

フェムト秒短パルスレーザー加工を用いた

石英光ファイバへの機能埋め込み

2015年3月

合谷 賢治

## 目次

### 第1章 序論

1-1 フェムト秒レーザ加工とその産業応用	1
1-2 レーザ加工による微細加工	5
1-3 本論文の目的	7
1-4 本論文の構成	8
1-5 参考文献	9

### 第2章 フェムト秒レーザ加工とその応用

2-1 諸言	12
2-2 熱的非平衡状態による非熱的加工	12
2-3 非線形光学現象	17
2-3-1 非線形分極	
2-3-2 非線形屈折率効果	
2-4 非線形イオン化	20
2-4-1 多光子吸収	
2-4-2 アバランシェ過程	
2-4-3 トンネルイオン化	
2-4-4 ケルディッシュモデル	
2-5 内部加工	26
2-6 穿孔加工	30
2-7 結言	31
2-8 参考文献	32

### 第3章 レーザ加工システムの構築

3-1 諸言	35
3-2 光ファイバ用加工・観察システム	35
3-3 コリメート光学系	40
3-4 観察システム及び光ファイバ用移動ステージ	46
3-5 結言	48
3-6 参考文献	48

### 第4章 空洞化領域の配列による方向検知機能の付加

4-1 諸言	49
4-2 光ファイバグレーティングセンサ	49
4-3 光ファイバ屈曲センサ	53

4-4	方向検知光ファイバセンサの作製	54
4-4-1	空洞化領域の作製	
4-4-2	空洞化領域の配列	
4-4-3	測定実験	
4-5	結言	68
4-6	参考文献	69
<b>第5章 穿孔加工による光ファイバ分光センサ</b>		
5-1	諸言	71
5-2	光ファイバへの穿孔加工	71
5-3	近紫外フェムト秒レーザーによる深孔加工	77
5-4	屈折率変化に対するセンサ応答	81
5-5	蛍光色素を用いた吸収スペクトルの観察	85
5-6	結言	99
5-7	参考文献	100
<b>第6章 結論</b>		
		103
<b>謝辞</b>		
		105
<b>研究成果</b>		
		107

---

---

# 1 章 序論

---

---

## 1-1 フェムト秒レーザー加工とその産業応用

レーザー加工技術は、光源技術の進歩、加工原理の解明、そして新たな改質現象が見出される中で、研究や産業応用において、その活躍の場を多岐に広げている。レーザー加工を用いる利点は、被加工材料に非接触で局所的に入熱ができるため、加工応力による歪や変質が小さいことと、電氣的・光学的な制御だけで容易に加工形状や大きさが調節可能であることである。さらに、近年では、増幅器として光ファイバを用いたファイバレーザーの実用化により、メンテナンス性に優れ、ランニングコストの良いレーザーが提供されている。レーザー加工技術は、①除去、②接合、③表面改質、④成形に大別され、具体的な用途として①は穴あけ、研磨、切断、スクライビング、トリミング、マーキングなどがあり、②では、溶接やろう接、③は、蒸着、アニーリング、クラディングなどがあげられる。④は、レーザー曲げ加工やアディティブマニュファクチャリング（AM：Additive Manufacturing）の一部と位置づけられる。これらのどのレーザー加工においても、レーザー照射による照射部の温度上昇の程度と過程が重要である。レーザー光を材料に集光したとき、物理的・化学的な過程が照射領域で誘起され、レーザーエネルギーが熱エネルギーに変換されるが、これが加工の前駆過程となる。この前駆過程の程度やメカニズムは、被加工材料の物性に依存するのは

もちろんのこと、使用するレーザの種類にも大きく左右される。そして、どのような材料とレーザの組み合わせであろうとも、必ず誘起される過程が熱の発生である。連続発振 (CW : continuous wave) 型のレーザの場合、材料に対して連続的に光エネルギーが供給され、電子が基底状態から励起状態へ遷移した後に、無放射緩和により照射部の温度上昇が起こる。レーザの出力が高ければ、照射部の熔融や蒸発、熱分解などの顕著な熱効果が誘起され、対象部位を改質させることができる。一方で、パルス発振型レーザについては、パルス幅がマイクロ秒～サブマイクロ秒領域のレーザの場合に、CW 発振の場合と定性的には同様の理由で無放射緩和による熱的過程が支配的となる。熱的過程において、吸収されたレーザ光のエネルギーが熱に変換され、材料が発熱し、周囲へ熱伝導しながら加熱され相変態を起こす。光の強度と作用時間が十分である場合には材料の沸点まで達し、熔融による液相状態を経て加工が完了する。パルス幅がナノ秒やサブピコ秒の場合、熱的過程と光化学的過程が拮抗するようになり、材料のバンドギャップに対するレーザ波長の違いによる効果が顕著に現れるようになる[1]。波長の違いによるエネルギーの吸収過程は大別すると2つある。一つは、赤外光 (1~10 $\mu\text{m}$ ) 照射により、分子を構成する原子どうしの核間距離を変化させて振動状態を活発にする振動励起であり、これが熱的過程である。もう一つは光化学的過程と呼ばれ、紫外光 (<400nm) 照射により、光解離や電子励起による原子・分子バンドの直接的な結合切断が起こる。これらの過程が複雑に絡み合って起こる物質の噴出と除去を総体としてアブレーション加工[2]と呼ばれる。パルス幅がさらに短くなり、フェムト秒領域になると、材料の衝突緩和時間 (ピコ秒程度) に比べ、フェムト秒レーザのパルス幅が十分に短いため、熱

的非平衡状態と呼ばれる電子とイオンの 2 温度状態が作り出される。フェムト秒パルス の 時間内においては電子のみが励起され、定常状態のイオンよりも遙かに高温状態となる（熱的非平衡状態）。この状態を経て、励起された電子から定常状態のイオンへの急速なエネルギー緩和 ( $10^9\text{K/s}$ ) が起こるため、加工部周囲への熱拡散を抑制することが可能となる。フェムト秒レーザを用いた非熱的加工において、レーザ照射領域周辺の熱影響による不均一な溶融部が極限まで抑制されるため、加工目的の局所的な領域のみを空間選択的に改質することができる。また、フェムト秒レーザは非常に短い時間内に光を閉じ込められるため、超高強度電場を容易に誘起させることができ、多光子吸収と呼ばれる非線形光学現象を容易に誘起する。例えば、可視光のレーザ波長においては、一光子過程では吸収がほとんど生じないガラスのような透明材料の加工においても、この多光子過程を経てレーザエネルギーを被加工対象に吸収させることができる。この効果により、誘電体などバンドギャップが大きい材料においても改質をすることができ、照射条件を調節し集光レンズを用いれば、内部のみの改質が実現される。

Fig.1-1 にパルス幅の違いによる熱溶融層の違いを観察した結果[3]を示す。このような特徴を有するフェムト秒レーザ加工は、難加工材料と呼ばれる材料の物理的特性や大きさに起因した加工が困難な材料の加工方法として非常に有効である。難加工材料の具体例として、前者はダイヤモンドのように硬度の高い鉍物やセラミックスやガラスのような脆性材料、または、光ファイバや薄膜材料のように微小材料が後者にあげられる。フェムト秒レーザを利用した場合、前者の難加工材料に対しても比較的容易に加工することが可能であるため、そ

の実施例は後を絶たない[4-11]. 一方で微小材料への加工は, その加工特性や構造の書込みといった研究が多くを占めており, 付加価値の高い構造を作製するなど活発な報告がなされている[12-16].

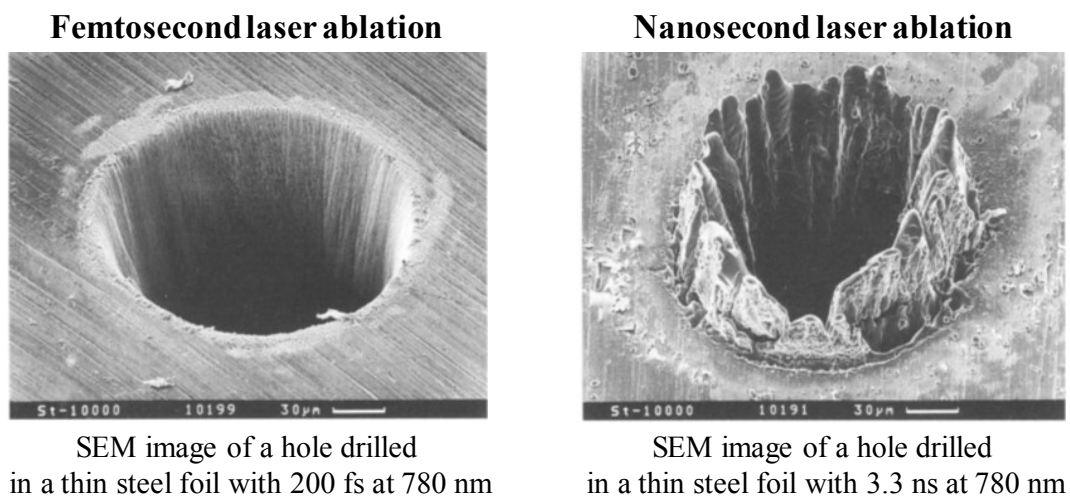


Fig. 1-1 Comparative examples of the use of femtosecond laser irradiation (left) versus nanosecond laser irradiation (right) when drilling in stainless steel [3].

## 1-2 レーザ加工による微細加工

本節では、光ファイバの材料である石英ガラスの最適な加工方法の提案を目的として、非熱的なレーザアブレーションについて焦点を当てて議論する。レーザアブレーションによって材料を精密に加工するためには、被加工材料がレーザ光に対して十分な吸収係数 ( $10^5 \text{cm}^{-1}$  以上[17]) をもつことと、加工部周辺への熱影響を抑制することが重要である。この条件においては、フェムト秒レーザ加工だけでなく、DUV [deep ultraviolet : 深紫外 ( $\lambda = 200\text{-}300 \text{ nm}$  程度)] や、特に VUV [vacuum ultraviolet : 真空紫外 ( $\lambda < 200 \text{ nm}$ )] レーザを加工用光源として用いることが期待できる。より波長の短い VUV レーザの代表例として、 $\text{F}_2$  レーザ ( $\lambda = 146 \text{ nm}$ ) や  $\text{Kr}_2$  エキシマレーザ ( $\lambda = 146 \text{ nm}$ )、 $\text{ArKr}$  エキシマレーザ ( $\lambda = 135 \text{ nm}$ )、 $\text{Ar}_2$  エキシマレーザ ( $\lambda = 126 \text{ nm}$ ) などがあげられる。VUV レーザは波長が非常に短く光子エネルギーが大きいため、ほとんどの材料に対して大きな吸収率を持つ。光子エネルギーが大きい場合 (例えば、 $\text{F}_2$  レーザが  $7.9 \text{ eV}$ )、レーザエネルギーのほとんどが材料表面のごく薄い領域で吸収されるため加工深さの分解能の制御がしやすく、光解離により分子バンドが切断され、低分子化と共にクーロン爆発により照射領域が吹き飛ばされる。この際に無放射緩和に寄与するエネルギーが少ないため、微細な加工に向いているといえる。この吸収は 1 光子過程であるが、それによる電子励起が高品質加工を行う上で重要である。それは、石英ガラスに対する  $\text{F}_2$  レーザを用いたアブレーションによる有効吸収係数は、 $2.4 \times 10^5 \text{cm}^{-1}$ [17] が得られており、石英ガラスのような誘電体に対する表面の除去加工においては、熱影響は認められるものの、フェムト秒レーザよりも面精度は優れていると言える。これはフェムト秒レーザ加工で



はエネルギーの吸収が多光子吸収による非線形過程であるため、微視的にみると吸収が不均一であることと、同様に、吸収係数がレーザー強度に大きく依存するため、レーザー光の空間強度分布が顕著に加工形状に反映されることであると推察される。しかし、 $F_2$  レーザのように大きな吸収係数のとき、エネルギーのほとんどは表面の極浅い部分で吸収されてしまうため、加工領域を深さ方向に走査するようなアスペクト比の高い加工には適さない。また、同様の理由から内部のみの局所的な加工をする場合、 $F_2$  レーザの 1 光子過程では困難である。

以上の石英ガラスの加工における VUV レーザとフェムト秒レーザーの比較結果をまとめると、表面のみの改質には  $F_2$  レーザが優位であり、熱伝導率の高い材料や、内部加工及び孔加工に関してはフェムト秒レーザーが適していると言える。

### 1-3 本論文の目的

光ファイバ導波路は光信号のままで安定的に光伝送できる優れた導波路であり、その特徴からセンシングエレメントとして、幅広い分野での応用が試みられている。その導波路に対して様々な応用加工が可能なフェムト秒レーザーによるセンシング機能の付加をすることは、光ファイバセンシング技術の発展に大きく寄与するものである。

本研究は、フェムト秒レーザー加工を利用した光ファイバの機能付加について実験の行い、センシング原理の探求だけでなく、適した作製方法や照射条件についても検討する。光ファイバのセンサ機能化においては、当然ではあるが光ファイバの導波路に対する改質または、構造そのものを変化させることが必要であるため、1.2 においての結論から、光ファイバ導波路の加工方法として内部加工と穿孔加工の 2 種類を用いて行う。加工実験では、フェムト秒レーザー加工を利用して石英光ファイバの導波路中に構造体を作製することにより、光ファイバへのセンサ機能の埋め込みを試みる。また内部加工と穿孔加工の加工条件を明らかにした上で、構造体の作製手法を示し、提案するセンサ機能の実現性及びセンサ特性について明らかにする。具体的には、内部加工を用いた透過光の光散乱制御による屈曲センサと、穿孔加工を利用した光ファイバ分光センサのための貫通孔サンプルセルの埋め込みについて報告する。

## 1-4 本論文の構成

本論文ではその研究成果を全 6 章にまとめた. Fig.1-2 に本論文の構成を示す. 第 1 章は, 研究背景と意義を述べる. 第 2 章は, フェムト秒レーザ加工とその応用事例について述べる. 第 3 章は本研究で使用した光ファイバ加工用のレーザ加工装置及び観察系について解説する. 第 4 章では, 光ファイバへの内部加工の特性と内部に構造体を埋め込むことによって作製した, 方向検知可能な光ファイバセンサについて記述されている. 第 5 章では, 穿孔加工を応用した液体検査用センサについて言及した. 第 6 章は本研究の結論である.

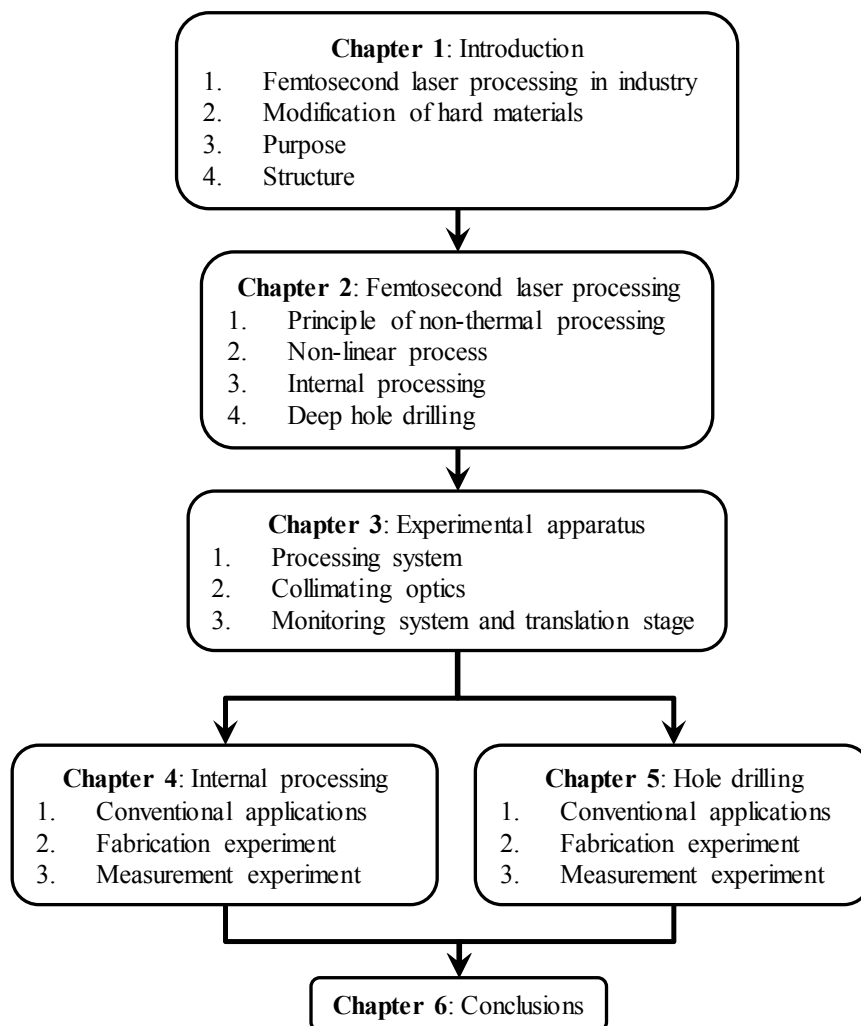


Fig. 1-2 Structure of thesis.

## 1-5 参考文献

- [1] 電気学会：最新レーザプロセッシングの基礎と産業応用：オーム社(2007).
- [2] レーザー学会：レーザーハンドブック第2版：オーム社(2005).
- [3] B.N. Chichkov, C. Momma, S. Nolte, F. Y. Alvensleben, A. Tinnermann, Femtosecond, picosecond and nanosecond laser ablation of solids, *Appl. Phys. Lett.* 63 (1996) 109-115.
- [4] M. Ozkan, A. P. Malshe, T. A. Railkar, W. D. Brown, M. D. Shirk and P. A. Molian, Femtosecond laser-induced periodic structure writing on diamond crystals and microclusters, *Appl. Phys. Lett.* 75 (1999) 3716.
- [5] G. Dumitru, V. Romano, H.P. Weber, M. Sentis, W. Marine, Femtosecond ablation of ultrahard materials, *Appl. Phys. A* 74 (2002) 729–739.
- [6] Q. Wu<sup>1</sup>, Y. Ma, R. Fang, Y. Liao, Q. Yu, X. Chen K. Wang, Femtosecond laser-induced periodic surface structure on diamond film, *Appl. Phys. Lett.* 82 (2003) 1703.
- [7] M. Shinoda, R. R. Gattass E. Mazur, Femtosecond laser-induced formation of nanometer-width grooves on synthetic single-crystal diamond surfaces, *J. Appl. Phys.* 105 (2009) 053102.
- [8] S.S. Mao, F. Quéré, S. Guizard, X. Mao, R.E. Russo, G. Petite, and P. Martin, Dynamics of femtosecond laser interactions with dielectrics, *Appl. Phys. A* 79 (2004) 1695–1709.
- [9] S. Kanehira, K. Miura, K. Hirao, Ion exchange in glass using femtosecond laser irradiation, *Appl. Phys. Lett.* 93 (2008) 023112.

- [10] Y. Liao, Y. Shen, L. Qiao, D. Chen, Y. Cheng, K. Sugioka, and K. Midorikawa, Femtosecond laser nanostructuring in porous glass with sub-50 nm feature sizes, *Opt. Lett.* 38 (2013) 187-189.
- [11] Md.S. Ahsan, Y. G. Kim, M. S. Lee, Formation mechanism of nanostructures in soda-lime glass using femtosecond laser, *J. Non-Cryst. Solids* 357 (2011) 851-857.
- [12] W. Watanabe, D. Kuroda, K. Itoh, J. Nishii, Fabrication of Fresnel zone plate embedded in silica glass by femtosecond laser pulses, *Opt. Express* 10 (2002) 978-983.
- [13] G. Miyaji, K. Miyazaki, Origin of periodicity in nanostructuring on thin film surfaces ablated with femtosecond laser pulses *Opt. Express* 16 (2008) 16265–16271.
- [14] I.B. Sohn, Y. Kim, Y. C. Noh, I. W. Lee, J. K. Kim, H. Lee, Femtosecond laser and arc discharge induced microstructuring on optical fiber tip for the multidirectional firing, *Opt. Express* 18 (2010) 19755-19756.
- [15] X. Sun, P. Huang, J. Zhao, L. WEI, N. Zhang, and D. Kuang, X. Zhu, Characteristic control of long period fiber grating (LPFG) fabricated by infrared femtosecond laser, *Front. Optoelectron.* 5 (2012) 334–340.
- [16] M. L. Åslund, N. Jovanovic, N. Grothoff, J. Canning, G. D. Marshal, S. D. Jackson, A. Fuerbach, M. J. Withford, Optical loss mechanisms in femtosecond laserwritten point-by-point fibre Bragg gratings, *Opt. Express* 16 (2008) 14248-14254.

- [17]Koji Sugioka, Comparison between DUW/VUV and Femtosecond Laser Processing of Dielectrics and Semiconductors The Review of laser engineering, 30 (2002) 226-232.

## 2章 フェムト秒レーザとその応用

### 2-1 諸言

フェムト秒レーザ加工の利点は、熱的なエネルギー緩和を極限まで抑制することが可能であることと、レーザピーク強度が高いことにより、あらゆる物質の改質が可能であることである。しかし、加工の仕上がり状態がレーザのパルス幅や波長、繰返し周波数、レーザ強度 ( $\text{W}/\text{cm}^2$ )、集光条件に大きく依存するため、これらのパラメータを加工目的にあわせて制御することが重要である。そこで本章ではフェムト秒レーザ加工における種々の非線形光学現象をについて述べ、本研究で行う内部加工と穿孔加工について、加工実験の際に必要な照射条件の検討を行う。

### 2-2 熱的非平衡状態による非熱的加工

1章1節で述べたように、パルス幅が被加工材料のイオンの熱緩和時間を下回ると、レーザのエネルギーが吸収される際に、電子のみを励起し、イオン温度はほとんど定常状態を維持する。このように電子とイオンが別々の2温度状態を形成することを熱的非平衡と呼び、この状態を経て、励起された電子からイオンへの急速な緩和過程に至る。この緩和過程についてナノ秒レーザパルスとフ

フェムト秒レーザパルスで定性的に比較したものをそれぞれ Fig.2-1 (a) と (b) に示す。ナノ秒レーザについて、自由電子（固体の格子間をほとんど自由に動ける励起された電子）を持たない誘電体においても（条件によっては多光子吸収によって）イオン化し、伝導帯に遷移した電子が周囲の電子への衝突によって自由電子の温度が上昇する。さらに、生成したプラズマにレーザ光が入射することで電子温度が上昇し、電子とイオン（原子）の緩和時間（ピコ秒程度）に達すると、イオンへのエネルギー緩和によって熱平衡状態となり、レーザ光のエネルギーが熱エネルギーとして照射領域周辺へと広がり始める。最終的にレーザパルスの立ち下りと同時に、上昇した電子とイオンの熱エネルギーは周囲へのエネルギー緩和により広がり続ける。一方で、フェムト秒レーザにおいては、多光子吸収によって生成した自由電子がアバランシェイオン化によって指数関数的に電子温度の上昇を引き起こし、原子系の振動周期よりも十分に短い時間でエネルギーの注入が終わる。また、フェムト秒パルス時間内においてイオンは定常状態を維持し、高いエネルギー状態の電子はイオンにエネルギーを奪われることで急速な冷却 ( $10^9$  K/s) が起こる。

以上のようにフェムト秒レーザ加工における定性的な熱緩和過程について述べたが、フェムト秒レーザ加工はあくまでも“非熱的”な加工であって、全く熱影響がない加工を実現することは難しい。例えば、前述の多光子吸収と非線形アバランシェ衝突過程の実効レートがレーザ光のパルス幅と強度、波長に大きく依存することが示唆されており、これによる加工閾値やアブレーションレートに差が見られることが示されている[1-3]。さらに、繰返し周波数が 200kHz よりも大きい場合、熱が緩和する前に次のパルスによって照射部が加熱され、熱



影響が顕著になることが報告されている[4, 5]. また, レーザ電場方向と前述のクーロン爆発について, パルス幅 10fs のレーザーを用いて励起された分子の電場方向依存性など様々な報告がある[6]. そこで, 次節ではフェムト秒レーザーによる電子の励起過程について述べ, その特徴についてまとめる.

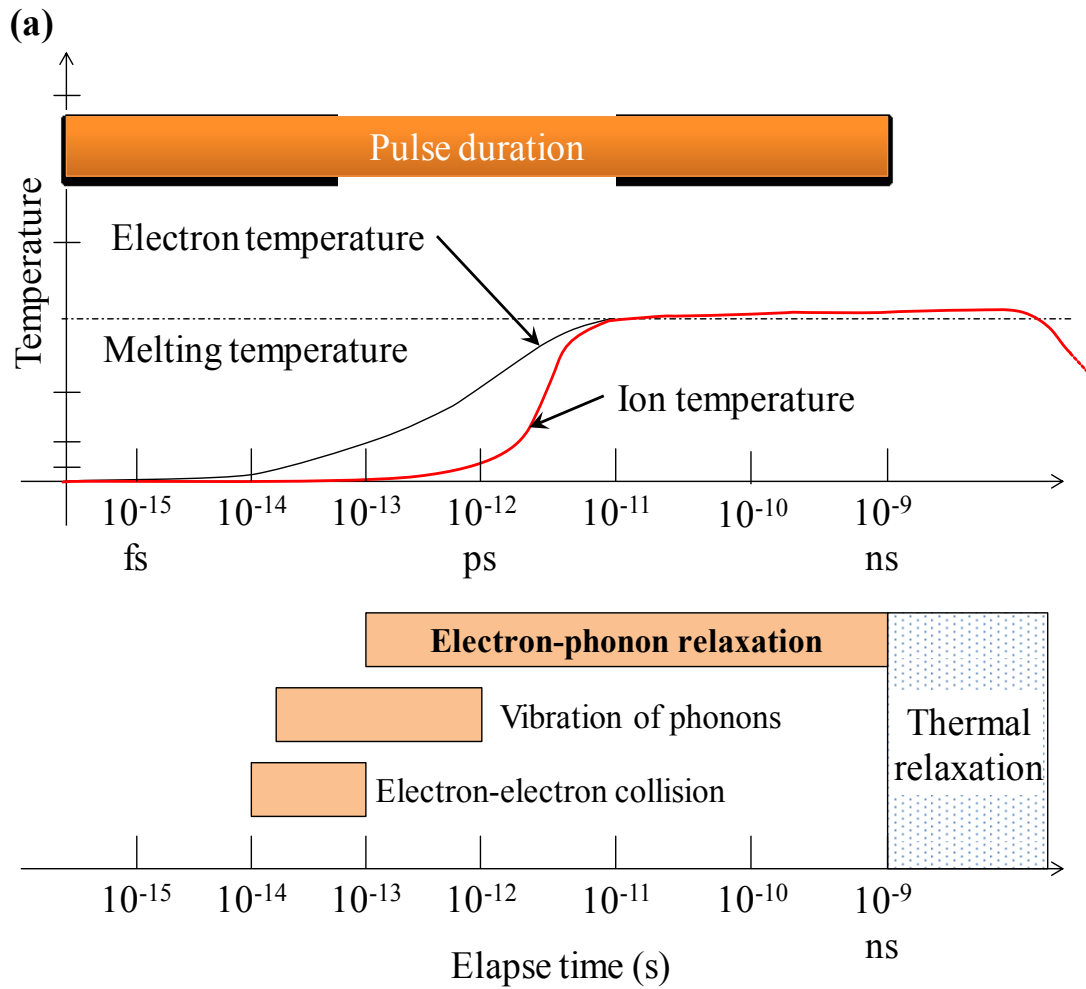


Fig. 2-1 (a) Characteristic time of nanosecond (1 ns) excitation and relaxation processes.

