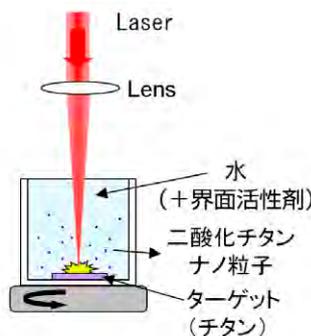
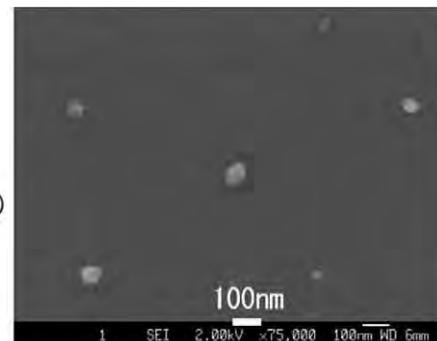


## CONTENTS

- 液相レーザーアブレーションによるナノ粒子生成
- 国際会議ASSP報告
- 【光と蔭】原発事故から旧弊一新へ
- 藤田雅之主席研究員が光産業技術振興協会創立30周年記念功労者表彰を受賞
- 古瀬裕章研究員が応用物理学会の講演奨励賞を受賞
- 主な学会等報告予定



【表紙絵1】レーザーアブレーション実験図



【表紙絵2】生成した二酸化チタン粒子のSEM画像

## 液相レーザーアブレーションによる ナノ粒子生成

### ■はじめに

液相レーザーアブレーションによるナノ粒子生成法は気相法に比べて真空系や冷却系等の装置を必要とせず、より簡便で低コストのナノ粒子作成手法であると考えられている。本稿では、水中でのレーザーアブレーションによる二酸化チタン( $\text{TiO}_2$ )ナノ粒子の生成について報告する。二酸化チタンナノ粒子は、次世代型太陽電池の一つとして実用化が近い色素増感型太陽電池の半導体材料や、環境浄化のための光触媒等に用いられており、今後より低コストでの供給が求められるナノ材料の一つである。また、現在当研究所では太陽励起レーザーの開発を進めているが、レーザー光の利用に関する研究にも取り組んでおり、本研究はその一つでもある。

### ■水中でのチタンのレーザーアブレーション

実験図を表紙絵1に示す。純水を満たしたガラスセル底面にチタン板を敷き、上部から集光したレーザー光を照射する。光源にはナノ秒パルスYAGレーザー(1,064nm、パルス時間幅 $\sim 8\text{ns}$ 、10Hz、1W)を用いた。光照射を受け高温状態となったチタンは瞬時に蒸発し、周囲の水分子と反応して二酸化チタンとなると考えられる。実際にレーザー照射を行うと、アブレートされたチタンの微粒子化によりセル内の水は白色に懸濁する。これらを回収、乾燥した生成物について動的光散乱、電子顕微鏡およびエネルギー分散型X線分析(EDS)等の各測定を行い、その物性について評価した。図1に動的光散乱法による粒径分布測定の結果を示す。中心粒子径は約70nmで、また電子顕微鏡(SEM)におい

### レーザーバイオ化学研究チーム 谷口誠治

でも同様の大きさの粒子(表紙絵2)が観測され、水中でのレーザー照射によりチタンのナノ粒子化が確認された。EDSによる組成分析ではチタンと酸素の化学量論的組成比(mol比)はほぼ1:2であり、二酸化チタン( $\text{TiO}_2$ )が主に生成することが分かった。一方で、mol比の小さい(1:1.45)ものも観測されており、二酸化チタンの他にも低次の酸化チタン( $\text{Ti}_n\text{O}_{2n-1}$  ( $n=1\sim 10$ ))が混在するものと考えられる。また一方で生成ナノ粒子の粒径分布は約30nm $\sim$ 300nmと比較的広く、これは生成したナノ粒子が水中で凝集し、2次的な粒子を形成するためであると考えられる。

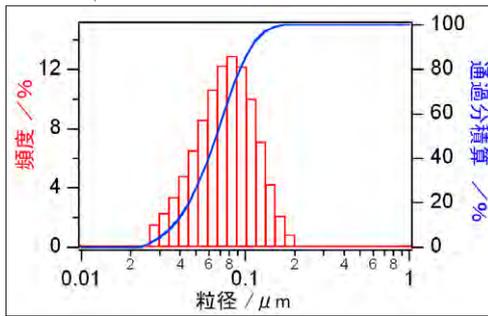
### ■界面活性剤の効果

通常太陽電池等には反応表面積の大きな粒径30nm以下のナノ粒子が用いられる。より粒径の小さなナノ粒子を得るため、凝集を抑える働きを持つ界面活性剤(ドデシル硫酸ナトリウム)を水に添加(10mM)してレーザー照射を行ったところ、生成粒子の平均粒径は13nm(図2・3)と小粒径のナノ粒子を生成させることができた。しかし一方でこの条件ではナノ粒子の分離のため、遠心分離および洗浄といった新たな処理を要することとなる。また、生成粒子の透過型電子顕微鏡(TEM)および電子線回折測定を行ったところ、生成ナノ粒子の結晶構造はルチル型が主であり、また非晶質のものも混在していることが分かった。

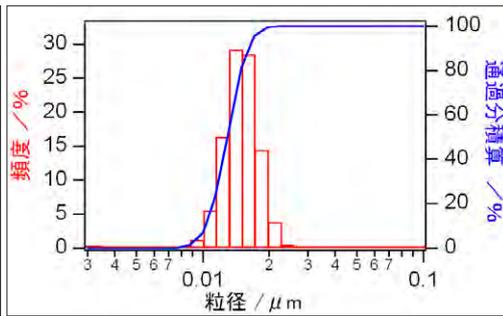
### ■まとめ

水中でのレーザーアブレーションにより、チタンからの酸化チタンナノ粒子の生成を確認し、界面活性剤を用いることで10nm近辺のナノ粒子が生成した。一

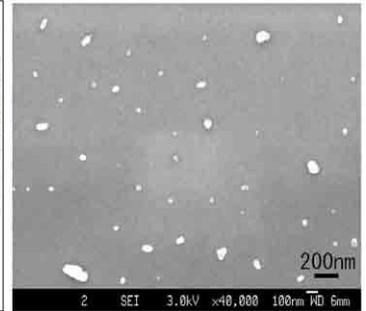
次ページへつづく▶



【図1】生成TiO<sub>2</sub>の粒径分布  
(純水中)



【図2】生成TiO<sub>2</sub>の粒径分布  
(界面活性剤添加時)



【図3】生成TiO<sub>2</sub>ナノ粒子のSEM画像(界面活性剤添加時)

方で、結晶構造や凝集の問題等改良すべき点は多い。酸化チタンナノ粒子を光触媒として用いる場合、より高活性のアナターゼ構造のものが用いられることが一般的であり、今後レーザーの照射条件等により結晶構

造の制御が可能であるか等について検討する予定である。本研究は(財)若狭湾エネルギー研究センターとの共同研究として実施した。関係者の皆様に感謝を申し上げる。

## 国際会議ASSP報告

### ■第26回ASSP開催

Advanced Solid State Photonics (ASSP)は、今年で26回目を迎えるOSA主催の国際会議であり、この2月にトルコ・イスタンブールで行われた。新規発振器、レーザー材料、非線形材料等、今後の発展が大いに期待されるような情報が盛りだくさんである。また高強度物理など学術用途を目的とした大出力光源開発に関する報告もあり、筆者にとっては非常に内容の濃い会議であった。ASSPは単一セッションで進められるため全ての発表を聴講することができ、各分野の最先端技術を知ることができる。今回の参加者は約200人であり、発表件数は全131件(口頭50件+ポスター81件)であった。ドイツの報告が最多で33件であり、米国24件、フランス20件、日本11件と続いた。

### ■コヒーレントビーム結合

近年盛んにコヒーレントビーム結合の研究が進められており、一昨年米国ノースロップグラマン社が7ビーム結合によって105kWを達成した。これまではバルク型高出力レーザーによる報告が多かったが、今回の会議では口頭発表報告5件のうち4件がファイバーレーザーを用いたものであった。そのうち2件はフェムト秒ファイバーレーザーを用いており、バンド幅10nm程度のパルス結合に成功している。

ドイツ、イエナ大学のTunnerman教授らのグループでは偏光子を利用して800fsの超短パルス光を2ビームに分け、それぞれをロッド型ファイバーで増幅した後、再度結合し120μJを達成した。一方のビームはピエ

レーザーエネルギー研究チーム 古瀬裕章

ゾミラーで光路差調整されており、結合後の2ビーム偏光度から位相が合うようにフィードバックする方法を採用していた。

フランス国立科学研究センターでも同様にチャープパルスのビーム結合を行っ

ていた。特長は各ビームを異なる種類(長さ、コア径)のLarge Mode Areaファイバーで増幅した後に結合した点である。2ビームの分散量を合わせるために一方のビームに無添加シングルモードファイバー2.4mを伝搬させ調整しており、さらに位相制御にはビームスプリッターとEO変調器を用いていた。RMS  $\lambda/20$ の位相安定性が得られており、パルス圧縮して485fsを達成していた。

### ■近赤外レーザー

半導体レーザー(LD)の高出力化・高輝度化に伴い、LD励起固体レーザーの開発が盛んに行われている。特にNdやYb添加材料を用いた1ミクロン帯の高繰り返し・高エネルギー近赤外レーザーの競争が世界各国で行われており、レーザー核融合や高強度物理への応用が期待されている。近年では添加媒質がNdからYb系材料に代わり、さらに室温から低温(100K~200K)で用いた報告が多くなっている。

ドイツ、イエナのグループが低温冷却Yb:YAGを用い



【写真】国際会議出席の筆者

てナノ秒パルスの増幅を行い、1.1J、1 Hzを得ていた。増幅効率は45%と高く、この種の増幅器としては最高記録である。種光にはパルスエネルギー 100mJ、パルス幅 6 ns、バンド幅1.5nmを用いており、わずかに角度を変えて8パス増幅していた。試料サイズはφ28mm、長さ 8 mmであり、110 Kに冷却されていた。

一方、フランスのグループでは低温冷却Yb:CaF<sub>2</sub>を用いて100W級の出力が達成された。励起パワーは245Wであり、吸収パワーに対する発振効率は70%に及ぶ。レーザー発振波長は1,034nmであった。Yb:CaF<sub>2</sub>は幅広い蛍光幅を有しており、レーザー発振波長のチューニングを行った結果993~1050nmの広い範囲でレーズングしていた。この際、励起波長986nmを用いて993nmの発振に成功しており、変換効率は11%であったが、量子損失 0.7%の光源開発に成功していた。これはポストデッドラインセッションにおいても報告された。

### ■超短パルス発振器

Yb系材料の開発が進み、1 μm帯の超短パルス発振器が多数開発されている。ファイバー、バルクを用いてそれぞれ28fs、35fsが達成されており、今後は産業加工用の高出力超短パルス発振器が要求されている。

スイス、Keller教授らのグループでは、Thin Diskレー

ザーを用いた超短パルス発振器の開発が行われている。発振器の高出力化の点では、Thin Disk方式は他の増幅方式(ロッド、スラブ等)よりも熱による影響を受けにくいいため高出力化が可能である。従来レーザー材料にはYb:YAGが主に用いられてきたが、バンド幅が広くないためワット級出力では700fs程度が限界であった。彼女らは新しい材料としてLu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>に注目し、140W、25 μJ、738fsの高出力超短パルス光源を開発している。また短パルス化に重点を置いた場合は227fs、7.2Wが得られている。今後は100fs以下の新しいレーザー材料として、Yb: LuSCO<sub>3</sub>やYb:KYW等が考えられている。

ドイツ、Konstanz大学ではパルスエネルギー 30 μJのThin Disk発振器が開発されていた。励起光は試料を20パスするが媒質が薄いため吸収率は70%に満たない。最大平均出力は108 Wであり、パルス幅は1,040fsであった。光変換効率は励起光の吸収率が悪いにもかかわらず、30%を超えていた。

ドイツ、Tunnerman教授らのグループでは、Yb添加 Large Mode Areaファイバー内で非線形偏波回転を利用した超短パルス発振器を開発し、平均出力22Wを達成していた。これまでにシングルモードファイバーを利用した発振器が開発されており、28fsの記録が報告され

山中千代衛



## 原発事故から旧弊一新へ

東日本大地震が大津波を伴って東北地方を襲った3月11日東電の福島第一原子力発電所の1号機から4号機が一斉に制御不能の状況に陥った。これらの沸騰水型原子炉を冷却し、何とか安定化させようと努力が続けられている。今日現在、東京電力関係者はもとより自衛隊、消防、警察、さらには米軍の援助を受け、必死の冷却作業が行われている。それでも見通しは中々つかない。

沸騰水型原子炉は炉心循環水が直接タービン発電機を回転させる構造になっているから、放射能リークの危険がより大きい。今度のように制御棒が挿入され核反応が停止しても、炉内の反応熱を除去する冷却水ポンプが正常に稼働しなければ、炉心燃料が冷却水の沸騰を加速し、炉内圧力を上昇させ蒸気爆発を引き起こす恐れがある。炉心融解に至ると水素爆発を生じる。

それを防ぐため炉内蒸気をベントして排出すれば当然周辺に核物質汚染を引き起こす。これらの障害が震災後2週間たって徐々に明白になってきた。核燃料物質の崩壊に伴った発熱の除去がいかに困難であるかを現実実感させられた。

原子炉に整備されたポンプの能力が安全運転、安全停止に不可欠なのである。消防ポンプの海水注水など火事ではあるまいし、まさに焼け石に水で、それ以外に打つ手がないという非常手段にすぎない。強力なポンプを駆動するため電力供給を復活させるのが唯一の救い手となる。この冷却が炉の発熱を抑え込み安定化を勝ち取れるかが勝負の分かれ目である。

関東地方の電力は50ヘルツ、関西地方は60ヘルツ。昔々の導入当時の欧州技術と米国技術継承の違いである。原子炉にしても関東はGE流の沸騰水型が主流で、関西はウエスチングハウス式の加圧水型が多数を占める。

加圧水型は原子炉からの高温高圧水を直接タービンに流さず、熱交換器を経て別系統の蒸気を発生させタービンを駆動する。両者互いに利害得失はあるが後者の方がタービン側はより安全だ。いずれにしてもわが国のような狭い国土で基幹技術が地方でそれぞれ異なっているのは誠に反省のものであろう。

JRが狭軌鉄道で長らく能力不足を託っていたのがやっと新幹線の広軌鉄道に代わったように、この際電力に限らず改める制度は多岐に渡ると考えられる。この度の大震災は新生日本の出発点として、まさに第三の維新への外圧といえよう。旧弊を一新するためにはその覚悟が求められる。 【研究名誉所長】

ているが、出力は100mW程度である。彼らはファイバーコア径を広げることによって非線形による影響を低減し高出力化を試みた。ファイバー入力前にガラスブロック(30cm)をPre-Strecherとして配置しており、バンド幅16nmの複屈折フィルターを用いてソリトン型安定発振器を試みていた。出力パルス幅は2.4psが得られており、99fsまで圧縮可能と見積もられている。

#### ■おわりに

筆者は奈良で行われた2008年会議から毎年参加しており、最先端レーザー技術の世界動向を目の当たりにしてきた。これまでの会議報告では透過性セラミックス

を用いた高出力レーザーや新規材料に関する報告が目撃されたが、近年会議ではファイバーを用いた報告が多い。ファイバーレーザーの欠点は非線形やダメージ問題によって高強度化が制限される点であるため、産業応用分野ではCWはファイバーレーザーが、超短パルスではバルク型増幅器(特にThin Disk)が有効と考えている。しかし今回報告したように、LMAファイバーの使用や、ビーム結合技術によって出力限界値の向上を図った研究が増えており、今後の展開に注目したい。

次回ASSPは2012年1月29日-2月1日の間、米国サンディエゴで行われる予定である。

## TOPICS

# 藤田雅之主席研究員が光産業技術振興協会 創立30周年記念功労者表彰を受賞

一般財団法人 光産業技術振興協会の創立30周年記念式典が12月7日にリーガロイヤルホテル東京で開催され、同協会の事業活動への積極的な参加を通じて光産業・光技術の振興・発展に貢献したとして、当研究所の藤田雅之主席研究員が同協会創立30周年記念功労者表彰を受賞しました。当日は記念シンポジウムも行われ、同協会の関係の方々との親睦の機会を持ちました。



【写真】藤田雅之主席研究員(上段左端)と賞状

## TOPICS

# 古瀬裕章研究員が応用物理学会の講演奨励賞を受賞



【写真】古瀬研究員と賞状(左)、  
受賞記念品の楯(右)

2010年秋季応用物理学会学術講演会(長崎大学)で発表された3,457件の一般講演論文のうち、予め申請のあった696件の口頭、ポスター講演の発表者の中から、古瀬裕章研究員が「全反射アクティブミラーレーザーの高出力化」で講演奨励賞を受賞しました。

震災の影響で授賞式は中止となりましたが、賞状と楯が授与されました。

## 主な学会等報告予定

- 5月15日(日)~19日(木) 15th International Conference on Emerging Nuclear Energy Systems(ICENES2011)(アメリカ・カリフォルニア州)  
今崎 一夫「New Laser Fusion by Intense Laser」  
「High brightness gamma ray generation for nuclear transmutation」
- 5月22日(日)~26日(木) CLEO/Europe-EQEC(ドイツ・ミュンヘン)  
藤田 雅之「Dual Beam laser Grooving of CFRP by pulsed lasers」