2000-131216(JP,A)

特開2004-354356(JP,A)

特開平03-134943(JP,A)

特開平06-176732(JP,A)

特開平05-164968(JP,A)

特開平11-248621(JP,A)

特開2001-025028(JP,A)

特開2004-347497(JP,A)

特開平09-126833(JP,A)

特開2003-014609(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N21/00-21/01, 21/17-21/61

G01Q10/00-90/00

JSTPlus, JST7580, JMEDPlus

PATOLIS