

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年 4月26日現在

機関番号：16101

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2008～2011

課題番号：20360115

研究課題名（和文） 透明固体基板内部で回転する光駆動マイクロモーターの開発と応用

研究課題名（英文） Development and application of optically-driven micro rotator that rotates inside transparent solid substrate

研究代表者

松尾 繁樹 (MATSUO SHIGEKI)

徳島大学・大学院ソシオテクノサイエンス研究部・准教授

研究者番号：20294720

研究成果の概要（和文）：ガラス基板の内部に、光圧回転体を内包する空洞を作製し、その光圧回転体を光ピンセット技術を用いて非接触回転させることに成功した。この作製に用いた加工技術は、{フェムト秒レーザーパルスの集光照射による局所的な内部改質} + {改質部の選択的エッチング} というもので、透明固体材料内部にマイクロメートルの分解能で除去加工を施すことができる、極めてユニークな技術である。本研究では、この加工技術と回転技術の開発を行った。

研究成果の概要（英文）：We fabricated an optical rotator that is confined in a microcavity inside a glass substrate, and rotated it by a non-contact technique of optical tweezers. The fabrication technique used consists of two steps: {micro modification by focused femtosecond laser pulses} and {selective etching of the modified region}. This is a unique technique that enables us to carry out a removal processing inside transparent solid substrate with a micro-meter resolution. In the present, study we developed such fabrication and rotation techniques.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	5,700,000	1,710,000	7,410,000
2009年度	5,000,000	1,500,000	6,500,000
2010年度	1,900,000	570,000	2,470,000
2011年度	1,600,000	480,000	2,080,000
年度			
総計	14,200,000	4,260,000	18,460,000

研究分野：応用光学

科研費の分科・細目：機械工学 ・ 知能機械学・機械システム

キーワード：マイクロ・ナノデバイス，光ピンセット，マイクロマシン，フェムト秒レーザー加工，エッチング

1. 研究開始当初の背景

集光レーザービームによる微小透明物体の捕捉（光ピンセット，レーザートラッピング）技術は，細胞の操作などに用いることができる優れたマイクロマニピュレーション技術である。光ピンセットの応用の一つに，被捕捉物体の回転がある。被捕捉物体の回転

は，微小領域での流体の攪拌などへの利用が考えられる。被捕捉物体を回転する原理には，角運動量を持つレーザービームの使用，複屈折を持つ被捕捉物体と円（楕円）偏光レーザービームの組み合わせ，被捕捉物体の形状，の三種類がある。このうち三番目の方法は，被捕捉物体の材質に依存せず，普通のレーザ

一ビームで使用できるという利点がある。このような形状は、立体的なマイクロ加工で作製される。1994年に Higurashi らは、半導体加工技術を使ってこのような回転する形状を持つ物体（光圧回転体）を作製し、それが回転することを実証した。

半導体加工技術は、サブマイクロメートルの精度で光圧回転体を大量生産できる。しかし、単体の光圧回転体の作製には適しているものの、それをガラスチップの特定の位置に作り込むなど、システムの中に組み込むことは難しい。

われわれは、フェムト秒レーザーによる材料改質とエッチングとの組み合わせによる透明材料の加工技術の研究に取り組んできた。われわれはこれを「フェムト秒レーザー支援エッチング」と呼んでいる。この技術は、三次元的なマイクロ加工に適しているフェムト秒レーザー加工の一般的な特徴に加えて、ガラスなどの透明材料基板の内部除去加工が可能という特徴を持っている。この加工技術および光ピンセット技術をうまく用いると、例えばガラスチップ中の半閉鎖空間の中に光圧回転体を作製し、回転させるといった、既存の技術では不可能なことが可能になると考え、研究に取り組んだ。

2. 研究の目的

(1) 本研究の核となる加工技術は、{フェムト秒レーザーパルスの集光照射による透明材料内部の局所改質}+{改質部の選択的エッチング}というものである。これに関して以下のことを目指した。

