

博士論文

超高強度レーザーを用いた機能性材料の改質
に関する研究

～ 超高強度レーザーを利用した受託開発事業の創出を目指して ～

光産業創成大学院大学 光産業創成研究科
光エネルギー分野
西村 靖彦

博士論文要旨

超高強度レーザーを用いた機能性材料の改質に関する研究

～ 超高強度レーザーを利用した受託開発事業の創出を目指して ～

本研究の目的は、超高強度レーザーによる機能性材料の新規改質の推進と超高強度レーザーを用いた受託開発事業の創出である。本研究は、超高強度レーザー（ピーク強度 $I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ ）を用いて行った。電気・磁気・機械・熱特性など物理的特性に優れている機能性材料は、様々な産業で利用されている。本研究ではセラミックス系材料およびグラファイト系材料を対象にしたが、これらの材料の表面を改質しナノ構造などの微細構造を付与することができれば、用途の多様化につながる。そこで本研究では、まず超高強度レーザーで発生させた「高密度・低温・高圧力（数 TPa）状態」を用いたレーザー駆動衝撃圧縮技術により、これらの材料の表面を改質し微細構造を形成できることを実証した。この高圧力状態は、従来技術では発生させることはできない。またフェムト秒レーザー（ピーク強度 $I_L = 10^{16} \text{ W cm}^{-2}$ ）を用いた表面改質は金属を対象にしており、セラミックス系材料およびグラファイト系材料については報告がない。

セラミックス系材料については、単結晶イットリア安定化ジルコニア（YSZ：yttria-stabilized zirconia）に $I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザーを対向照射し、光学顕微鏡・電子顕微鏡・電子線後方散乱回折による解析を行った。その結果、レーザー照射面から $100 \mu\text{m}$ の深さに多層（結晶サイズが数十 nm から数 μm の 4 層構造）からなる多結晶が形成されていることを実証した。また、表面に形成される多結晶の影響により残留応力が膜厚方向に保持されていることを明らかにした。YSZ はその高温域での高いイオン伝導度から自動車用燃料電池や酸素センサーなどに使用されており、本研究で実証した微細構造付与は強度の増加につながる。

グラファイト系材料については、高配向熱分解黒鉛（HOPG：highly oriented pyrolytic graphite）に $I_L = 10^{12} \sim 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザーを照射し、光学顕微鏡・X 線回折・ラマン顕微分光を用いた解析を行った。その結果、その最表面層に数 nm からサブ μm サイズの波状構造を有したアモルファス構造体が形成されていることを実証した。グラファイトは、熱伝導性、導電性、耐熱性が良く、軽くて加工が容易なことから、半導体、電機、自動車、航空宇宙などの産業の電極材料として使用されており、本研究で実証した微細構造付与は発電効率の向上と用途の多様化につながる。

次に、上記の研究成果を基にした超高強度レーザーを用いた受託開発事業の創出を目指し、所属企業に「超高強度レーザーを用いた受託開発事業」と「計測支援事業（超高強度レーザーを用いた機能強化）」の 2 つの新たな事業を企画した。前者の事業

はこの研究成果を継承する事業で、現在「新たなターゲットインジェクション装置開発」を受託している。後者の事業はコンセプトを示し、展開するフィールドをグループ会社としたビジネスである。また、本学在籍期間中に超高強度レーザーにより材料改質に関する研究成果の記者発表を行い、著者等研究グループが超高強度レーザーを用いた産業応用を目指した研究を実施していることを産業界にアピールし、受託開発事業を促進させた。

以上本研究では、超高強度レーザーによって2種類の機能性材料を改質できることを実証し、超高強度レーザーを用いた受託開発事業を創出した。本研究で実証した改質技術が実用化されれば、機能性材料の物理的特性の向上に貢献するほか、成形時に事前処理するのではなく、成形された機能性材料の任意の箇所に超高強度レーザーを照射するだけで、表面改質が可能となる。本研究で創出した超高強度レーザーを用いた受託開発事業と併せて、超高強度レーザーを用いた新たな産業創成の道が拓かれるであろう。

Abstract

Study on the modifications of functional materials using an ultra-intense laser

~ Toward the creation of entrusted research and development business ~

This doctoral thesis describes the study on the modifications of functional materials using an ultra-intense laser. The modification research and developments are urgent needs for the automobile industries, since manufacture of the fuel cells and oxygen sensors used in automobiles requires, more efficient functional materials. Therefore the research and developments are the key to creating businesses by the company, to which the author belongs. The goal of this study is to create a support business or an entrusted business using an ultra-intense laser.

There have been material modification techniques, such as the spraying method, the hot isostatic pressing and the diamond anvil methods. These conventional techniques are compared with the ultra-intense laser method and advantages of the ultra-intense laser method are discussed. Since 1996, the company, to which the author belongs, has been involved in business activities related to pulsed lasers. The genealogical study on the business shows that the company and the author have accumulated the developed technologies and knowledge simultaneously.

The main theme of this study is on surface modifications of two materials using an ultra-intense laser. The study of YSZ (yttria-stabilized zirconia), a ceramic-based material, discovered polycrystallization and micronization on the surface. By irradiating the surface of YSZ with an ultra-intense short-pulse laser, a multilayered polycrystalline structure was formed on the material with a penetration depth of 100 μm . The polycrystallization method could promote wider use of ceramics in industries because it toughens the materials and could overcome their weak point that they are brittle and easily destroyed by impact or thermal shock.

The study of HOPG (highly oriented pyrolytic graphite), a graphite-based material, analyzed its crystal structure by Raman spectroscopy and an X-ray diffraction. Those analyzed depth from the surface were 50 nm and 800 μm , respectively. The results showed that the laser-driven compression plastically deforms and creates an undulated nanostructure of several nm \sim sub- μm in size. Graphite have high thermal and electrical conductivity and low heat resistance. In addition, the materials are lightweight and can be easily processed. Due to these excellent physical properties, the materials have been used as electrode materials such as semiconductors and electronics in industries including automobiles and aerospace

industries. It is also noted that the microstructure demonstrated in this study could lead to the improvement of power generation efficiency.

The study mentioned above provided the company with two business concepts: "Entrusted research and development business using an ultra-intense laser" and "Support business, strengthened by using an ultra-intense laser ". The former business concept used the outcome of this study. The author is entrusted with the research and development of "The new target injection equipment". The latter business concept is to develop the market of measurement technologies at the group companies. The measurement technology is derived from the plasma ablation pressure measurements and so on, which will be supplied to the customers from the group companies. This business plan is under consideration. The author also published a press release about the surface modifications on YSZ using an ultra-intense laser, appealing the research on industrial applications using an ultra-intense laser to industries.

The surface modification by the ultra-intense laser method will create a new industrial applications.

目次

第 1 章	序論	1
1.1	本研究の目的と背景	1
1.2	超高強度レーザーによる材料改質技術と従来技術との比較	4
1.2.1	本研究で用いる超高強度レーザー	4
1.2.2	超高強度レーザーによる改質技術が目指す領域	5
1.2.3	従来技術との比較	6
	第 1 章の参考文献	9
第 2 章	所属企業のレーザーを用いた事業系譜から見えるコア技術	13
2.1	はじめに	13
2.2	所属企業のレーザーを用いた事業系譜	13
2.2.1	第 1 期事業：レーザー生成プラズマ関連装置開発	14
2.2.2	第 2 期事業：高強度レーザー利用に関する研究開発支援	18
2.2.3	ターゲットインジェクション技術の安定化	18
2.3	第 2 章のまとめ	25
	第 2 章の参考文献	27
第 3 章	レーザー衝撃圧縮による単結晶ジルコニアの多層・多結晶化	29
3.1	はじめに	29
3.2	実験方法	30
3.2.1	実験レイアウト	30
3.2.2	解析手法	32
3.3	実験結果と考察	33
3.3.1	走査型電子顕微鏡 (SEM) と走査型透過電子顕微鏡 (STEM) による詳細観察	33
3.3.2	電子線後方散乱回折法 (EBSD) による構造解析	35
3.3.3	X 線回折による構造解析	36
3.3.4	各種解析結果からの考察	37

3.4	第3章のまとめ	38
	第3章の参考文献	39
第4章	レーザー強度パルス幅に対する単結晶ジルコニアの残留応力の依存性	41
4.1	はじめに	41
4.2	実験方法	41
4.2.1	実験レイアウト	41
4.2.2	解析手法	43
4.3	実験結果と考察	44
4.3.1	マイクロ스코ープによる表面観察	44
4.3.2	X線回折による構造解析	45
4.3.3	残留応力に関する考察	47
4.3.4	縞模様形成メカニズムに関する考察	48
4.4	第4章まとめ	52
	第4章の参考文献	53
第5章	超高強度レーザーを用いた非熱処理による単結晶ジルコニアの表面改質	55
5.1	はじめに	55
5.2	実験方法	56
5.3	実験結果と考察	57
5.3.1	マイクロ스코ープ並びに走査型電子顕微鏡による表面観察	57
5.3.2	X線回折による構造解析	58
5.4	第5章のまとめ	62
	第5章の参考文献	63
第6章	表面改質時の圧力 P と温度 T_e の評価 ~ジルコニアの相転移~	65
6.1	はじめに	65
6.2	実験方法	66
6.3	実験結果と考察	67
6.3.1	X線ストリークカメラを用いたレーザー駆動衝撃圧力 P と温度 T_e の評価	67
6.3.2	Star2D シミュレーションによるレーザー駆動衝撃圧力 P の時間変化	69
6.3.3	照射した単結晶ジルコニアの表面観察	73
6.3.4	X線回折による構造解析結果	74

6.3.5	単結晶ジルコニア内部における変化に関する考察	76
6.4	第6章のまとめ	78
	第6章の参考文献	79
第7章	HOPGのアモルファス構造化	81
7.1	はじめに	81
7.2	実験手法	83
7.2.1	照射レイアウト	83
7.2.2	解析方法	84
7.3	実験結果と考察	85
7.3.1	マイクロスコープによる表面形態観察	85
7.3.2	X線回折による構造解析	86
7.3.3	顕微ラマン分光による解析結果	89
7.3.4	アモルファス化に関する考察	91
7.4	第7章のまとめ	92
	第7章の参考文献	93
第8章	高強度レーザーを用いた受託開発事業の創出	95
8.1	はじめに	95
8.2	受託開発事業創出に向けた事業企画	96
8.2.1	2つの事業コンセプト	96
8.2.2	事業を展開するフィールド	97
8.3	業界へのアピール(記者発表)	106
8.4	第8章のまとめ	108
	第8章の参考文献	109
第9章	結論	111
	謝辞	113
	研究業績	115
	付録1:主論文別刷り(写)	133
	付録2:記者発表資料(写)	140
	付録3:所属企業で実践してきたレーザーを用いた事業の振り返り	145

目次

1.1	所属企業が行ってきたパルスレーザー利用装置	1
1.2	チャープパルス増幅を用いた代表的な超高強度レーザーの構成とパルス幅	4
1.3	高強度レーザーによって期待される材料領域における産業応用	5
2.1	所属企業のレーザーを用いた事業の系譜	14
2.2	第1期(1996年から2006年)の研究開発系譜	15
2.3	製品化したレーザー生成プラズマ光源装置	15
2.4	実用化したレーザープラズマ EUV 光源を用いた高分解能光電子顕微鏡装置	16
2.5	所属企業に蓄積されたレーザー利用技術の系譜	17
2.6	レーザー核融合プロジェクトで開発したターゲットインジェクション装置	19
2.7	2ω 高調波レーザープローブ計測システムによる自由落下したターゲットに照射した瞬間のスナップショット	20
2.8	3次元計測システムによる計測結果	21
2.9	ターゲットインジェクション装置から射出されたターゲットにレーザーが当たる確率の推移	22
2.10	レーザー核融合発電実証実験炉 "CANDY" 模型	23
2.11	直径 500 μm の中実球インジェクションにおける各種計測システムの動作検証結果	24
3.1	実験に使用したレーザーシステムとレーザー照射レイアウト	31
3.2	$I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザー照射後の単結晶ジルコニア断面の光学顕微鏡観察結果	33
3.3	$I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザーを照射した単結晶ジルコニアの SEM 観察結果	34
3.4	$I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザーを照射した単結晶ジルコニアの STEM 観察結果	35

3.5	$I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザーを照射した単結晶ジルコニア試料の EBSD 解析結果	36
3.6	$I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザーを照射した単結晶ジルコニア試料の X 線回折プロファイル	37
4.1	使用したレーザーシステムとレーザー照射レイアウト	42
4.2	OAP1 側のマイクロSCOPE 観察結果	44
4.3	$I_L = 10^{12} \sim 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ のレーザーを照射した単結晶ジルコニアの X 線回折プロファイル	45
4.4	図 4.3(a) ~ (c) に示した X 線回折プロファイルから推定した $I_L = 10^{12} \sim 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ のレーザーを照射した単結晶ジルコニアの残留応力	48
4.5	それぞれのレーザーピークタイミングにおける生成される高密度プラズマの Star2D シミュレーション結果	50
4.6	レーザー照射部周囲に形成される縞模様の直径とのレーザー照射強度との関係	51
4.7	ns-Beam を照射した単結晶ジルコニアの走査型電子顕微鏡による断面観察結果	51
5.1	直径 2 mm のフェムト秒レーザーを単結晶ジルコニアへ照射したレイアウト	56
5.2	$I_L = 10^{12} \sim 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ でレーザー照射した単結晶ジルコニアのマイクロSCOPE による表面観察結果	57
5.3	走査型電子顕微鏡による fs-Beam1 を照射した単結晶ジルコニアの表面観察結果	58
5.4	$I_L = 10^{13} \sim 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ で照射した単結晶ジルコニアの X 線回折プロファイル	58
5.5	$2\theta = 45 \sim 55^\circ$ の回折像と $2\theta = 51 \sim 52^\circ$ の X 線回折プロファイル	59
5.6	レーザー照射強度と結晶子 (結晶粒) の大きさとの関係	60
6.1	単結晶ジルコニアへのレーザー照射レイアウトと X 線ストリークカメラの配置方向	66
6.2	X 線ストリークカメラによるプラズマ計測結果	67
6.3	Star2D シミュレーションを用いた超高強度レーザー照射によるレーザー駆動衝撃圧力 P の等高線図	70
6.4	Star2D シミュレーションを用いた超高強度レーザー照射 1 ns 後から 30 ns 後のレーザー駆動衝撃圧力 P の時間変化	71
6.5	超高強度レーザー照射後の単結晶ジルコニアの顕微鏡観察結果	73

6.6	X 線回折による構造解析を行った際の X 線照射レイアウト	74
6.7	X 線回折による構造解析結果	75
6.8	単結晶ジルコニア結晶構造変化模式図	76
6.9	超高強度レーザー照射による単結晶ジルコニア内部での変化に関する考察	76
7.1	先行研究における HOPG の X 線回折解析結果	82
7.2	HOPG へのレーザー照射レイアウト	83
7.3	炭素に対する放射光 X 線エネルギーの侵入深さ	84
7.4	顕微ラマン分光装置 (NRS-5100) 外観写真と基本スペック	85
7.5	直径 2 mm で照射した HOPG のマイクロスコブ観察結果	86
7.6	レーザー照射した HOPG サンプルの $E = 12.4 \text{ keV}$ の X 線回折による結晶構造解析結果	87
7.7	回折角度 33.9° 付近の X 線回折ピークのレーザー照射強度に対する相関	88
7.8	放射光 X 線のエネルギーを変えて照射した時の HOPG からの X 線回折プロファイルの観察結果	88
7.9	一般的なシングルウォールナノチューブ (SWNTs) からのラマンスペクトル例	89
7.10	$I_L = 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ 照射した HOPG1 からのラマン解析結果	90
8.1	超高強度レーザーを用いた産業市場とそのニーズ	98
8.2	超高強度レーザーによる材料改質装置の市場規模の試算	99
8.3	車両開発から生産・市場までの計測・解析支援市場	101
8.4	従来の計測技術が得意とする領域とコンセプト 2 の事業が狙う領域	102
8.5	企画した計測支援事業 (超高強度レーザーを用いた機能強化) (コンセプト 2) のビジネスモデルキャンパス	104
8.6	記者発表の様子	106
A.1	所属企業の沿革	146
A.2	親会社の技術開発領域における所属企業の位置付け	147
A.3	システム・シンキングによる第 1 期事業の分析	147
A.4	3C 分析による第 1 期事業が収束に至った要因分析	149
A.5	3C 分析による第 2 期事業の妥当性・優位性分析	150
A.6	所属企業における高強度レーザー利用技術開発事業の位置付け	151
A.7	第 2 期事業における研究業績推移	152
A.8	第 2 期事業における受託金額と人工 ^{にんく} の推移	152

表目次

1.1	PEST 分析を用いた自動車産業における課題（過去・現在・未来）	3
1.2	溶射法や熱間等方圧加圧法以外の材料高圧をかける従来技術一覧	7
3.1	実験に使用した超高強度レーザーのパラメータ	31
3.2	X 線解析で使用した BL5S2 の基本性能	32
4.1	単結晶ジルコニアに照射したレーザーパラメータ	43
4.2	図 4.3 の X 線回折プロファイルから計算によって求めた格子間隔 d と格子定数 a	46
4.3	Star2D シミュレーションで用いた各種パラメータ	49
5.1	単結晶ジルコニアに直径 2 mm で照射した時のレーザーパラメータ	56
6.1	単結晶ジルコニアへのレーザー照射条件	66
6.2	計測した速度から求めた圧力一覧	69
6.3	Star2D シミュレーションで圧力変化を評価したときの各種パラメータ	69
7.1	HOPG に直径 2 mm で照射した時のレーザーパラメータ	84
A.1	所属企業の概要	146

第 1 章

序論

本章では序論として本研究の目的，背景について述べる．

1.1 本研究の目的と背景

目的

本研究の目的は，高密度・低温・高圧力状態を超高強度レーザーで発生させ，セラミックスやグラファイトなど機能性材料の改質に関する研究の推進と超高強度レーザーを用いた受託開発事業を創出することである．

技術背景

1996 年から 2006 年まで「レーザー生成プラズマ関連装置開発とその応用（図 1.1 (a) に開発した装置を示す）」を所属企業で行った [1-8]．

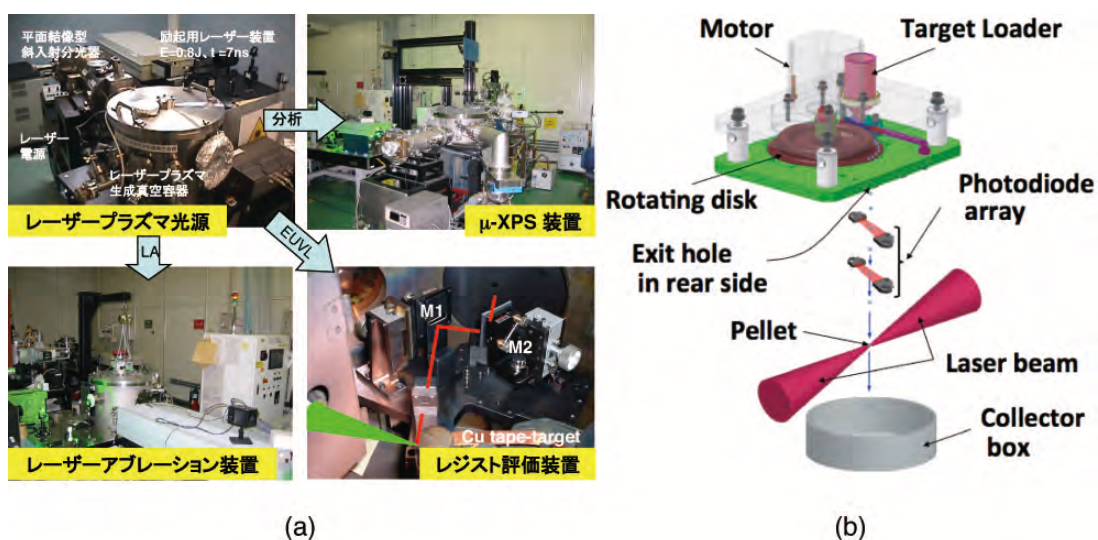


図 1.1. 所属企業が行ってきたパルスレーザー利用装置．(a) 1996 年から 2006 年までに開発されたレーザー生成プラズマ関連装置．(b) レーザー核融合プロジェクトで開発したターゲットインジェクション装置模式図．レーザープラズマ光源開発を起点とし， μ -XPS 装置，レーザーアブレーション装置，レジスト評価装置などを開発してきた．

2010年10月から、光産業創成大学院大学北川特任教授らの「高速点火方式によるレーザー核融合発電の研究プロジェクト（以下、レーザー核融合プロジェクトと略す）」に参画した。レーザー核融合プロジェクトでは、X線放射計測を始めとする計測と実験ツール構築などに携わってきた[9-13]。第1期事業で蓄積してきた技術・経験・知識を活かし「1Hz駆動のターゲットインジェクションシステム開発（図1.1(b)）」などを行ってきた[14-20]。

レーザー核融合技術で用いられる超高強度レーザーによる圧縮技術は、自動車を始めとする産業へ広く応用する可能性が見出されてきた。超高強度レーザーにしかできない「高密度・低温・高圧力状態」を用いたセラミックスやグラファイトなどの機能性材料の改質技術は、自動車産業における未来の材料開発や材料改質に役立つ。

社会的背景

所属企業は自動車に関わる産業を主要事業としている¹⁾。「超高強度レーザーを用いた受託開発事業」を創出するためには、自動車産業そのものの持続的発展・成長が欠かせない。その持続的発展・成長は所属企業の成長につながるだけでなく、本研究への投資（＝事業推進）が促進され、この研究目的を成し遂げることにもつながる。そこで文献[21-23]を参考にし、自動車産業のマクロ的な外部環境課題を考察した。考察にあたっては、高橋宏誠著の「戦略経営バイブル」[24]を参考にし、過去・現在・未来とわけ、PEST分析を行った²⁾。その結果を表1.1に示す。

同表に示すように、過去・現在・未来、それぞれの場面において自動車産業は、政治的・経済的・社会的要因（＝市場動向）に対して最新技術を創出し対応してきた。現在から未来における市場動向の主軸には、「環境」「市場（経済）の急激な変化」「少子高齢化を始めとする人口問題」といった課題が見える。その中でも「環境」に対応する技術の一つとして派生し、現在市場を席卷し始めているハイブリット車³⁾の登場が、自動車産業の変化点になっていると考えられる。その後ユーザ（顧客＝市場）の志向はハイブリット車や電気自動車といった「経済的で且つ、環境にも優しい車」へと変化した。このPEST分析から、自動車産業が今後も持続的な成長をするには、更なる環境要求（ニーズ）に対応する「新しい技術の創出」と「機能性向上に向けた開発」を推進することにあると考えた。

本研究成果により、環境要求に対応するための新しい技術の創出が期待される。本研究成果が実用化（産業利用）されれば、成形時に事前処理するのではなく、成形されたセラミックスやグラファイトなどの機能性材料の任意の箇所に超高強度レーザーを照射するだけで、表面改質が可能となる。

¹⁾ 所属企業の詳細は、「付録3：所属企業で実践してきたレーザーを用いた事業の振り返り」に記す。

²⁾ PEST分析とは、政治的（Political）、経済的（Economic）、社会的（Social）、技術的（Technological）環境の頭文字をとったフレームワーク。

³⁾ ハイブリット車とは、電動機（モーター）と内燃機関（エンジン）の2つの動力源を搭載した車両の総称。その代名詞の車両としてプリウスが挙げられる。

表 1.1. PEST 分析を用いた自動車産業における課題（過去・現在・未来）.

