

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4710366号
(P4710366)

(45) 発行日 平成23年6月29日 (2011. 6. 29)

(24) 登録日 平成23年4月1日 (2011. 4. 1)

(51) Int. Cl.	F 1
GO 2 B 21/00 (2006. 01)	GO 2 B 21/00
GO 1 N 21/27 (2006. 01)	GO 1 N 21/27 A
GO 1 N 21/35 (2006. 01)	GO 1 N 21/27 E
	GO 1 N 21/35 Z

請求項の数 1 (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2005-77468 (P2005-77468)	(73) 特許権者	000001993
(22) 出願日	平成17年3月17日 (2005. 3. 17)		株式会社島津製作所
(65) 公開番号	特開2006-259326 (P2006-259326A)		京都府京都市中京区西ノ京桑原町 1 番地
(43) 公開日	平成18年9月28日 (2006. 9. 28)	(74) 代理人	100098671
審査請求日	平成19年6月22日 (2007. 6. 22)		弁理士 喜多 俊文
		(74) 代理人	100102037
			弁理士 江口 裕之
		(72) 発明者	中田 靖史
			京都市中京区西ノ京桑原町 1 番地 株式会
			社島津製作所内
		(72) 発明者	田中 豊彦
			京都市中京区西ノ京桑原町 1 番地 株式会
			社島津製作所内
		審査官	原田 英信
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 赤外顕微鏡

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

試料表面の微小領域を一次元的或いは二次元的に指定して測定点を指定し、前記測定点について赤外スペクトルの測定を逐次行う機能を有する赤外顕微鏡において、赤外スペクトルを所定回数積算する積算手段と、最大吸収を示すピークの吸光度についての基準を設けて赤外スペクトルを評価する評価手段とを備え、前記所定回数に満たない積算回数で前記積算手段により得た赤外スペクトルを評価し、前記最大吸収を示すピークの吸光度についての基準に満たないときの赤外スペクトルを保存して次の測定点を測定し、前記最大吸収を示すピークの吸光度についての基準を満たすときは、前記所定回数積算した赤外スペクトルを保存するようにしたことを特徴とする赤外顕微鏡。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、試料表面の微小な領域を1次元又は2次元的に走査しつつ赤外線を照射し、透過又は反射する赤外線のスペクトルを測定することで試料の線分析又は面分析を行う赤外顕微鏡に関する。

【背景技術】

【0002】

赤外顕微鏡は、移動可能なステージに載置した試料を可視光で観察して試料表面の微小領域を指定し、微小領域での赤外線吸収率等の測定を行なうものである。微小領域を指定するための顕微鏡操作が完全に自動化され、操作を容易にしたものもある（例えば、特許文献１）。

【０００３】

赤外顕微鏡の原理の一例は、フーリエ変換赤外分光光度計（以下「ＦＴＩＲ」という）の干渉計からの赤外光が、反射鏡を介して赤外顕微鏡に導かれ、凹面鏡を用いて約１ｍｍに絞られて試料に照射される。対物鏡はカセグレン型で１０～４０倍程度の倍率を有している。試料を透過した光のみを検出するため、試料部あるいは結像部に絞り（可変アパーチャ）が置かれ、絞り（可変アパーチャ）を通った光は集光されて微小面積の半導体検出器（ＭＣＴ）で検出され、フーリエ変換して赤外スペクトルを得るものである（例えば、特許文献１）。

10

【０００４】

ＦＴＩＲは、固定鏡及び移動鏡を含むマイケルソン型干渉計により時間的に振幅が変動する干渉波（インターフェログラム）を生成し、これを試料に照射してその透過光又は反射光を検出する。赤外スペクトルのＳ／Ｎを向上させるためには数十回の測定をし、測定した赤外スペクトルを積算したものを赤外スペクトルとして得る。

