<1> 超高密度フォトン利用実証レーザーシステムの開発

<1-2>超高密度フォトン反応制御技術の開発

サブテーマリーダー:光科学技術研究振興財団 コア研究室 研究リーダー 青島紳一郎

応用のための計測・制御技術の開発

小テーマ: 非熱加工のための計測・制御 ~ 加工のモニタリング 研究従事者:コア研究室 研究員 神谷眞好、伊藤晴康

(1)研究の概要、新規性及び目標

研究の概要

フェムト秒レーザーによる微細加工において、ターゲットからの反射光と、予め分岐しておいた参 照光との干渉スペクトルを分光解析することにより、加工中の孔深度をリアルタイムでモニタリング できる技術を開発した。これにより、制御性の高い微細レーザー加工が可能となった。また、モニタ リング技術の応用分野の拡大や実用化の促進を図るため、リアルタイム孔深度モニターのプロト機を 試作し、高性能化と高機能化を行った。さらに、プロト機とフェムト秒レーザー光源とを組み合わせ て、経皮薬物送達システム(TDS)用の新しい担体(マイクロニードルシート)作製等への応用可 能性を検討し、リアルタイム孔深度モニターの有効性を実証した。

研究の独自性・新規性

従来、深さ方向(照射光軸方向)の変化を加工中に知ることはできなかった。本研究では、フェムト秒パルスの広帯域性に着眼し、加工に用いるフェムト秒パルスをそのまま計測に利用しようとする 独自の発想で研究開発を進め、世界で初めて「リアルタイム孔深度モニター」(プレス発表実施)を 実現した。計測器を用いて、加工中の孔深度をリアルタイムで広いレンジにわたり高分解能で検出す ることに成功した。また、研究の過程で、2件の特許出願を行った。よって、独自性と新規性を兼ね 備えた研究を実施し、新規かつ有用な研究成果が得られた。

研究の目標(フェーズ毎に数値目標等をあげ、具体的に)

フェーズ :

平成13年度:加工対象物などから反射あるいは透過したパルス光を入射パルス光と干渉分光させる ことにより、相互作用の状態を把握する研究テーマを新規に立案して研究を開始する。

平成14年度:高強度フェムト秒パルス光と物質との相互作用を簡単な方法でモニターする。分光干 渉計測の結果から加工対象物における相互作用に対応したパルス光の光振幅変化や光位相変化を抽出 できるかについて検討を行う。

フェーズ :

平成15年度:相互作用のモニタリング手法を引き続き検討する。反射パルス光と参照パルス光とを 分光干渉させることにより、加工サンプルの形状変化のモニタリングを検討する。また、反射光と参 照光の分光結果の差分をとることによりサンプル表面の性状変化のモニタリングを検討する。

平成16年度:モニタリングの精度やS/N比の向上を図るため、同時シングルショットサンプリングや 計算処理の高速化を推進する。さらに、リアルタイム孔深度モニターのプロト機を試作し、このプロ ト機とフェムト秒パルス光源とを組み合わせて実用化促進を図る。

平成17年度:モニタリングの実用に即した新しい高機能計測技術の研究を実施する。また、試作したのプロト機とフェムト秒パルス光源とを組み合わせて、経皮薬物送達システム(TDS)用の新しい担体(マイクロニードルシート)の作製等への応用の可能性を検討する。 研究の進め方及び進捗状況

フェーズ では、<1-2> 超高密度フォトン反応制御技術の開発<1-2-a> 計測・制御技術 の開発の中で、「干渉分光計測」として研究を実施した。

フェーズ では、フェーズ で得られた研究成果基づいて、 < 1 - 2 > 超高密度フォトン反応制 御技術の開発「応用のための計測・制御技術の開発」2)「非熱加工のための計測・制御~加工のモ ニタリング」として研究開発を継続した。 (2)研究の進め方及び進捗状況(目標と対比して)

平成13年度進捗:干渉分光器を構成し、超短パルス光の干渉分光結果を再現性良く測定できること を確認した。鏡面反射光を用いたが、実際にサンプルからの反射光に対して同様のデータを取得する ことで、簡易的にフェムト秒パルス光との相互作用について知ることができる見込みを得た。