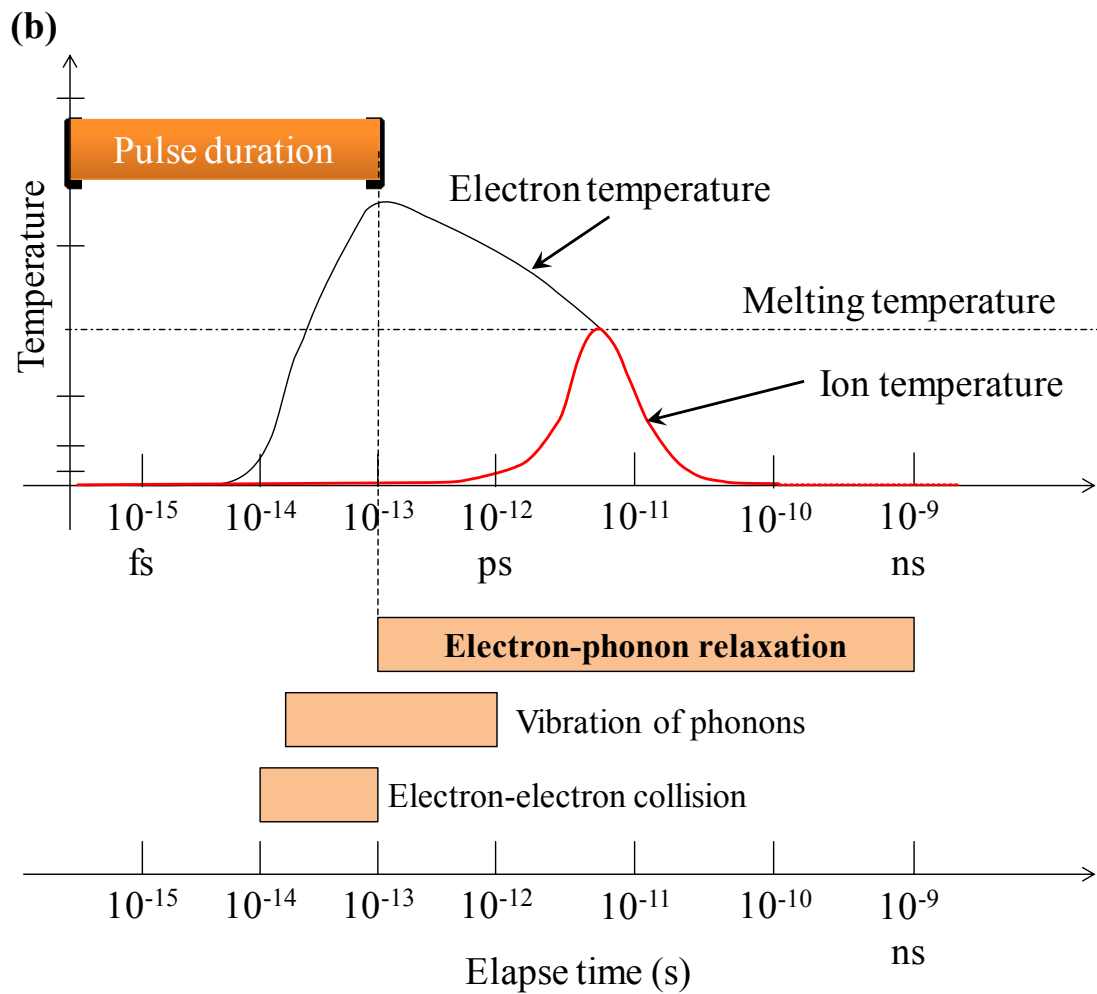


Fig. 2-1 (b) Characteristic time of ultrafast (100 fs) excitation and relaxation processes.

## 2-3 非線形光学現象

### 2-3-1 非線形分極

非線形光学現象は、フェムト秒レーザ光のように非常に強い光が物質に入射した際に観察される物質の応答である。弱い光においては、直進、反射、屈折、散乱、干渉、回折、吸収、発光などの現象は、線形光学現象と呼ばれる。これらは、光の電場に比例して起こる現象といえる。これに対して、光電場が非常に強くなると、物質の応答が電場に比例しないようになってくるが、これを非線形光学現象という。光に対する物質の応答は、分極として現れ、物質に生じる電気双極子モーメントの単位面積当たりの密度で示すことができる。線形光学においては、分極  $P$  と光電場  $E$  の関係は、

$$P = \epsilon_0 \chi E \quad (1)$$

で表すことができ、 $\epsilon_0$ は真空の誘電率、 $\chi$ は電気感受率である。

一方で、電場が大きくなり非線形成分により、単純な比例関係が成り立たなくなると、

$$P = \epsilon_0 [\chi^{(1)} E + \chi^{(2)} E^2 + \chi^{(3)} E^3 + \dots] \quad (2)$$

のように、物質の分極は光電場の冪級数で展開できる。 $\chi^{(2)}$ と $\chi^{(3)}$ は非線形感受率と呼ばれる係数であり、物質ごとに決定される。線形分極と非線形分極をあえて区別して示すと、

$$P_L = \epsilon_0 \chi E \quad (3)$$

$$P_{NL} = \epsilon_0 \chi^{(1)} E + \epsilon_0 \chi^{(2)} E^2 + \epsilon_0 \chi^{(3)} E^3 + \dots \quad (4)$$

と書ける。以上のように、レーザ光による強電場下において、非線形光学現象が顕著に観察することができる。次項は、具体的な現象について考察す

る。特に、観察しやすい現象として、2次と3次の非線形分極について述べる。この2次と3次の理解すべき違いは、3次の非線形分極は、気体や液体、ガラスのような非晶質を含め、どの材料にも存在するものである。一方で、2次の非線形現象は、空間的に反転対称性を持つ結晶においては、恒等的に0になり、反転対称性を持たない結晶において、成分を持ちうるのである。2次の非線形分極  $P^{(2)}$  は、

$$P^{(2)} = \varepsilon_0 \chi^{(2)} EE \quad (5)$$

で表されることから、(a)においては反転対称性を持つため、空間反転により電場と分極を反転すると、

$$-P^{(2)} = \varepsilon_0 \chi^{(2)} (-E)(-E) \quad (6)$$

$$-P^{(2)} = \varepsilon_0 \chi^{(2)} EE \quad (7)$$

と示すことができる。ここで、(5)と(7)式を比較すると、

$$\chi^{(2)} = 0 \quad (\because P^{(2)} \neq 0, E \neq 0) \quad (8)$$

であるとみなせる。

### 2-3-2 非線形屈折率効果

本項で示される非線形屈折率  $n_2$  は、レーザー集光点近傍における複雑な種々の現象を考察する上で重要な現象である。線形光学における媒質の屈折率は、入射光の波長の関数であり、光強度に対しては定数である。しかし、式(4)に示される非線形成分が大きくなると、屈折率が光強度に対する関数としてふるまうようになる。3次の非線形分極 ( $P^{(3)} = \varepsilon_0 \chi^{(3)} E^3$ ) までを考慮すると、平面波  $E$  について振幅  $E_0$ 、周波数  $\omega$ 、3次の非線形分極  $P^{(3)}(t)$  は、

$$P^{(3)}(t) = \varepsilon_0 \chi^{(3)} E_0^3 \left[ \frac{3}{4} \cos(\omega t) + \frac{1}{4} \cos(3\omega t) \right] \quad (9)$$

$$P^{(3)}(t) = \frac{3}{4} \varepsilon_0 \chi^{(3)} E_0^3 \cos(\omega t) + \frac{1}{4} \varepsilon_0 \chi^{(3)} E_0^3 \cos(3\omega t) \quad (10)$$

となる。第2項は高調波成分であり、第1項について調べる。現象論的に示される屈折率  $n$  は、線形屈折率  $n_0$  と非線形屈折率  $n_2$ 、電場  $E$  を用いて、

$$n = n_0 + n_2 |E|^2 \quad (11)$$

となる。ここで、電気感受率と媒質の屈折率は  $n=1+\chi$  の関係で表されることから、非線形屈折率  $n_2$  は、波動インピーダンス  $\eta$  を用いて、

$$n_2 = \frac{3}{4} \frac{\eta \chi^{(3)}}{n_0} \quad (12)$$

で表される。本研究で使用する光ファイバの材料である石英ガラスの線形屈折率及び、非線形屈折率について、Table 2-1 にまとめた。

Wavelength (nm)	$n_0$	$n_2$	
		$ E ^2$ $10^{-13} (\text{cm}^{-3} \cdot \text{erg})$	$I$ $10^{-16} (\text{cm}^2/\text{W})$
560	1.46	1.8	5.2

Table 2-1 Linear and non-linear refractive indices of silica SiO<sub>2</sub> [7].

## 2-4 非線形イオン化

フェムト秒パルスと自由電子を持たない誘電体との相互作用の初期過程では、レーザ光によって誘起された強電場の影響を受けて、多光子吸収により“種”となる初期の自由電子が生成される。この自由電子は、逆制動放射過程により加速し運動エネルギーを得ることで、束縛されている電子に衝突し雪崩式（アバランシェ衝突過程）に励起され自由電子が指数関数的に増加する。この結果、初期の自由電子がキャリアとなりプラズマの形成によってレーザ光の吸収率が増加する。したがって、超短パルスレーザにおける加工は自由電子密度と密接な関係にあり、レーザ照射部における自由電子密度のレート方程式について既に多くの議論[2, 3, 8, 9]がなされ、実験データとの整合性のある結果を得ている。本節では、まず高強度レーザ場により誘起される非線形過程について述べ、検討すべきレーザ照射条件について明らかにする。

### 2-4-1 多光子吸収

多光子吸収とは、Fig.2-2 (a) に示すように複数個 ( $N$  個) の光子が同時に電子により吸収される過程である。例えば、エネルギーバンドギャップ  $E_g$  を持つ材料の場合、1光子ではバンドギャップを超えずに吸収が起きない周波数の光 [ $h\nu < E_g$  ( $h$ : Planck 定数,  $\nu$ : 振動数)] においても、レーザ光の光子密度が高くなり、 $Nh\nu > E_g$  の条件を満たす  $N$  個の光子が同時に電子に吸収すると、電子を励起することが出来る。しかし多光子吸収の発生確率は非常に小さく、光子密度を十分に大きくさせる必要がある。例えば、 $N$  光子吸収の場合には光強度の  $N$  乗に比例するため、レーザのパルス幅だけで

なく波長にも大きく依存すると考えられる。

この多光子吸収を利用した特徴的な加工方法としては回折限界を超えた加工分解能を得る実験[10, 11]である。一般的に用いられるレーザー光はガウス型の空間強度分布を持っており、ビームの中心部分が最も大きな強度を持つ。このとき、Fig.2-3 に示されるように、レーザーの照射強度を調整すれば、ビームの中心部分のみにおいて多光子過程を経てレーザー光のエネルギーを吸収させることができる。この効果を用いれば、レーザー光の波長以下の加工さえも実現可能である。すなわち回折限界よりも小さいスケールの加工分解能を得ることができる。

#### 2-4-2 トンネルイオン化

トンネルイオン化 [Fig.2-2 (b) ] は、原子（または分子）中の電子がポテンシャル障壁を通り抜けて、原子の束縛から電離する過程である。これは非常に高強度な電場によってクーロン障壁が歪められ、図に示すように価電子帯と伝導帯の軌道が狭まることで電子が脱出できるようになるためである。

#### 2-4-3 アバランシェ過程

Fig.2-2 (c) にアバランシェ過程によるイオン化の様子を示した。多光子吸収によりイオン化した自由電子が伝導帯の底にあると仮定したとき、その自由電子が電場により加速され運動エネルギーを得る。その運動エネルギーの総和がバンドギャップエネルギーを超えたときに価電子帯から他の電子を励起



することができ、結果として2つの自由電子が伝導帯の底に生成される。

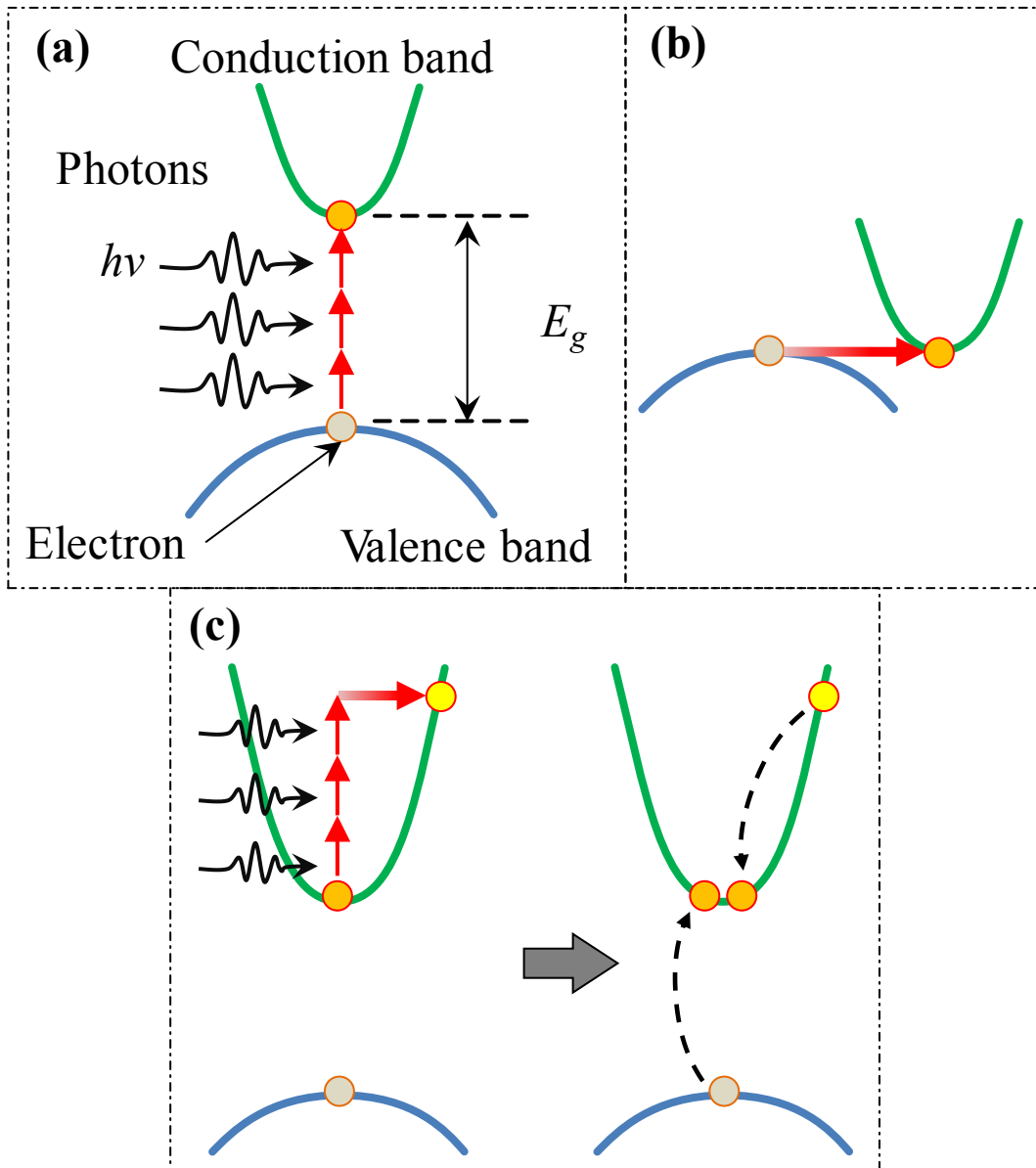


Fig. 2-2 Schematics to explain non-linear ionization via (a) Multi-photon absorption, (b) tunneling ionization (c) avalanche cascade [14].

#### 2-4-4 イオン化レートと Keldysh の理論

誘電体への加工について注目すると、前述のそれぞれのイオン化過程のうち、支配的となるイオン化過程は、主にパルス幅、レーザ波長、レーザ強度によって決定される[1]。パルス幅の違いによる効果は、ピコ秒よりも長いパルス幅の場合にピーク強度は比較的小さいため、初期の自由電子が生成された後には、多光子過程やトンネル過程よりもアバランシェ過程が支配的となる[5]。また、初期の電子の生成原因としては、レーザ集光領域内にある絶縁体の不純物が電離することや構造欠陥で電離することである。そのため、照射領域内にある不純物や欠陥の濃度は媒質中で大きな揺らぎがあるため、初期の自由電子生成が不純物や構造結果の濃度や位置に依存し、加工の結果として再現性の乏しい加工品質となる。一方でフェムト秒レーザにおいて、初期の自由電子生成はピーク強度が非常に大きいため多光子イオン化とトンネルイオン化が比較的顕著に作用する。さらに材料の閾値よりもレーザ強度が大きくなると、多光子イオン化、もしくはトンネルイオン化によって初期の自由電子が生成され、アバランシェ過程を経てレーザ照射領域内で急激に自由電子密度が増加する。このとき自由電子の増加に伴い、自由電子がエネルギーキャリアとなって、レーザ光の吸収率が瞬間的に増加する。この多光子過程とトンネルイオン化の遷移点は Keldysh の理論[8, 12, 13]によって示され、Keldysh パラメータ  $\gamma$  で定義される。垂直イオン化エネルギー  $I_p$  とした場合、

$$\gamma = \sqrt{\frac{I_p}{2U_p}} \quad (13)$$

で表される。  $U_p$  は、ポンドロモーティブ力と呼ばれ、レーザのように空間的に変化する高周波電場中における荷電粒子の運動力であり、電場の勾配によって強い方から弱い方へと電子が押し出されることをポンドロモーティブ効果という。 Keldysh パラメータを用いると、  $(\gamma > 1)$  においては、多光子吸収が支配的となる。これは簡単には、比較的短波長域のレーザ光で、ピーク強度が多光子吸収を誘起する閾値程度の条件である。一方で、  $(\gamma \leq 1)$  の条件では、トンネルイオン化による遷移が顕著となる。

つづいて、レーザのピーク強度について簡潔に整理すると、フェムト秒レーザのようにピーク強度が大きい場合には、イオン化した電子が逆制動放射や共鳴吸収によってレーザ光を吸収する。ここで重要なことは、フェムト秒レーザの場合には材料の初期状態に依存しない電子遷移であり、比較的長いパルス幅 ( $\sim 1$  ps) を用いた際の遷移過程と決定的に異なる。エネルギーが吸収される領域において、レーザ電場から励起された電子を介し、イオンへ運動量が移行される過程で発生する2つモデルが存在する。それは荷電分離によるものとポンドロモーティブ力である。例えば、自由電子のエネルギー吸収によって、束縛エネルギーの和と同等のフェルミ準位を超えると、荷電分離が誘起され自由電子となる。また荷電分離の電界がイオンを材料から引き離し、同時にレーザ電場のポンドロモーティブ効果によって電子を侵入しうる表皮深さ内の、材料の中へ電子を押し込むのである。このようにフェムト秒レーザによる材料の励起過程は、長いパルス幅のレーザを用いた際のメカニズムとは全く異なる。これらのメカニズムを考慮して、吸収係数やイオン化レート、アブレーションレート、アブレーション閾値を選定して行った数値

解析について E.G. Gamaly らによって報告された。まず、レーザのピーク強度による比較においては、ピーク強度の低い電場においては、イオン化閾値がフルエンスに依存し、一方でピーク強度が十分に大きい場合では、イオン化閾値はレーザ強度と波長に依存すると示唆されている。数値計算による具体例としては、パルス幅 100fs、波長 1064nm のレーザにおいて、 $2 \times 10^{13} \text{ W/cm}^2$  のレーザ強度ではアバランシェ過程が支配的であり、 $1 \times 10^{14} \text{ W/cm}^2$  を用いた場合に多光子過程が支配的になると示されている[3]。

レーザ波長の依存性に関しては、J. Noack らの自由電子密度のレート方程式から得られた結果[9] (580nm と 1064nm の比較) と B.C. Stuart らの実験結果[1, 2] (526nm と 1053nm の比較) では、長波長になるほどアバランシェ過程が支配的になることが示されている。多光子吸収過程と衝突アバランシェ過程についての波長依存性は、パルス幅が短くなるほどに顕著に現れるため、波長程度の精密な加工が求められる場合において、選定すべき波長は重要なパラメータとなる。実際にパルス幅が 100fs 程度においては、加工閾値がレーザ波長に依存して変化する結果が得られている[1-3, 9]。

以上のことを考慮して、次節では具体的に内部加工と穿孔加工について考察していく。

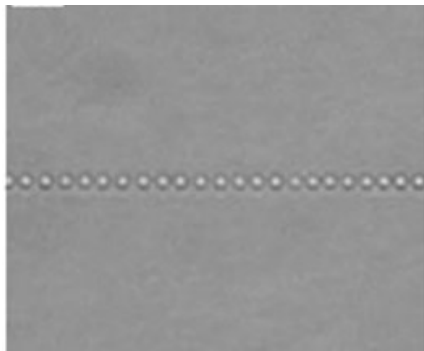
## 2-5 内部加工

フェムト秒レーザーによる透明材料の内部加工は、媒質中内部に 3 次元的に局在した加工領域を作り込めるため、照射条件を制御することで様々な改質を行うことができ、具体的例として Fig.2-4 に示される屈折率変化[15]、複屈折誘起[14]、空洞化領域[15]、イオン移動[16]などがあげられる。Fig.2-5 に内部加工の原理について示す。レーザーを利用した内部加工は、レーザーを開口数の高い集光レンズによって絞り、集光点を透明材料内部に合わせることで内部のみの改質が可能となる。透明材料の表面においては、フルエンス ( $\text{J}/\text{cm}^2$ ) が小さいためにほとんどのレーザー光は透過する。そして集光点に近づくにつれてフルエンスが大きくなり、加工閾値を超えた段階からレーザー光が吸収され始める。レーザー内部加工はパルス幅とレーザー強度について、誘起される内部構造を大きくわけて以下の 3 つの領域に区別することができる (Fig.2-6)。

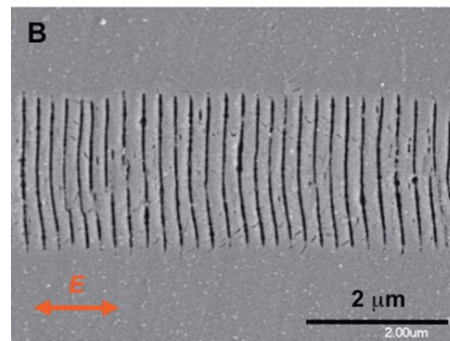
1. **屈折率変化**：パルス幅が 200fs 以下のレーザーを用いて、材料の加工閾値程度のフルエンスでは局所的な密度変化によって屈折率が変わる。レーザーピーク強度を  $I (\propto |E|^2)$  として、屈折率  $n$  は  $n=n_0+n_2I$  で表され、両者は  $n_0 \gg n_1$  の関係にある。レーザー強度  $I$  が小さい場合は  $n_2$  を無視することができるが  $I$  が大きくなるにつれて、 $n_2$  の影響を無視できなくなる。
2. **ナノグレーティング (複屈折)**：1.のフルエンスよりもさらに大きくした場合、100kHz の繰返しパルスによって 10nm 以下の周期の空洞の

構造化が確認されている[14]. これは, ガラスのように不均質な非結晶構造を持つ材料に対して, 連続するパルスにより吸収率の高い領域が局所的に生まれ, そこに後続のパルスが入射し, ナノプラズマに発展することで構造化される.

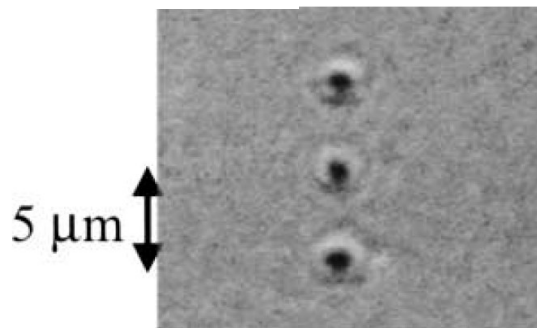
3. 空洞化領域 (ボイド) : 材料の閾値よりも十分に大きく, フェムト秒レーザの中でもサブピコ秒程度の比較的長いパルス幅において, 瞬間的に自由電子密度の急勾配分布が引き起こされると, 集光点において微小爆発が誘起される. 微小爆発によって周囲に押し広げられた材料によって空洞化領域の周辺は屈折率が高くなると考えられている[15].



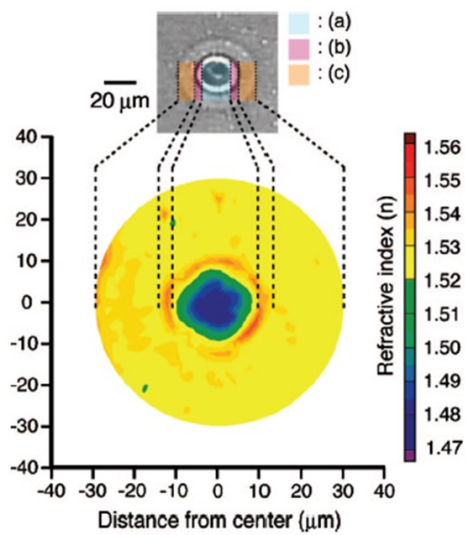
(a) Refractive index modification



(b) Birefringence



(c) Micro voids



(d) Ion transferring

Fig.2-4 Typical examples of internal processing using a femtosecond laser [14-16].

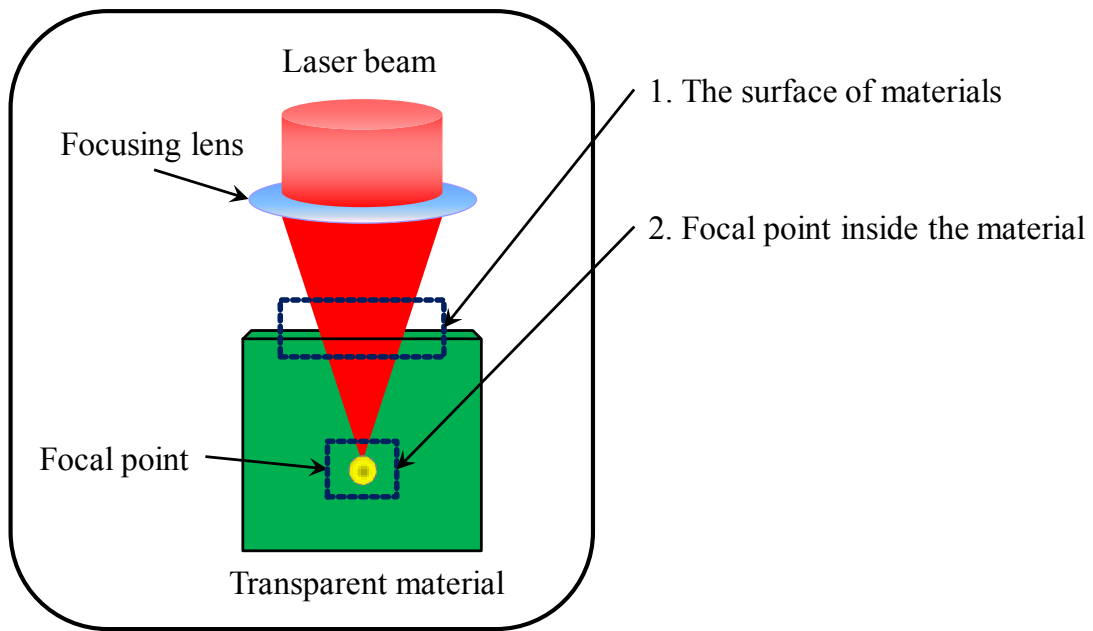


Fig. 2-5 Schematics of internal processing.

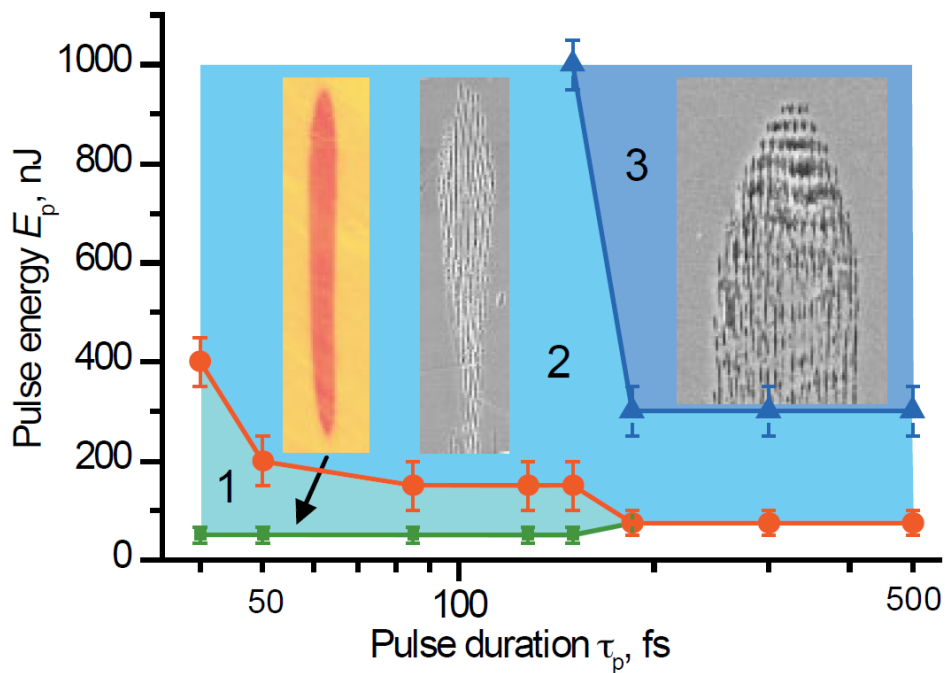


Fig. 2-6 Pulse energy vs. pulse duration for estimating internal processing [14].



