

液相レーザー照射装置の開発と生成物の分析

高田昇治

工学系技術支援室 分析・物質技術系

1 はじめに

レーザー光を閾値以上の強度で固体ターゲットに照射すると、ターゲットを構成している元素が原子、分子、ラジカルおよびこれらのイオンなどの形態で爆発的に放出され、ターゲットが浸食される。この現象は、レーザーアブレーションと呼ばれ、一般的には気相中で行われ、医療、電子デバイス作製や材料加工などの多分野で広く応用されている。この手法を液体に浸されたターゲットに対して適用すると、気相中とは異なる興味深い現象が生じる。ターゲット前面には、レーザー照射によって誘起されるプラズマに加えてキャビテーションバブルが形成されるが、これらは液体によってその膨張が抑制された高温・高圧状態の反応場になることが知られている。それ故、材料加工や結晶化したナノサイズの微粒子形成が比較的容易に達成されると期待されている。本技術研修会では、著者が 2005 年から 2010 年にかけて関与した液相レーザー照射装置の開発と形成された生成物および照射後のターゲット表面の分析結果等について報告する。

2 実験装置の開発

初期の実験は、図 1 (a)に示すように、安価な魔法瓶の底部にターゲットを固定し、レンズを用いてレーザー光を集光照射するというシンプルなものであった。ターゲットの損耗を抑えるために容器を DC モーターで回転させた。溶媒には、水や液体窒素を用いて実験を行ったが、気液界面において液が波立つために、散乱などの影響でショット毎の入射レーザー光強度にバラツキが生じた。

また、レーザー誘起反応場の観測ができないことも大きな問題であった。

そこで、図 1 (b)や図 1(d)に示すような容器側面にレーザー入射用および観測用の窓を設けて、反応場の様子を時間的および空間的に観測が出来るように装置を改良し、測定系も工夫を加えた[1-2]。ここで、図 1(b)は、液体窒素用に二重構造を有しており、

図 1(d)では圧力を 30 MPa まで付加的に加圧することが出来る。また、それぞれの実験装置写真を図 1(c)と図 1 (e)に示した。最近、超臨界水中でのレーザーアブレーションに関与

しており、臨界点近傍における場の密度変化に更なる改良を重ねている。

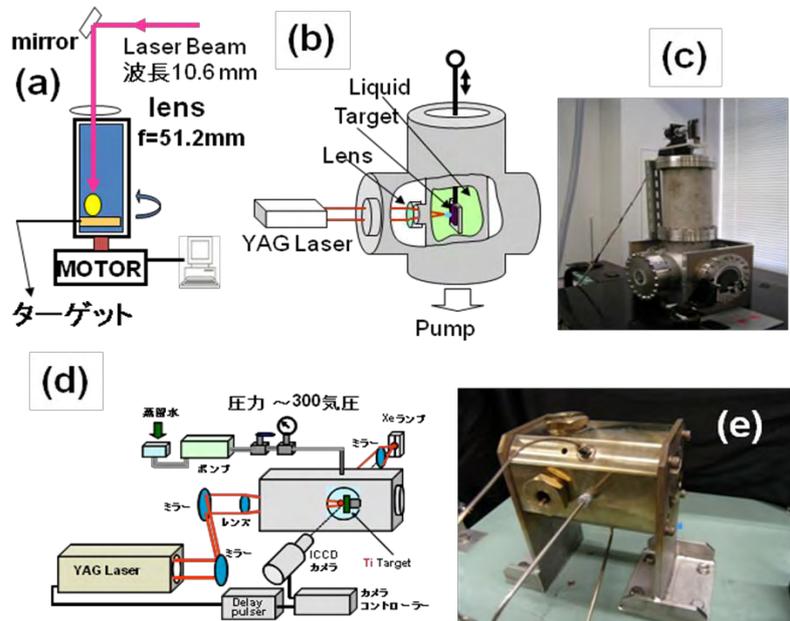


図 1. (a)気液界面よりレーザーを入射させた実験装置の概略図。(b)溶媒に液体窒素を用いた場合の実験装置概略図と(c)その実物写真。(d)30 MPa まで加圧可能な装置図と(e)その実物写真。

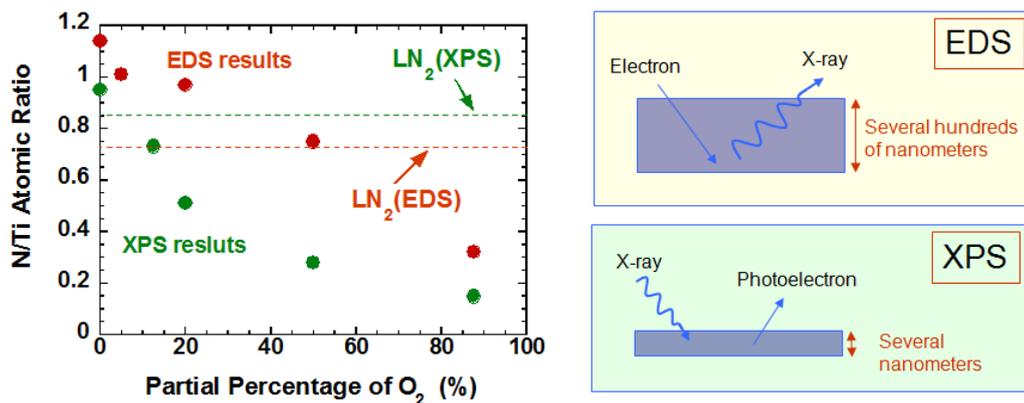


図 2. 窒素酸素混合ガス中および液体窒素中におけるレーザー照射後のチタンターゲット表面の N/Ti 元素比。緑および赤はそれぞれ XPS、EDS による分析結果。右図は、それぞれの分析深さの概念図。

3 生成物の分析

基本波 (1.06 μm) の Nd:YAG レーザー光出力パルス (出力 約 1 J/pulse, パルス幅 10ns) は、各実験装置内に設置された純度 99.5% のチタンターゲットに 30 秒間 (繰返し 10 Hz) レンズで集光照射された。この調査では、全圧力を 600 Torr で窒素と酸素の異なる混合ガス雰囲気中および液体窒素中においてレーザー照射されたチタンターゲット表面をサンプルとして比較した。図 2 では、XPS による分析結果を緑丸印、SEM-EDS による分析結果を赤丸印で示している。まず、ガス中における結果では、酸素ガスの割合が増えるに従って、N/Ti 元素比が減少した。ここでは示していないが、対照的に O/Ti 元素比の増加が酸素ガス量の増加と共に観測された。故に、窒化が抑制され、酸化反応が促進したと考えられる。更に、図 2 において注目した点は、種々のガス混合比において、必ず EDS の結果が XPS の結果よりも大きな N/Ti 元素比を示していたことである。しかしながら、図 2 に示された液体窒素中でレーザー照射されたサンプルの分析結果 (緑および赤の破線で示されている) では、XPS により評価された N/Ti 元素比が、EDS の結果よりも逆に大きな値を示すことがわかった。図 2 の右側には XPS および EDS の分析の深さに関する概念図を示している。EDS の分析範囲は、表面より数百 nm の範囲であり、XPS では数 nm の範囲であることを現している。このことより、液体窒素中でのレーザー照射はガス中の場合と比較して、最表面より数 nm の領域に集中して窒化が進行していると推測される。その他の分析結果の詳細については、講演で報告する。

4 まとめ

液体中でのレーザーアブレーションに用いた実験装置について簡単に述べた。発表では、反応場の計測システムや観測手順などについても言及する予定である。また、分析に関しては、これまでに幾つかの技術職員が集う技術研究会において「相補的」な分析法の重要性について言及してきた。本講演では、異なる分析範囲の結果を比較することにより反応プロセスの深さ方向に対する進行の度合いを評価した。

参考文献

- [1] N. Takada, T. Sasaki, K. Sasaki : Appl. Phys. A 93 (2008) 833.
- [2] N. Takada, T. Nakano, K. Sasaki : Appl. Surf. Sci. 255 (2009) 9572.
- [3] N. Takada, H. Ushida, K. Sasaki : J. Phys.: Conf. Ser. 59 (2007) 40.