

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 25 日現在

機関番号：12401

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2012～2014

課題番号：24650273

研究課題名(和文) ナノ超微細加工技術による熱弾性膨張型レーザー誘起水中マイクロ衝撃波発生装置の開発

研究課題名(英文) Development of a Miniature Laser-Induced Underwater Shockwave-Generating Device using an Optical Fiber

研究代表者

中村 匡徳 (NAKAMURA, Masanori)

埼玉大学・理工学研究科・准教授

研究者番号：20448046

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：光ファイバーの先端部に金属薄膜を蒸着したものを作成し、光ファイバーにレーザーを導光することにより熱弾性効果を用いて、水中に衝撃波を発生する装置を作成した。光ファイバーから生成される衝撃波の特性評価を行ったところおよそ0.5MPaの圧力を創出できることを確認した。これ以上の圧力を出すと、金属薄膜が破損し、繰り返し実験をすることは困難であった。また、衝撃波圧力は、発射位置より10 mmほどで20%程度の強さになってしまうこと、入光するレーザー強度に対して指数関数的に増加すること、表面に亀裂があることで衝撃波圧力が有為に低下することを示した。

研究成果の概要(英文)：We attempted to develop a miniature shockwave-generating device using an optical fiber with a 1 mm diameter. The tip of an optical fiber was finely polished, finished with chemical agents, and coated with a titanium film by vacuum evaporation. A pulse laser was applied to the titanium film through the optical fiber, and a shockwave was induced by thermoelastic effects. The results showed that the shockwave pressure varied depending on whether the fiber tip was polished and whether the film was cracked. In the polished fibers with less cracked films, the shockwave pressure reached 0.3 MPa when a laser with the power density of 80 GW/m<sup>2</sup> was introduced. Given the same laser power density, the shockwave pressure decreased by approximately 40% when the fiber tip was not polished and when the film was more cracked. These results highlighted the importance of strict quality control of the surface texture and the metallic film of the optical fibers when generating strong shockwaves.

研究分野：バイオメカニクス

キーワード：衝撃波 微細加工

## 1. 研究開始当初の背景

近年、医療分野において衝撃波技術は広く利用されている。代表的なものに結石破碎治療があるが、衝撃波が細胞増殖促進に効果があることが報告されて以来、骨再生や血管新生など再生医療への応用が期待されている。また、衝撃波を用いて、病変細胞を個別に変成させる治療方法についても開発が進められている。しかしながら、衝撃波照射が細胞にどのような現象を引き起こし、それが最終的な細胞増殖や細胞変成に繋がるのかについてよくわかっていない。

現在使用されている衝撃波は広範囲に広がる。そのため、細胞全体に一樣に衝撃波が加わることとなり、細胞内で生じる現象について細胞個体以下のレベルから検討することは難しい。また衝撃波圧力についても細胞のスケールからすれば安定的であるとはいえない。

金属膜に低強度のレーザー光を照射すると、金属膜が熱弾性膨張し、レーザー光と逆方向の媒質中に衝撃波が発生する。この原理を応用し、光ファイバーの方端に金属膜を蒸着し、光ファイバーの入口部から金属膜方向にレーザーを入射してやれば、レーザー直径とほぼ同程度の幅の衝撃波を誘引する装置を作製することが可能となる。これにより、衝撃波照射下における細胞スケール以下での現象の解明に大きく貢献することができると期待される。

## 2. 研究の目的

申請課題では、数ミクロンオーダーの範囲に強い指向性を有する衝撃波を発生させるための装置を開発する。そのために、超微細加工技術により光ファイバを加工し、光ファイバー先端部に蒸着する金属の種類や皮膜の厚さ、レーザー光波長や強度が発生する衝撃波の圧力などに与える影響を明らかにし、細胞バイオメカニクスへの展開を念頭に置いたレーザー誘起水中マイクロ衝撃波発生装置の開発に挑む。

## 3. 研究の方法

光ファイバーの基礎的加工技術を確立する。ここで問題となるのは端面の研磨方法である。ファイバーは細く、単体では折れてしまう。そこで、ファイバーを束状にして、中央に孔を空けた直方体状の治具に刺し、治具ごと研磨を行うことを試みる。治具と光ファイバーの固さが異なると、片方だけが偏って削れてしまうので、光ファイバーと同じ材質で治具を作製する。研磨に際しては、まず乾式で行い、その後、湿式で仕上げを行う。研磨には、研磨テープまたは粘着シリカ塗粒を用いる。作製した光ファイバーの端面は、SEM などにより拡大観察し、端面の真円度、直径、表面粗さなどを調べて、極細光ファイバー作製のための技術改良にフィードバックする。

クする。

次に金属熱弾性膨張により衝撃波を発生させるために、作製した光ファイバー先端部に金属皮膜を蒸着させるための技術を確立する。皮膜の材料としては、クロムを用いる。これを用いて、蒸着条件と皮膜厚さとの関係について調べる。

光ファイバーから放出される水中衝撃波の特性を定量的に評価するためには、水中衝撃波の圧力を計測することが不可欠である。そこで、水中衝撃波センサーを用いて、発生する水中衝撃波の圧力を測定するための基礎技術を確立する。衝撃波の生成には、Fig. 3 に示すようにレーザーを凹レンズにて集光した後、金属膜に照射する方式を用いる。

作製した光ファイバーから生成される衝撃波の特性評価を行う。レーザー光源として YAG レーザーを利用する。ここでは、レーザー波長、レーザー出力、皮膜の金属種、皮膜厚さを変えることによって、ファイバーから生成される衝撃波の波形をシャドウグラフ法によって観察すると共に、衝撃波圧力がどのように変化するかについて調べる。

## 4. 研究成果

## 光ファイバーの研磨および成膜

本研究ではプラスチック製光ファイバー ( $\phi 1 \text{ mm}$ ) を用いた。表面粗さが発生衝撃波に与える影響を検討するために、光ファイバーをホットナイフで切断後に #600 ラッピングフィルムで端面外周部のバリ取りを施したもの(未研磨光ファイバー)と、端面研磨を施したもの(研磨光ファイバー)の2種類を用意した。

ホットナイフで切断した光ファイバー十数本を熱収縮チューブで束ね、それをワックスで治具に貼り付けて研磨に供した。その際、光ファイバー端面のダレを抑制するため、治具底面に光ファイバーと同じ材質であるアクリル板を貼り付けた。

光ファイバー端面の平面を出すため、鋳鉄定盤と #1000 アルミナ砥粒を用いて、ハンドラッピングを施した。その後、ポリウレタンパッドとコロイダルセリアを用いてポリシングを施した。その際、パッド回転数とワーク回転数は  $38 \text{ min}^{-1}$ 、研磨時間は  $80 \text{ min}$  とした。

高周波イオンプレーティング装置 (SIP-650, 昭和真空) を用いて、研磨した光ファイバーの片端面に金属薄膜を成膜した。薄膜材料にはチタンを用い、およそ  $100 \text{ nm}$  の薄膜を蒸着した。成膜前後でレーザ顕微鏡 (LEXT OLS4000, OLYMPUS) を用い表面の形状精度を測定した。

未研磨光ファイバーと研磨光ファイバーの端面のレーザ顕微鏡写真を Fig. 1 に示す。

(a) に示すように、未研磨光ファイバーの表面には #600 による研磨痕が確認できた。さらに端面外周部には取りきれなかったバリも存在した。これに対して、研磨を行った

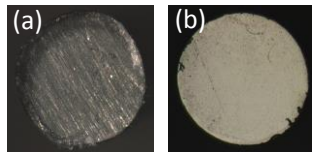


Fig. 1 Comparison of the fiber surface between (a) non-polished and (b) polished fibers

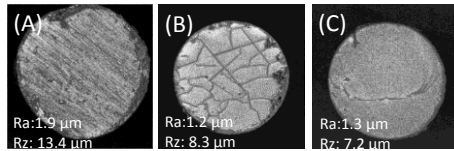


Fig. 2 Surface of plastic fiber post film formation. (A) is the result of a non-polished fiber. (B) and (C) are both polished fibers, but show smooth and cracked surface. Ra and Rz are also presented to quantify surface roughness.

(b) では、表面にはほぼ傷はなく、研磨痕やバリは確認されなかった。

これらの光ファイバーに成膜を施した。成膜後の光ファイバー端面のレーザ顕微鏡画像を Fig. 2 に示す。未研磨光ファイバーでは (C) のように成膜面に亀裂は無いが、光ファイバー端面の粗さが残存するようなパターンが大多数であった。一方、図の (B), (C) はともに研磨光ファイバーのものであるが、成膜面に亀裂が入ったものと滑らかなものの 2 つのパターンが認められた。レーザ顕微鏡で表面粗さ Ra と最大高さ Rz を測定すると (A) Ra : 1.9  $\mu\text{m}$ , Rz : 13.4  $\mu\text{m}$ , (B) Ra : 1.2  $\mu\text{m}$ , Rz : 8.3  $\mu\text{m}$ , (C) Ra : 1.3  $\mu\text{m}$ , Rz : 7.2  $\mu\text{m}$  であり、未研磨光ファイバーと研磨光ファイバーでは粗さや最大高さが大きく異なることが確認された。以上のような成膜面亀裂の有無と事前の研磨有無によって作成した光ファイバーを 3 グループに分類した。その結果として、未研磨光ファイバーの (A) 群が 5 本、研磨したが表面に亀裂があった (B) 群が 2 本、研磨しかつ表面に亀裂がなかった (C) 群が 3 本となった。

光ファイバーの成膜時には、生じる熱によってプラスチックファイバー端面の形状が変化することが懸念された。そこで成膜前後の表面形状を評価したところ、その変化は光ファイバー半径に対して非常に小さかった。その結果、成膜時の熱によるプラスチックファイバーの熱だれはほとんどなかったと判断した。

成膜されたプラスチックファイバーの中には Fig. 2 に示すように成膜後、光ファイバー端面に亀裂を生じるものが存在することが判明した。光ファイバーの材料である PMMA (プラスチックファイバー) の熱膨張率は  $5.0\sim 9.0 \times 10^{-6}$  /K 程度であるのに対し、成膜金属であるチタンの熱膨張率は  $8 \times 10^{-6}$

/K 程度であり、両者の熱膨張率は大きく異なっている。成膜時には蒸発した金属原子が光ファイバー端面に付着するため、金属薄膜と光ファイバー端面両方の温度が上昇する。その状態のまま冷却すると二つの材料間の収縮量の差により薄膜と光ファイバー端面との間に圧縮応力が残留する。また、本研究では光ファイバーを束ね、なるべく同一条件となるように表面の研磨を行ったが、可視できないレベルで表面粗さに違いが生じていた可能性がある。これらの 2 つの要素により、冷却過程において金属薄膜に応力集中が発生し、金属薄膜に亀裂が生じたのではないかと推察される。

未研磨光ファイバーには亀裂があるものが存在しなかった。Fig. 1 から分かるように未研磨光ファイバーでは深い研磨痕が一定の方向に刻まれている。成膜される膜厚はこの研磨痕の深さより十分薄いため、金属薄膜は光ファイバー表面の凹凸を埋めるほどではない。その結果として、未研磨光ファイバーに微細な亀裂が発生してもその亀裂は凹凸の溝内にて生じるだけで、溝を横断するように伸展せず、亀裂が明示的に表出しなかったのではないかとと思われる。

### 衝撃波の圧力

実験系を Fig. 3 に示す。図中、光ファイバー先端部とセンサが取り付けられた部分について拡大したものを破線部内に示す。実験装置は衝撃波の発生装置と可視化装置に大別される。

衝撃波の発生装置は、レーザ 1 (Nd:YAG, New Wave Research 製 SoloIII-15), ミラー, レンズ ( $f = 250 \text{ mm}$ , 単レンズ), 水槽 (サイズ:  $180 \times 120 \times 220 \text{ mm}$ ) によって構成される。金属薄膜が成膜された光ファイバーの面が下側に向くように、光ファイバーを水槽内に垂直に立てた。レーザ 1 から発射されたレーザはミラーにより光ファイバー方向に反射され、レンズで光ファイバーの径と同じ  $\phi 1 \text{ mm}$  以下まで絞られる。これにより、レーザは光ファイバー内に導入され、金属薄膜に衝突し、水中に衝撃波が生成される。

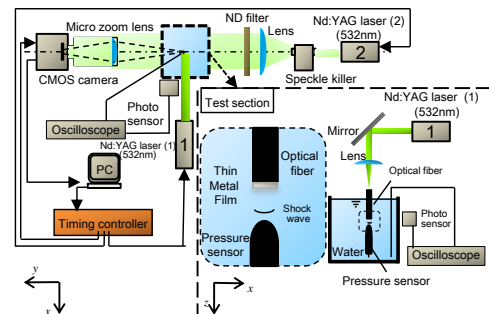


Fig. 3 Experimental equipment for shadowgraph imaging and pressure measurement of a shock wave.

衝撃波の可視化にはシャドウグラフ法を用いた。可視化の装置はレーザー 2 (Nd:YAG, Quantel 製 Ultra), スペックルキラー (ナノフォトン製, SK-11), レンズ ( $f = 250 \text{ mm}$ , 単レンズ), マイクロズームレンズ (Z16, Leica MICROSYSTEMS), CMOS カメラ (IDT 製 XS-5) によって構成される。レーザー 2 からレーザーを発射し, 光ファイバー下端の衝撃波が発生すると思われる位置を照射した。これによって, 発生する流体像を水槽に対してレーザー 2 の対面に設置した CMOS カメラによって撮影した。なお, 衝撃波を発生させるためのレーザー 1 と可視化用のレーザー 2 とをタイミングコントローラを用いて同期し, 種々のタイミングにおいて撮影を行った。

光ファイバーに対して  $80 \text{ GW/m}^2$  のレーザーエネルギー密度を入射し, 衝撃波圧力を測定した。圧力測定には圧力センサ (Müller Instruments, Müller-Platte Needle Probe) を用い, これを光ファイバー下流側  $4 \text{ mm}$  の位置に正対させた。この際, 最も高い圧力が捉えられるように, センサを光ファイバーの主軸に対して垂直な方向にセンサ位置を微調整した。圧力測定時にはレーザー 1 による散乱光をフォトセンサで捉え, これをトリガーとし, 圧力センサからの圧力波形を計測した。取得した信号をハイカット周波数  $50 \text{ MHz}$  のローパスフィルタを通し, ノイズ処理を施した。ノイズ除去後の圧力信号最大値を衝撃波圧力と定義し, 試行 5 回の平均を評価した。

衝撃波のシャドウグラフ像を Fig. 4 に示す。(i) が Fig. 3 (A), (ii) が Fig. 3 (C) の端面をもつ光ファイバーのシャドウグラフ像である。いずれもレーザー 1 照射後  $2.6 \mu\text{s}$  に取得した画像である。(A) から (C) のどのグループにおいても矢印で示す部分に線状に画像強度の高い (白色) 部分が認められた。これは局所的に密度変化が生じていることを示している。レーザー 1 の照射後から撮影までのタイミングを遅くするにつれ, この線状の白色部がより下流側で観察された。その結果からこの線状部分の移動速度を見積もると, どのグループにおいてもほぼマッハ数 1 で下流に移動していた。以上から, この白い線状のものが衝撃波であると判断した。

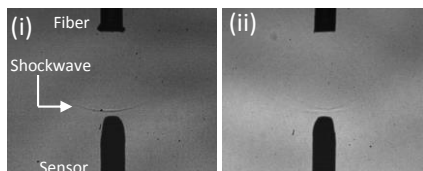


Fig. 4 Shadowgraph images of shockwave(i) non Polished (ii) Polished

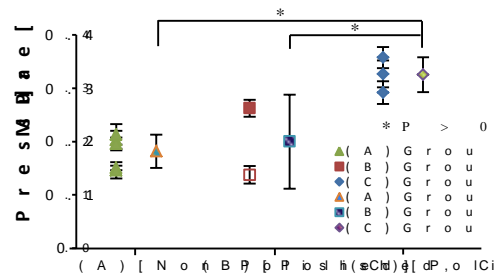


Fig. 5 A comparison of shock wave pressure between groups (A), (B) and (C). Asterisks stand for a coupling of statistical comparison by Student's t-test with equal variance confirmed by F-test.

(A) から (C) までの光ファイバー群における衝撃波圧力を Fig. 5 に示す。図において, 各群の左側には各光ファイバーにて 5 回計測を行った際の平均値と標準偏差を, 右側には各群の平均値および標準誤差を示してある。なお, (B) の二つの点のうち白抜きで示した点は途中で薄膜が破断したものである。図に示すように, (C) 群では  $0.33 \text{ MPa}$  の衝撃波圧力が発生していることがわかる。研磨したが表面に亀裂があった (B) 群と, 研磨し, かつ表面に亀裂がなかった (C) 群について, 等分散 (F 検定,  $p > 0.05$ ) での t 検定を行ったが, 両群間に統計的有意差は認められなかった。また, 未研磨光ファイバーの (A) 群と (C) 群とを同様の手法にて比較しても, 両群間に統計的有意差は認められなかった (t 検定,  $p > 0.05$ )。このように統計的有意差は上記の組み合わせにおいて認められなかったものの, 全体的に見ると各群の平均圧力は, (A) から (C) の順で大きくなっていった。

統計的有意差は認められなかったものの, (A) 未研磨光ファイバー, (B) 研磨したが成膜時に亀裂を生じたもの, (C) 研磨し成膜時に亀裂がなかったものの順で衝撃波圧力は大きくなっていった。このことから, 光ファイバー端面の表面粗さおよび金属薄膜の亀裂が衝撃波圧力に影響を与える可能性が示唆される。その要因として以下の 2 つが考えられる。1 つ目は, 金属薄膜に凹凸および亀裂があることで, 金属薄膜が光ファイバーの主軸方向以外の種々の方向へと変形し, 放出される衝撃波が拡散あるいは相互干渉することで, 圧力が減衰したということである。二つ目は, 金属薄膜がきれいである場合と比較して, 凹凸がある場合には, 金属薄膜の変形が微小になり, 発生した衝撃波圧力が元々小さかったという可能性である。実際には, これらの要因の相互影響により, 光ファイバー端面の表面粗さおよび金属薄膜の亀裂があることで衝撃波圧力は小さくなったと考えられる。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕(計0件).

〔学会発表〕(計1件)

1. 野口大樹, 植田雅人, 中村匡徳, 澁谷秀雄, 池野順一, 平原裕行, "光ファイバーを用いたレーザ誘起水中衝撃波の発生試験", 第52回学生員卒業研究発表講演会, 首都大学東京(東京都・八王子市), 講演前刷集 19-20, 2013. 3. 15

〔図書〕(計0件)

〔産業財産権〕

○出願状況(計0件)

名称:  
発明者:  
権利者:  
種類:  
番号:  
出願年月日:  
国内外の別:

○取得状況(計0件)

名称:  
発明者:  
権利者:  
種類:  
番号:  
出願年月日:  
取得年月日:  
国内外の別:

〔その他〕

ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

中村 匡徳 (NAKAMURA, Masanori)  
埼玉大学・理工学研究科・准教授  
研究者番号: 20448046

(2) 研究分担者

澁谷 秀雄 (SHIBUTANI, Hideo)  
久留米工業大学・工学部・准教授  
研究者番号: 80303709

氏原嘉洋 (UJIHARA, Yoshihiro)  
川崎医科大学・医学部・助教  
研究者番号: 80610021

池野 順一 (IKENO, Junichi)  
埼玉大学・工学部・教授

研究者番号: 10184441

(3) 連携研究者

( )

研究者番号: