

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 29 年 6 月 19 日現在

機関番号：13102

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2015～2016

課題番号：15K13828

研究課題名(和文) プラズモニックプローブによるナノ領域での超音波パルスエコー計測の実現

研究課題名(英文) Realization of Ultrasonic Pulse-Echo Measurement at Nano-Scale Region Taking Advantage of Plasmonic Probe

研究代表者

松谷 巖 (Matsuya, Iwao)

長岡技術科学大学・工学研究科・助教

研究者番号：00514465

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)：レーザ超音波法は光の回折限界によって空間分解能の限界がある。レーザ超音波法における分解能向上を目的として、近接場光を利用した超音波センサの開発に取り組んだ。本研究では、近接場光による超音波振動の検出に関する検討を行った。まず、原子間力顕微鏡(AFM)を用いて散乱型近接場光顕微鏡(SNOM)を構築した。そしてSNOMを用いて、試料表面が超音波振動している際の近接場光の散乱光強度を計測した。その検出信号を周波数解析し、検出信号と超音波振動との中心周波数が一致することを示した。これらの検討を通じて、近接場光による超音波の検出が可能であることを示した。

研究成果の概要(英文)：Laser ultrasonic technique is an excellent method as a non-contact and nondestructive evaluation for materials. However, being applied to the extremely small region of material, this method is limited by the diffraction limitation of irradiated pulsed laser. In this research, the method detecting ultrasound utilizing near-field light is presented. Near-field light is a non-propagating light that exists the region less than 1  $\mu\text{m}$ . Scanning near-field optical microscope (SNOM) is developed by modifying atomic force microscope (AFM). The ultrasound on the surface of the sample is detected by the scattered near-field light whose intensity is related to the distance between the sample surface and the probe tip. SNOM images under ultrasonic vibration are obtained and the deference of images is observed according to the intensity of the ultrasound. These results indicate the feasibility of detecting ultrasound using near-field light.

研究分野：計測工学

キーワード：レーザ超音波 近接場光 近接場光顕微鏡 SNOM

### 1. 研究開始当初の背景

レーザ超音波法はパルスレーザを物体表面に照射して超音波を励起し、それをレーザ干渉計などで検出する非接触の超音波計測法であり、表面き裂や複合積層材料の層間剥離などの欠陥検知に応用されている優れた手法である。しかしながら、照射するパルスレーザやレーザ干渉計のスポット径は光の回折限界によって原理的に波長以下の極小領域に超音波の励起または検出ができないのが実状である。このような光技術の限界を打破するために、近年では近接場光を利用したナノフォトニクスという技術が急速に進展している。

光の波長より小さい物体に光を照射すると、その物体の直径程度の領域に、指数関数的に減衰して非伝播の近接場光が生じる。近接場光は、光の回折限界を超えた極小領域に光を照射できる技術として注目を集めている。近接場光がプラズモン共鳴の条件を満たすとき、その電界強度は入射光と比較して数十倍も増強される。2000年以降にこの原理を利用したプラズモニックプローブが複数提案されており、空間分解能数十 nm での超音波振動の検出が可能になってきた。最近では、回折格子を備えたプローブにレーザを照射して、表面プラズモンがプローブ先端に移動して近接場を形成することを利用した超音波検出プローブが報告されている。このような技術は世界的な競争によって急激に進歩してきたが、AFMの傍流技術としての側面が強いため、超音波の「検出」に主眼が置かれており、超音波の「発生」に関する視点が欠落していた。このため近接場光の応用分野では、超音波の発生と検出を同一箇所で行う必要がある、超音波パルスエコーセンサを具現化できていない。そこで本研究では、光の回折限界よりも高分解能な超音波センシング技術の確立を目的として、近接場光を利用した超音波センサの開発を行う。

### 2. 研究の目的

本研究では、近接場光による超音波の検出に関する検討をおこなう。まず、原子間力顕微鏡 (AFM: Atomic Force Microscope) を利用した近接場光顕微鏡 (SNOM: Scanning Near-field Optical Microscope) を構築する。次に SNOM を利用して、近接場光の散乱光強度に対するプローブ - 試料間距離の依存性について調査する。そして、AFM 像と SNOM 像の超音波振動による変化を示す。これらの検討を通じて、近接場光による超音波検出の実行可能性について評価する。