## 2-6 穿孔加工

フェムト秒レーザーを用いた穿孔加工は、あらゆる材料に対して溶融むらのない加工品質のよい穿孔が作製できるため、今後も多くの材料加工で利用されると期待される。例えば、 $\mu$ -TAS (Total Analysis System) と呼ばれる液体検査用のマイクロ流体チップが医療、生化学、環境モニタリングなどの分野で広く使われており、フェムト秒レーザー加工を応用する試みも既に報告されている[17, 18]. 代表的な応用例としては、フェムト秒レーザー加工のみを用いて加工する方法や、被加工材料をフッ化水素酸 (HF : Hydrofluoric acid) などに浸し特定部分を除去する方法、さらにレーザー照射中もしくは照射後に HF を用いて、レーザー照射領域のみを除去する方法が提案されている[17]. しかし、これらの問題点として高コストであることや、作製工程が複雑になり作製時間が大幅に増えることが指摘されている。一方で、レーザー加工のデメリットとしては、孔形状の先細りがあげられる。先細りや高アスペクト比の穿孔が難しい原因としては、除去する領域の溶融層が再堆積することと、集光点周辺のレーザー光の空間分布の制御が容易ではないことなどがあげられる。そこで提案された手法として、加工対象を水中に浸し、レーザーの照射方向と走査方向を同一方向ではなく、レーザー照射方向に対して反対から走査するものがある[18]. しかしながら、水中で加工する場合にはレーザーエネルギーが水-ガラス界面で失われ、加工速度を大きくすることが困難である。また、空气中で加工した場合には溶融層の再堆積を防ぐことが難しいことが課題として示されている。フェムト秒レーザー加工によってアスペクト比の高い穿孔を実現するためには、まだまだ多くの課題があり、決定的な手法は示されていないため、目的に応じて加工方法を使い分ける必要がある。

## 2-7 結言

本章ではレーザー加工におけるエネルギーの吸収過程と緩和過程についてまとめ、それぞれの特徴について述べた。実際に加工する場合には、エネルギーの吸収・緩和過程が照射条件等により変化するため、照射条件の選定においてはそれぞれの過程を深く理解する必要がある。レーザーの照射条件を加工対象や目的に応じて最適化する必要がある。2-4 で示すように内部加工においては、特に焦点におけるフルエンス ( $\text{J}/\text{cm}^2$ ) と集光レンズの開口数 (NA) についての検討が必要である。この理由は、材料の表面を傷つけることなく内部のみを加工するためには、高開口数の集光レンズでレーザー光を絞り、表面での損傷閾値を超えないフルエンスを選定することが必須条件となるためである。穿孔加工においては、照射条件だけでなく加工方法についても吟味する必要があると考えられる。本章で述べた内容をもとに、4章と5章ではそれぞれの加工方法について、適した加工方法を提案する。

**2-8 参考文献**

- [1] M.D. Perry, B.C. Stuart, P.S. Banks, M.D. Feit, V. Yanovsky, and A.M. Rubenchik, Ultrashort-pulse laser machining of dielectric materials, *J. Appl. Phys.* 85 (1999) 6803-6810.
- [2] B. C. Stuart, M. D. Feit, S. Herman, A. M. Rubenchik, B. W. Shore, and M. D. Perry, Optical ablation by high-power short-pulse lasers, *J. Opt. Soc. Am. B* 13 (1996) 459-468.
- [3] E. G. Gamaly, A. V. Rode, B. Luther-Davies, and V. T. Tikhonchuk, Ablation of solids by femtosecond lasers: Ablation mechanism and ablation thresholds for metals and dielectrics, *Phys. Plasma* 9 (2002) 949-957.
- [4] R.R. Gattass, L.R. Cerami, E. Mazur, Micromachining of bulk glass with bursts of femtosecond laser pulses at variable repetition rates, *Optics Express* 14 (2006) 5279-5284.
- [5] C.B. Schaffer, J.F. Garcia, E. Mazur, Bulk heating of transparent materials using a high-repetition-rate femtosecond laser, *Appl. Phys.* A76 (2003) 351-354.
- [6] A. Hishikawa, E.J. Takahashi, A. Matsuda, Electronic and Nuclear Responses of Fixed-in-Space H<sub>2</sub>S to Ultrashort Intense Laser Fields, *Phys. Rev. Lett.* 97 (2006) 243002.
- [7] M. J. Weber : *Handbook of Optical Materials*, CRC Press (2003).
- [8] L. V. Keldysh, Ionization in the field of a strong electromagnetic wave, *Sov. Phys. JETP* 20, 1307–1314 (1965).

- [9] J. Noack, A. Vogel, Laser-induced plasma formation in water at nanosecond to femtosecond time scales: calculation of thresholds, absorption coefficients, and energy density, *IEEE J. Quantum Electron.*, 35 (1999) 1156-1167.
- [10] A.P. Joglekar, H.H. Liu, E. Meyhofer, G. Mourou, A.J. Hunt, Optics at critical intensity: Applications to nanomorphing, *PNAS* 101 (2004) 5856-5861.
- [11] K. Sugioka, Y. Cheng, Ultrafast lasers—reliable tools for advanced materials processing, *Light: Sci. Appl.* 3 (2014) e149.
- [12] M.H. Mahdih M. Gharibzadeh, 3-Dimensional simulation and footprint of optical breakdown in dielectrics induced by femto second laser pulse, *Opt. Laser Technol.* 44 (2012) 1713-1721.
- [13] X. Jing, J. Shao, J. Zhang, Y. Jin, H. He, Z. Fan, Calculation of femtosecond pulse laser induced damage threshold for broadband antireflective microstructure arrays, *Opt. Express* 17 (2009) 24138-24152.
- [14] R. Osellame, H. J. W. M. Hoekstra, G. Cerullo, M. Pollnau, Femtosecond laser microstructuring: an enabling tool for optofluidic lab-on-chips, *Laser Photonics Rev.* 5 (2011) 442–463.
- [15] Y. Shimotsuma, K. Hirao, P. G. Kazansky, and J. Qiu, Three-dimensional micro- and nano-fabrication in transparent materials by femtosecond laser, *Jpn. J. Appl. Phys.* 44 (2012) 4735-4748.
- [16] S. Kanehira, K. Miura, and K. Hirao, Ion exchange in glass using femtosecond laser irradiation, *Appl. Phys. Lett.* 93 (2008) 023112.

[17]Y. Lai, K. Zhou, L. Zhang, and I. Bennion, Microchannels in conventional single-mode fibers, *Opt. Lett.* 31 (2006) 2559-2561.

[18]X. Zhao, Y. C. Shin, Femtosecond laser drilling of high-aspect ratio microchannels in glass, *Appl. Phys. A* 104 (2011) 713–719.

## 3 章 レーザ加工システムの構築

### 3-1 諸言

本章では、光ファイバへの内部加工と穿孔加工のそれぞれを実現するために構築したフレキシブルな加工・観察システムについて述べる。本システムの特徴は、光ファイバ専用の回転軸を設け、光ファイバの位置制御が 4 軸ステージによって行われ、加工・観察が光ファイバの全方位から可能であることである。またレーザ光軸に対して、垂直方向から観察系を設けることで効率的な加工システムを実現した。

### 3-2 光ファイバ用加工・観察システム

本システムの模式図の外観を Fig.3-1 に示す。加工用レーザの光源にはフェムト秒レーザ IFRIT [Cyber Laser Inc. (Table 3-1)] を用いており、基本波の場合には波長 800nm、パルス幅 210fs、最大パルス繰返し周波数 1kHz、最大出力 1W (最大パルスエネルギー 1mJ) のパルスを発振する。レーザヘッドから発振したレーザのビーム径は 6mm、楕円率 0.93 (Fig.3-2) であり、設置面に対して垂直方向に直線偏光となっている。第二高調波を使用する場合には、波長変換装置 (Fig.3-3) に入射させることで波長 400 nm、パルス幅 350fs、最大出力 0.24W (最大パルスエネルギー 240 $\mu$ J) のパルスに変換される。第二高調波は、水平方向の直

線偏光となっている。導光用のミラーには  $45^\circ$  入射の誘電体多層膜ミラーを使用することで、フェムト秒レーザーのように比較的帯域のあるレーザーでも分散が小さくなるように設計した。リセッタブルマウント  $R_{10}$ ,  $R_{01}$ ,  $R_{20}$ ,  $R_{02}$  の位置にあるミラーを取り付けることで波長の切り替えを行う。基本波を使用する場合は、 $R_{10}$  と  $R_{01}$  を設置し、第二高調波の場合は  $R_{20}$  と  $R_{02}$  に付け替える。ビーム径の調節は、レーザー光がコリメート光学系（3 章 3 節）を通ることで調整される。同軸観察のために対物レンズ用リボルバ式マウント（3 章 4 節）内にダイクロイックミラー（3 章 4 節）を導入し、レーザー光は対物レンズへと導光される。対物レンズによって集光されたレーザー光は、光ファイバへと照射される。光ファイバは 3 軸ステージ上の回転ホルダに固定され、レーザー光の集光点の位置制御はステージの移動によって制御される（3 章 4 節）。図中では省略されているが、加工による光ファイバの伝送損失を観察するために、光ファイバの両端には LED 光源と光パワーメータが接続されている。C-MOS<sub>2</sub> はレーザーの光軸に対して垂直方向から観察するために設置されている。C-MOS<sub>1</sub> は観察・撮像用に使用され、C-MOS<sub>2</sub> は観察用として用いられる。

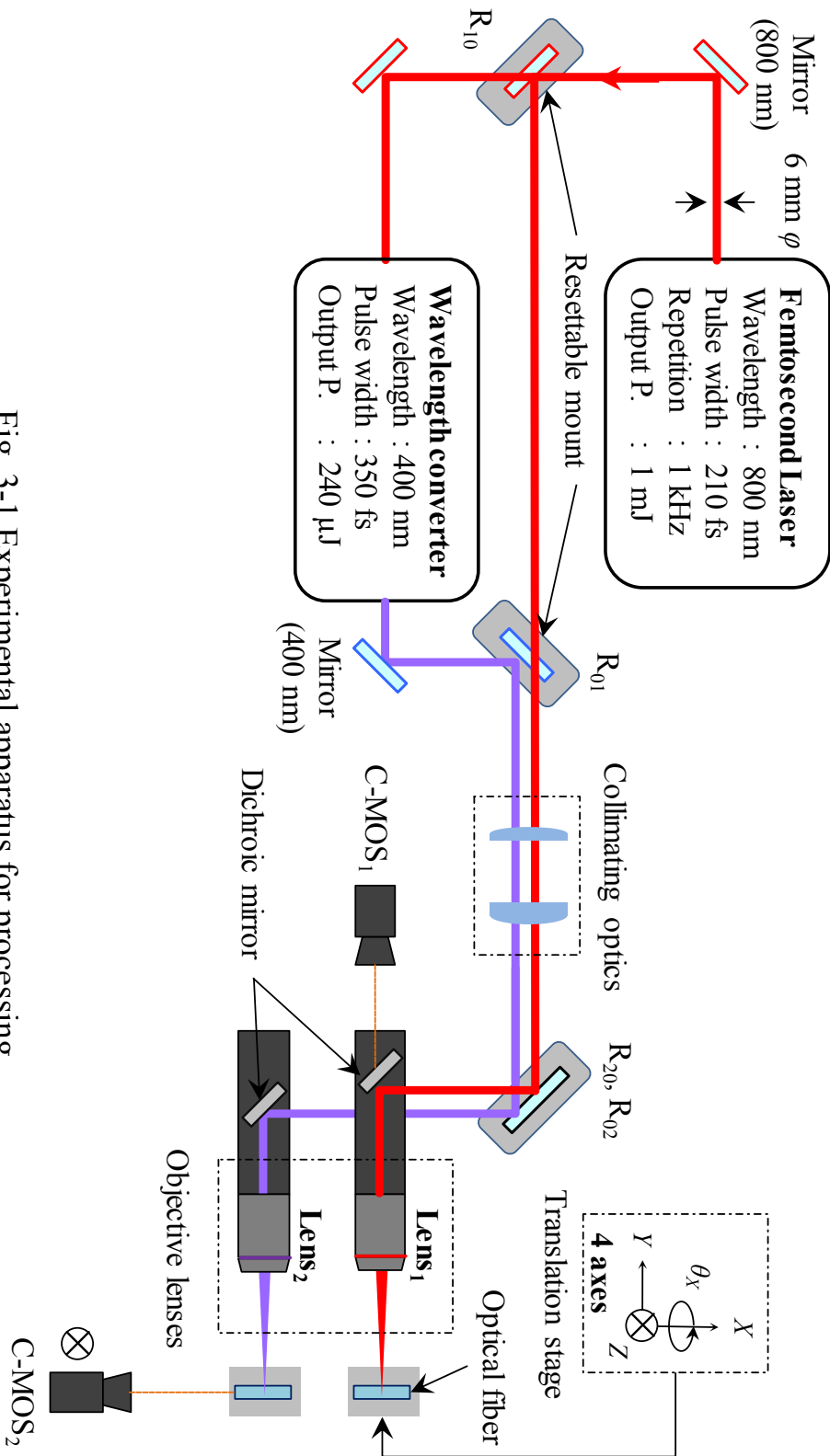


Fig. 3-1 Experimental apparatus for processing.





**Fundamental wave of 800 nm**  
Pulse energy: 90  $\mu$ J  
Ellipticity: 0.929 (5.8 mm / 6.24 mm)

Fig. 3-2 The beam pattern of femtosecond laser at laser head.

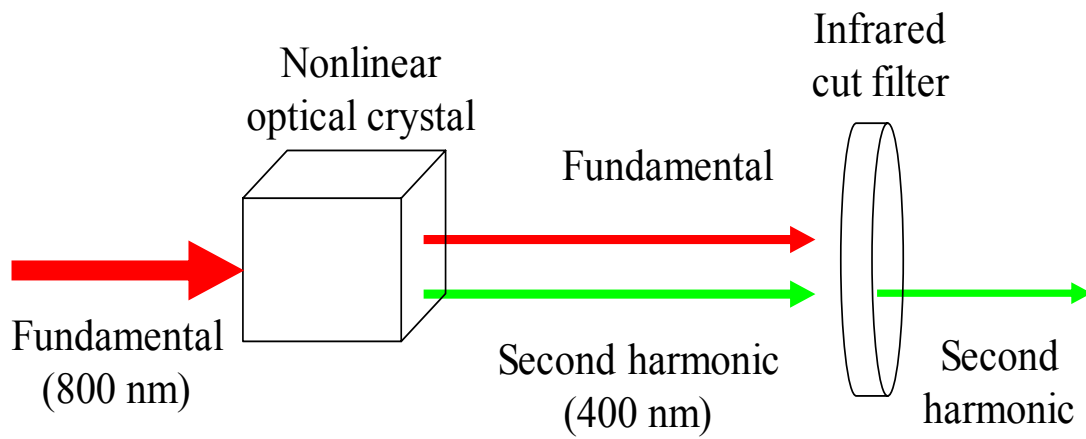


Fig. 3-3 Wavelength conversion of second harmonic (400 nm).

<b>Product name</b>	IFRIT
<b>Wavelength</b>	800 nm
<b>Average power</b>	1.0 W
<b>Repetition rate</b>	1 kHz
<b>Pulse duration</b>	210 fs
<b>Pulse energy</b>	1 mJ
<b>Output energy stability</b>	1% rms for 100 hours
<b>Pulse to pulse stability</b>	1.5% rms
<b>Beam diameter</b>	6 mm $\phi$
<b>Spatial beam quality</b>	$M^2 < 1.5$
<b>Divergence</b>	$\leq 1$ mrad
<b>Stability pointing</b>	30 $\mu$ rad rms
<b>Size</b>	W317×D786×H585 mm
<b>Weight</b>	< 100 kg
<b>Power supply</b>	100V×1, 200V×1
<b>Class of laser product</b>	Class 4 laser product

Table 3-1 Specifications of Laser light source.

### 3-3 コリメート光学系

Fig.4 に実験で使用したコリメート光学系を模式的に示した。実験で使用した対物レンズに関しては Table 3-2 にまとめた。コリメート光学系は対物レンズへと入射するレーザ光のビーム径を調整する役割を持つ。対物レンズにはそれぞれについて瞳径（有効入射ビーム径）が決められており、瞳径  $D_e$  は

$$D_e = 2 \times NA \times f \quad (1)$$

で定義される。ここで  $f$  は対物レンズの焦点距離、 $NA$  は開口数を示す。

(a) と (b) は基本波 800nm のときのそれぞれケプラー式とガリレオ式のコリメート方式であり、同様に (c) と (d) , (e) は 400nm のそれぞれのコリメート光学系を図示した。レーザ波長 800nm のケプラー式の (a) の場合には、焦点距離 80mm と 40mm の凸レンズを組み合わせることでビーム径を 6mm から 3mm へと変換した。対物レンズに集光されたビームはビームウエスト  $w_0=1.46\mu\text{m}$  まで絞り込まれ、そのときのレイリー長  $Z_R$  は  $2.08\mu\text{m}$  である。ビームウエストの計算には回折限界を考慮して、式 (2) を用いた[1]。

$$w_0 = \frac{4\lambda f}{\pi D} \quad (2)$$

$D$  は入射するレーザ光のビーム径である。また、レイリー長  $Z_R$  はビームウエスト  $w_0$  に対してビーム径が  $\sqrt{2} w_0$  まで広がる距離として、

$$Z_R = \frac{\pi w_0^2}{\lambda} \quad (3)$$

を用いた[1]。

(b) のガリレオ式に関しても、焦点距離 100mm の凸レンズと焦点距離 50mm

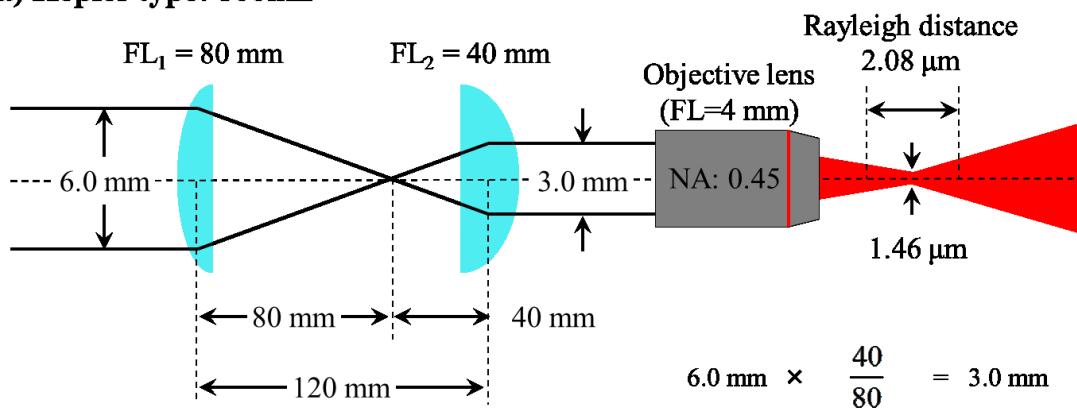
の凹レンズを組み合わせることでビーム径を 6mm から 3mm へと変換した。コリメート後のビーム径は同様であるため、自己収束や自己位相変調などの非線形効果による影響とレンズの組み合わせによる球面収差を無視すれば、最終的な集光条件に違いはないと考えられる。(a) を用いる際には、ビームウエストにおいてプラズマが発生するため、レーザの出力は絶縁破壊閾値以下の条件を用いる方が好ましい。

次に波長 400nm のケプラー式 (c) とガリレオ式 (d, e) について説明する。

(c) においては (a) と同様に  $D=3\text{mm}$  に変換され、対物レンズに集光されたビームは  $w_0=0.68\mu\text{m}$  まで絞り込まれ、そのときのレイリー長  $Z_R$  は  $0.91\mu\text{m}$  である。

(d) の場合は、焦点距離が 150mm の凸レンズと焦点距離が 70mm の凹レンズを組み合わせることで  $D=2.8\text{mm}$  のビーム径に変換される。(e) は、コリメートの条件は (d) と同様であるが、集光用レンズに開口数の小さい対物レンズを用いている。式 (3) に示すように入射ビーム径  $D$  を小さくするとレイリー長は比較的大きくなることがわかる。

**(a) Kepler type: 800nm**



**(b) Galileo type: 800nm**

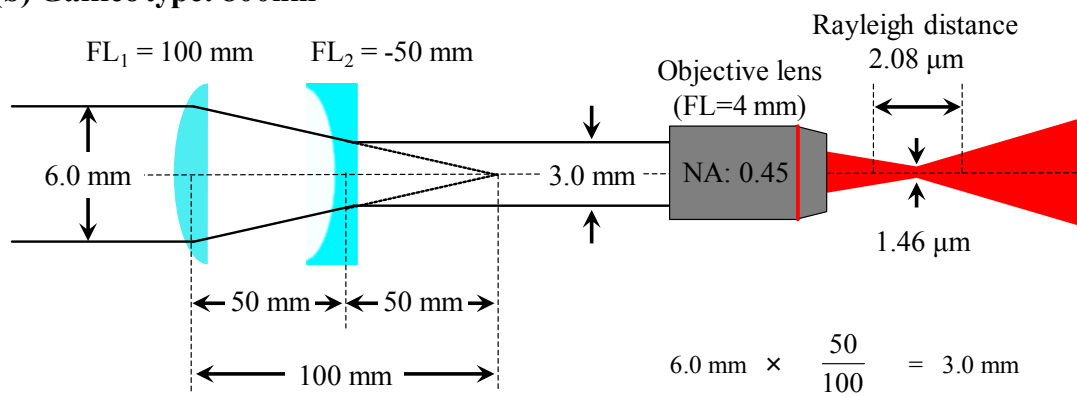
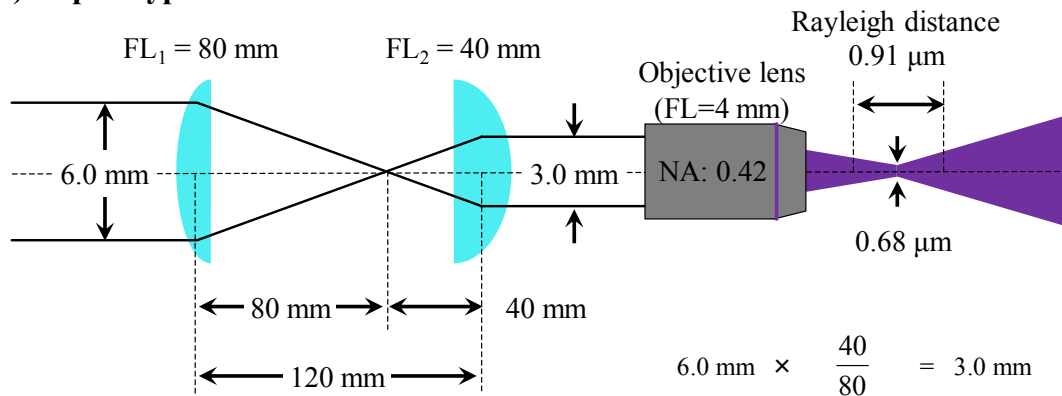
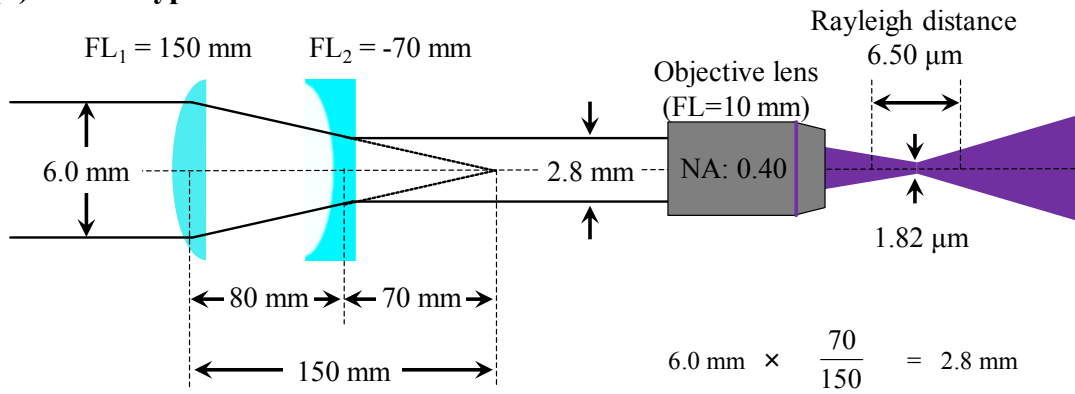


Fig. 3-4 Collimating optics (a) and (b) for using 800-nm wavelength.

(c) Kepler type: 400nm



(d) Galileo type: 400nm



(e) Galileo type: 400nm

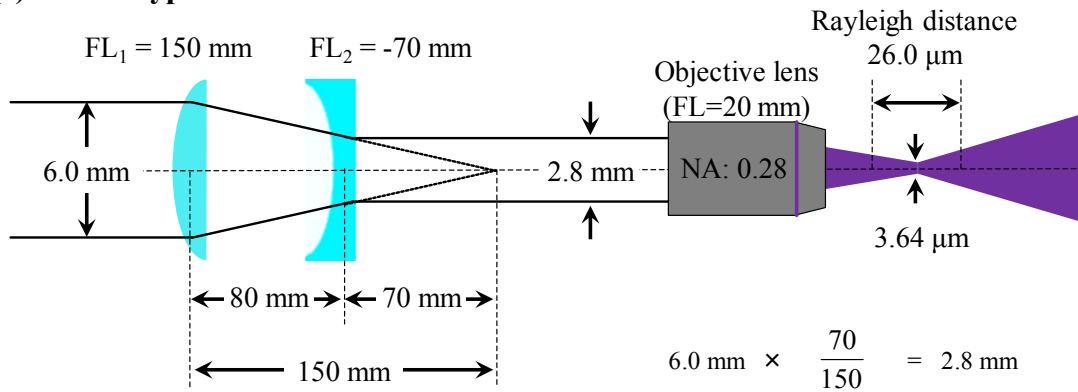


Fig. 3-4 Collimating optics (c), (d) and (e) for using 400-nm wavelength.

	<b>Mag.</b>	<b>N.A.</b>	<b>W.D. (mm)</b>	<b>F.L. (mm)</b>	<b>E.D. (mm)</b>
CFI L Plan EPI SLWD 50x (0.45)	50	0.45	17	4	3.6
M Plan Apo NUV 50x (0.42)	50	0.42	15	4	3.36
M Plan Apo NUV 20x (0.40)	20	0.4	17	10	8
M Plan Apo SL 20x (0.28)	20	0.28	30.5	20	5.6

N.A. : Numerical aperture  
W.D.: Working distance  
F.L. : Focal length  
E.D. : Effective diameter

Table 3-2 Specifications of objective lens.

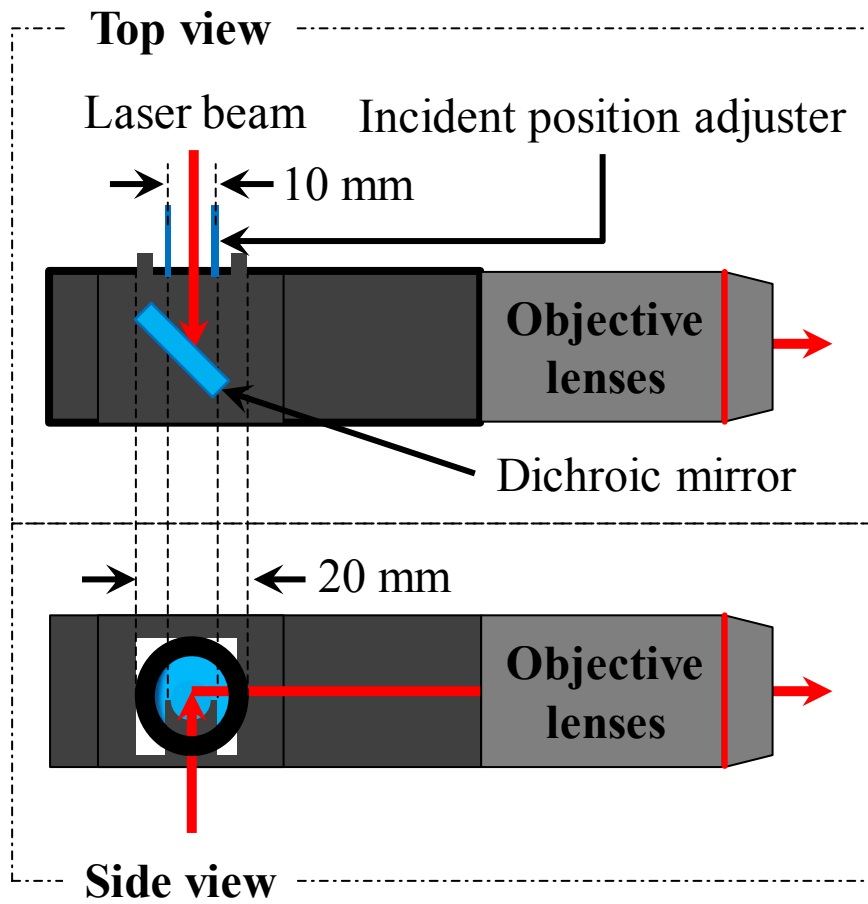


Fig. 3-5 Coaxial mount barrel equipped with dichroic mirror.

Table 3-3 Specifications of dichroic mirror.

Angle of incident	45°
Reflection	$\geq 95\%$ in 400 $\pm$ 50 nm, 800 $\pm$ 50 nm
Transmission	$\geq 60\%$ from 500 to 700 nm.



### 3-4 観察システム及び光ファイバ用移動ステージ

本節では対物レンズ固定方法と観察システム及び移動ステージについて説明する。レンズ鏡筒に取り付けられたリボルバ式の固定具を導入することで、対物レンズ同士の切り替えを容易にした。Fig.3-5 に示すように、同軸観察のために鏡筒内部にダイクロイックミラー (Table 3-3) を用いて、レーザ光の照射方向から加工領域の観察を行った。ダイクロイックミラーの反射率は  $800 \pm 50\text{nm}$  と  $400 \pm 50\text{nm}$  の波長帯で反射率 95%以上、それ以外の波長帯では比較的反射率が低くなるように設計されている。鏡筒の側面にあるビーム入射口のビーム位置アジャスタを目印にしてレーザ光の入射位置の調節を行った。ダイクロイックミラーにおいても誘電体多層膜ミラーが使用されており、本実験で用いた基本波  $800\text{nm}$  と第二高調波  $400\text{nm}$  のレーザ光に合わせて設計されているため、入射角度の調節は特に慎重の調節する必要がある。

次に観察システムと移動ステージについて、Fig.3-6 を用いて解説する。同軸方向の観察は (a) Top view で示されるように、鏡筒の後方部分に C-MOS カメラを設置し、LED バックライトから光ファイバを通り、ダイクロイックミラーを透過した光から撮像する。

光ファイバは 3 軸ステージ上の回転ホルダに固定され、4 軸操作によって光ファイバの全方位から加工・観察を実現した。照射位置の制御はステージの移動により光ファイバを移動されることで調節した。図中では省略されているが、前述の C-MOS<sub>2</sub> は Z 軸方向の観察系であり、光ファイバ上部から観察することができる。

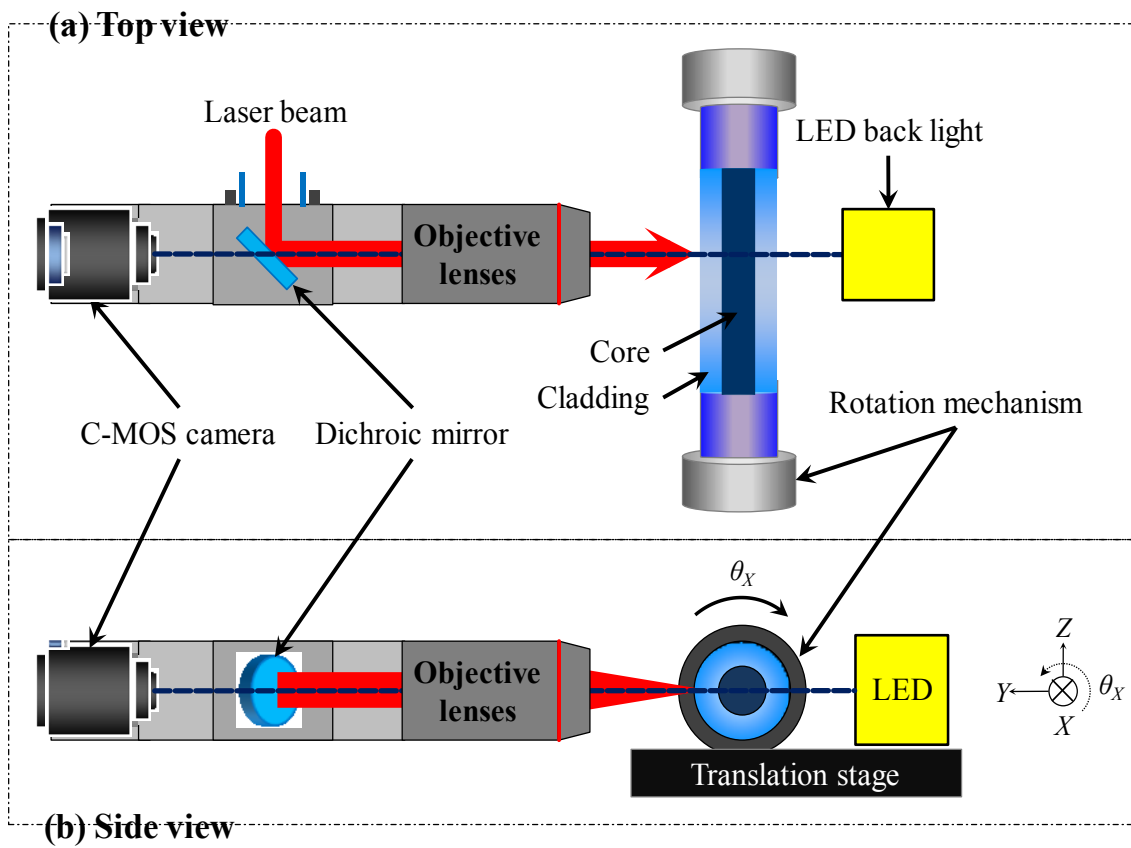


Fig. 3-6 Translation stage and C-MOS coaxial mount.

### 3-5 結言

本章では、光ファイバへそれぞれの加工を実現するために構築した加工・観察について述べた。特に光ファイバ固定機構に回転ステージを導入することで、加工と観察における光ファイバの位置制御はフレキシブルに行えるシステムであると言える。4章と5章では構築したシステムを用いて、実際に内部加工と穿孔加工を利用した光ファイバへの機能埋め込みを試みる。

### 3-6 参考文献

[1] レーザー学会：レーザーハンドブック第2版：オーム社(2005).

## **4 章 空洞化領域の配列による方向検知機能の付加**

---

---

### **4-1 諸言**

本章は、光ファイバへの内部加工によるセンシング機能の付加に関する調査をもとに新たなセンシング機能の提案を行う。光ファイバセンサは、遠隔操作しやすいことや敷設が容易であることなどから、環境モニタリングするための歪センサや曲げセンサとして活躍が期待されている。フェムト秒レーザ内部加工を利用した光ファイバのセンサ機能化に関する研究は、既に多くの報告がされており、従来のレーザ加工方法の欠点を克服しようとする試みや、フェムト秒レーザが必須のツールとなるものから様々なものがあげられる。この中でも FBG (Fiber Bragg Grating) [1-3]センサや LPFG (Long-Period Fiber Grating) センサ[4-6]に関する報告はフェムト秒レーザ内部加工を利用した代表的な例である。次節ではこれらの光ファイバセンサについてまとめ、本研究の位置づけを明確にする。

### **4-2 光ファイバグレーティングセンサ**

Fig.4-1 に FBG/LPFG センサの模式図を示す。FBG/LPFG センサは、光ファイバのコアもしくはクラッドに周期的な屈折率変化領域からなる格子構造を作り

込むことで、その格子構造が光ファイバコア中の透過光に対して波長選択フィルタとして機能する原理である。FBG センサと LPFG センサの区別する場合、原理の観点からは、FBG センサはブラッグ反射による波長選択性を原理としており、LPFG センサはグレーティングによるクラディングモードを励起することを原理としている。構造的な区別は、FBG センサはブラッグ反射利用しているため、格子構造の周期が波長以下で機能する。LPFG センサは格子それぞれが伝搬する光の伝搬角を屈折させることで変化させるため、格子周期は波長よりも十分に大きな間隔で作製される。格子構造の間隔や長さ、屈折率変化量や領域の大きさを制御することによりセンサ特性を調節することができる。この格子構造の作製方法として、干渉縞によるパターンニングをするために、2 光束干渉法や位相マスク法が採用されている。どちらの手法も光ファイバ中にゲルマニウム (Ge) を添加させ、干渉縞で成形された紫外線を照射し、ゲルマニウムが添加された領域のみの屈折率を変化させることで格子構造を作製する。格子構造の屈折率をより大きく変化させるためには、より多くの Ge の濃度を高める方法もあるが、一般的な通信用光ファイバとの接続の際の屈折率の整合性が悪くなるため、ボロン (B) やスズ (Sn) を共添加させる方法が有効である。しかし、屈折率変化領域の配列に関して熱耐性の脆弱性が指摘されている。それはセンサシステムに温度補償が必要である点であり、センシング原理から考察される通り、格子間隔が温度に依存して変化してしまうことが原因とされている。また高温環境下においては、屈折率変化領域そのものの屈折率分布が変化してしまうことも原因の一つとされている。これらに対する構造的な観点での解決手法として、温度変化による耐性を強化するために、格子構造を構成する加工領

域をフェムト秒レーザで作製することで、永続的な屈折率変化や空洞化領域に置き換えて作製した実験が報告されている。ボイドと呼ばれる空洞化領域は、透明体内部の局所領域で誘起される微小爆発によって生成される構造変化である。これらの生成にはフェムト秒レーザが用いられており、特に光ファイバのように微小な材料に対しては必須の加工技術として利用されている。これにより、1000度の高温環境下での動作するFBGセンサが報告された[2]。しかし、空洞化領域の配列を利用した場合にも、センサ性能における問題が指摘されており、決定的な解決方法が示されていないのが現状である。それは、空洞化領域と光ファイバの境界面における屈折率差によって透過光が散乱されてしまうことである[3]。Fig.4-2に模式的に示すように、グレーティングを利用した光ファイバセンサは特定波長の透過率を減少させることができる。図中の実線AはGeを添加した屈折率変化領域から成る格子構造で作製した場合のスペクトルを模式的に示した。理想的にはAのようにスペクトル全体の損失 $Loss_A$ が小さく、減衰バンドが深い方が曲げや歪に対する感度は高くなる。しかし、空洞化領域などで構成した場合のBやCを見た場合に、Bでは $Loss_B$ が大きくなりそれに伴って、減衰バンドの深さ減少している。さらに、Cの場合において $Loss_C$ が大きすぎる場合には、減衰バンドが消失してしまい、その減衰バンドではセンシングは困難になってしまう。そこで散乱の影響を小さくするための試みとして、レーザ照射条件を調節し、空洞化領域を透過光に対して小さくしようとする実験が行われた[3]。しかし、本質的には散乱の現象が改善されたわけではなく、屈折率変化領域を配列した場合に比べるとセンサ感度は劣ってしまう。このことから、FBG/LPFGセンサの現状の課題として、センサ性能と温度変化に対する耐性

はトレードオフの関係にあると言える。そこで本研究は狭帯域の減衰バンドを作り出すのではなく、コアを伝搬する光を意図的に散乱させることで、新たな曲げセンサ原理の探求を試みる。

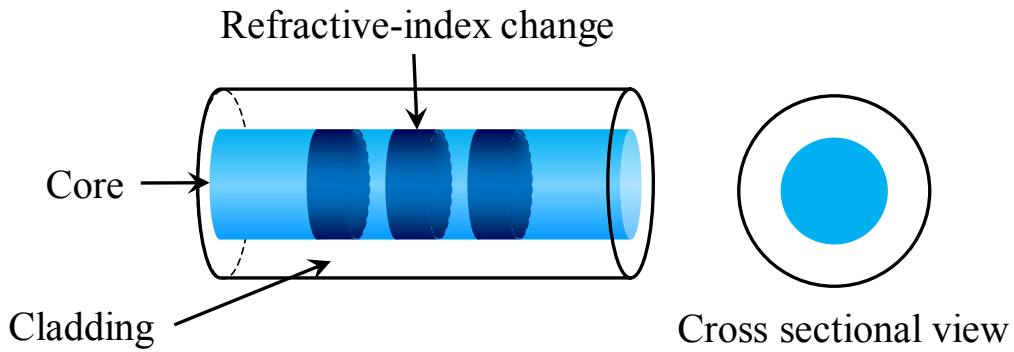


Fig. 4-1. Schematic drawing of FBG/LPFG structure

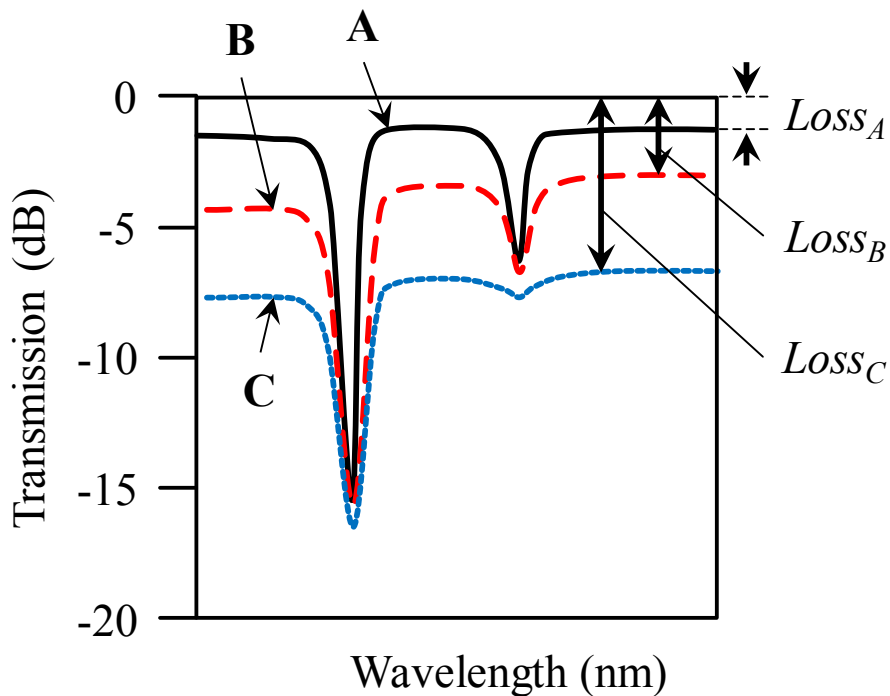


Fig. 4-2. Scattering effect in fiber grating.

### 4-3 光ファイバ屈曲センサ

Fig.4-1 と Fig.4-3 : ヘテロコア型光ファイバセンサ[7]に示される従来の光ファイバセンサの断面構造をみると、全方位で対称な構造である。したがって、光ファイバの曲げ方向に対して一様な応答を示すため、方向の判別は困難である。方向検知のための試みとして、シングルモード光ファイバに対してクラッド中に空洞化領域を直線的に描画することで光ファイバ光軸に対して非軸対称な構造を描画した LPFG センサがある[6]。構造体はコアから  $5\mu\text{m}$  外側のクラッド中に書き込まれており、 $250\mu\text{m}$  周期で配列し、センサ長は  $5\text{cm}$  という構造となっている。センサ特性についてみると、曲げ方向を観察するためには、常に減衰ピークと波長シフト量を取得する必要があるために、計測システムが複雑になりやすい欠点があるが、緩やかな屈曲量に対しては、方向検知を達成している。

本研究で提案する屈曲方向検知光ファイバセンサは前述の方向検知センサとは光を漏洩させる点でその原理が異なり、本研究では透過光の散乱現象を利用することで単一光源を利用した簡便な計測システムで実現が可能であると期待できる。

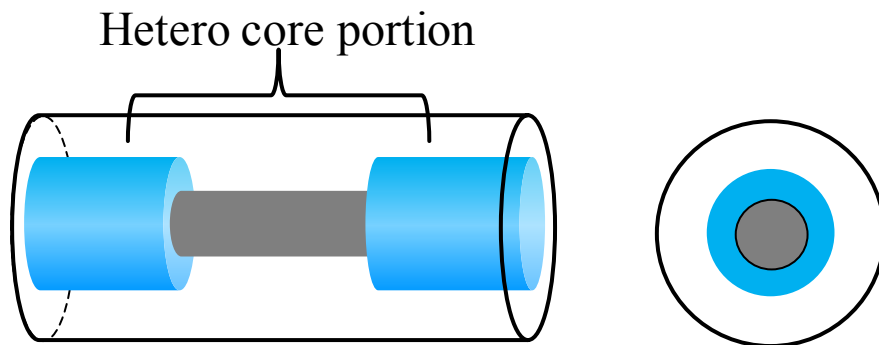


Fig. 4-3 Hetero-core structured optical fiber.



#### 4-4 方向検知光ファイバセンサの作製

本研究で提案する方向検知光ファイバセンサの構造を Fig.4-4 に示す。作製する構造は図中の断面図で示すように、透過光の散乱現象を誘起するためにシングルモード光ファイバ（コア径  $9\mu\text{m}$ ，株式会社フジクラ）に対して、のコア-クラッド境界付近に作製する。加工実験では、まず空洞化領域が作製可能であり、光ファイバ表面に損傷ができないパラメータを選定する。

##### 4-4-1 空洞化領域の作製

実験ではまず、照射フルエンスを選定するために基本波  $800\text{nm}$ ，パルス幅  $210\text{fs}$  の光源を用いて、パルス数を 1 で固定し、パルスエネルギー  $0.5\mu\text{J}\sim 200\mu\text{J}$  の間で変化させて実験を行った。コリメート光学系には 3 章 3 節で示した (a) ケプラー式光学系を用いた。空洞化領域は  $1\mu\text{J}$  以上のフルエンスで確認され始め、光ファイバクラッド表面の損傷は  $76\mu\text{J}$  までは確認されなかった。作製した加工領域の代表的な顕微鏡画像を Fig.4-5 に示した。(a) : パルスエネルギー  $1\mu\text{J}$  は、空洞化領域が生成可能なエネルギーのうち最小ときの条件で、(b) : パルスエネルギー  $3.6\mu\text{J}$  は、作製された空洞化領域の中で繰り返し作製精度の高いときのエネルギーで、(c) : パルスエネルギー  $56\mu\text{J}$  においては、空洞化領域の周囲でクラックの発生が確認された。パルスエネルギーを大きくした場合、クラッド表面におけるエネルギー吸収による光ファイバの機械的強度が劣化してしまうことを考慮して、パルスエネルギー  $3.6\mu\text{J}$  を採用した。このパルスエネルギーを用いて光ファイバのコア-クラッド境界に加工したときの空洞化領域の大きさは横方向が  $10\mu\text{m}$ ，縦方向が  $1\mu\text{m}$  である。また、光フ

ファイバの両端に光源（LED1310nm）とパワーメータを接続し、透過光の変化を観察した結果、1つの空洞化領域の損失量は0.01dBということがわかった。センサ部の作製では、この損失量を目標値として加工実験を行う。

パルス数を2以上にした実験結果から、空洞化領域の繰り返作製精度が低いため、パルス数は1に固定した。空洞化領域の形状は、光ファイバの円筒形状に起因していることが考えられ、光ファイバがシリンドリカルレンズとなって、顕微鏡画像の垂直方向にレーザー光を集光しているためである。実際に Fig.4-6 のように光ファイバの固定方法を90°回転させて固定した場合には、(b)のように縦長の空洞領域が生成された。以上の結果から、一つの空洞化領域を作製するための照射条件は、基本波光源を用いて、パルス数1で固定し、パルスエネルギー3.6 $\mu$ J（フルエンス250J/cm<sup>2</sup>）を用いて加工実験を実施した。

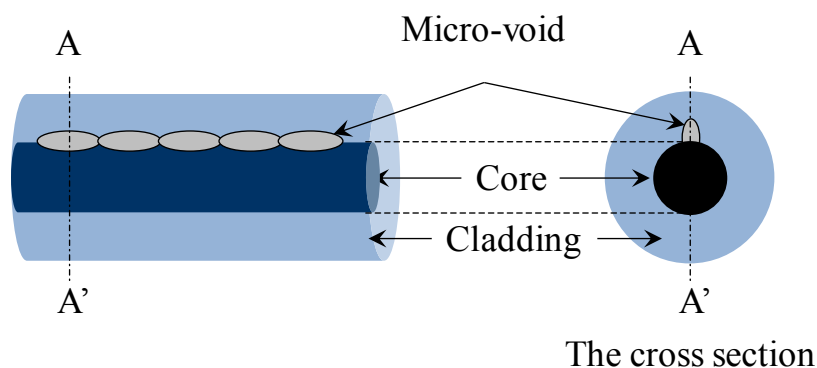


Fig. 4-4 Non-axisymmetric arrangement of micro voids.

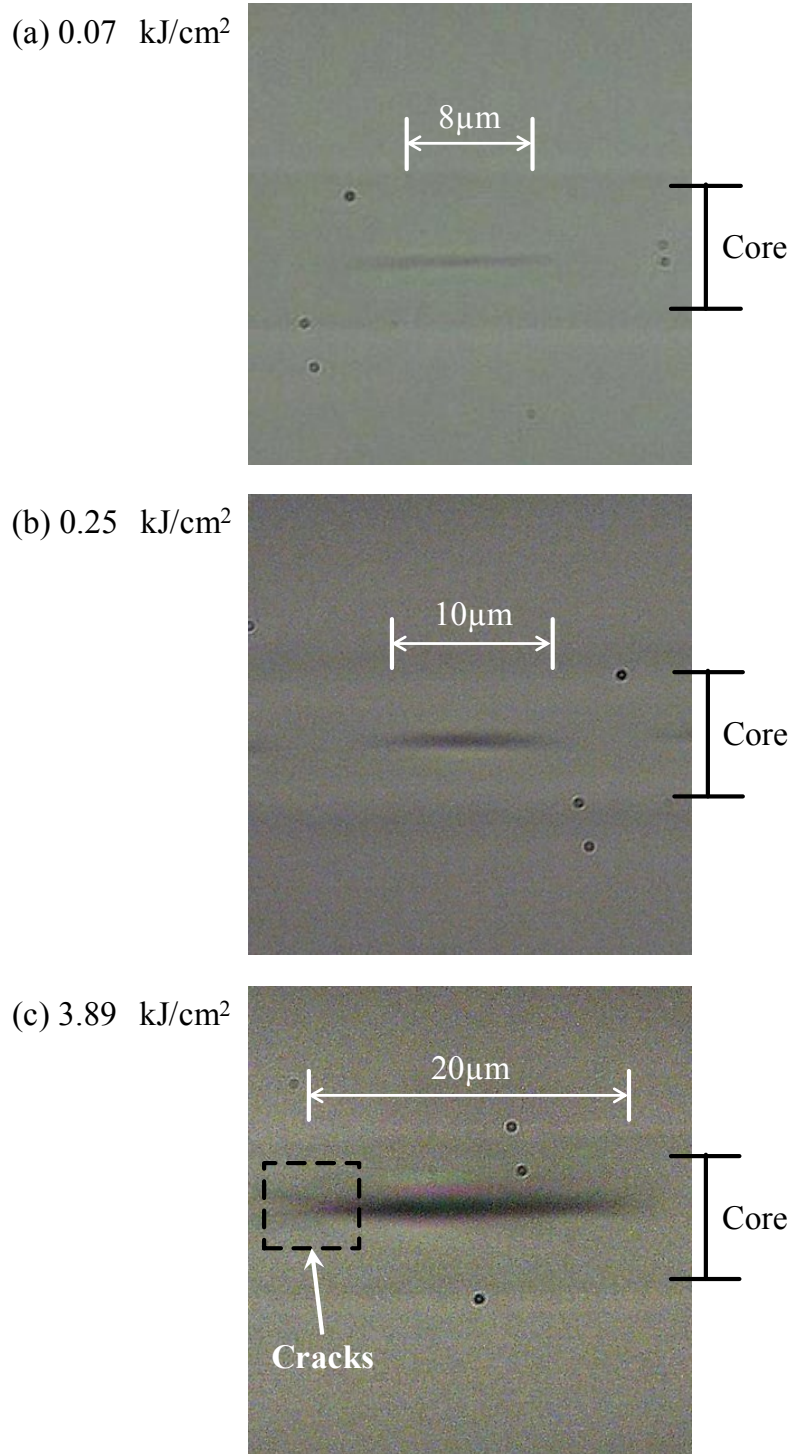


Fig. 4-5 Microscopic top views of micro-voids produced in close proximity to optical fiber core by laser fluencies of (a) 0.07 kJ/cm<sup>2</sup>, (b) 0.25 kJ/cm<sup>2</sup> and (c) 3.89 kJ/cm<sup>2</sup>.

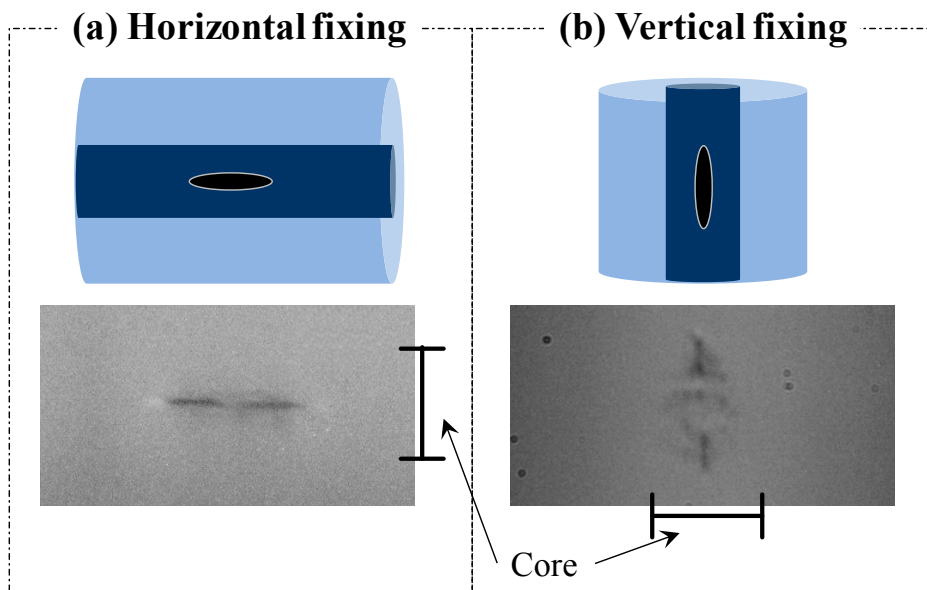
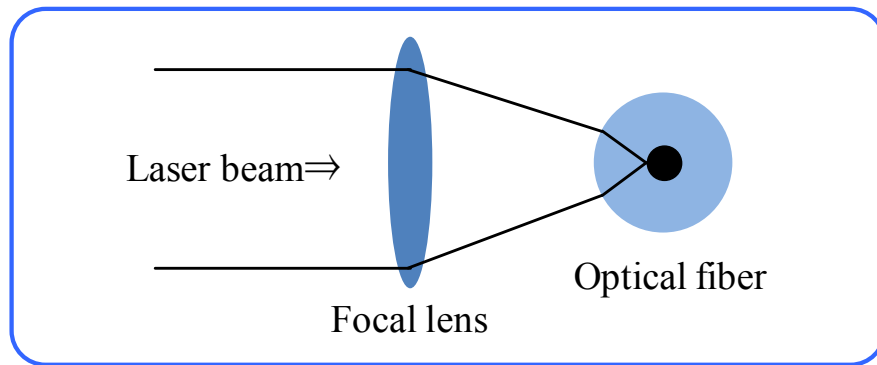


Fig. 4-6 Focusing effect of cylindrical surface.

