

氏名	古本 達明
学位の種類	博士(工学)
学位記番号	博甲第778号
学位授与の日付	平成18年3月22日
学位授与の要件	課程博士(学位規則第4条第1項)
学位授与の題目	YAGレーザーによる硬脆材料の加工とその応用に関する研究
論文審査委員(主査)	上田 隆司(自然科学研究科・教授)
論文審査委員(副査)	細川 晃(自然科学研究科・教授), 平尾 政利(自然科学研究科・教授), 木村 繁男(自然計測応用研究センター・教授), 門前 亮一(自然科学研究科・教授)

### Abstract:

In this paper, two advanced processing of a hard and fragile materials with Nd:YAG laser beam are described. One is about the application to the laser processing of a super abrasive stones. As work materials, cBN stones and diamond stones with grain size from #220 to #2000 are used. The cutting characteristics of a super abrasive stone and drilling characteristics of a mounted wheel with Nd:YAG laser beam are studied. The influence of the heat on the stone surface processed by laser beam is investigated.

Another is about the application to the tip processing of an optical fiber for advanced dental treatment. The processing characteristics at the tip of the optical fiber are investigated when  $TiO_2$  powder with grain size from 0.05 to 50  $\mu m$  are used. An experimental instrument is developed to measure the laser energy of the straight beam and side beam radiated from the  $TiO_2$ -processed optical fiber (TP fiber), and the irradiation characteristics of the TP fiber are investigated in detail. Furthermore, on the cavity made in the enamel and dentin, the volume and maximum depth are measured by a 3D profiling system, and compared with TP fiber and non-processed optical fiber.

## 1. 緒言

本研究では、医学・工学それぞれの分野において、Nd:YAG レーザを用いた硬脆材料の加工技術を確立することを目的としている。硬脆材料として広く普及しているセラミックス系材料は、20年ほど前から工業用材料として注目を集めており、加工方法として、切削加工、研削加工、放電加工など様々な手法が提案されている。しかしながら、現在でも加工能率や加工条件などにおいて難加工性の状況はほとんど解消されておらず、このような硬脆材料に対するレーザー加工の適用は、レーザーの特長を最大限に活かせる分野であるといえる。

本論文では、大別して二つの加工アプリケーションについて述べる。一つは、硬脆材料であるビットリファイド超砥粒砥石の生産性向上を目的として、スティック砥石のレーザー切断および軸付き砥石のレーザー穴開け加工の提案である。もう一つは、レーザーによる歯科治療の高度化を目的として、レーザー伝送用として用いられる石英光ファイバ先端のレーザー加工を提案する。そして、エナメル質や象牙質と呼ばれる歯質に窩洞形成を行って加工したファイバを評価し、それらの実用化に向けて検討を行った内容について述べる。

## 2. 超砥粒砥石のレーザー切断加工

シリンダ内面やベアリングレース面のホーニングや超仕上げに用いられる超砥粒スティック砥石は、ダイヤモンドブレードを用いた切り出し加工によって製造されている。しかしながら、加工能

率の低さやダイヤモンドブレードの摩耗、切断中のチップングや割れが問題とされ、また、切断ブレードの厚みに起因する歩留まりの低さが検討すべき課題とされている。そこで本研究では、ブレード切断に代わる新しい方法としてレーザー切断の提案を行った

本実験に用いたのは、スラブ型パルス Nd:YAG レーザ加工機であり、発振波長は $\lambda=1064\text{nm}$ である。また、レーザーの発振媒体は、ロッド型ではなくスラブ型を採用している。実験に用いた試料は、表1に示すように cBN 砥石とダイヤモンド砥石の2種類である。ガラスが主成分のビトリファイドを結合材として、厚みが3.0mmで常圧焼結したものを用了。レーザー光は、アルミナの表面を焦点位置としながら照射して、表2に示すようにレーザー光の照射条件を変えながら実験した。なお、レーザー照射時は、アシストガスとして0.9MPaの高圧エアを同軸上に噴射して実験を行った。

パルス周波数を変えてレーザー切断実験した砥石断面を SEM 観察した結果を図1に示す。

レーザー照射部の中心付近が除去されて溝が形成され、パルス周波数が増えるにつれてその深さは増し、周波数が160Hzに達すると溝が裏面まで貫通している。その幅  $W_m$  は、最も広いところでも  $W_m=0.2\text{mm}$  であり、一般的なダイヤモンドブレード( $t=0.5\text{mm}$ )と比較して1/2以下の幅で切断できる。また、レーザー切断面表面には、レーザー照射による熱で溶融しアシストガスによって吹き飛ばされずに残存した付着物が存在する。一方、レーザー切断幅は、砥石表面から裏面にいくにつれて広がっている。これは、レーザー光の焦点深度に比べて砥石が厚く、表面に集光したレーザー光が裏面でデフォーカス状態となりスポット径が大きくなるためである。

レーザー切断面表層の再凝固層の組成を調べるため、EPMAを用いてブレード切断した砥石表面とレーザー切断面表面とで元素分析を行って両者を比較した。図2(a)は、ブレード切断した砥石表面のEPMAスペクトルである。砥粒成分である窒素と結合材の成分である酸素に対応するピークがそれぞれ存在する。これに対して、図2(b)に示すレーザー切断面のEPMAスペクトルでは、窒素のピークが確認されず、酸素のピークが大きい。したがって、レーザー切断面の再凝固層は、レーザー照射によって生じた熱によって照射部近傍が加熱されて cBN 砥粒が酸化した熱変質部と考えられる。

表1 実験に用いた超砥粒砥石

砥粒	cBN, ダイヤモンド
粒度	#2000
集中度	130
結合材	ビトリファイド
気孔率	58%
板厚	3.0 mm

表2 実験条件

発振条件	ピーク出力 P	2.5~6.8 kW
	パルス周波数 f	5~80 Hz
	パルス幅 $\tau$	0.2~1.0 ms
テーブル送り速度	F	1~10 mm/min
アシストガス		高圧Air(0.9 MPa)
加工ノズル口径		1.0 mm

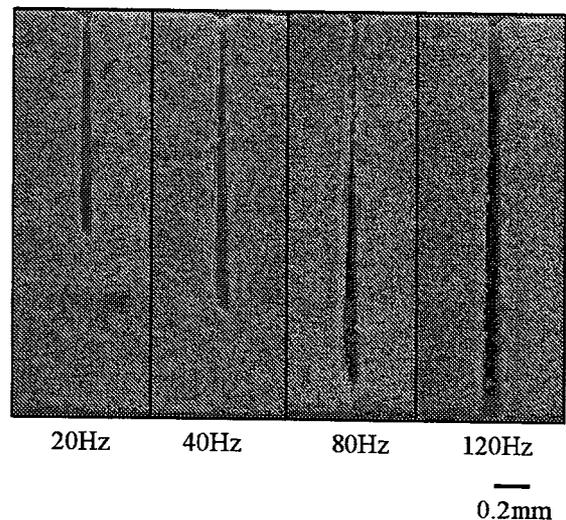
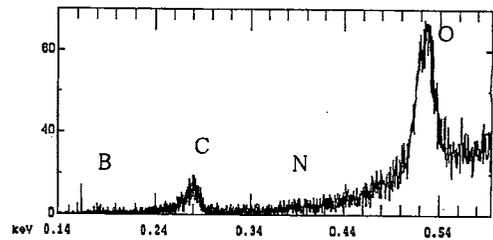


図1 加工条件の違いによる砥石の切断面 ( $P=2.5\text{kW}$ ,  $\tau=0.2\text{ms}$ ,  $F=1\text{mm/s}$ )

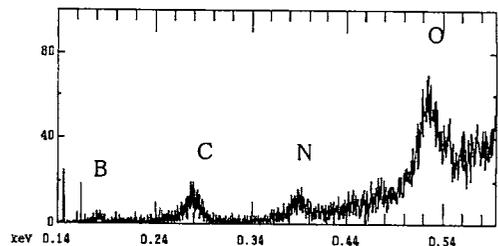
レーザー切断面の結晶構造を調べるため、フーリエ変換赤外分光分析装置を用いてブレード切断した砥石表面とレーザー切断面表面とで分析を行って両者を比較した。分析結果を図3に示す。吸収スペクトルを比較した場合、 $1/\lambda=1080\text{cm}^{-1}$ に位置するピークはどちらにも確認できるが、 $1/\lambda=1390\text{cm}^{-1}$ に位置するピークはレーザー切断面に対応する吸収スペクトルのみで見られる。 $1/\lambda=1080\text{cm}^{-1}$ に見られるピークは立方晶のcBN結合に対応して、 $1/\lambda=1390\text{cm}^{-1}$ に見られるピークは六方晶のhBN結合に対応することが知られており、レーザー切断面には素材にないhBNが存在している。これは、レーザーの熱により砥石を構成するcBN結晶粒の一部が、hBN結晶粒へ構造が変化したものと考えられる。

これらの結果から、超砥粒砥石のレーザー切断面には、レーザー照射で生じた熱の影響を受けて、砥粒が酸化したり結晶構造が変化したりして、砥石としての性能が低下した層が存在していることが分かった。また、切断面表層にはcBN砥粒の露出が確認できないことから、レーザー切断面を砥石面として利用するためには、ドレッシング等の後加工が必要であるといえる。

熔融幅形成に及ぼすレーザー照射条件の影響を考慮するため、レーザー照射条件における時間パラメータを変化させて切断実験を行い、熔融幅が最も広がる砥石裏側で測定した結果を図4に示す。熔融幅は、単位長さあたりの照射回数が $N=120$ 回するとき、cBN砥石が $W_m=200\mu\text{m}$ 、ダイヤモンド砥石が $W_m=140\mu\text{m}$ であり、共に単位長さあたりの照射回数が $N=1000$ 回程度までは熔融幅にあまり変化がみられない。これは、レーザーが照射されて次のレーザー光が照射されるまでのパルス間に砥石表面の温度が常温付近まで戻るためと考えられる。また、 $N=1000$ 回を越えると熔融幅は少しずつ広がる傾向を示しているが、その影響は小さい。一方、砥粒の違いにおける変化を見てみると、ダイヤモ



(a) ブレード切断



(b) レーザ切断

図2 各種切断面の EPMA 分析結果

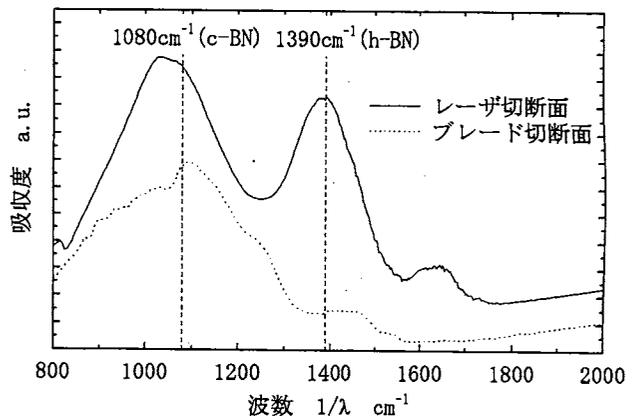


図3 FT-IR 分析結果

ンド砥石の方が全般的に溶融幅は狭くなっている。これはcBN 砥粒とダイヤモンド砥粒の熱伝導率の違いによるものと考えられる。

図4に見るように、単位長さあたりの照射回数がcBN 砥石の場合  $N=120$  回未満、ダイヤモンド砥石の場合  $N=80$  回未満では切断することができなかった。したがって、パルス周波数を大きくすることができれば単位長さあたりの照射回数が増え、これと共に切断速度を速くすることが可能となる。そこで、溶融幅に変化が見られない領域でパルス周波数を大きくして、切断速度が最大になる条件を求めた。比較したダイヤモンドブレードは、cBN 砥石切断のときは厚みが  $t=0.5\text{mm}$ 、ダイヤモンド砥石切断のときは厚みが  $t=0.8\text{mm}$  のものを用いた。各切断における最大速度を比較した結果を表3に示す。その結果、cBN 砥石の場合  $F=160\text{mm/min}$ 、ダイヤモンド砥石の場合  $F=240\text{mm/min}$  の速度で切断が可能であることが分かり、これはブレード切断と比較してcBN 砥石の場合2.7倍、ダイヤモンド砥石の場合24倍速くなることが分かった。

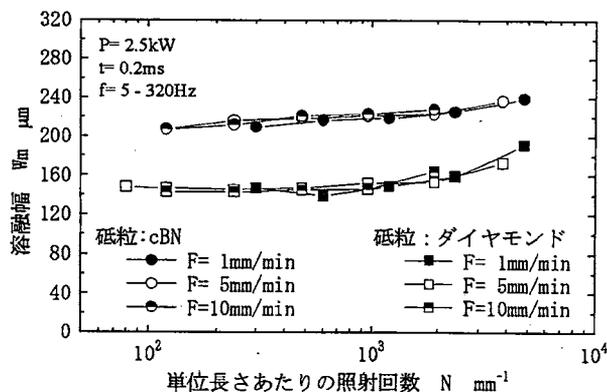


図4 照射回数の違いによる溶融幅の変化

表3 切断手法の違いによる切断速度の比較

	単位: mm/min	
	ブレード切断	レーザー切断
cBN砥石	60( $t=0.5\text{mm}$ )	160
ダイヤモンド砥石	10( $t=0.8\text{mm}$ )	240

### 3. 歯科治療用光ファイバの先端加工

Goldman らによるレーザー歯科治療の基礎研究から40年が経過し、Nd:YAG や Er:YAG をはじめとする各種レーザーは、齲蝕予防のみならず歯肉切除やメラニン色素除去など様々な臨床で利用されている。中でも波長が $\lambda=1064\text{nm}$ のNd:YAG レーザは、石英光ファイバを用いてレーザー光を伝送することができ、レーザー光の取り扱いが簡便なため、臨床応用に対する期待が大きい。近年は、Nd:YAG レーザ光をより安全に使用するため、また、その利便性を向上させて各治療行為をより効果的に行うため、光ファイバの先端を加工して直進光を減衰させ、先端から360度全方位へ照射可能なファイバを用いた治療法が注目されている。そこで本研究では、杉原らが提案した酸化チタン粉末によるファイバ先端の加工について、臨床目的に応じた先端形状やレーザー光の出力特性を得ることを目的としている。ファイバ先端の加工条件と出力特性の関係を調べるため、ファイバ先端からの直進光や側面光の測定方法を提案し、同方法を用いてレーザー光の出力測定を行い、臨床目的に応じたファイバ先端形状を得るための加工条件について調べている。

ファイバ先端を加工するレーザーは、歯科治療に用いられるレーザー治療器である。同治療器は、表4に示すようにパルス型Nd:YAG レーザを搭載している。一般的な治療器と異なり、パルス幅が $\tau=50\mu\text{s}$  から $\tau=400\mu\text{s}$  まで可変で、各パルス幅に応じてレーザーエネルギーおよびピーク出力が設定可能である。発振されたレーザー光は、石英ファイバに入射させてファイバ内を伝送させ、伝送してきたレーザー光を用いてファイバ先端の加工を行う。

ファイバ先端の加工方法を図5に示す。まず初めに、前節で述べた粒径  $0.05\sim 50\mu\text{m}$  の  $\text{TiO}_2$  粉末を含む口腔内洗浄用乳液を、容器内で薄様紙に染み込ませて乾燥させ、ペレットを製作する。次に、乾燥させたペレットを容器から取り出し、加工する石英ファイバの先端をペレットに押し当てる。そして、押し当てた状態でレーザー照射を行うと、出力されたレーザー光がペレット内の  $\text{TiO}_2$  粉末に吸収されて加熱し、それらが蒸散するときの熱や衝撃力によってクラッドが除去される。クラッドが除去された先端部分はコアが露出しており、コアも  $\text{TiO}_2$  粉末が蒸散するときの熱や衝撃力によってその表面が荒らされる。このようにして、加工したファイバ先端では表面が荒らされたコア部が形成され、伝送してきたレーザー光が乱反射することで側面からのレーザー照射が可能となる。

表4 レーザ加工条件

レーザー種類	Nd:YAG laser	
波長	$\lambda$	1064 nm
ピーク出力	P	1 - 4 kW
照射エネルギー	E	100 - 800 mJ/pulse
パルス幅	$\tau$	50, 100, 200, 400 $\mu\text{s}$
パルス周波数	f	1 - 99 Hz
照射パルス数	n	10

図6は、加工したファイバ先端のレーザー光出力を模式的に示したものである。ファイバ先端部分のクラッドが蒸散してコア部表面が荒らされた結果、ファイバ先端では直進光と共に側面からの側面光が出力される。また伝送してきたレーザー光の一部は、加工した先端部分で吸収して熱に変換される。したがって、加工したファイバ先端からの出力は、直進光、側面光、熱変換エネルギーの3つに大別できると考えられる。本論文では、このようにして加工したファイバを TP ファイバと呼称することとし、ファイバ先端の加工条件を変えながら実験を行い、加工条件と加工した TP ファイバの特性について調べる。

ファイバ先端から出力される直進光の測定装置を図7に示す。ファイバ先端とフォトダイオードの受光面は、同軸上となるように固定されている。ファイバから出力されたレーザー光は、フォトダイオード受光面で受光して、変換回路内で電圧信号に変換されてオシロスコープに記録される。レーザー光直進成分の減衰率  $A_r$  は、まず TP 処理前における直進光の出力  $V_p$  を測定する。そして、TP 処理後の出力  $V_a$  を再測定してその比を取り、次式で表される。

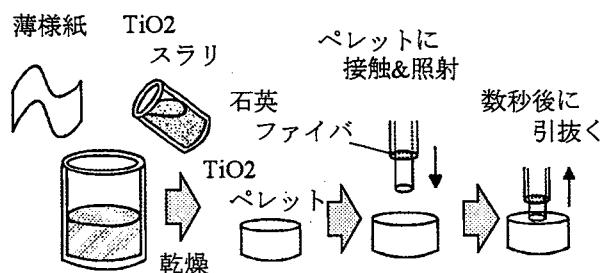


図5 ファイバ先端の加工方法

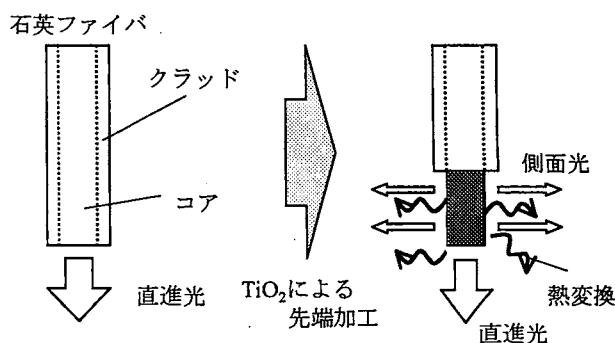


図6 加工後のファイバ先端の出力分布

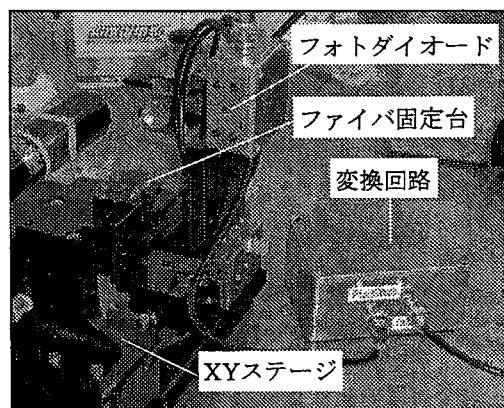


図7 TP ファイバ直進光測定装置

$$Ar = (Vp - Va) / Vp \times 100 \quad (4-2)$$

TP 処理前後の出力測定において、レーザ光の照射条件を一定( $E=600\text{mJ/pulse}$ ,  $\tau=400\mu\text{s}$ ,  $n=1$ )とすることで、TP 処理のみによるレーザ光直進成分の減衰率を算出できる。

図 8 は、TP 処理時間が 1 秒のときの、ファイバ先端からの直進光、側面光、熱変換エネルギーの分布を求めた結果である。図から、照射エネルギーが  $E=100\text{mJ/pulse}$  のとき、ファイバ先端から出力される直進光は全体の 85% であり、10% が加工した先端付近の側面から出力され、残りの 5% が熱に変換されることがわかる。また、照射エネルギーが上昇するにつれて次第に直進光が減少して、照射エネルギーが  $E=800\text{mJ/pulse}$  となると、70% が直進光として出力され、15% が側面光、残りの 15% が熱に変換されることがわかる。このように TP 処理条件の中で照射エネルギーに注目することによって、ファイバ先端のエネルギー分布を制御できることがわかった。一方、照射エネルギーの違いによる側面光の変化は小さいが、これはファイバ先端の加工時間を  $Tf=1$  秒で一定としたためであり、ファイバ先端の加工時間を変化させることにより側面からのレーザ光の割合も変化させることが可能であると考えられる。

これらの結果より、歯科臨床の現場において直進光を主体とした治療を行うのか、側面光を主体とした治療を行うのか、その治療の目的に応じた TP ファイバを得ることが可能となった。提案した TP 処理方法は新たな加工装置を必要とせず、また、 $\text{TiO}_2$  粉末も一般的に広く普及した口腔内洗浄液を用いているため、歯科医師にとっても容易に TP ファイバが得られ、今後のさらなる臨床応用の発展が期待できる。

#### 4. 結 言

本研究で得られた結果を以下に要約する。

レーザ切断による超砥粒砥石の生産性向上を目的として、超砥粒砥石の物性を調べてレーザによる加工性を考察すると共に、熱に弱いとされる超砥粒砥石をレーザ切断実験して、加工特性を評価した。その結果、超砥粒砥石の熱伝導率が小さく、切断面表層に形成される熱変質層によってレーザ光がほとんど吸収されるため、超砥粒砥石のレーザによる加工性が良いことが明らかとなった。また、レーザ切断による取り代はブレード切断のそれと比較して 1/2 以下であり、切断速度はブレード切断と比較して cBN 砥石が 2.7 倍、ダイヤモンド砥石が 24 倍速くなることがわかった。さらに、レーザ切断面表層の熱変質層は、砥粒の酸化や結晶構造の変化が生じて砥石としての性能が低下しているが、熱亀裂による超砥粒砥石の強度低下は無く、また熱変質層が砥石表面の気孔を塞ぐため、それらが砥石保護面として使用できるなどの特長を有しており、ブレード切断の代替加工としてレーザが十分適用可能であることを示した。

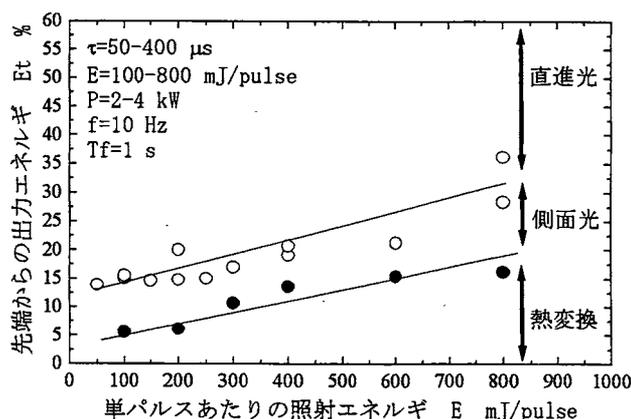


図 8 ファイバ先端のエネルギー分布

Nd:YAG レーザを用いた歯科の臨床応用のため、用途に応じたファイバ先端の形状や特性を得ることを目的として、石英光ファイバ先端を TiO<sub>2</sub> 粉末で加工する方法について提案すると共に、ファイバ先端から出力されるレーザー光の分布について調べた。その結果、TP 処理によってファイバ先端の加工性に大きく起因するのは加工時間と照射エネルギーであり、照射条件を変えることで先端からの直進光、側面光、熱変換エネルギーの分布を制御できることがわかった。したがって、ファイバ先端の TP 処理は、歯科臨床の用途に応じたファイバ先端形状を得るための有効な手法であることを示した。また、TP ファイバでヒトの抜去歯に窩洞形成を行った結果、未加工ファイバの窩洞より浅く、ファイバからの直進光を減衰させて歯質内部への透過を抑える効果があることがわかった。さらに、TP 処理による側面光によって、エナメル質表面の再凝固領域を広げ、TP ファイバによる齲蝕予防の治療が効果的に行えることがわかった。

## 学位論文審査結果の要旨

当該学位論文に関し、平成 18 年 1 月 31 日に第 1 回学位論文審査会を開催し、提出された学位論文及び関連資料について詳細に検討した。更に平成 18 年 2 月 6 日の口頭発表後、第 2 回審査委員会を開催し、慎重に協議した結果、以下の通り判定した。

本論文は、工学・医学それぞれの分野において、Nd:YAG レーザによる硬脆材料の加工技術を確立することを目的としている。ダイヤモンドや CBN といった超砥粒を用いた砥石はダイヤモンドブレードを使って切断されているが、生産性が極めて悪いことから、レーザーによる切断加工や穴あけ加工を提案している。ダイヤモンド砥石や CBN 砥石のレーザー切断面における熱変質層は極表面に限定され、砥石の性能には影響しないことを種々の分析方法を使って明らかにしている。また、Nd:YAG レーザを用いた歯科治療ではファイバ先端を酸化チタン粉末で処理（TP 処理）した光ファイバが用いられているが、その効果的な処理方法について検討している。TP 処理によって、歯科治療時の安全性に大きく影響するファイバ端面からのレーザー光や、齲蝕予防の治療に効果的であるファイバ側面からのレーザー光をコントロール出来ることを示している。以上のように、本論文は工学や医学の分野に対する貢献度が高く、また学術的価値が高いと評価でき、その内容は博士（工学）論文に値すると判定する。