【０００５】

マッピング測定は、試料上に設定した領域内を走査しつつ試料の定性的・定量的分布を調べる測定方法である。指定する領域は直線（１次元）または矩形（２次元）をとり、その領域内で等間隔に測定点を指定し、試料を載置したステージを移動させて設定した測定点での吸収スペクトルを測定する（例えば、特許文献２）。

20

【特許文献１】特開２００１－１７４７０８号公報

【特許文献２】特開平１１－２０２２１１号公報

【非特許文献１】株式会社島津製作所、“赤外顕微鏡 AIM-8800”、[online]、[平成17年3月2日検索]、インターネット<URL:http://www.an.shimadzu.co.jp/products/ir/aim8800.htm>

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【０００６】

30

精密な測定を行うためには、マッピング測定による試料上の測定点の数が増大する。特に矩形など２次元領域を指定した場合、領域を拡大したり測定点の間隔を細かくし測定を密にしたりすると測定点の数は急激に増大することになり、マッピング測定を行うために要する時間も測定点の数に比例して長くなることになる。また、指定した領域が矩形であっても測定対象は同じ矩形ではなく、測定対象として関心のない部分も測定点として指定し、測定してしまうことになる。結果として、マッピング測定を行うために過剰に時間を費やすことになる。

【課題を解決するための手段】

【０００７】

本発明は、係る事情に鑑み成されたものであり、その目的とするところは、比較的短時間で高精度分析を行なうことができる赤外顕微鏡を提供することにある。

40

【０００８】

上記課題を解決するために成された本発明は、試料表面の微小領域を一次元的或いは二次元的に指定して測定点を指定し、前記測定点について赤外スペクトルの測定を逐次行う機能を有する赤外顕微鏡において、赤外スペクトルを所定回数積算する積算手段と、基準を設けて赤外スペクトルを評価する評価手段とを備え、前記所定回数に満たない積算回数で前記積算手段により得た赤外スペクトルを評価し、前記基準を満たしたときの赤外スペクトルを保存するようにしたことを特徴とする。さらに、前記評価に基づいて新たに積算回数を決定する手段を有すること。または、試料表面の微小領域を一次元的或いは二次元的に指定して測定点を指定し、前記測定点について赤外スペクトルの測定を逐次行う機能

50

を有する赤外顕微鏡において、赤外スペクトルを所定回数積算する積算手段と、基準を設けて赤外スペクトルを評価する評価手段とを備え、前記所定回数に満たない積算回数で前記積算手段により得た赤外スペクトルを評価し、前記評価に基づいて新たに積算回数を決する手段を有することを特徴とするものである。

【発明の効果】

【0009】

本発明に係る赤外顕微鏡では、測定対象として関心のない部分については、スペクトル測定の積算回数が少ない段階で、現在の測定点での測定は重要でないと判定し、次の測定点に移動する。また、測定の途中で得るべき基準に達するために必要な測定回数を予測（計算）して、各点での測定回数を少なくすることができる。したがって、従来のように指定された測定点すべてについて高精度に測定する場合と比較すると、目的の部分については高精度の測定を行なうことができ、マッピング測定全体として測定時間が短縮することができる。

10

【発明を実施するための最良の形態】

【0010】

図1は本実施例の赤外顕微鏡の概略構成を示すものである。説明の便のため省略したが、可視光学系は例えばビデオカメラにより試料の可視画像を取得し、顕微赤外分析を行いたい部位を表示部18に表示させるものである。赤外光源11から発した赤外線は、図示しない赤外光学系によりステージ12上に載置された試料13の表面に照射される。赤外線は、試料13の表面で反射する際、その箇所の物質に固有の波長（一般に複数）において吸収を受ける。試料13の表面で反射した赤外線は検出器14に入射するが、検出器14内では特定の点又は1次元領域からの赤外線のみが分光され、波長（又は波数）毎の強度（スペクトル、インターフェログラム）が検出される。検出された赤外線スペクトル（インターフェログラム）は制御部16に送られる。