#### 4-4-2 空洞化領域の配列

センサ部の作製するために、光ファイバの移動方向を光軸に沿って走査し、構造体を連結するために加工毎の間隔を  $10\mu\text{m}$  として直線状構造体を作製した。センサ部の設計は、基礎実験として 101 個の空洞化領域を生成し、センサ長を 1mm とした。加工による光強度変化を観察した結果、挿入損失はどのサンプルも 1.0dB 程度であることを確認した。加工実験で作製したセンサ部の模式図と顕微鏡画像を Fig.4-7 に示す。図中の (a) は各方向から観察したときのセンサ部を模式図であり、それぞれ (a) -I はレーザ照射方向、(a) -II はレーザ光の垂直方向、(a) -III は断面図を示している。(b) はそれぞれ顕微鏡画像であり、断面の観察には電子顕微鏡 (SEM : Scanning Electron Microscopic) を用いた。顕微鏡観察によって、センサ部の構造体がコアの中心にあり、コア-クラッド境界に配列されていることが確認できた。また、光ファイバを慎重に破断させることで、断面の SEM 画像を撮像した。SEM 画像から、実際の空洞化領域の厚み (レーザ照射方向から観察したときの垂直方向の大きさ) は  $0.2\mu\text{m}$  であり、奥行きは  $2\mu\text{m}$  であることがわかった。加工実験では、センサの実現性ととも作製再現性を調べるためにセンサ長 1mm のサンプルを 3 サンプル用意した。

#### 4-4-3 測定実験

屈曲によって生じる光強度変化を観察するための測定実験の装置を Fig.4-8 に示す。測定実験では、曲げ方向による光強度変化の違いを観察するために、構造体が屈曲の外側 (A 方向) と屈曲の内側 (B 方向) に屈曲を

与えた。作製したサンプルのそれぞれに対して、専用の測定ステージを用いて、ステージの変位（0-5mm, 0.05mm 刻み）させることでセンサ部に曲げを与えた。試行回数はそれぞれの方向ごとに 10 往復させることで、繰り返し精度の検証を行う。

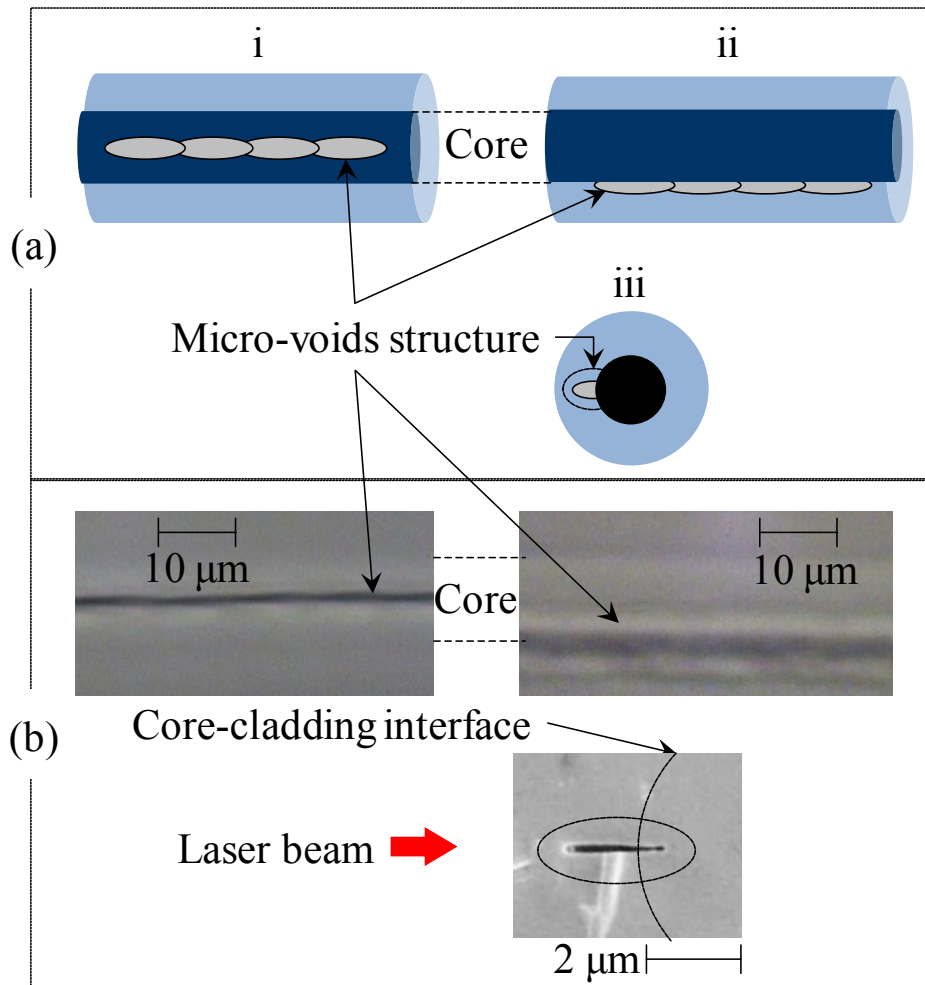


Fig. 4-7 (a) Schematics of void structure and (b) micrographs of array of void forming a channel. Optical micrographs are: i from the direction of laser beam entry, ii perpendicular to the beam, and iii SEM cross-sectional view.

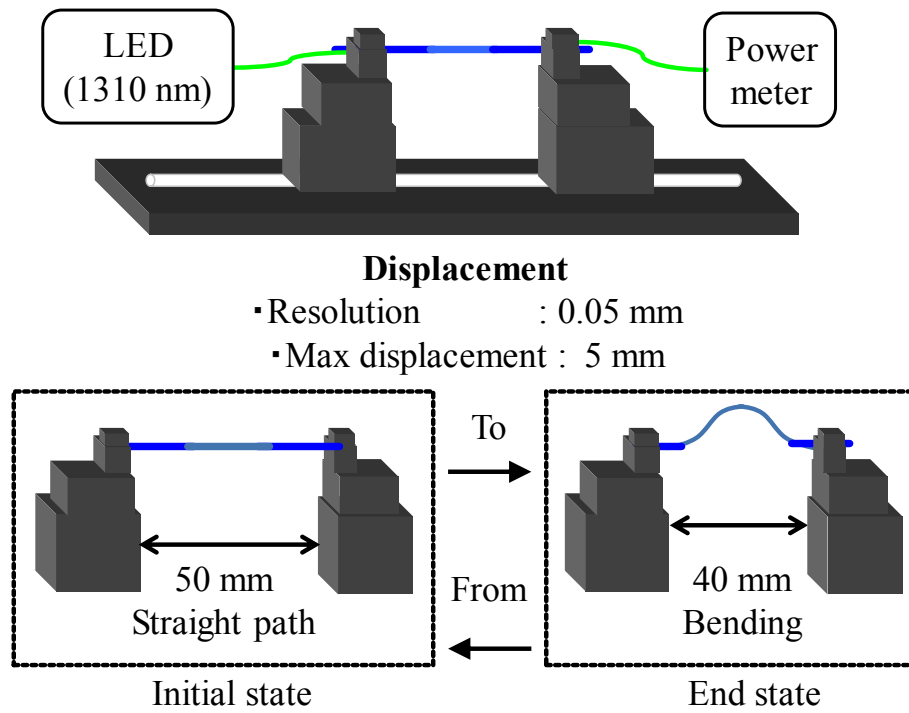


Fig. 4-8 Experimental apparatus to produce bending by linear displacement.

測定結果を Fig.4-9 に示す。横軸はステージの変位量で縦軸は光強度の変化量である。1mm 毎に誤差バーを示すことで、試行毎の平均値からの差を示した。どのサンプルにおいても各方向で変位量とともに光強度が変化しており、A 方向では光強度が減少し、B 方向では増加することを確認した。また、A 方向での光強度変化量が B 方向に比べて、大きくなっていることがわかる。誤差バーをみると  $S_{1.0-1}$  の A 方向と、 $S_{1.0-2}$  の B 方向においては変化量の 25%程度の大きさとなってしまった。これは試行回数毎に波形全体がシフトしていることがステージの変位によってセンサ部の固定位置がずれてしまったことが考えられる。実際に後述の実験では、光ファイバの V 溝固定台の設置部分の汚れや、光ファイバの保護膜除去の際に発生したバリを取り除くことで繰り返し精度が大幅に改善された。

実験結果から、フェムト秒レーザ加工によって作製した、非軸対称な内部構造体を有する光ファイバセンサの実現性及び再現性が示された。光ファイバ導波路中に空洞化領域からなる構造体を配列することで、曲げ方向に依存して光強度の増減を制御できることがわかった。

この原理について Fig.4-10 を用いて考察する。透過光は模式的にガウス分布で示しており、コア-クラッド境界に接するように空洞化領域を図示し、構造体による透過光の損失は矢印を用いて示した。(a) : センサ部が直線のときを基準に (b) : A 方向への屈曲と (c) : B 方向への屈曲について考える。(b) においては曲げによって透過光の強度分布が外側へシフトすることで構造体による光散乱が大きくなり透過光強度が減少する。反対に (c) においては、曲げによって構造体による光散乱が小さくなり透過光強度が増



加する.

次に空洞化領域の配列数を変化させて、センサ長が 1mm のときとの比較を行った. 作製したサンプルはセンサ長が 0.5mm と 2mm となるように、空洞化領域の配列数が 51 と 201 個ずつの構造体を作製した. 挿入損失はそれぞれで 0.5dB, 2.0dB 程度となり作製再現性の良い手法であることがわかる. Fig.4-11 と Fig.4-12 にそれぞれの測定実験の結果を示す. また、それぞれのサンプルの最大変位量 5mm における光強度変化量とセンサ感度 (dB/mm) を Table 4-1 にまとめた.  $S_{0.5}$  と  $S_{1.0}$  を比較すると、センサ長に依存してセンサ感度に変化しており、 $S_{2.0}$  においてはセンサ感度が向上していることがわかった.

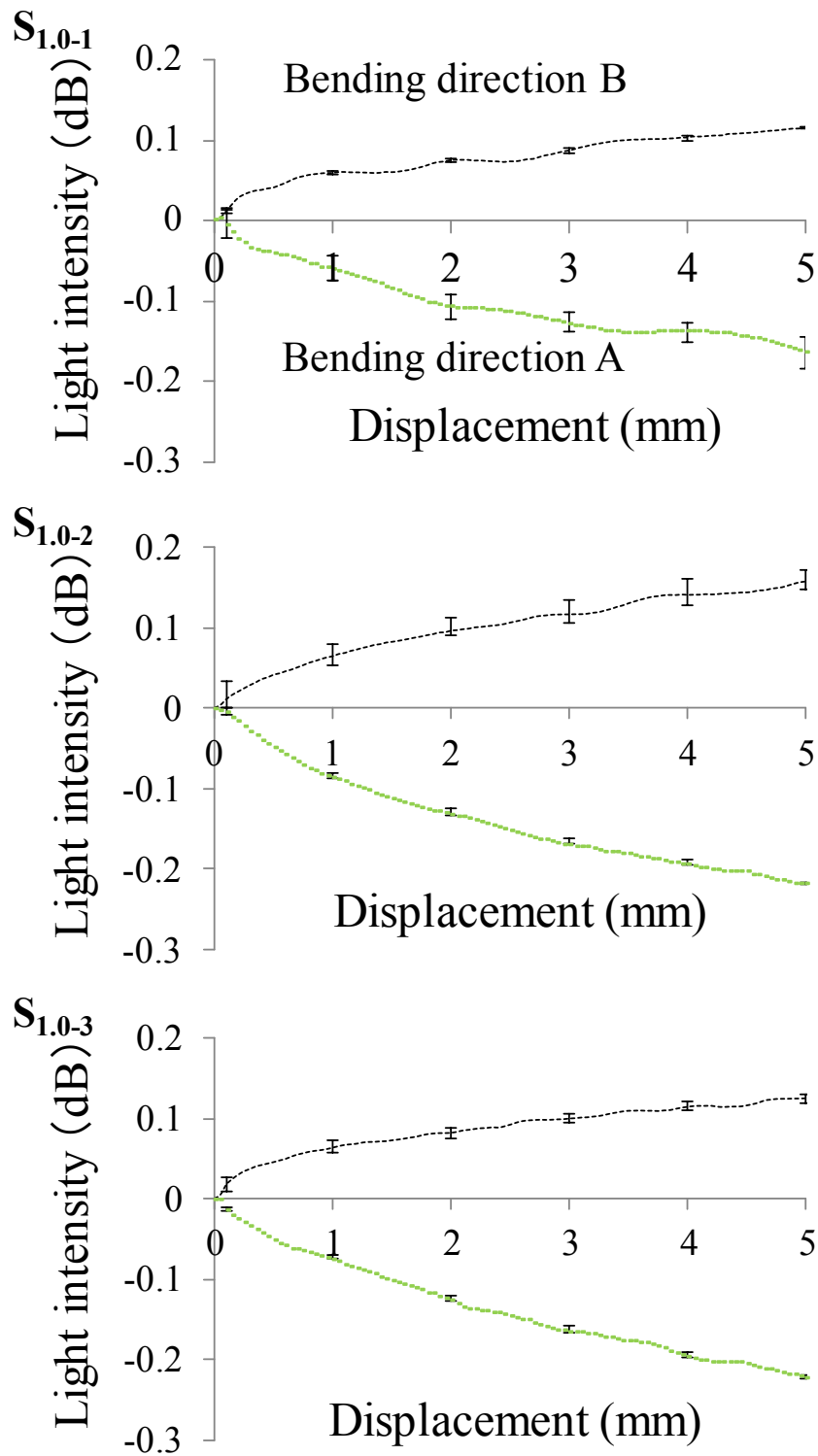


Fig. 4-9 Measurement result of light intensity change of using 1-mm.

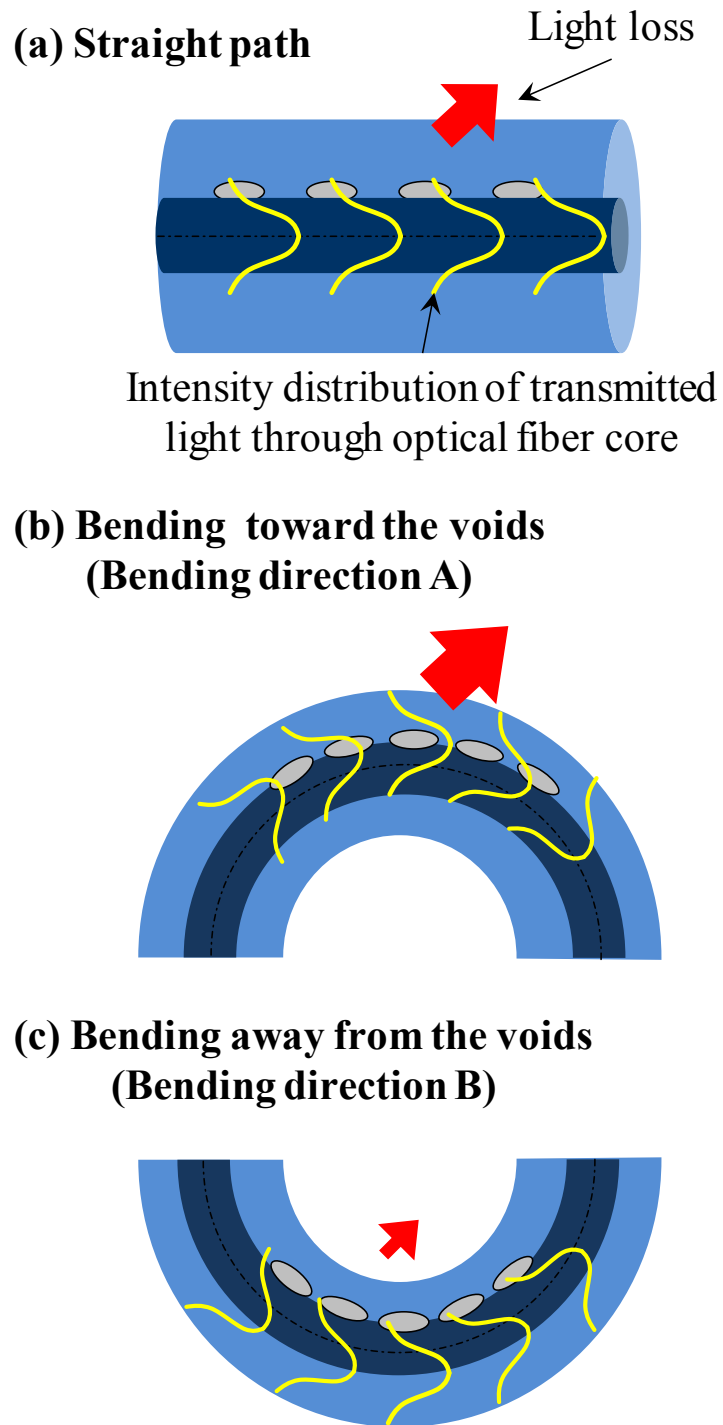


Fig. 4-10 Directional bending detection by core light loss for (a) straight path, (b) out-curvature and (c) in-curvature cases.

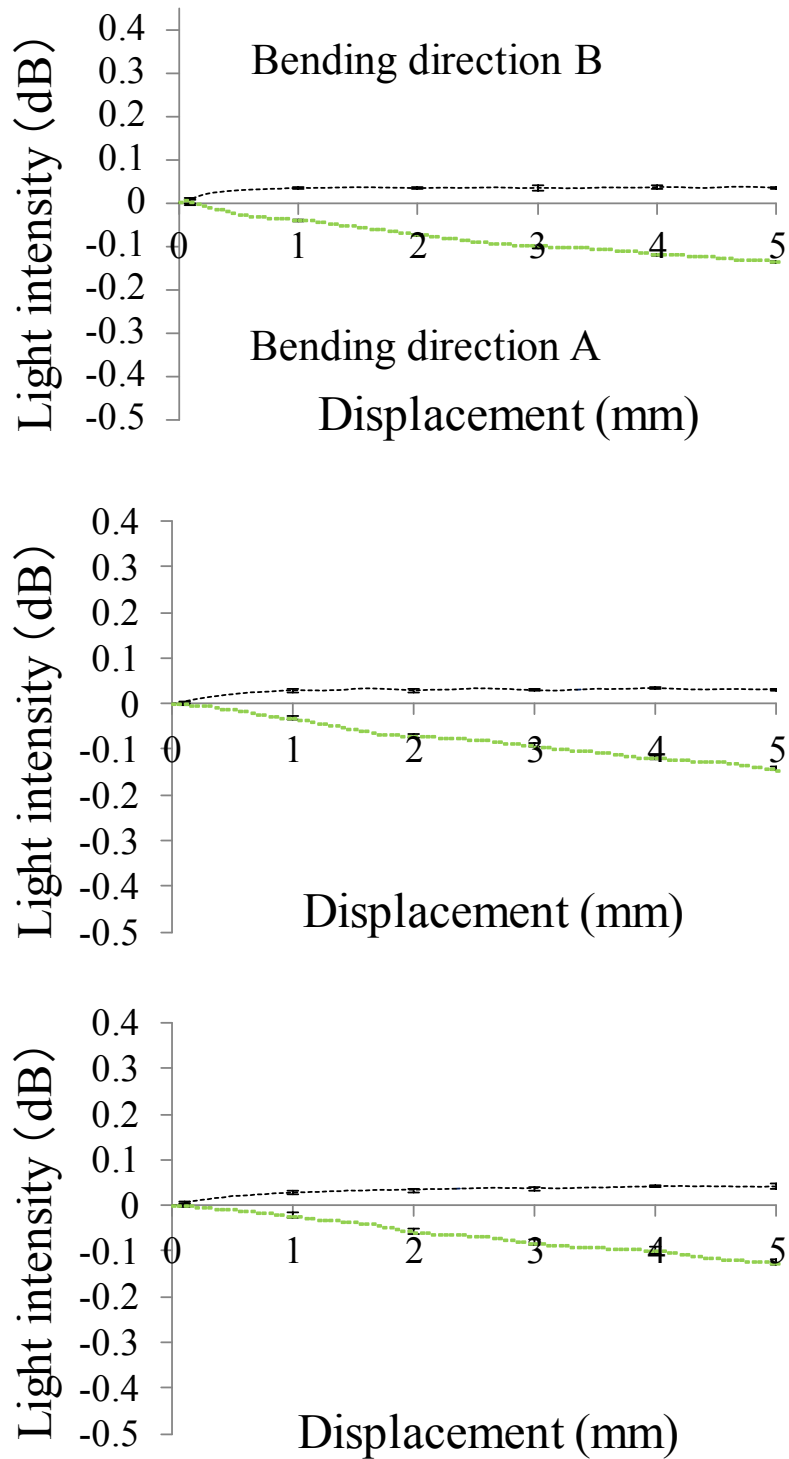


Fig. 4-11 Measurement result of light intensity change of using 0.5-mm sample.

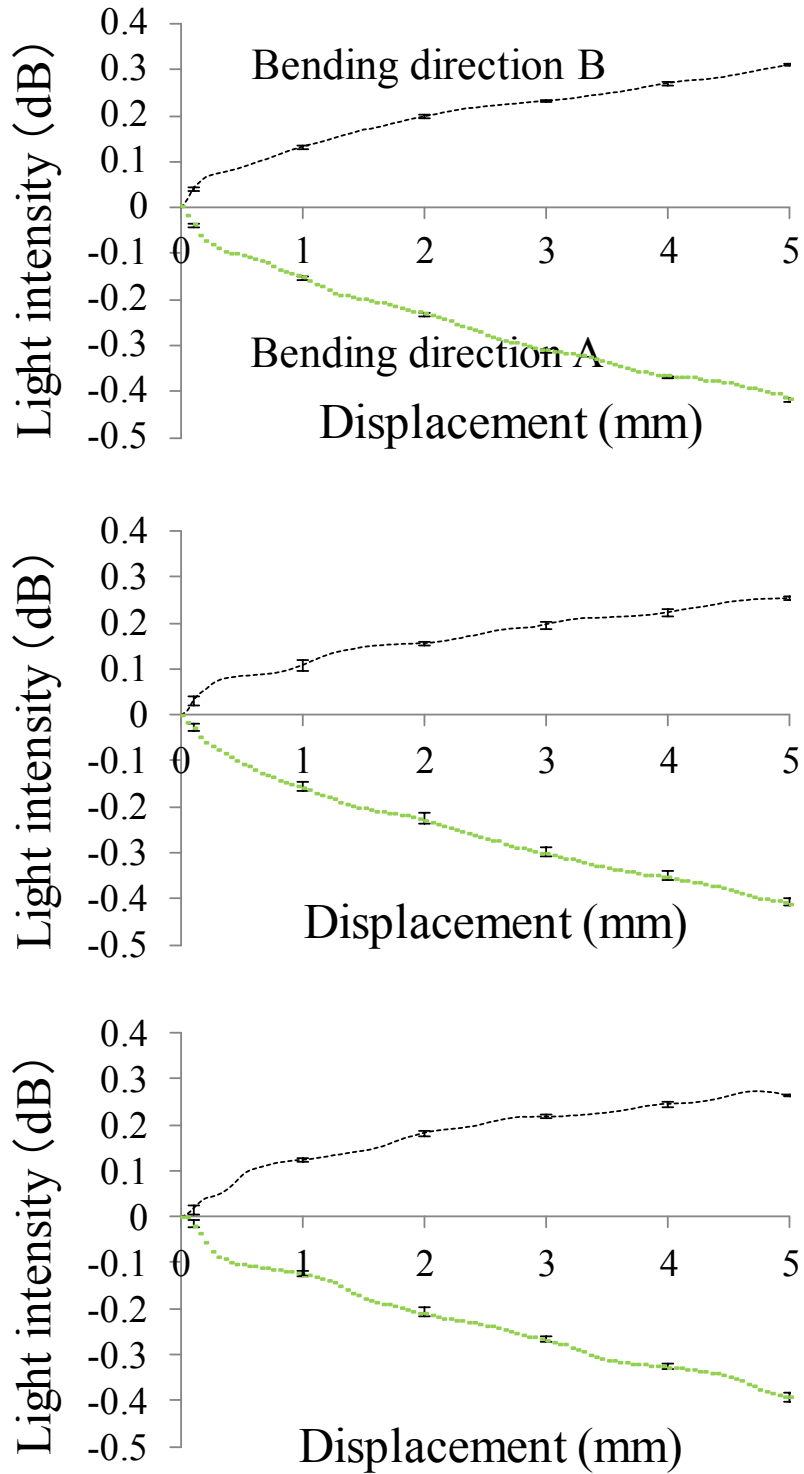


Fig. 4-12 Measurement result of light intensity change of using 2-mm sample.

Table 5-1 Summary of insertion loss, intensity change and average sensitivity for bending directions A and B for each sensing length.

Sensing length (mm)	Insertion loss (dB)	Intensity change in bending direction A		Intensity change in bending direction B	
		Decrease (dB at 5 mm)	Average sensitivity (dB/mm)	Increase (dB at 5 mm)	Average sensitivity (dB/mm)
0.5	0.51	-0.14	-0.03	+0.04	+0.01
1	1.05	-0.20	-0.04	+0.13	+0.03
2	2.01	-0.41	-0.08	+0.27	+0.06

#### 4-5 結言

本章は、光ファイバへの内部加工によるセンシングの付加に関する調査をもとに新たなセンシング機能の提案を行った。実験の結果から、空洞化領域を光ファイバのコア-クラッド境界に配列させて、散乱により透過光強度を制御可能であることを確認した。構造体は非軸対称に配列することで、光ファイバに方向依存性を持たせることを実現した。また、空洞化領域の配列数を変化させるだけで、容易にセンサ感度の調節可能であることと、レーザ加工のみでその調節が行われ、同時にセンサの原理から作製再現性においても優れており、有用性の高いセンサであることが示された[8]。

#### 4-6 参考文献

- [1] N. Jovanovic, J. Thomas, R. J. Williams, M. J. Steel, G. D. Marshall, A. Fuerbach, S. Nolte, A. Tünnermann, M. J. Withford, Polarization-dependent effects in point-by-point fiber Bragg gratings enable simple, linearly polarized fiber lasers, *Opt. Express* 17 (2009) 6082-6095.
- [2] D. Grobnic, C. W. Smelser, S.J.Mihailov, R.B.Walker, Long-term thermal stability tests at 1000 °C of silica fibre Bragg gratings made with ultrafast laser radiation, *Meas. Sci. Technol.* 17 (2006) 1009.
- [3] M. L. Åslund, N. Jovanovic, N. Grothoff, J. Canning, G. D. Marshal, S. D. Jackson, A. Fuerbach, M. J. Withford, Optical loss mechanisms in femtosecond laserwritten point-by-point fibre Bragg gratings, *Opt. Express* 16 (2008) 14248-14254.
- [4] X. Sun, P. Huangi, J. Zhao, L. WEI, N. Zhang, and D. Kuangi, X. Zhu, Characteristic control of long period fiber grating (LPFG) fabricated by infrared femtosecond laser, *Front. Optoelectron.* 5 (2012) 334–340.
- [5] S. W. James, R. P.Tatam, Optical fibre long-period grating sensors: characteristics and application, *Meas. Sci. Technol.* 14 (2003) R49–R61.
- [6] T. Allsop, M. Dubov, A. Martinez, F. Floreani, I. Khrushchev, D. J. Webb, I. Bennion, Bending characteristics of fiber Long-Period Gratings with cladding index modified by femtosecond laser, *J. LightW. Technol.* 24 (2006) 3147-3154.



- [7] K. Watanabe, K. Tajima, Y. Kubota, Macrobending Characteristics of a Hetero-Core Splice Fiber Optic Sensor for Displacement and Liquid Detection, IEICE Trans. on Electronics E83-C (2000) 309-314.
- [8] K. Goya, K. Watanabe, A novel optical fiber sensor fabricated by femtosecond laser processing for directional bending detection, The Review of Laser Engineering 41 (2013) 718-721.

## 5 章 穿孔加工による光ファイバ分光センサ

---

---

### 5-1 諸言

本章は、光ファイバへの穿孔加工によるセンシング機能付加に関する研究について述べる。近年注目を集めているマイクロデバイスの開発においてフェムト秒レーザー加工は有効な加工技術として期待される。そこで本研究においても液体検査用の微小サンプルセルを光ファイバの導波路中に埋め込みについて検討を行う。

3 章で述べたように、数百マイクロメートル程度の穿孔においてもフェムト秒レーザーを用いることが必須であると言える。特にアスペクト比の高い穿孔を行う場合には、熱影響によって発生するデブリを低減させることが重要な要素となるためであることと、非接触の加工が可能なフェムト秒レーザー加工は最適な加工技術である。

### 5-2 光ファイバへの穿孔加工

光ファイバの穿孔においては、光ファイバそのもののサイズが微小であるために、照射条件だけでなく目的にあった加工方法を行う必要がある。既存の研究についてみると、フェムト秒レーザー照射領域をフッ化水素酸（HF）によって除去する方法[1-2]が提案されているが、エッチングを行う場合には、作業工程

の複雑化や作業時間の長時間化は避けられない。開口数の小さい対物レンズを用いた実験では、エッチングや浸水加工等を要せず、穿孔を実現しているが、孔の底面の先細りが顕著である[3]。さらに熱影響を低減することとデブリの再堆積を防ぐために、液体中に光ファイバを浸漬させた状態でレーザ焦点を螺旋経路で走査する、ヘリカル加工を行った実験[4]が報告されている。それぞれの報告について Table 5-1~5-3 と Fig.5-1, Fig.5-2 を用いて、より詳しくみていく。

Y. Wang らの実験[3] (2009) では、レーザ光源に波長 800nm, パルス幅 120fs, 繰返し周波数 1kHz, パルスエネルギー 11 $\mu$ J を用いて、非貫通もしくは貫通孔の形成を実現している。形成した穿孔は、どれも先細っており、画像観察により計算したところ、テーパ角は 7~10° 程度であることがわかる。孔内表面の粗さのスケールについては述べていない。文献[4]においては、レーザ光源に波長 1030nm, パルス幅 280fs, 繰返し周波数 100kHz, パルスエネルギー 1~5 $\mu$ J を用いて、貫通孔の形成を実現している。写真から得られるテーパ角は光ファイバの光軸方向は 1~2° で、断面方向において 3~5° という計算結果となった。この結果から、孔の先細りを避けるためにヘリカル加工を採用しているが、焦点の手前で光ファイバを伝搬するレーザ光は光ファイバによって集光されてしまうために、1方向からレーザを照射する場合、孔の先細りは避けられないことが推察される。パルスエネルギーは比較的小さいが、繰返し周波数が大きく、また照射時間は 5 分間としている。3 章でも述べたが、フェムト秒レーザにおいてエネルギーの吸収過程は波長とピーク強度に大きく依存し、多光子吸収を誘起するためには光子エネルギーの小さな長波長レーザほどパルスエネルギーを大きくする必要があり、電子衝突によるアバランシェ過程[5]が支配的となる。この点からフ

フェムト秒レーザにおいても短波長レーザに比べて熱的効果が発生することが考えられる。実際に Y. Wang らの報告 (2009) 後の実験[6] (2010) では同様のレーザ加工システムを用いた実験で穿孔の内側表面を SEM で観察した結果 (Fig.5-3) についてみると、レーザ加工によって発生したデブリが再堆積し、 $5\mu\text{m}$  よりも大きなサイズの凹凸が確認できる。熔融層の体積が大きいほど、デブリのサイズが大きくなることから考察すると、近赤外領域のフェムト秒レーザを用いた光ファイバの加工は、熱的効果にエネルギーが分散されてしまうため、加工再現性も乏しく、適した手法とは言えない。さらに、光ファイバの透過光の波長よりも凹凸構造が大きい場合にはミー散乱の効果が顕著に現れる[7]と考えられる。

Table 5-1 Irradiation parameters employed in [3, 4].

	Pulse width	Wavelength	Repetition	Pulse energy	Irradiation time	Method	Lens NA
Ref. [3]	120 fs	800 nm	1 kHz	11 $\mu$ J	(a): 5 s (b): 10 s (c): 15 s	Single direction	0.25
Ref. [4]	280 fs	1030 nm	100 kHz	1-5 $\mu$ J	5 min (fabrication)	Helical drilling	0.68

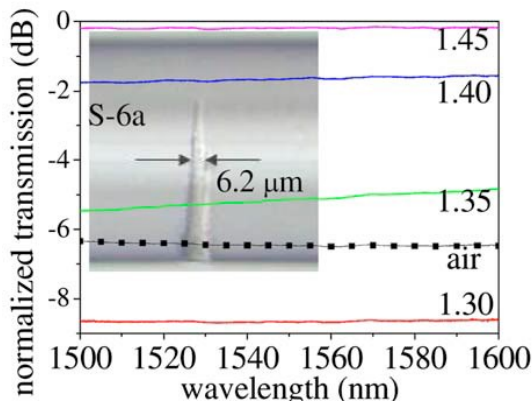
Table 5-2 Design of hole array in [3, 4].

	Number	Shape	Diameter	Insertion loss	Roughness (on internal surface)	Volume (pL)
Ref. [3]	1	Dead-end (7-10°)	$\frac{6 \mu\text{m}}{8 \mu\text{m}} \rightarrow 11 \mu\text{m}$	-	-	$\frac{1.2 \text{ pL}}{6.3 \text{ pL}} \rightarrow 12 \text{ pL}$
Ref. [4]	SM: 1 MM: 3	Through hole Tapered (1-4°)	20 $\mu$ m	-	300 nm	40 pL

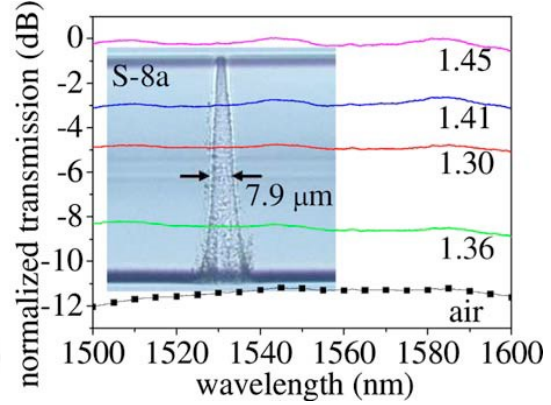
Table 5-3 Measurement setup and optical fiber used in [3, 4].

	Application	Sample liquids	Light source for measurement	Fiber	
				Optical fiber	Core diameter
Ref. [3]	RI sensing	Cargille oil (1.30-1.45)	1500-1600 nm	SM	8.2 $\mu\text{m}$
Ref. [4]	RI sensing Spectrometer	RI (1.33-1.6) Food dye	500-700 nm	SM MM	8 $\mu\text{m}$ 50 $\mu\text{m}$

(a) irradiation time: 5 s



(b) irradiation time: 10 s



(c) irradiation time: 15 s

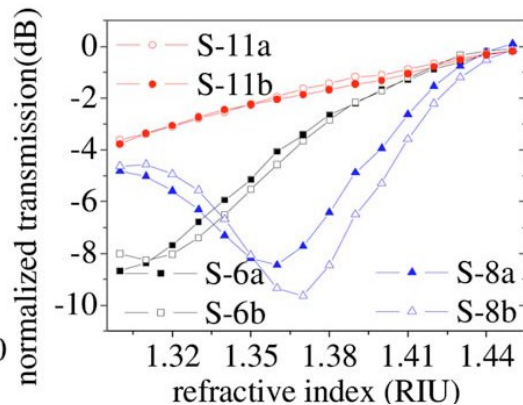
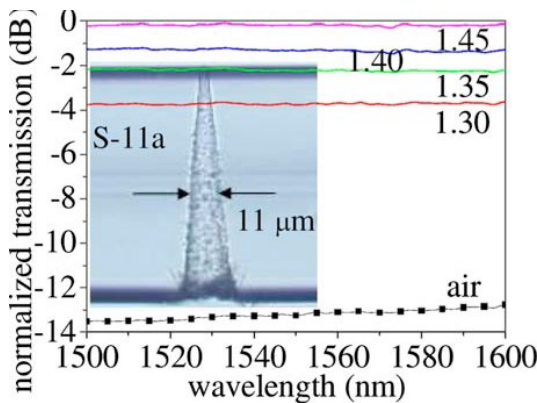


Fig. 5-1 Micro hole (a), (b) and (c) fabricated in [3].

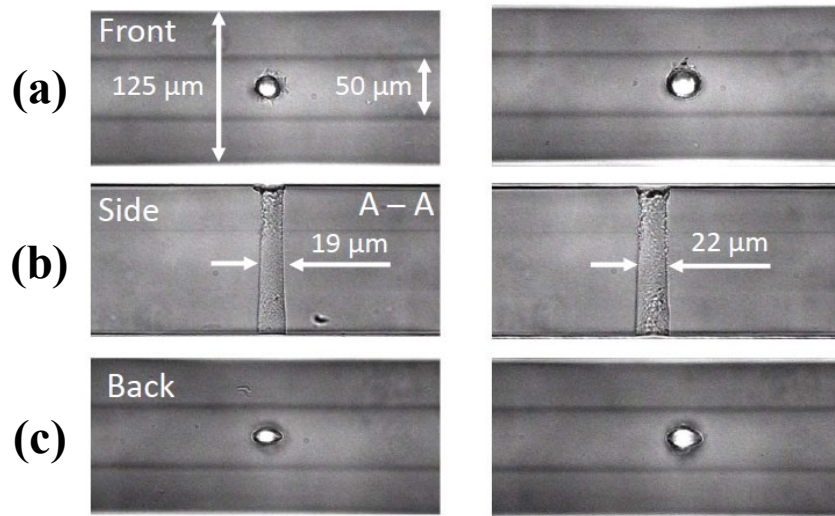


Fig. 5-2 Micro hole fabricated by helical drilling in [4].

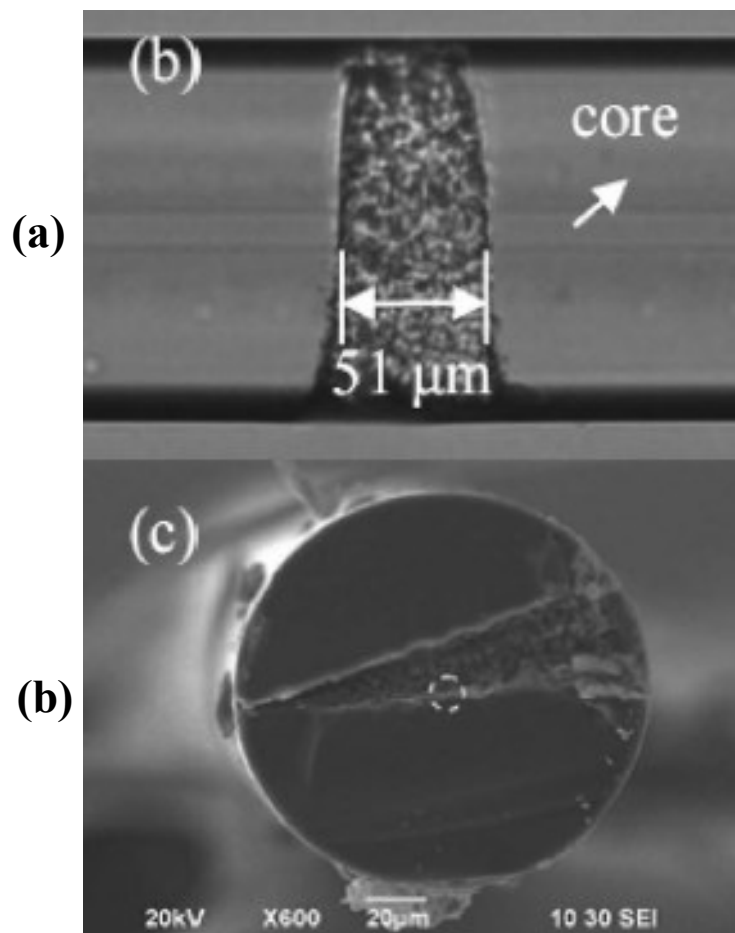


Fig. 5-. Micro hole fabricated in [6].

### 5-3 近紫外フェムト秒レーザーによる深孔加工

5 章 2 節において穿孔加工における波長選択の重要性について説明した。そこで本研究では、波長 400nm の第二高調波を用いて効率的な深孔加工を試みる。既存研究における光ファイバへの穿孔加工は、近赤外波長領域のフェムト秒レーザーを用いて行われているが、本研究においては光子エネルギーのより大きな 400nm の近紫外波長のフェムト秒レーザーを用いて穿孔を行う。

実験は 3 章で示した (d) : ガリレオ式のコリメート光学系を採用し、照射パラメータの選定を行った。繰返し周波数を 1kHz に固定し、光ファイバ全体を貫通するセルの作製を試みた。貫通孔の作製方法には貫通孔の入口/出口の先細りを避けるために、2 方向から照射する方法を採用した。パルスエネルギーの選定では  $5\mu\text{J}\sim 40\mu\text{J}$  の間で変化させて実験を行い、貫通孔のコア中の孔径が  $10\mu\text{m}$  程度となる条件とした。加工実験の結果、パルスエネルギーは  $15\mu\text{J}$ 、照射時間 1.2 秒が採用した。貫通孔の作製方法と、レーザー焦点近傍の様子を Fig.5-4 に模式的に示す。マルチモード光ファイバ (コア径  $62.5\mu\text{m}$ 、三喜株式会社製) に対して、図に示すようにレーザー焦点をクラッド表面から  $5\mu\text{m}$  内側の位置に合わせて、Micro hole<sub>1</sub> を形成し、光ファイバを  $180^\circ$  回転させたのちに Micro hole<sub>1</sub> の位置に合わせて Micro hole<sub>2</sub> を作り、孔同士の頭頂部を突き合わせるように貫通形状を作製した。作製した貫通孔の顕微鏡画像を Fig.5-5 に示した。(a) と (b) は貫通孔セルの模式図で、(c) と (d) は光学顕微鏡画像、(e) は貫通孔の断面を SEM によって観察したものである。(c) の画像から、孔同士が連結することで貫通形状が作製されていることが確認された。(d) の貫通孔の入口を観察すると大きな損傷は確認されなかった。光学顕微鏡画像による観察から、貫通孔の径は



入口で  $18\mu\text{m}$  であり，ウエスト部分では  $10\mu\text{m}$  という結果が得られた．この数値を用いて，貫通孔 1 つ当たりの体積を近似的に計算したところ， $20\text{pL}$  であることがわかった．同様に貫通孔の先細り度合を示す指標として，テーパ角を算出したところ， $3.66^\circ$  という結果となった．つぎに (e) の電子顕微鏡観察の結果，孔内側表面の凹凸構造は  $100\text{nm}\sim 500\text{nm}$  の大きさの粗さであることがわかった．孔内部の凹凸構造は，フェムト秒レーザを材料表面に照射した場合に照射領域周辺に形成するリムが形成することに起因して構造化する．その構造の生成過程は，フェムト秒レーザを多パルス照射した場合に，形成したリムに対して後続のパルスが入射し，回折したレーザ光がさらに折り重なるようにリムを形成し凹凸構造が成長する．リムの形成する周期は，レーザ光の波長に依存した回折距離で決定される[8]．また，リムの高さは溶融層の体積に比例すると考えられる．その理由はフェムト秒レーザが材料表面に達すると，温度勾配を持つプラズマに誘起されるマランゴニ流体力が引き起こす，中心から外側へ向かう力によって，溶融層が周囲へと瞬間的に吹き飛ばされるために，溶融層の体積が大きいほど周囲のリムが厚みを増し，高くなると考えられるためである．

測定実験では透過光の光路長の違いによる透過スペクトルを観察するために，セル数 1 と 10 のサンプル  $S_{01}$  と  $S_{10}$  のそれぞれを作製した． $S_{10}$  は貫通セル同士の間隔を  $500\mu\text{m}$  としてセルの配列を行った．挿入損失はセル数 1 が  $1.02\text{dB}$ ，セル数 10 のときが  $1.66\text{dB}$  となった．挿入損失は，セル数 1 において，20%の光損失であるのに対して，セル数 10 のセル 2~9 において平均的に 2%程度の光損失であることがわかった．これはセル 1 と通過後の光のモードが乱されて透過光量が弱くなってしまったことが考えられる．

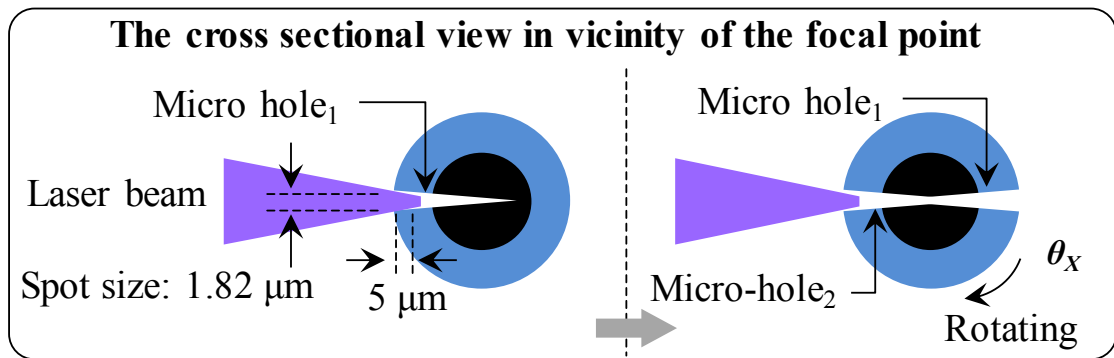


Fig. 5-4 Vicinity of focal point.

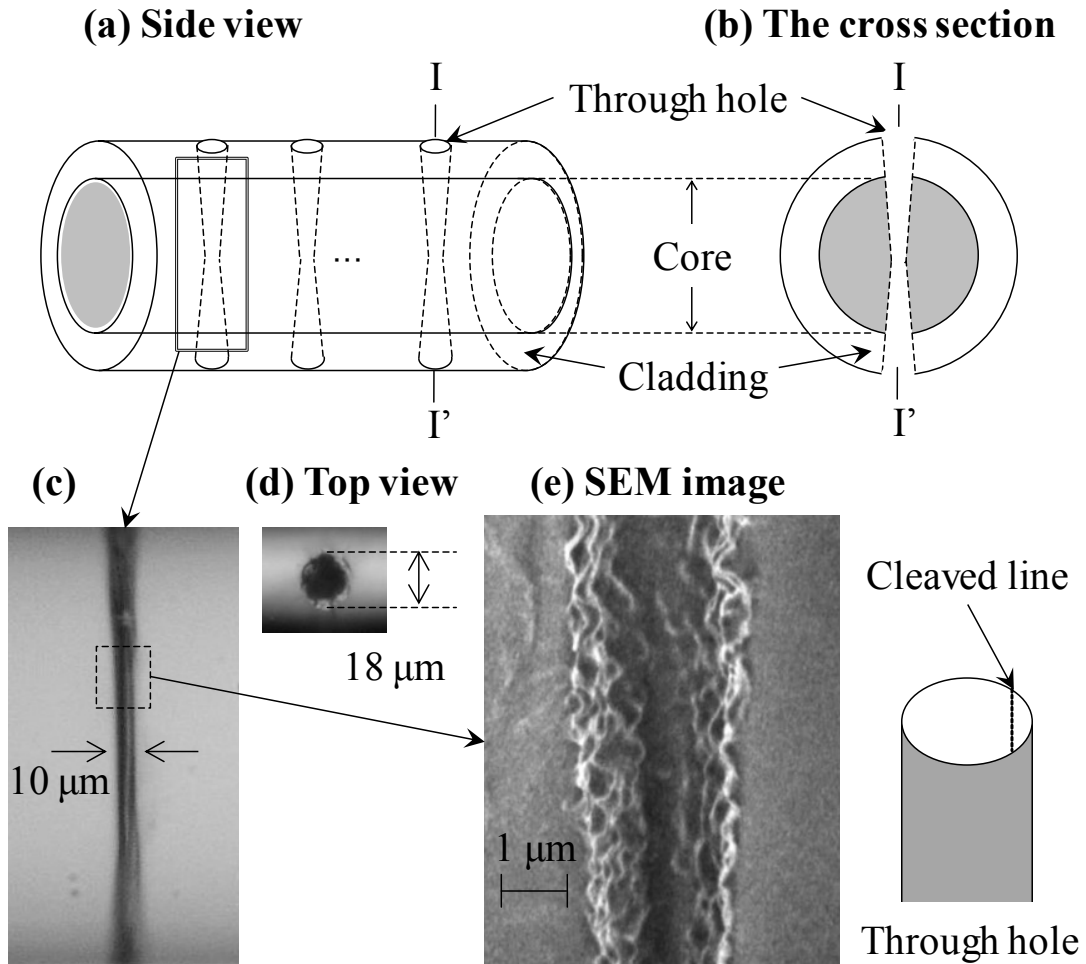


Fig. 5-5 The schematic drawings of sensor portion monitored from side view (a) and the cross section (b). The micrographs of (c) and (d) give examples which show the shape of the through hole and the hole opening, respectively. (e) SEM image of a part of hole.

#### 5-4 屈折率変化に対するセンサ応答

屈折率変化に対する応答を観察するために用いた実験構成を Fig.5-6 に示した。マルチモード光ファイバの両端には光源（波長 400-1800nm, AQ-4303B, 安藤電気株式会社製）とスペクトラムアナライザ（AQ-6315）を接続し、治具に固定されたサンプルのセンサ部を液体プールに浸水させるだけの簡単な実験構成である。液体サンプルは水（屈折率：1.33）とエタノール（1.36）、パラフィンオイル（1.48）を用いて屈折率に対するセンサ応答を観察した。測定実験の結果を Fig.5-7 に示す。（a）はセル数 1、（b）はセル数 10 のときの透過スペクトルである。どちらも吸収がなく、短波長側になるにつれて透過度が徐々に減少していることがわかり、（b）：セル数 10 においては短波長側での減衰が大きくなっていることがわかる。これは波長が短くなるにつれてセルと光ファイバの境界の凹凸構造での散乱が増加したためであると考えられる。屈折率に対する応答は、屈折率が増加するにしたがってスペクトル全体が上向きにシフトしており、光損失が小さくなっていることがわかる。これは、セル-光ファイバ間の屈折率差が液体の侵入により小さくなり、境界におけるフレネル反射が小さくなったためであると考えられる。屈折率変化に対する応答をより詳しくみるために波長 850nm における透過率（セルが空気中にあるときのスペクトルを基準）を挿入図に示す。（a）と（b）について比較すると、セル数 10 においては線形性が改善されていることがわかり、屈折率変化 1.33～1.48 の間では、0.21～0.50dB と 0.25～0.74dB の応答を示した。

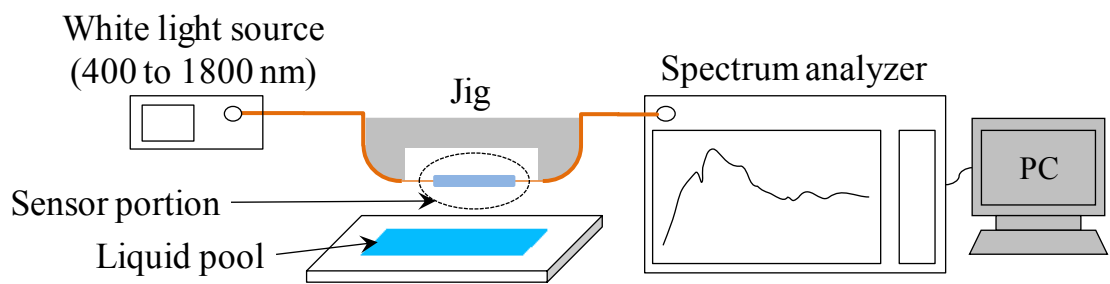


Fig. 5-6 Experimental setup for immersing the sensor portion in liquids.

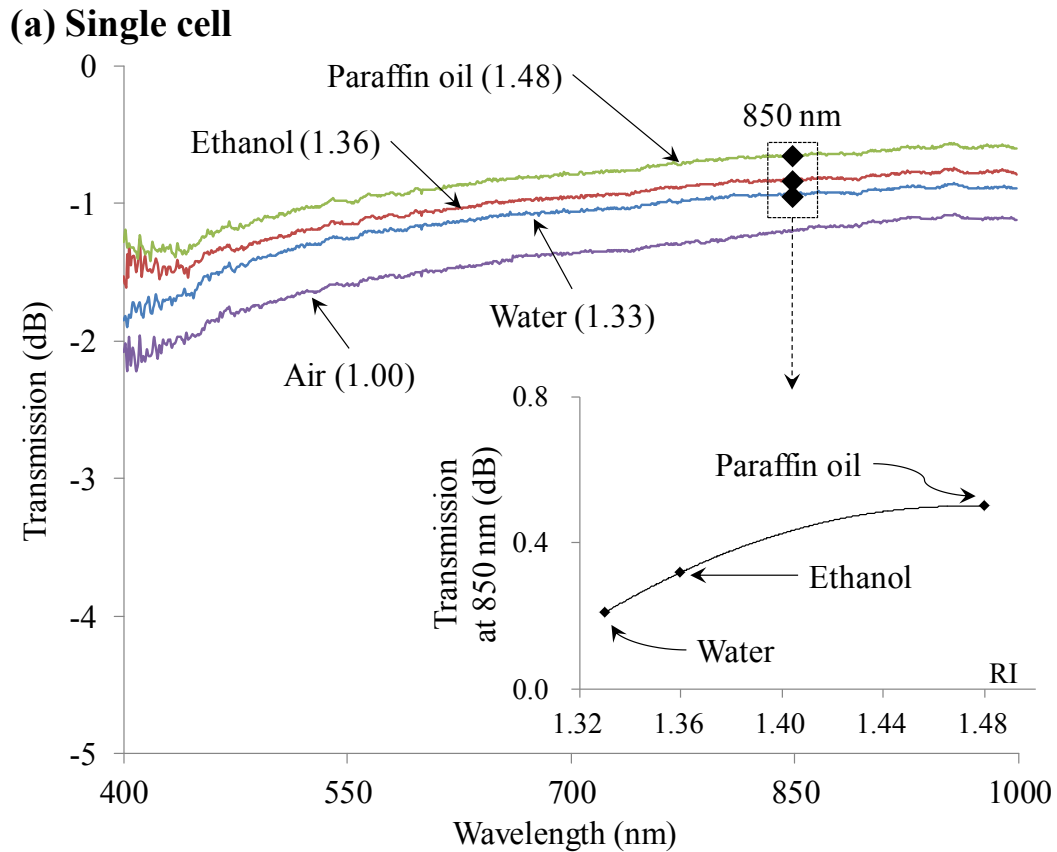


Fig. 5-7 (a) Transmission spectra obtained by using single-cell sensor sample during immersion in liquids of water, ethanol and paraffin oil. The inserted figure shows transmission change represented by the difference from the transmission of sample cell in air at a wavelength of 850 nm as a function of refractive index (RI).

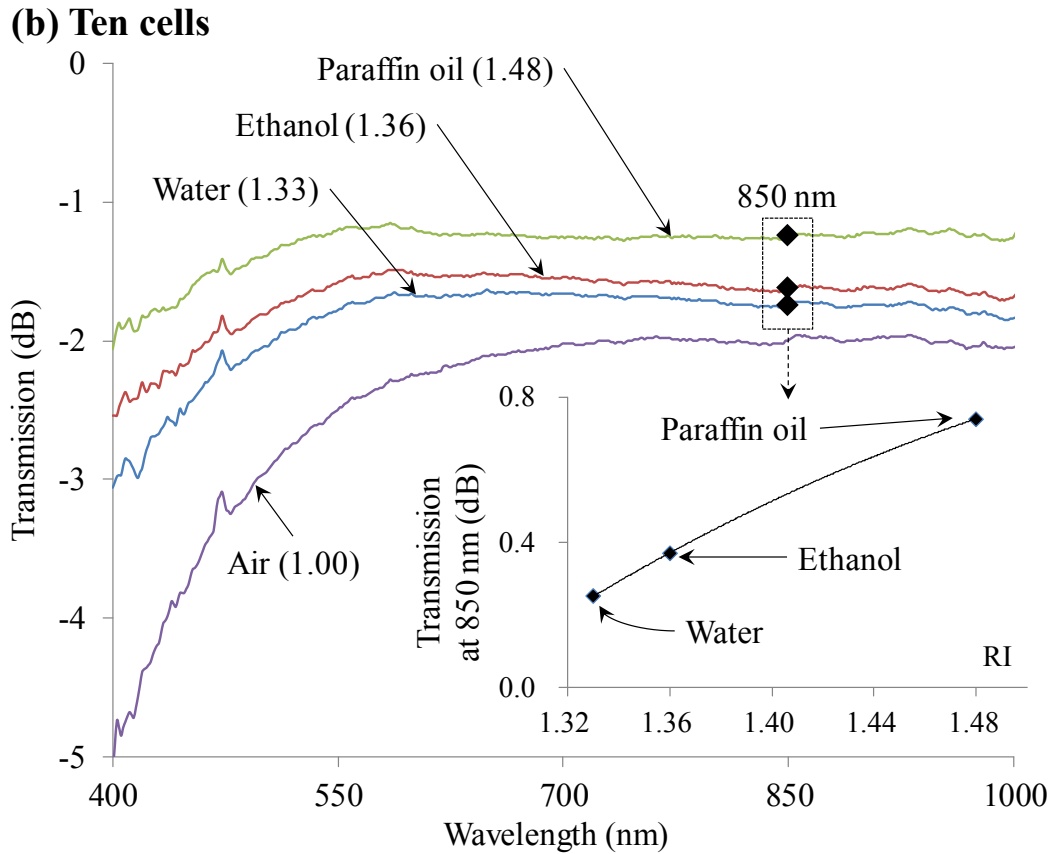


Fig. 5-7 (b) Transmission spectra obtained by using ten-cell sensor sample of during immersion in liquids of water, ethanol and paraffin oil. The inserted figure shows transmission change represented by the difference from the transmission of sample cell in air at a wavelength of 850 nm as a function of refractive index (RI).

### 5-5 蛍光色素を用いた吸収スペクトルの観察

本実験でも前節と同様にセル数が 1 と 10 のセンササンプルを作製し、挿入損失を観察したところセル数 1 が 0.98dB, セル数 10 のときが 1.6dB となった. 5 章 4 節吸収スペクトルの観察をするために 2 種類のセンササンプルについて, ローダミン 6G (R6G : LC5900, Lambda Physik) の濃度を 0.17 M~16.5 M (M : mol/l/10<sup>-3</sup>) の間で変化させてエタノール溶液を準備した. 測定実験の構成は 5 章 4 節で用いた構成と同様である. 測定実験の結果を Fig.5-8 (a) , (b) に示した. 吸光度  $A_\lambda$  の吸収スペクトルは R6G エタノール溶液とエタノールの差分で示した. どちらのグラフにおいても, 波長 530nm を中心にして顕著に吸収ピークを観察することができる. (b) : セル数 10 においては, 短波長側で吸光度が大きくなっているように見えるが, これは R6G 濃度が増加するにつれて分子散乱の影響が大きくなってしまったことが原因であると考えられる. またこの領域における波形の揺らぎは, 用いたスペクトラムアナライザの計測限界によるものであると考えられる. また, (a) : セル数 1 の場合において, ローダミン 110 (R110 : LC5900, Lambda Physik) を 16.5 M の濃度で調整し, 吸収スペクトルを観察したところ, R110 においても同様に分光計測が行えることを確認した.



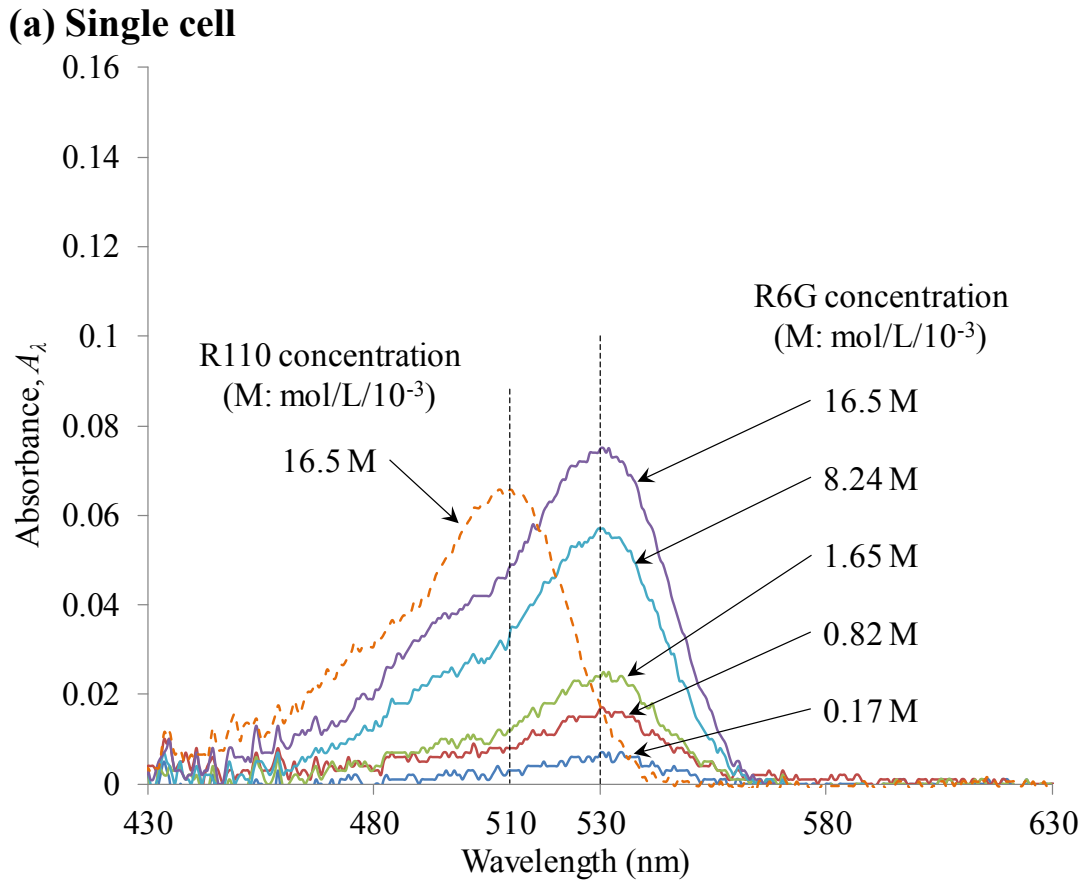


Fig. 5-8 (a) Absorption spectra using by single cell during immersion in R6G-ethanol solutions at each concentration.

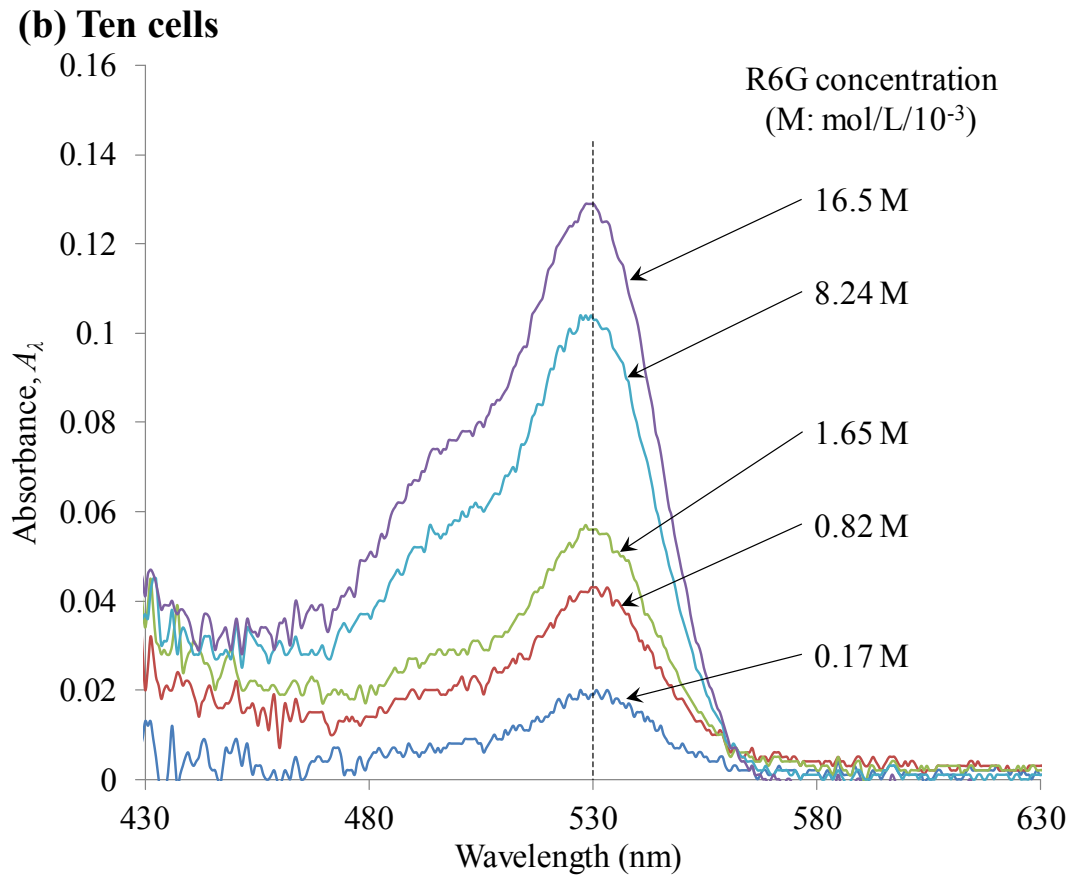


Fig. 5-8 (b) Absorption spectra using by ten cells during immersion in R6G-ethanol solutions at each concentration.

つぎに吸光度の濃度依存性について、波長 530nm における吸光度  $A_{530nm}$  を Fig.5-9 (◆) に示した。

(a) : セル数 1 と (b) : セル数 10 を比較すると、光路長が 10 倍になっているにも関わらず、吸光度は 2 倍程度であることがわかる。また、濃度に対する吸光度の変化は対数関数的な増加に示しているようにみることができる。一般的な、吸光度はランベルトベールの法則に従い、濃度  $c$  と光路長  $L$  に対して線形的な応答を示し、式 (1) :

$$A_{\lambda} = -\log_{10}(T) = \varepsilon_{\lambda} c L \quad (1)$$

で与えられる。ここで  $T$  は透過度、 $\varepsilon_{\lambda}$  (l/cm·mol) はモル吸光係数である。

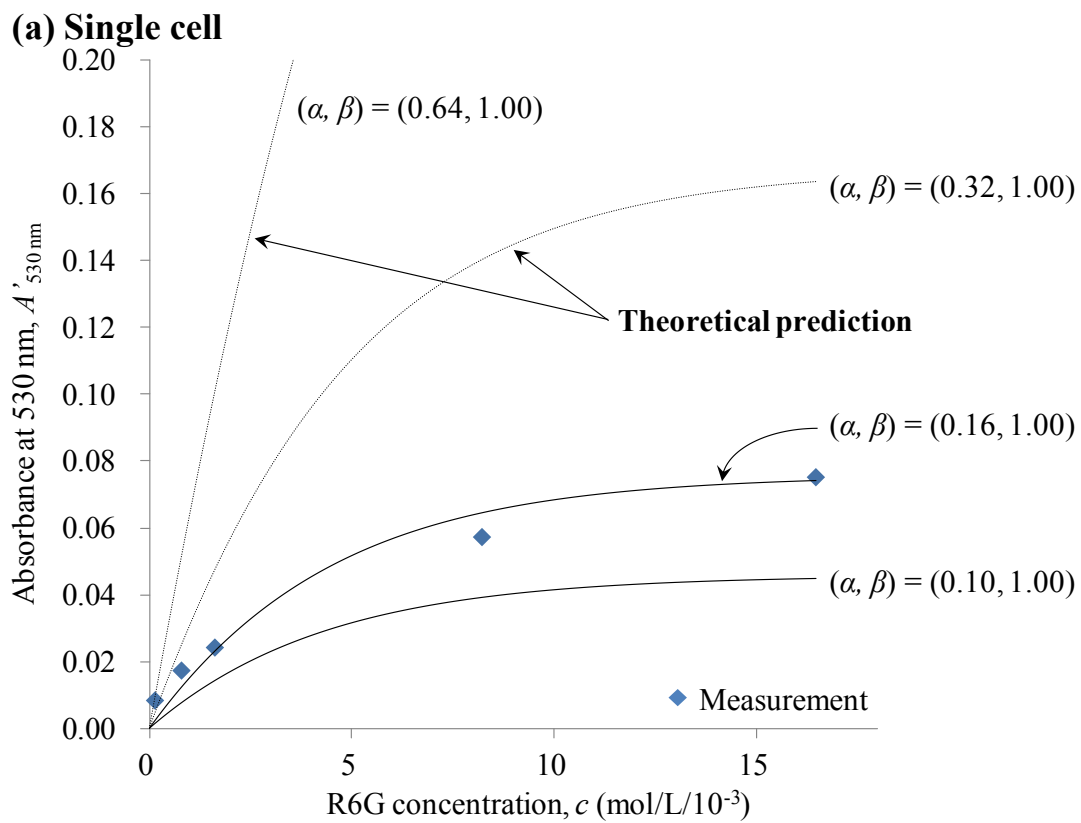


Fig. 5-9 (a) Absorbance at 530 nm as a function of R6G concentration using single-cell sensor, illustrated by closed rhombus together with the numerical calculation (solid line) and theoretical predictions (dotted line).

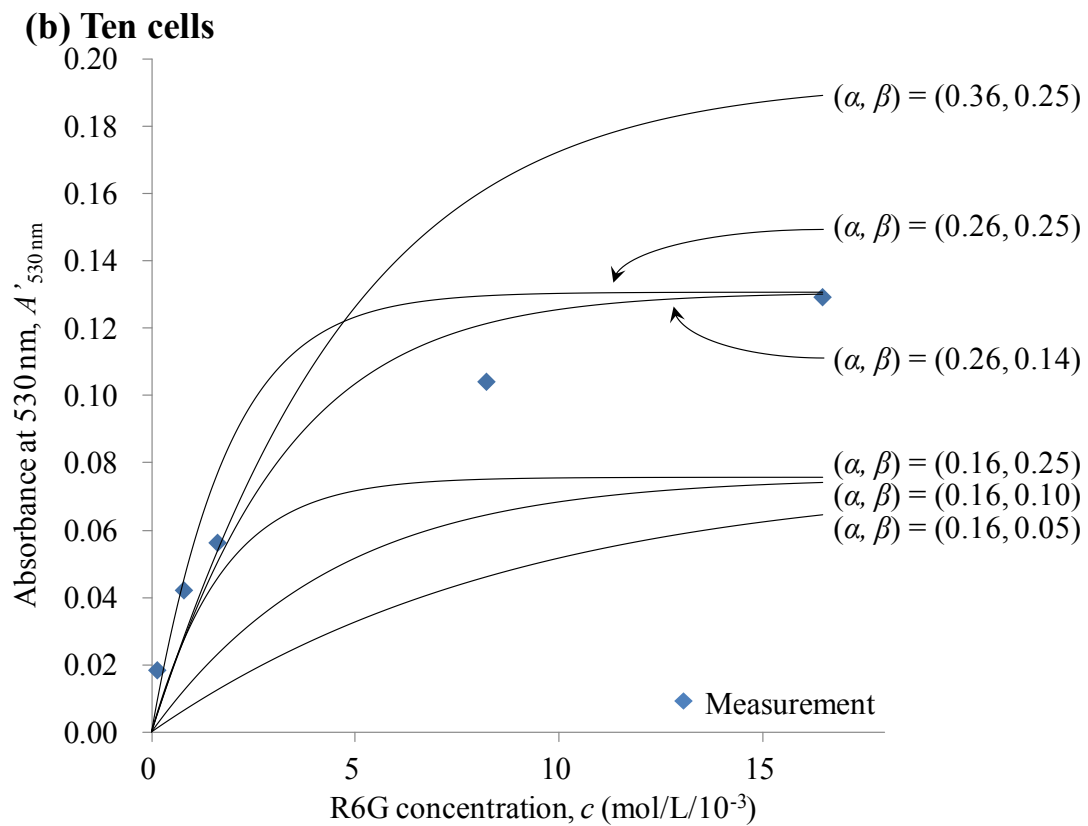


Fig. 5-9 (b) Absorbance at 530 nm as a function of R6G concentration using ten-cell sensor, illustrated by closed rhombus together with the numerical calculation (solid line).

吸光度  $A_{530nm}$  の濃度  $c$  と光路長  $L$  に対する非線形性を調べるために、光ファイバ中のセルの実効的な作用面積係数  $\alpha$  と作用光路長係数  $\beta$  をランベルトベールの法則に導入する。Fig.5-10 を用いて、式の導出とそれぞれの係数について説明する。面積係数  $\alpha$  ( $< 1$ ) は、光ファイバコアとセルの断面積の比を表しており、顕微鏡観察においては 0.25 であることがわかった。セルを通過した光  $I$  は、セルに入射する光を  $I_0$  とした場合、光ファイバ中を伝搬する透過光について表すと、セル中を通る光  $\alpha I_0 10^{-\varepsilon_\lambda c L}$  と、セル以外の領域を通り、吸収に関与しない光  $(1-\alpha)I_0$  の和で式 (2) のように表すことができる。光路長には、セル数  $n$  とセル光路長  $L'$  で与えられる総光路長に  $\beta$  ( $\beta \leq 1$ ) を掛けて、 $L$  の代わりに  $n\beta L'$  で定義する。式 (1) の吸光度と透過率の関係式から、両辺に常用対数を用いて、吸光度  $A'_{530nm}$  について、式 (4) を導くことができる。

$$I = \left\{ \alpha 10^{-\varepsilon_\lambda c L} + (1-\alpha) \right\} I_0 \quad (2)$$

$$I = \left\{ \alpha 10^{-\varepsilon_\lambda c (n\beta L')} + (1-\alpha) \right\} I_0 \quad (3)$$

$$A'_\lambda = -\log_{10} \left( \frac{I}{I_0} \right) = -\log_{10} \left\{ \alpha 10^{-\varepsilon_\lambda c (n\beta L')} + (1-\alpha) \right\} \quad (4)$$

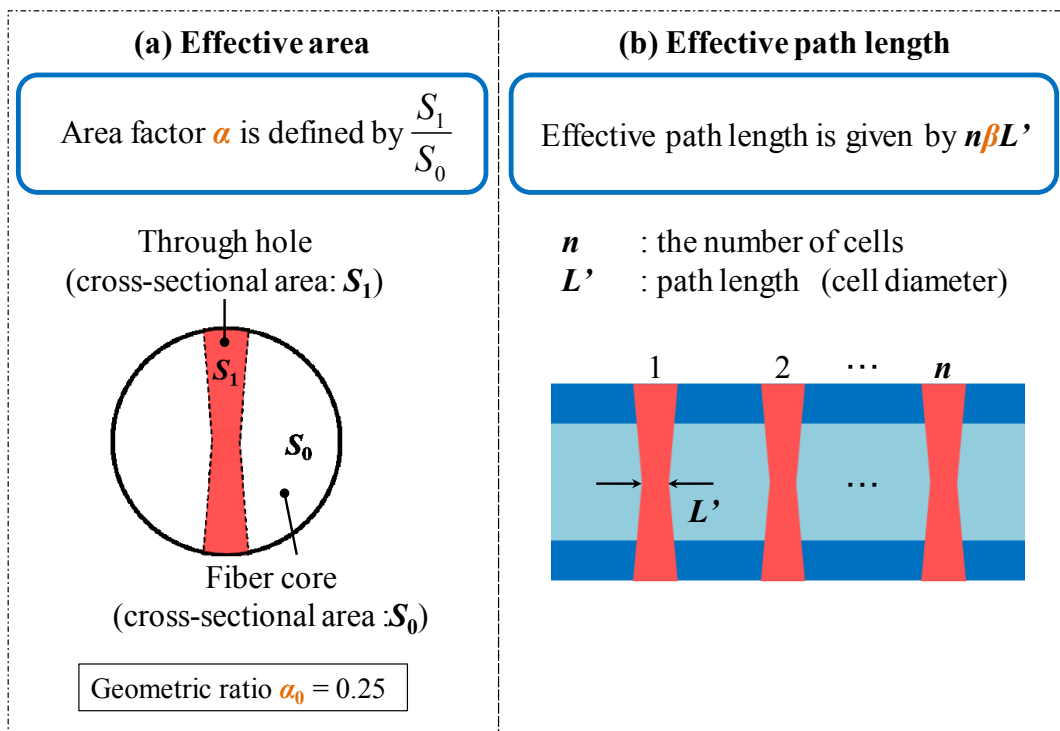


Fig. 5-10 Schematic drawings to explain numerical model.

モル吸光係数  $\epsilon_\lambda$  を,  $10.5 \times 10^4$  (l/cm·mol) [9]を用いて計算した結果を Fig.5-9 の実線で示した. 計算の結果から, 吸光度  $A'_{530nm}$  は, 係数  $\alpha$  と  $\beta$  にともなって大きくなることがわかる. まず Fig.5-9 (a) :セル数 1 の場合について, 実験とモデル計算の結果を比較すると, 対数関数的な増加傾向が一致し, フィッティングによって  $(\alpha, \beta) = (0.16, 1.00)$  が最も良い結果であることがわかった. 実際のセル断面積 0.25 と比較すると, 実効的な作用面積 (0.16) の方が小さくなっており, これはセルの凹凸構造によって散乱することやセルの形状が円筒形となっていることから妥当な数値であるといえる. つぎに, (b) :セル数 10 では, 得られた実効面積 0.16 を用いた結果, 実験結果の方が大きな吸光度であることがわかる. また, 同様にフィッティングを行ったところ  $(\alpha, \beta) = (0.26, 0.14)$  という値において実験値との良い一致が得られた. セル数 10 においては,  $\alpha = 0.26$  は実際のセルの断面積 (=0.25) よりも大きくなることがわかった. この原因は, 加工実験で配列したセル同士に生じた位置不整合 (Fig.5-11) によるものであると考えられる. 特にセル 4 と 9 の中心軸からのズレが大きくなっていることが確認できる. つぎに光路長係数  $\beta$  についてはセル数 1 の場合と比べて, はるかに小さい値となったが, 挿入損失の観察で得られた結果と同様の原因であり, 透過光のモードがセル 1 で乱されたことが原因であると考えられる. 本実験ではセル同士の間隔を  $500\mu\text{m}$  としており, その場合にはセル同士を直列に配置することは効果的ではないことが明らかとなった. この結果を考慮して, 挿入損失を観察し, セル間隔の検討を行うために, セル同士の間隔を  $3\text{mm}$  よりも大きくしたところ, セル 1 の損失に対してとセル 2 の損失比が 0.8 以上となることを



確認した.

R110 の吸光度について, R6G の実験結果とのフィッティングで得られた実効係数  $\alpha$  と  $\beta$  を用いて解析を行ったところ, モル吸光係数  $\epsilon_l$  は  $8.99 \times 10^4$  ( $l/cm \cdot mol$ ) [9]採用し, 計算値は 0.062 に対して, 実験値は 0.065 であり, 整合性のある一致とみることができる.

つづいて, 計算モデルを用いて, 効果的な配列方法について考えた場合, Fig.5-12 (b) のように, 螺旋状に配列する方法がより効率的に光ファイバコア中を伝搬する光の作用面積を確保できると推察される. そこでセル数 2 と 4 の場合にセル配列を螺旋状として,  $\alpha$  を 0.32 と 0.64 と仮定し,  $\beta=1.00$  として計算した結果を Fig.5-9 (a) の点線により示した. 計算モデルを用いた数値計算の結果は, 吸光断面積を大きくすることと, セル同士が並列ではなく角度を変えて配列することにより, 係数  $\alpha$  と  $\beta$  をより大きな値を得ることを示す.

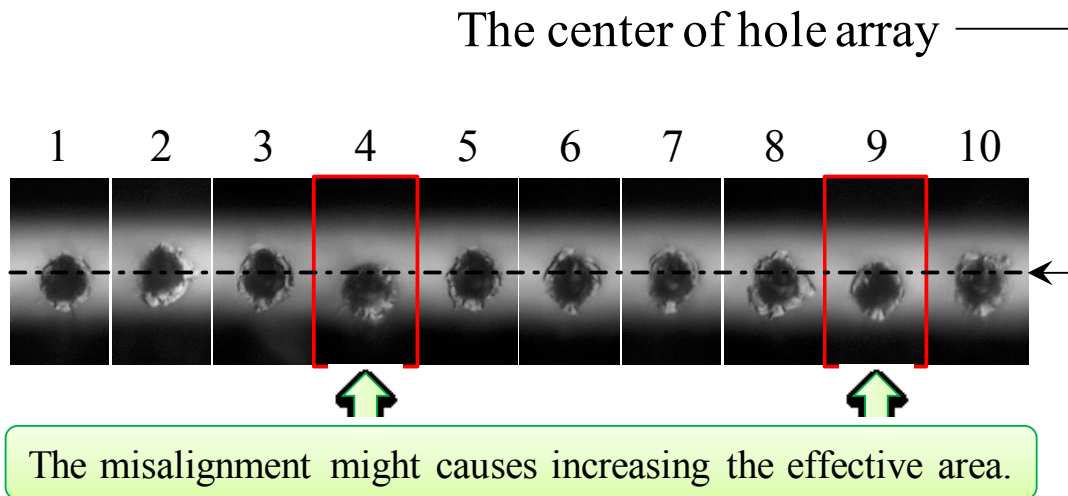


Fig. 5-11 The top view of ten-cell array.

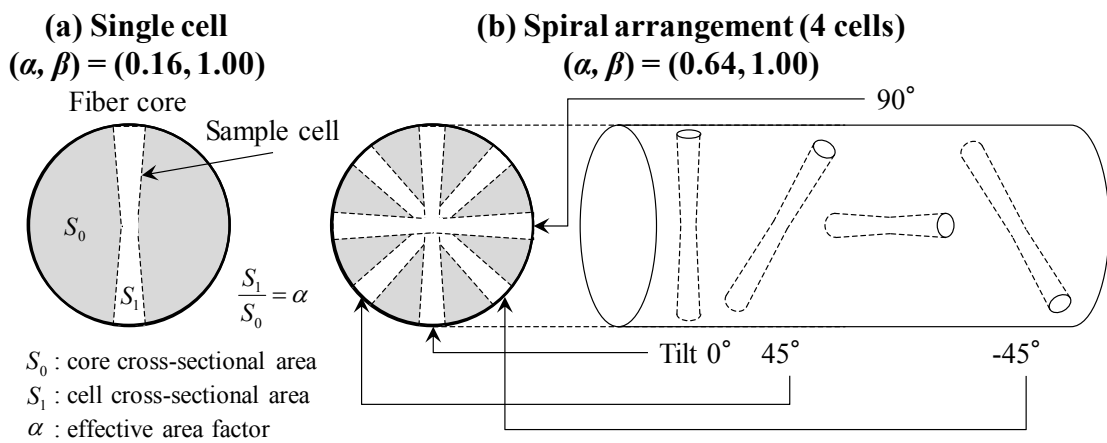


Fig. 5-12 A schematic cross sectional view of sensor portions with a structural design in cell array in the case of (a) single cell and (b) spiral arrangement, where the effective area  $\alpha$  is defined by  $S_1/S_0$ .

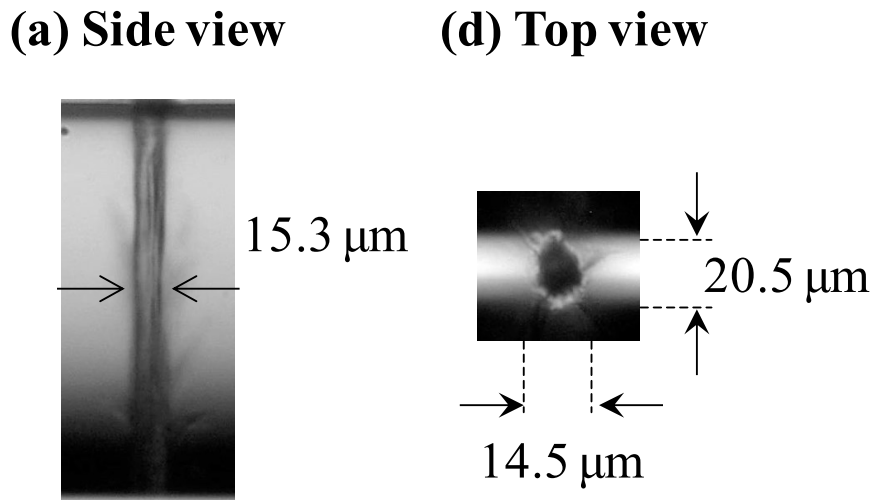


Fig. 5-13 Micrographs of sensor sample (c).

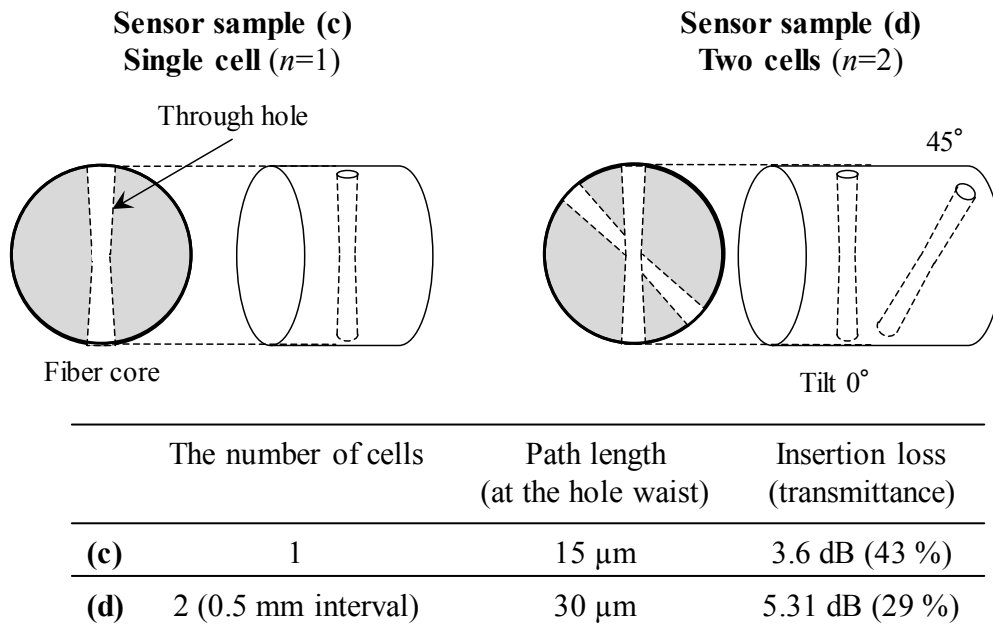


Fig. 5-14 The schematic drawings of sensor sample (c) and (d). The table also shows the path length and insertion loss.

以上の実験結果と計算モデルの比較に対して、より効果的なセル配置による吸光度の改善をするために、Fig.5-13 に示される 2 種類のセンササンプル (c) と (d) を作製した。サンプル (c) と (d) については、透過光の吸収断面積を大きくするために 3 節で用いた照射パルスエネルギーよりも大きな  $34\mu\text{J}$  を用い、貫通孔のくびれを軽減するために、新たに集光レンズに開口数が 0.28、焦点距離が 20mm の対物レンズを採用した。作製したサンプル (c) と (d) について、セルを観察した結果を Fig.5-13、セルの配置については Fig.5-14 に示す。貫通孔の径を計測したところ、孔の入口で  $16.0\mu\text{m}$ 、ウエスト部分が  $15.3\mu\text{m}$  であることがわかった。この結果から、テーパ角を算出したところ、サンプル (c) と (d) のテーパ角は  $0.32^\circ$  であり、サンプル (a) と (b) のテーパ角が  $3.66^\circ$  であったのに対して、レーザの照射条件を調節することで、貫通孔のくびれが大幅に軽減されたと言える。しかし、パルスエネルギーを大きくしたことによって、貫通孔の周辺にクラックのような影が確認され、機械的強度の劣化が示唆された。

作製したセンサについて同様の測定実験の構成を用いて吸収スペクトルの観察を行う。今回の実験においては、R6G の濃度を 0.016-3.5M の間で調整して実験を行った。測定実験の結果を Fig5-15 に示した。実験の結果を計算モデルによりフィッティングした結果、セル径を大きくすることで大きな吸光断面積係数  $\alpha$  が得られ、配列方法を変化させることでより  $\beta$  の値が改善され、効率的なセンササンプルが得られた。

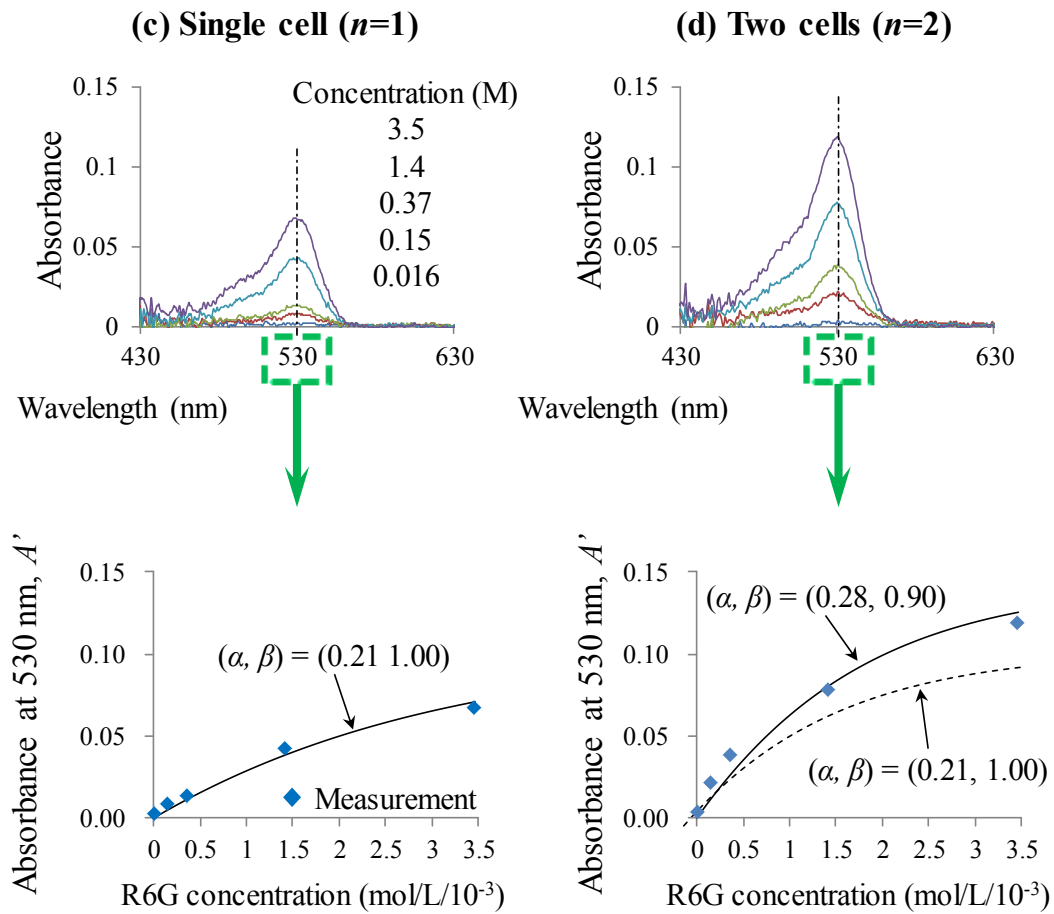


Fig. 5-15 Absorbance at 530 nm as a function of R6G concentration using sensor samples having (c) single cell, (d) two cells and, which are plotted by closed rhombus simultaneously with the numerical calculation (solid line).

## 5-6 結言

フェムト秒レーザー穿孔加工を利用した光ファイバにセンシング機能の付加については、既に液体検査用プローブとして用いる試みがあるが、それらの作製手法で用いたレーザーの波長は 800nm や 1030nm と比較的波長が長いものを採用している。本研究で用いた 400nm フェムト秒レーザーと比較すると、本実験においては、照射時間が 1.2 秒で同様の貫通孔を作製することができた。また、光ファイバコアに穿孔を行う場合、透過光を効率良く利用するためには、散乱が小さくなるように設計されることが望ましい。その点において貫通孔内表面の粗さを比較した場合には、文献においては、5 $\mu$ m 程度の凹凸構造が確認できるのに対して、本手法においては 500nm 以下の粗さで作製できることがわかった。以上のことから本手法で提案した波長 400nm のフェムト秒レーザー加工を用いることは、特に光ファイバのような細径な材料に対しては有効な加工方法であることが証明された。

測定実験においては、透過スペクトルを観察することで、広い範囲の屈折率 (1.33~1.48) を観察することができた。蛍光色素 R6G を用いた吸収スペクトルの観察においては、光ファイバインライン分光セルの性能を評価のために計算モデルを作製し、吸光度の濃度とセル数変化に対する特性を評価することができた。セル数の配列方法として透過光を効率良く利用できる構造について示した。

**5-7 参考文献**

- [1] Y. Lai, K. Zhou, L. Zhang, and I. Bennion, Microchannels in conventional single-mode fibers, *Opt. Lett.* 31 (2006) 2559-2561.
- [2] K. Zhou, Y. Lai, X. Chen, K. Sugden, L. Zhang, I. Bennion, A refractometer based on a micro-slot in a fiber Bragg grating formed by chemically assisted femtosecond laser processing, *Opt. Express* 15 (2007) 15848-15853.
- [3] Y Wang, D. N. Wang, M. Yang, W. Hong and P. Lu, Refractive index sensor based on a microhole in single-mode fiber created by the use of femtosecond laser micromachining, *Opt. Lett.* 34 (2009) 3280-3330.
- [4] R. Buividas, M. Mikutis, G. Gervinskas, D. Day, G. Sleky, S. Juodkasis, Femtosecond laser drilling of optical fibers for sensing in microfluidic applications, *Nanoengineering: Fabrication, Properties, Optics, and Devices IX, Proc. of SPIE* 8463 (2012) 84630T 1-10.
- [5] J. Noack, A. Vogel, Laser-induced plasma formation in water at nanosecond to femtosecond time scales: calculation of thresholds, absorption coefficients, and energy density, *IEEE J. Quantum Electron.*, 35 (1999) 1156-1167.
- [6] Y. Wang, M. Yang, D. N. Wang, S. Liu, P. Lu, Fiber in-line Mach-Zehnder interferometer fabricated by femtosecond laser micromachining for refractive index measurement with high sensitivity, *J. Opt. Soc. Am. B* 27 (2010) 370-374.
- [7] M. L. Åslund, N. Jovanovic, N. Grothoff, J. Canning, G. D. Marshal, S. D. Jackson, A. Fuerbach, M. J. Withford, Optical loss mechanisms in femtosecond

laserwritten point-by-point fibre Bragg gratings, *Opt. Express* 16 (2008) 14248-14254.

[8] A. B. Yakar, R. L. Byer, A. Harkin, J. Ashmore, H. A. Stone, M. Shen, and E. Mazur, Morphology of femtosecond-laser-ablated borosilicate glass surfaces, *Appl. Phys. Lett.* 83 (2003) 3030-3032.

[9] U. Brackmann, *Lamdachrome laser dyes data sheets 3rd edition*, Lamda Physik, Göttingen (2000).



---

---

## 6章 結論

---

---

本論文は、光ファイバへのフェムト秒レーザ加工によるセンシング機能付加について、内部加工と穿孔加工を利用した新たなセンシング原理の提案と加工方法について明らかにした。以下に結果として得られた知見と結論を章ごとにまとめる。

2章では、フェムト秒レーザ加工の特徴についてまとめ、従来研究における利用方法について考察を行った。特に物質のエネルギー吸収過程と緩和過程について調査し、内部加工と穿孔加工についてフェムト秒レーザを利用するために必要な照射条件について検討した。内部加工については、レーザピーク強度と生成される加工領域の状態について示した。穿孔加工では高アスペクト比の孔形状を作製することに注目して、レーザ波長の違いによってエネルギー吸収過程が異なり、熱効果を低減することは穿孔においては特に重要なパラメータであることを示した。

3章では光ファイバに対して自由度の高い加工を実現するために構築した加工・観察システムについて述べた。特に対物レンズへ入射するレーザのビーム径を調節するためにコリメート光学系と光ファイバを固定するため移動ステージについて検討を行った。4章と5章の加工実験において、貫通孔を作製するためには本システムは非常に有効な構成であることが示された。加工領域の同軸

観察と加工による光ファイバの透過光損失を観察することで、作製再現性の良い加工が実現された。

4 章では内部加工を利用した光ファイバへの方向検知機能の付加について行った。加工実験では、光ファイバ内部に非軸対称な構造体を作製することで、屈曲時の方向依存性を付与することを実現した。加工実験では、光ファイバ内部へのフェムト秒レーザーの照射条件を明らかにした。本手法では、光ファイバ導波路中に空洞化領域を作製することで、透過光の損失量を制御することができる。そのため空洞化領域の配列数を変化させるだけで、センサ特性を容易に調節することができる。方向依存性は A 方向（構造体が屈曲の外側）と B 方向（構造体が屈曲の内側）に曲げた場合に、少なくとも 2 方向の判別が可能なセンサである。センサ感度は、センサ長 1.0mm のセンサにおいて、A 方向が  $-0.04\text{dB/mm}$  で、B 方向が  $+0.03\text{dB/mm}$  である。センサ長を 2.0mm の場合には A 方向が  $-0.08\text{dB/mm}$  で、B 方向が  $+0.06\text{dB/mm}$  となり、センサ感度を向上させることができた。空洞化領域の配列数を変化させるだけで、容易にセンサ感度の調節可能であることと、レーザー加工のみでその調節が行われ、同時にセンサの原理から作製再現性においても優れており、有用性の高いセンサであることが示された。

5 章ではフェムト秒レーザー穿孔加工を利用した光ファイバにセンシング機能の付加について実験を行った。貫通孔の作製方法と照射条件について明らかにした上で、既存研究と本研究で用いた 400nm フェムト秒レーザーと比較すると、本実験においては、照射時間が 1.2 秒で同様の貫通孔を作製することを達成し、効率的な穿孔加工を実現した。本手法においては穿孔内表面の粗さが 500nm 以

下で作製できることがわかった。以上のことから本研究で行った波長 400nm のフェムト秒レーザ加工を用いることは、光ファイバのような細径な材料に対して有効な加工方法であることが確認された。

測定実験においては、透過スペクトルを観察することで、広範囲の屈折率変化 (1.33~1.48) を観察することができた。蛍光色素 R6G を用いた吸収スペクトルの観察においては、光ファイバインライン分光セルの性能を評価のために計算モデルを作製し、吸光度の濃度とセル数変化に対する特性を評価することができた。また計算モデルを用いることで、貫通孔セルの配列方法として透過光を効率良く利用できる構造について示した。

以上の結果から、本研究においてフェムト秒レーザ加工を利用した新たなセンシング機能の原理を提案し、既存研究の課題に対して解決方法を示すことができた。本研究において選定した照射条件を用いて、光ファイバに構造体を書き込むことを達成し、有用性のあるセンサ機能を示すことができた。フェムト秒レーザ加工による難加工材料へのアプローチは、産業応用での需要が高まっており、本研究で示した石英光ファイバに対する内部及び穿孔加工の加工方法や照射条件は、その一助となるものである。

## 謝辞

---

---

本研究の遂行並びに本論文の執筆にあたり、指導教員として、また主査として、常に暖かい御指導、御鞭撻を賜った創価大学工学部教授の渡辺一弘博士に心から御礼申し上げます。また、副査として活発な御討議を頂いた工学部教授の関篤志博士と崔龍雲博士、日頃から研究の御指導を下さり、多くの面から数々の御助言を頂いた、准教授の石井良夫博士、伊与田健敏博士、講師の西山道子博士、助教の細木藍博士に心より感謝いたします。

本研究を進める上で、フェムト秒パルスによる石英ガラスの光学的絶縁破壊シミュレーションに関する実験研究を共同で推進して頂きました、イラン工科大学教授 Mohammad H. Mahdih 博士に深く感謝いたします。

電子顕微鏡観察の際にご協力を賜りました、教授の戸田龍樹博士と修士課程の名取則明氏に感謝いたします。

本研究の礎を築き、公私共にお世話になった創価大学工学部、元助教の時田大作博士に御礼申し上げます。本研究に対して貴重な御指導をはじめ公私にわたりお世話になった株式会社コアシステムジャパン近哲也氏、研究に対するご助言を頂いた佐々木博幸氏に御礼申し上げます。また、創価大学工学部 6 F 研究グループを通して、研究生活全般にわたり、苦楽を分かち合ったメンバーの一人一人に心より感謝申し上げます。渡辺研究室で様々なことでお世話になり、2009 年度に博士号を取得された小松光昭博士、2011 年度に修士号を取得され

た長田新司氏，鈴木輝彦氏，村田雅人氏，2012 年度に修士号を取得された山川遥大氏，2013 年度に修士号を取得された濱先誠行氏，平田博幸氏，山口英一郎氏，学士号を取得された伊東久美子氏，加藤悠氏，東山和平氏，そして現在在学中の小山勇也氏，伊藤俊明氏，藤井隆明氏，山崎大志氏，大塚勇大氏，藤野修平氏，知念直樹氏に厚く御礼申し上げます。

最後に，私を創価大学，創価大学大学院に進学させてくれた家族と，いつも激励して下さいました，創立者池田先生・奥様に深く感謝の意を表します。

# 研究成果

---

---

## [ 論文誌への掲載 ]

- 1) Kenji GOYA and Kazuhiro WATANABE.  
★A Novel Optical Fiber Sensor Fabricated by Femtosecond Laser Processing for Directional Bending Detection.  
The Review of Laser Engineering. Vol.41, No.9 : pp.718-721, 2013.
- 2) Kenji GOYA, Toshiaki ITOH, Atsushi SEKI and Kazuhiro WATANABE.  
★Efficient deep-hole drilling by a femtosecond, 400 nm second harmonic Ti: sapphire laser for a fiber optic in-line/pico-liter spectrometer. Sensors and Actuators: B. Chemical, Vol.210, pp.685-691, 2015.

## [ 学会発表 ]

- 1) Kenji GOUYA, Daisaku TOKITA and Kazuhiro WATANABE. (Poster session)  
Femto-second laser micro-processing for implanting sensor function into optical fibers.  
XVIII International Symposium on Gas Flow and Chemical Lasers & High Power Lasers (GCL-HPL 2010). 2010年8月. Sofia (Bulgaria). Proceedings of SPIE Vol.7751-29 : pp.1-6.
- 2) 東山和平, 合谷賢治, 時田大作, 渡辺一弘.  
新たな屈曲センサー開発のためのフェムト秒レーザー第二高調波による石英ファイバー内部への微細加工.  
第2回大学コンソーシアム八王子学生発表会. 2010年12月. 東京. 同発表会要旨集:pp. 236-237.
- 3) Kenji GOUYA, Daisaku TOKITA and Kazuhiro WATANABE.  
A Novel optical fiber sensor machined by a femto-second laser for directional bending detection.  
The 2011 International Symposium on Advanced Engineering (ISAE2011). 2011年11月. Busan (Korea). Proceedings of the 2011 ISAE : pp.254-258.
- 4) 東山和平, 合谷賢治, 時田大作, 渡辺一弘.  
フェムト秒レーザー第二高調波を用いた石英ファイバーへの屈曲方向検知機能の付加.  
レーザー学会学術講演第32回年次大会. 2012年1月-2月. 宮城. 同講演会論文集.

- 5) 山川遥大, 合谷賢治, 渡辺一弘.  
屈曲検知機能付加のための石英ファイバ内部へのフェムト秒レーザー加工による軸対称構造の埋め込み.  
電子情報通信学会 2012 年ソサイエティ大会. 2012 年 9 月. 富山. 同講演論文集 B-13-28 : p. 327.
- 6) Kenji GOUYA and Kazuhiro WATANABE.  
Femto-second laser micro-processing for implanting sensor function into optical fibers.  
XVIII International Symposium on High-Power Lasers Systems and Applications (HPLS&A 2012).  
2012 年 9 月. Istanbul (Turkey). Proceedings of SPIE Vol.8677-0Q : pp.1-5.
- 7) Masayuki HAMASAKI, Kenji GOUYA and Kazuhiro WATANABE. (Poster session)  
Hole Drilling on Glass Optical Fibers by a Femto-second Laser.  
XVIII International Symposium on High-Power Lasers Systems and Applications (HPLS&A 2012).  
2012 年 9 月. Istanbul (Turkey). Proceedings of SPIE Vol.8677-1S : pp.1-6.
- 8) 合谷賢治, 渡辺一弘.  
フェムト秒レーザー微細加工を応用した石英ファイバへの屈曲方向機能の付加.  
第 50 回光波センシング技術研究会 2012 年 12 月. 東京. 同講演論文集 : pp. 21-26.
- 9) 濱先誠行, 合谷賢治, 渡辺一弘.  
フェムト秒レーザー穴あけ加工を用いた気体検知機能を有する光ファイバセンサの開発.  
第 50 回光波センシング技術研究会 2012 年 12 月. 東京. 同講演論文集 : pp. 15-20.
- 10) 伊藤俊明, 濱先誠行, 合谷賢治, 渡辺一弘.  
光ファイバに対する気体検知機能付加を目的としたフェムト秒レーザー穴あけ加工実験.  
第 4 回大学コンソーシアム八王子学生発表会. 2012 年 12 月. 東京. 同発表会要旨集 : pp. 112-113.
- 11) Kenji GOYA and Kazuhiro WATANABE.  
Femtosecond Laser Micromachining in an Optical Fiber for Bending Direction Sensor.  
International Symposium on Smart Sensing and Actuator System 2013 (ISSS2013). 2013 年 8 月.  
Busan (Korea). Proceedings of the 2013 ISSS : pp.43-46.
- 12) 伊藤俊明, 濱崎誠行, 合谷賢治, 渡辺一弘.  
液体検知光ファイバセンサのためのフェムト秒レーザーを用いた貫通孔配列.  
電子情報通信学会 2013 年ソサイエティ大会. 2013 年 9 月. 福岡. 同講演論文集 B-13-2 : p. 354.
- 13) 合谷賢治, 渡辺一弘.  
フェムト秒レーザー加工を応用した光ファイバへの方向検知機能付加.

- 電子情報通信学会 2013 年ソサイエティ大会. 2013 年 9 月. 福岡. 同講演論文集 B-13-5:p. 357.
- 14) 濱崎誠行, 合谷賢治, 渡辺一弘.  
フェムト秒レーザー穴あけ加工を応用した光ファイバへの構造体作製による SPR センサの実現.  
電子情報通信学会 2013 年ソサイエティ大会. 2013 年 9 月. 福岡. 同講演論文集 B-13-4:p. 356.
- 15) 藤井隆明, 合谷賢治, 渡辺一弘.  
数値計算による光ファイバセンサ内部の構造体の解析.  
電子情報通信学会 2013 年ソサイエティ大会. 2013 年 9 月. 福岡. 同講演論文集 B-13-1:p. 353.
- 16) 山口英一郎, 合谷賢治, 渡辺一弘.  
フェムト秒レーザー加工による光ファイバへの屈曲検知機能付加のための構造体作製.  
電子情報通信学会 2013 年ソサイエティ大会. 2013 年 9 月. 福岡. 同講演論文集 B-13-6:p. 358.
- 17) Kenji GOYA and Kazuhiro WATANABE.  
Micro grooved-channel fabricated by femtosecond pulse for bending direction sensitive sensors.  
The 2013 International Symposium on Advanced Engineering (ISAE2013). 2013 年 11 月. Busan (Korea). Proceedings of the 2013 ISAE : pp.77-80.
- 18) Masayuki HAMASAKI, Kenji GOYA and Kazuhiro WATANABE.  
Optical Fiber SPR Sensor with Holes Array Fabricated by Femtosecond Laser Drilling.  
The 2013 International Symposium on Advanced Engineering (ISAE2013). 2013 年 11 月. Busan (Korea). Proceedings of the 2013 ISAE : pp.112-115.
- 19) Takaaki FUJII, Kenji GOYA and Kazuhiro WATANABE.  
Numerical Analysis for Optical Fiber Sensor Having an Internal Structure.  
The 2013 International Symposium on Advanced Engineering (ISAE2013). 2013 年 11 月. Busan (Korea). Proceedings of the 2013 ISAE : pp.116-118.
- 20) 合谷賢治, 伊藤俊明, 関篤志, 渡辺一弘.  
フェムト秒レーザー加工による貫通孔配列を応用した光ファイバインラインスペクトル測定.  
光ファイバ応用技術研究会 (OFT). 2014 年 5 月. 山形. 信学技報, vol. 114, no. 64, OFT2014-13 : pp. 61-64.
- 21) Takaaki FUJII, Kenji GOYA and Kazuhiro WATANABE.  
Femtosecond Laser Micromachining in an Optical Fiber for Bending Direction Sensor.  
International Symposium on Smart Sensing and Actuator System 2014 (ISSS2014). 2014 年 8 月. Busan (Korea). Proceedings of the 2014 ISSS : pp.50-52.



- 22) Toshiaki ITO, Kenji GOYA and Kazuhiro WATANABE.  
Femtosecond Laser Micromachining in an Optical Fiber for Bending Direction Sensor.  
International Symposium on Smart Sensing and Actuator System 2014 (ISSS2014). 2014年8月.  
Busan (Korea). Proceedings of the 2014 ISSS : pp.53-55.
- 23) Kenji GOYA, Toshiaki ITOH, Atsushi SEKI and Kazuhiro WATANABE. (Poster session)  
A through-hole array on optical fibers fabricated by 1-kHz/400-nm femtosecond laser pulses for an  
in-line/pico-litter spectrometer design.  
EUROSENSORS 2014, the XXVIII edition of the conference series. 2014年9月. Brescia (Italy).  
Procedia Engineering B4P-E06-5074.
- 24) 合谷賢治, 伊藤俊明, 関篤志, 渡辺一弘.  
フェムト秒レーザー加工を利用した光ファイバへのインライン分光セルの配列とセンサ性能  
評価.  
レーザー学会学術講演第35回年次大会. 2015年1月. 東京. 同講演会論文集 12aI03.
- 25) 藤井隆明, 合谷賢治, 渡辺一弘.  
光ファイバ応用のためのフェムト秒レーザー誘起空洞化領域の有限要素法 (FEM) 解析.  
レーザー学会学術講演第35回年次大会. 2015年1月. 東京. 同講演会論文集 12aI04.
- 26) 合谷賢治, 伊藤俊明, 関篤志, 渡辺一弘.  
第二高調波 400nm 近紫外フェムト秒レーザー加工を利用した光ファイバ導波路への分光セル  
の埋め込み (理論モデルによる吸光度特性の解析).  
光ファイバ応用技術研究会. 2015年2月. 鹿児島. 信学技報, vol. 114, no. 452, OFT2014-62 : pp.  
27-32.

[ 技術雑誌への掲載 ]

- 1) 合谷賢治, 時田大作, 渡辺一弘.  
微小空泡による散乱損失を利用した屈曲ファイバセンサの試作.  
ケミカルエンジニアリング. 2012年1月. Vol.57. No.1. pp.38-42.

[ 特許出願 ]

- 1) 渡辺一弘, 関篤志, 合谷賢治, 伊藤俊明  
光ファイバセンサ及びその製造方法  
特願2014-43340平成26年3月5日.