### 3. 研究の方法

#### (1) 近接場光顕微鏡の構築

近接場光による超音波振動の検出のために、市販の AFM (Nanocute、日立ハイテクサイエンス社製) に光学部品を付加して SNOM を構築した。図 1 に装置の構成を示す。この装置

は、共振周波数 = 約 400 kHz で振動する先端半径が 20 nm 以下の先鋭な Si 製のプローブ (PRC-DF40P、日立ハイテクサイエンス社製) を有し、2 次元的に走査することで AFM 像と SNOM 像を同時に取得できる。波長 408 nm の半導体レーザ (TC20-4030-4.5/15、NEOARK 社製) をプローブ先端に照射し、近接場光を発生させる。すると、プローブと試料の相互作用により散乱光が発生するので、光電子増倍管 (PMT: Photo-Multiplier Tube) でその強度を検出する。背景光の影響を排除するため、検出信号は周波数 2、3 または 4 で同期検波する。2 次元的な走査は試料下部の XYZ スキャナで行う。このとき、本装置の PMT で検出される近接場光による散乱光は、式 (1) として、散乱光の電場  $E_s$  とプローブ - 試料間距離  $d$  との関係で表される (6) (7)。

$$E_s \approx (1 + \beta) \frac{\alpha}{1 - \alpha\beta/16\pi(a+d)^3} E_i \quad (1)$$

ここで、 $E_i$  は入射光の電場、 $\beta$  はプローブの分極率、 $\alpha$  は試料の静電反射係数、 $a$  はプローブ先端の半径である。図 2 にプローブ - 試料間の距離によって散乱光強度が変化する様子を示す。この関係から、プローブ - 試料間距離の変化である超音波振動を、散乱光強度の変化として検知することができる。

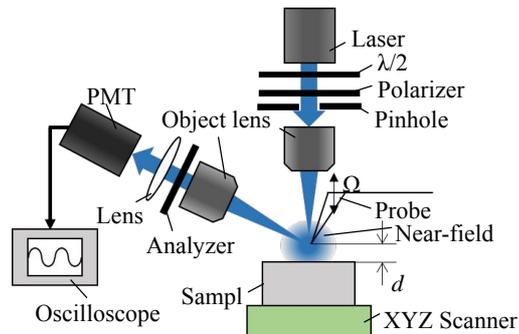


図 1 近接場光顕微鏡の構成

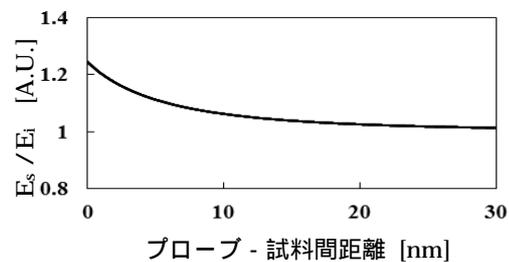


図 2 近接場光の散乱光強度

#### (2) 近接場光の散乱光強度の変化

SNOM を利用して、試料表面の形状を観察する。まず、試料によって散乱した近接場光を SNOM 信号として PMT で計測する。次に、検出した SNOM 信号を PC での処理として、信号強度の高低差でマッピングを行い、SNOM 像を得る。このとき、プローブは試料表面に接触す

るようにZ方向に共振周波数約400kHzで振動している。また、プローブはX-Y平面に沿って2次元的な走査をさせている。これと同時に、AFMの機能による試料表面形状の計測を行う。そして、そのAFM像とSNOM像での試料表面の形状を比較し、試料表面の凹凸によって近接場光の強度が変化することを確認する。

### (3) SNOMによる超音波振動の検出

試料表面を超音波振動させ、そのときの近接場光の散乱光強度の時間変化をSNOMで計測する。図3に実験セットアップを示す。試料表面を超音波振動させるために、超音波探触子を試料裏側に配置する。ここでは、試料は厚さ2.5mmのアルミニウム合金、探触子は中心周波数5MHzの縦波のものを用いている。超音波振動する試料によって散乱した近接場光はPMTで検出を行い、オシロスコープを用いて、その信号の時間による変化の観察し、検出信号の周波数解析を行う。このとき、プローブは試料表面に接触するようにZ方向に共振周波数約400kHzで振動しているが、X-Y方向の位置は固定したまま計測を行う。また、超音波の打ち出し周波数は、超音波発生器による制約から、プローブの共振周波数の100分の1の値である約4kHzとしている。さらに実験では、プローブが試料に近づいたときに超音波が試料表面に到達するように、信号遅延回路を用いて超音波を励起する時間の調整を行う。試料表面の超音波振動の周波数成分を調査するために、参照としてレーザ干渉計を用いて試料表面の振動変位の計測を行い、SNOMによる結果と比較する。まず、試料の裏側に超音波探触子を配置し、レーザ干渉計のレーザを試料表面に照射して変位計測を行う。このとき、超音波探触子にはSNOMによる計測のときと同じものを用いる。そして、計測した変位信号を周波数解析し、SNOMによる測定結果と周波数成分が一致することを確認する。

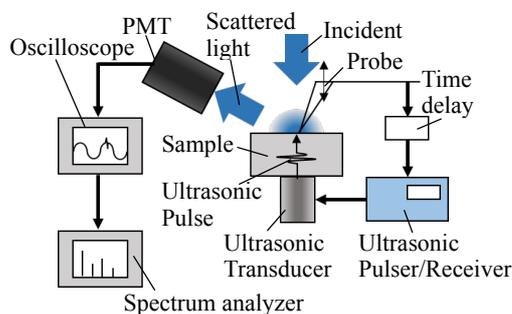


図3 実験セットアップ

## 4. 研究成果

### (1) 近接場光の散乱光強度の変化

図4(a)にAFMで測定した形状像と、図4(b)にそれと同一箇所のSNOM像を示す。また、第4図には第3図各画像の点線で示した箇所における試料表面のラインプロファイル

を示す。ここで、第4図の黒色の実線はAFMによる測定結果で縦軸は左側の高さであり、灰色の実線はSNOMによる測定結果で縦軸は右側のSNOM信号である。図4(a)、(b)の比較から、AFM像下側で見られる斜め右下方向の傷がSNOM像でも確認できた。図5では、AFMによる表面形状とSNOMによる表面形状が位置0.4μm付近で凹となっており、類似したAFM像とSNOM像を得られた。SNOM信号は近接場光の散乱光強度を意味しており、試料形状が凸のとき信号強度は強くなり、形状が凹の場合は信号強度が弱くなっている。このことから、試料表面の高低差によって、近接場光の散乱光強度の変化を計測可能であることを確認できた。

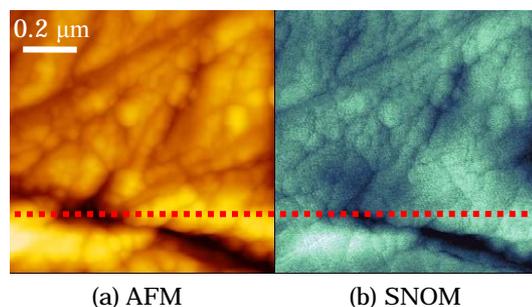


図4 AFMとSNOMによる試料表面の形状像

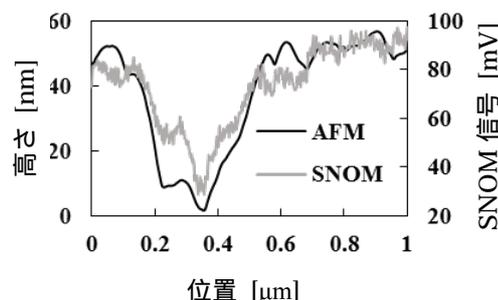


図5 図4点線部のラインプロファイル

### (2) SNOMによる超音波振動の検出

図6(a)に試料表面が超音波振動しているときに測定したSNOM信号の時間変化を示す。図6(b)にレーザ干渉計で計測したときの超音波振動による試料表面の変位を示す。図7(a)にSNOM信号の時間変化を時間間隔0.4μsecのグレーで示した範囲において、周波数解析を行ったときの結果を示す。同様にして、図7(b)にレーザ干渉計で計測した変位の周波数解析を行ったときの結果を示す。図6(a)では、約2.5μsecの周期でSNOM信号の強度が強くなっていた。これは、プローブ-試料間距離dがプローブの振動400kHzで変化しており、式(1)の関係からSNOM信号の強度が変化しているためである。次に、図7(a)、(b)では、周波数スペクトルのピークがどちらも約3.5MHzとほぼ一致した。このことからSNOM信号には超音波振動が含まれていると考えられる。この結果から、近接場

光による超音波振動の検出が可能であることが示唆された。しかし、図6(a)には、超音波振動による SNOM 信号の強度変化の他に背景光と思われる影響によるノイズが現れている。ここで背景光には、プローブや試料によるレーザの散乱光が考えられる。今後は、背景光の影響を排して検証実験を続け、超音波振動の実時間波形の取得を試みる。

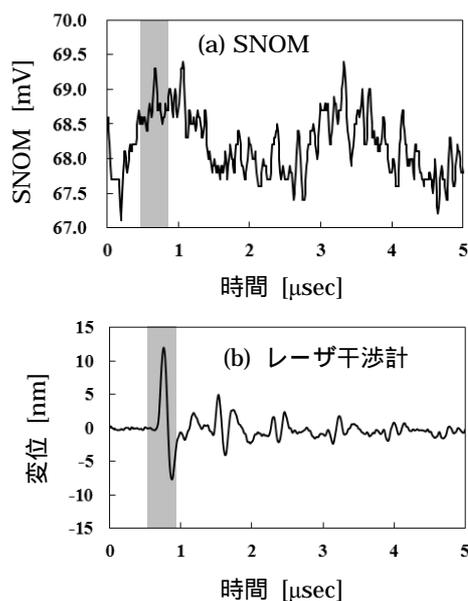


図6 SNOMによる超音波振動の計測

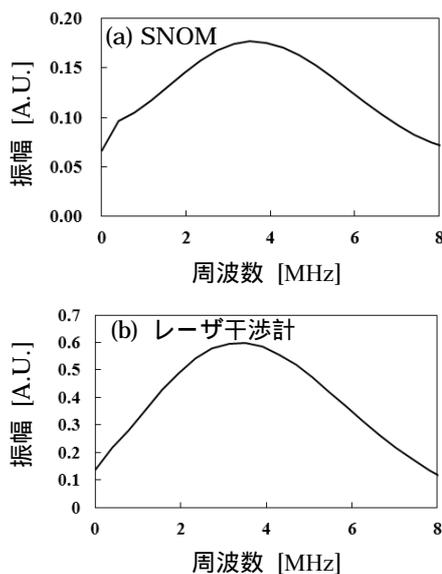


図7 超音波振動の周波数スペクトル

### (3) まとめ

光の回折限界以下の極小領域における超音波センシングの実現を目的として、AFMを元にSNOMを構築し、近接場光による超音波振動の検出に関する検討を行った。まず初めに、プローブを試料表面に沿って2次元的に走査することでAFM像とSNOM像を取得することで、試料の高低差によって近接場光の散

乱光強度が変化することが確認できた。また、試料形状が凸のときでは散乱光強度は強くなり、形状が凹の場合は散乱光強度が弱くなることがわかった。そして、試料表面が超音波振動しているときにSNOM信号を測定し、その信号の周波数解析を行った。その結果、SNOM信号の中心周波数と超音波の中心周波数がほぼ一致した。これらの結果から、SNOMによって超音波振動の検出が可能であることが示された。

### 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計16件)

Yongfu Cai, Katsuji Nakagawa, Hiroshi Kikuchi, Naoki Shimidzu and Takayuki Ishibashi, Optimization of Aperture Antenna with V-groove Structures to Improve Intensity of Nanosized Circularly Polarized Light, Journal of Nanoscience and Nanotechnology 17, pp.1970-1974 (2017) 査読有

A. Ide, T. Wakamatsu, I. Ihara, and M. Kanari, Mechanical Properties of Copper Phthalocyanine Thin Films Densified by Cold and Warm Isostatic Press Processes, Molecular Crystal and Liquid Crystal, accepted (2017) 査読有

Muhammad Nur Farhan SANIMAN and Ikuo IHARA, Feasibility Study on Characterization of Non-Gaussian Rough Surface by Ultrasonic Reflection Method with the Kirchhoff Theory, Mechanical Engineering Journal, Vol.3, No.6, (Paper No.16-00162) pp.1-13(2016), DOI:10.1299/mej.16-00162 査読有

Farhana MOHD FOUZDI and Ikuo IHARA, Numerical study on optimum design of a clad waveguide for ultrasonic pulse-echo measurements with high signal-to-noise ratio, Mechanical Engineering Letters, Vol.2, No.15-00727(2016), DOI: 10.1299/mel.15-00727 査読有

高橋 学、井原 郁夫、横ブレ2m以内で80m離れた場所でも狙い撃ち!、スピーカ50個搭載キット発動! 超音波の指向性実験、トラ技ジュニア、第28号、pp.24-27, 2017, 査読無

松谷巖、井原郁夫、構造ヘルスマモニタリングのための超音波横変位センサ、非破壊検査、Vol.65, No.12, pp.616-620, 2016, 査読無

井原郁夫、超音波による非接触センシング

とその応用、機械の研究、Vol.68、No.10、  
pp.831-842、2016。査読無

Iwao Matsuya, Fumiya Matsumoto, and Ikuo Ihara, Ultrasonic Lateral Displacement Sensor for Health Monitoring in Seismically Isolated Buildings, Sensors, 15 巻, 7 号, pp.17000-17012, 2015。査読有

Soushi Ikeda, Yongfu Cai, Qianwen Meng, Taichi Yokoyama, Kenji Shinozaki, Takayuki Komatsu and Takayuki Ishibashi, Imaging of Localized Surface Plasmon by Apertureless Scanning Near-Field Optical Microscopy, Sensors and Materials, Vol. 27, No. 10 (2015) pp.985-991。査読有

Takayuki Ishibashi and Yongfu Cai, Polarization Properties in Apertureless-Type Scanning Near-Field Optical Microscopy, Nanoscale Research Letters 2015, 10:375 (2015) 査読有

Yongfu Cai, Soushi Ikeda, Katsuji Nakagawa, Hiroshi Kikuchi, Naoki Shimidzu, and Takayuki Ishibashi, Strong Enhancement of Nano-sized Circularly Polarized Light using an Aperture Antenna with V-groove Structures, Optics Letters, Vol.40, Issue 7, pp.1298-1301 (2015) 査読有

徐晨艷、井原郁夫、集束空気超音波を用いた回折ラム波測定によるスポット溶接ナゲット径の非接触評価、日本機械学会論文集、Vol.81, No.827, No.15-00107 (pp.1-15), 2015 [DOI: 10.1299/transjsme.15-00107] 査読有

金成守康、寺田有汰、長野陽平、若松孝、井原郁夫、等方加熱処理により高密度化された Alq3 低分子有機半導体薄膜の力学的性質、材料試験技術、Vol.60、No.2 (2015.4) pp.84-92。査読無

井原郁夫、青木真悟、摩擦面温度の in-situ 超音波モニタリング、超音波 TECHNQ、Vol.28, No.2, pp.44-48, 2016。査読無

井原郁夫、伊福悠伍、高橋学、超音波法による加熱材料内部の温度分布のリアルタイムモニタリング、ケミカルエンジニアリング、Vol.60、No.9、pp.48-53、2015。査読無

井原郁夫、高温物体の超音波センシングとその展望、非破壊検査、Vol.64, No.2、

pp.48-55、2015、査読無

[学会発表](計16件)

I. Matsuya, H. Yamada, Y. Baba, T. Ishibashi, and I. Ihara, Detecting Ultrasound using Scanning Near-Field Optical Microscope, 6th JSME/ASME International Conference on Material and Processing (ICM&P2017), Los Angeles, California, USA, 2017年6月6日

Masanori Abe, Ikuo Ihara, Molten Polymer Monitoring during Solidification by Ultrasonic Pulse-echo Method using Polygonal Buffer Rod, The 5th JSME/ASME International Conference on Materials and Processing (ICM&P2017), June 4-8, 2017, Los Angeles, California, USA

M. Abe and I. Ihara, Application of an Effective Ultrasonic Buffer Rod Probe to Molten Polymer Monitoring, International Conference of Science of Technology Innovation 2017 (STI-Gigaku 2017), Abstract book, STI-9-67, p.127, Nagaoka, Japan, January 5-7, 2017.

Muhammad Nur Farhan Saniman and Ikuo Ihara, Fundamental Study on Ultrasonic Quantitative Topography of Non-Gaussian Rough Surfaces, e-Book Proceedings of The 5th International GIGAKU Conference in Nagaoka (IGCN 2016) p.12, October 6-7, 2016, Nagaoka, Japan.

Guo Qianhui and Ikuo Ihara, Application of Ultrasonic Pulse Echo Method to Thawing Process Monitoring of a Frozen Meat, Proc. The 10th Asia-Pacific Conference on Fracture and Strength (APCFS2016), pp.213-214, Toyama, Japan, September 19-22, 2016.

I. Matsuya, T. Saito, T. Kuwahara, M. Kondo, K. Ohnuma, and I. Ihara, Measuring Thickness and Ultrasound Velocity of Thin Film by Means of Acoustic Resonant Spectroscopy, Asia-Pacific Conference on Fracture and Strength (APCFS 2016), 富山市、2016年9月20日

Yongfu Cai, and Takayuki Ishibashi, Apertureless probe with V-groove structures for nanosized circularly polarized light, The 14th International Conference of Near-Field Optics, Nanophotonics and Related Techniques

(NFO-14), September 4-8, 2016, Hamamatsu. 2016年9月6日

A. Ide, T. Wakamatsu, I. Ihara, and M. Kanari, Mechanical Properties of Copper Phthalocyanine Thin Films Densified by Cold and Warm Isostatic Press, Processes, KJF International Conference on Organic Materials for Electronics and Photonics 2016, (KJF-ICOMEF 2016), Fukuoka, Japan, September 4-7, 2016.

Ikuo Ihara, Shingo Isobe, Yudai Honma, Iwao Matsuya, and Yuya Ichige, In situ Noninvasive Ultrasonic Measurement of Heat Flux through a Heated Solid Surface Abstract book of 5th International Symposium on Laser Ultrasonics & Advanced Sensing (LU2016), p.22, July 4-8th, 2016, Linz, Austria.

I. Ihara, A. Kosugi, S. Isobe, and I. Matsuya, Simultaneous measurement of temperature and heat flux using ultrasound, 9th International Conference on Sensing Technology, Auckland, New Zealand, 2015年12月8日~10日

Y. Cai, K. Nakagawa, H. Kikuchi, N. Shimidzu, and T. Ishibashi, Fabrication and characterization of the aperture antenna with V-groove structures to generate nanosized circularly polarized light, Mo-01-04, MORIS, Nov. 20 - Dec. 2, 2015, Penang, Malaysia.

I. Ihara, S. Isobe, A. Kosugi, Y. Honma, I. Matsuya, and Y. Ichige, Quantitative evaluation of transient heat flux through solid surface by ultrasonic thermometry, The 36th Symposium on Ultrasonic Electronics, Tsukuba, 2015年11月5日~7日

I. Matsuya, T. Saito, K. Ohnuma, T. Kuwahara, M. Kondo, and I. Ihara, Simultaneous Determinations of the Ultrasonic Velocity and Thickness of Thin Films by a Combined Method of Acoustic Resonant Spectroscopy and Pulse-echo Measurement, 4th International Symposium on Laser Ultrasonic and Advanced Sensing, Evanston, IL, USA, 2015年7月1日

A. Kosugi, I. Ihara, I. Matsuya, and S. Shinoda, Laser Ultrasonic Thermometry for Measuring Internal Temperature

Profiles near Heating Surface by Reflected Waves at Oblique Incidence, 4th International Symposium on Laser Ultrasonic and Advanced Sensing, 2015年6月29日

T. Ishibashi, Y. Cai, S. Ikeda, Polarization properties in aperture-less type scanning near field optical microscopy, B17 (April 26), EMN meeting on optoelectronics, April 24-27, 2015, Beijing, China. (招待講演)

Y. Cai, K. Nakagawa, H. Kikuchi, N. Shimidzu, and T. Ishibashi, Optimization of Aperture Antenna with V-groove structures to improve the Intensity of Nano-sized Circularly Polarized Light, P01 (April 25) EMN meeting on optoelectronics, April 24-27, 2015, Beijing, China.

〔その他〕

井原郁夫研究室ホームページ

<http://mcweb.nagaokaut.ac.jp/~ihara/>

長岡技術科学大学研究者総覧

<http://souran.nagaokaut.ac.jp/view?l=ja&u=100000161>

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

松谷 巖 (MATSUYA, Iwao)

長岡技術科学大学・工学研究科・助教

研究者番号：00514465

### (3) 連携研究者

井原 郁夫 (IHARA, Ikuo)

長岡技術科学大学・工学研究科・教授

研究者番号：80203280

石橋 隆幸 (ISHIBASHI, Takayuki)

長岡技術科学大学・工学研究科・教授

研究者番号：20272635