20

【0011】

制御部16では、検出器14からの信号を受けつつ、ステージ駆動装置15によりX-Yステージ12を移動させ、2次元の或いは1次元的に走査を行なう。これにより、試料13の表面の面分析や線分析の結果を得ることができる。制御部16への指令は入力部17より行なわれ、その間の対話内容や分析結果は表示部18に表示される。表示された視野で測定対象を確認し、測定点、後述する設定積算回数を入力部17によって指定する。測定点は、測定領域と測定間隔を設定することで決められるようにしてもよい。制御部16は、検出器14からの信号を処理し各測定点におけるスペクトル（インターフェログラム）を作成するFTIRプログラム21、指定された領域を分割して走査点を決定し各測定点における測定条件を決定するマッピングプログラム22、X-Yステージ12に載置された試料13上の測定点に赤外線を照射するようにX-Yステージ12を動作させるステージコントロールプログラム23などを装備し、試料13を高精度に分析する機能を備える。

30

【0012】

操作者は、測定対象を含む範囲を指定し、測定点を指定し、バックグラウンド測定点 P_{BG} の指定をしておく。バックグラウンド測定点 P_{BG} は、測定対象が存在しない点を指定する。図2(a)に、表示部18に映し出された顕微鏡の視野30と、測定対象31と、設定された測定領域32を模式的に示した。便宜上格子で現したそれぞれの交点が測定点である。表示部18に表示されるのは、顕微鏡の視野であるので、多くの場合、視野全体がステージに載置した試料の一部、測定対象が試料の異常部位である。測定領域以外の点をバックグラウンドとしてもよいが、設定した測定点の1点をバックグラウンドとしてもよく、測定対象や測定条件に応じて適宜決定すればよい。

40

【0013】

測定を開始すると、まずバックグラウンド測定点 P_{BG} の位置に光源11からの赤外線が照射されるようにX-Yステージ12が移動し、バックグラウンド34でのスペクトルの測定が実行され、バックグラウンド34のスペクトルが保存される。バックグラウンドを

50

測定する際の積算回数は、測定点での積算回数と同じにしても良く、独自に設定してもよいが、測定点での積算回数以上に設定するのが好ましい。

【0014】

次に、測定領域32の最初の測定点 P_{11} に移動しスペクトルの測定を開始する。1つの測定点でのスペクトルの測定では、前述のように数十回（例えば、操作者が50回と設定する。以下「設定積算回数」という）の測定結果が積算される。ここで、設定積算回数より少なく設定された回数での積算（例えば、3回。以下「テスト積算」という）で、スペクトルの評価を行い、現在の測定点での測定を続行するか否かの判定をする。判定基準は例えば、スペクトルの測定波数範囲 $700\sim 4000\text{cm}^{-1}$ で最大吸収を示すピークの吸光度が0.1以上である、というようなものである。この基準に満たないスペクトルを示す測定点については、マッピング測定を指定した領域には含まれているが、測定対象とする物質はその測定点には存在しないとみなすことができ、その測定点で更に測定を続けることの必要性は低い。テスト積算で得たスペクトルをその測定点での測定結果として保存し、次の測定点に移動する。テスト積算で得たスペクトルが基準を満たす場合は、測定対象とする物質がその測定点に存在することとなるので、その測定点での測定を続行する。測定は設定積算回数だけ行われ、その測定点で測定した赤外スペクトルを設定回数だけ積算した結果を保存する。X-Yステージ12は、赤外線が照射される点が次の測定点 P_{21} （ P_{12} でも可）に移動するように動作する。測定点移動、赤外線照射、スペクトル測定、積算を指定した測定点の数だけ繰り返し、マッピング測定が完了する。マッピング測定の結果は、各測定点において保存されたスペクトルを各測定点に対応させて読み出し、表示部18に表示される。例えば、各測定点について 1000cm^{-1} での吸光度について、等高線表示や鳥瞰図として表示される。

【0015】

図2(b)は、指定領域を直線で指定した場合を示したものである。この場合も、バックグラウンドの測定点と線形の測定領域とバックグラウンド P_{BG} の測定をし、現在の測定点での測定対象の有無を判定し、無いと判定した場合に次の測定点に移動するようにしたので、比較的短時間で測定精度を劣化させることなくマッピング測定を完了することが可能である。例えば、設定積算回数を100回、テスト積算回数を3回とすれば、図2(b)に示したような試料31に対する領域指定では、試料31とバックグラウンド P_{BG} のスペクトルの差が大きければ、測定点 P_1 、 P_7 については、積算回数はそれぞれ3回で済み、マッピング測定の時間が短縮される。

【0016】

以上、少ない積算回数でスペクトルを評価し、測定点において測定対象が存在すると判定した場合のみ、その測定点での測定を設定積算回数だけ繰り返す例について説明したが、設定した回数よりも少ない積算回数でも、十分に良好なスペクトルを得ることができる場合がある。このような場合、スペクトルの質をシグナルとノイズの比(S/N)で評価し、スペクトルの質が基準を満たせば次の測定点に移動するようにすればよい。S/Nは積算回数の平方根に比例することが一般的に知られている。このことからスペクトルの質を評価する基準とするS/Nを設定しておけば、適当な積算回数を算出することができる。算出された積算回数が、設定積算回数よりも大きくなる場合もあるので、設定積算回数を上限とすればよい。

【0017】

積算回数を予測する実施例でのフローチャートを図3に示す。赤外スペクトルを測定する測定点に移動したら累積積算回数をX、測定積算回数をR、テスト積算回数をT、設定積算回数をNとして測定を開始する(ST1~ST2)。現在の測定点でスペクトル測定を測定積算回数のR回繰り返し、積算する(ST3)。累積積算回数Xについて積算回数R分カウントアップし(ST4)、累積積算回数Xが設定積算回数N以上になったか否かを判定する(ST5)。累積積算回数Xが設定積算回数Nに達していない場合、スペクトルの質(S/N)が基準に達したか否かを判定する(ST6)。

【0018】

累積積算回数Xが設定積算回数N以上になった場合や測定結果が基準に足した場合は、その測定点での測定は完了とし、次の測定点へ移動（若しくはマッピング測定終了）する。スペクトルの質が基準に達していない場合、必要積算回数を計算し新たな測定積算回数Rとする（ST7）。このとき、累積測定回数Xと必要測定回数Rの和が設定測定回数Nより大きくなっていれば、設定測定回数Nと累積測定回数Xの差を必要測定回数として（ST8～9）、以降、ST3に戻り処理を繰り返す。

【0019】

設定する積算回数を100回、テスト積算回数を10回とし、スペクトルの質の基準としてS/Nを1000:1以上を設定したときを例に説明する。テスト積算を終えた時点でのS/Nが500:1であった場合、10回積算時点でのS/Nの2倍のS/Nを得るためには、4倍の積算、すなわち40回の積算が必要になる。既に10回の積算を終えているので、残り30回の積算を行えば、1000:1のS/Nを得ると推定することができるので、残りの積算回数を30回と設定し、繰り返す。テスト積算を終えた時点でのS/Nが200:1であった場合、10回積算時点でのS/Nの5倍のS/Nを得るためには、25倍の積算、すなわち250回の積算が必要になる。これは既に積算した回数を引いても設定積算回数の100回を超えているので、設定積算回数以上の積算を行うようには設定せず、残り積算回数を90回と設定し、繰り返す。

【0020】

テスト積算における判定基準は、様々に設定することができる。着目している物質に対応した特定の波数（領域）におけるピーク強度（面積）、着目している物質に対応した特定の波数（領域）におけるピークと別の波数（領域）におけるピークとの比、基準スペクトルを用意して測定点で得たスペクトルと測定波数全域或いは一部での相関係数、等が挙げられるが、測定対象となる試料や測定条件に応じて適宜設定すればよい。

【0021】

例示した2つの実施例は共に、設定積算回数より少ない積算の時点でスペクトルの評価を行って、その評価に基づいて状況に応じて次の測定点に移動し、または現測定点での測定回数を予測して減少させている。測定点でのテスト積算の回数が設定した測定回数に含まれるので、テスト積算による判定のために測定時間が長くなることを防ぐことができる。

【0022】

上記実施例は本発明の単なる一例にすぎず、本発明の趣旨の範囲で適宜変更や修正したものも本発明に包含されることは明らかである。

【産業上の利用可能性】

【0023】

本発明に係る赤外顕微鏡を用いれば、例えば、電子・半導体分野の微小パーツ（ICチップなど）上のマイクロな不具合箇所などに赤外光を絞り込み、赤外スペクトルによる定性情報を迅速かつ簡単に得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【0024】

【図1】本発明の一実施例である赤外顕微鏡の概略構成図である。

【図2】試料に対する測定領域の指定の概念図である。

【図3】テスト積算時に基準に達する積算回数を算出するプログラムのフローチャートである。

【符号の説明】

【0025】

- 11・・・・・・赤外光源
- 12・・・・・・X-Yステージ
- 13・・・・・・試料
- 14・・・・・・検出器
- 15・・・・・・ステージ駆動装置
- 16・・・・・・制御部

10

20

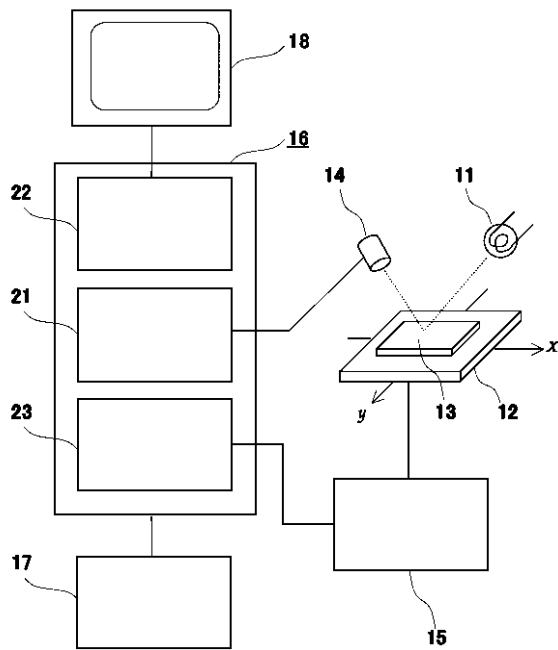
30

40

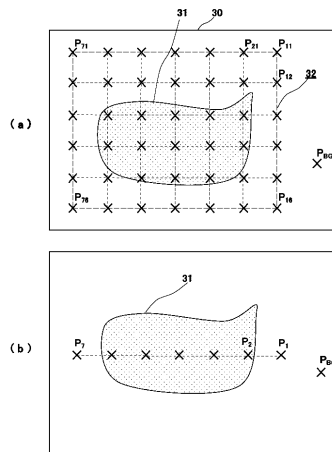
50

- 17 入力部
 18 表示部
 30 視野
 31 測定対象
 32 測定領域
 $P_1 \sim P_7$, $P_{11} \sim P_{76}$ 測定点
 P_{BG} バックグラウンド測定点

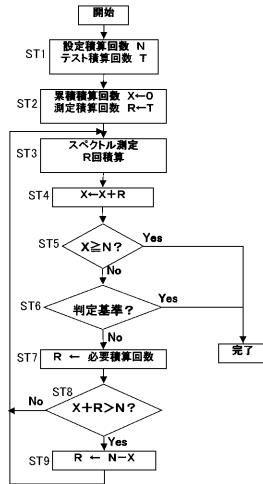
【図 1】



【図 2】



【図 3】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平11-202211 (JP, A)
特開平06-235760 (JP, A)
特開平03-269391 (JP, A)
特開昭55-159169 (JP, A)
特開2003-331768 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
G02B 19/00-21/00
G02B 21/06-21/36