①より多くの材料を加工できるようにすること

②加工精度の向上、より高アスペクト比の加工方法の開発

(2) 回転技術として、実際に光圧回転体を作製すること、より回転効率の高い光圧回転体の形状や回転方法を開発すること

(3) 回転の応用などを研究の目的とした。

3. 研究の方法

(1) 加工に関する基本的な研究方法としては、最初に、フェムト秒レーザーの集光照射により試料基板の内部に線状に改質点を配列する。次に、それを線に垂直な面で切断し、それをエッチングする。改質した部分が選択的にエッチングされれば、改質した線に沿って孔が生じる。改質部のエッチングレートと非改質部のエッチングレートとの比は選択比と呼ばれ、加工を評価する重要なパラメータである。

線状の空洞に加えて、光学回転体の作製には箱状の空洞を作製する必要もあることから、そのような加工も行った。

具体的には、

①サファイアに対する新しい加工技術の開発や、フッ化物結晶の加工などを試みた。

②新しいエッチング装置の構築や、新たなエッチング液の開発を行った。また、エッチングレートの温度依存性について検討した。加えて、エッチングレートの影響する新たなパラメータとして、走査方向依存性について検討した。

(2) 従来は作製が報告されていなかった形状の光圧回転体の作製と、光圧回転体の形状パラメータによる回転効率の変化について研究した。加えて、軸対称偏光と呼ばれる特異な偏光分布を持つレーザー光による回転について検討した。

(3) 回転スピードの壁面からの距離による変化について検討した。

4. 研究成果

(1) ①サファイアは、フェムト秒レーザー支援エッチングによる加工が可能なのは、従来からわかっていた。しかし、この技術を立て的な領域の除去に適用すると、例えば箱状の空間を完全に除去することはできず、エッチング後にスポンジ状の残渣が生じることが明らかになった。そこで、残渣無しで完全に除去するための技術開発を行った。残渣が生じるかどうかは、主に二つのパラメータで決まる。一つはレーザー照射に関するもので、パルスエネルギーやパルスの照射ピッチである。もう一つはエッチングの温度や時間である。前者に関しては、パルスエネルギーを大きく、ピッチを小さくすれば残渣は生じにくくなる。しかし、クラックが生じやすくなるという副作用がある。後者に関しては、エッチングの温度を高く、時間を長くすれば、残渣が生じにくくなる。しかし、試料表面にエッチピットが生じやすくなる。これらのパラメータの調整により、残渣が生じず、しかもクラックやエッチピットが発生しない条件を探索したが、良い結果が得られなかった。

そこで、新たな戦略として、2サイクルで加工することを考えた。これは、最初のサイクルで除去部の最表層だけを照射・エッチングし、次のサイクルでその内部を照射・エッチングするものである。この方法では、比較的強い条件で照射してもクラックが発生しないため、比較的弱い条件でエッチングしても残渣が生じない。これによってサファイア内部の箱状の領域を除去することに成功した。(発表論文(4)(8))

本加工技術は透明材料を加工するものである。フッ化物材料は、紫外から赤外の広い波長領域で透明な材料として知られており、特に紫外領域の光学材料として重要である。フッ化物材料として、空気中で安定なフッ化

カルシウムとフッ化マグネシウムを取り上げた。

これらにフェムト秒レーザーを照射したところ、どちらの材料でも局所的な改質を起すことができた。それらをエッチングしたところ、フッ化カルシウムでは、塩酸・硝酸・リン酸のいずれでも、ある程度選択的なエッチングをすることができた。また、孔の表面付近では、エッチングレートの異方性によると思われる特徴的な形状が見られた。これに対し、化学的に安定なフッ化マグネシウムでは、選択的なエッチングは起こらなかった。

(発表論文(3))

②エッチングを行う際に、その様子をその場観察することは、エッチングを終了するタイミングを決めるため、またエッチングレートを評価するために有効である。そのため、エッチング容器の底面を通して試料を観察する装置を構築した。(発表論文(5))

また、従来のこの加工において、エッチング液としてはフッ酸水溶液が使われていた。しかし、フッ酸は極めて危険な物質であり、できることならば他の材料で代替したいものである。われわれは、ガラスの選択的なエッチングを行うための材料としてエッチング液として水酸化カリウム (KOH) 水溶液が優れていることを見出した。KOH 水溶液でエッチングを行う際には、エッチングレートを高めるために加熱を行うことが重要である。この場合、エッチング容器としては、80℃程度の KOH 水溶液に耐え、かつ底面からの観察を行うために透明な材料である必要がある。この条件を満たす材料として、ポリメチルペンテンを選定した。

KOH 水溶液を使って実際にエッチングを試みたところ、シリカガラスやパイレックスガラスで、選択的なエッチングが起こることが明らかになった。しかも、従来使われていたフッ酸水溶液の単なる代替ではなく、それ以上に選択比の高い加工ができることが明らかになった。(発表論文(5)(6))

これらに加えて、当初の計画にはなかったが、フェムト秒レーザー照射時の精度を向上させる方策の一つとして、フェムト秒レーザーパルスにおけるパルスエネルギーのゆらぎを低減する技術を開発した(発表論文(1))。

(2) 実際に、シリカガラス基板の内部に光学回転体を内包する箱状の空洞を作製すること、そして、その光圧回転体を光ピンセット技術により非接触回転させることに成功した。回転速度は光ピンセットのレーザーパワーにほぼ比例し、最大で約 100 rpm だった。(発表論文(9)) これを発表した論文は、Nature Photonics 誌の Research Highlights 欄で取り上げられるなど、注目を集めた。

最初に作製した光圧回転体は、非対称な十

字型の断面を持つ柱状のもので、羽根型回転体と呼ばれている。このほかに、上下の面が傾斜した形状を持つ物体が、光圧回転体として働くことが提案されていた。われわれは、本加工技術が形状の様々な形状の構造物を作製するのに適していることを生かして、新たな形状 (top-sloped) の光圧回転体を作製した。そして、それを実際に回転させることに成功し、羽根型回転体以上に高速に回転することを示した。(発表論文(7))

光圧回転体を回転させるためのレーザービームとして、軸対象偏光が有効である可能性があると考え、研究を行った。この研究の過程で、軸対象ビームそのものや、それを発生させるための光学素子などを表現し計算する方法として、一様な偏光に対するジョーンズ計算法を拡張することを考えた。そして、拡張した体系における計算法などをまとめ、論文として発表した。そして、実際に軸対象偏光を用いた実験を行った。通常の一様偏光と軸対象偏光とで違いは見られたものの、系統的な変化を観察するには至らなかった。

(発表論文(2))

(3) 本研究の方法で作製する光圧回転体は、比較的狭い空間で回転する。そこで、回転に対して壁面の存在がどのように回転するかを調べた。その結果、壁面に近いと回転が遅くなる傾向が見られた。これは光圧回転体の周囲にある水の粘性の効果だと考えられる。(論文未発表)

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 9 件)

(1) S. Matsuo, L. Yan, J. Si, T. Tomita and S. Hashimoto, Reduction of Pulse-to-Pulse Fluctuation in Laser Pulse Energy using the Optical Kerr Effect, Optics Letters, 掲載決定 (2012 年 5 月掲載予定), 査読有.

(2) S. Matsuo, Matrix calculus for axially symmetric polarized beam, Optics Express, Vol. 19, pp. 12815-12824, 2011, 査読有. DOI: 10.1364/OE.19.012815

(3) S. Matsuo, K. Iwasa, T. Tomita, S. Hashimoto and Tatsuya Okada, Femtosecond Laser-Assisted Etching of Fluoride Crystals, Journal of Laser Micro/Nanoengineering, Vol. 6, pp. 245-248, 2011, 査読有.

DOI: 10.2961/jlmm.2011.03.0014

(4) K. Tokumi, S. Matsuo, S. Kiyama, T. Tomita and S. Hashimoto, Micro Three-dimensional Removal Processing inside Sapphire Substrate, Journal of

Laser Micro/Nanoengineering, Vol. 5, pp. 179-182, 2010, 査読有.

DOI: 10.2961/jlmm.2010.02.0015

(5) S. Matsuo, H. Sumi, S. Kiyama, T. Tomita and S. Hashimoto, Femtosecond laser-assisted etching of Pyrex glass with aqueous solution of KOH, Applied Surface Science, Vol. 255, pp. 9758-9760, 2009, 査読有.

DOI: 10.1016/j.apsusc.2009.04.065

(6) S. Kiyama, S. Matsuo, S. Hashimoto and Y. Morihira, Examination of etching agent and etching mechanism on femtosecond laser microfabrication of channels inside vitreous silica substrates, The Journal of Physical Chemistry C, Vol. 113, pp. 11560-11566, 2009, 査読有.

DOI: 10.1021/jp900915r

(7) S. Kiyama, T. Tomita, S. Matsuo and S. Hashimoto, Laser Fabrication and Manipulation of an Optical Rotator Embedded inside a Transparent Solid Material, Journal of Laser Micro/Nanoengineering, Vol. 4, pp. 18-21, 2009, 査読有.

DOI: 10.2961/jlmm.2009.01.0004

(8) S. Matsuo, K. Tokumi, T. Tomita and S. Hashimoto, Three-Dimensional Residue-Free Volume Removal inside Sapphire by High-Temperature Etching after Irradiation of Femtosecond Laser Pulses, Laser Chemistry, Vol. 2008, pp. 892721-1-892721-4, 2008, 査読有.

DOI: 10.1155/2008/892721

(9) S. Matsuo, S. Kiyama, Y. Shichijo, T. Tomita, S. Hashimoto, Y. Hosokawa and H. Masuhara, Laser microfabrication and rotation of ship-in-a-bottle optical rotators, Applied Physics Letters, Vol. 93, pp. 051107-1-051107-3, 2008, 査読有.

DOI: 10.1063/1.2967872

[学会発表] (計 21 件)

(1) S. Matsuo, Optical rotator inside glass substrate fabricated by femtosecond laser processing, ISOT2011 International Symposium on Optomechatronic Technologies, 2011.11.2, 香港中文大学 (香港). (招待講演)

(2) S. Matsuo, Femtosecond laser-assisted micro removal processing inside transparent solids, The 7th Asia-Pacific Laser Symposium, 2010.5.12, Seogwipo KAL Hotel (韓国済州島). (招待講演)

(3) S. Matsuo, Laser Internal Modification Plus Wet Etching for Micro-structuring Crystalline and Glassy Materials, The 28th

International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics, 2009.11.3, Hilton in Walt Disney World Resort (Orlando, U.S.A.). (招待講演)

(4) S. Matsuo et al., Micro three-dimensional removal processing inside sapphire substrate, The 5th International Congress on Laser Advanced Materials Processing, 2009.6.30, 神戸コンベンションセンター (神戸市).

[産業財産権]

○出願状況 (計 2 件)

名称: レーザー光束制御装置及びレーザー光束エネルギー安定化装置

発明者: 松尾繁樹

権利者: 徳島大学

種類: 特許

番号: 特願 2010-203367

出願年月日: 2010.9.10

国内外の別: 国内

名称: レーザー光束制御装置、レーザー光束エネルギー安定化装置、レーザー光束制御方法、及びレーザー光束エネルギー安定化方法

発明者: 松尾繁樹

権利者: 徳島大学

種類: 特許

番号: PCT/JP2011/070044

出願年月日: 2011.9.2

国内外の別: 国外

[その他]

ホームページ等

http://www.eco.tokushima-u.ac.jp/al/matsuos/matsuos_j.html

研究紹介記事の掲載

Nature Photonics, Vol. 2, p. 590, 2008.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

松尾 繁樹 (MATSUO SHIGEKI)

徳島大学・大学院ソシオテクノサイエンス

研究部・准教授

研究者番号: 20294720

(2) 研究分担者

()

研究者番号:

(3) 連携研究者

()

研究者番号: