#### 研究成果報告書 科学研究費助成事業



令和 4 年 6 月 2 0 日現在

機関番号: 14401
研究種目:基盤研究(B)(一般)
研究期間: 2019 ~ 2021
課題番号: 19H02042
研究課題名(和文)量子もつれ光子プローブによるガラス加工表面層のナノ・サーフェスインテグリティ計測
平空理明夕(茶文)Study on Nana Surface Integrity Massurement of Mashinad Class Companent using
研究課題名(英文)Study of Nano-Surface Integrity measurement of machined Grass component using Entangled Photon Probe
研究代表者
高谷 裕浩(Takaya, Yasuhiro)
大阪大学・工学研究科・教授
研究者番号:70243178
交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 13,300,000円

研究成果の概要(和文):本研究は,ガラス加工表面層におけるナノ領域の局所的な短距離秩序に支配される微視的構造/応力場の物質情報をもつドレスト光子フォノンと空間情報をもつ量子もつれ光子との相互作用を機序とする,新たなナノ・サーフェスインテグリティ計測の基本原理の確立を目的とする.そのため,ラマンスペクトル解析によるガラス表面層の分子構造評価を可能とする,独自の共焦点型光子検出ラマン分光測定システムを構築した.さらに,マイクロクラックによる光子レベルのレーザ後方散乱光を検出し,分子構造変化の3次元分布をより高分解能に計測する手法として,偏光量子もつれ光子対を利用した非走査型位相シフト干渉計測の基本 原理を確立した.

研究成果の学術的意義や社会的意義 非晶質構造をもつガラスは,結晶構造に基づいたクラック挙動モデルが利用できないため,光の量子効果による 分子構造変化の測定原理の確立は,当該分野において先駆的な試みであり,本研究の学術的意義は極めて高い. 本研究成果によってマイクロクラック近傍の局所応力評価が可能となれば,破壊挙動の高い予測精度によって, 機械加工によって製造される高機能ガラス素子などの安全性・耐久性・信頼性が格段に向上し,他の硬脆材料評 価法への大きな波及効果も期待できる.さらに,非破壊・高感度な本測定法と加工の融合によって,従来加工法 の限界のプレークスルーやレーザーを用いたフォノン制御による新たなナノ微細加工原理への展開が拡がる.

研究成果の概要(英文): The purpose of this study is to establish a new fundamental principle of measurement for evaluating nano-surface integrity of a machined glass surface layer based on the mechanism of the interaction between dressed photons reflecting phonons and quantum entangled photons. The information on physical properties of microscopic structure/stress field as well as spatial distribution can be obtained from dressed photons and spatial distribution from quantum entangled photons respectively. As the achievements of this study, we constructed a unique confocal detecting Raman spectroscopy measurement system with the sensitivity of photons. Furthermore, the validity of the basic principle of the non-scanning phase shift interferometer using polarized quantum entangled photon pairs was verified, which is a method for detecting laser backscattered photons by microcracks in a machined glass surface layer and measuring the changes in the molecular structure with higher spatial resolution.

## 研究分野:機械工学・生産工学・加工計測

キーワード: ガラス加工表面 ナノ・サーフェスインテグリティ 仮想量子ドット 量子もつれ光子プローブ ドレ スト光子フォノン 予測型マイクロクラック計測 フォトンメトロロジー 加工計測

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等に ついては、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

## 1. 研究開始当初の背景

近年,ガラスは情報通信やディスプレイ,医療機器などの広範な製造分野において,半導体素 子の絶縁膜,ハードディスク基板,光学素子などの材料として多用されている.強固な共有結合 からなるガラスは10GPa 程度と高い理論強度を有している.しかし,製造工程においてガラス加 工表面層に発生する無数のマイクロメートルオーダーのクラック(マイクロクラック)が存在す るため、2桁以上低い応力の作用であっても突然の破損に至ることがある.

クラックによるガラスの破壊現象は概ね次のように理解されている.まず、加工応力などによってガラス表面層にクラックが発生する過程、そのクラックが時間経過とともに進展する過程、 クラック先端応力場が臨界値(破壊靱性値:K<sub>IC</sub>)に達して瞬時に破壊する過程、の三段階である. そのため上記の過程に対応した工程管理が求められており、加工表面層に残存するマイクロク ラックを定量的に把握し、加工工程におけるマイクロクラック生成を抑制するとともに、破壊挙 動まで推定可能な予測型マイクロクラック測定法が求められている.

## 2. 研究の目的

これまで研究代表者らは,本 研究の先行研究として, レーザ 一後方散乱によるガラス加工 表面マイクロクラック深さの 計測原理を明らかにし, 荷重制 御によってマイクロビッカー ス圧痕から生成するラジアル クラック(図1)の深さ測定を 行い, 深さ約 20 µmから数µmの 測定結果において SEM 断面観 察と良好に一致することを実 証した 1)2). さらに, 微小レン ズ測定システムを開発してい る.しかし、研削、研磨などの 力学的な材料除去加工によっ て導入されるマイクロクラッ クは,数10nmのナノ領域にお ける工具の原子構造体と被加

工物の原子構造体との力学的相互作用による原子スケー ルの加工機序によって生成され、ガラスのマイクロクラ ックの生成機序やそれを起点とする破壊機構の詳細は未 解明な点が多いため、マイクロクラックの深さ情報のみ では上述の三段階の破壊過程に基づいた予測型マイクロ クラック測定技術を実現することは困難である.

そこで本研究は,量子化された光波と物質(原子振動) D特性である、フォトンとフォノンの相互作用を利用した



図2 ドレスト光子フォノンと量子もつれ 光子の相互作用

の特性である、フォトンとフォノンの相互作用を利用した新たな測定原理の確立をめざし、次の(1)~(3)の達成を目的とする.

(1) ラマン計測に基づいたドレスト光子フォノンの状態推定に関する基本原理の確立

(2) 量子もつれ光子対の2光子干渉に基づいた空間計量に関する基本原理の確立

(3) 量子もつれ光子プローブによるナノ・サーフェスインテグリティ計測・解析手法の確立

## 3.研究の方法

ニ酸化ケイ素(SiO<sub>2</sub>)や酸化ホ ウ素 (B2O3) を主成分とするガラ スは、**図2**の環状構造に示すよう な非晶質構造であるため、周期構 造をもつ結晶体と異なり,明確な 長距離秩序を持たない. マイクロ クラックの生成過程やその幾何 学的形態,およびその周辺におけ る原子スケールの微視的構造や 応力場はナノ領域の局所的な短 距離秩序に支配されている. その ため,加工条件を制御してマイク ロクラックの生成を抑制し, その 時間進展による破壊挙動を予測 するためには、加工表面層におけ るマイクロクラックの幾何学的



図3量子もつれ光子対の相関特性

形態と、そのナノ領域周辺における原子スケールの微視的構造や局所応力場の情報、すなわちナ ノ・サーフェスインテグリティの計測・解析基本技術が不可欠となる.

以上のような構想に基づき,ガラス加工表面層ナノ領域の局所的な短距離秩序に支配される 微視的構造/応力場の物質情報をもつドレスト光子フォノンと空間情報をもつ量子もつれ光子 との相互作用を機序とする新たな量子もつれ光子プローブの基本原理について検討し,光子検 出レベルのラマン散乱特性と図3に示す量子もつれ光子対の相関特性に基づいた構成要素技術 の設計・試作と動作検証およびガラスマイクロクラックの測定実験を遂行した.

## (1) 共焦点型光子検出ラマン分光基本計測システムの構築と検証

マイクロクラックによる光子レベルのレーザ後方散乱光を検出可能とするため,高感度 分光器を組込んだ極微弱光ラマン分光光学系に共焦点法による3次元位置計測光学系を導 入し,表面層深さの励起位置とラマンスペクトル変化が定量的に分析可能な基本計測シス テムを構築した.それを用いた基礎実験データに基づき,ガラス加工表面層における分子構 造変化の解析手法を開発した.

## (2) ラマンスペクトル解析による圧痕—クラック近傍の分子構造変化の解析

石英ガラス基板表面に様々な条件でビッカース圧痕を作成し、圧痕近傍および表面層の ラジアルクラック、ラテラルクラックにおけるラマンスペクトルのピーク波数および半値 全幅の変化とクラック生成による分子構造変化との関連性を解析し、量子もつれ光子プロ ーブによるラマンスペクトル解析に基づいたドレスト光子フォノン計測の可能性について 検証した.

## (3) <u>偏光量子もつれ光子対干渉光学系の設計・試作および基本特性の検証</u>

偏光量子もつれ光子対の2光子干渉に基づいた空間計量に関する基本原理を導入し,光 子レベルの高感度ラマン分光解析を高空間分解能な分子構造変化検出へ展開するため,偏 光量子もつれ光子による干渉計測系の構築と基礎実験を遂行し,分子構造変化の高速検出 を可能とする非走査型位相シフト干渉計測原理の検証を行った.

4. 研究成果

超高感度フォトン状態検出によって 得られるドレスト光子フォノン計測の 基本特性解析の基礎となる,ガラス表 面層の光子レベルのレーザ後方散 乱光計測とラマンスペクトル解析から マイクロクラック周辺の分子構造の変 化を定量的に評価するための基本計 測システムを構築しその有効性を示 した.次の主な研究成果[1]~[3]を得 た.

## (1) <u>共焦点型光子検出ラマン分光</u> 基本計測システムの構築と動作 実証

表面層における3次元位置 測定を行いながらレーザ後方 散乱光を検出可能とする,共焦 点型光子検出ラマン分光測定 装置を開発した(図4).圧痕 およびクラックの位置を検出 する共焦点光学系は,波長532 nmのラマン励起光をスペイシ ャルフィルタによって整形し,



#### 図4 共焦点型光子検出ラマン分光測定装置の構成



図5 ラマン分光によるクラック周辺における分子構造変化の検出原理





NA = 0.95 の対物レンズで集光して表面層に入射することにより、サブミクロンオーダの 空間分解能(レーザスポット径 0.38  $\mu$  m, 焦点深度 0.43  $\mu$  m)を実現した. ラマン測定光 学系では、励起光と同波長の後方散乱光はダイクロイックミラーおよびロングパスフィル タによって除去し、ファイバを通じて分光器(Andor, Shamrock 500)に導入することにより 光子レベルの微弱光検出に成功した.

(2) レーザ後方散乱光子計測とラマンスペクトル解析によるガラス表面層の分子構造評価

ガラスの非晶質構造を構成する基本分子構造に着目し、表面層における応力状態変化は、 原子結合の距離や角度などの分子構造を反映するラマンスペクトル変化として検出できる と考えられる.その仮定に基づき、ラマン分光によるクラック周辺における分子構造変化の 検出原理(図5)を提案した.ピーク波数および半値全幅の微小変化を検出する独自のラマ ンスペクトル解析アルゴリスムを開発し、マイクロビッカース硬さ試験機(フューチュアテ ック、FM-ARS9000)によって石英ガラス基板表面に作製した圧痕一クラック近傍のラマン測 定を遂行した.図6(a)に示す共焦点信号から、圧痕表面とクラック位置を検出可能である ことを示した.図6(b)は圧痕作製前を基準スペクトルとして圧痕表面のラマンスペクトル



<sup>(</sup>a) 偏光量子もつれ光子対による2光子干渉光学系

図7 非走査型位相シフト干渉計測の基本原理

<sup>(</sup>b) 同時計数による表面層深さ解析方法

を示している. 圧痕の中心に近づくにつれてピーク波数および半値全幅が変化しており, Si - O-Si 結合の変角振動を示す 430 cm<sup>-1</sup>付近メインバンドの解析によって, 圧子押し込みの圧 縮負荷による分子構造の変化を検出することに成功した.

## (3) <u>偏光量子もつれ光子対による2光子干渉計測原理の確立</u>

ガラス表面層のマイクロクラックによる光子レベルのレーザ後方散乱光を検出し,分子構造変化の3次元分布をより高分解能に計測する手法として,偏光量子もつれ光子対を利用した非走査型位相シフト干渉計測の基本原理(図7)を提案した.偏光量子もつれ光子対は様々な軸方位の偏光を含むため,偏光ビームスプリッタを用いることで,光路長差を,直交する偏光成分の位相差として検出することができる.90度の位相差を持つ光子に光路長差を与え,位相シフト光学系と測定光学系から出力される光子で時間相関計測を行い,位相シフト用の偏光情報が時間的にずれた情報として計測する.図中の式に示す位相計算によって高速・高精度な表面深さ計測を実現できる.さらに,非線形結晶である周期分極反転ニオブ酸リチウムによる自発的下方パラメトリック変換を利用した偏光量子もつれ光源(図8)を利用し,図9に示す偏光量子もつれ光子対干渉光学系を構築した.干渉計の測定光にPZTステージによって既知の変位(位相差)を与え,偏光変調光路の位相差を調整して検出光の位相を計測した同時計数計測結果を図10に示す.偏光量子もつれ光子対を利用した2光子干渉により202 nm の変位計測に成功した.



\* 非線形結晶: 周期的分極反転ニオブ酸リチウム(Periodically poled lithium niobite: PPLN)

図8 偏光量子もつれ光源の構築

本提案手法の優位性は,結晶格子構造 のひずみから応力を測定する原理では なく,ドレスト光子とナノ寸法原子構 造体(仮想量子ドット)におけるフォ ノンの相互作用に基づいて応力を推定 することにより,非晶質(アモルファ ス)構造への適用性を有する点である. 今回独自に開発した,ガラス表面層の レーザ後方散乱光子検出ラマンスペク トル解析システムを利用して,フォノ ンの挙動に基づいた新たな3次元応力 分布計測原理が確立できる可能性を示 しており,本研究の大きな成果である.

【引用文献】

- ① 下田俊樹,<u>高谷裕浩</u>,道畑正岐, レーザー後方散乱光パターンに よる硝子マイクロクラックのイ ンプロセス測定評価に関する研 究,2014年度日本機械学会関西学 生会卒業研究発表講演会,2015.
- ② 藤井彰人,<u>水谷康弘</u>,<u>高谷裕浩</u>, レーザー後方散乱光によるガラ ス加工表面マイクロクラック計 測に関する研究―微小レンズ加 工表面の測定評価―,2017年度日 本機械学会関西学生会卒業研究 発表講演会,2018.



図9 偏光量子もつれ光子対干渉光学系の構築



#### 5.主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

計12件(うち招待講演 0件/うち国際学会 3件) 〔学会発表〕 1. 発表者名

坂下初音,上野原努,水谷康弘,高谷裕浩

2 . 発表標題

後方散乱光のラマン分光によるガラスマイクロクラック計測に関する研究

3 . 学会等名

日本機械学会関西学生会2019 年度学生員卒業研究発表講演会

4.発表年 2020年

1.発表者名 家中乾太,上野原努,水谷康弘,高谷裕浩

2.発表標題

もつれ光子対を用いた表面形状計測の高分解能化に関する基礎研究

3.学会等名

日本機械学会関西学生会2019 年度学生員卒業研究発表講演会

4 . 発表年

2020年

1.発表者名 並河峻佑, 上野原努, 水谷康弘, 高谷裕浩

2.発表標題

光後方散乱パターンの空間周波数解析に基づくガラス加工表面のマイクロクラック形状の評価

3.学会等名 2020年度砥粒加工学会学術講演会

4.発表年 2020年

1.発表者名

Shunsuke Namikawa, Yasuhiro Mizutani, Genichiro Hagiwara, Satoshi Kawarabata, Yasuhiro Takaya

2.発表標題

Measurement of microcrack on machined glass surface based on Fourier analysis of laser backscattering pattern

3.学会等名 ASPEN2019 (国際学会)

4.発表年

2019年

## 1.発表者名

Hatsune Sakashita, Tsutomu Uenohara, Yasuhiro Mizutani, and Yasuhiro Takaya

## 2.発表標題

Residual stress measurement based on Raman spectroscopy of backscattered light from microcracks in machined glass surface layer - Raman spectroscopic study for stress measurement in the vicinity of an indentation crack

3.学会等名

LEM21(国際学会)

4.発表年 2021年

1.発表者名

坂下 初音, 上野原 努, 水谷 康弘, 高谷 裕浩

2.発表標題

後方散乱光のラマン分光によるガラス加工表面クラックの残留応力計測に関する基礎研究

3 . 学会等名

2021年度砥粒加工学会学術講演会

4.発表年 2021年

1.発表者名

坂下初音,上野原努,水谷康弘,高谷裕浩

2.発表標題

後方散乱光のラマン分光によるガラス加工表面におけるクラック周辺の分子構造変化の計測

3.学会等名
2022年度精密工学会春季大会学術講演会,

4 . 発表年

2022年

1.発表者名 家中乾大,水谷康弘,上野原努,高谷裕浩

2.発表標題

偏光量子もつれ光子対を用いた非走査型位相シフト干渉計(第一報)-偏光変調を用いた位相シフトの検討-

3 . 学会等名

2022年度精密工学会春季大会学術講演会

4 . 発表年 2022年 〔図書〕 計0件

# 〔産業財産権〕

〔その他〕

6 . 研究組織

-

0			
	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
	水谷 康弘	大阪大学・工学研究科・准教授	
研究分担者	(Mizutani Yasuhiro)		
	(40374152)	(14401)	

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究協力者	坂下 初音 (Sakashita Hatsune)		
研究協力者	家中 乾大 (lenaka Kanta)		
研究協力者	上野原 努 (Uenohara Tsutomu)	大阪大学・工学研究科・助教	
	(10868920)	(14401)	

## 7.科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8.本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国 相手方研究機関
-----------------