

平成 14 年度

修士論文

レーザー光を用いた微小物体の作製と操作

Manufacturing and Manipulation of Micromaterials by Using Laser Beam

高知工科大学大学院

工学研究科 基盤工学専攻（博士課程前期） 知能機械システムコース

1055048 高市 智章

目次

第 1 章	緒言	1
第 2 章	マイクロ光造形法	2
2.1	2 光子吸収過程の原理	2
2.2	従来法と 2 光子吸収過程を利用した造形法の比較	4
第 3 章	マイクロ光造形装置の開発	8
3.1	ガルバノミラーホルダーの製作	8
3.2	光学系の設計	13
第 4 章	マイクロ光造形装置の性能評価	15
4.1	マイクロ構造物の製作手順	15
4.2	性能評価	16
4.2.1	レーザーパワーと線幅の関係	16
4.2.2	レーザーパワーと硬化厚みの関係	18
4.3	マイクロ構造物の試作	19
4.4	収縮現象	21
4.4.1	洗浄後の形状に対する加温の効果	21
4.4.2	洗浄後の形状に対する走査回数変化の効果	26
4.4.3	洗浄後の形状に対する加温と走査回数変化の効果	31
第 5 章	レーザーマニピュレーション	35
5.1	放射圧の原理	36
第 6 章	レーザーマニピュレーション装置の開発	37
6.1	ガルバノミラー制御装置の開発	37
6.2	光学系の設計	39
第 7 章	レーザーマニピュレーションに関する実験	41
7.1	空気中での捕捉	41
7.2	液体中での捕捉	44

第 8 章 駆動機構を持ったマイクロ構造物の製作と操作	47
第 9 章 結言	56
付録 1	57
参考文献	59
謝辞	60

第1章 緒言

最近，マイクロ構造物の研究開発は活発に進められるようになってきた．これらのマイクロ構造物は高感度の光センサーやマイクロマシン等への利用が期待されており，電子，光学の分野ばかりでなく，医療，環境，宇宙産業などにおいても，今後その必要性が高くなっていくものと予想される．こうした背景の下，多様な技術分野の融合であるマイクロマシンの基盤技術を確立させ，マイクロマシンが産業，社会，生活などの多面で有効に利用されるよう促進することが求められている．

我々は「マイクロマシンの作製と駆動」を目的として，本研究を行った．マイクロ構造物の作製に，非線形光学効果（2光子吸収過程）を利用したマイクロ光造形法^{1)~5)}を用いた．さらに，レーザーマニピュレーション装置^{6),7)}を用いてその構造物を駆動させた．

本研究では，基盤技術であるマイクロ光造形法とレーザーマニピュレーションについて検討した．第2章では，1光子吸収過程を利用した造形法（従来法）と2光子吸収過程を利用した造形法を比較し，2光子吸収過程の優位性を示す．第3章では，マイクロ光造形装置の開発を目的とし，光学系の設計を行った．第4章では，第3章で開発した装置の性能評価を目的とし，レーザーパワーと硬化線幅の関係，レーザーパワーと硬化厚みの関係，収縮現象についての測定を行った．第5章では，レーザーマニピュレーションの原理を示す．第6章では，レーザーマニピュレーションのための光学系と，ガルバノミラー制御装置の開発を行った．第7章では，第6章で開発した装置を用いて球形微粒子を空気中・液体中で捕捉した様子を示す．第8章では，駆動機構を持ったマイクロ構造物を作製し，駆動させる実験を行った．最後に第9章で，第2章から第8章までを簡潔にまとめ，結言とした．

第2章 マイクロ光造形法

マイクロ光造形法とは、レーザー光を対物レンズで集光し、電動ミラー（ガルバノミラー）を用いて集光点を走査させることによって、光硬化性樹脂（付録1参照）を硬化させ、マイクロ構造物を作製する技術のことである⁸⁾。

マイクロ光造形には、1光子吸収過程を利用した造形法（従来法）と、2光子吸収過程を利用した造形法がある。本研究では2光子吸収過程を利用した造形法を用いてマイクロ構造物を作製した。

本章では、2.1に2光子吸収過程の原理を示す。2.2で従来法である1光子吸収過程を利用した造形法と、本研究で用いた2光子吸収過程を利用した造形法を比較し、2光子吸収過程を利用した造形法の優位性を示す。2.3に光硬化性樹脂の性質について述べる。

2.1 2光子吸収過程の原理

2光子吸収とは非線形光学現象の1つであり、原子、分子が基底準位から励起状態へ遷移する過程で、2つの光子を同時に吸収することによって、2倍のエネルギーに相当する吸収が生じる現象である⁹⁾。2光子吸収の発生率は、通常の光吸収（1光子吸収）と比べて、非常に小さいため、2光子吸収を誘起するためには高い光強度（光子密度）が必要となる。よって、瞬間的に高い強度を持ちながら、平均強度が低いという特徴を持ったパルスレーザーを用いた¹⁰⁾。

本研究ではチタンサファイアフェムト秒レーザー（Spectra-Physics社製、Tsunami, Millennia Vs）を用いた。空間的に光子を集中させるために、レーザー光を集光するレンズとして、油浸対物レンズ（Nikon社製、倍率: 100× NA=1.3）を用いた。これによって、微小な空間に光子を集中させることができる。このようにサブピコ秒（～100ps）といった短い時間に、狭い空間に高い光子密度を形成すると、そこに非線形光学効果が得られる¹¹⁾。図2.1.1は焦点付近での光学遷移の様子を模式的に示したものである。

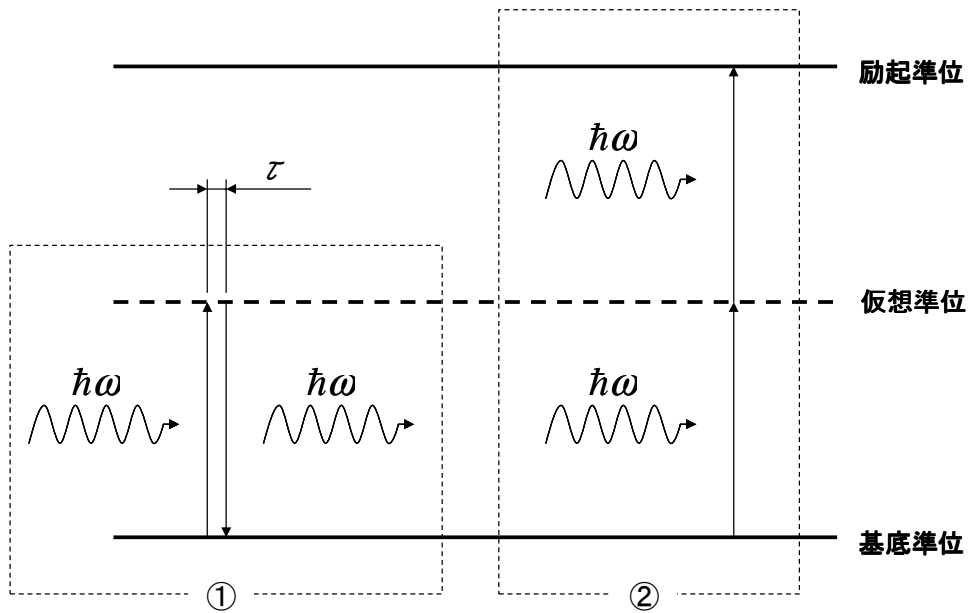


図 2.1.1 集光したレーザー光の焦点付近での遷移の様子

図 2.1.1 の ①の状態は光子密度が低い場合である．光子密度が低い場合， $\hbar\omega$ のエネルギーを持った光子によって仮想準位まで励起されたとしても，微小な時間()で基底準位へ戻ってしまう．

図 2.1.1 の ②の状態は光子密度が高い場合である．光子密度が高い場合，仮想準位まで励起された瞬間にさらに $\hbar\omega$ のエネルギーを持った光子によって励起される．このように，2つの光子エネルギーを同時に吸収することによって，照射したエネルギーの2倍に相当するエネルギー吸収が起こる．

2光子吸収を利用した新しい応用技術に関する研究は盛んに行われている．マイクロ光造形の他に，3次元光メモリ^{12),13)}などの研究が注目されており，将来的にも期待されている研究である．

2.2 従来法（1光子吸収過程）と2光子吸収過程を利用した造形法の比較

図 2.2.1 に 1 光子吸収過程を利用した造形法を，図 2.2.2 に 2 光子吸収過程を利用した造形法を示す．

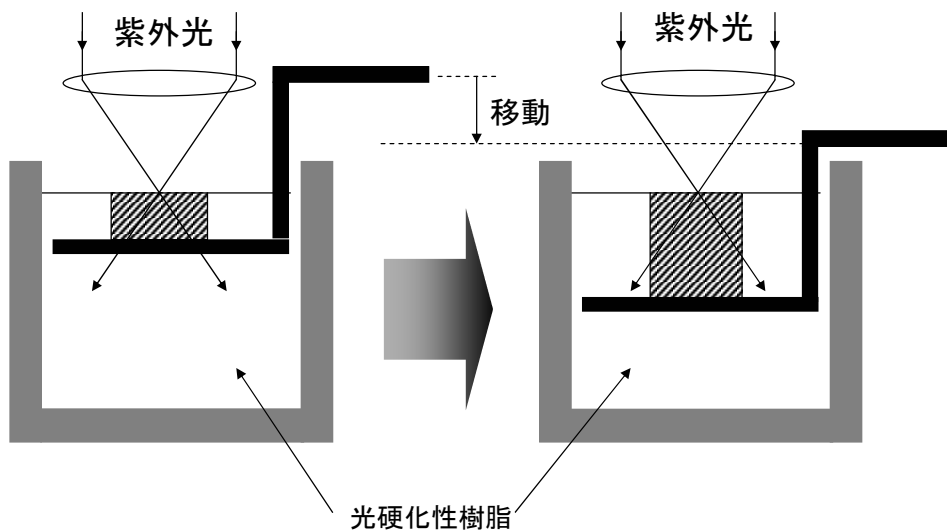


図 2.2.1 1 光子吸収過程を利用した光造形法

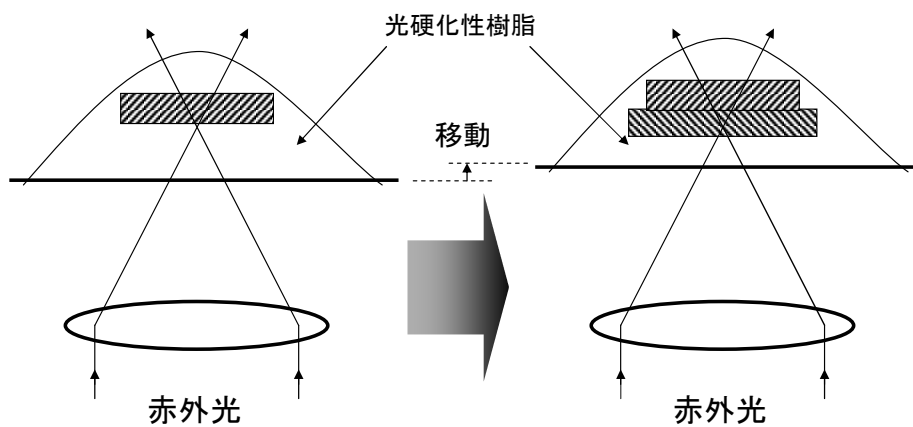


図 2.2.2 2 光子吸収過程を利用した光造形法

二つの方法の相違点は、1光子吸収過程を利用した造形法では紫外光を対物レンズで集光しているのに対し、2光子吸収過程を利用した造形法では赤外光を対物レンズで集光している点である。光硬化性樹脂は紫外光のエネルギーを吸収することによって硬化するため、1光子吸収過程を利用した造形法では表面のみを2次元的に硬化させ、図のように台を移動させることで積層し、三次元立体を作るしか方法がない。しかし、2光子吸収過程を利用した造形法では、紫外光ではなく赤外線を集光しており、非線形光学効果により焦点付近のみで赤外光から紫外光へと変化するため、任意の位置で樹脂を硬化させることが可能である（2光子吸収の原理については、2.1に示した）。さらに、1光子吸収過程ではz軸方向の加工分解能が積層厚さによって制限されてしまうが、2光子吸収過程では制限されることがない。

次に、最小加工分解能について比較をする。図 2.2.3 に1光子吸収過程による焦点付近の光の強度分布を、図 2.2.4 に2光子吸収過程による焦点付近の光の強度分布を示す。

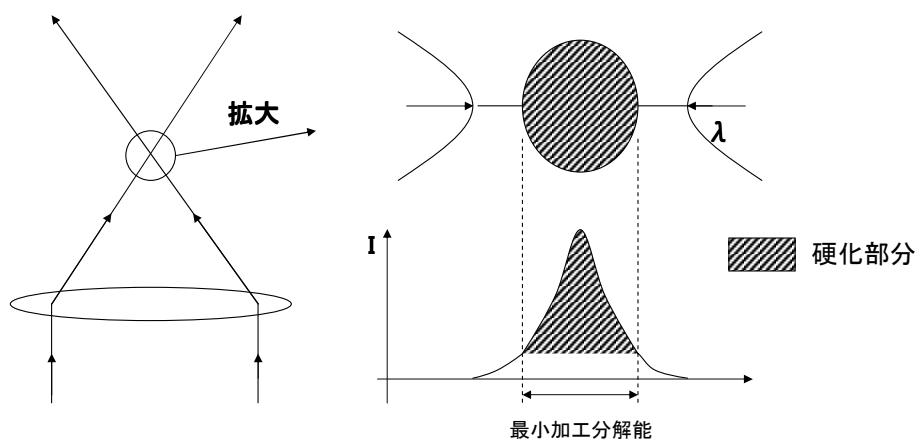


図 2.2.3 1光子吸収過程の強度分布

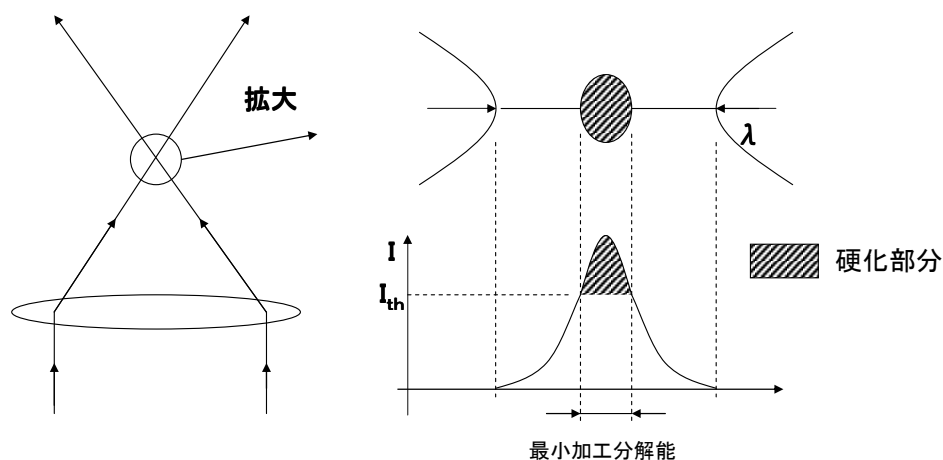


図 2.2.4 2光子吸収過程の強度分布

図 2.2.3 のように , 1 光子吸収過程では空間分解能が回折限界を超えることができず , 最小加工分解能は波長程度である . それに対し , 2 光子吸収過程はある閾値 (I_{th}) 以上で起きるため (図 2.2.4) , 空間分解能が回折限界を超えることが可能であり , 1 光子吸収過程よりも高い加工分解能を得ることができる .

回折限界は次式で表される ¹⁴⁾ .

$$\varepsilon = \frac{K\lambda}{NA_o} \quad (2.2.1)$$

λ は波長 , NA_o は対物レンズの開口数 , K は顕微鏡のコンデンサーの開口数 NA_c と NA_o の比で決まる定数である . $\frac{NA_o}{NA_c} = 1$ のとき , ε をレイリーの回折限界といい , このとき , $K = 0.61$ である . (2.2.1) 式を用いて $NA_o = 1.3$, $\lambda = 710 \text{ nm}$ の場合の回折限界を計算すると ,

$$\varepsilon = \frac{0.61 \times 710 \times 10^{-9}}{1.3} \approx 0.333 \times 10^{-6} \text{ [m]} \quad (2.2.2)$$

となる . よって回折限界は 333 nm となり , 波長のオーダーとなることがわかる .

2 光子吸収過程を利用した造形法を用いて , 回折限界を超えた加工分解能で構造物を作製し , 走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて観察した様子を図 2.2.5 , 2.2.6 に示す . 図 2.2.5 をさらに拡大した写真が図 2.2.6 であり , 基盤面上でレーザーを格子状に走査させ , 樹脂を硬化させたものである .

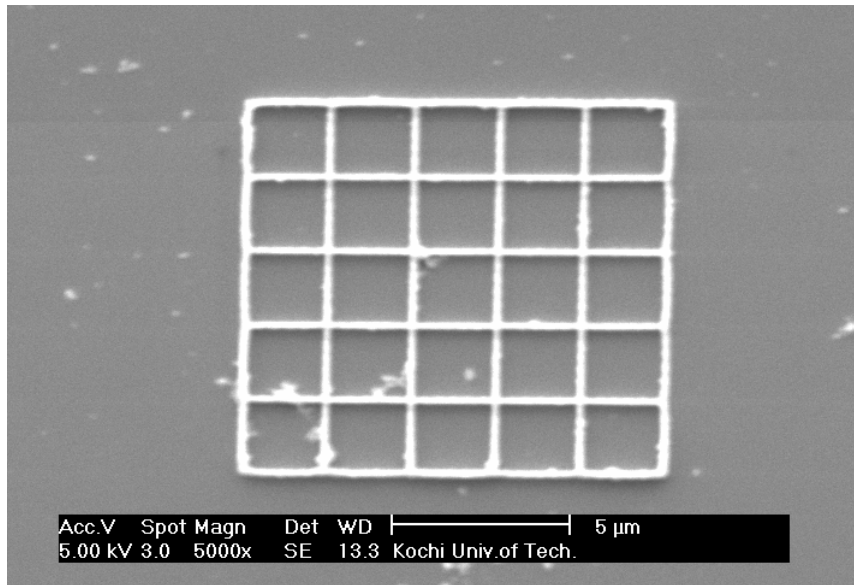


図 2.2.5 レーザーを格子状に走査させて作製したマイクロ構造物の SEM 画像
 レーザー波長: 710 nm レーザーパワー: 5 mW 走査速度: 42 μ m/s
 加工分解能: 190 nm , 倍率: 5000 倍

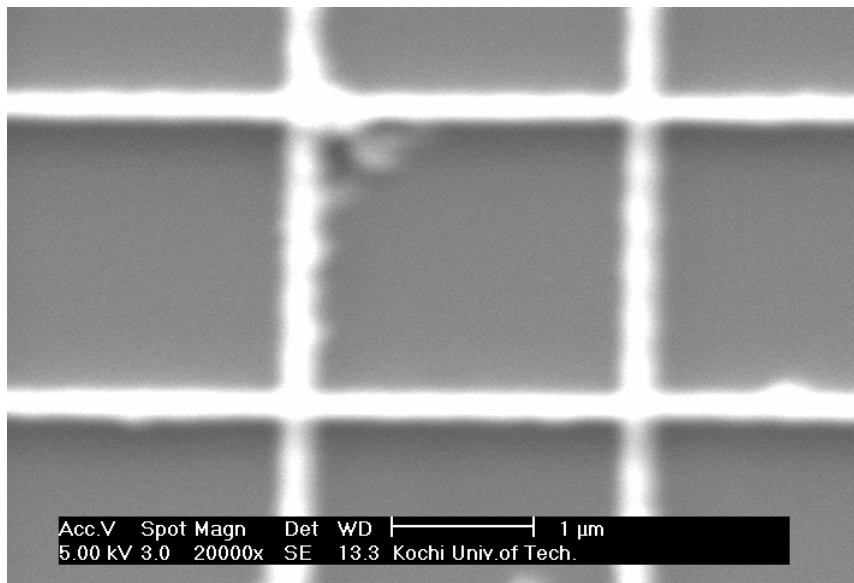


図 2.2.6 レーザーを格子状に走査させて作製したマイクロ構造物の SEM 画像
 レーザー波長: 710 nm レーザーパワー: 5 mW 走査速度: 42 μ m/s
 加工分解能: 190 nm , 倍率: 20000 倍

以上の理由から , 1 光子吸収過程よりも利点の多い 2 光子吸収過程を利用した造形法を選んだ .