構築した干渉分光器の外観を図1に示す。超短パルス光は、加工対象物などに照射され対象物との 間で相互作用を受ける。一方、相互作用を受けて反射あるいは透過した超短パルス光は、干渉分光器 によって出力パルス光との間で干渉分光し、相互作用で変化した位相や振幅が周波数成分ごとに検出 される。更に、相互作用の状態と、検出される位相や振幅の変化との相関関係を予め明らかにしてお けば、干渉分光の結果にもとづいて上述の波形整形器を用いて使用する超短パルス光の波形を変化さ せることで、相互作用を効率良く行わせることが可能となると期待される。





この干渉分光器の基本動作を確認するため、2つの光路に分けた再生増幅パルス光を再び合流させ て干渉させる実験を行った。図2は、干渉光の分光データから、2つの光路に分けられたそれぞれの 再生増幅パルス光の分光データを差し引いて得られた干渉成分のみの分光データである。この干渉計 を使用することにより、超短パルス光の干渉分光結果を再現性良く測定できることを確認した。

平成 14 年度進捗:照射直後のサンプル反射スペクトルと、それから2~3秒後の反射スペクトルと は、分布が大きく変化しているのが認められた。また、照射開始直後から10分間にわたり2分毎に干 渉スペクトルを測定し、干渉スペクトルに含まれる周波数成分から孔深さを計算した。反射干渉スペ クトルからは、正確な孔深度情報を得ることはできなかったが、孔深度を推定できる可能性を得ることができた。

フェムト秒光パルスは広いスペクトル帯域を有しており、この特長を利用して、加工サンプルの反 射光スペクトルの変化から物性変化のモニタリングを、加工サンプルの反射光と参照光との干渉スペ



クトルの変化から形状変化のモニタリングを検討している。まず、図3に示す光学系を用いて、フェムト秒光パルスを照射したサンプルからの反射光パワースペクトルの変化を測定した。再生増幅器から出力されたフェムト秒光パルス(320 µJ/pulse, 1 kHz)をレンズで集光し、焦点位置に入射角45度になるよう置かれたサンプル(ステンレス板)に照射した。サンプルから反射してきた光パルスをレンズで再び集光して分光器へ導光した。

照射を始めてから9秒間の反射光パワースペクトルの変化を図4に示す。照射直後の反射スペクト ルと、それから2~3秒後の反射スペクトルとは、分布が大きく変化しているのが認められる。この スペクトル分布の変化は、反射光の色の変化として目視でも観察することができた。この結果から、 照射してから1~2秒程度でサンプル表面に物性的な変化が生じていると考えられる。



図4 時間経過に伴う反射光スペクトル変化

次に、図5に示す光学系を用いて、サンプル反射光と参照光との干渉分光による穴あけ加工中における穴深度のモニタリングを試みた。再生増幅光(220 µJ/pulse, 1 kHz)をレンズで集光し、焦点位置の手前1mmに配置したステンレス板(厚さ2mm、SUS304)に鉛直方向から連続して照射した。ス



図 5 干涉計測光学系

テンレス板からの反射光のうち開口径1mmの2つのアパーチャを透過した光と、予め分岐させておいた参照光とを合波させ、その光をレンズで集光して光ファイバを介してマルチチャネル分光器(積算時間100ms)へ入力した。なお、照射前の参照光と反射光との光路長差がゼロになるよう光学遅延回路により参照光の光路長差を調整した。

この状態で、照射開始直後から10分間にわたり2分毎に干渉スペクトルを測定し、干渉スペクトル に含まれる周波数成分から穴深さを計算した。図6に計算された穴深度を示す。図6では、穴深さ0 から160µm以下の範囲で時間の経過に伴う輝度の微小な変化が認められるが、明確な深度の変化とし てとらえることはできない。一方、実体顕微鏡により照射後の加工痕を測定したところ、加工痕の穴 深さは90µm以上であった。

