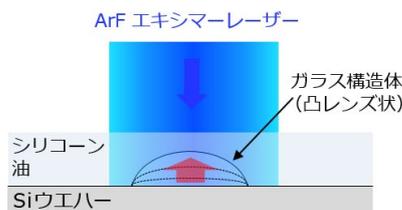


## CONTENTS

- 3Dプリンティングによる  
ガラス光学素子形成技術
- ILTの最新技術を紹介!  
レーザー EXPO2019
- レーザー総研オープンセミナー  
レーザー加工からインフラ診断まで  
～ILT2019 平成30年度研究成果報告会(大阪会場)～
- 主な学会報告予定



【表紙図】(左)レーザー照射によるシリコン油のガラス化実験の模式図、(右)Siウエハー表面に形成された凸レンズの写真

## 3Dプリンティングによる ガラス光学素子形成技術

レーザー技術開発室 本越伸二

### ◆はじめに

近年、3Dプリンティング(あるいは付加製造(Additive Manufacturing))と称される「三次元造形」技術が大きな注目を集めている。紫外線ランプやレーザー光を照射して紫外線硬化樹脂を積層する三次元造形の研究は、1980年代にすでに実施されている[1]。しかし、レーザー光源が高価であったために広く利用されることはなかった。光源の低価格化、性能向上に加え、制御ソフトや機構部の進歩により一般ユーザーでも容易に利用できるようになり、従来の模型製作から医療用サンプル、土木・建築部品、さらには宇宙航空機器にまで応用が広がっている。また製造方法も、光造形だけでなく安価な熱溶解積層や金属などの粉末溶解なども行われ、応用範囲はさらに広がるものと期待

される。

光学分野においても、例えばフレネルレンズや回折格子など、表面に構造を持つ光学素子は広く利用されている。これら光学素子の製作には、現状では射出成型やプレス法、エッチング加工などが用いられているが、これらの方法には金型やマスクが必要となるため、少ロットや試作を行うには不向きである。このことから現在、光学分野への3Dプリンティング技術の応用が期待されている。

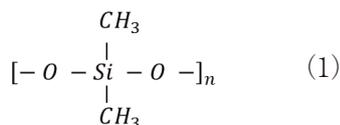
Deubelらは、フォトレジスト膜を積層することにより、三次元構造を持つフォトリソグラフィクリスタルの製作を行い、光学分野への応用の可能性を示した[2]。Kotzらは、紫外線硬化樹脂にSiO<sub>2</sub>粉体を混ぜた溶媒に紫外線を照射することにより三次元構造を形成し、その後

1300℃に加熱することで樹脂を蒸散しガラス三次元構造を得ている[3]。Nguyenらは、SiO<sub>2</sub>ナノ粒子を含んだシリカゲルインクを合成し、サブミリメートルのノズル先端より任意のパターンに書き込み、1500℃に熱処理することで透明ガラスを形成している[4]。これらの報告はともにガラスの三次元構造を可能にするものであるが、最終的に高温熱処理が必要であり、精密な構造を維持することが困難である。Muraharaらは、シリコン油に紫外線ランプを照射することにより、SiO<sub>2</sub>膜が形成されることを報告している[5]。潮解性結晶表面に形成されたSiO<sub>2</sub>膜は保護膜となり、水を浸透しないことを実証している。しかしながら、光源がランプ光であるため化学反応に時間を要し、また微細な構造形成には至っていない。

これらの報告は、照射光源をレーザー光に置き替えることにより、SiO<sub>2</sub>生成時間の短縮や微細構造形成が可能となることを示している。この観点から当研究所では、レーザーを用いた3Dプリンティング技術を用いて三次元構造を持つシリカガラス光学素子を形成することを目的に、基礎研究を進めている。

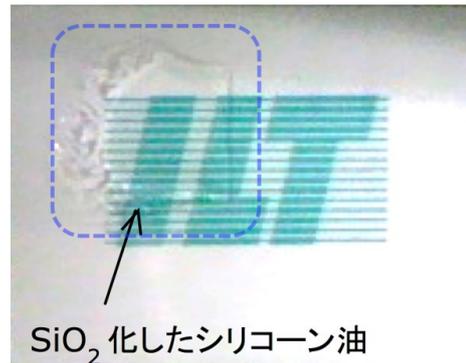
#### ◆紫外レーザー照射によるシリコン油のガラス化

シリコン油は波長400 nm以上では吸収がなく透明であるため、光学検査システムなどで広く用いられている。波長280 nm付近より吸収が現れ、短波長になるに従い増加する。シリコン油の化学構造式は、



で表される。SiとCの結合エネルギーは105 kcal/molであり、波長272 nm以下の紫外光を照射することにより切断が可能となる。SiとCの化学結合が切断された後、他のSiまたはOと再度結合することによりSiO<sub>2</sub>構造が形成される。

スライド上に塗布したシリコン油に、波長193 nmのArFエキシマーレーザー光(パルス幅10 ns、最大繰返し周波数100 Hz)を照射した。試料はあらかじめアルミホイルで覆い、一部のみレーザー光が照射されるようにした。照射後残留したシリコン油は有機溶剤によって取り除いた。結果を図1に示す。マスクを掛けた部分の残留シリコン油は除去されている。照

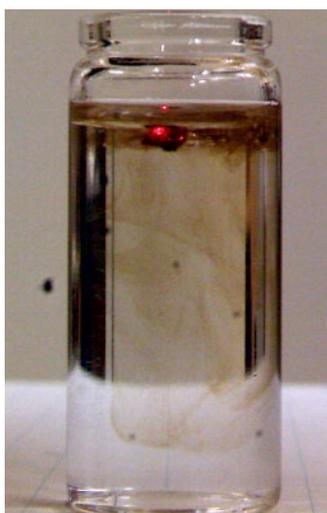


【図1】レーザー光(波長193 nm)の照射により固化したシリコン油

射部分のシリコン油は透明度を保持したまま固化し、白濁や表面に歪みが生じないことが確認できた。次に、φ5 mmのハードアパーチャーでビームの一部を取り出したレーザー光を、Siウエハー上に塗布したシリコン油に照射した(表紙図(左))。ハードアパーチャーで取り出したビームは回折しながら伝搬し、シリコン油上では中心部のエネルギー密度が高い強度分布となる。表紙図(右)にレーザー照射後の試料の写真を示す。固化したSiO<sub>2</sub>は凸レンズ状の構造を形成した。照射レーザー強度分布、照射時間、シリコン油の厚さなどを最適化することで精密な構造形成が可能となり、光学素子の設計形状と合致したガラス構造体作製への展開に期待できる。

#### ◆近赤外フェムト秒レーザーの利用

UVレーザー光によりシリコン油のガラス化が可能であり、表面構造形成への展開が期待できることがわかった。一方近赤外領域においても、フェムト秒パルスレーザー照射により生じる多光子吸収過程を利用することにより、UV感光性樹脂の三次元構造形成が可能であることが報告されている[6]。シリコン油の場合、波長800 nm(36 kcal/mol)のTi:サファイアレーザー用い、3光子吸収過程を利用してSi-C結合を切断することができれば、三次元構造の形成が可能になると予測される。これを確認するため、パルス幅100 fsのTi:サファイアレーザーパルス(繰返し周波数1 kHz)をシリコン油に集光照射した。レーザーパルスの集光点を油液面より下5 mmの位置に設定し、30分間照射した後の様子を図2に示す。透明であった油全体に茶色の霧(もや)が掛かり、レーザー照射位置(注：図中の赤い輝点はガイド光によるもの)には黒色化した物



【図2】フェムト秒パルスレーザー(波長800 nm)照射によるシリコン油の変質

質が生成した。この要因として①SiまたはCナノ粒子の生成、②油中不純物の燃焼、などが考えられる。照射後さらに30分放置すると、上部に浮遊していた黒色(茶色)の物質は容器の底に沈殿した。レーザー照射によりSiO<sub>2</sub>を含めたナノ粒子が生成し、油の粘性により凝集してゲル化したものと考えられる。これらの結果は、超短パルスレーザーを用いた多光子吸収過程により、シリコン油からSiO<sub>2</sub>が生成する可能性を示唆するものであるが、他の

元素が関与した生成物の存在も考えられるため、今後はレーザー照射条件の最適化や、生成物の組成分析などを行うことが重要となる。

#### 謝辞

本研究の一部は、公益財団法人日本板硝子材料工学助成会、ならびに公益財団法人天田財団の支援を受けて実施した。また本研究は大阪大学レーザー科学研究所共同研究のもと行われたものである。ご協力いただいた方々に感謝いたします。

#### 参考文献

- [1] 中井孝他、レーザー研究、**16** (1987)14.
- [2] M.Deubel et al., Nature Materials, **3** (2004) 444.
- [3] F.Kotz et al., Nature, **544** (2017) 337.
- [4] D.T.Nguyen et al., Adv. Mater., **29** (2017) 1701181.
- [5] M.Murahara et al., Proc. of SPIE, **5647** (2005) 224.
- [6] S.Maruo et al., Opt. Lett., **22** (1997) 132.

## ILTの最新技術を紹介！

# レーザー EXPO2019

2019年4月24日～26日、パシフィコ横浜にて「レーザー EXPO 2019」(主催：一般社団法人レーザー学会)が開催され、当研究所の技術紹介ならびに技術相談を行いました。レーザー EXPOは、理化学用途から産業用途まで、国内外のレーザー製品が一堂に会するレーザー技術の総合展で、光関連技術に関する総合展示会(OPIE)の一部として毎年開催されています。OPIEは、光・フォトンクスに関する国際学術会議(OPIC)と連携した国内唯一の展示会で、国内・国外から大学・研究機関・企業のトップレベルの研究者・技術者が集うことでも知られています。他にも「レンズ設計・製造展」、「赤外・紫外応用技術展」、「宇宙・天文光学EXPO」など、併せて6つの展示会が同時開催されました。期間中は400を越える企業・団体の展示があり、3日間の総来場者数は16,709名(主催者発表)におよびました。

当研究所のブースでは、レーザーを用いたコンクリートの健全性評価、レーザー損傷評価試験、レーザー加工技術を中心とした技術紹介パネルの展示や、

本誌のバックナンバーの展示・配布、スライドの放映などを行いました。(写真)。今年も多くの方にお立ち寄りいただきましたが、とりわけコンクリート健全性評価の実用化に関する問い合わせが多く、また光学素子のレーザー損傷評価試験に参画いただいている企業の方々にも多くお立ち寄りいただきました。



【写真】展示ブースの様子

来年のレーザー EXPOは4月22日から3日間の予定です。さらに多くのアピールができる技術を持つてのぞむ所存ですので、来場された際にはぜひお立ち寄りいただければと思います。

# レーザー総研オープンセミナー レーザー加工からインフラ診断まで ～ILT2019 平成30年度研究成果報告会(大阪会場)～

今年のILT研究成果報告会は「レーザー加工からインフラ診断まで」と題し、

今年から開始される関西発の展示会「第1回光・レーザー関西2019」(<https://www.optronics.co.jp/opto-kansai/>)の併催イベントとして開催いたします。

日時／ 令和元年7月25日(木) 10:30～17:00 (受付開始 10:00～)

場所／ マイドームおおさか 8F 第1会議室

(<https://www.mydome.jp/mydomeosaka/>)

住所／ 大阪市中央区本町橋2番5号

## ◆プログラム

10:30～ 挨拶 所長 井澤 靖和

10:35～ 研究所概要 副所長 中塚 正大

10:45～ 特別講演  
「フォトリソニック結晶レーザーの現状と  
将来展望(仮題)」  
京都大学大学院 工学研究科 電子工学専攻  
教授 野田 進氏

11:35～ 賢く選んで上手に使おう！  
加工ツールとしてのレーザー  
主席研究員 藤田 雅之

12:00～ 休憩  
13:00～ 泰山賞贈呈式  
＜レーザー功績賞＞  
「非線形光学と波長可変テラヘルツ光源の研究」  
伊藤 弘昌氏

＜レーザー進歩賞＞  
「超高性能X線集光鏡の開発」 山内 和人氏  
「レーザーによるインフラ点検技術の開発」  
御崎 哲一氏、朝倉 俊彦氏、島田 義則氏  
13:55～ キロワット越えを達成！  
常温動作Yb:YAGレーザーの開発  
副主任研究員 ハイク コスロービアン

14:20～ ここまで来た！ 高輝度UV光源開発  
主任研究員 本越 伸二

14:45～ レーザーで大気的安全性を遠隔診断！  
共鳴ラマン効果による微量物質計測  
副主任研究員 谷口 誠治

15:10～ ポスター発表(8F 第5会議室)

15:40～ レーザーで海中モニタリング！  
長水槽による海中模擬試験  
上席研究員 染川 智弘

16:05～ レーザー打音法の高速度から屋外利用まで！  
実用化に向けた5年間のあゆみ  
研究員 倉橋 慎理

16:30～ 実用化を目指して！ レーザーを用いた  
コンクリート欠陥検査技術の開発  
主任研究員 島田 義則

16:55～ 閉会の挨拶 常務理事 井上 哲也

## ポスター発表

- ・ ロボットフォトリソ産業の創出を目指して 2
- ・ Lasing Characteristics of Corner-Cube and Axico Retro-Reflector Resonators at Cryogenic and Ambient Temperatures
- ・ 小型・高効率UVレーザー光源開発
- ・ 水中でのCO<sub>2</sub>ガス漏えい検知に向けた水中ラマンライダーの開発
- ・ 実用化を目指すレーザーを用いたコンクリート欠陥検査
- ・ Laser-based remote nondestructive inspection of metal water-pipelines.
- ・ レーザー打音法によるコンクリート構造物内部欠陥高速検査技術の開発
- ・ レーザー計測による蛋白質の光機能性の研究
- ・ レーザー核融合液体壁炉チェンバー内の金属蒸気の淀みの可能性の研究

## ■開催概要、お申し込み

<定員> 70名(定員になり次第締め切らせて頂きます)

<参加料> 無料

<資料代> 非賛助会員 3,000円(賛助会員、理事・評議員会社等 無料)

<詳細・参加申込> 当財団のホームページをご覧ください。

## 主な学会報告予定

9月18日(水)～21日(土) 第80回応用物理学会秋季学術講演会(北海道大学)

染川 智弘「深紫外波長可変光源を利用したSO<sub>2</sub>の共鳴ラマン測定」

9月11日(水)～13日(金) 原子力学会2019年秋の大会(富山大学)

大道 博行「レーザー加工により発生する微粒子の解析と核種同定手法の開発 - 高速度カメラを用いた微粒子発生過程の観察 -」