第3章 マイクロ光造形装置の開発

3.1 ガルバノミラーホルダーの作製

レーザー光を走査させるために、GSI LUMONICS 社製の SC2000 スキャンコントローラー (図 3.1.1), MiniSAX サーボドライバ (図 3.1.1), VM2000 スキャンングユニット (図 3.1.2) を用いた。

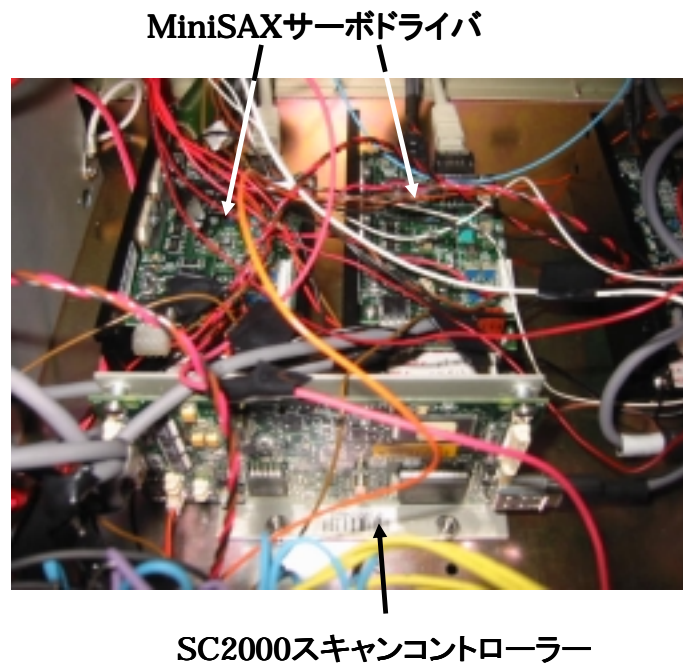


図 3.1.1 スキャンコントローラー (SC2000), サーボドライバ (MiniSAX)

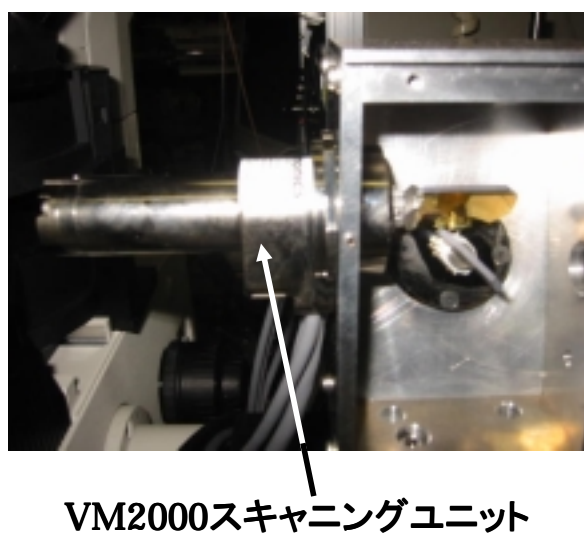


図 3.1.3 スキャンングユニット (VM2000)

VM2000を固定するためのガルバノミラーホルダーを設計し、作製した。図3.1.3に3Dでの略図を、図3.1.4(a)~(f)に設計図を、図3.1.5にガルバノミラーホルダーの写真を示す。

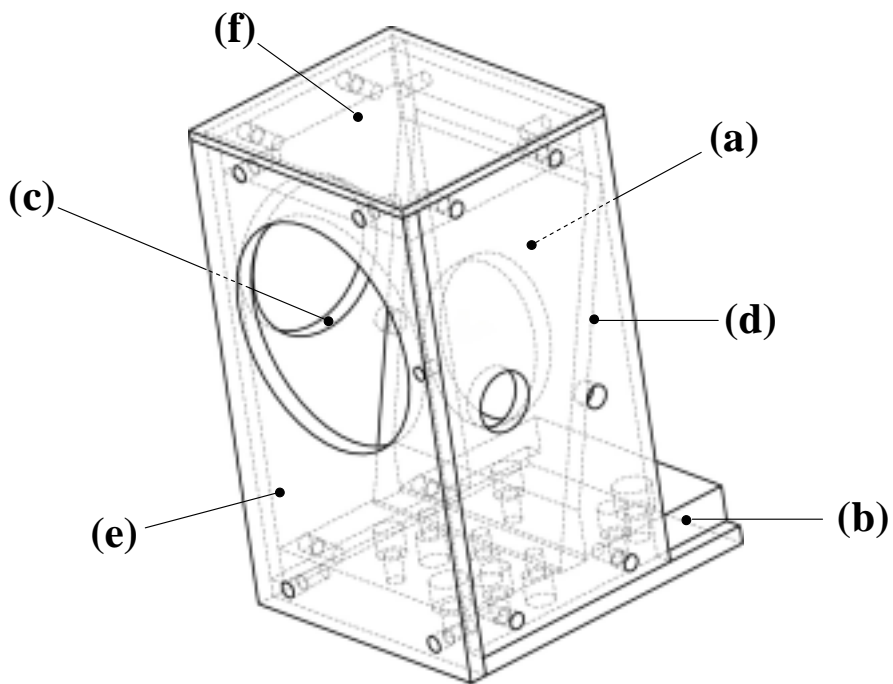
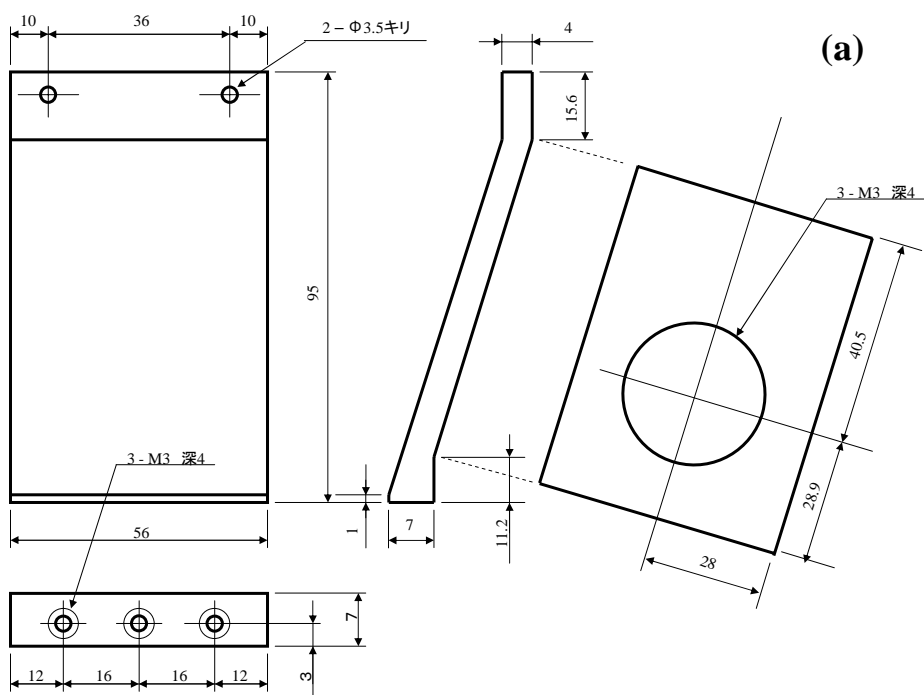
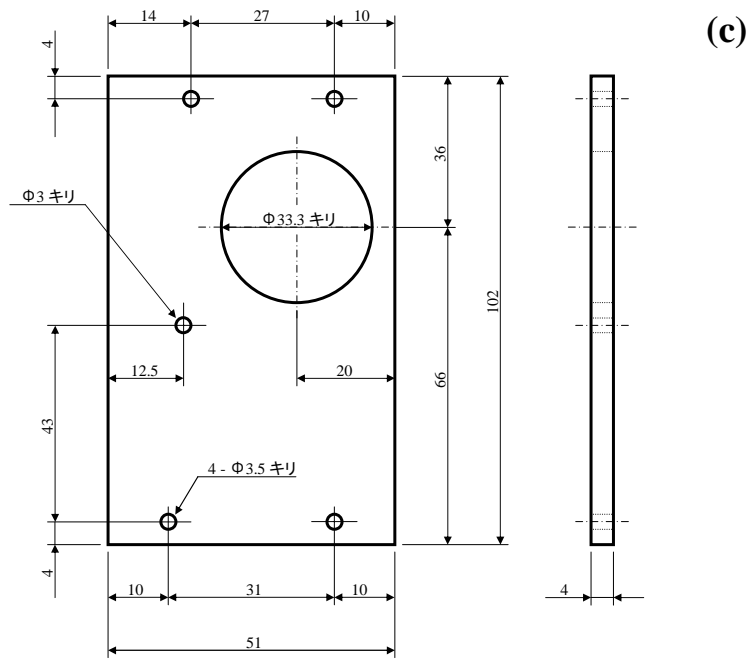
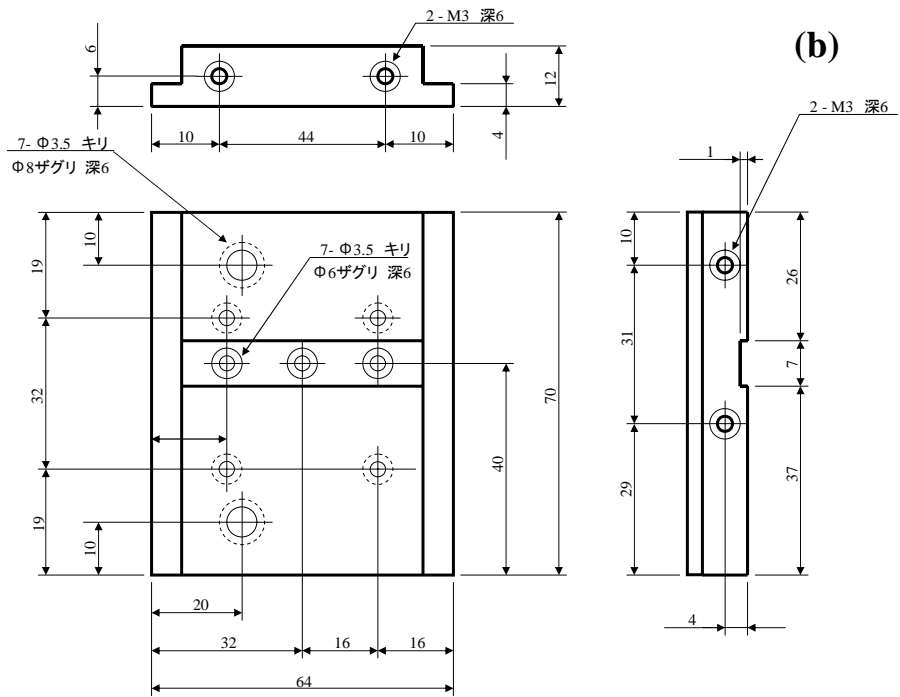
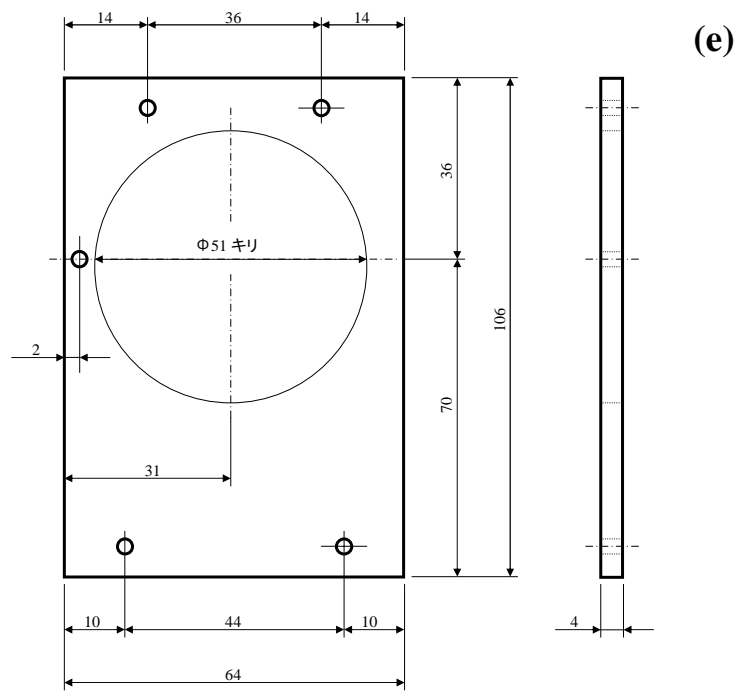
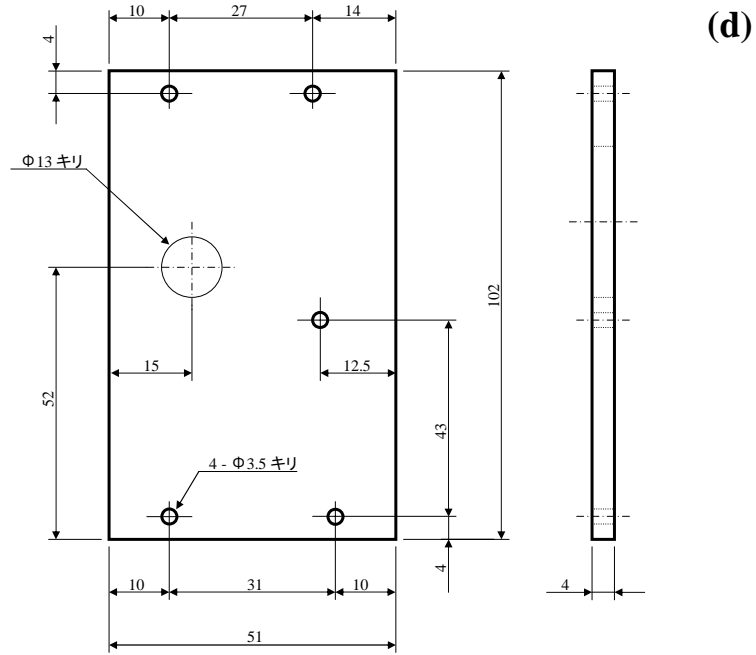


図3.1.3 ガルバノミラーホルダーの略図(3D)







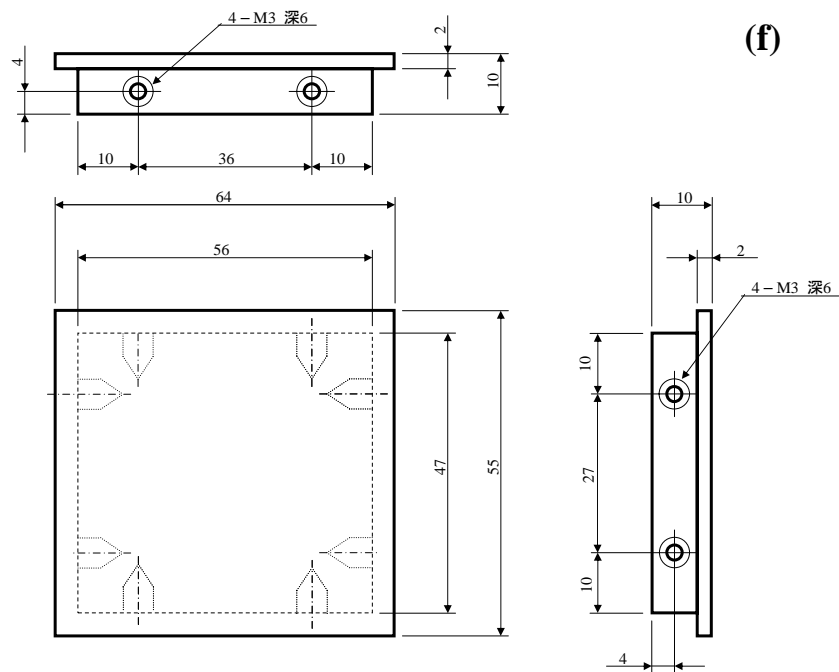


図 3.1.4 ガルバノミラーホルダー設計図

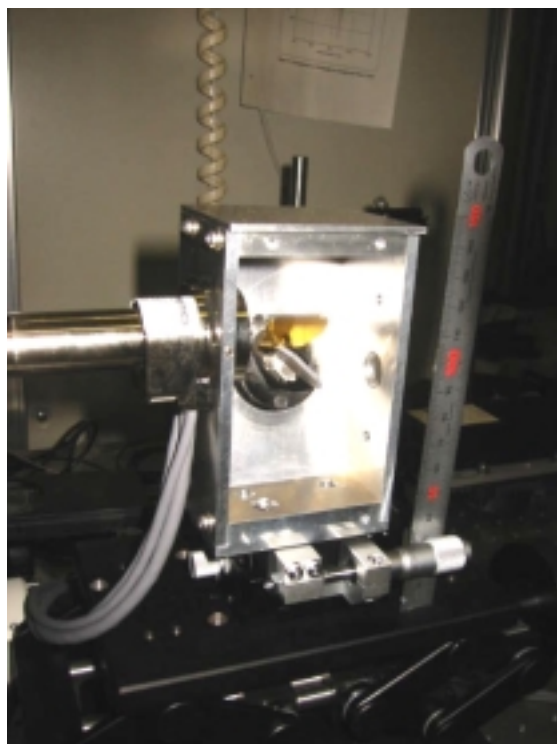


図 3.1.5 ガルバノミラーホルダー

3.2 光学系の設計

マイクロ光造形装置の概略を図 3.2.1 に示す。

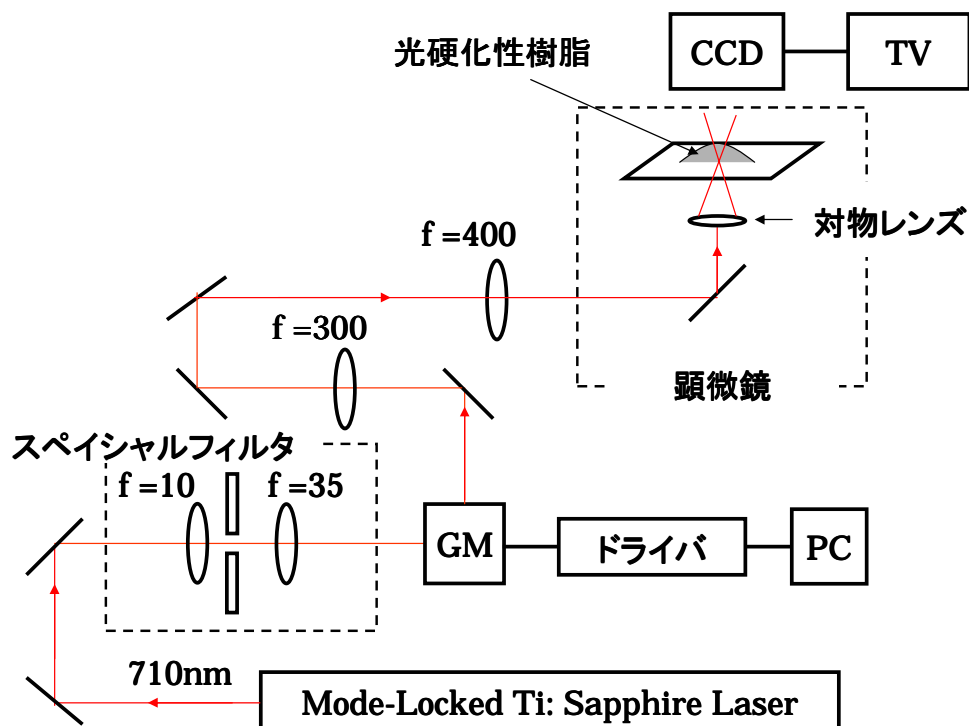


図 3.2.1. マイクロ光造形装置。(GM: ガルバノミラー)