今回の測定による反射干渉スペクトルからは、正確な穴深度情報を得ることはできなかったが、穴 深度を推定できる可能性を得ることができた。



図6 干渉スペクトルから計算された穴深度

平成 15 年度進捗:アクリルをサンプルとして、フェムト秒レーザー光による孔あけ加工をおこな い、加工中における孔深さのリアルタイム計測に成功した。さらに、異なる深さの微細孔加工実験を 多く行い、リアルタイム孔深度モニタリングの信頼性を確認することができた。 フェムト秒レーザー加工において、サンプルからの反射光の干渉スペクトルを解析することにより、 サンプルの形状変化をリアルタイムでモニタリングすることを目的としている。アクリルをサンプル として、1 Hz 繰り返しフェムト秒レーザー光による穴あけ加工をおこない、加工中における穴深さの リアルタイム計測を試みた。その結果、リアルタイム深度モニターの指示深度が、加工後の顕微鏡観 察による測定深度とほぼ一致した。

穴深さの推定に使用したリアルタイム深度モニター系の構成を図7に示す。マッハツェンダー型干



(BS1 - BS4: ビームスプリッター, L1 - L3: レンズ, M1 - M9: ミラー)

図7 リアルタイム深度モニター系の構成

渉光学系を基礎として、集光照射光学系やマルチチャネル分光器、CCDカメラ、及びパーソナルコン ピュータなどで構成されている。加工中のサンプル反射光と、予め分岐させておいた参照光との干渉 スペクトルから周波数成分を抽出し、光路長差の半分に相当する加工深度を計測する。また、分光器 へ採光する反射光のサンプル上の反射位置を調整することや、加工中における加工面の状態を画像に より確認することも可能な構成となっている。

本加工実験のサンプルとして、加工後の穴深さを顕微鏡で観測しやすい黄緑淡色の半透明アクリル 板を選び、加工表面を焦点距離 60 mm のアクロマート集光レンズの焦点手前 1 mm に配置した。な お、この状態で参照光と反射光との光路長差がゼロになるよう、予め光学遅延回路により参照光の光 路長を調整しておいた。

加工実験では、まず、低い繰り返し周波数に設定されたフェムト秒レーザー光(260 µJ/pulse,1Hz) を連続してサンプルに照射し、リアルタイム深度モニター結果が200 µmの深さを示すまで照射を続けた。次に、加工点を照射光軸と垂直面内で500µm移動させ、これが400 µmの深さを示すまで再生 増幅光を照射した。同様に、加工点を500µmずつ移動させ、それぞれ600 µm、800 µm、及び1000 µ mの深さを示すまで照射し、サンプル上に深さの異なる5本の穴を開けた。

図8に、各々の穴加工における照射停止直前のリアルタイム深度モニター画面を示す。それぞれ、 上部が干渉縞観測結果であり、下部がその結果から計算した穴深度である。このリアルタイムモニタリン



図8 リアルタイム深度モニター画面

グの計測ソフトは LabVIEW によって新たに作成した。

モニタリング結果が実際に加工された穴深度と合致しているかを調べた。図9に(a)加工後の顕微鏡写真 と(b)モニター指示深度に対する顕微鏡による深度測定との関係を示す。この結果から明かなように、モニ ター指示深度が実際の加工深度とよく一致しており、リアルタイム穴深度モニターを実現することができ た。



図9 顕微鏡写真、及びモニター指示深度に対する顕微鏡測定深度

更に、リアルタイム深度モニターによって監視・制御された穴加工の再現性を確認するため、半透明ア クリル板を対象に、異なる深さ(4種類)の穴を3本ずつ開ける穴加工実験と、正弦曲線に沿って深さを 変化させた穴加工実験をおこなった。それらの結果を図10に示す。この結果から、再現性良く加工の穴深 度を測定できることが明かになり、穴深度リアルタイムモニタリングの信頼性を確認することができた。



図 10 リアルタイム深度モニターによって監視・制御された穴加工の例

フェムト秒レーザー光によるアクリルの穴あけ加工をおこない、加工中における穴深さのリアルタ イム計測を試み、リアルタイム深度モニターが可能であることを実証した。横観察可能で、実際の加 工穴深さの検証がおこない易い半透明なアクリルの結果についてのみ示したが、銅やステンレス等の 金属などでも実験はおこなった。加工された穴は、レーザー顕微鏡で観測出来ないほどアスペクト比 が大きく深いため、モニタリング結果が正しいかどうか判別できていない。適用範囲の拡大の観点か ら、種々のサンプルについて検討していく必要がある。