光硬化性樹脂を硬化させる光源として、チタンサファイアフェムト秒レーザー（波長：710 nm，パルス幅：130 fs，繰り返し周波数：80 MHz）を用いた。スペイシャルフィルタによってレーザー光の空間ノイズを取り除き，1 対のガルバノミラー（GM）を經由させたあと，2 枚のレンズによりレーザー径を 1.3 倍にし，顕微鏡の油浸対物レンズ（100× NA=1.3）によりレーザー光を樹脂中に集光させた。

光軸系の中で重要なのが $f=400$ と $f=300$ の 2 枚のレンズ配置である。詳細を図 3.2.2 に示す。

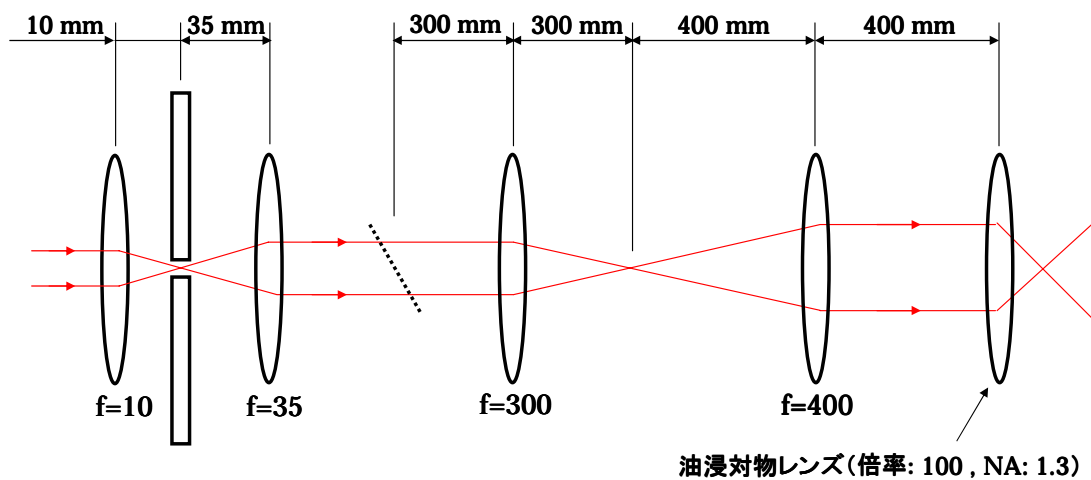


図 3.2.2 光軸系の設計

図 3.2.2 のようにレンズを配置することによって、次の二つの効果を得ることができる。

- (1) レーザービーム径を油浸対物レンズのひとつと同じ径にすることで、理想的な NA を得ることができる。
- (2) ガルバノミラーでレーザー光を走査させても、ひとつみの位置でレーザー光が動かない。

装置の全体写真を図 3.2.3 に示す。

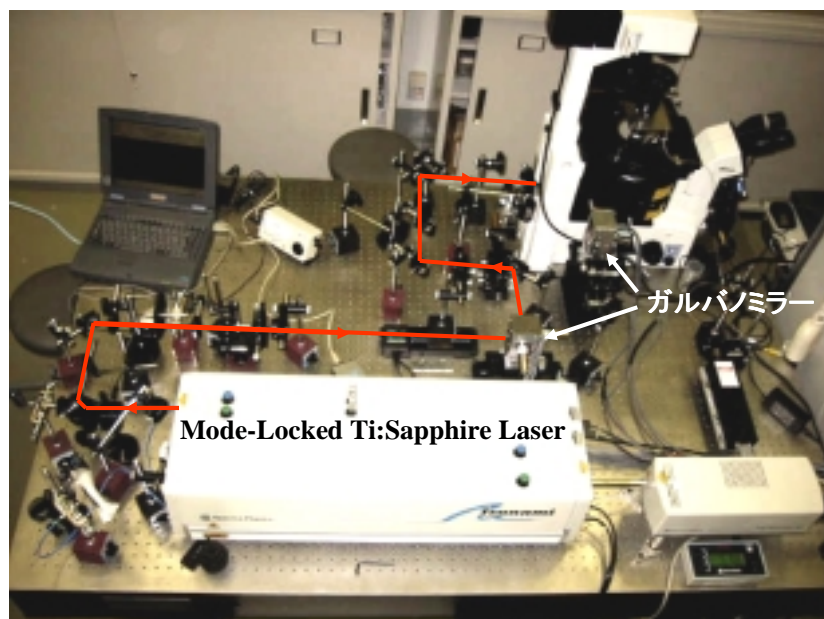


図 3.2.3 装置全体の写真

第 4 章 マイクロ光造形装置の性能評価

開発したマイクロ光造形装置の性能評価を目的とし、測定を行った。4.1 にマイクロ構造物の作製手順、4.2 にレーザーパワーと硬化線幅の関係、レーザーパワーと硬化厚みについての測定、4.3 にマイクロ構造物の試作、4.4 に収縮現象について示す。

4.1 マイクロ構造物の作製手順

マイクロ構造物の作製手順を図 4.1.1 に示す。

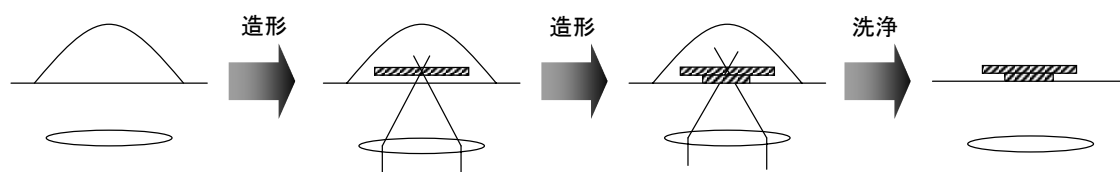


図 4.1.1 マイクロ構造物の作製手順

- (1) カバーガラスの上に光硬化性樹脂を 1 滴垂らし、ステージに設置する。
- (2) ガルバノミラーを走査し、2 次元的に光硬化性樹脂を硬化させる。
- (3) 焦点位置を z 軸方向に移動させ、積層する。
- (4) 余分な光硬化性樹脂（未硬化部分）を、エタノールを用いて洗浄する。

光硬化性樹脂中に集光された近赤外フェムト秒レーザー光は、焦点位置で非線形光学効果によって紫外光に変換され、樹脂をサブマイクロメートルスケールで硬化させる⁸⁾。焦点位置をガルバノミラーで走査させることによって 2 次元平面でマイクロ構造物を作製し、これを積層することによって、3 次元立体マイクロ構造物を作製する。

4.2 性能評価

マイクロ構造物を作製するためには、硬化線幅と硬化厚みの加工分解能を把握する必要がある。加工分解能はレーザーパワーと走査速度に依存するため、走査速度を $42 \mu\text{m/s}$ に固定し、レーザーパワーを変化させ、それぞれについて加工分解能を測定した。4.2.1 にレーザーパワーと硬化線幅の関係を、4.2.2 にレーザーパワーと硬化厚みの関係を示す。

4.2.1 レーザーパワーと硬化線幅の関係

レーザーパワーと硬化線幅の関係を調べるために作製したサンプルを、図 4.2.1 に示す。10 μm 角の正方形で書かれた部分は、間隔 $2 \mu\text{m}$ の格子となっている。SEM を用いて硬化線幅を測定した結果を図 4.2.2 に示す。

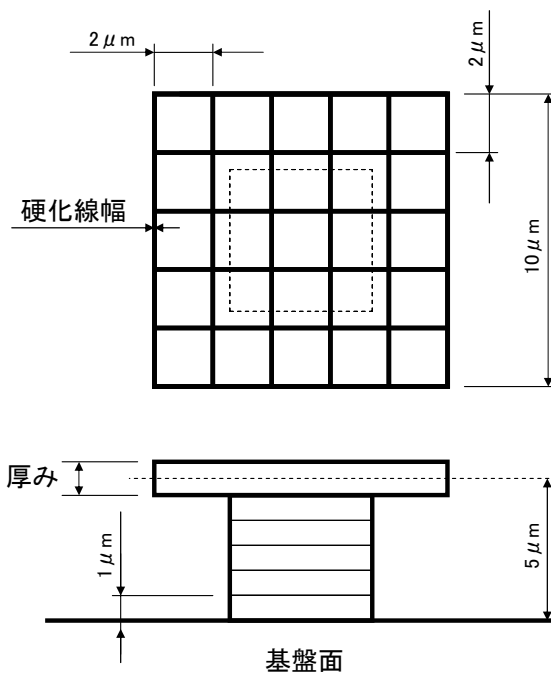


図 4.2.1 サンプルの設計図。レーザー光を格子状に走査させる

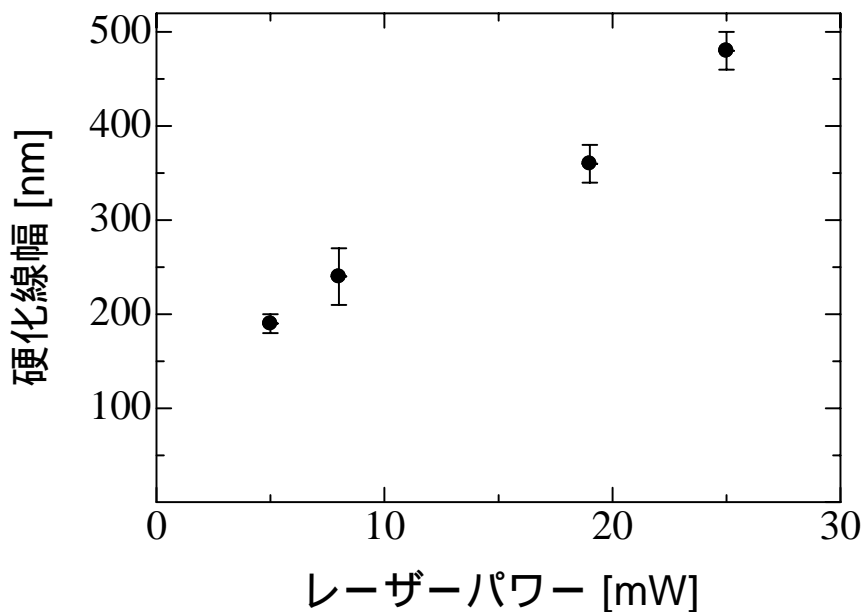


図 4.2.2 レーザーパワーと硬化線幅の関係．レーザー波長: 710 nm
走査速度: 42 $\mu\text{m/s}$ 対物レンズ: 100 \times (NA=1.3)

レーザーパワーを上げていくと、34 mW 以上ではエネルギーが高すぎるため、樹脂が爆発的な反応を起こし、正確な構造物を作製することができなかった。それに対し、レーザーパワーを下げていくと、5 mW よりも低いパワーでは、エネルギーが低すぎるため、樹脂を硬化させることができなかった。よって、測定結果より、線幅の最小加工分解能は 5 mW のとき 190 nm であるということがわかった。

4.2.2 レーザーパワーと硬化厚みの関係

レーザーパワーと硬化厚みの関係を調べるために、図 4.2.1 のサンプルを作製し、正方形 (10 μm) の硬化厚みを、SEM を用いて測定した。結果を図 4.2.3 に示す。

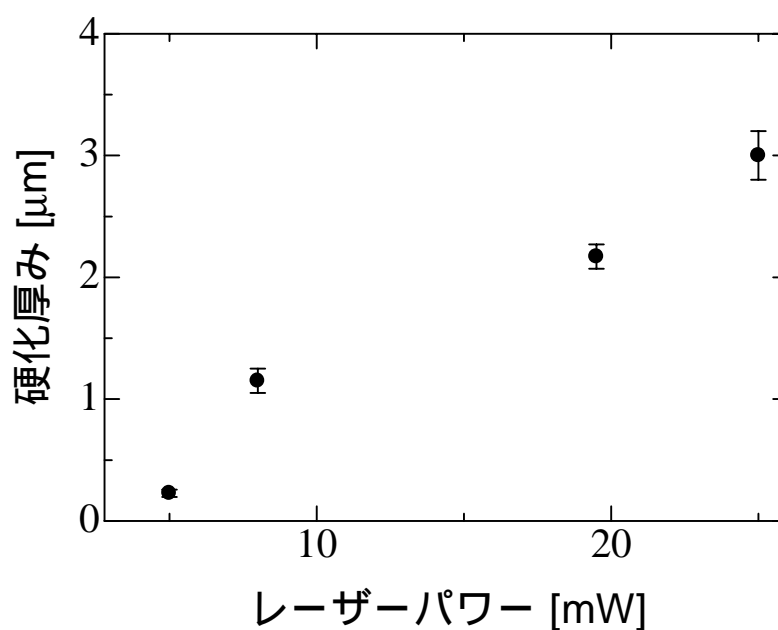


図 4.2.3 レーザーパワーと硬化厚みの関係。レーザー波長: 710 nm
走査速度: 42 $\mu\text{m}/\text{s}$ 対物レンズ: 100 \times (NA=1.3)

測定の結果、硬化線幅を測定したときと同じく 5 mW 以下と 34 mW 以上では測定可能な構造物を作製できなかった。よって、厚みの最小加工分解能は 5 mW のとき 230 nm であるということがわかった。

4.2.1 4.2.2 の結果から、レーザーパワーが 5 mW のときに最小加工分解能が得られ、そのときの線幅は 190 nm、硬化厚みは 230 nm である。

4.3 マイクロ構造物の試作

4.2 で最小加工分解能がわかったので，図 4.3.1 のようなマイクロ構造物の試作を行った．図 4.3.2 に洗浄を行う前のマイクロ構造物を，図 4.3.3 に洗浄後のマイクロ構造物を示す．

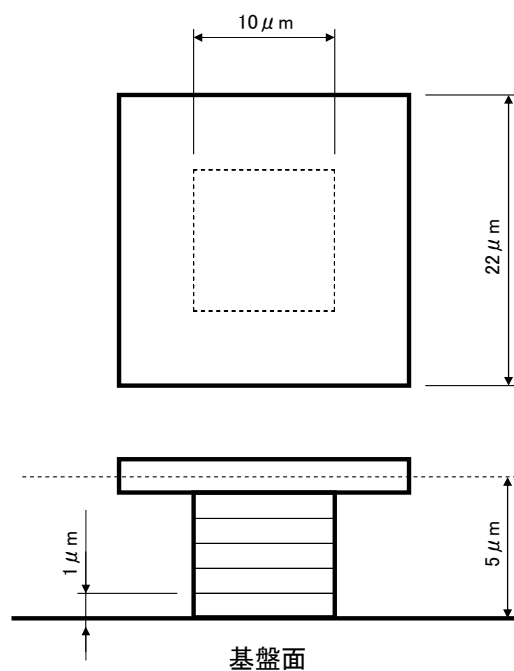


図 4.3.1 サンプル

試作の条件を以下に示す．

- ・レーザー・・・近赤外フェムト秒レーザー（波長: 710 nm パワー: 9.5 mW）
- ・走査速度・・・42 $\mu\text{m/s}$
- ・対物レンズ・・・100 倍（NA=1.3）
- ・サンプル・・・図 4.3.1
- ・洗浄液・・・エタノール（2.5 ml）
- ・測定装置・・・光学顕微鏡

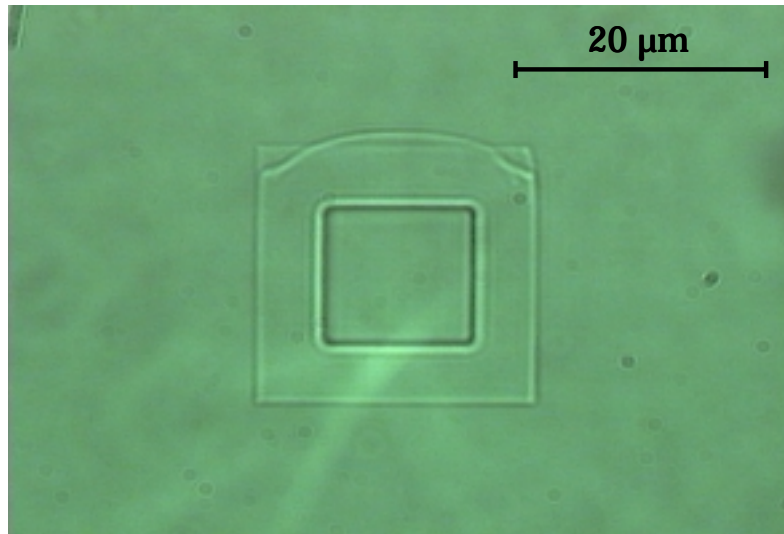


図 4.3.2 洗浄前のマイクロ構造物を光学顕微鏡で観察し，CCD カメラで撮影．
倍率: 100 倍

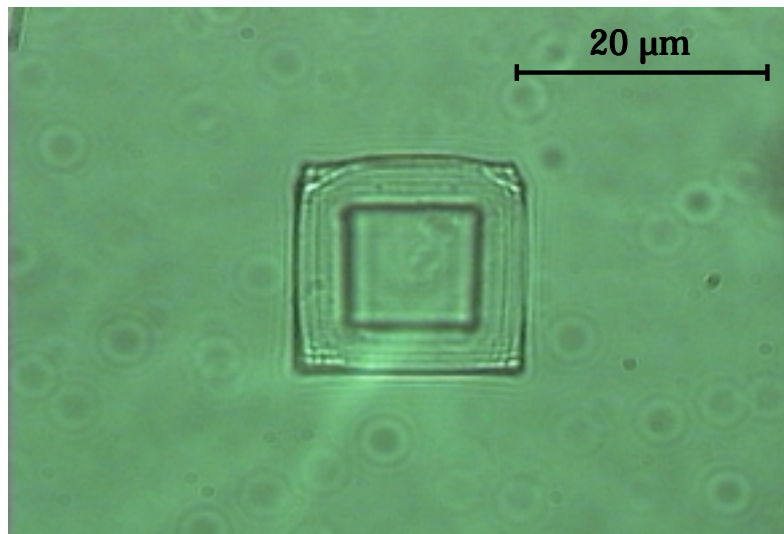


図 4.3.3 洗浄後のマイクロ構造物を光学顕微鏡で観察し，CCD カメラで撮影．
倍率: 100 倍

図 4.3.2 と図 4.3.3 を比較すると，洗浄前の大きさ（横：22.7 μm，縦：22.5 μm）に対し，洗浄後の大きさ（横：17.1 μm，縦：17.1 μm）に約 24 %の収縮がみられる．この，洗浄による収縮現象は，レーザーパワー，洗浄液の種類，洗浄方法などを変えても，改善されなかった．そこで，この収縮に対して考察をし，収縮を改善するための測定を行った．

4.4 収縮現象

前項で触れたように、マイクロ構造物を未硬化樹脂から取り出すために、未硬化部分をエタノールを用いて洗浄するのだが、洗浄をすると構造物の大きさが約 24 %収縮してしまうという問題が浮上した。加工分解能を上げるために光量を減らすと、構造物内の未硬化部分がエタノールによって抽出されて収縮してしまうというのがその原因として考えられた。そこで、構造物内の未硬化部分を少なくすることを目的として、次の 3 つの条件について測定をし、最適な作製条件をさがすことにした。

- (1) 加温。
- (2) 走査回数。
- (3) 加温と走査回数。

4.4.1 に加温について、4.4.2 に走査回数について、4.4.3 に加温と走査回数について示す。

4.4.1 洗浄後の形状に対する加温の効果

光硬化性樹脂は、吸収したエネルギーによって重合反応を起こし、液体から固体へと変化する。重合反応は樹脂の温度を高くすることで促進することができる。そこで、80 で加温することによって、収縮率にどのような影響を与えるか測定した。プロセスの条件を以下に示す。

- A. 加温 (3 時間) 造形 加温 (3 時間) 洗浄
- B. 加温 (3 時間) 造形 加温 (5 時間) 洗浄
- C. 加温 (3 時間) 造形 洗浄
- D. 造形 加温 (3 時間) 洗浄
- E. 造形 加温 (5 時間) 洗浄

(ただし、加温から造形の操作及び造形から加温の操作は、ただちに行った。)

A~E の条件それぞれについて、図 4.4.1 のサンプルを同じ基盤上に 10 個作製し、正方形 (22 μm) の縦と横について、実測値・平均値・標準偏差値・比率 (縦/横)・収縮率を測定した。

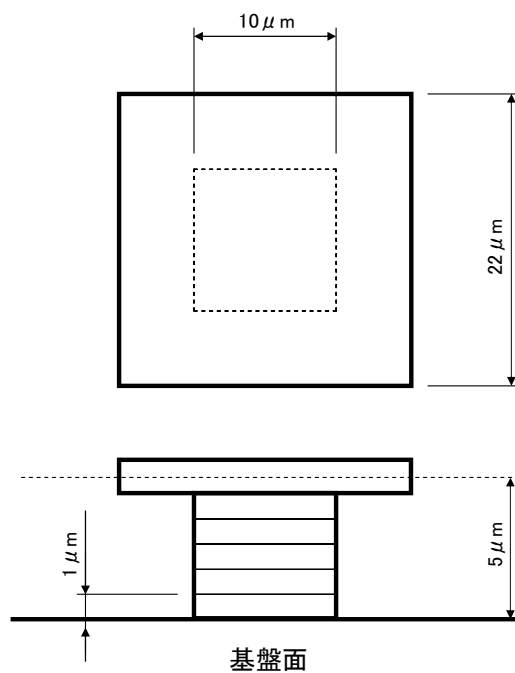


図 4.4.1 サンプル

その他の作製条件を以下に示す。

- ・レーザー・・・近赤外フェムト秒レーザー（波長: 710 nm パワー: 9.5 mW）
- ・走査速度・・・42 μm/s
- ・対物レンズ・・・100 倍（NA=1.3）
- ・サンプル・・・図 4.4.1
- ・加温温度・・・80
- ・洗浄液・・・エタノール（2.5 ml）
- ・測定装置・・・レーザー顕微鏡（楠川研）

測定結果を表 4.4.1 , 4.4.2 , 4.4.3 , 4.4.4 , 4.4.5 , 4.4.6 , 図 4.4.2 に示す。

基準データ（収縮しない場合の値） = 横：22.74 μm ，縦：22.48 μm ，横/縦：1.01

A. 加温（3） 造形 加温（3） 洗浄

	横[μm]	縦[μm]	横/縦
1	21.4	23	0.93
2	20.8	21.1	0.99
3	20.1	20.1	1.00
4	19.2	18.4	1.04
5	17.9	18.2	0.98
6	17.8	18.1	0.98
7	17.5	16.9	1.04
8	17.5	17.2	1.02
9	17.6	17.3	1.02
10	17.6	17.8	0.99
平均	18.74	18.81	1.00
標準偏差	1.51	1.97	0.03
収縮率	17.6	16.3	-

表 4.4.1

B. 加温（3） 造形 加温（5） 洗浄

	横[μm]	縦[μm]	横/縦
1	23.9	23.5	1.02
2	20.5	21.3	0.96
3	19.5	19.4	1.01
4	18.9	18.4	1.03
5	17.8	17.8	1.00
6	18.2	17.5	1.04
7	17.5	16.8	1.04
8	17.5	17.2	1.02
9	17.8	17	1.05
10	17.6	16.9	1.04
平均	18.92	18.58	1.02
標準偏差	2.01	2.22	0.03
収縮率	16.8	17.3	-

表 4.4.2

C. 加温（3時間） 造形 洗浄

	横[μm]	縦[μm]	横/縦
1	21.8	21.4	1.02
2	20	20.4	0.98
3	17.5	17.5	1.00
4	17	16.8	1.01
5	17	16.8	1.01
6	18.1	17.2	1.05
7	17	16.6	1.02
8	16.6	16.7	0.99
9	16.6	16.8	0.99
10	17	17.2	0.99
平均	17.86	17.74	1.01
標準偏差	1.71	1.70	0.02
収縮率	21.5	21.1	-

表 4.4.3

D. 造形 加温（3時間） 洗浄

	横[μm]	縦[μm]	横/縦
1	17.6	17.5	1.01
2	16.9	17.5	0.97
3	17.9	17.6	1.02
4	17.8	17.8	1.00
5	17.5	17.3	1.01
6	17.9	17.5	1.02
7	17.2	17.2	1.00
8	17.3	17.3	1.00
9	17	17	1.00
10	17.6	17.5	1.01
平均	17.47	17.42	1.00
標準偏差	0.36	0.23	0.02
収縮率	23.2	22.5	-

表 4.4.4

E. 造形 加温 (5 時間) 洗淨

	横[μm]	縦[μm]	横/縦
1	19.5	19.5	1.00
2	19.7	19.4	1.02
3	20	19.8	1.01
4	20	20	1.00
5	20.4	19.5	1.05
6	19.1	19.4	0.98
7	19.2	18.9	1.02
8	19.5	19.2	1.02
9	19.5	19.4	1.01
10	20	19.5	1.03
平均	19.69	19.46	1.01
標準偏差	0.41	0.30	0.02
収縮率	13.4	13.4	-

表 4.4.5

	平均[μm]		比率[横/縦]	標準偏差[μm]		収縮率[%]	
	横	縦		横	縦	横	縦
基準	22.74	22.48	1.01	-		-	
A	18.74	18.81	1	1.51	1.97	17.6	16.3
B	18.92	18.58	1.02	2.01	2.22	16.8	17.3
C	17.86	17.74	1.01	1.71	1.7	21.5	21.1
D	17.47	17.42	1	0.36	0.23	23.2	22.5
E	19.69	19.46	1.01	0.41	0.3	13.4	13.4

表 4.4.6

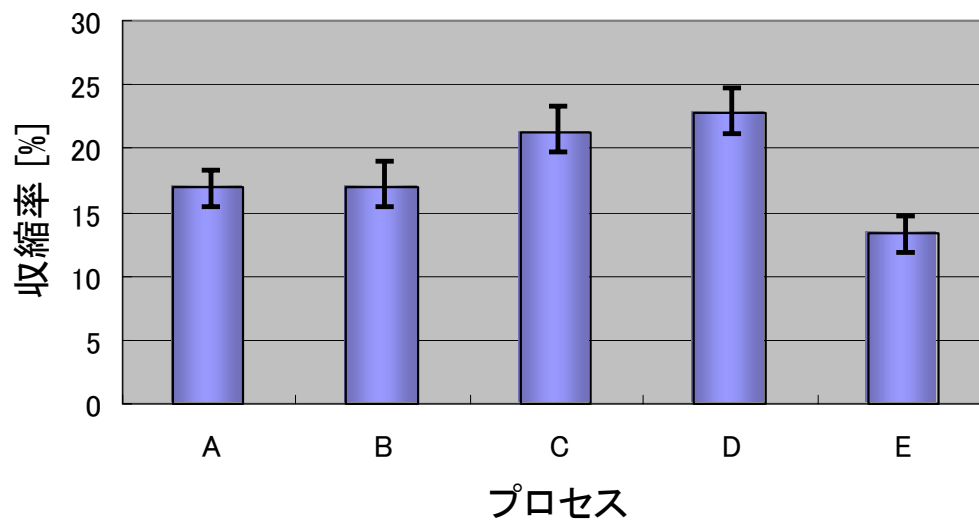


図 4.4.2 加温条件と収縮率の関係

測定結果から、プロセス E(造形 5 時間加温 洗浄)が最適であることがわかった。また、そのときの収縮率は約 13 %であった。

そこで、造形後の加温時間を 5 時間から 15 時間まで 2 時間おきに変化させて、それぞれの収縮率を測定した。しかし、5 時間以上時間を増やしても、収縮率の変化はみられなかった。よって、加温の最適な条件は、「造形 加温(5 時間) 洗浄」というプロセスであり、収縮率を 13 %まで低減できることがわかった。

4.4.2 洗浄後の形状に対する走査回数変化の効果

これまでの測定では、レーザーを同じ場所で1回だけ走査させ、光硬化性樹脂を硬化させていた。しかし、1回の走査では十分に硬化させることができず、洗浄によって構造物内の未硬化部分が抽出している可能性がある。そこで、加工分解能を下げずに光量を増やす方法として走査回数を増やすことで、収縮に対してどのような効果が得られるかを測定した。走査回数の条件を以下に示す。

- ・ 1回走査
- ・ 3回走査
- ・ 5回走査
- ・ 7回走査

それぞれの条件について、図 4.4.3 のサンプルを同じ基盤上に 10 個作製し、正方形 ($22\ \mu\text{m}$) の縦と横について、実測値・平均値・標準偏差値・比率 (縦/横)・収縮率を測定した。また、走査回数を増やしても、本当に加工分解能が下がっていないか確かめるために、硬化厚みの測定も行った。

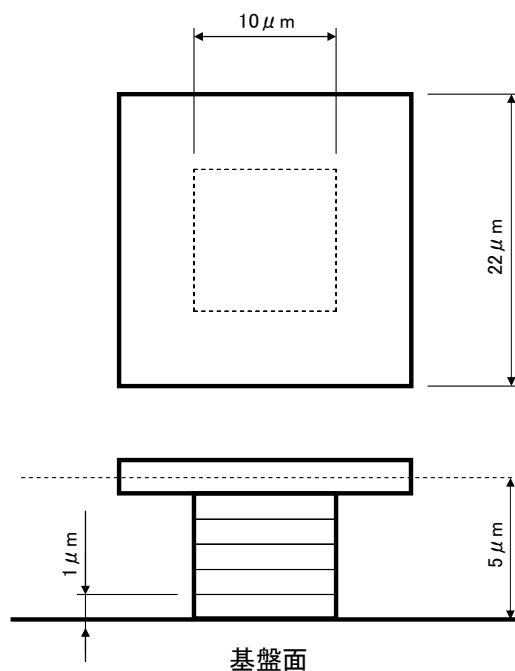


図 4.4.3 サンプル

その他の作製条件を以下に示す。

- ・レーザー・・・近赤外フェムト秒レーザー（波長: 710 nm パワー: 9.5 mW）
- ・走査速度・・・42 $\mu\text{m/s}$
- ・対物レンズ・・・100倍（NA=1.3）
- ・サンプル・・・図 4.4.3
- ・洗浄液・・・エタノール（2.5 ml）
- ・測定装置・・・レーザー顕微鏡（楠川研）

測定結果を表 4.4.7, 4.4.8, 4.4.9, 4.4.10, 4.4.11, 4.4.12, 4.4.13, 図 4.4.4, 4.4.5 に示す。

	横[μm]	縦[μm]	横/縦
1	22.9	23.3	0.98
2	22.9	23.3	0.98
3	23.2	23	1.01
4	22.7	23	0.99
5	22.9	23	1.00
平均	22.92	23.12	0.99
標準偏差	0.18	0.16	0.01

表 4.4.7 基本（収縮前の大きさ）

	横[μm]	縦[μm]	横/縦
1	17	17.2	0.99
2	16.5	17.2	0.96
3	16.5	16.5	1.00
4	16.5	16.9	0.98
5	16.3	17	0.96
平均	16.56	16.96	0.98
標準偏差	0.26	0.29	0.02
収縮率	27.7	26.6	-

表 4.4.8 1回走査

	横[μm]	縦[μm]	横/縦
1	20.1	20.1	1.00
2	20.1	20	1.01
3	19.4	20	0.97
4	19.7	20.2	0.98
5	20	20.1	1.00
平均	19.86	20.08	0.99
標準偏差	0.30	0.08	0.02
収縮率	13.4	13.1	-

表 4.4.9 3回走査

	横[μm]	縦[μm]	横/縦
1	20.8	20.7	1.00
2	20	20.4	0.98
3	20.2	20.8	0.97
4	20.2	20.8	0.97
5	20.1	20.4	0.99
平均	20.26	20.62	0.98
標準偏差	0.31	0.20	0.01
収縮率	11.6	10.8	-

表 4.4.10 5回走査

	横[μm]	縦[μm]	横/縦
1	21	20.8	1.01
2	20.1	20.4	0.99
3	20	20.5	0.98
4	20.2	20.4	0.99
5	20.4	20.4	1.00
平均	20.34	20.5	0.99
標準偏差	0.40	0.17	0.01
収縮率	11.3	11.3	-

表 4.4.11 7回走査

	平均[μm]		比率[横/縦]	標準偏差[μm]		収縮率[%]	
	横	縦		横	縦	横	縦
基準	22.92	23.12	0.99	-		-	
1回走査	16.56	16.96	0.98	0.26	0.29	27.7	26.6
3回走査	19.86	20.08	0.99	0.3	0.08	13.4	13.1
5回走査	20.26	20.62	0.98	0.31	0.2	11.6	10.8
7回走査	20.34	20.5	0.99	0.4	0.17	11.3	11.3

表 4.4.12 まとめ

1回走査	3回走査	5回走査	7回走査
硬化厚み [μm]	硬化厚み [μm]	硬化厚み [μm]	硬化厚み [μm]
1.21	1.16	1.08	1.3
1.03	1.16	1.21	1.32
1.12	1.28	1.23	1.12
1.16	1.25	1.32	1.12
1.1	1.19	1.3	1.21
1.14	1.19	1.27	1.12
1.27	1.34	1.17	1.1
1.17	1.3	1.27	1.48
1.21	1.28	1.14	1.43
1.14	1.36	1.23	1.16
1.28	1.32	1.16	1.37
1.41	1.27	1.21	1.21
1.25	1.25	1.12	1.21
1.23	1.3	1.23	1.36
1.19	1.34	1.14	1.3
1.3	1.12	1.21	1.34
1.32	1.19	1.23	1.28
1.16	1.21	1.27	1.39
1.25	1.3	1.27	1.28
平均 [μm]	平均 [μm]	平均 [μm]	平均 [μm]
1.21	1.25	1.21	1.27
標準偏差	標準偏差	標準偏差	標準偏差
0.09	0.07	0.06	0.11

+

表 4.4.13 走査回数と硬化厚みの関係

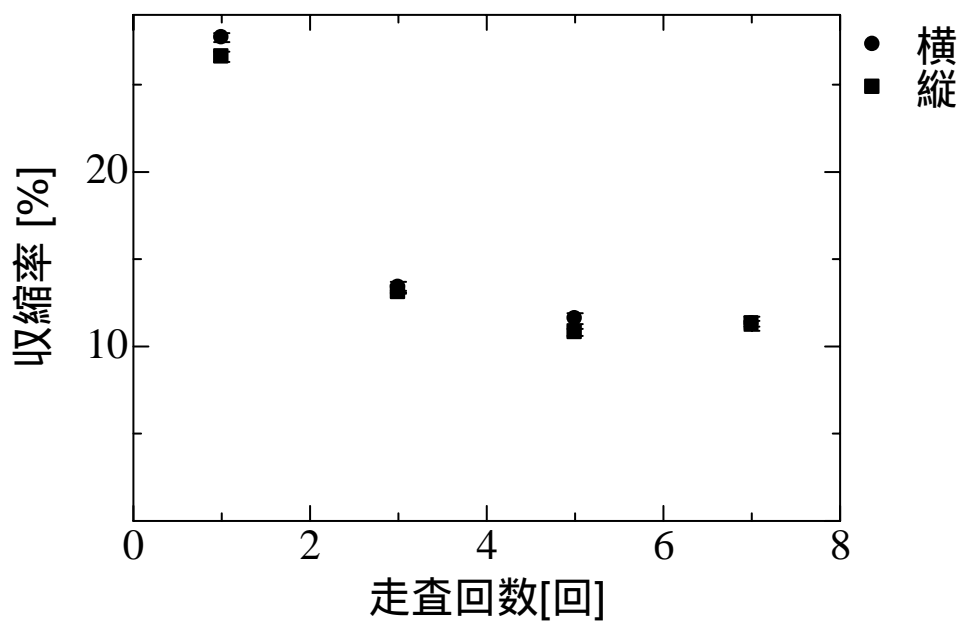


図 4.4.4 走査回数と収縮率の関係 . レーザー波長: 710 nm
 レーザーパワー: 9.5 mW 走査速度: 42 $\mu\text{m/s}$
 対物レンズ: 100 \times (NA=1.3)

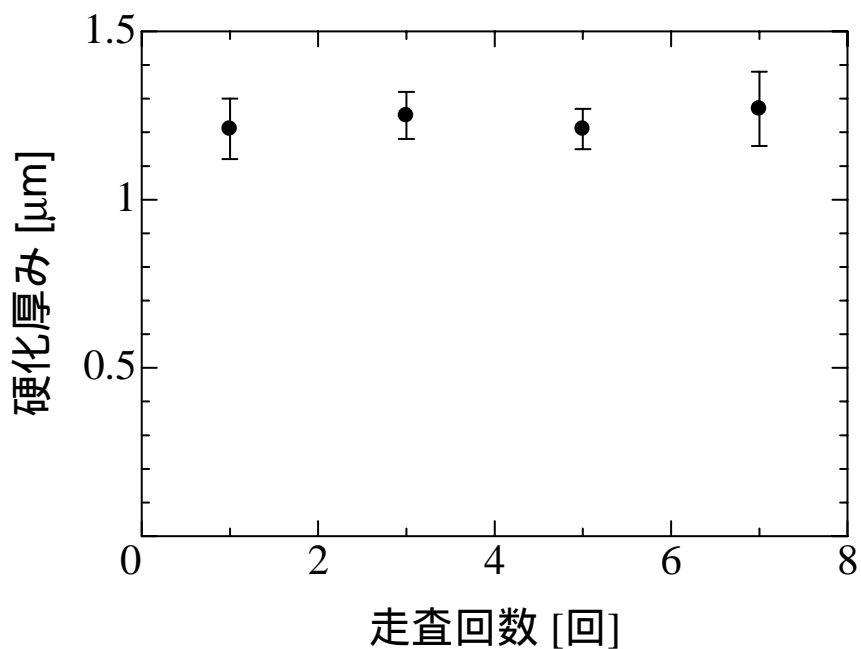


図 4.4.5 走査回数と硬化厚みの関係 . レーザー波長: 710 nm
 レーザーパワー: 9.5 mW 走査速度: 42 $\mu\text{m/s}$
 対物レンズ: 100 \times (NA=1.3)

図 4.4.4 に示した結果のように、走査回数を増やすと収縮率は低減するが、5 回以上走査回数が増やしても、収縮率に対する効果を得ることができなかった。よって、5 回走査が最適条件であることがわかった。また、そのときの収縮率は約 11 % である。

図 4.4.5 のグラフから、走査回数が増やしても、硬化厚みは変化しないことがわかる。このことから、走査回数が増やしても、加工分解能は下がらないといえる。

4.4.3 洗浄後の形状に対する加温と走査回数変化の効果

4.4.1, 4.4.2 の測定から、加温に対しては 5 時間加温、走査回数に対しては 5 回走査が最適な条件であるという結論を得た。そこで、この二つの条件を同時に満たす「造形（5 回走査） 加温（5 時間） 洗浄」というプロセスで作製し、収縮率の測定をした。作製の条件を以下に示す。

- ・レーザー・・・近赤外フェムト秒レーザー（波長: 710 nm パワー: 9.5 mW）
- ・走査速度・・・42 $\mu\text{m/s}$
- ・対物レンズ・・・100 倍（NA=1.3）
- ・サンプル・・・図 4.4.5
- ・走査回数・・・5 回
- ・加温条件・・・造形 加温（5 時間） 洗浄
- ・洗浄液・・・エタノール（2.5 ml）
- ・測定装置・・・レーザー顕微鏡（楠川研）

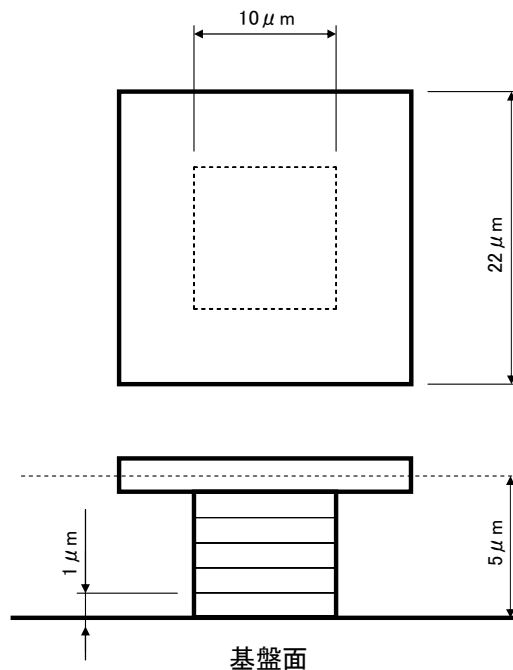


図 4.4.5 サンプル

図 4.4.5 のサンプルを同じ基盤上に 10 個作製し，正方形（22 μm ）の縦と横について，実測値・平均値・標準偏差値・比率（縦/横）・収縮率を測定した．測定結果を表 4.4.13 に示す．

	横[μm]	縦[μm]	横/縦
1	21.8	22.3	0.98
2	21.3	22.3	0.96
3	21.6	22.3	0.97
4	21.4	22.1	0.97
5	21	21.7	0.97
6	21.6	22.4	0.96
7	21	21.4	0.98
8	21.4	21.6	0.99
9	20.8	21.8	0.95
10	20.5	21.3	0.96
平均	21.24	21.92	0.97
標準偏差	0.41	0.41	0.01
収縮率	7.3	5.2	-

表 4.4.13 5 回走査 + 5 時間加温

測定結果から，5 時間加温，5 回走査を単独で行うよりも，同時に行うことにより，収縮に対して高い効果を得ることができるという結論を得た．

4.4.1，4.4.2，4.4.3 の結果から，収縮に対しての最適な作製条件は，「造形（5 回走査）加温（5 時間） 洗浄」であり，収縮率を 6 %まで低減できることができた．

「造形（5 回走査） 加温（5 時間） 洗浄」という条件でサンプルを作製し，光学顕微鏡で観察した様子を図 4.4.6，4.4.7 に示す．

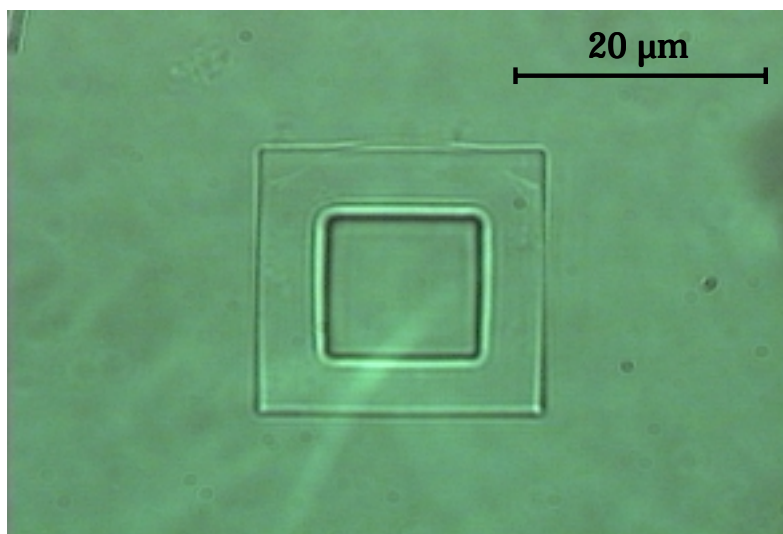


図 4.4.6 洗浄前のマイクロ構造物を光学顕微鏡で観察し，CCD カメラで撮影．
倍率: 100 倍

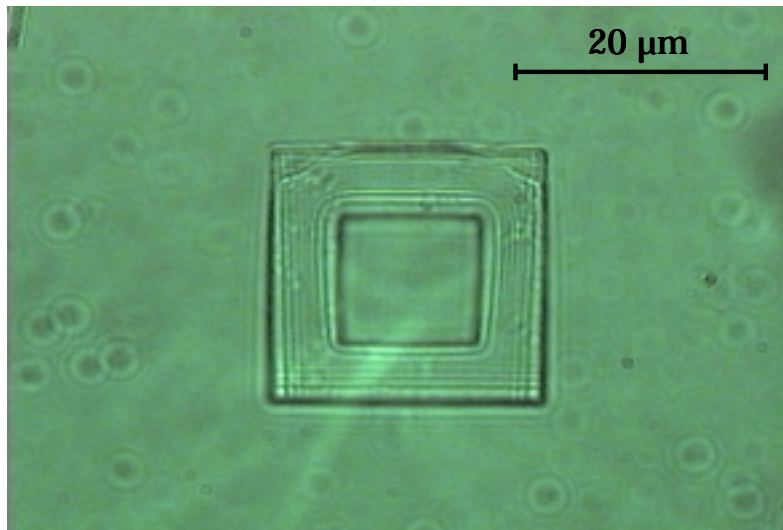


図 4.4.7 洗浄後のマイクロ構造物を光学顕微鏡で観察し，CCD カメラで撮影．
倍率: 100 倍

図 4.3.3 と比較して，図 4.4.7 を見ると，洗浄をしてもほとんど収縮をしていないことがわかる．

最適な作製条件でマイクロ構造物を作製し，SEM を用いて観察した．マイクロ構造物の SEM 像を図 4.4.8，4.4.9 に示す．

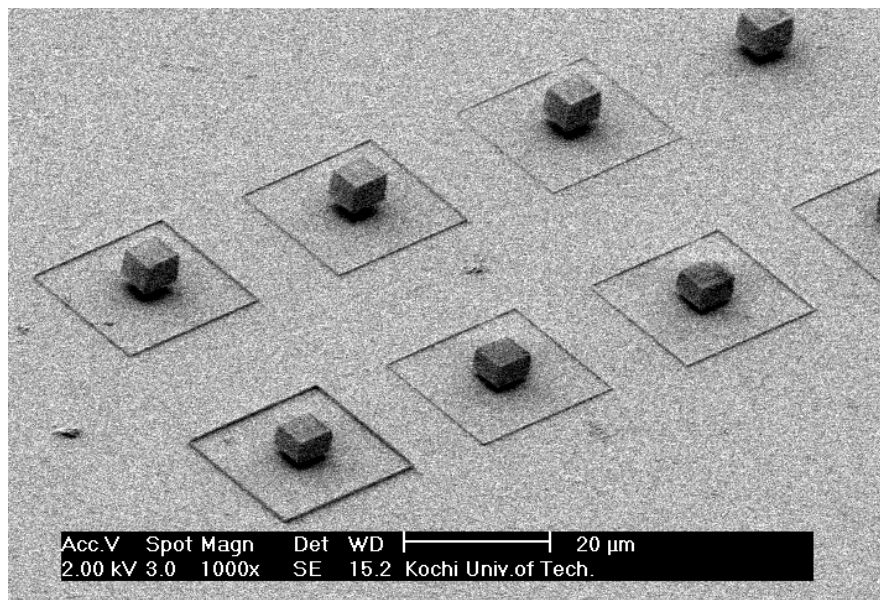


図 4.4.8 最適な条件で作ったマイクロ構造物の SEM 像．倍率: 1000 倍

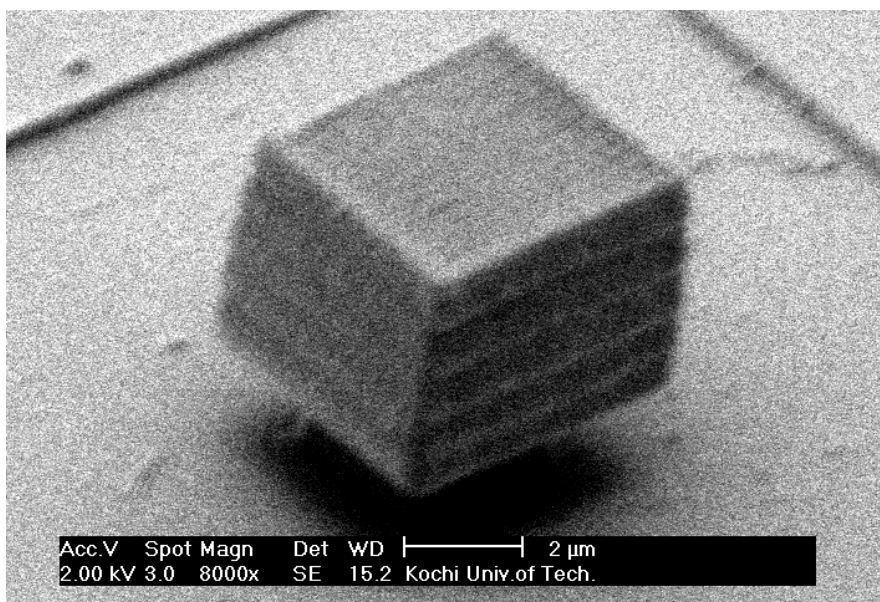


図 4.4.9 最適な条件で作ったマイクロ構造物の SEM 像．倍率: 8000 倍

第5章 レーザーマニピュレーション

マイクロ構造物を駆動させる方法として、圧電素子、形状記憶合金、熱膨張、超伝導体、電磁力、静電力などを利用する方法があるが、本研究ではレーザーマニピュレーションを用いてマイクロ構造物を駆動させる方法を選んだ。選んだ理由は、以下の3点である。

- (1) 装置構成がマイクロ光造形と同じで使いやすい。
- (2) 非接触で捕捉することができるため、サンプルに傷をつけない。
- (3) 従来のピンセットを使った移動方法では、対象物がピンセットに付着してしまい、思い通りの位置に移動させることが難しいが、この方法では光をオン・オフできることにより、任意の位置へ簡単に移動させることが可能である。

光の放射圧によって微粒子を3次元的に捕捉し操作する技術を、レーザーマニピュレーションと呼ぶ。この技術は Ashkin ら^{6),7)}によって提案された。現在では生体細胞やマイクロカプセルのトラッピング、転送など生物学、化学、物理学などの分野で光ピンセットとして活発に利用されている。

本研究では、マイクロ構造物を駆動させることを目的とし、レーザーマニピュレーション装置の開発、微粒子を捕捉する基盤技術の確立、マイクロ構造物の駆動を行った。

5.1 放射圧の原理

対物レンズで集光したレーザー光を球形微粒子に照射したときに発生する放射圧の原理を図 5.1.1 に示す。

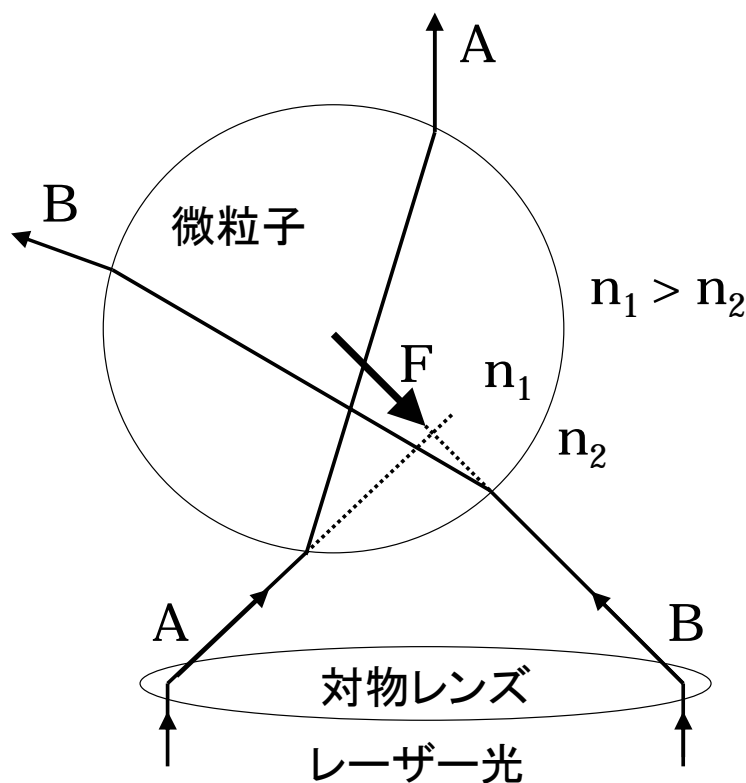


図 5.1.1 放射圧発生原理．A, B はレーザー光，F は微粒子に入射したすべての光によって発生する放射圧． n_1 と n_2 は微粒子と周囲の媒質の屈折率．

レーザー光の焦点付近に微粒子があるものとする．レーザー光は，周囲の媒質と屈折率が異なる微粒子の表面で屈折し，進行方向が変化する．そのため，入射前後で光子の運動量に変化する．変化した運動量は，運動量保存則に従って微粒子に受け渡され，運動量の変化の総和が微粒子に力として働く．この光と微粒子の相互作用によって生じる力を放射圧と呼び，図 5.1.1 の矢印の方向，つまり，エネルギー強度の高い焦点方向へ働く⁶⁾．

放射圧は n_1 (微粒子の屈折率) $>$ n_2 (周囲の媒質の屈折率) の場合，レーザー光の焦点方向へ働くため，微粒子は焦点付近に引き寄せられ，その力がブラウン運動を抑え，重力と釣り合う位置で三次元的に補足される．よって，集光スポットを電動ミラーで走査することにより，微粒子を自在に操作することが可能となる¹⁶⁾．

第6章 レーザーマニピュレーション装置の開発

6.1 ガルバノミラー制御装置の開発

ガルバノミラーを制御しているソフト(GSI LUMONICS 社製)では,入力コマンドフォームへ x, y 座標, 移動速度を入力することで制御している. しかし, この方法では任意の場所へレーザー光を走査させることが難しいため, 図 6.1.1 のような回路を作り, ジョイスティックでレーザー光を走査できるようにした. 装置の写真を図 6.1.2, 6.1.3 に示す.

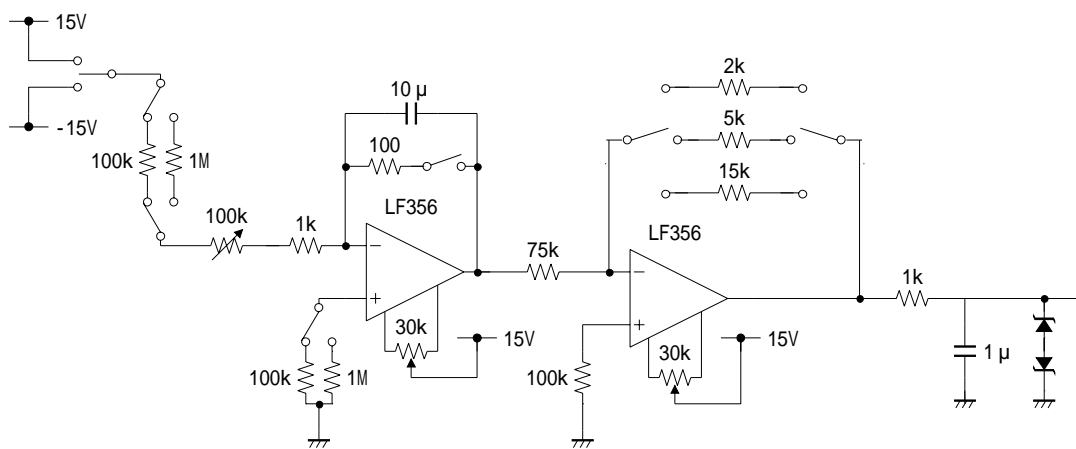


図 6.1.1 ガルバノミラー制御回路



図 6.1.2 ガルバノミラー制御装置(外観)

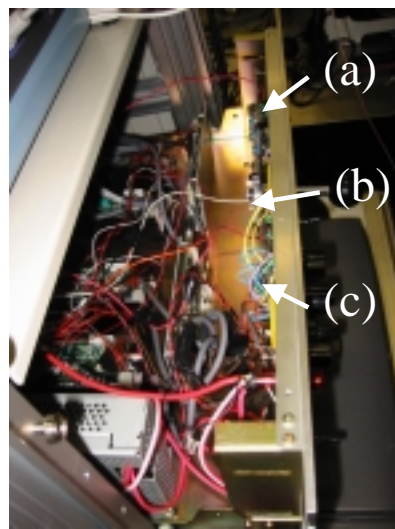
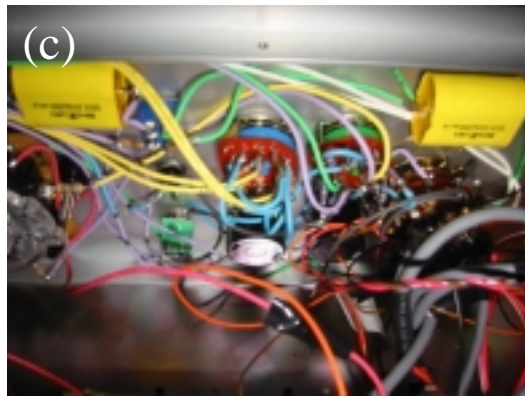
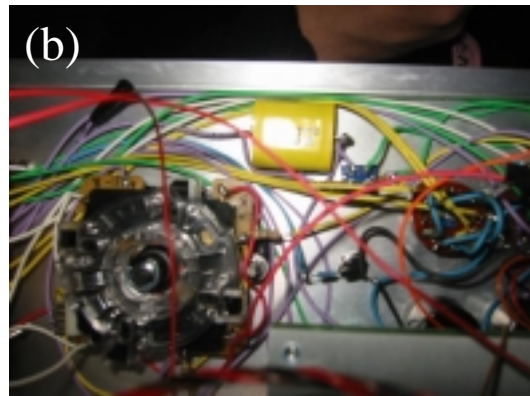
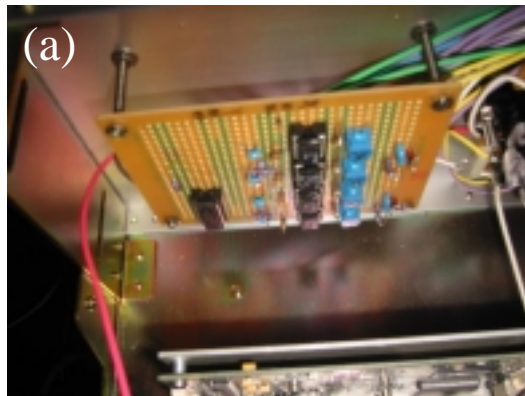


図 6.1.3 ガルバノミラー制御装置（内観）

6.2 光学系の設計

本研究で開発したレーザーマニピュレーション装置の概略を図 6.2.1 に示す。

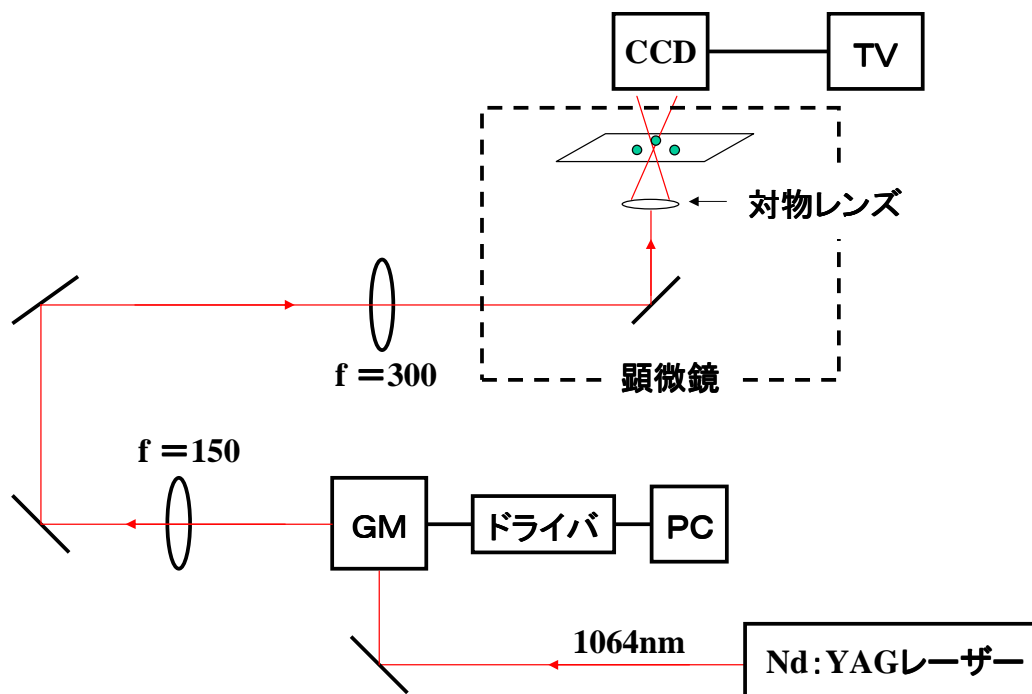


図 6.2.1 レーザーマニピュレーション装置。(GM: ガルバノミラー)

捕捉用として, CW Nd:YAG レーザー (Laser Compact 社製, LCS-DTL-322, 波長: 1064nm, パワー: 700mW) を用いた。基本波を 1 対のガルバノミラーを經由させたあと, 2 枚のレンズによりレーザー径を 1.5 倍にした。そのレーザー光を顕微鏡の油浸対物レンズ (100× N.A.=1.3) により集光し, 微粒子を操作する。マイクロ光造形装置と同様に, $f=150, f=300$ の 2 枚のレンズ配置が重要である (第 3 章参照)。装置の全体写真を図 6.2.2 に示す。

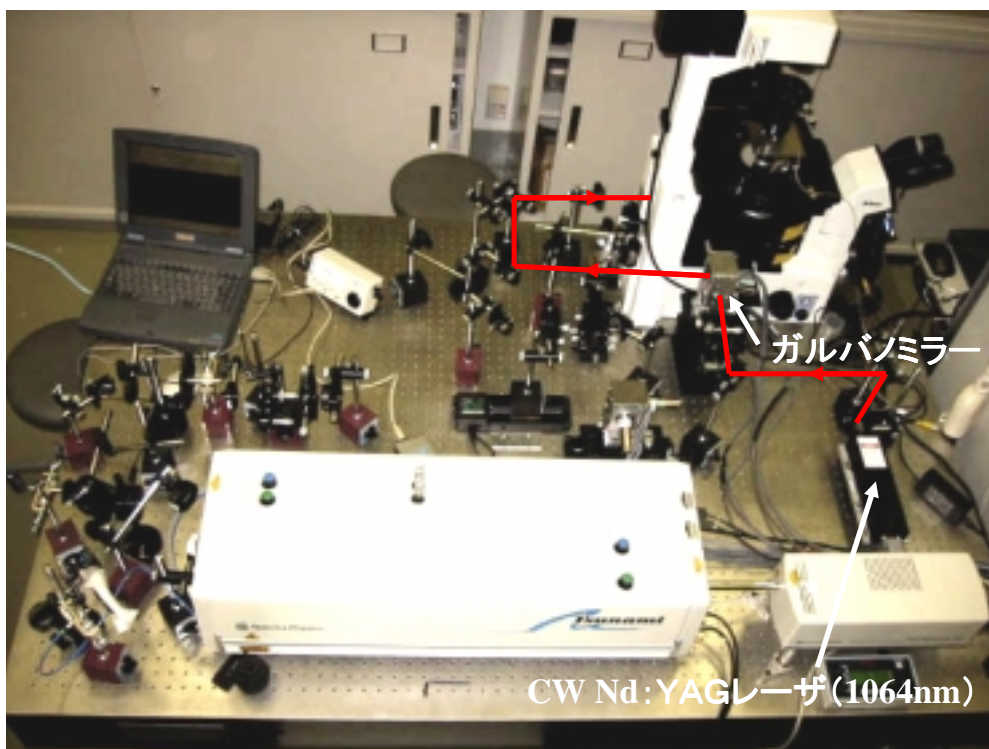


図 6.2.2 レーザーマニピュレーション装置全体

第7章 レーザーマニピュレーションに関する実験

第6章で開発したレーザーマニピュレーション装置を用いて、空気中、液体中で微粒子を捕捉することで、性能評価を行った。7.1 に空気中での捕捉を、7.2 に液体中での捕捉について示す。

7.1 空気中での捕捉

微粒子を空気中で捕捉し、操作することに成功した。図7.1.1に直径 $11\ \mu\text{m}$ の微粒子を空気中で捕捉した様子を、図7.1.2に空気中で捕捉した直径 $2\ \mu\text{m}$ の微粒子(a)を“KUT”という文字パターンに操作している様子(b)~(d)を示す。

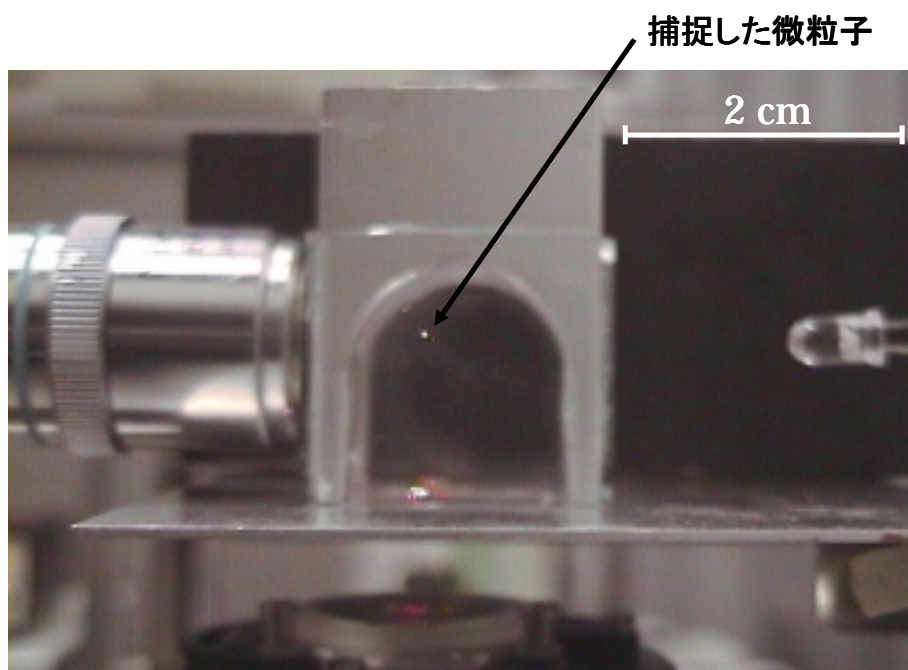
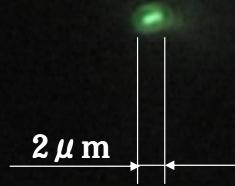


図 7.1.1 直径 $11\ \mu\text{m}$ の微粒子を空気中で捕捉

(a)



(b)

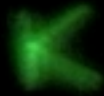




図 7.1.2.(a) ~ (d) 直径 2 μm の微粒子を "KUT" という文字パターンに操作

図 7.1.1 では、YAG レーザー（波長: 1064 nm , パワー: 350 mW）を図下側からレンズ（ $f=50$, $NA=0.3$ ）へ導入しており、箱の上側に付着させた直径 11 μm の微粒子を上から衝撃を与えて落下させ、落下してきた微粒子を焦点付近で捕捉している。図 7.1.2 は空中で補足した直径 2 μm の微粒子をガルバノミラーで操作し、YAG レーザーの 2 倍波を当てて散乱光を観察した。

7.2 液体中での捕捉

レーザー光をガルバノミラーによって高速に走査させ、任意の図形を繰り返し描画すると、微粒子は時間平均した光強度の高い領域に引き寄せられ、集光スポットの軌跡上に捕捉され配列する¹⁷⁾。図 7.2.1 は粒径 3 μm のラテックス球を四角のパターンに配列させた様子である。

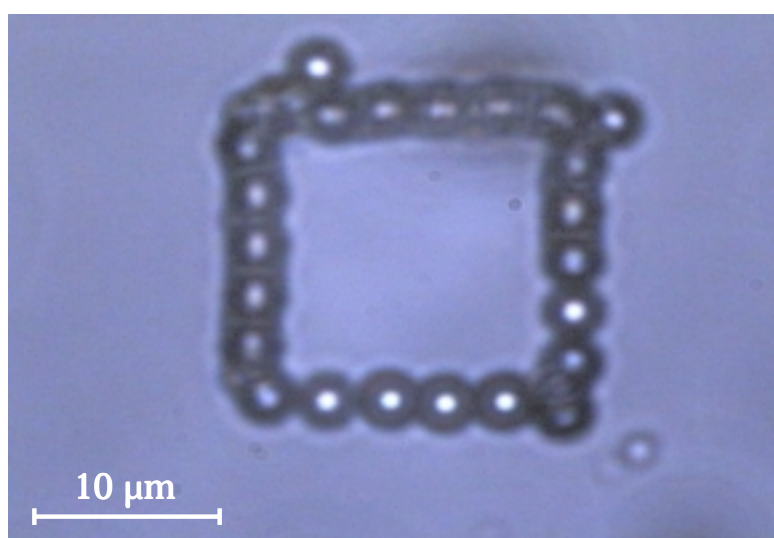
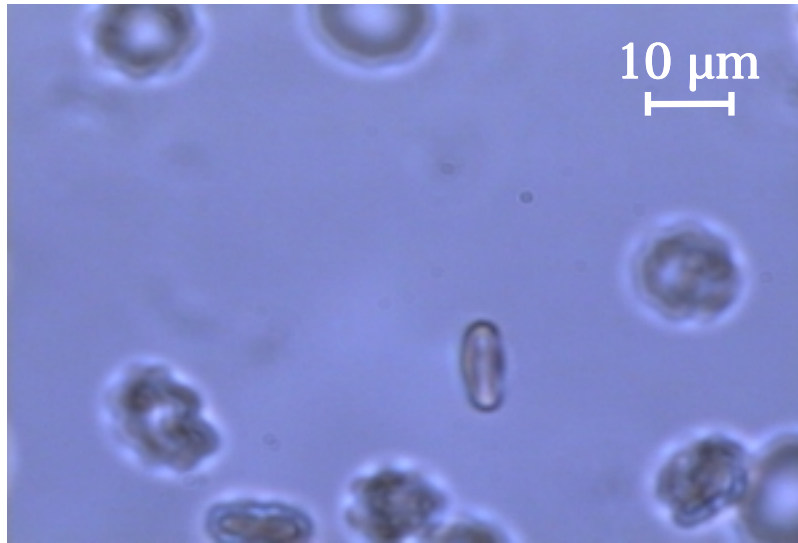


図 7.2.1 粒径 3 μm のラテックス球を四角パターンに配列

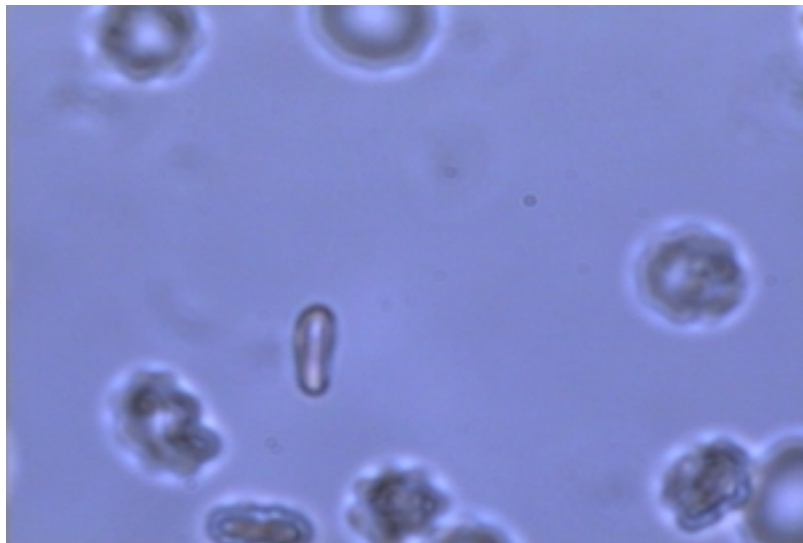
レーザー光照射開始前には、微粒子は自由に移動をしているが、数十秒後には微粒子が描画パターン上に並び、パターンを形成する。

さらに、レーザー光の走査速度を調整することによって、パターンに沿って微粒子を移動させることも可能である¹⁸⁾。直径約 8 μm の血球を捕捉し、四角のパターンに沿って移動させている様子を光学顕微鏡で観察し、撮影した写真を図 7.2.2 に示す。

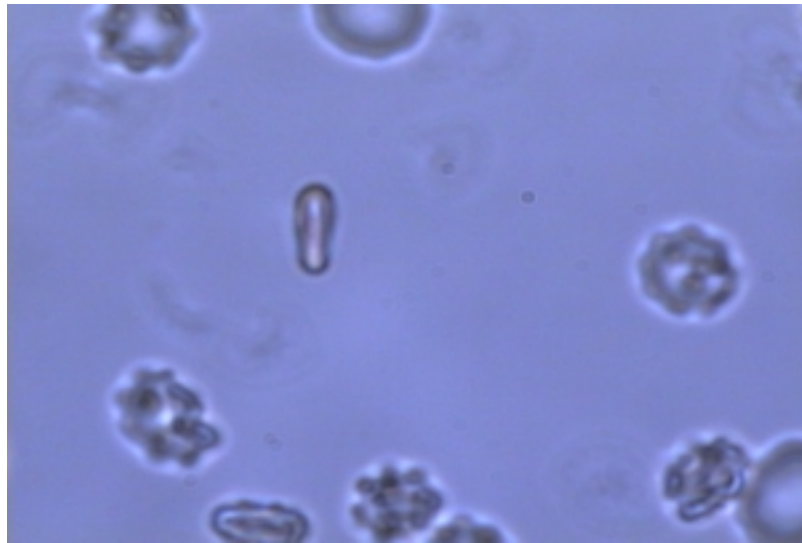
(a)



(b)



(c)



(d)

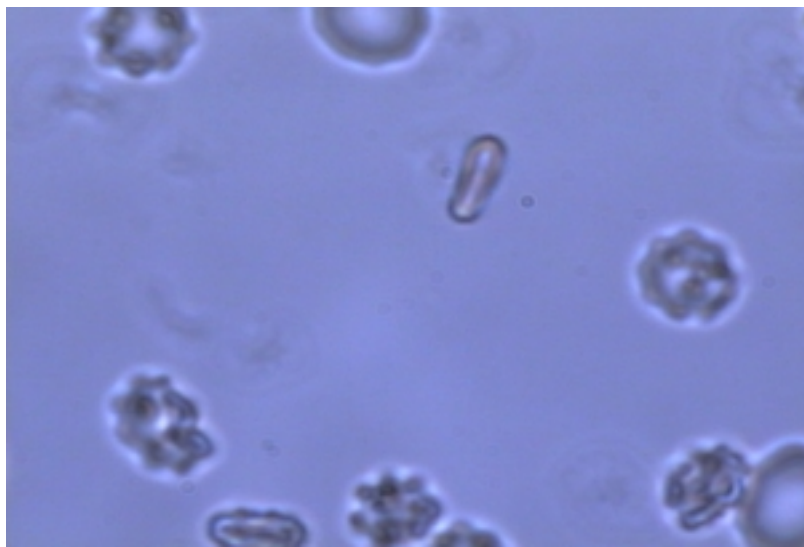


図 7.2.2 液体中で赤血球を捕捉し，四角パターンに沿って移動させた．

(a) (b) (c) (d)の順番に操作

このように，赤血球を傷つけることなく，移動させることが可能であるため，レーザーマニピュレーションは医療の分野でも注目されている技術である．

第 8 章 駆動機構を持ったマイクロ構造物の作製と操作

本研究で開発した , マイクロ光造形装置 , レーザーマニピュレーション装置を用いて , マイクロ構造物进行操作することを目的とし , 実験を行った . 図 8.1 に作製したマイクロ構造物の設計図を示す . また , マイクロ構造物を作製している様子を図 8.2 , 8.3 , 8.4 , 8.5 , 8.6 , 8.7 , 8.8 , 8.9 , に示す .

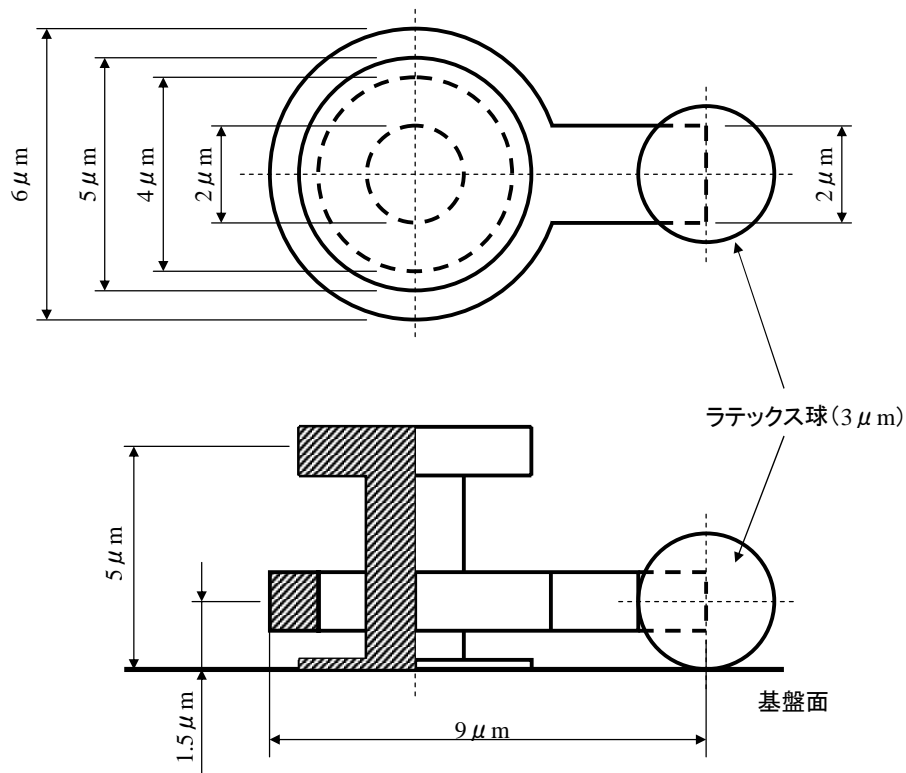


図 8.1 駆動機構を持ったマイクロ構造物の設計図

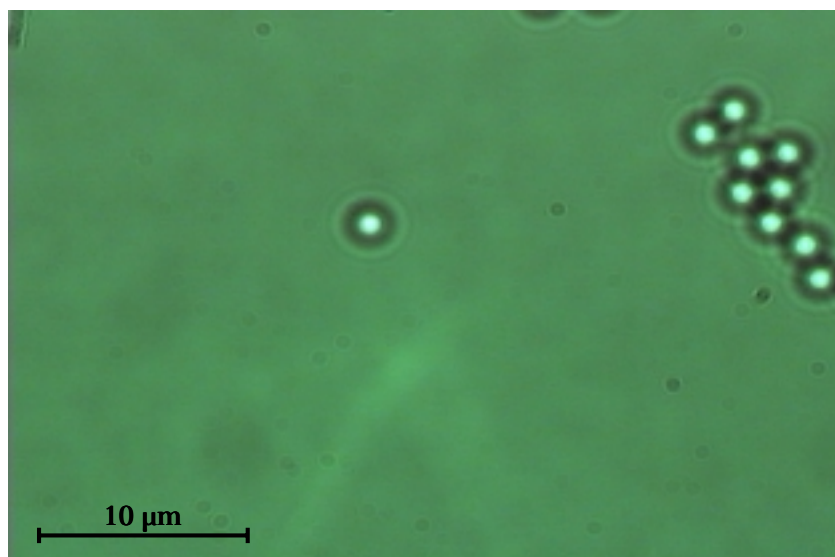


図 8.2 光硬化性樹脂中で浮遊している球径 3 μm のラテックス球をレーザーマニピュレーションで捕捉する前の様子．
光学顕微鏡で観察．倍率: 100 倍

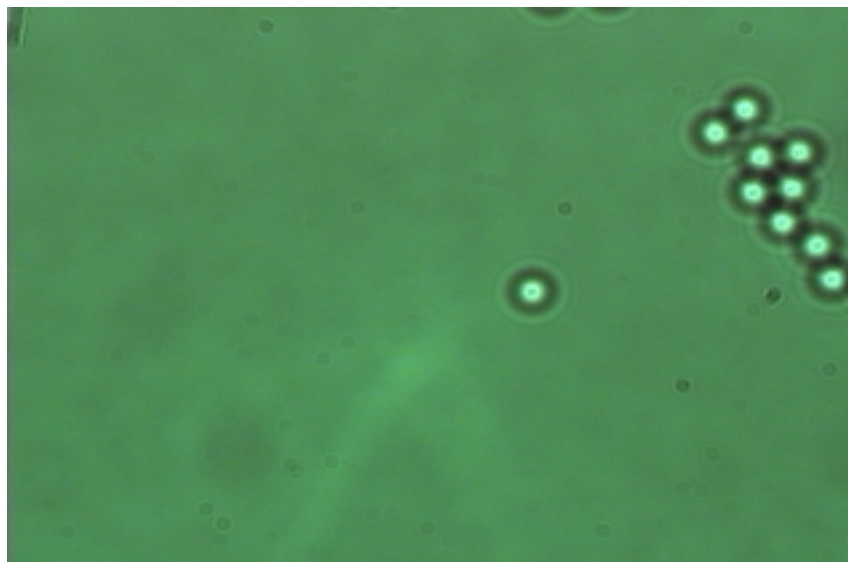


図 8.3 光硬化性樹脂中で浮遊している球径 3 μm のラテックス球をレーザーマニピュレーションで捕捉し，移動させた後の様子．
光学顕微鏡で観察．倍率: 100 倍

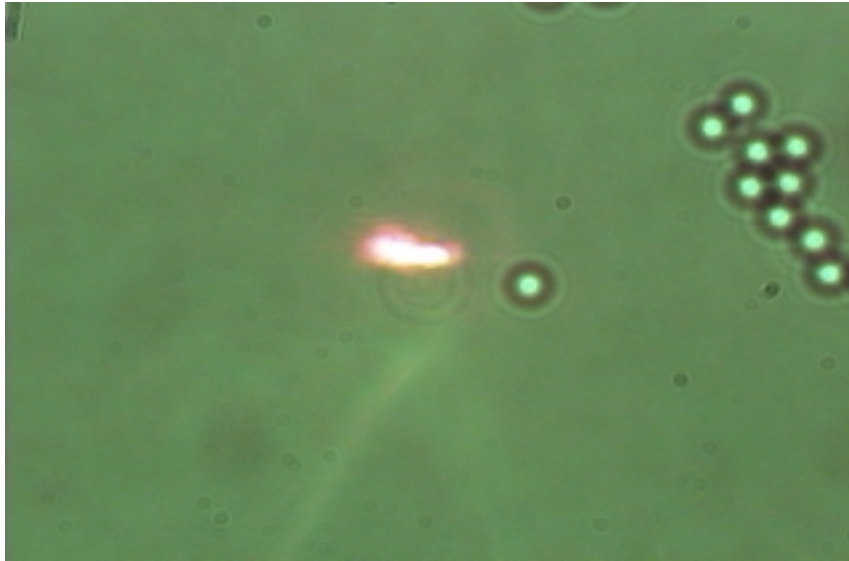


図 8.4 基盤面上に直径 5 μm の構造物を作製している様子 .
倍率: 100 倍

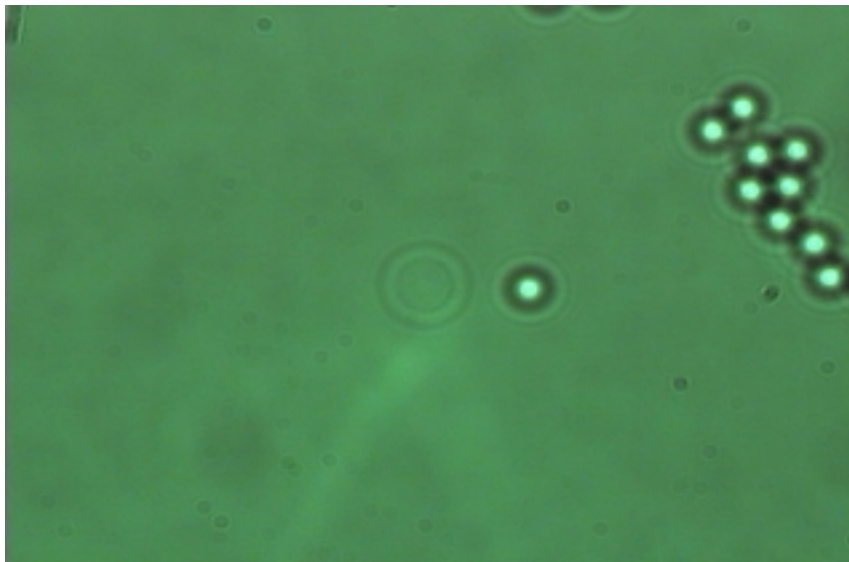


図 8.5 基盤面上に直径 5 μm の構造物を作製した後の様子 .
倍率: 100 倍

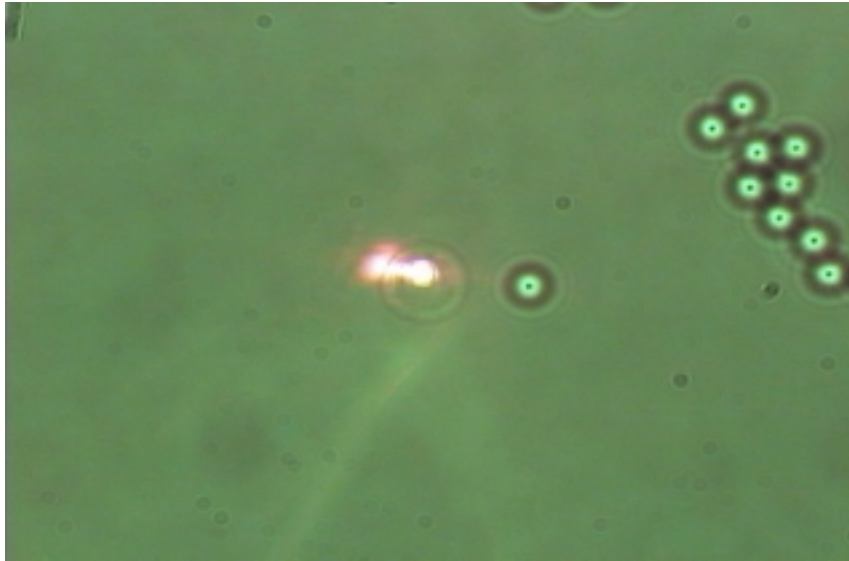


図 8.6 直径 5 μm の構造物の上に直径 2 μm の構造物を作製している様子 .
倍率: 100 倍

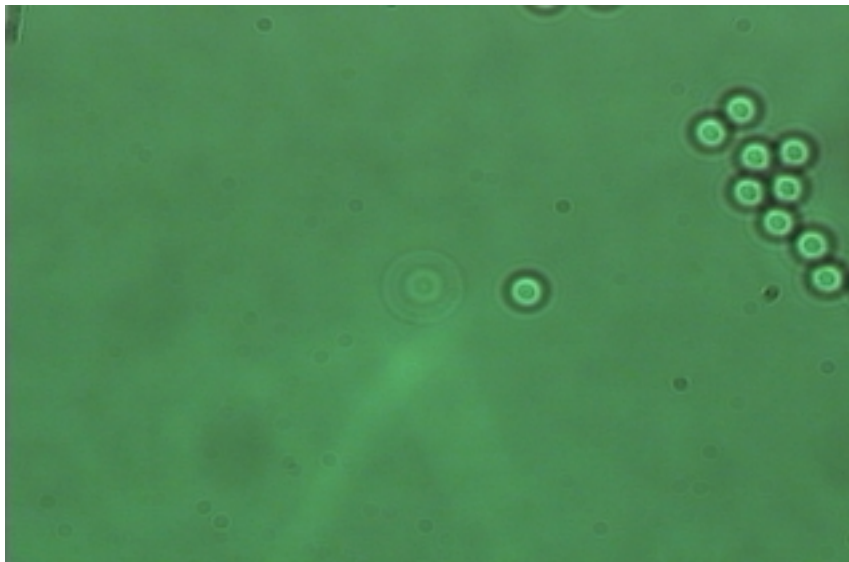


図 8.7 直径 5 μm の構造物の上に直径 2 μm の構造物を作製した様子 .
倍率: 100 倍

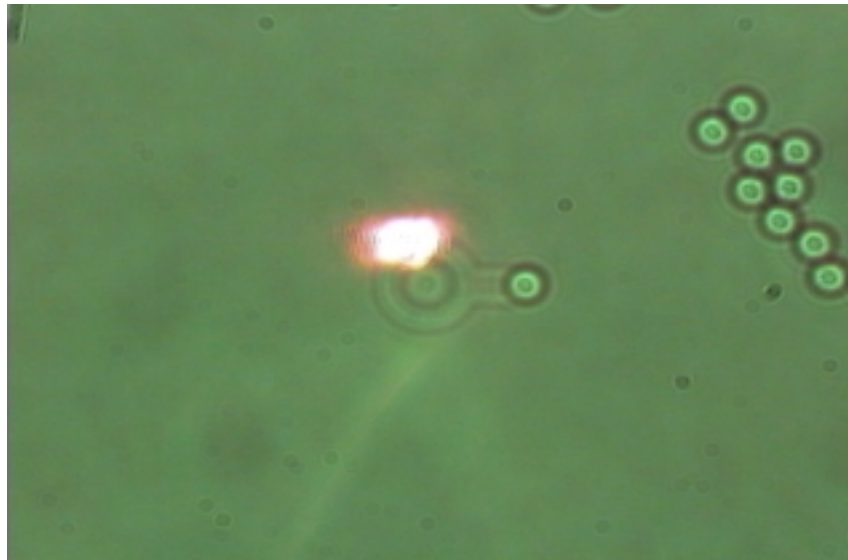


図 8.8 基盤面上から $1.5 \mu\text{m}$ 上の位置に、回転する構造物を作製している様子。
倍率: 100 倍

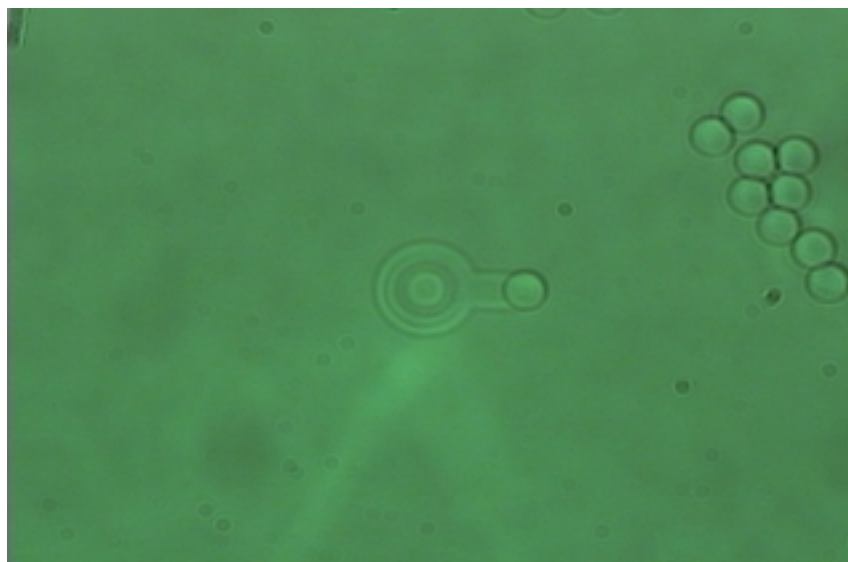
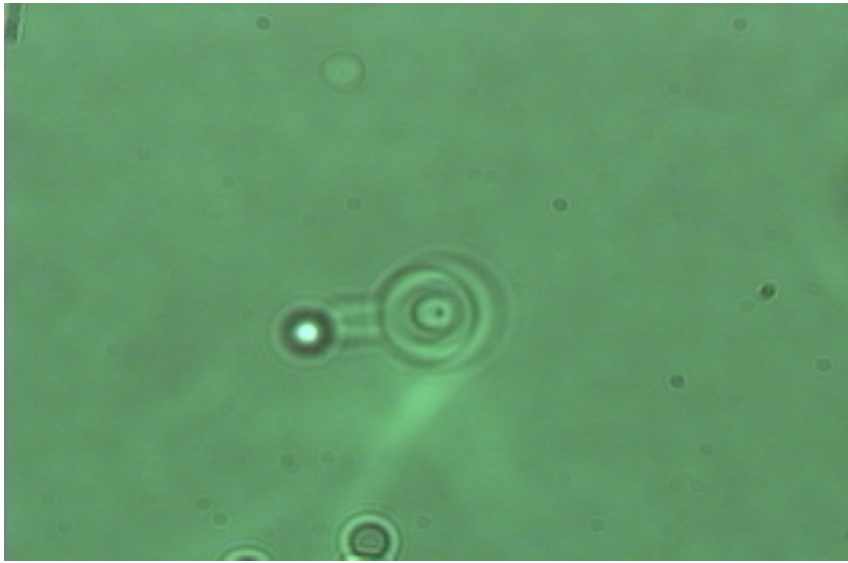


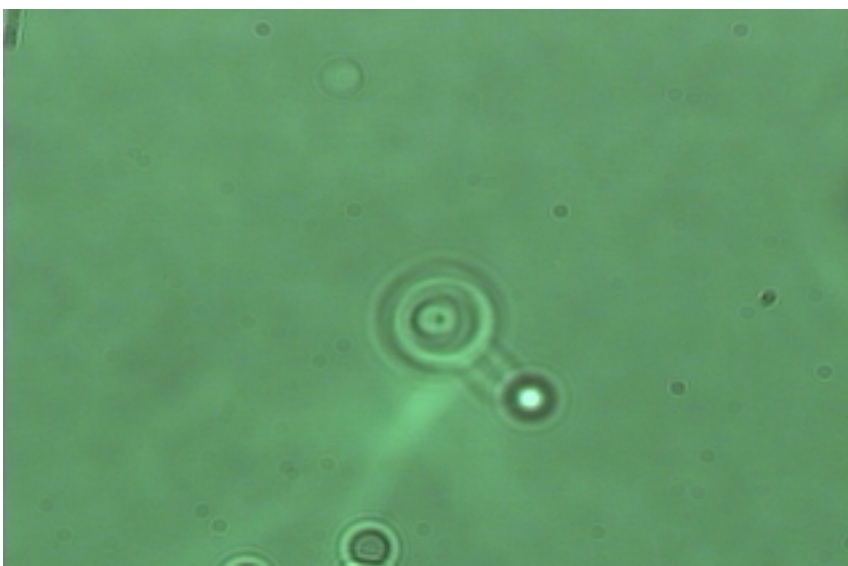
図 8.9 基盤面上から $1.5 \mu\text{m}$ 上の位置に、回転する構造物を作製した様子。
倍率: 100 倍

以上のようにマイクロ構造物を作製し、レーザーマニピュレーションによって駆動させた。駆動させている様子を図 8.10 に示す。

(a)



(b)