また、これまで、種々の計測系の改良や計測条件について検討してきたが、今回、フェムト秒パルスの 繰り返しを1 kHz から1 Hz に低減することで、リアルタイム深度モニタリングが可能になった。また、フ ェムト秒パルスの繰り返しが1 kHz と1 Hz では、加工結果にも明確な違いがみられた。このことから、今 回のような定位置でのフェムト秒加工においても、その蓄積熱の影響は加工にもモニタリングにも無視で きないことが明らかになり、モニタリングの観点からは、計測時にパルスの繰り返しを低減することが必 要であるという適用化の大まかな条件も明らかにすることができた。

平成 16 年度進捗:モニタリング技術の応用分野の拡大や実用化の促進を図るため、リアルタイム 孔深度モニターの高性能化と高機能化、およびプロト機の試作を行った。

まず、高性能化について述べる。深度モニターの出力結果から穴加工が正常に進展しているかどう かを判別する手段を見いだした。加工実験では、再生増幅器から取り出したエネルギーが 300 μ J/pulse で繰り返し周波数が1 Hz のフェムト秒レーザーパルスをターゲットに 600 shots 連続して照 射した。集光レンズの焦点位置を基準とした加工表面の配置位置の違いによる加工穴形状を調べ、そ れぞれの穴加工における加工終了直前の深度モニター出力を比較した。それぞれの加工後に横から観 察した顕微鏡写真と加工終了直前の深度モニター出力画面を図 11 および図 12 に示す。

図 11 (a)は、加工表面を集光レンズ焦点より光源側へ 1 mm の位置に配置して加工した際の加工終 了直前の深度モニター出力であり、図 11(b)は、その加工穴の顕微鏡写真である。一方、図 12(a)は、 加工表面を集光レンズ焦点より光源の反対方向へ 2 mm の位置に配置して加工した際の加工終了直 前の深度モニター出力であり、図 12(b)は、その加工穴の顕微鏡写真である。穴加工がおこなわれて いた場合の深度モニター出力は穴深度を正確に示している。一方、穴加工がおこなわれていない深度 モニター出力は明確な深度ピークはなく、穴深度を正確に読みとることはできなかった。従って、深 度モニターの出力結果から穴加工が正常に進展しているかどうかを判別できることが分かる。



図 11 加工表面を集光レンズ焦点より光源 側へ 1 mm の位置に配置して加工した穴の顕 微鏡写真(a)と、その加工停止直前の深度モ ニター出力(b)





図 12 加工表面を集光レンズ焦点より光 源側へ 1 mm の位置に配置して加工した穴 の顕微鏡写真(a)と、その加工停止直前の 深度モニター出力(b)

次に、細径穴の深度モニタリングを可能にした。これまでの実験において、加工表面を集光レンズの焦点位置に配置したとき、開口径 10 数 µmの細径穴加工が実現できることが確認されていた。しかし、従来のモニタリングでは、細径穴の正確な穴深度が測定できなかった。そこで、加工穴の先端から反射してくる光を分光器へ集光するレンズにアクロマートレンズを使用し、分光器への反射光採光位置の調整分解能を高めた。その上で、細径穴あけ加工中の深度モニタリング実験を試みた。照射光学系を図 13 に示す。焦点距離 60 mmの集光レンズの焦点位置にターゲットとしてスライドガラスの表面を配置した。NDフィルタで 50 µJ に減衰させた 1 Hz, 60 fs のフェムト秒レーザーパルスを

ターゲットに連続照射し、深度モニターが40 µmを示した直後に照射を止めた。同様に、深度モニ ターが80 µm、120 µm、160 µm、及び200 µmを示した直後に照射を止めて、異なる深さの穴 を異なる位置に合計5本あけた。加工後に側面から顕微鏡で観察した穴の写真を図14に示す。その 結果、いずれの穴においても、顕微鏡で読みとった深さと深度モニターの指示値とが一致していた。 なお、このときの加工穴の開口径は、いずれも約16 µmであった。



さらに、加工面を照射光の焦点位置近傍に置いて細径穴あけを行ったとき、参照光を遮断した状態 でも深度に従った干渉信号が検出されることを見いだした。実験は、焦点距離 60 mm の集光レンズ の焦点位置近傍に配置した半透明黄緑アクリル板に穴あけ加工をおこなった。参照光を遮断して反射 光のみを分光器へ入力した状態の深度モニタリング下で、20 µJ/pulse、1 Hz のフェムト秒レーザー パルスをターゲットに連続照射した。深度モニターが 100 µm を示した直後に照射を止めた。この ときの深度モニター画面を図 15 に示す。この深度モニターの指示値は、加工後に顕微鏡写真から読 みとった深さとよく一致していた。



図 15 反射光自己単独干渉時のモニター画面

これらのことから、加工表面を集光レンズの焦点に配置した微小な穴加工では、参照光を用いなく ても反射光スペクトルのみを解析することにより穴深度をモニタリングできる可能性を見いだした。 また、この手法が可能なのは、加工表面を集光レンズの焦点位置に配置し微細穴加工をおこなう場合 に限られるため、反射光スペクトルの解析で加工条件を知ることができる可能性があり、反射光スペ クトルのみで明瞭な解析ピークが現れる場合には、加工表面と集光レンズの焦点位置が一致している と判別できると期待される。

続いて、追加事業費を受けておこなった加工穴深度モニターのプロト機の試作について述べる。まず、演算処理の高速化を図った。深度モニタリングソフトウェアは、LabVIEW をベースに分光器ドライバ(OOILVD)を組み合わせてプログラムしたものである。従来、分光器 HR2000 からのデータ取得、スペクトル表示、データ変換・補間、FFT 演算、及び深度グラフ表示という一連の深度モニタリング処理に 1200 ms を要していた。演算速度を遅くしていた要因は、データの変換・補間処理にLabVIEW の標準関数を用いていたためと判明したので、高速に動作する処理ルーチンを新たに開発

した。その結果、一連の深度モニタリング処理に要する時間を 70 ms 以下に短縮でき、照射パルスの 繰り返し周波数が 10 Hz であっても、単パルス毎のモニタリングが可能となった。

プロト機の外観を図 16 に示す。プロト機には、これまでの高性能化・高機能化の対策が施されて いる。すなわち、高速な演算処理、反射光自己干渉による細径穴の深度モニタリングが可能となって いる。さらに、モニタリングの精度やS / N比の向上を図るための、2台の分光器を使用した反射光 と干渉光の同時サンプリング機能も備えている。また、このような高性能・高機能のプロト機が完成 することによって、薬剤投与技術である経皮薬物送達システム(TDS)用の新しい担体(マイクロ ニードルシート)作製等への応用について検討が可能となった。



図 16 プロト機の外観

平成17年度進捗:リアルタイム孔深度モニタリングの高機能化研究を実施した。さらに、応用のた めの可能性評価を行い、経皮薬物送達システム用マイクロニードルシート金型の作製等への応用の可 能性を確認した。

これまでに構築した試作器に対して、光学系とソフトウェアの改良を行い、実際に加工がどこまで 行われているかを数値として表示する機能を付加した。改良した光学系を図 17 に示す。この光学系 では、分光器を1セット追加して、2つの分光器の干渉スペクトルを同時に取得出来るようにした。 計測ソフトウェアは、これら2つのデータ間の差を取ることで、DC成分を取り除き干渉成分のみを 効率よく抽出できるようにした。



抽出した干渉成分の計測結果を図 18 の上部に示す。このデータは、これまでの計測データと比べ て S/N が優れているため、これを周波数変換後フーリエ変換することで、加工孔深度を自動的に検知 できるようになった。解析・表示ソフトウェアも、加工孔深度を自動的に検知して表示できるように 改良した。自動検知して表示した計測結果を図 18 の下部に示す。



図 18 深度表示機能を付加された深度モニターの画面

応用のための可能性評価は、経皮薬物送達システム(TDS)用の新しい担体(マイクロニードル シート)の作製等への応用の可能性を検討した。孔深度リアルタイムモニタリング下で、合成石英ガ ラス基板を被加工試料として、5×5のマトリクス状に 50 µm と 100 µm の異なる深さの非貫通孔 を交互に25本あけた。照射条件は、焦点距離 60 mm のアクロマートレンズの焦点位置に合成石英 ブロックの表面を配置した。NDフィルタで 10.0 µJ に減衰させた 10 Hz, 60 fs のフェムト秒レーザ ーパルスをターゲットに連続照射し、深度モニターが 100 µm を指示したとき照射を止めた。次に、 照射条件をそのまま同じにして、ターゲットを上下左右に 100 µm 毎移動させながら、それぞれの位 置で深度モニターの指示に従って深さ 50 µm と 100 µm の孔を交互に合計25本あけた。加工後に 観察した顕微鏡写真を図 19 に示す。(a)はレーザーを照射したサンプル表面の観測像を、(b)は側面か ら加工孔を観測した像である。その結果、孔深度リアルタイムモニタリングを用いて実施した加工深 度制御に一致した孔があいていることを確認した。この実験から、孔深度リアルタイムモニタリング 適応の有効性を実証できた。



(b) 側面観測像

(a) 正面観測像 図 19 顕微鏡観察結果

256

更に、操作性の向上を図るため、高性能ビデオレンズを用いた加工点画像観察系を構築した。構築した観察系を図 20 に示す。ビデオレンズは、作動距離 90~125 mm で実視野 1.1~1.6 mm (1/2 インチ CCD 使用時)のものを使用した。この観察系を用いて収集した画像を図 21 にそれぞれ示す。顕微鏡と同程度の鮮明さで加工点画像を取得できるようになり、孔深度モニターの操作性の向上を図ることができた。



図 20 加工点顕微画像観察系



図 21 加工点の顕微画像

(3) 主な成果

フェムト秒レーザー加工中の孔深度をリアルタイムでモニタリングできる技術を開発した。 リアルタイム孔深度モニターのプロト機の試作を行った。

高性能化と高機能化を実施し、モニタリング技術の応用分野の拡大や実用化の促進を図った。

皮薬物送達システム用マイクロニードルシート金型の作製を例として、制御性の高いフェムト秒 レーザー加工を実現可能とし、応用の可能性を広げた。

以上、「超高密度フォトン利用実証レーザーシステム」の実例として、当事業で新しく開発し、世 界で初めて実現した「リアルタイム孔深度モニター」を構築した。20 Hz までのパルス繰り返しに対 して、実際に加工がどこまで行われているかをリアルタイムで数値として表示できるように高機能化 できた。さらに、このプロト機を用いて、経皮薬物送達システム(TDS)用のマイクロニードルシ ート作製への応用の可能性を検討し、有効性を実証した。

特許件数:2 論文数:2 口頭発表件数:8 プレス発表:1

(4)研究成果に関する評価

国内外における水準との対比

国内外ともに、これまで、深さ方向(照射光軸方向)の変化を加工中に知ることはできなかった。 本研究では、独自の発想で、高い水準のフェムト秒パルス利用技術および干渉計測技術を利用して、 世界で初めて「リアルタイム孔深度モニター」を実現した。さらに、高い水準の解析・信号処理技術 を融合して、20 Hzまでのパルス繰り返しに対して、リアルタイムで数値として表示できるまでに高機 能化した。このように、新たな原理に基づく新しい計測法を開発するとともに、これをプロト機の構 築として具体化し、さらに高機能化して有用性も実証した。したがって、高い水準で研究開発を実施 してフェーズ までの事業を完了することができた。

実用化に向けた波及効果

世界で初めて開発したリアルタイム孔深度モニタリング技術について、リアルタイム孔深度モニタ ーのプロト機を試作して高性能化および高機能化を行い、具体的な応用可能性を実証した。これまで 不可能であった照射光軸方向の深さ変化を加工中にリアルタイムで計測できるようになったため、実 用化に向けた波及効果は大きい。

(5)残された課題と対応方針について

加工点から反射する光の分光計測を基本としていることから、今後、深さの情報以外にも多角的な 情報が取得できるものと期待される。国家プロジェクト等を利用して研究を継続するとともに、具体 的な産業応用装置創出を行う。