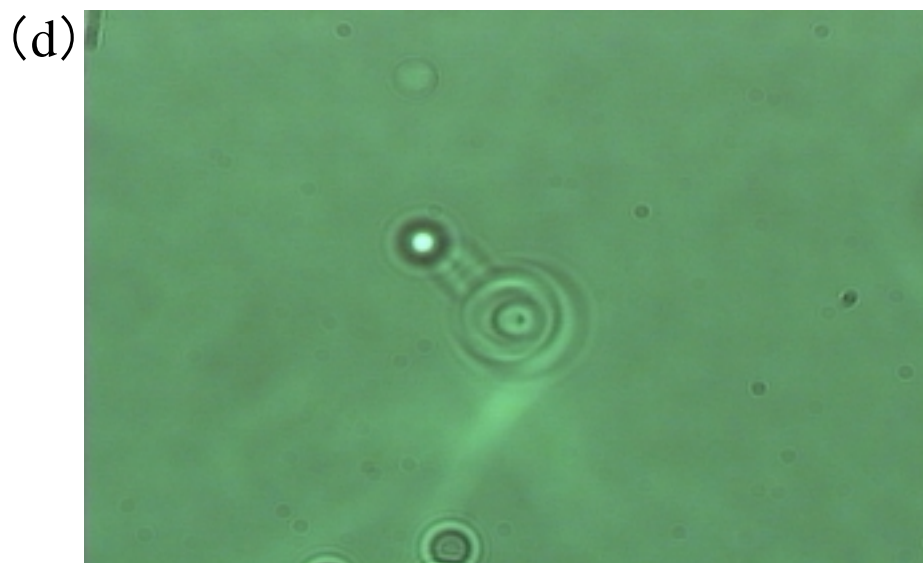
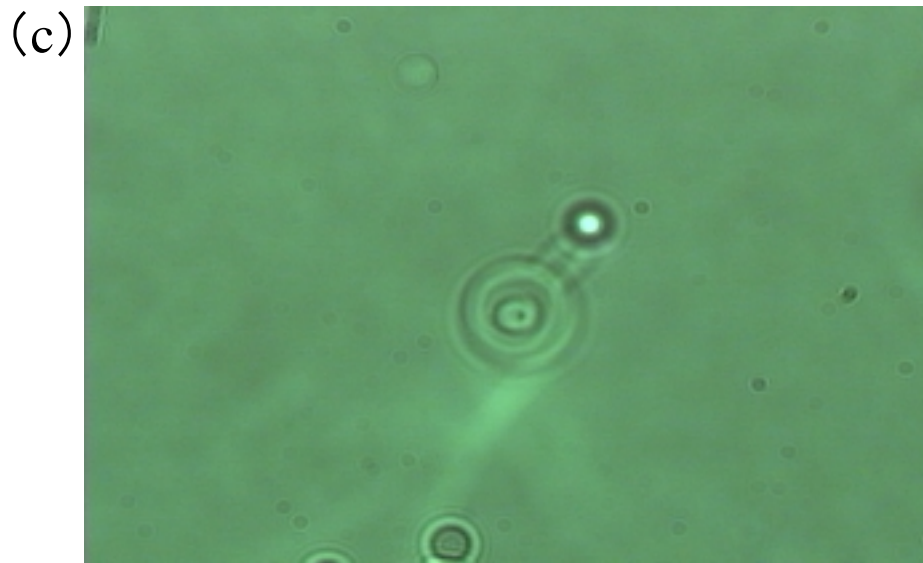
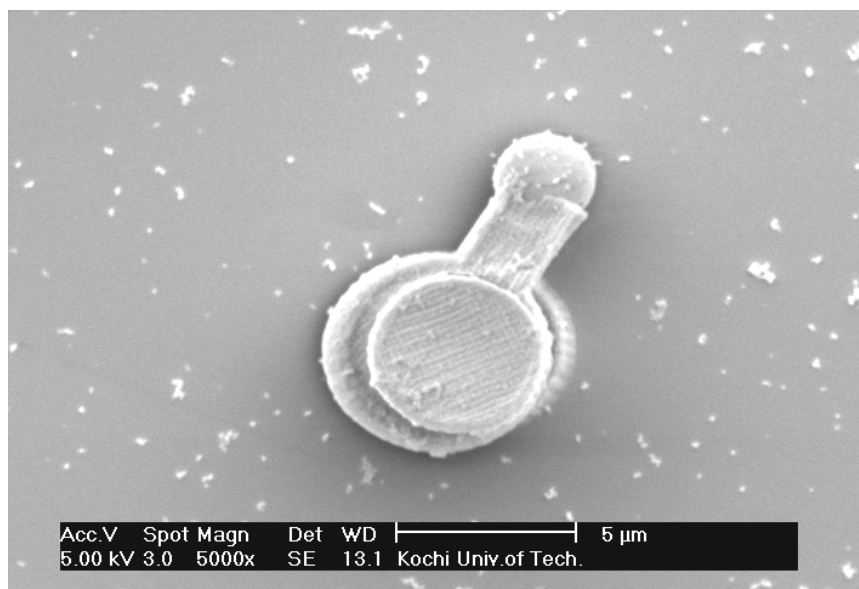


図 8.10 基盤面上から $1.5 \mu\text{m}$ 上の位置に、作製した構造物を回転させた。
倍率: 100 倍

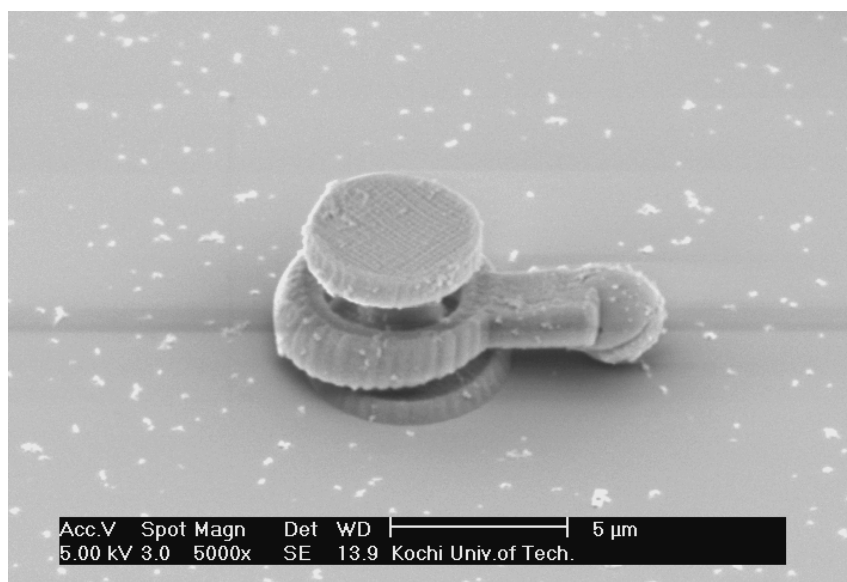
レーザーマニピュレーションで球径 $3 \mu\text{m}$ のラテックス球を捕捉し、レーザーを円に走査することによってマイクロ構造物を円運動させた。

マイクロ構造物を洗浄し，SEMで観察した様子を図 8.11 に示す．

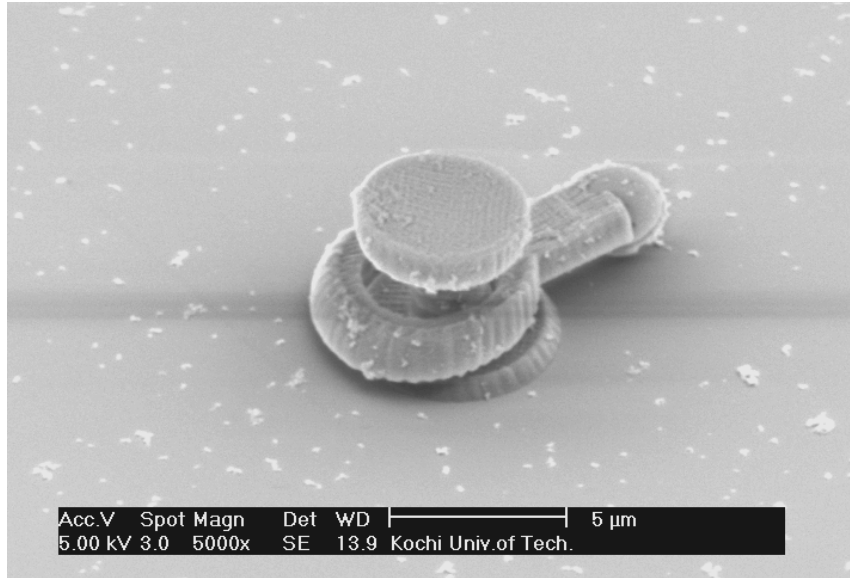
(a)



(b)



(c)



(d)

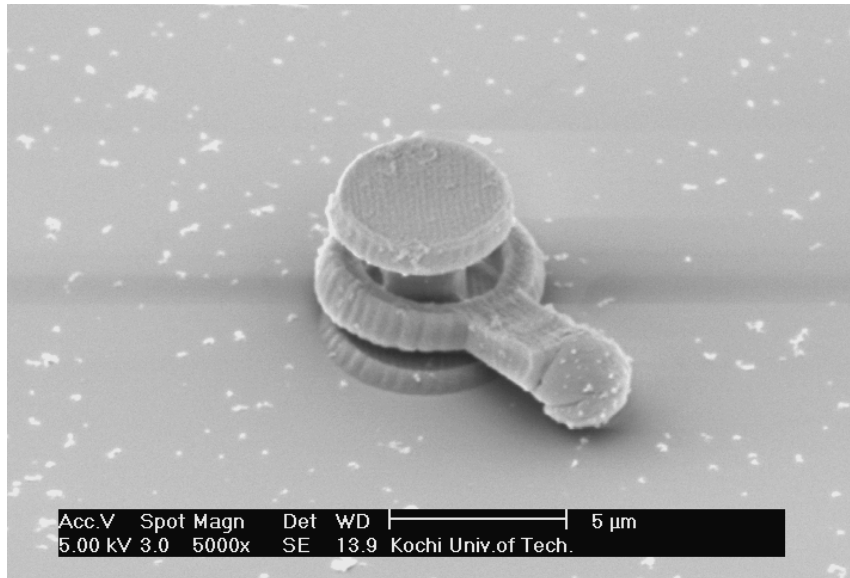


図 8.17 基盤面上から 1.5 μm 上の位置に作製した，回転する構造物
倍率: 100 倍

第9章 結言

本研究では、マイクロマシンを製作するための基盤技術であるマイクロ光造形を用いてマイクロ構造物を製作し、レーザーマニピュレーションによって駆動させる技術を開発した。

第2章では、マイクロ光造形法の1光子吸収過程を利用した造形法と2光子吸収過程を利用した造形法を比較し、2光子吸収過程の優位性を示した。第3章では、マイクロ光造形装置の開発を行い、装置を完成させた。第4章では、第3章で開発した装置を用いて、レーザーパワーと硬化線幅、硬化厚みの関係についての測定を行い、レーザーパワー5 mWのときに最小加工分解能が得られ、そのときの硬化線幅は190 nm、硬化厚みは230 nmであることを示した。収縮現象については、「造形(5回走査) 加温(5時間) 洗浄」という最適加工条件で加工すると、収縮率を24%から6%まで低減させることが可能となることを示した。第5章では、レーザーマニピュレーションについて検討した。第6章では、レーザーマニピュレーション装置の開発を行い、完成させた。第7章では、第6章で開発した装置を用いて球形微粒子を空気中・液体中で捕捉し、自在に操作できることが可能であることを示した。第9章では、マイクロ光造形装置で作製したマイクロ構造物を、レーザーマニピュレーション装置によって駆動させることが可能なことを示した。

今後の課題は、3光子吸収過程、4光子吸収過程を利用したマイクロ光造形法の開発や、CADデータをパソコンに入力することで、自動でマイクロ構造物を作るシステムを開発することである。

付録 1

光硬化性樹脂

一般に、光エネルギーによって物理的、化学的变化をする樹脂を、感光性樹脂と呼んでいるが、その中でも光の作用で液体から固体へと短時間で変化する樹脂を光硬化性樹脂と呼ぶ¹⁵⁾。

光硬化性樹脂とは一般に、モノマー、オリゴマー、光重合開始剤、各種添加剤で構成された組成物である。モノマー、オリゴマーは重合して大きな分子となり、プラスチックを形成する有機材料である。ただし、モノマーやオリゴマーは簡単には重合反応を起こさないため、光重合開始剤を配合することで、重合反応を開始させる。光硬化性樹脂が液体から固体へと硬化する概念を簡単に表すと、図 2.3.1 のようになる。

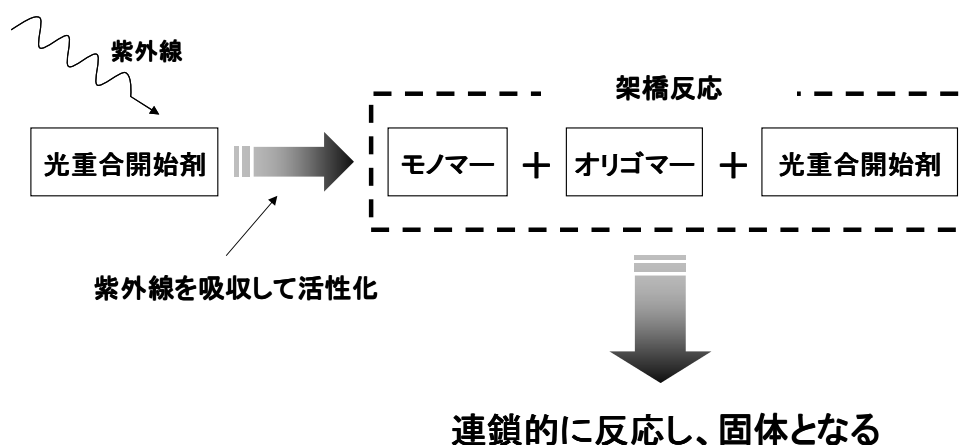


図 2.3.1 光硬化性樹脂が硬化する概念

光硬化性樹脂に紫外光があたると、光重合開始剤が紫外光のエネルギーを吸収して活性化し、ラジカル重合・カチオン重合などにより、ラジカル分子・カチオン分子・水素イオンなど、反応を開始する物質が生成される。これらの分子はオリゴマーやモノマー分子に作用し、3 次元的な重合や架橋反応を起こす。この反応により一定以上の大きさの分子になると、光照射した部分が液体状態から固体状態に変化する。

光硬化技術では、光エネルギーを使用するため、以下のような特徴がある。

- (1) 短時間の光照射で硬化させることができるため、生産性が高い
- (2) 低温で硬化させることが可能なため、熱に弱い基材にも適用できる。
- (3) 環境汚染などの問題が少ない。
- (4) 用途に応じた優れた硬化特性が得られる。
- (5) エネルギー効率が高いため、省エネルギーである。

光硬化性樹脂はマイクロ光造形システムのキーコンポーネントであるため、高速化、高精度化、高機能化が求められている。

筆者らは、株式会社ディーメック社製のエポキシ系樹脂である SCR-701 を用いた。この樹脂の吸収スペクトルを図 2.3.2 に示す。

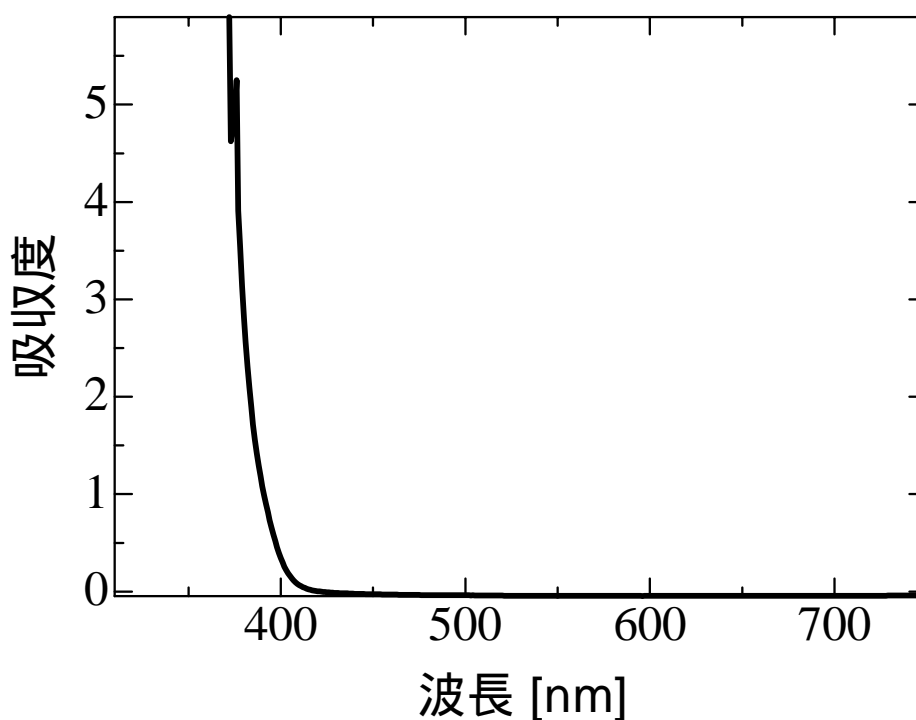


図 2.3.2 光硬化性樹脂の吸収スペクトル

グラフから、本研究で用いた近赤外フェムト秒レーザーの波長である 710 nm 付近では吸収がないのに対し、350 nm 付近では吸収率がよいことがわかる。このことから、焦点付近の 2 光子吸収が起こっている付近でのみ樹脂を硬化させることが可能であるといえる。

参考文献

- (1) S. Maruo, O. Nakamura and S. Kawata, Opt. Lett. **22** (1997) 132-134 .
- (2) S. Maruo and S. Kawata, IEEE J. MEMS, **7** (1998) 411-415
- (3) T. Tanaka and S. Kawata, Proc. SPIE, **3937** (2000) 86-92.
- (4) S. Maruo and K. Ikuta, Proc. of SPIE **3937** (2000) 106-112.
- (5) T. Tanaka, K. Takada and S. Kawata, Appl. Phys. Lett., **79**, (2001) 1411-1413.
- (6) A. Ashkin, J. M. Dziedzic, J. E. Bjorkholm, and S. Chu, Opt. Lett., **11** (1986) 228-230.
- (7) A. Ashkin, J. M. Dziedzic and T. Yamane, Nature, **330** (1987) 769-771.
- (8) K. Ikuta and K. Hirowatari, Proc. of MEMS., **93** (1993) 42-47.
- (9) 特集二光子科学 (2) , O plus E, **20** (1998) 1044-1049
- (10) 特集二光子科学 (1) , O plus E, **20** (1998) 914-920.
- (11) 光学, 30 卷, 4 号, (2001)
- (12) S. Kawata and Y. Kawata, Chem. Rev., **100** (2000) 1777-1788
- (13) S. Kawata, Proc. IEEE, **87** (1999) 2009-2020
- (14) 物理学辞典編集委員会：物理学辞典 縮刷版 (倍風館, 2001).
- (15) 丸谷洋二, 大川和夫, 早野誠治, 斉藤直一郎, 中井孝：光造形法 - レーザーによる 3 次元プロッタ - (日刊工業新聞社, 1990) 第 3 章, 31-59.
- (16) K. Sasaki, M. Koshioka, H. Misawa and H. Masuhara, Appl. Phys. Lett. **60** (1992) 807-809.
- (17) H. Misawa, K. Sasaki, M. Koshioka, N. Kitamura and H. Masuhara, Appl. Phys. Lett., **28** (1992) 310-312.
- (18) K. Sasaki, M. Koshioka, H. Misawa, N. Kitamura and H. Masuhara, Opt. Lett. **16** (1991) 1463.-1465.

謝辞

本研究を進めるにあたり，終始丁寧な御指示，御指導を賜りました指導教員の木村正廣教授（現高知工科大学知能機械システム工学科教授）に心から感謝致します．また，戸名正英氏（現高知工科大学知能機械システム工学科実験講師）に貴重な助言と御指導をいただきました．深く感謝しております．

SEM 観察において，知能精密工学研究室の河田耕一教授（現高知工科大学知能機械システム工学科教授），山岡正和氏（現高知工科大学大学院基盤工学専攻知能機械システムコース2回生）に，さらに，レーザー顕微鏡観察において，材料強度学研究室の楠川量啓助教授（現高知工科大学知能機械システム工学科助教授）にご協力を得ました．深く感謝の意を表し，お礼の言葉とさせていただきます．

また，ディーメック社からは，本研究で使用した光硬化性樹脂を提供していただきました．ありがとうございました．

実験に参加して頂いた，学部生の交久瀬大五氏をはじめ，研究のサポートをして頂いた光物性工学研究室の研究生の皆さん，ご協力ありがとうございました．