	過去	現在	未来
政治的要因 (Political)	<ul style="list-style-type: none"> ・車両生産制限 ・輸入車制限 ・排ガス規制 	<ul style="list-style-type: none"> ・エコカー減税 ・エコカー補助金 	<ul style="list-style-type: none"> ・地球温暖化による諸外国での排気ガス規制の強化 ・保護主義または自由主義による関税の変動 ・重大事故による規制や罰則の強化
経済的要因 (Economical)	<ul style="list-style-type: none"> ・高度経済成長 ・オイルショック ・貿易摩擦 	<ul style="list-style-type: none"> ・外為変動 	<ul style="list-style-type: none"> ・中国市場の失速 ・外為市場の急激な変動 ・新興国における購買力の拡大
社会的要因 (Social)	<ul style="list-style-type: none"> ・平均年収の増加 ・人口の増加 	<ul style="list-style-type: none"> ・国内人口の減少 ・不況 ・給与増加の停滞 ・若者の自動車離れ ・エコカーブーム 	<ul style="list-style-type: none"> ・国内人口の減少 ・世界人口の増加 ・人口の都市集中による交通渋滞の激化 ・資源の枯渇 ・消費者のニーズや志向の変化
技術的要因 (Technological)	<ul style="list-style-type: none"> ・燃費の良い車 ・排気ガスが綺麗な車 	<ul style="list-style-type: none"> ・エネルギー源の転換 ・ハイブリット車 ・電気自動車 ・クリーンディーゼル ・衝突安全 	<ul style="list-style-type: none"> ・クリーンディーゼル ・電池技術の革新 ・プラグインハイブリッド車 ・電気自動車 ・衝突安全の強化 ・自動運転技術の更なる深化（進化）

また本研究の目的にある，自動車用燃料電池や酸素センサーなどで用いられている機能性材料であるセラミックスやグラファイトに，高密度・低温・高圧力状態を超高強度レーザーで発生させ改質する技術の研究推進が，自動車産業の今後も持続的な成長につながる．そしてこの研究成果は，機能性材料の更なる機能性向上をさせるための技術へとつながる．本研究により超高強度レーザーによる表面改質に関する産業応用が拓ける．

1.2 超高強度レーザーによる材料改質技術と従来技術との比較

本節では、超高強度レーザーによる材料改質技術と従来技術による改質技術との比較について述べる。

1.2.1 本研究で用いる超高強度レーザー

ここで、本研究で用いる超高強度レーザーについて説明する。近年、レーザー光のピークパワーは、レーザー技術の進歩により益々増大してきている。高いピークパワーを得るために、大きいエネルギーを持つ短パルス光を発生しなければならない。そこで、高ピークパワーのパルス光を発生させる手法としてチャープパルス増幅を用いたレーザー増幅システムが提案された [25]。

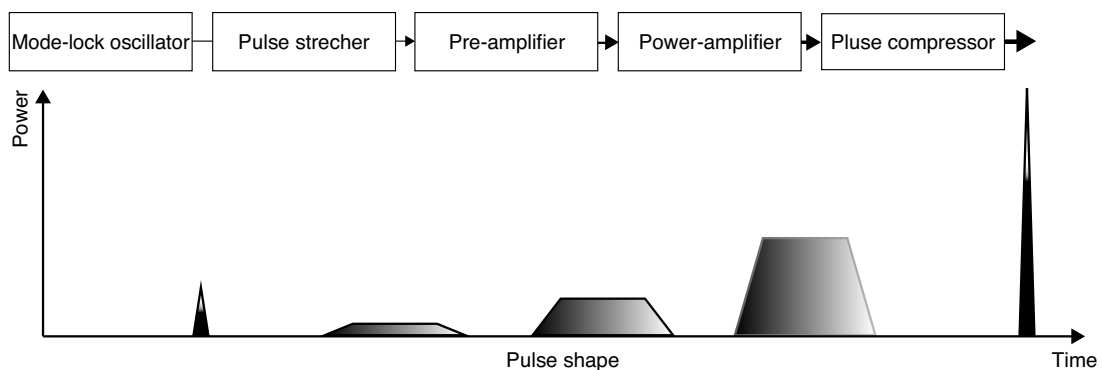


図 1.2. チャープパルス増幅を用いた代表的な超高強度レーザーシステムの構成とパルス幅。チャープパルス増幅を用いた代表的な超高強度レーザーシステムの構成は、パルス幅が数十フェムト秒のレーザーパルスをパルス拡張器により数百ピコ秒から数ナノ秒まで伸長される。そのレーザーパルスは、再生増幅器や多重パス増幅器を用いた前置増幅器と主増幅器により増幅され、パルス圧縮される。超高強度レーザーは、このようなシステム構成を用いることにより、パルス幅が数十フェムト秒の超短パルスで、数百 GW から数十 TW のピークパワーが達成される。

図 1.2 にチャープパルス増幅を用いた代表的な超高強度レーザーシステムの構成を示す。代表的な超高強度レーザーシステムでは、パルス幅が数十フェムト秒のレーザーパルスをパルス拡張器により数百ピコ秒から数ナノ秒まで伸長される。そのレーザーパルスは、再生増幅器や多重パス増幅器といった増幅器を用い複数回にわけて増幅される。増幅されたレーザーパルスは、真空容器内に配置されたパルス圧縮機で圧縮される。超高強度レーザーシステムは、このようなシステム構成を用いることによってパルス幅が数十フェムト秒の超短パルスで、数百 GW から数十 TW のピークパワーが達成される [26, 27]。

このレーザー光を直径数ミクロンサイズまで集光することによって、 $I_L = 10^{19} \text{ W cm}^{-2}$ を超えるレーザー照射強度を得ることができる。この照射強度のレーザー光を物質に照射すると、光と物質との相互作用により相対論的な現象が起き、レーザー粒子加速をはじめとする様々な物理研究が行われている [28–30]。

超高強度レーザーが小型になれば、基礎物理研究のみならずレーザープロセッシングのような産業応用への発展も期待されている。しかし、超高強度レーザーはこの分野において最近使われだしたところであり、その効能についてまだ知られていない。必ずしも、レーザー照射強度が $I_L = 10^{19} \text{ W cm}^{-2}$ を超える相対論的な領域でなくても、超高強度レーザーが持つ超高強度並びに超短パルスの特徴を用いることによって、新たな産業応用の可能性が期待される。本研究では、超高強度レーザーを用いた機能性材料の改質技術に関する基礎研究を始めた。

1.2.2 超高強度レーザーによる改質技術が目指す領域

図 1.3 に、超高強度レーザーで生成される物質の圧力と温度との関係を示す。

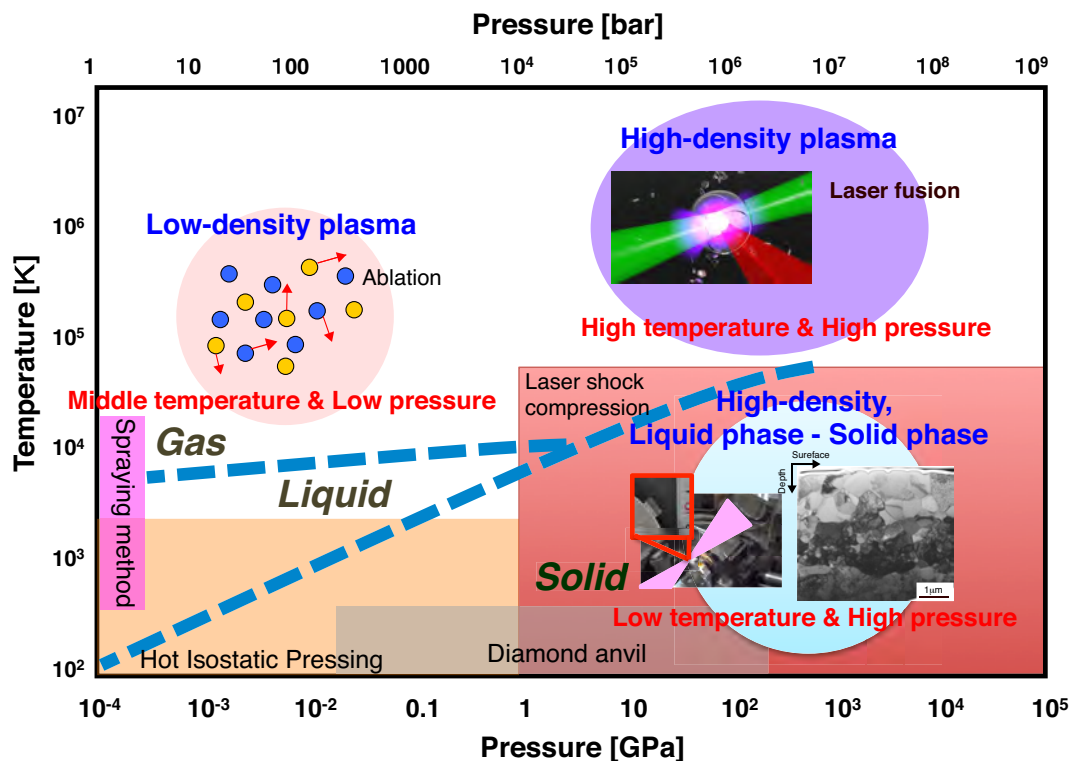


図 1.3. 超高強度レーザーによって期待される材料領域における産業応用。超高強度レーザーを用いた材料領域における産業応用は、アブレーションのような低密度・中温・低圧力状態を利用する表面加工技術や、レーザー核融合をはじめとする高密度・高温・高圧力状態を利用する極限材料技術、そして、高密度・低温・高圧力状態において相転移や液相・固体相の状態変化を用いた技術などが挙げられる。本研究では、超高強度レーザーを材料に照射して高密度・低温・高圧力状態を生成し、その材料を改質する技術の産業応用を目指した研究を実施している。

同図の横軸は物質へ印加される圧力，縦軸は物質の温度を示している．超高強度レーザーを用いた材料領域における産業応用には，アブレーションのような低密度・中温・低圧力状態を利用する表面加工技術や，レーザー核融合をはじめとする高密度・高温・高圧力状態を利用する極限材料技術，高密度で低温・高圧力状態において相転移や液相・固体相の状態変化を用いた技術が挙げられる．

超高強度レーザー光を被加工材に照射すると，アブレーションによる反作用またはレーザー光圧力によって衝撃波が発生する．本研究が狙う領域は，その衝撃波は被加工材表面とその内部に数 TPa の超高圧力状態を発生させ，改質に至る．本研究が狙う領域はそこであって，機能性材料に超高強度レーザー照射して「高密度・低温・高圧力状態」を起こし材料（表面）を改質する技術である．

1.2.3 従来技術との比較

研究を開始するにあたり従来技術との比較を行った．図 1.3 に示すように材料へ圧力を加える従来技術として，溶射法（Spraying method），熱間等方圧加圧法（Hot Isostatic Pressing），ダイヤモンド・アンビル（Diamond anvil）法が挙げられる．


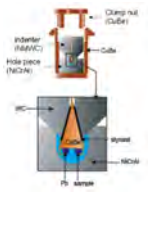
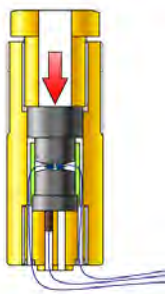

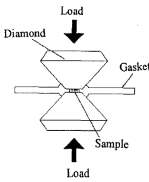
溶射法は，被加工材に溶射材（熱源に燃焼炎やプラズマなどを用いて，材料（溶射材）を液滴化して高速ガス流など）を加熱し吹き付け，皮膜形成加工する方法である．被加工材に対して加えられる圧力は ~ 0.1 MPa 程度である [31]．熱間等方圧加圧法は，数 $100 \sim 2000$ °C の高温と数 $10 \sim 200$ MPa の等方的な圧力を被加工材に同時に加えて処理する方法である．同方法では，アルゴンなどのガスを圧力媒体として被加工材に等方的な圧力が加えられる [32, 33]．

溶射法や熱間等方圧加圧法以外に，表 1.2 に示すような高圧を発生する方法も報告されている [34–37]．特に，ダイヤモンド・アンビル法を用いることにより 200 GPa の圧力を被加工材へ印加することも可能となってきた．

一方，被加工材への圧力を加える加工方法としてレーザーピーニングがある．この基本原理は，水中に配置した材料に蒸発しきい値の高いパルスレーザーを照射するものである．被加工材表面を冷間加工することにより，圧縮残留応力と加工硬化層を形成する技術であり，その時に被加工材に加えられる圧力は，数 GPa に達している [38]．ナノ秒，ピコ秒，フェムト秒のパルス幅を有するレーザーを用いた研究が数多く行われている [39–43]．

近年，フェムト秒レーザーによる材料改質が報告されている．その特徴は，非熱（温度上昇させることなく）で，材料中の高エネルギー密度状態の形成を行うことができることにある [44]． $I_L = 1 \times 10^{16}$ W cm² のフェムト秒レーザーやサブミリジュールのフェムト秒レーザーを用い，シリコン内部で塑性変形や鉄系材料のナノ結晶に変更したと報告している [45–48]．

表 1.2. 溶射法や熱間等方圧加圧法以外の材料高圧をかける従来技術一覧 .

名称	ピストン・シリンダー・セル [34]	インデーター・セル [35]	ブリッジマン・アンビル・セル [36]	キュービック・アンビル・セル [36]	ダイヤモンド・アンビル・セル [37]
模式図					
方法	金属製のピストンとシリンダーに試料と圧力伝達液体を挟んで加圧する	中心に穴の開いた Ni-Cr-Al 合金製ブロックにあげた穴に液体の圧力媒体を満たし、先端部分に試料を取り付けた非磁性タングステン鋼を差し込み、この状態からプレス機で加圧することによって変形させて加圧する	圧力発生原理はダイヤモンド・アンビル・セルと類似しているが、ダイヤモンド以外の様々な硬い材料がアンビルとして利用することが可能で試料空間を大きく取れる利点がある	6つの金属アンビルで試料を3方向から挟んで等方的に加圧する	2つのダイヤモンド(アンビル)で試料を挟んで加圧する(微小試料であれば200 GPa以上の圧力を加圧することが可能)
到達圧力 [GPa]	2	5	8	8~10	200~

本研究は、レーザーピーニングと異なり被加工材表面とその内部に数 TPa の高密度・低温・高圧力状態が付与することができる。この圧力は従来技術では与えられないものであり、セラミックス系材料では行われていない。特に、超高圧力を瞬間的に発生させ被加工材料に付与することが超高強度レーザーによる材料改質の特徴である。

事前処理なしに成形されたセラミックスやグラファイトなどの機能性材料(部品)の任意の箇所に超高強度レーザーを照射するだけで、改質が可能となるであろうことを示したのが本研究である。本研究により超高強度レーザーによる改質に関する産業応用の道が拓かれる。

各章の概略を述べるとまず所属企業が保有する技術(シーズ)を活用できるか整理するために、第2章に所属企業が実施してきたレーザー利用事業について事項の整理を行った。第3章から第7章で、機能性材料であるセラミックス系材料(YSZ: yttria-stabilized zirconia 単結晶イットリア安定化ジルコニア)とグラファイト系材料(HOPG: highly oriented pyrolytic graphite 高配向熱分解黒鉛)の超高強度レーザーを用いた改質を行ったことを記述した、これが本論文の主要部をなす。超高強度レーザーを用いた受託開発事業の創出を目指して二つの新しい事業を企画したことを第8章に述べる。第9章は結論である。

第 1 章の参考文献

- [1] 西村靖彦, et al., 縮小露光リソグラフ用レーザープラズマ軟 X 線光源の開発. 表面科学, Vol. 29, No. 3, pp. 173–179, 1999.
- [2] 西村靖彦, et al., EUV リソグラフィ用光源装置の開発. レーザー研究, Vol. 29, No. 10, pp. 659–663, 2001.
- [3] H. Azuma, et al., Debris from tape-target irradiates with pulsed YAG laser. *Applied Surface Science*, Vol. 197-198, pp. 224–228, 2002.
- [4] 西村靖彦, et al., テープターゲットを用いたレーザープラズマ EUV 光源による光電子分光装置の開発. レーザー研究, Vol. 32, No. 12, pp. 799–805, 2004.
- [5] N. Yamaguchi, et al., Development of photoelectron microscope with compact X-ray source generated by line-focused laser irradiation. *J. Plasma Fusion Res.*, Vol. 81, No. 5, pp. 391–395, 2005.
- [6] N. Yamaguchi, et al., Development of X-ray photoelectron microscope with a compact X-ray source generated by line-focused laser irradiation. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*, Vol. 144-147, pp. 1183–1186, 2005.
- [7] Y. Takemura, et al., Development of μ -XPS system for 6 nm X-ray. *Proc. 8th Int. Conf. X-ray Microscopy IPAP Conf. Series*, Vol. 7, No. 65-67, 2006.
- [8] Y. Nishimura, et al., T. Hara. Development of 50 Hz laser-produced plasma soft X-ray source using tape-target. *Proc. 8th Int. Conf. X-ray Microscopy IPAP Conf. Series*, Vol. 7, pp. 148–150, 2006.
- [9] Y. Kitagawa, et al., Fusion Using Fast Heating of a Compactly Imploded CD Core. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 108, 155001, 2012.
- [10] Y. Kitagawa, et al., Hi-rep. Counter-Illumination Fast Ignition Scheme Fusion. *Plasma Fusion Res.*, Vol. 8, 3404047, 2013.
- [11] Y. Mori, et al., 1 Hz fast-heating fusion driver HAMA pumped by a 10 J green diode-pumped solid-state laser. *Nuclear Fusion*, Vol. 53, No. 7, 073011, 2013.
- [12] 森 芳孝, et al., 導体励起固体レーザーで構成される繰返し 1 Hz 級レーザー核融合ドライバー HAMA. *The Review of Laser Engineering*, Vol. 42, No. 2, pp. 154–159, 2014.

- [13] Y. Kitagawa, et al., Direct Heating of a Laser-Imploded Core by Ultraintense Laser-Driven Ions. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 114, 195002, 2015.
- [14] O. Komeda, et al., First demonstration of laser engagement of 1-Hz-injected flying pellets and neutron generation. *Scientific Reports*, Vol. 3, 02561, 2013.
- [15] O. Komeda, et al., Target Injection and Engagement for Neutron Generation at 1 Hz. *Plasma Fusion Res.*, Vol. 8, 1205020, 2013.
- [16] 西村靖彦, et al., ”小特集 高繰り返しレーザー核融合実験の現状と展望” 「連続ターゲットインジェクションおよびターゲット製造技術」. *J. Plasma Fusion Res.*, Vol. 91, No. 8, pp. 544–547, 2015.
- [17] Y. Mori, et al., Upgrade of repetitive fast-heating fusion driver HAMA to implode a shell target by using diode pumped solid state laser. *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 688, No. 1, 012070, 2016.
- [18] Y. Kitagawa, et al., Progress toward a unified kJ-machine CANDY. *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 688, No. 1, 012049, 2016.
- [19] K. Ishii, et al., Target Monitoring and Plasma Diagnosis using 2ω probe beam for CANDY. *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 688, No. 1, 012036, 2016.
- [20] R. Hanayama, et al., Repetitive Solid Spherical Pellet Injection and Irradiation toward the Repetitive-mode Fast-Ignition Fusion miniReactor CANDY. *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 688, No. 1, 012026, 2016.
- [21] 戦後 50 年 日本自動車産業史 ダイジェスト版. pp.30-31, 社団法人 日本自動車工業会, 1995.
- [22] 経済産業省 製造産業局自動車課. 自動車産業戦略 2014. p.22, 2014.
- [23] 経済産業省 製造産業局自動車課. 次世代自動車戦略 2010. p.11, 2010.
- [24] 高橋宏誠. 戦略経営バイブル. pp.75–90, PHP 研究所, 2010.
- [25] D. Strickland and G. Mourou, Compression of amplified optical pulses, *Opt. Commun.*, **56**, 219–221, 1985 .
- [26] 阪部周二 . テーブルトップ超短パルス超高強度レーザー . レーザー研究 第 25 巻 第 12 号, pp. 855–863, 1997.
- [27] 大道博行 . 超短パルス超高強度レーザーと物質との相互作用 . レーザー研究 第 31 巻 第 11 号, pp. 698–706, 2003.
- [28] 田島俊樹 . 超高強度レーザーと相対論工学 . レーザー研究 第 31 巻 第 11 号, pp. 707–710, 2003.
- [29] 近藤公伯 . レーザープラズマ研究と最新レーザー技術 . *J. Plasma Fusion Res.* Vol. 83, No. 7 pp.619–123, 2007.

- [30] 北川米喜, 野田 章 . 超高強度レーザーのもたらす可能性 . *J. Plasma Fusion Res.* Vol. 86, No. 10, pp. 582–588, 2010.
- [31] 福本昌宏, M. I. Boulos, 金属間化合物基複合皮膜の作成にたする高周波プラズマ溶射法の活用, *J. Japan Inst. Metals*, Vol. 56, No. 6, pp. 678–683, 1992.
- [32] 西藪和明, et al., マイクロおよびサブマイクロ銅粉末射出成形体の脱脂・焼結挙動日本機械学会論文集 (A 編) 79 巻 807 号, 1593-1603, 2013.
- [33] 高温・高圧利用技術 熱間等方圧加工法,
<http://www.kobelco.co.jp/products/ip/technology/hip.html> (2016.1.11)
- [34] 穴戸寛明, 大貫惇睦, ピストンシリンダー型圧力セルを用いた圧力誘起超伝導体の研究, 大阪大学低温センターだより, Vol. 134, pp. 10–17, 2006.
- [35] 北海道大学 大学院理学院 物性物理学専攻 強相関電子磁性研究室, インデントセルを用いた高圧下電気抵抗・交流帯磁率測定.
<http://phys.sci.hokudai.ac.jp/LABS/kyokutei/vlt/research/indenter.htm> (2016.1.11)
- [36] ロックゲート株式会社, 製品資料 . 物性測定用高圧セル.
<http://www.rockgateco.com/html/rockgate/pressurecell.htm> (2016.1.11)
- [37] 赤浜裕一, 川村春樹, ダイヤモンドアンビルセルの超高圧発生技術 : 静的圧力発生限界への挑戦, 高圧力の科学と技術, Vol. 19, No. 4, pp. 248–255, 2009.
- [38] 佐野雄二, レーザープロセッシング応用便覧 レーザー学会編 第 4 章 マイクロレーザープロセッシング 8. レーザーピーニング, エヌジーティー, pp. 228–234, 2006.
- [39] P. Peyre, et al., Laser shock processing of aluminium alloys. application to high cycle fatigue behaviour. *Mat. Sci. Eng. A*, Vol. 210, No. 102-113, 1996.
- [40] Y. Sano, et al., Residual stress improvement in metal surface by underwater laser irradiation. *Nucl. Instrum. and Methods. Phys. Res. B*, Vol. 121, pp. 432–436, 1997.
- [41] D. W. See, et al., The air force manufacturing technology laser peening initiative. *Surf. Eng.*, Vol. 18, pp. 32–36, 2002.
- [42] 松本康太郎, et al., レーザピーニング作用に及ぼすパルス幅の影響. レーザ加工学会誌, Vol. 17, No. 4, pp. 200–206, 2010.
- [43] H. Nakano, et al., Femtosecond and nanosecond laser peening of stainless steel. *J. Laser Micro/Nanoengineering*, Vol. 5, No. 2, pp. 175–178, 2010.
- [44] J P Cuq-Lelandais, et al., Spallation generated by femtosecond laser driven shocks in thin metallic targets. *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol. 42, No. 6, 065402, 2009.

-
- [45] M. Tsujino, et al., Quenching of high-pressure phases of silicon using femtosecond laser-driven shock wave. *The Review of Laser Engineering*, Vol. 36 (2008), No. APLS, pp. 1218–1221, 2008.
- [46] M. Tsujino, et al., Formation of high-density dislocations and hardening in femtosecond-laser-shocked silicon. *Applied Physics Express*, Vol. 5, No. 2, 022703, 2012.
- [47] T. Matsuda, et al., Femtosecond laser-driven shock-induced dislocation structures in iron. *Applied Physics Express*, Vol. 7, No. 12, 122704, 2014.
- [48] T. Matsuda, et al., Multiple-shocks induced nanocrystallization in iron. *Appl. Phys. Lett.* **105**, 021902, 2014.

第 2 章

所属企業のレーザーを用いた事業系譜から見えるコア技術

2.1 はじめに

研究を推進するために、まず、所属企業が所有するレーザー用いた技術を明らかにする必要がある。本章では、所属企業におけるレーザーを用いた事業（技術）の系譜を辿り、本研究の推進に活用する技術などを明らかにすることを試みた。

所属企業が 1996 年から実施してきたレーザーを用いた研究・開発事業の系譜を辿り分析した結果、技術者（著者）に蓄積された技術及び企業全体に蓄積された技術、知識（ノウハウ）（暗黙知）がそれぞれ形式化され明らかとなった。次に、レーザー核融合実現に向けた「ターゲットインジェクション技術の安定化」を通じて得られた技術を明確にした。所属企業が今までに実施してきたのは、レーザー関連事業で培った装置開発技術と計測支援技術である。第 2 期事業の「超高強度レーザーによる機能性材料の改質」を実施していくためには、その経験を活かすことが重要であることが明らかになった。以下に詳細を述べる。

2.2 所属企業のレーザーを用いた事業系譜

図 2.1 に所属企業でのレーザーを用いた事業の系譜を示す。同図に示すように、レーザーを用いた研究・開発事業を 1996 年から行ってきた。以下の項において、図 2.1 に示す第 1 期事業と第 2 期事業の系譜を辿った。第 2.2.1 項では、第 1 期（1996 年から 2006 年まで）の「レーザー生成プラズマ関連装置開発事業」について述べる。第 2.2.2 項では、第 2 期（2010 年から）に実施している「高強度レーザー利用に関する受託事業」について述べる。

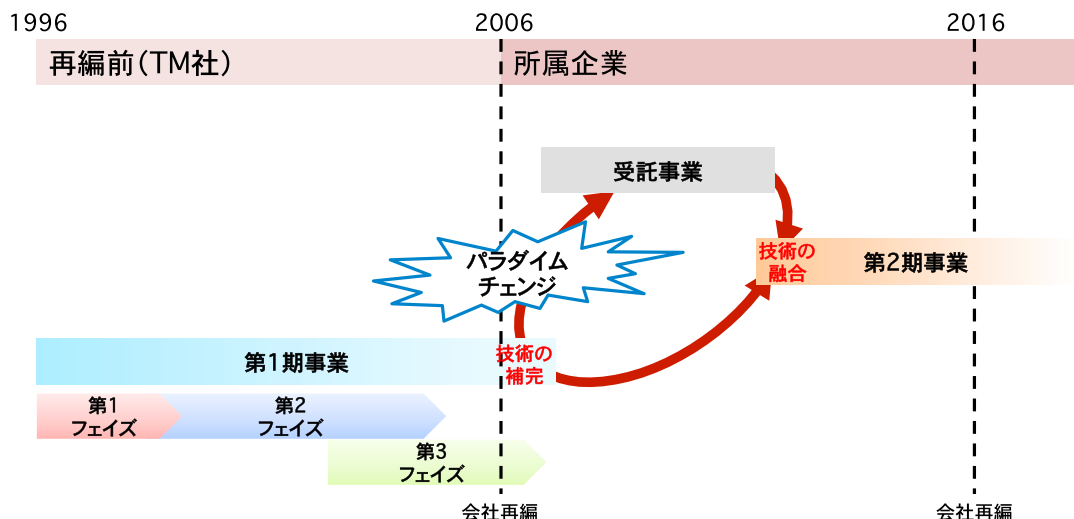


図 2.1. 所属企業のレーザーを用いた事業の系譜．所属企業では約 20 年に渡ってレーザーを用いた研究開発事業を行っている．1996 年から 2006 年までの第 1 期事業と，2010 年からの第 2 期事業である．

2.2.1 第 1 期事業：レーザー生成プラズマ関連装置開発

第 1 期事業の系譜

図 2.2 に 1996 年から 2006 年に所属企業に再編される前の TM 社¹⁾において実施した「レーザー生成プラズマ関連装置開発とその応用」(以下，第 1 期事業と略す)に関する研究開発系譜を示す．同図に示すように第 1 期事業では 1996 年 4 月から 2006 年 9 月まで，レーザー生成プラズマ関連装置開発を行ってきた．同事業は [第 1 フェイズ：X 線レーザー開発]，[第 2 フェイズ：軟 X 線光源装置開発] そして [第 3 フェイズ：軟 X 線応用] と三つのフェイズにわけられ，公的資金と自社開発資金を基に行われた．以下に各フェイズごとの概要と成果を記す．

[第 1 フェイズ：X 線レーザー開発]

著者は所属企業より特命を受け，1996 年 4 月から 1997 年 5 月まで豊田工業大学に派遣された．著者は同大学で行われた「小型 X 線レーザー発振装置」の新技术コンセプト・モデル化推進事業²⁾において，パルスレーザーの産業応用を目指した研究開発に携わった．この研究開発において，カスタマイズされたパルス・レーザーの制御技術，レーザー生成プラズマに関する基礎技術，X 線ストリークカメラなどの特殊な計測装置の利用技術を得た．また 4 件の特許を出願し，波長 15.47 nm の X 線レーザーを繰返して発生させることに成功した [1]．

¹⁾ TM 社：1990 年 12 月に所属企業の親会社の計測ツール試作部門がカーブアウトして設立された会社である．

²⁾ 当時，豊田工業大学の副学長であられた佐田登志夫先生，教授原民生先生が科学技術振興事業団（現：国立研究開発法人 科学技術振興機構）から受託した研究開発プロジェクト．

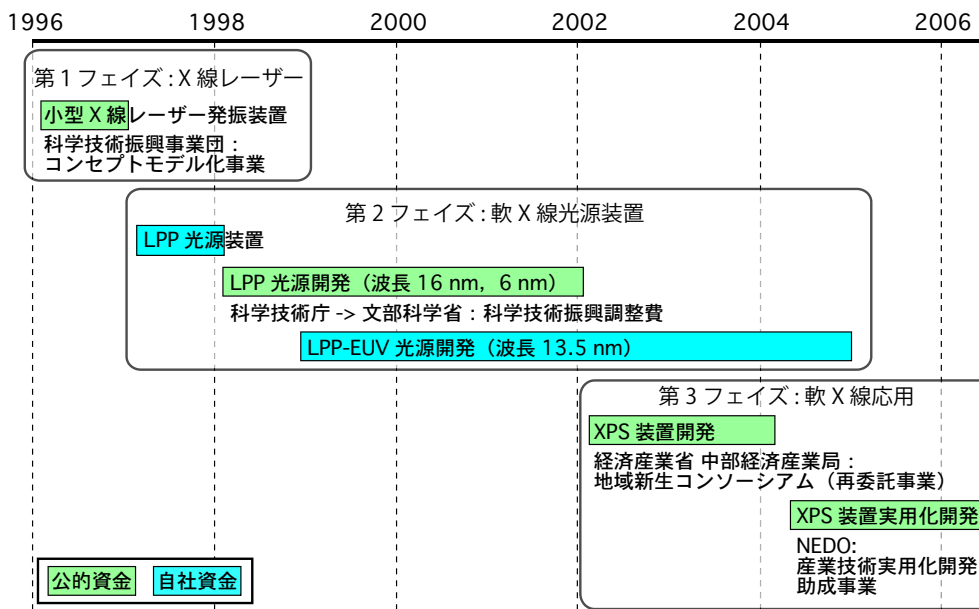


図 2.2. 第 1 期 (1996 年から 2006 年) の研究開発系譜。この研究開発は 2006 年 4 月に所属企業に再編される前の TM 社において実施した研究開発である。同社におけるレーザー生成プラズマ関連装置の研究開発は、公的資金と自社開発資金によって約 10 年に渡って行われてきた。なお同図において、レーザー生成プラズマを LPP (LPP: Laser Produced Plasma) と略記した。

[第 2 フェイズ: 軟 X 線光源装置開発]

1997 年 3 月から 1998 年 3 月まで、前述研究プロジェクトで得られた技術を産業へ応用することを目指し、社内研究プロジェクトとして「レーザー生成プラズマ光源開発」を実施。1998 年から 2003 年まで、当時の科学技術庁 (現: 文部科学省) 科学技術振興調整費「顕微光電子分光法による材料・デバイスの高度分析評価技術に関する研究」研究プロジェクトの一員としてレーザー生成プラズマ光源開発を実施した。

上記期間と並走するように 1999 年から 2005 年において、TM 社において同光源技術の産業応用研究が行われた。そのひとつとして「レーザー生成プラズマ光源を用いた EUV³⁾光源開発」の研究を実施した。このフェイズにおいて、真空環境下の駆動機構、X 線計測技術、フィルター製作技術などを得た。これら技術を用い、単色化した波長 16 nm と波長 6 nm の軟 X 線を繰返して発生させた [2, 3]。



図 2.3. 製品化したレーザー生成プラズマ光源装置。高分子フィルムとアルミニウムなどの金属箔をラミネート形成したテープターゲット技術を開発し、10 Hz で数十分間連続してレーザー生成プラズマ生成 X 線を供給できる装置を開発した。

³⁾ 極端紫外光: Extreme ultraviolet の略。EUV 光は、波長 13.5 nm の EUV 光を用いた次世代リソグラフィ技術: EUVL (lithography) で注目されている。

また第 1 フェイズ、第 2 フェイズの研究開発を実施したことにより、以降の研究プロジェクトにおける基盤技術となった「テープターゲット技術」を構築した。当時、10 Hz で数十分連続してレーザー生成プラズマから放射される X 線を安定して生成する装置を開発 (図 2.3 参照) . [4-7]

[第 3 フェイズ：軟 X 線応用]

所属企業が第 2 フェイズにおいて蓄積してきた装置化技術と共同研究先であった豊田工業大学のレーザー光の線集光 (多重焦線レンズ) 技術を融合し、2002 年 4 月から 2004 年 3 月まで、経済産業省 中部経済産業局、地域新生コンソシアム事業 (公益財団法人 中部科学技術センターを管理法人) において「線集光型 X 線源を用いた高分解能光電子顕微鏡 (XPS: X-ray photoelectron scopy) 装置の開発」を TM 社が再委託先となった。同事業では、50 Hz で動作するレーザー生成プラズマ光源開発を行った。更に同研究成果を基に、2004 年 7 月から 2006 年 6 月まで、NEDO (国立研究開発法人 新エネルギー・産業技術総合開発機構) の産業技術実用化助成事業において「レーザープラズマ EUV 光源を用いた高分解能光電子顕微鏡装置」事業を実施した。

特に、第 3 フェイズでは第 1・第 2 フェイズの成果を基に図 2.4 に示す材料・デバイスメーカーや各半導体関連メーカーの研究室や実験室等で簡単に高輝度パルス X 線を発生させ、欠陥検査や不純物検査を高分解能で出来る高分解能光電子顕微鏡装置の実用化研究へ導入した [8-11] .

第 1 期事業期間を通じて上述のような技術開発 (ノウハウ・技術の蓄積) や装置開発研究を行った。そのみならず 5 年間の科学技術振興調整費の研究プロジェクトにおいて、産学連携の礎を築いた。これらの研究成果として「テープターゲット駆動装置」「レーザー生成プラズマ光源」「X 線エネルギー評価装置」などの研究ツールを大学や企業の研究機関から受注し納品も行った。その後、第 1 期事業は TM 社が所属企業に 2006 年 4 月に再編されたことを契機に、2006 年 9 月に同事業は収束した。

このように第 1 期事業における開発系譜が、第 1 フェイズから第 3 フェイズの 3 つの開発段階に分かれていたことを明らかにした。次に、この事業において、どのような技術が所属企業に蓄積されたのか以下に述べる。

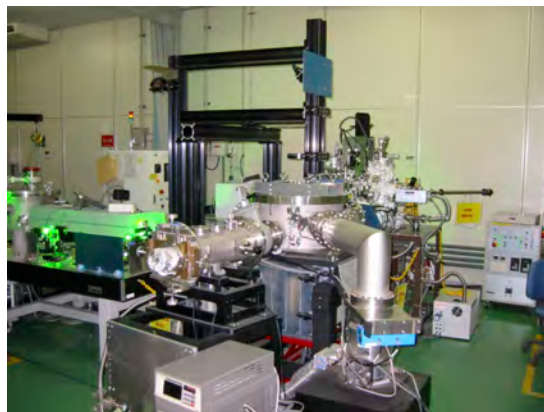


図 2.4. 実用化したレーザープラズマ EUV 光源を用いた高分解能光電子顕微鏡装置。50 Hz 運転できるテープターゲット駆動装置を開発し、波長 6 nm と 16 nm の EUV 光を発生させ、それを光源とし、半球型エネルギー計測装置を組み込んだ高分解能光電子顕微鏡装置を開発した。

第1期事業の技術系譜

第1期事業における開発系譜を基に、第1期事業でどのような技術が蓄積されたのかを整理した。図2.5に蓄積されてきた技術の系譜を示す。

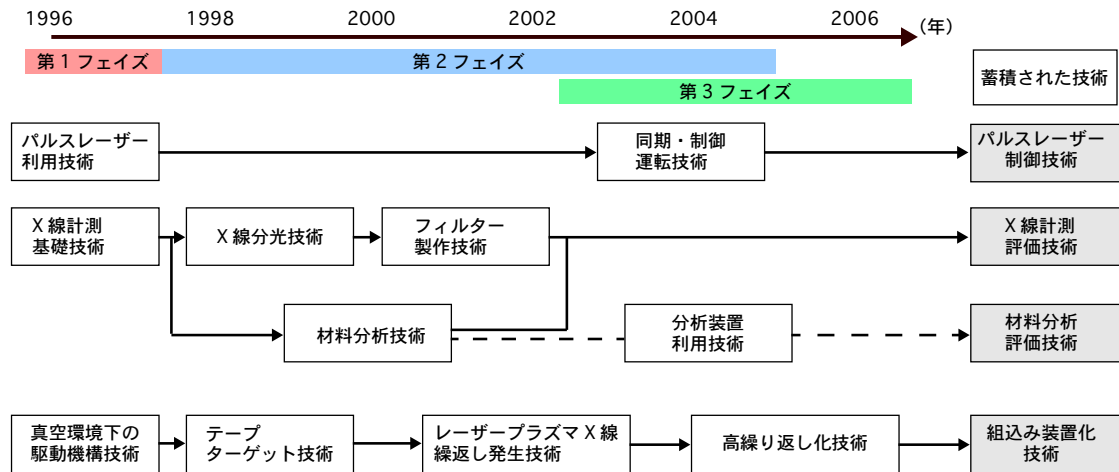


図2.5. 所属企業に蓄積されたレーザー利用技術の系譜。第1フェイズで「パルスレーザー利用技術」と「X線計測基礎技術」と「真空環境下の駆動機構技術」の3つの礎となる基盤技術を得た。それぞれの基盤技術は、第2フェイズ、第3フェイズと事業を実施していったことにより「パルスレーザー制御技術」「X線計測評価技術」「材料分析評価技術」「組み込み装置化技術」の4つの技術が所属企業に蓄積された。

同図に示すように、所属企業では第1フェイズで「パルスレーザー利用技術」と「X線計測基礎技術」と「真空環境下の駆動機構技術」の3つの礎となる技術を得た。「パルスレーザー利用技術」は、第2フェイズから第3フェイズにおいて自動車制御技術を活用した「同期・運転制御技術」を取り入れた制御技術を確立し、「パルスレーザー制御技術」となった。「X線計測基礎技術」は、「X線分光技術」と「材料分析技術」へと分化した。前者は、「フィルター製作技術」を経て「X線計測評価技術」となった。後者は、「分析装置利用技術」を経て「材料分析評価技術」となった。そして「真空環境下の駆動機構技術」は、「テープターゲット技術」、「レーザープラズマX線繰返し発生技術」、「高繰返し化技術」を経て「組み込み装置化技術」へと、それぞれ進化して行ったことを明らかにすることができた。

第1期事業で得られた技術を整理した結果、技術者個人に蓄積された技術と経験（ノウハウ）（暗黙知）を形式化した。また、所属企業に「パルスレーザー制御技術」「X線計測評価技術」「材料分析評価技術」「組み込み装置化技術」の4つの技術が蓄積されていることも形式化した。この4つの技術が、以下に記す第2期事業の基盤技術へとつながっていった。

2.2.2 第 2 期事業：高強度レーザー利用に関する研究開発支援

2006 年 4 月以降，所属企業では車両開発（支援）事業を中心とした受託事業を実施してきた．2008 年ごろ，親会社において「高強度レーザー利用に関する研究開発」のニーズが生まれた．そこで，2010 年よりそのニーズに対応するために所属企業では第 2 期事業の実施形態を受託事業を立上げ，高強度レーザー利用に関する研究開発支援（以下，第 2 期事業と略す）を開始した．第 2 期事業は，所属企業（再編前の TM 社）が第 1 期事業で蓄積した技術があったからこそ，受託することができた．この事業は現在も継続している．

第 2 期事業において，レーザー核融合実現に向けた「ターゲットインジェクション技術の安定化」と「超高強度レーザーによる機能性材料の改質」に関する事業を実施している．レーザー核融合実現に向けた「ターゲットインジェクション技術の安定化」は第 2.2.3 項に事業実践してきた成果を具体的に述べたものである．後者の「超高強度レーザーによる機能性材料の改質」は本論文における研究として，第 3 章から第 7 章で，それぞれ詳細に述べる．

2.2.3 ターゲットインジェクション技術の安定化

本項では，第 2 期事業のひとつとして実施したレーザー核融合実現に向けた「ターゲットインジェクション技術の安定化」について述べる．なおこの事業は，高速点火方式によるレーザー核融合発電の研究プロジェクト（以下，レーザー核融合プロジェクトと略す）において実施している．

プロジェクトで開発したターゲットインジェクション装置

レーザー核融合の点火実証は，米国の国立点火施設 (National Ignition Facility) などで研究が進められている [12–16]．エネルギーが kJ（キロジュール）や MJ（メガジュール）の大出力レーザー光を用い，静止させたターゲットに対して”シングルショット”による高密度爆縮と高効率の中性子発生等を行っているため，現状 1 日あたり数ショットで研究が行われている．しかし実際のレーザー核融合炉においては，数 Hz～数十 Hz 運転を行うことが必要であり，反応炉内にターゲットを連続射出させる技術と照射制御技術が求められている．

一方，レーザー核融合プロジェクトでは，米田らの論文に示されるように，図 2.6 (a) に示すターゲットインジェクション装置を開発し，1 Hz で連続して直径 1 mm のターゲットをレーザー照射空間に射出し高強度レーザーを照射することに成功した [17, 18]．図 2.6 (a) に示す開発したターゲットインジェクション装置は，ターゲット供給部 (Target loader) からターゲットが回転制御された回転円板 (Rotating disk) の搬送穴に一つずつ供給され，同円板のターゲットが装填された穴が射出部 (Exit hole) に搬送されたときに，ターゲットが 1 Hz で自由落下する基本構造となっている．レーザー照射空間に自由落下するターゲットは，複数個の光電センサー

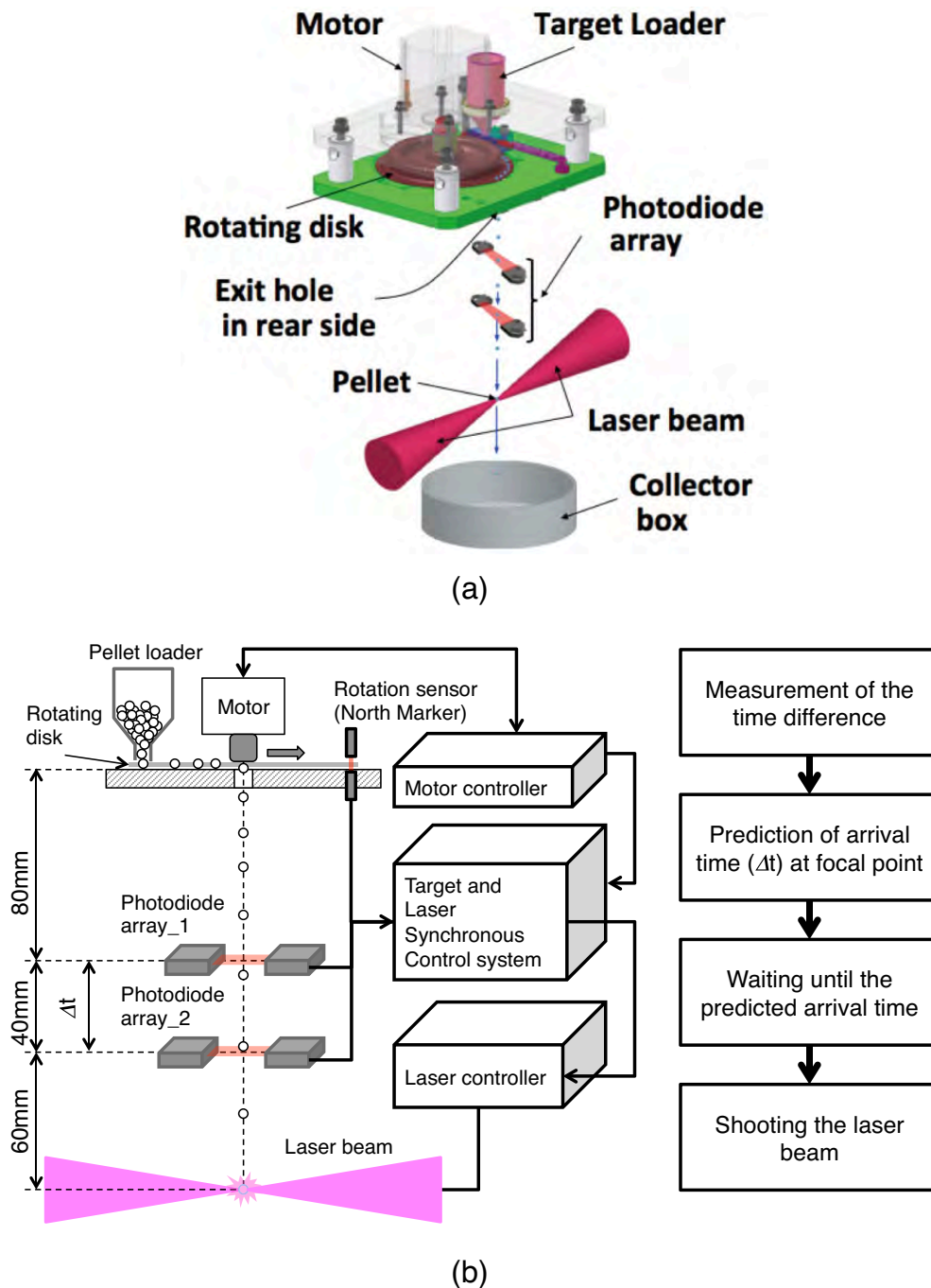


図 2.6. レーザー核融合プロジェクトで開発したターゲットインジェクション装置。(a) ターゲットインジェクション装置，(b) 制御装置。回転制御された円板に直径 1 mm の中実球ターゲットが一つずつ供給され，レーザー照射部に自由落下で射出される装置。この装置は 1 Hz の繰返しで，直径 1 mm の中実球ターゲットを連続して射出することが出来る。制御装置は，自由落下するターゲットにレーザー光を当てるために，レーザー照射部への到達時間演算を処理を行い，レーザーシステムと同期する制御処理を行っている。

(Photodiode array) により検知し，図 2.6 (b) に示す制御装置でレーザー照射位置に到達する時間を演算する。そしてレーザー照射位置にターゲットが到達するのにあわせて，制御装置からレーザーシステムへ照射信号処理が行われ，図 2.7 に示すようにターゲットにレーザーが照射される [19, 20]。

図 2.7 に示すプローブ画像は、レーザー照射位置でのターゲットの情報やレーザー照射によって生成されるプラズマ密度などを計測するための 2ω レーザープローブ計測システムで取得したスナップショット画像である [21]。このシステムの取得画像からは、ターゲットが自由落下する軸 (Z 軸) と対向照射するレーザーが入射される軸 (X 軸) との 2 次元情報が得られる。また計測システムで使用しているレーザー光は、対向照射するレーザー光の一部を切り出し使用しているので、ターゲットにレーザー光が対向照射した瞬間が計測可能となる。

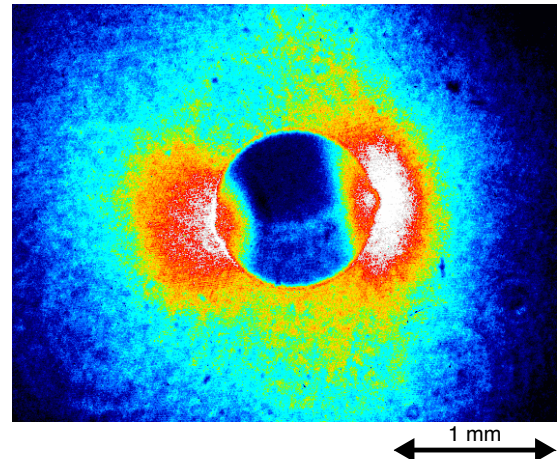


図 2.7. 2ω 高調波レーザープローブ計測システムによる自由落下したターゲットに照射した瞬間のスナップショット。同画像の左右から超高強度レーザーが照射されている。ターゲットの大きさは直径 1 mm である。

この装置を用い、繰り返しでのターゲット投入と制御技術および可視光や X 線、荷電粒子、中性子のデータの蓄積と解析を行い、高速点火方式によるレーザー核融合発電の早期実現に向けて研究開発を進めている [19-25]。その過程において、様々な課題の洗い出しと解決を行ってきた。

装置安定化に向けた開発支援

ここでは、主要な二つの課題と実施事項について述べる。

- 【課題 1】 装置メンテナンス後に射出するターゲットにレーザー光が当たらない。
- 【状況】 ターゲットインジェクション装置のメンテナンス後、自由落下するターゲットがレーザー照射位置でばらつく。
- 【原因】 ターゲット搬送円板の取り付け再現性や軸ズレなどが問題であった。
- 【対策】 この課題を解決するために、ターゲットインジェクション装置のマイナーチェンジ(改良)を行い、レーザー核融合プロジェクトで導入した 3 次元ターゲット計測システムを用いて最適化を行った。この改良によりターゲット搬送回転円板の取り付け再現性を向上することができた。
- 【課題 2】 装置脱着(リプレイス)に伴う実験再現性が低い。
- 【状況】 装置の脱着を行うごとに取り付け再現性が不十分。またターゲットの形状(直径)バラつきも加味されるため装置脱着ごとに都度、最適化が必要。現有の 2ω レーザープローブ計測システムでは自由落下する方向 (Z 軸) とレーザー照射軸 (X 軸) の 2 次元情報を得てきた。しかしレーザー照射軸と直交する方向 (Y 軸) に対する座標情報を取得することができなかった。

【原因】 レーザー照射位置に対して射出されるターゲットの空間位置を精度良く（照射原点座標に対するターゲットインジェクション装置の空間位置再現性）を計測する機能が整っていなかったため．

【対策】 3次元ターゲット計測システム⁴⁾から得られるデータを用いて，ターゲットインジェクション装置の空間位置の最適化手法を確立した．

以下にその手法について詳細に記す．図 2.8 に，ターゲットインジェクション装置を取付けた後，射出されるターゲットの3次元ターゲット計測システムで計測結果の一例を示す．

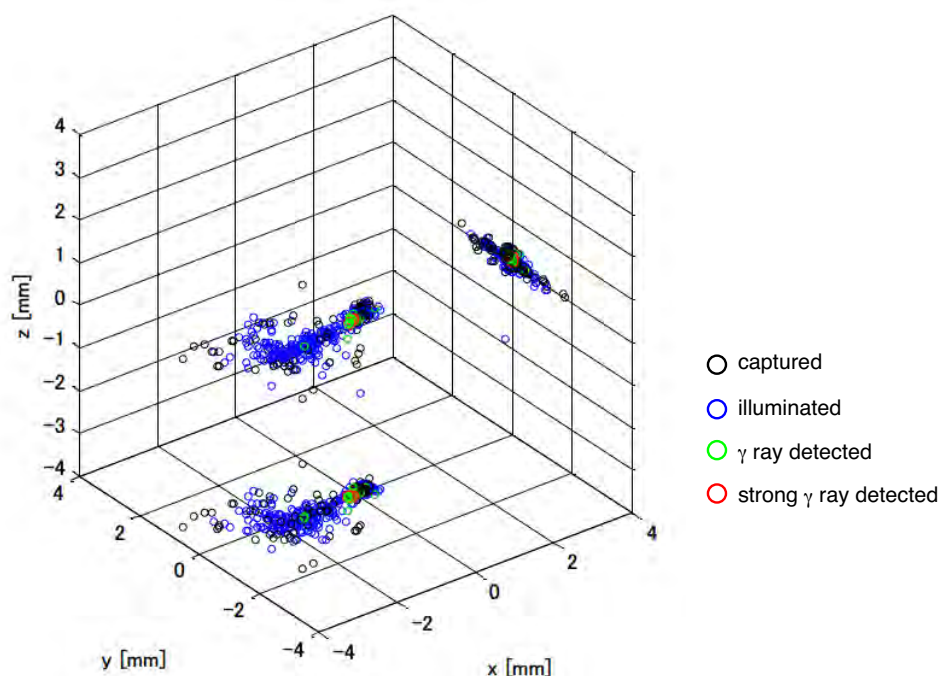


図 2.8. 3次元計測システムによる計測結果．図中の黒丸は，3次元ターゲット計測システムで捉えられたターゲット，青丸は，同計測システムでレーザーが当たったと識別したターゲット，緑丸は， γ 線が検出されたターゲット，赤丸は，強烈な γ 線が検出されたターゲット分布である．レーザー核融合プロジェクトにおいて3次元ターゲット計測システムを導入したことにより，開発したターゲットインジェクション装置から射出されるターゲットのレーザー照射位置での3次元情報が精度よく得られるようになった．この計測結果を基に，ターゲットインジェクション装置の空間位置を最適化することが可能になった．

同図に示すように，射出されたターゲットが，レーザー照射軸（X軸）に沿って分布する様子が3次元情報として得られた．この計測結果から，レーザー照射位置でのばらつき（標準偏差）が3次的に取得できる．図 2.8 に示す計測結果の場合，レーザー照射位置（X-Y平面）におけるターゲットのばらつきは， $\Delta X = 0.972 \text{ mm}$ ， $\Delta Y = 0.394 \text{ mm}$ ， $\Delta Z = 0.143 \text{ mm}$ である．

⁴⁾ 3次元ターゲット計測システムは，現有の 2ω レーザープローブ計測システムで使用している 2ω 光を分岐し，レーザー照射位置におけるターゲットの3次元情報を得るものである．

この値を基に、同装置をターゲットの標準偏差の中央に収まるように移動させ、再度計測を行う。この計測・調整を繰返し行うことにより、課題 2 に示した課題を解決する手法を確立した。また、中性子シンチレータによる中性子と γ 線の同時計測が行われ、ターゲットの位置に対して発生する中性子と γ 線との関係を得ることにもつながることがわかった。

ここで上述してきた課題 1 と課題 2 に対策を行い、1 年以上に渡って効果検証をした結果について図 2.9 に示す。同図は、ターゲットインジェクション装置から射出されたターゲットにレーザーが当たる確率の推移である。同図に示すように、対策以

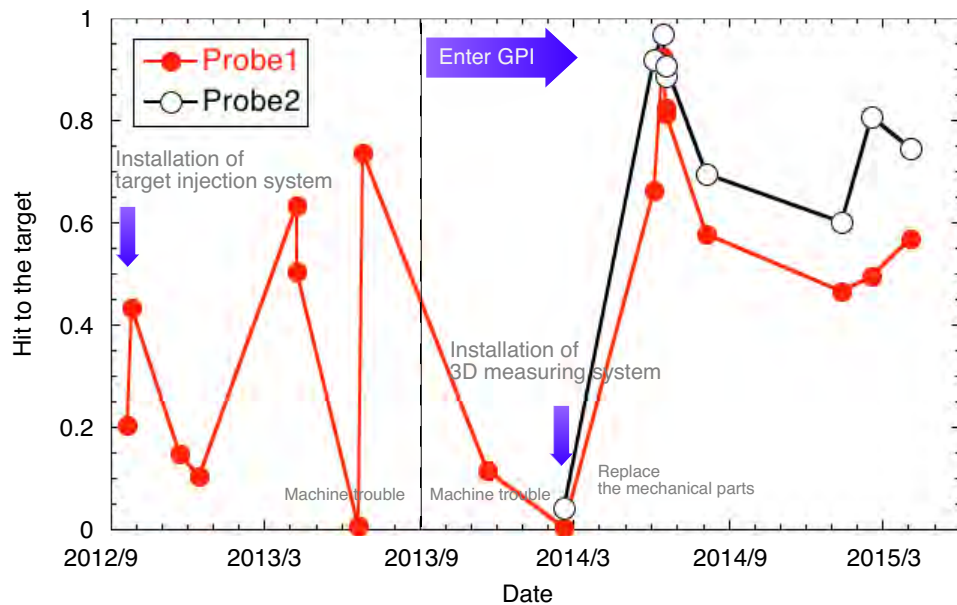


図 2.9. ターゲットインジェクション装置から射出されたターゲットにレーザーが当たる確率の推移。ターゲットインジェクション装置のマイナーチェンジ（改良）を行い、レーザー核融合プロジェクトで導入した 3 次元ターゲット計測システムを用いて同装置の空間位置の最適化を行った。その結果、射出されるターゲットにレーザー光が当たる確率が 60% 台を保てるようになった。

前は、射出されるターゲットにレーザーが当たる確率は悪かった。最適化を行った後は、実験ごとにターゲットインジェクション装置の出し入れや装置メンテナンスを行っても射出されるターゲットへのレーザーヒット率を常に約 60% 台を保つことが可能になった。1 年以上に渡ってターゲットインジェクション装置を安定して運転し続けることが可能になったのである。

レーザー核融合プロジェクトでは、このターゲットインジェクション技術を基盤技術の一つとした「連続レーザー核融合実証炉の実現」に向けた装置開発を進めている。

直径 500 μm のターゲットインジェクション開発状況

レーザー核融合プロジェクトでは，図 2.10 の模型に示す連続レーザー核融合実証実験炉 ” CANDY ” の実現に向けた研究をしている．連続レーザー核融合実証のため

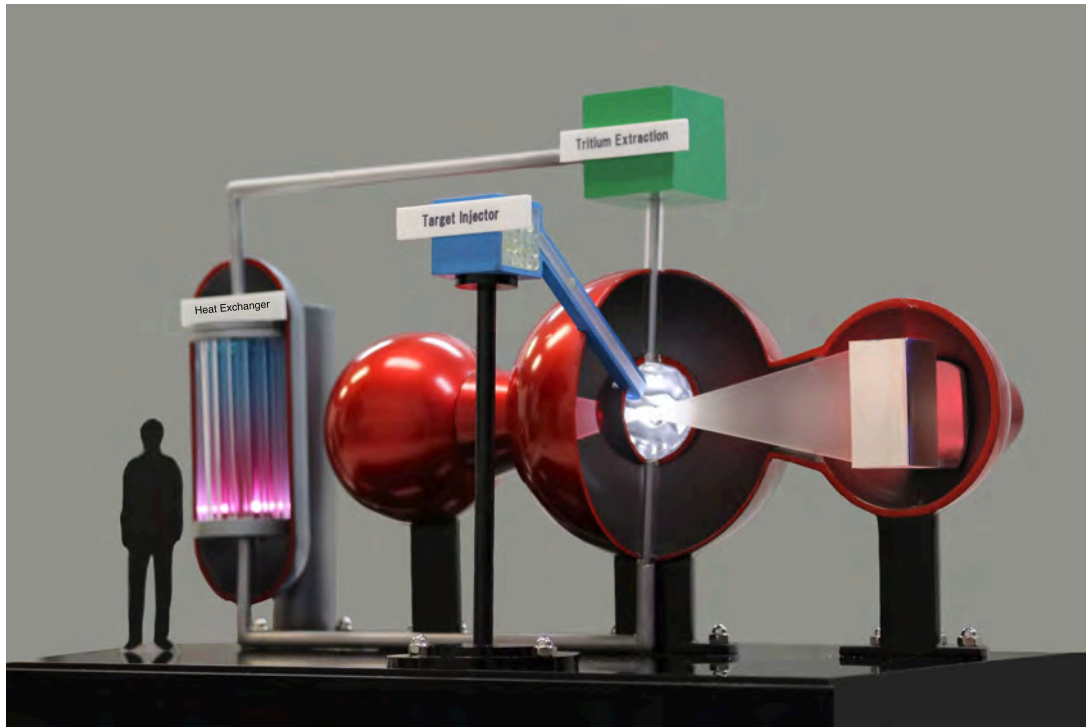


図 2.10. レーザー核融合発電実証実験炉 ” CANDY ” 模型．光産業創成大学院大学のレーザー核融合プロジェクトでは，連続レーザー核融合発電実証実験炉 ” CANDY ” 実現に向け研究を進めている．この CANDY 炉は対向照射高速点火方式による連続レーザー核融合発電実証炉である．

には，射出するターゲットによる爆縮・点火ができる試験設備の開発が急務である．そこで実現に向けたコア技術開発の一つとして，直径 500 μm のターゲットインジェクション装置開発を開始した．

この開発では光电センサーや 3 次元ターゲット計測システムの機能試験から始まり，シェルターゲット射出，クライオターゲットと連続レーザー核融合実証炉実現に向けた要素技術開発と装置開発に関する研究を進めている．まず，現有のターゲットインジェクション装置を直径 500 μm の中実球ターゲットが射出できる装置への改良を行い，光电センサーや 3 次元ターゲット計測システムの機能試験を行った．

図 2.11 に，改良したターゲットインジェクション装置を用いた直径 500 μm の中実球インジェクションと超高強度レーザー照射を行ったの一例を示す．図 2.11 (a) は，レーザー照射空間に自由落下させた直径 500 μm のターゲットに射出されたときの X 線ストリーク画像である．図 2.11 (b) と (c) は，3 次元ターゲット計測システムで取得したスナップショットである．同図 (b) と (c) の黒丸破線で囲った中に，レーザー照射されたターゲットが写っている．

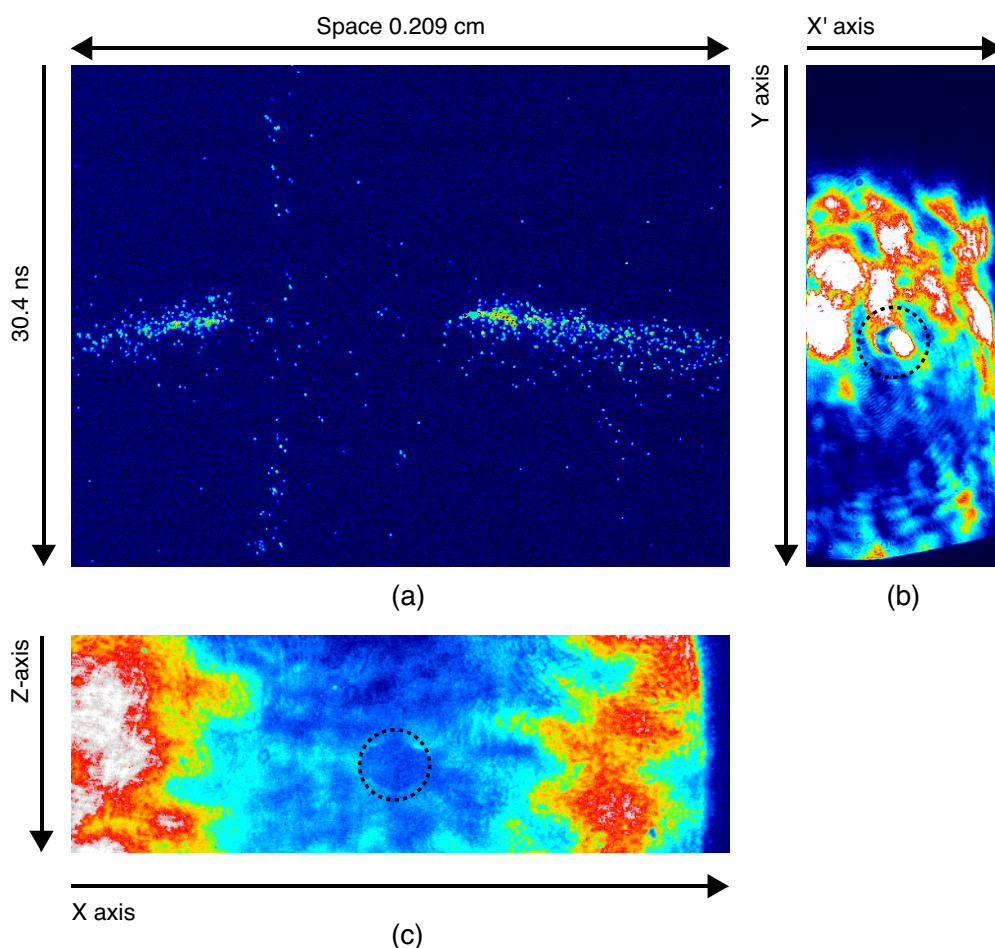


図 2.11. 直径 $500 \mu\text{m}$ の中実球インジェクションにおける各種計測システムの動作検証結果. (a) X 線ストリークカメラ画像, (b) Probe-1 による X'-Y 座標の計測画像, (c) Probe-2 による X-Z 座標の計測画像. (b) と (c) の図中の黒丸破線は、レーザー照射されたターゲットを示す. (b) と (c) は 3 次元計測システムで取得した画像. 直径 $500 \mu\text{m}$ の中実球インジェクションにおいて、各種計測システムが動作することがわかった. また、空間を飛翔するターゲットからの X 線ストリーク画像を初めて取得することに成功した.

図 2.11 (a) に示すストリーク画像は、初めて空間を飛翔するターゲットに超高強度レーザーを照射した瞬間をとらえたものである. 図 2.11 (b) と (c) に示すスナップショット画像は、プロジェクトで導入した 3 次元ターゲット計測システムが直径 $500 \mu\text{m}$ のターゲットの挙動を計測することが出来ることを示している. また図 2.11 (a)~(c) に示すように、射出される直径 $500 \mu\text{m}$ のターゲットに超高強度レーザーが照射される様子を取得した結果、開発してきた要素技術が（光電センサーなど）が機能することがわかった.

この成果は、第 2 期事業を継承する「超高強度レーザーを用いた受託開発事業」において、所属企業の設計担当部署と連携してシェルターゲット射出を可能にする「新たなターゲットインジェクション装置開発」の受託事業へと派生した.

2.3 第2章のまとめ

第2章で論述してきたことを以下のようにまとめる。

所属企業におけるレーザーを用いた事業と技術の系譜を辿った。特に、第1期事業で得られた技術を整理した結果、技術者に紐付いた技術と経験（暗黙知）を形式化することができた。また、所属企業に「パルスレーザー制御技術」「X線計測評価技術」「材料分析評価技術」「組み込み装置化技術」の4つの技術が蓄積されてることも形式化した。この4つの技術が、第2期事業の基盤技術へとつながっていたことを明らかにした。

第2期事業は、第1期事業で蓄積された4つの技術を基に受託された。第2期事業の一つとして実施した早期の連続レーザー核融合実現に向けたターゲットインジェクション技術の安定化を行った。ターゲットインジェクション装置のマイナーチェンジ（改良）とレーザー核融合プロジェクトで導入した3次元ターゲット計測システムの計測結果を基に、同装置の空間位置の最適化を行った。最適化手法を構築した行った後は、実験ごとにターゲットインジェクション装置の出し入れや装置メンテナンスを行っても約60%台を常に保つことが可能になった。そして1年以上に渡ってターゲットインジェクション装置を安定して運転し続けることが可能になった。

またレーザー核融合プロジェクトにおいてレーザー核融合実証実験炉“CANDY”実現に向けた直径500 μm のターゲットインジェクション装置開発を開始した。第2期事業で得られた技術を用い、直径500 μm の中実球によるターゲットインジェクションによる基礎実験を行った結果、初めて直径500 μm の中実球に高強度レーザーを制御して照射することに成功した。この実績により、第2期事業を継承する「超高強度レーザーを用いた受託開発事業」において、所属企業の設計担当部署と連携してシェルターゲット射出を可能にする「新たなターゲットインジェクション装置開発」の受託事業へとつながった。

本研究の目的は、高密度・低温・高圧力状態を超高強度レーザーで発生させ、セラミックスやグラファイトなど機能性材料の改質に関する研究を推進と、超高強度レーザーを用いた受託開発事業を創出することである。第3章から第7章に述べる第2期事業の「超高強度レーザーによる機能性材料の表面改質」を実施していくためには、本章で述べた所属企業が今までに培った「パルスレーザー制御技術」「X線計測評価技術」「材料分析評価技術」「組み込み装置化技術」といった計測支援技術と装置開発技術を活かすことが重要であることが明らかになった。

第 2 章の参考文献

- [1] 西村靖彦, et al., 線集光 X 線光源からのデブリの分布の観察, レーザー学会学術講演会 第 17 回年次大会 p.106, 1997.
- [2] 富江敏尚, 科学技術振興調整費 第 I 期成果報告書. 平成 14 年 6 月, 文部科学省, <http://scfdb.tokyo.jst.go.jp/pdf/19991080/2001/199910802001rr.pdf> (2015.11.19)
- [3] 富江敏尚, 科学技術進行調整費 第 II 期成果報告書. 平成 16 年 6 月, 行政法人産業技術総合研究所, <http://scfdb.tokyo.jst.go.jp/pdf/19991080/2003/199910802003rr.pdf> (2015.11.19)
- [4] 西村靖彦, et al., 縮小露光リソグラフ用レーザープラズマ軟 X 線光源の開発. 表面科学 Vol. 20, No.3 pp.173–179, 1999.
- [5] 西村靖彦, et al., EUV リソグラフィ用光源装置の開発. レーザー研究 第 29 巻 第 10 号 pp.659–663, 2001.
- [6] H. Azuma, et al., Debris from tape-target irradiates with pulsed YAG laser. *Applied Surface Science* **197-198** pp.224–228, 2002.
- [7] 西村靖彦, et al., テープターゲットを用いたレーザープラズマ EUV 光源による光電子分光装置の開発. レーザー研究 第 32 巻 第 12 号 pp.799–805, 2004.
- [8] N. Yamaguchi, et al., Development of X-ray Photoelectron microscope with a compact X-ray source generated by Line-focused laser irradiation. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena* **144-147** pp.1183-1186, 2005.
- [9] N. Yamaguchi, et al., Development of Photoelectron Microscope with Compact X-Ray Source Generated by Line-Focused Laser Irradiation. *J. Plasma Fusion Res.* **81**, 5 pp.391-395, 2005.
- [10] Y. Takemura, et al., Development of μ -XPS System for 6 nm X-ray. *Proc. 8th Int. Conf. X-ray Microscopy IPAP Conf. Series* **7** pp.65-67, 2006.
- [11] Y. Nishimura, et al., Development of 50 Hz Laser-Produced Plasma Soft X-ray Source Using Tape-Target. *Proc. 8th Int. Conf. X-ray Microscopy IPAP Conf. Series* **7** pp.148-150, 2006.
- [12] M. J. Edwards, et al., Progress towards ignition on the national ignition facility. *Phys. Plasmas*, Vol. 20, 070501, 2013.
- [13] O. A. Hurricane, et al., Fuel gain exceeding unity in an inertially confined fusion implosion. *Nature*, Vol.506, No.7488, 2014.

- [14] R. Kodama, et al., Fast heating of ultrahigh-density plasma as a step towards laser fusion ignition. *Nature*, Vol. 412, No. 798, 2001.
- [15] Y. Kitagawa, et al., Petawatt-laser direct heating of uniformly imploded deuterated-polystyrene shell target. *Phys. Rev. E*, Vol. 71, 016403, 2005.
- [16] H. Shiraga, et al., Fast ignition integrated experiments with Gekko and LFEX lasers. *Plasma Physics and Controlled Fusion*, Vol. 53, No. 12, 124029, 2011.
- [17] O. Komeda, et al., First demonstration of laser engagement of 1-Hz-injected flying pellets and neutron generation. *Scientific Reports*, Vol. 3, 2561, 2013.
- [18] O. Komeda, et al., Target Injection and Engagement for Neutron Generation at 1 Hz. *Plasma Fusion Res.*, Vol. 8, 1205020, 2013.
- [19] 西村靖彦, et al., ”小特集 高繰り返しレーザー核融合実験の現状と展望” 「連続ターゲットインジェクションおよびターゲット製造技術」. *J. Plasma Fusion Res.*, Vol. 91, No. 8, pp. 544–547, 2015.
- [20] R. Hanayama, et al., Repetitive Solid Spherical Pellet Injection and Irradiation toward the Repetitive-mode Fast-Ignition Fusion miniReactor CANDY. *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 688, No. 1, 012026, 2016.
- [21] K. Ishii, et al., Target Monitoring and Plasma Diagnosis using 2ω probe beam for CANDY. *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 688, No. 1, 012036, 2016.
- [22] 森 芳孝, et al., 導体励起固体レーザーで構成される繰り返し 1 Hz 級レーザー核融合ドライバー HAMA. *The Review of Laser Engineering*, Vol. 42, No. 2, pp. 154–159, 2014.
- [23] Y. Mori, et al., Upgrade of repetitive fast-heating fusion driver HAMA to implode a shell target by using diode pumped solid state laser. *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 688, No. 1, 012070, 2016.
- [24] Y. Kitagawa, et al., Progress toward a unified kJ-machine CANDY. *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 688, No. 1, 012049, 2016.
- [25] Y. Mori, et al., Fast Heating of Imploded Core with Counter-Beam Configuration. *Phys. Rev. Lett.* **117**, 055001, 2016.

第3章

レーザー衝撃圧縮による単結晶 ジルコニアの多層・多結晶化

3.1 はじめに

第3章では、まず、自動車用燃料電池や酸素センサーなどで使用されている機能性材料の一つである単結晶イットリア安定化ジルコニアの改質を行った。実験ではレーザー照射強度が $I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザーをシングルショットで単結晶ジルコニアに対向照射した。照射された単結晶ジルコニアには、レーザー照射面から $100 \mu\text{m}$ の深さにナノメートルサイズの結晶粒を有する多層・多結晶化が形成される。表面に3層の結晶粒径の異なる層が形成され、このうち再表面層は照射時のアブレーションプラズマによる再溶融であることも発見した。2次元流体コードによる初めてのシミュレーションにも成功し、これらの成果が主論文として、英国専門誌 *Journal of Physics D: Applied Physics* 48 (2015) 325305. に掲載されたものである。本章の内容は、掲載された論文の詳細である。

チタン酸バリウム、フェライト、ジルコニアなどの一般的なセラミックスは、誘電体、磁気的および機械的特性が広いため、様々な産業で利用されている。特に、イットリア安定化ジルコニア（以下、単結晶ジルコニアと略す）は、高温域での固体電解質性能を有しており、その高いイオン伝導度から自動車用燃料電池や酸素センサーなどで使用されている機能性材料である [1, 2]。

しかし、セラミックスは衝撃や熱衝撃に脆く、容易に破壊されることが知られている。そこでセラミックスの靱性を向上させるために、マイクロクラックなど微小欠陥を内部につくことや、相転移をした粒子を内部に形成することにより改善することができるという報告されている [3-5]。またセラミックスの多結晶化は、セラミックスの靱性と熱特性を高める可能性がある。もし、高強度レーザーを使って簡便にナノ（結晶）構造や多結晶化をセラミックスに付与することができたならば、セラミックスの用途はセンサーだけでなく機械摺動部品を始めとする様々な用途に広まることが期待できる。そして本研究成果が実用化されれば、従来のように成形時に事前処理するのではなく、成形されたセラミックス部品の任意の箇所へ超高強度レーザーを照射するだけで、その処理が可能となり産業応用の可能性が拓ける。これが本研究の最終目的でもある。

レーザーによる改質は、特に、金属に対するレーザーピーニング技術としてパルス YAG レーザー(ナノ秒レーザー)などを用いた圧縮残留応力と加工硬化層形成の研究が行われている [6-9]。フェムト秒レーザーを用いた金属系材料の相転移の研究もある [10-14]。フェムト秒レーザーによるレーザー駆動衝撃圧縮を用いると温度上昇させることなく、材料中の高エネルギー密度状態の形成が行える [10]。辻野ら [11, 12] は、 $I_L = 1 \times 10^{16} \text{ W cm}^{-2}$ のフェムト秒レーザーにより、シリコン内部で塑性変形が起こることを報告している。また、松田ら [13, 14] は、サブミリジュールのフェムト秒レーザー(アブレーション圧力 $\sim 1 \text{ TPa}$)を多点に鉄系材料に照射することによって、レーザー照射部をナノ結晶に変更したと報告している。しかしこれらの研究は、金属系材料に対するレーザー駆動衝撃圧縮を用いたものであり、セラミックス系材料については、報告がなされていない。

本研究の目的は、高密度で低温・高圧力状態を超高強度レーザーで発生させ、セラミックスやグラファイトなど機能性材料の改質に関する研究の推進と超高強度レーザーを用いた受託開発事業を創出することである。本章ではレーザー照射強度が $I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザーをシングルショットで単結晶ジルコニアに照射し、世界ではじめて超高強度レーザーによる多層・多結晶化に成功した。本研究の最終目標であるセラミックスの靱性向上の新しい方法を見出すことができたのである。対向照射により、レーザー駆動衝撃波をサンプル中央部付近に超高圧空間を形成させることにも成功した。

3.2 実験方法

3.2.1 実験レイアウト

図 3.1 (a) に実験に使用した HAMA レーザーシステムを示す [15]。HAMA レーザーの種レーザー光には、チタン・サファイアレーザー (BEAT レーザー) を用いた [15-17]。種光を半導体励起固体レーザーシステム (KURE-1: (エネルギー $E=4.4 \text{ J}$, 波長 $\omega_0=1053 \text{ nm}$, パルス幅 $\tau=15 \text{ ns}$) [18] の第 2 高調波によって励起し、4 枚の回折格子からなるパルス圧縮器で (波長 $\omega=820 \text{ nm}$, パルス幅 $\tau=110 \text{ fs}$, エネルギー $E=0.84 \text{ J}$) の超高強度のフェムト秒レーザー光とする。ビームスプリッターで 2 つのビーム (fs-Beam-1 および fs-Beam-2) に分割した後、2 対の軸外放物面鏡 (OAP1 及び OAP2) を用いて、単結晶ジルコニア上に直径 $65 \mu\text{m}$ に集光する。図 3.1 (b) は、単結晶ジルコニアへの超高強度レーザー光の照射状態模式図である。同図に示す照射される単結晶ジルコニアは、11.5 mol% の Y_2O_3 を含有した結晶方位が (100) の立方晶で、大きさは $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times$ 厚さ 0.5 mm である。なお、照射ターゲットの単結晶ジルコニアは、 $\sim 10^{-3} \text{ Pa}$ の真空チャンバー内に設置した。

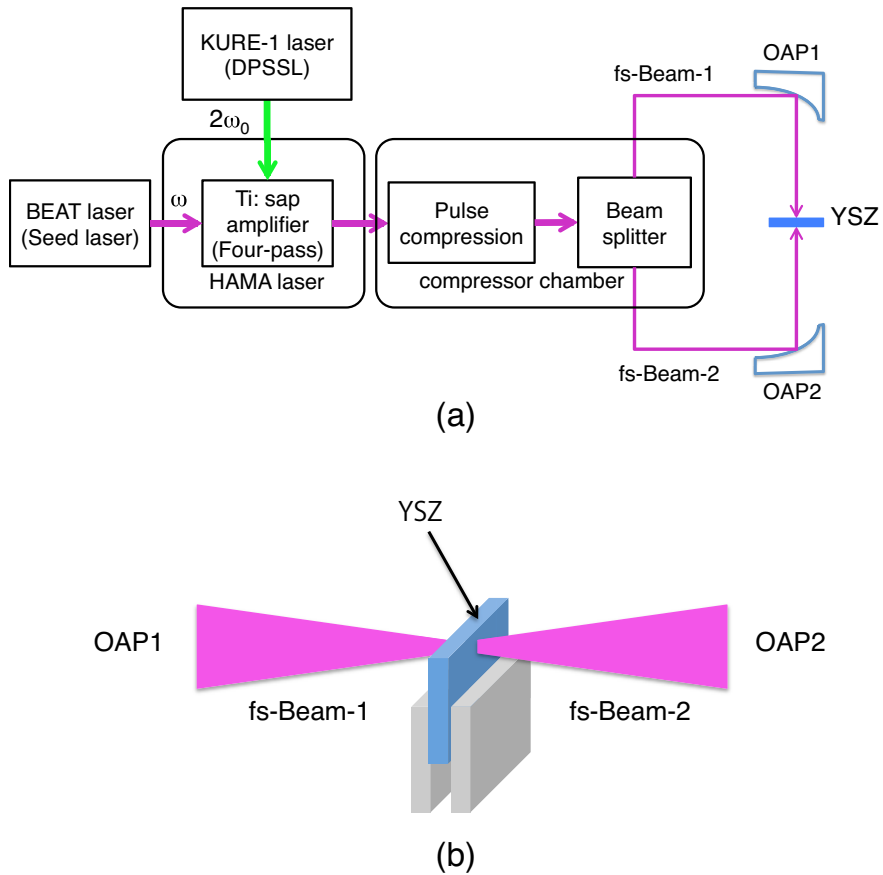


図 3.1. 実験に使用したレーザーシステムとレーザー照射レイアウト。(a) レーザーシステム, (b) 単結晶ジルコニアへのレーザー照射レイアウト

表 3.1 に照射した超高強度レーザー光の詳細を示す。 $1.15 \times 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ のピーク強度を有する超高強度レーザー光が単結晶ジルコニアを挟みこむように、対向照射した。なお、集光強度は、従来のレーザー駆動衝撃圧縮に比べて 1 桁または 2 桁高いものである。

表 3.1. 実験に使用した超高強度レーザーのパラメータ。

Energy E [J]	0.42 (1 Beam)
Pulse duration τ [fs]	110
Beam spot size [μm]	65
Wavelength λ [μm]	0.82
Peak intensity I_L [W cm^{-2}]	1.15×10^{17}

3.2.2 解析手法

照射した単結晶ジルコニアは、光学顕微鏡による断面観察、走査型電子顕微鏡 (SEM : Scanning Electron Microscope (Ultra 55, Carl Zeiss)), 走査型透過電子顕微鏡 (STEM : Scanning transmission electron microscope (EM-002BF, Topcon)) を用いてレーザー照射部近傍 (表面) 並びに断面の結晶構造を観察し、電子線後方散乱回折法 [走査電顕-結晶方位解析] を (EBSD : Electron Backscatter Diffraction) 用いて深さ方向 (断面) の構造解析を行った。EBSD 解析は、Electron BackScattering Pattern (電子線後方散乱パターン : EBSP) もしくは Electron BackScatter Diffraction (電子線後方散乱回折 : EBSD) と呼ばれる解析技術である。EBSD 解析実施にあたって、レーザー照射により単結晶ジルコニア内の深さ方向に「結晶方位がずれる」との予測のもとに、レーザー照射部断面に電子線を照射し断面の構造解析を行った。

更にレーザー照射部の深さ方向への効果を解析するために、X 線回折プロファイルから詳細に考察を行った。X 線回折プロファイル解析には、あいちシンクロトロン光センターの放射光源 (BL5S2) で行った。その BL5S2 の基本性能を表 3.2 に示す [19]。この設備には、デバイシェラーカメラ (R=286 mm)、イメージングプレー

表 3.2. X 線解析で使用した BL5S2 の基本性能。

	Specifications
Energy range [keV]	5 ~ 20 (0.25 ~ 0.06 nm)
Resolution (E/ ΔE)	7000 12 keV
Beam size H×V [mm]	0.40 × 0.14
Photon flux	1×10^{11} Photons/sec @ 12 keV

ト (IP BAS-MS, 幅 200 mm × 長さ 400 mm, FUJIFILM) とイメージングプレートリーダー (RAXIS-DS3C, Rigaku) が取り付けられている。レーザー照射した単結晶ジルコニアに照射した放射光 X 線は以下のとおりである。X 線回折プロファイルを得るために、サンプルへ X 線入射角度を $10.000 \pm 0.004^\circ$ 、試料上でのビームサイズは大凡 0.6×0.5 mm、エネルギー $E = 12.4$ keV を 10 分間照射した。照射された X 線の侵入深さは大凡 $10.1 \mu\text{m}$ であり、この解析結果はその深さ領域からの結晶構造情報となる。なお、試料取付エラーが、0.1 mm 以下となるよう拡大カメラなどを用いて試料を取り付けた。

3.3 実験結果と考察

図 3.2 に超高強度レーザー照射後の単結晶ジルコニア断面の光学顕微鏡観察結果を示す．同図に示すように，レーザー照射後の単結晶ジルコニアの中央部付近に大きく

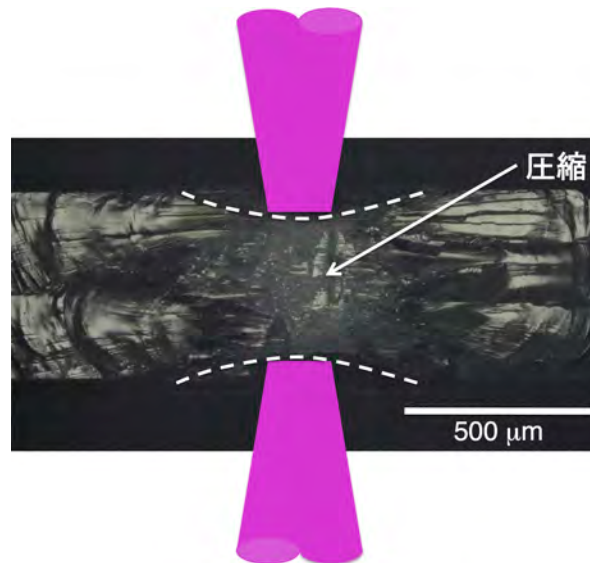


図 3.2. $I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザー照射後の単結晶ジルコニア断面の光学顕微鏡観察結果．超高強度レーザーは同図の上下より照射した．その断面の中央部付近にレーザー照射によって大きく歪んだ痕跡が残されていた．この痕跡は，対向照射によって発生したものであり，そこに構造変化が保存されていると推定した．

歪んだような痕跡がみられた．そしてレーザー照射されていない箇所には歪んだ痕跡が見られない．この痕跡は対向照射を行ったことにより発生したものであり，この領域に何らかの改質（構造変化）が保存されている．以下の項において，レーザー照射部とその断面を詳細に観察・解析を行った．

3.3.1 走査型電子顕微鏡 (SEM) と走査型透過電子顕微鏡 (STEM) による詳細観察

図 3.3 に，超高強度レーザーを照射した単結晶ジルコニアの走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察した結果を示す．SEM 観察を実施するに際し，事前観察として光学顕微鏡でレーザー照射した両面を観察を行った結果，両面ともに同じ形態であったので，SEM 観察は OAP1 側について詳細観察を行った．図 3.3 (a) は SEM 観察した箇所を説明したものであり，図 3.3 (b) は超高強度レーザー照射部を拡大観察したものであり，図 3.3 (c) は超高強度レーザー未照射部の拡大観察結果である．図 3.3 (a), (b) に示すように，レーザー照射部には大きさが $\sim 1 \mu\text{m}$ 程度の結晶粒が観察されたのに対して，未照射部には，ほとんど変化が起きていない（結晶粒は観察されなかった）ことがわかる．この観察結果から，超高強度レーザー照射によってレーザー照射部が「単結晶」から「多結晶」に改質したと断定した．

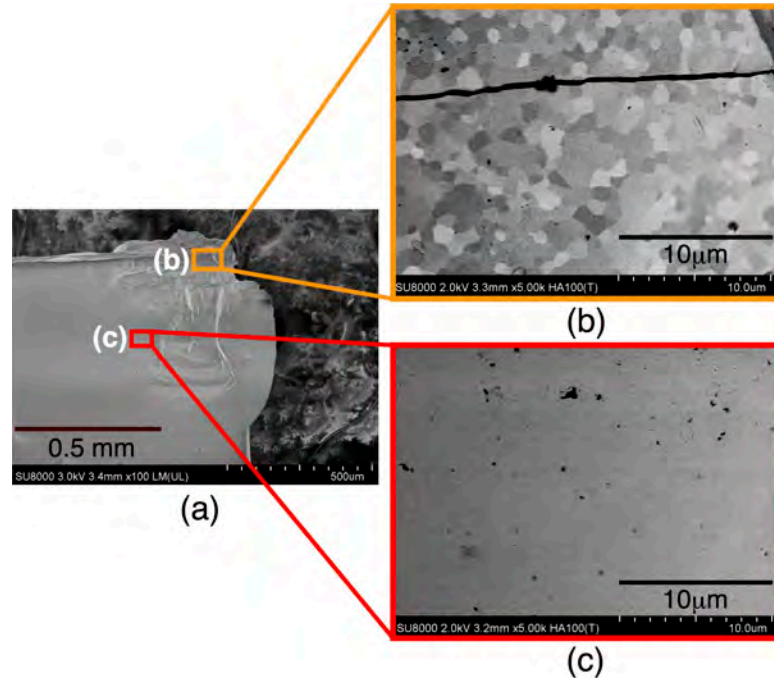


図 3.3. $I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザーを照射した単結晶ジルコニアの SEM 観察結果。(a) 観察するために割った単結晶ジルコニア:(OAP1 側の SEM 写真), (b) (a) 図に示す領域 (b) を拡大観察した SEM 写真:(超高強度レーザー照射部), (c) (a) 図に示す領域 (c) を拡大観察した SEM 写真:(超高強度レーザー非照射部) 超高強度レーザー照射部のみに結晶粒が観察されており, レーザー照射により多結晶化されていることがわかった。

次に SEM 観察結果を受け, レーザー照射深さ方向に対してどのような変化(改質)が起きているのか詳細に調べるため STEM によるレーザー照射部最表面近傍の断面観察を行った。図 3.4 に超高強度レーザー照射部が照射された最表面近くの断面を STEM 観察した結果を示す。図 3.4 (a) は, STEM 観察した箇所を説明したものであり, 図 3.4 (b) は, 観察視野(深さ方向に約 $4 \mu\text{m}$) について STEM 観察した結果である。図 3.4 (b) に示すように, レーザー照射部は図 3.3 (b) に示した SEM 観察結果と同様の結晶粒が観察され, レーザー照射深さ方向に対しても「多結晶化」が進んでいることがわかった。観察した画像をよく見みると, 大きさ $\sim 1 \mu\text{m}$ 程度の結晶粒は, レーザー照射表面から $1.4 \sim 2 \mu\text{m}$ 深さまで(図中にマークする L) 生成されており, 更に深い領域(図中にマークする S) には, 直径 200 nm 程度の小さな結晶粒が観察された。

この観察結果から, 超高強度レーザー照射により単結晶ジルコニアは nm サイズに微細化され, レーザー照射最表面は生成される高密度プラズマの輻射熱によって溶解・再凝固して結晶粒が μm サイズになったものと推定した。

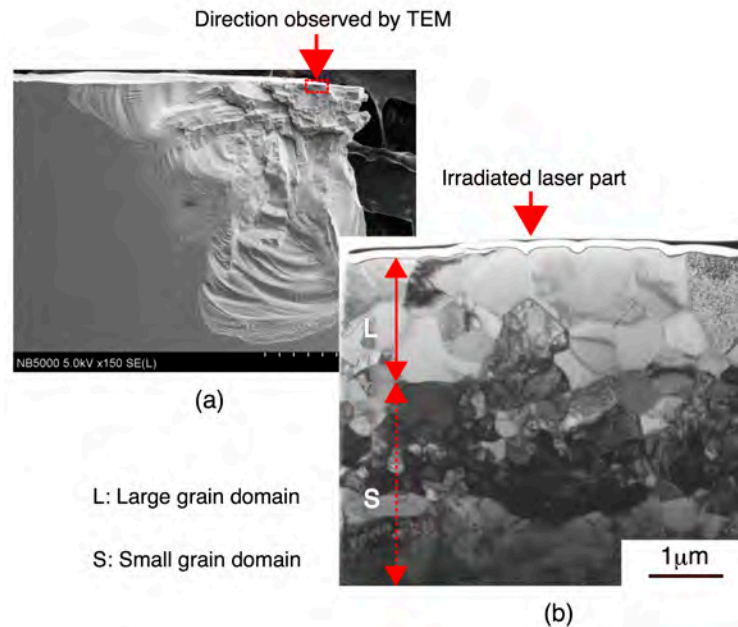


図 3.4. $I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザーを照射した単結晶ジルコニアの STEM 観察結果 . (a) STEM 観察部位を説明するための SEM 写真 (b) STEM 観察した結果 . 図中の L は大きい結晶粒の領域 , S は小さい結晶粒の領域を指している . 同図に示すように , 数十 nm から数 μm サイズの結晶粒がレーザー照射深さ方向に多層になり , 多結晶化している .

3.3.2 電子線後方散乱回折法 (EBSD) による構造解析

SEM と STEM による構造観察を実施し , 高強度レーザー照射により照射部はマイクロメートル (μm) サイズに「多結晶化」され , 約 $4 \mu\text{m}$ 深さまでについては , ナノメートル (nm) サイズに「微細化」構造が形成されていた . STEM を同様に用いて , どの程度の深さまで改質が進んでいるのかを解析することも可能だが , 時間と費用がかかるため , EBSD による内部の構造解析を行った .

図 3.5 に超高強度レーザーを照射した単結晶ジルコニアの EBSD 解析結果を示す . 図 3.5 (a) は , EBSD 観察領域を示した SEM 画像であり , 図 3.5 (b) は , 結晶方位マッピング図 , そして図 3.5 (c) は , 図 3.5 (b) で囲んだ領域の詳細結晶方位マッピング図である . 図 3.5 (b) に示されるように , マッピング像を見るとレーザー入射深さ方向に層状 (多層) 構造が見られる . 図 3.5 (b) 中に示す領域 1st (第 1 層) である表面から $12 \mu\text{m}$ 深さには , 結晶方位 (001), (101) を向いていることがわかり , レーザー照射により , 単結晶ジルコニア (100) 内に多結晶が生成されたことをこの結果も示している . 図 3.5 (b) 中に示す領域 2nd (第 2 層) である $12 \sim 28 \mu\text{m}$ 深さでは , 細かく砕かれたような形跡が見受けられた . そこでその領域の一部を拡大した図 3.5 (c) に示すように , 同領域は , 大きさ 10 nm サイズの粒に微細化されていることがわかった . 図 3.5 (b) 中に示す領域 3rd (第 3 層) である $28 \sim 96 \mu\text{m}$ 深さでは , 領域 2nd に比べ大きな粒が確認され , 約 4° 傾斜していた . そして図 3.5 (b) 中に示す領域

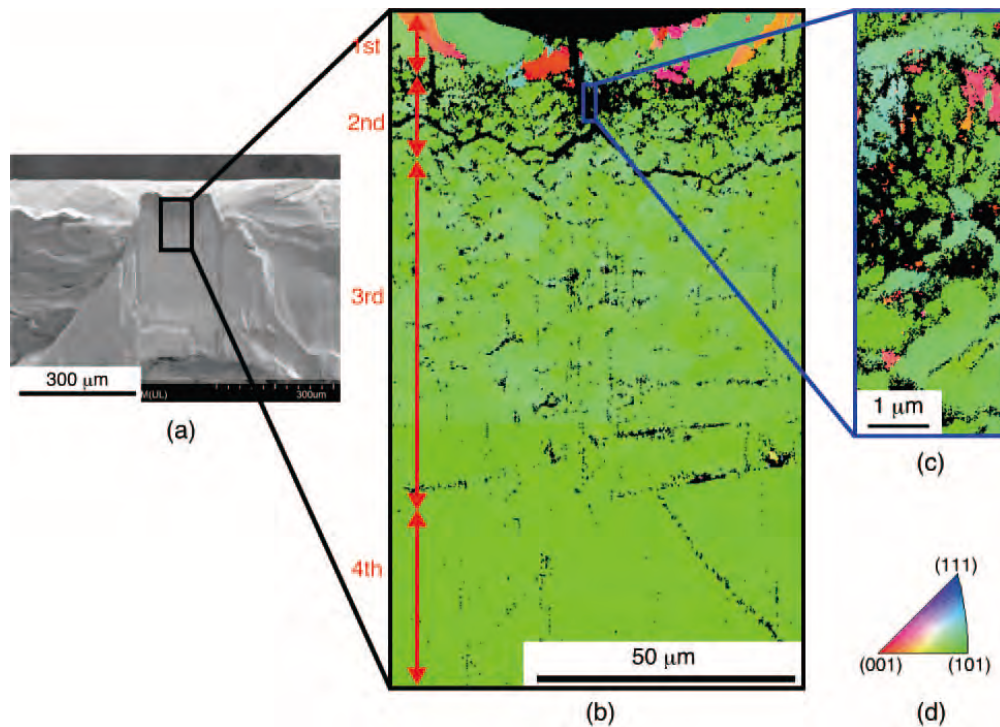


図 3.5. $I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザーを照射した単結晶ジルコニア試料の EBSD 解析結果 . (a) EBSD 観察した面を示す図 (SEM 像) , (b) 深さ $130 \mu\text{m}$, 幅 $80 \mu\text{m}$ からの結晶方位マッピング図 , (c) 図 (b) で囲んだ領域の詳細結晶方位マッピング図 , (d) 結晶方位パターン . 図中に記す 1st : 第 1 層 , 2nd : 第 2 層 , 3rd : 第 3 層 , 4th : 第 4 層である . 単結晶ジルコニアは , 超高強度レーザー照射による衝撃 (波) が深さ約 $100 \mu\text{m}$ まで到達し , レーザー照射された深さ方向には層状 (多層) 構造を形成することがわかった .

4th (第 4 層) であり $96 \mu\text{m}$ ~ 深さでは , 粒などは見られなく単結晶のままであった .

これら EBSD 解析結果から , 超高強度レーザー照射による衝撃 (波) は深さ約 $100 \mu\text{m}$ まで到達しており , 深さ方向には層状 (多層) 構造を形成することがわかった . この解析結果は , SEM, STEM による最表面部の観察・解析結果と同様に , 超高強度レーザー照射により「単結晶」が「多結晶」に変化することが示された .

3.3.3 X 線回折による構造解析

次に , 照射された単結晶ジルコニアの結晶構造について解析を行った . 図 3.6 に回折角度 $35^\circ \sim 63^\circ$ の X 線回折プロファイルを示す . 図 3.6 (a) ~ (d) に示すように , 照射された単結晶ジルコニアにおいて各格子面からの回折ピークが観察されていることは , 超高強度レーザー照射により単結晶ジルコニアが多結晶に変化したことを示している . ここで , 超高強度レーザーを照射していない粉末の単結晶ジルコニアからの回折ピークと , 照射された単結晶ジルコニアからの回折ピークとの比較を行った . 格子面 (311) , (400) , (420) , 及び (511) からの回折ピークはそれぞれ , 回折角度が高い角度側にシフトしていることがわかった .

この結果から , 回折ピークのシフトは格子間隔の変化 (変形量) であると仮定すると , 照射された単結晶ジルコニアには X 線回折プロファイルからのレーザー光の伝

播方向（膜厚方向）に塑性変形が起こり，残留したことによって起きたと推論した．

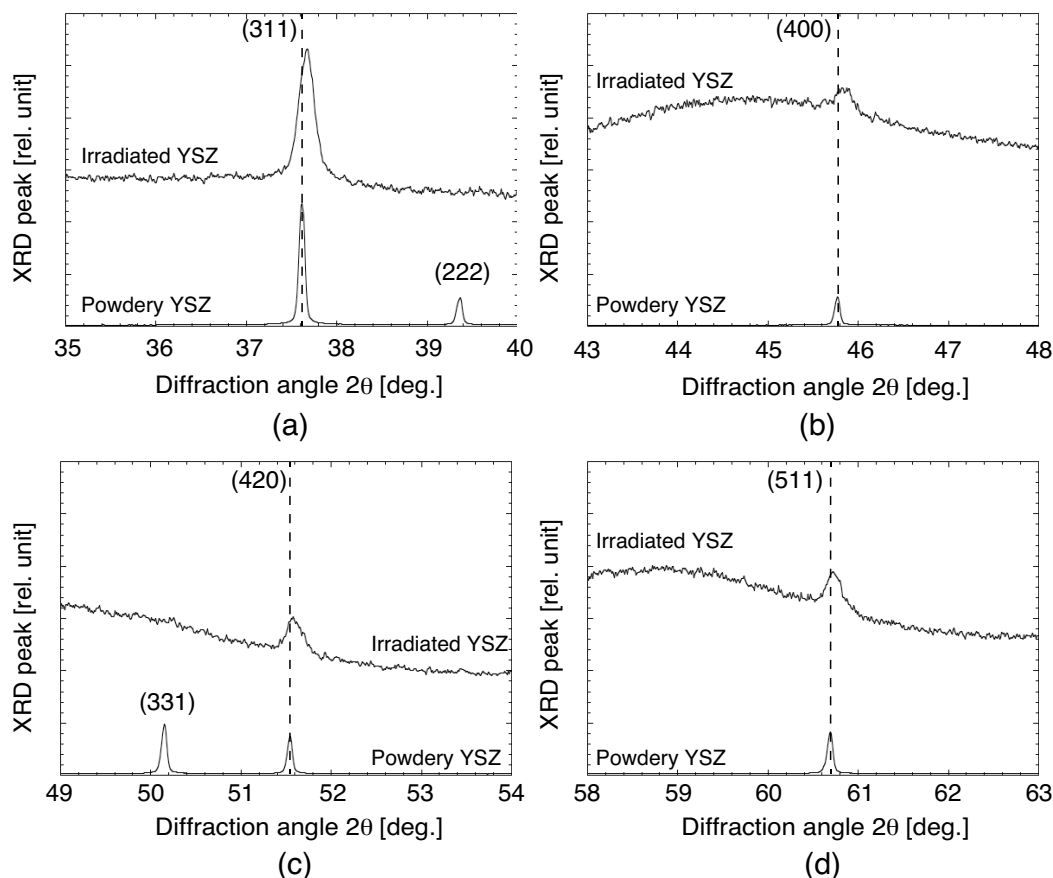


図 3.6. $I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザーを照射した単結晶ジルコニア試料の X 線回折プロファイル．(a) 格子面 (311)，(b) 格子面 (400)，(c) 格子面 (420)，(d) 格子面 (511)．照射された単結晶ジルコニアにおいて各格子面からの回折ピークが観察され，この解析結果からも，超高強度レーザー照射により単結晶ジルコニアは多結晶に変化していた．また，回折ピークが高角度側にシフトしていることから塑性変形がレーザー光伝搬方向に発生し，残留していることを示唆している．

3.3.4 各種解析結果からの考察

これまでに記してきた SEM，STEM，EBSD による形態と構造変化観察，そして X 線回折による構造解析の結果から， $I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザー照射により，単結晶ジルコニア内にナノ結晶化と多層構造化を形成することを初めて発見した．一般的にこのようなナノ結晶化は，金属における転位などで見られるが，この結果は，レーザー駆動衝撃圧縮によってセラミックスである単結晶ジルコニアにおいて，格子面に沿って滑りが起きナノ結晶化が起きることを示している．

ここで結晶粒の粒径形成メカニズムについて衝撃波や熱波のモデルで考察を行った．超高強度レーザーを単結晶ジルコニアに照射すると，表面はレーザーの光圧力で押されると仮定することができる．その場合その圧力 P は，

$$P = (1 + \eta) \frac{I_L}{c} \quad (3.1)$$

で与えられる。(3.1)式で見積もることができる [20,21]。 η はレーザーの反射係数で、この場合、パルス幅が 110 fs と非常に短いパルスが単結晶ジルコニアに照射されているため、完全吸収されると仮定する。 I_L と c はそれぞれ、レーザーの照射強度と光の速度である。この実験において単結晶ジルコニアに照射されたレーザーの照射強度が $I_L = 1.15 \times 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ であったことから (3.1) 式より、圧力は $P \approx 7.6 \times 10^{12} \text{ Pa}$ と見積もられる。

このような高い圧力が単結晶ジルコニアの表面上に与えられると衝撃波が起こり、それは単結晶ジルコニアのレーザー照射スポットから始まる。単結晶ジルコニア内を衝撃波面が通過すると、図 3.4 や図 3.5 に示されるように多結晶化と微細化が生成される。図 3.5 に示すようにレーザー照射表面から 100 μm より深い部分での多結晶化と微細化が観察されなかった。また、超高強度レーザー照射と同時に、表面近傍にはレーザースポットと同じ大きさで、高温プラズマプルームが生成される。生成された高温プラズマプルームは、真空空間に向かって膨張し、温度は高強度レーザー照射後に低下しかし表面付近この停滞する。このプルームからの熱伝導は、レーザースポット近くの単結晶ジルコニアを熔融し、衝撃波で微細化された粒子と結合し大きな粒子を形成したと考えられる¹⁾。そのため、図 3.4 に示されるように表面近くの粒子サイズが、深い部分に比べて大きくなる。

3.4 第 3 章のまとめ

第 3 章で論述した研究成果を以下のようにまとめる。

本研究の目的は、高密度で低温・高圧力状態を超高強度レーザーで発生させ、セラミックスやグラファイトなど機能性材料の改質に関する研究の推進と超高強度レーザーを用いた受託開発事業を創出することである。本研究では、レーザー照射強度が $I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザーをシングルショットで単結晶ジルコニアに対向照射したことにより、世界ではじめて超高強度レーザーによる多層（結晶サイズが数十 nm から数 μm を有した 4 層構造）・多結晶化に成功した。残留応力が表面に形成される多結晶の影響により、膜厚方向に保持されていることも示した。本研究の最終目標であるセラミックスの靱性向上の新しい方法を見出すことができたのである。対向照射により、レーザー駆動衝撃波をサンプル中央部付近に超高圧空間を形成させることにも成功した。

超高強度レーザーによる改質技術における要素技術を明らかにすることは、超高強度レーザーを用いた受託開発事業の創出を目指すのに資するところ大である。次章において、レーザー衝撃波及び膜厚方向に保持される残留応力の影響を、レーザー強度パルス幅依存性について述べる。

¹⁾ A.Sunahara: private communication with the co-author Dr A. Sunahara on his STAR 1D hydrocode including radiation transport, to be published elsewhere

第3章の参考文献

- [1] 佐藤一則, 講座 メタンの高度利用技術 4. 燃料電池 メタン利用技術との観点から, *J. Plasma Fusion Res.* Vol.87, No.1, pp. 36–41, 2011.
- [2] T. Ueda, et al., Effects of Sr Addition to La-Based Perovskite Sensing-Electrode on YSZ-Based Amperometric-Type NO_x Sensor. *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering* 18, 212012, 2011.
- [3] 都井 裕, セラミックスの破壊力学 - マイクロクラックによる高靱性化について - 生産研究 41, 巻7号, pp. 583–590, 1989.
- [4] 平野正典, ジルコニア系セラミックスの調製とその性質に関する研究, 名古屋工業大学 博士論文, p.7–9, 1995.
- [5] (社) 日本セラミックス協会, 今日からモノ知りシリーズ, トコトンやさしいセラミックスの本, 日刊工業新聞社. p.20–21, 2009.
- [6] 佐野雄二, レーザープロセッシング応用便覧 レーザー学会編第4章 マイクロレーザープロセッシング 8. レーザーピーニング, エヌジーティー, pp.228–234, 2006.
- [7] P. Peyre, et al., Laser shock processing of aluminium alloys. application to high cycle fatigue behaviour. *Mat. Sci. Eng. A*, Vol. 210, No. 102–113, 1996.
- [8] Y. Sano, et al., Residual stress improvement in metal surface by underwater laser irradiation. *Nucl. Instrum. and Methods. Phys. Res. B*, Vol. 121, pp. 432–436, 1997.
- [9] D. W. See, et al., The air force manufacturing technology laser peening initiative. *Surf. Eng.*, Vol. 18, pp. 32–36, 2002.
- [10] J P Cuq-Lelandais, et al., Spallation generated by femtosecond laser driven shocks in thin metallic targets. *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol. 42, No. 6, 065402, 2009.
- [11] M. Tsujino, et al., Quenching of high-pressure phases of silicon using femtosecond laser-driven shock wave. *The Review of Laser Engineering*, Vol. 36 (2008), No. APLS, pp. 1218–1221, 2008.
- [12] M. Tsujino, et al., Formation of high-density dislocations and hardening in femtosecond-laser-shocked silicon. *Applied Physics Express*, Vol. 5, No. 2, 022703, 2012.

- [13] T. Matsuda, et al., Femtosecond laser-driven shock-induced dislocation structures in iron. *Applied Physics Express*, Vol. 7, No. 12, 122704, 2014.
- [14] T. Matsuda, et al., Multiple-shocks induced nanocrystallization in iron. *Appl. Phys. Lett.*, **105**, 021902, 2014.
- [15] Y. Mori, et al., Present status of table-top short-pulse beat wave electron acceleration laser system. *Int. J. Mod. Phys. B*, Vol. 21, 572, 2007.
- [16] Y. Mori and Y. Kitagawa. Acceleration of cone-produced electrons by double-line Ti-sapphire laser beating. *Physics of Plasmas*, Vol. 19, 053106, 2012.
- [17] Y. Mori and Y. Kitagawa. Double-line terawatt OPCPA laser system for exciting beat wave oscillations. *Appl. Phys. B Lasers and Optics* **110**, pp. 57–64, 2013.
- [18] T. Sekine, et al., 84 dB amplification, 0.46 J in a 10 Hz output diode-pumped Nd:YLF ring amplifier with phase-conjugated wavefront corrector. *Opt Express*, Vol. 18 (13), pp. 13927–13934, 2010.
- [19] BL5S2 粉末 X 線回折・XAFS, ビームライン概要,
http://www.astf-kha.jp/synchrotron/userguide/gaiyou/bl5s2_i_x.html
(2016.1.11)
- [20] S. C. Wilks, et al., Absorption of ultra-intense laser pulses. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 69, 1383, 1992.
- [21] Y. Sentoku, et al., Laser hole boring and hot electron generation in the fast ignition scheme. *Fusion Sci. Technol.*, Vol. 49 (3), pp. 278–296, 2006.

第 4 章

レーザー強度パルス幅に対する 単結晶ジルコニアの残留応力の 依存性

4.1 はじめに

第 3 章では，単結晶ジルコニアに超高強度レーザー ($I_L=10^{17} \text{ W cm}^{-2}$) を照射することによって，サンプル表面に多層・多結晶化が起きることがわかった．更に X 線回折ピークのシフトから，レーザー衝撃波が表面の多結晶化に寄与し，残留応力は表面に形成された多結晶化によって，膜厚方向に保持されていることを示した [1]．

本章では，同サンプル，同照射配位においてレーザー衝撃波及び膜厚方向に保持される残留応力のレーザー強度パルス幅依存性を明らかにする研究実験を行った．残留応力は，結晶の異方性から求めた．衝撃波については 2 次元の流体シミュレーションを援用して評価した．

研究実験では，直径 $65 \mu\text{m}$ のフェムト秒 ($I_L=10^{17} \text{ W cm}^{-2}$)，ピコ秒 ($I_L=10^{15} \text{ W cm}^{-2}$)，ナノ秒 ($I_L=10^{12} \text{ W cm}^{-2}$) のレーザー光をシングルショットで同サンプルに，それぞれ最大出力で対向照射した．レーザー照射後の単結晶ジルコニアの残留応力は，レーザー強度パルス幅に依存して残ることが，X 線回折による構造解析からわかった．またレーザー照射したサンプルの表面には，レーザー照射部を中心とした周囲に同心円状の縞模様が形成されることがわかった．縞模様形成メカニズムを明らかにするために，熱輻射流体シミュレーション Star2D [2] と観察結果の比較を行った．以下に，研究結果を詳細に述べる．

4.2 実験方法

4.2.1 実験レイアウト

図 4.1 (a) に使用した HAMA レーザーのブロック図を示す．HAMA レーザーは，Titanium:Sapphire の BEAT レーザーシステム [3–5] を種レーザー光とし，半導体励起固体レーザー KURE-1 レーザーシステム ($E = 4.4 \text{ J}$, $\omega_0 = 1053 \text{ nm}$, τ

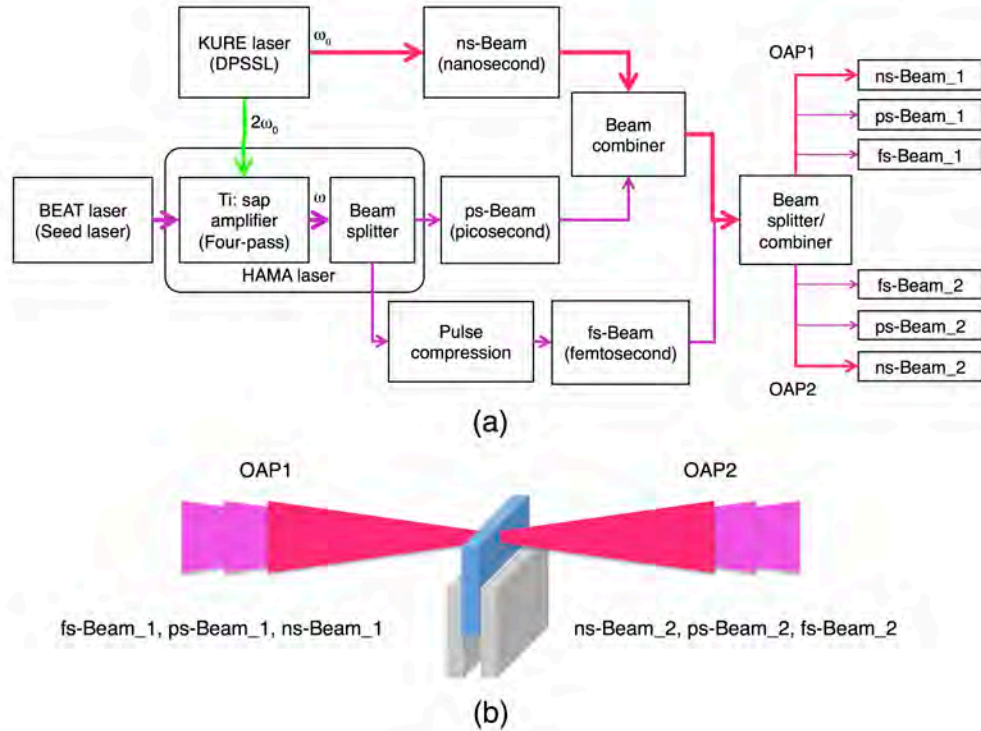


図 4.1. 使用したレーザーシステムとレーザー照射レイアウト。(a) レーザーシステム，(b) 単結晶ジルコニアへのレーザー照射レイアウト

= 15 ns) [6] の第二高調波により増幅される [7]。増幅された HAMA レーザー光はビームスプリッターで 2 つにわけ，1 つはピコ秒のパルス幅を持つ”ps-Beam” ($E = 1.14 \text{ J}$, $\omega = 820 \text{ nm}$, $\tau = 300 \text{ ps}$) に，もう 1 つは 4 枚の回折格子でパルス圧縮されたフェムト秒のパルス幅を持つ”fs-Beam” ($E = 0.84 \text{ J}$, $\omega = 820 \text{ nm}$, $\tau = 110 \text{ fs}$) に分割される。更に，KURE-1 レーザーの基本波出力の一部であるナノ秒のパルス”ns-Beam” ($E = 2.6 \text{ J}$, $\omega_0 = 1053 \text{ nm}$, $\tau = 15 \text{ ns}$) とを組み合わせ，合計の 3 本のビームを照射することができる。3 本のビーム (ns-Beam, ps-Beam, fs-Beam) は圧縮容器内でビームスプリッターによって 2 つに分割され，合計 6 本のビームとなる。それらビームは軸外し放物面鏡 (OAP1, OAP2) を用いて図 4.1 (b) に示すように単結晶ジルコニアの表面に直径 $65 \mu\text{m}$ で対向照射した。

単結晶ジルコニアは，11.5 mol% Y_2O_3 配合された立方晶のイットリウム安定化ジルコニア ($10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times$ 厚さ 0.5 mm (100)) を用いた。照射環境は真空 ($\sim 10^{-3} \text{ Pa}$) で行った。

まず，単結晶ジルコニアに照射したレーザー駆動衝撃圧力を推定した。レーザー照射により単結晶ジルコニア表面ではレーザーエネルギーが吸収されプラズマが生成する。特に，ナノ秒やピコ秒のレーザー照射の時は，生成されたプラズマは更にレーザーエネルギーを吸収して，プラズマが表面から外側に吹き出される。この噴出 (アブレーション) の反作用によって，試料内部に衝撃波が誘起され，試料は高温・高圧

状態に晒される．この場合圧力 P は，

$$P = 1.4 \left(\frac{I_L}{10^{14} \text{ W cm}^{-2}} \right)^{2/3} \left(\frac{\lambda}{0.53 \mu\text{m}} \right)^{-2/3} \quad [\text{TPa}] \quad (4.1)$$

レーザー強度 I_L とレーザー波長 λ を用いて (4.1) 式に示すような経験則で見積もることができる [8, 9]．

一方，フェムト秒レーザーの場合は，パルス持続時間が非常に短いため，アブレーションによる作用が小さくなるため (4.1) 式の経験則を用いて圧力 P を推定することは困難である．そのため，単結晶ジルコニア表面はレーザーの光圧力によって駆動されるポンデロモーティブ力で押されると仮定し，(3.1) 式 [10, 11] ($P = (1 + \eta) \frac{I_L}{c}$) に示されるように表面はレーザーの光圧力で押されると推定した．そして (3.1) 式，(4.1) 式を用いて圧力 P を， $P_{(ns-Beam)} = 0.078 \text{ TPa}$ ， $P_{(ps-Beam)} = 0.72 \text{ TPa}$ ，そして $P_{(fs-Beam)} = 7.7 \text{ TPa}$ とそれぞれ推定した．表 4.1 にレーザー照射条件などをまとめる．

表 4.1. 単結晶ジルコニアに照射したレーザーパラメータ．

	ns-Beam	ps-Beam	fs-Beam
Energy on sample [J]	1.3	0.57	0.42
Pulse duration [s]	15×10^{-9}	300×10^{-12}	110×10^{-15}
Beam spot size [μm]	65	65	65
Wave length [μm]	1.053	0.82	0.82
Peak intensity I_L [W cm^{-2}]	2.61×10^{12}	5.73×10^{13}	1.15×10^{17}
Calculated impact pressure P [TPa]	0.078	0.72	7.7

4.2.2 解析手法

表 4.1 に示すレーザー条件で照射された単結晶ジルコニアについて，マイクロスコブ (Keyence 製: VHX-2000) と走査型電子顕微鏡 SEM (Ultra 55, Carl Zeiss) で表面解析を行い，あいちシンクロトロン光センターの放射光源 (BL5S2) で結晶構造解析を行った．BL5S2 にはデバイセラーカメラ (R=286 mm)，イメージングプレート (IP BAS-MS, 幅 200 mm × 長さ 400 mm, FUJIFILM) とイメージングプレートリーダー (RAXIS-DS3C, Rigaku) が取り付けられている．

レーザー照射した単結晶ジルコニアに照射した放射光 (X 線) のパラメータは以下のとおりである．サンプルへの X 線入射角度を $10.000 \pm 0.004^\circ$ ，試料上でのビームサイズは大凡 $0.6 \times 0.5 \text{ mm}$ ，エネルギー $E = 12.4 \text{ keV}$ を 10 分間照射した．照射された X 線の侵入深さは大凡 $10.1 \mu\text{m}$ であり，この解析結果はその深さ領域からの結晶構造情報となる．なお，この設備における試料取付エラーが， 0.1 mm 以下となるようカメラなどで位置合わせを行った．

4.3 実験結果と考察

4.3.1 マイクロ스코ープによる表面観察

図 4.2 にマイクロ스코ープで観察した結果を示す．観察面は，レーザー照射後の表面が両面ともほぼ同じであったことから，OAP1 側のみとした．図 4.2 (a)～(c) に示すように単結晶ジルコニアには，レーザー強度パルス幅に相関を持った照射痕とその周囲に縞模様が形成されていた．なお，図 4.2 (a) において外側のリングが 2 重になっているのは裏側 (OAP2) が透けて見えているからである．照射痕の口径の変化は，表 4.1 に示すようアブレーション圧力若しくは光圧力から求めたレーザー駆動衝撃圧力が高くなるに連れ大きくなっていった．

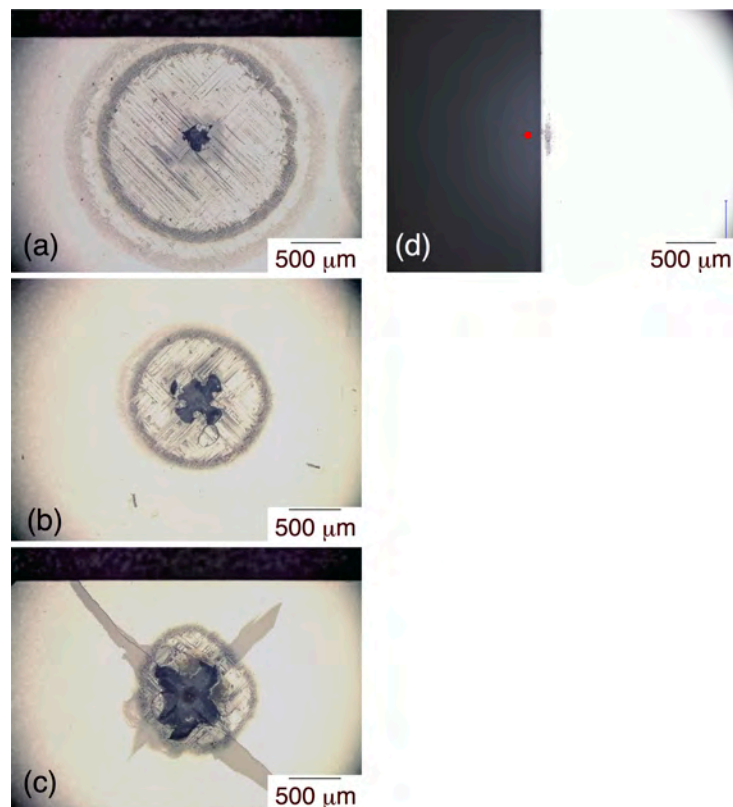


図 4.2. OAP1 側のマイクロSCOPE観察結果．(a) ns-Beam, (b) ps-Beam, (c) fs-Beam 照射した単結晶ジルコニアのマイクロSCOPE観察結果．レーザーエネルギーに依存して破碎と縞模様が形成されていた．(a) において外側のリングが 2 重になっているのは裏側 (OAP2) が透けて見えているからである．(d) 単結晶ジルコニアの端から $125 \mu\text{m}$ 外側 (赤色の点の箇所) を ns-Beam 照射した単結晶ジルコニアのマイクロSCOPE観察結果．縁が少し焦げた程度で縞模様は観察されなかった．この結果から，縞模様はレーザーとプラズマの相互作用で形成される可能性があると考えた．

ここで縞模様がどのように形成されたのか，レーザーエネルギーと縞模様の関係について考察した．最近の研究で，京都大学 清水氏の論文に，低フルエンスのフェムト秒レーザーを照射することにより，表面に微細な周期性がないストライプが形成されることが報告されている [12]．

そこで、縞模様がフットパルスによる影響であるか否か評価するために、補助的な実験として ns-Beam を単結晶ジルコニアから $125 \mu\text{m}$ 外れた位置を狙って照射した結果を図 4.2 (d) に示す．同図に示すように、単結晶ジルコニアの隅が少し焼けるだけで縞模様は現れなかった．

この補助的な実験から、縞模様は発生した高密度プラズマと単結晶ジルコニアとの相互作用によって形成されたと考えた．しかし、縞模様形成メカニズム（メカニズムと大きさの変化との関係など）は、この補助的な実験だけで理解することは十分ではないため第 4.3.4 項にて詳細に考察した．まず、X 線回折による構造解析を行った．

4.3.2 X 線回折による構造解析

ns-Beam, ps-Beam, fs-Beam を照射した単結晶ジルコニアを、あいちシンクロトロン光センターの放射光源 (BL5S2) で結晶構造解析を行った結果を図 4.3 に示す．図 4.3 (a)～(c) はそれぞれ、ns-Beam, ps-Beam, fs-Beam を照射した単結晶ジルコ

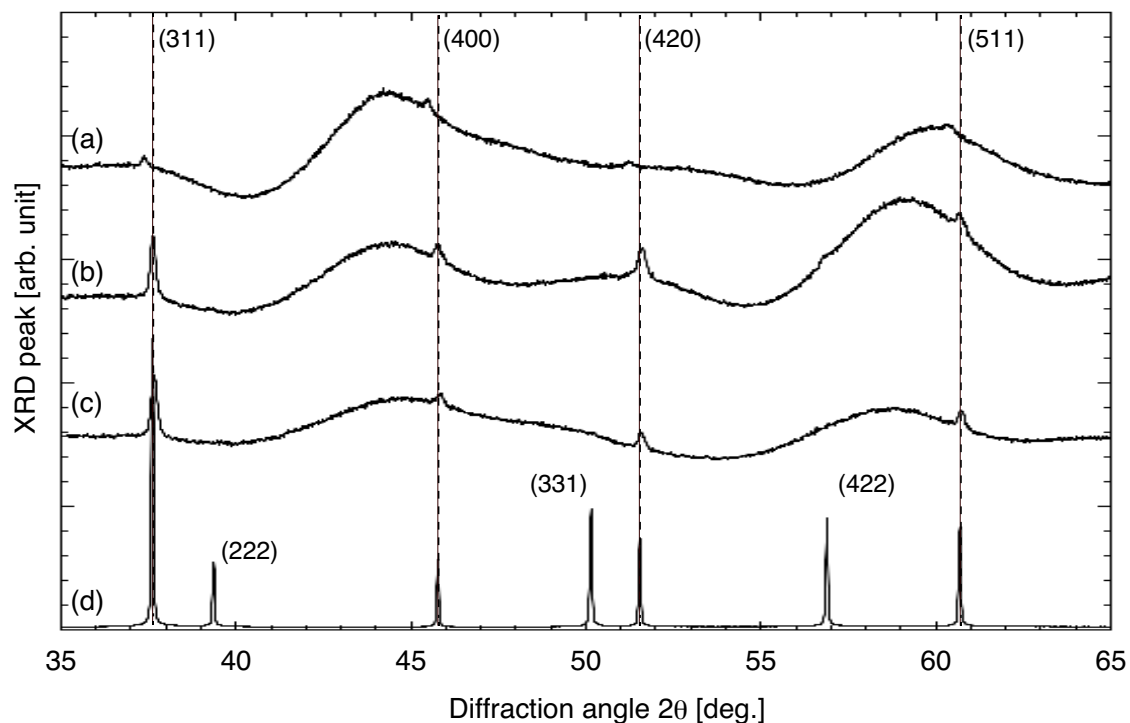


図 4.3. $I_L = 10^{12} \sim 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ のレーザーを照射した単結晶ジルコニアの X 線回折プロファイル．(a) ns-Beam 照射した単結晶ジルコニア，(b) ps-Beam 照射した単結晶ジルコニア，(c) fs-Beam 照射した単結晶ジルコニア，(d) 粉末の単結晶ジルコニア．粉末の単結晶ジルコニアからの X 線回折プロファイル (d) とレーザー照射した単結晶ジルコニアからの X 線回折プロファイル (a)～(c) とを比較すると、ns-Beam と fs-Beam を照射した単結晶ジルコニアからの X 線回折プロファイルのピークがそれぞれシフトしていた．

ニアからの $2\theta = 35 \sim 65^\circ$ 範囲における X 線回折プロファイルである．なお詳細考察を行うにあたっては、図 4.3(d) に示す粉末の単結晶ジルコニアからの回折プロファイルを基準にし、比較した．図 4.3(a)～(c) の X 線回折プロファイルは、レーザー照

射した箇所からの回折プロファイルであり，同図に示すようにいくつかの格子面からのピークが観察されたことから，レーザー照射により多結晶化が起きたことが示されている．

一方，図示していないが縞模様のところからは，図 4.3(a)～(c) の X 線回折プロファイルは観察されなかった．つまり，多結晶化はレーザー照射部だけで形成されることがわかった．そしてそれぞれの X 線回折ピークの全半値幅は，粉末の単結晶ジルコニアの全半値幅と比べ広がっていることから，レーザー照射により微細化も進んでいることも示唆している．

更に詳細に X 線回折プロファイルを分析するために，それぞれの X 線回折プロファイルから格子面間隔 d と格子定数 a を求めた．それぞれの X 線回折プロファイルの格子間隔 d は，

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (4.2)$$

(4.2) 式に示すブラッグの式を用いて求めた．同式 θ は X 線回折プロファイルの回折角度， n は次数であり $n = 1$ ，そして $\lambda = 0.999 \text{ \AA}$ と照射した放射光源 (X 線) の波長である．そして立方晶系の格子定数 a と格子間隔 d には，

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (4.3)$$

(4.3) 式に示す関係がある．ここで， h, k, l は，格子間隔 d のミラー指数である．(4.2) 式と (4.3) 式を用いて求めた d と a を表 4.2 に示す．なお，格子定数はそれぞれ

表 4.2. 図 4.3 の X 線回折プロファイルから計算によって求めた格子間隔 d と格子定数 a .

Lattice plane (h, k, l)	nonirradiated powdery YSZ			irradiated YSZ								
	$2\theta_0$ [deg.]	d_0 [\AA]	a_0 [\AA]	ns-Beam			ps-Beam			fs-Beam		
				2θ [deg.]	d_{ns} [\AA]	a_{ns} [\AA]	2θ [deg.]	d_{ps} [\AA]	a_{ps} [\AA]	2θ [deg.]	d_{fs} [\AA]	a_{fs} [\AA]
(311)	37.62	1.549	5.138	37.36	1.560	5.172	37.63	1.549	5.137	37.67	1.547	5.131
(400)	45.77	1.284	5.138	45.35	1.295	5.183	45.72	1.286	5.143	45.83	1.283	5.131
(420)	51.55	1.149	5.137	51.14	1.156	5.176	51.62	1.147	5.131	51.58	1.148	5.134
(511)	60.69	0.989	5.137	60.14	0.996	5.180	60.66	0.989	5.140	60.72	0.988	5.135
Average			5.138			5.178			5.138			5.133

れのビーム毎の平均値とした．同表に示すように，格子定数の平均値は照射したレーザーエネルギーに依存していたが，これらの格子定数の変化が非常に小さかったため，サンプル取付エラーが起きたかもしれないと考え，以下の考察を行った．

図 4.3(b) と図 4.3(d) を見ると，ps-Beam 照射した単結晶ジルコニアからの X 線回折プロファイルと粉末の単結晶ジルコニアの X 線回折プロファイルは，殆ど一致していたのでサンプル取付エラーがなかった判断した．そして，サンプルの取付エラーが ns-Beam と fs-Beam のときに起きていたと仮定して ps-Beam と比較考察すると，(311) 面は，ps-Beam と ns-Beam との回折角度の差は 0.27° であり，およ

び fs-Beam とは -0.04° の差であった。もし、これら回折角度の差がサンプル取付エラーで発生したとすると、ps-Beam のサンプル取付位置に対して ns-Beam の場合は 2.22 mm であり、fs-Beam の場合は -0.32 mm ずれていた見積もられた。しかし、このような取付エラーはシステムにおいて発生しにくいものである。この考察結果から、これら X 線回折プロファイルのピークはそれぞれのレーザー照射によって観察されたものだとは断定した。

4.3.3 残留応力に関する考察

ここで、図 4.3(a)～(c) に示した各格子面 ((311) , (400) , (420) , (511)) の X 線回折プロファイルのピークシフトから、膜厚方向の残留応力について考察を行った。前述したように、粉末の単結晶ジルコニアからの X 線回折プロファイル (図 4.3(d)) と比較すると ns-Beam を照射した単結晶ジルコニアからの X 線回折プロファイルのピークは低角度側に、fs-Beam を照射した単結晶ジルコニアからの X 線回折プロファイルは高角度側にそれぞれシフトしていた。そして、ps-Beam を照射した単結晶ジルコニアからの X 線回折プロファイルのピークは殆どシフトしていなかった。これら X 線回折プロファイルのピークシフトは、レーザー照射により膜厚方向に残留応力 (塑性変形) が保持されたことを示唆しており、ns-Beam を照射した単結晶ジルコニアには引張圧力が、fs-Beam を照射した単結晶ジルコニアには圧縮応力がそれぞれ保持されていた。

もし、残留応力が 1 次元 (面方向) に残っていると仮定すると以下のように残留応力を見積もることができると考えた。ひずみ量 ϵ は、

$$\epsilon = \frac{d - d_0}{d_0} \quad (4.4)$$

(4.4) 式を用いて得ることができる。 d と d_0 はそれぞれ、レーザー照射した単結晶ジルコニアと粉末の単結晶ジルコニアの格子面間隔である。それらの値は、表 4.2 に示すように求められる。そして残留応力 σ は、

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} \quad (4.5)$$

フックの式である (4.5) 式を用いて見積もることが可能である。なお、 E は単結晶ジルコニアのヤング率であり、それは 245.2 GPa である。(4.4) 式と (4.5) 式を用いて残留応力を推定した結果を図 4.4 に示す。同図に示すように、ns-Beam を照射した単結晶ジルコニアは $383 \sim 805\text{ MPa}$ 、ps-Beam を照射した単結晶ジルコニアは $-44 \sim 14\text{ MPa}$ 、そして fs-Beam を照射した単結晶ジルコニアは、 $-278 \sim -108\text{ MPa}$ の残留応力がそれぞれ残っていると推定した。そして、残留応力は ps-Beam を境にして引張と圧縮に分かれることがわかった。

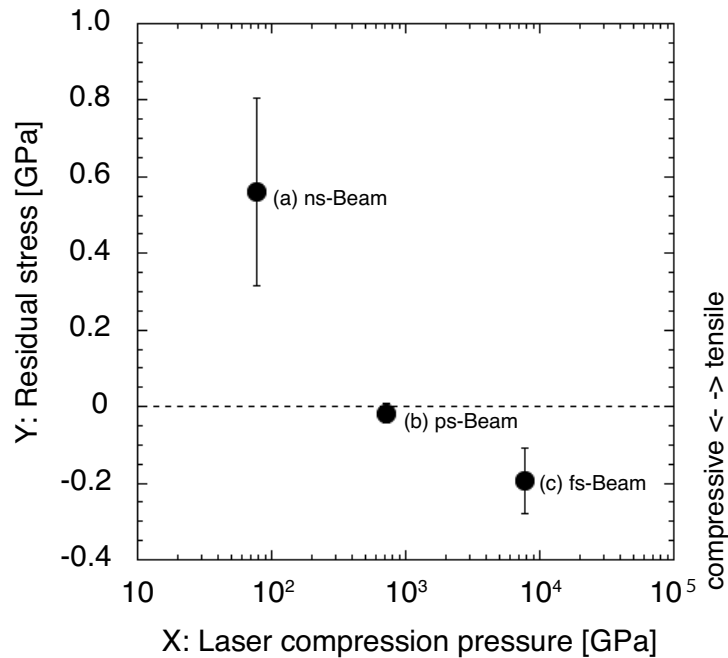


図 4.4. 図 4.3(a)~(c) に示した X 線回折プロファイルから推定した $I_L = 10^{12} \sim 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ のレーザーを照射した単結晶ジルコニアの残留応力. $I_L = 10^{12} \sim 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ のレーザー照射した単結晶ジルコニアの残留応力は, ps-Beam を境にして引張と圧縮に分かれることがわかった.

佐野らの報告によると, A6061 アルミニウム合金に SACLA¹⁾ プローブとし, レーザー照射したときの時間分解 X 線回折プロファイル観察結果によると, 残留応力は, サンプル内の衝撃波の進行に応じて変化し, それが時間とともに変化すると報告されている. そして, X 線回折のピークはレーザー照射 30 ns 後にアルミニウム (111) が低角度側にシフトすることが記述されている [13].

本実験で作成したサンプルの X 線回折による構造解析は, レーザー照射後 5 日経ってから行ったものであるためよくわからないが, 本実験サンプルも佐野らの研究と同じようにレーザー照射をした瞬間 (レーザーパルスの持続時間と同定の時間) においては時間とともに変化していたと推定している. しかしこの実験におけるレーザー駆動衝撃波は, サンプルの内側に向かって両側から伝搬しサンプル内で停滞したと推測される. そのため残留応力がレーザー照射後 5 日経ても保持されたと考えた. しかしこの実験結果だけで対向照射による改質効果を明確化することが難しいこともわかった.

4.3.4 縞模様形成メカニズムに関する考察

最後に, 第 4.3.1 項のマイクロスコープによる観察結果に示した縞模様のメカニズムについて, 再度考察した. ここで, 縞模様はレーザー照射によって生成されるプラ

¹⁾ SACLA: SPring-8 Angstrom Compact Free Electron Laser. 兵庫県播磨科学公園都市にある SPring-8 に併設された X 線自由電子レーザー.

ズマの輻射熱の排出によってできると仮説をたてた．具体的には，レーザー照射により破砕と同時にレーザーアブレーションにより生成された高密度プラズマが単結晶ジルコニア表面に生成され，レーザー駆動衝撃波は内部に伝搬する．そして生成された高密度プラズマは，レーザーパルス幅に依存して単結晶ジルコニアの面方向とレーザー入射方向に広がり，レーザー光のパルスの持続時間単結晶ジルコニアの表面に滞在することによって縞模様が形成されたと考えた．

この仮説を説明するために，輻射流体シミュレーション Star2D [2] を用いてシミュレーションを行った．このシミュレーションでは，レーザー照射により生成されたプラズマ中で単結晶ジルコニアが完全電離されると仮定した．シミュレーションのパラメータを表 4.3 に示す．

表 4.3. Star2D シミュレーションで用いた各種パラメータ．

	ns-Beam	ps-Beam	fs-Beam
Sample	YSZ		
Thickness [μm]	170		
Wave length [μm]	1.053	0.82	0.82
Peak intensity [W cm^{-2}]	2.61×10^{12}	5.73×10^{13}	1.15×10^{17}
Beam spot size [μm]	65		
Energy [J]	1.3	0.57	0.42
Pulse duration	15 [ns]	300 [ps]	115 [fs]
Peak timing	30 [ns]	600 [ps]	1 [ps]
Spatial distribution	Gaussian		
Time waveform	Gaussian		

図 4.5 に ns-Beam , ps-Beam , fs-Beam におけるシミュレーション結果を示す．図 4.5(a) はシミュレーションにおける空間レイアウトを示したものである．図 4.5(b) ~ (d) は，それぞれのピークタイミングにおける生成されるプラズマの密度の径方向空間への広がり（等高線）を示したものである．実験結果と比較するためには，シミュレーションにおいて無限時間で比較することが必要である．しかしシミュレーションで無限時間を見積もることは困難である．シミュレーションにおけるピークタイミングを，それぞれのレーザーパルスの 2 倍程度とした．

図 4.5(b) に示す ns-Beam 照射でのレーザーに対する径方向へのプラズマの広がりには，径方向に 0.09 cm(0.9 mm) 近くあった．それに対して，図 4.5(c) と図 4.5(d) に示す ps-Beam と fs-Beam 照射では ~ 0.06 cm(0.6 mm) 程度と ~ 0.05 cm(0.5 mm) 程度と ns-Beam 照射の半分近くになっていた．

ここで，図 4.5(b) ~ (d) で示したシミュレーション結果から推定した侵食した径方向の大きさ（直径）と回収された単結晶ジルコニア表面の縞模様の直径との比較を行った．図 4.6 にその結果を示す．それぞれのレーザー後の縞模様の直径は，図 4.2(a) ~ (c) に示したマイクロスコープ観察結果から求めた．ns-Beam (1.3 J) 場合

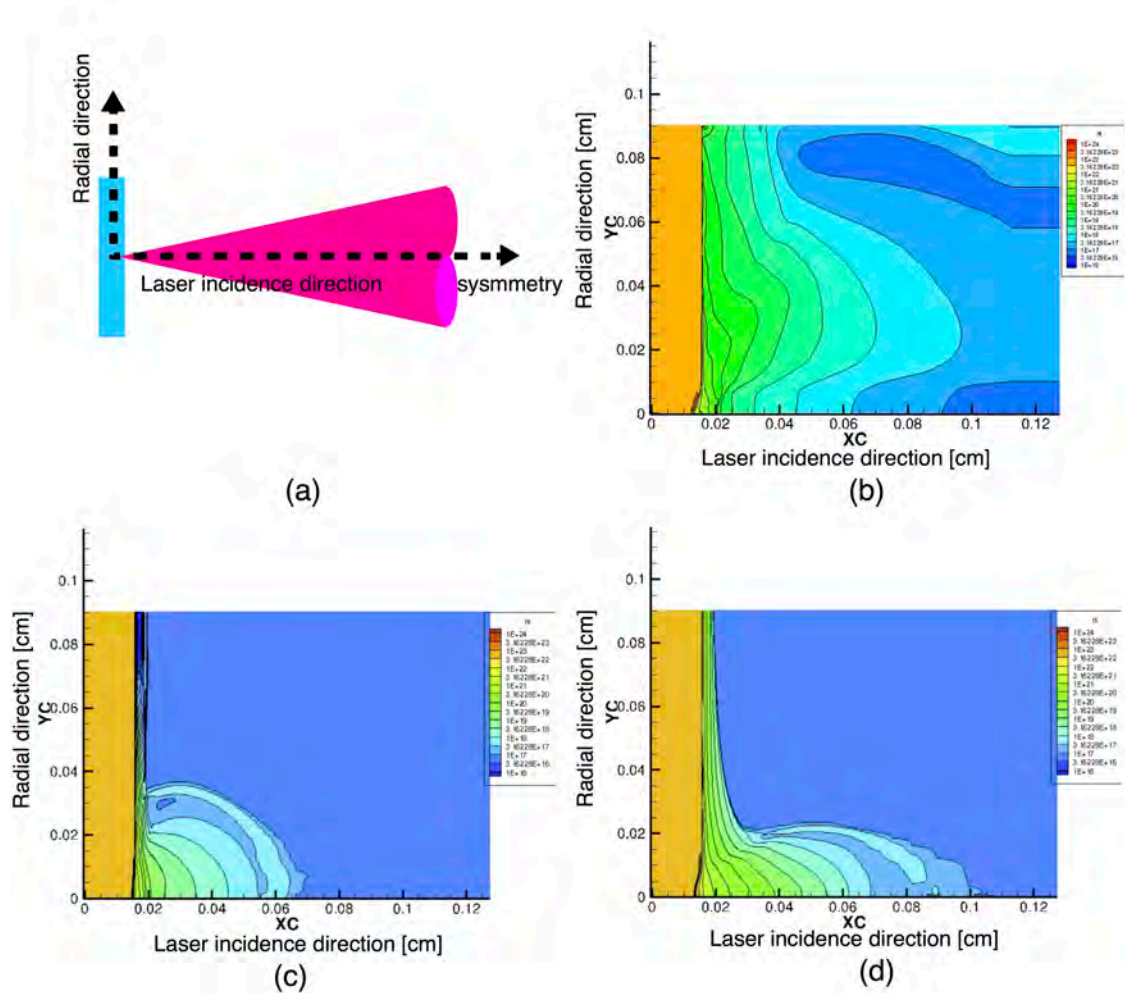


図 4.5. それぞれのレーザーピークタイミングにおける生成される高密度プラズマの Star2D シミュレーション結果 . (a) シミュレーションにおける空間プロファイル . (b) ns-Beam 照射 , (c) ps-Beam 照射 , (d) fs-Beam 照射 . (b) ~ (c) は生成される高密度プラズマ等高線図である . ns-Beam は ps-Beam や fs-Beam に比べパルスの持続時間が長いため , 単結晶ジルコニア表面に高密度プラズマが径方向に広がることを示された . また , 最表面付近には侵食されたような痕跡も見られた .

は , 直径が 1.83 mm , ps-Beam (0.57 J) 場合は , 直径が 1.29 mm , そして fs-Beam (0.42 J) 場合は , 直径 1.29 mm であった . Star2D シミュレーションで示された径方向の侵食した大きさをプロットすると , 縞模様の大きさと概ね一致していた .

次に , 図 4.5 (b) に示す ns-Beam のシミュレーションプロファイルにおいて , 単結晶ジルコニアの表面がプラズマで炙られ侵食しているような形跡が見られた . そこで , 縞模様の形成が発生する高密度プラズマから輻射熱で形成されたことを確認するために , ns-Beam 照射した単結晶ジルコニアを照射部で切断し , その断面を走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察した結果を図 4.7 に示す .

図 4.7(a) は ns-Beam 照射した単結晶ジルコニアの断面であり , 図 4.7(b) は図 4.7(a) に示す赤色の矩形箇所を拡大観察結果である . 図 4.7(b) に示すように , レーザー照射面に形成された縞模様の表面から深さ $10 \mu\text{m}$ が溶けたような痕跡が見られ

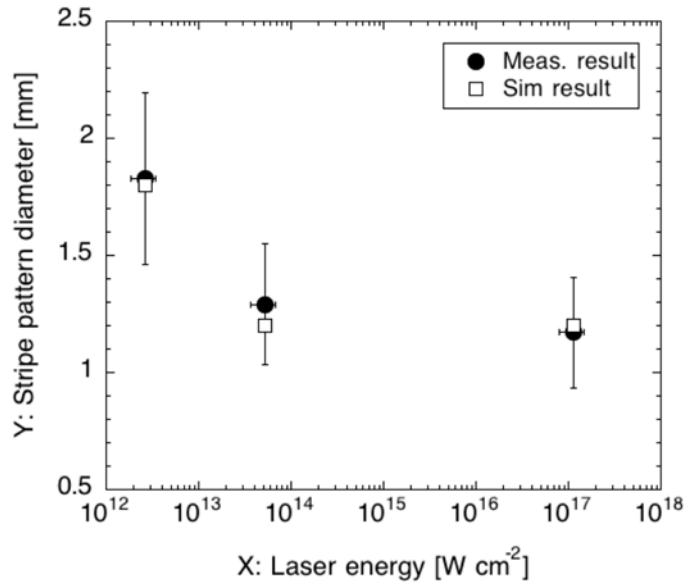


図 4.6. レーザー照射部周囲に形成される縞模様の直径とのレーザー照射強度との関係．黒丸は 4.2 (a) ~ (c) の縞模様の直径の実測値．白四角は Star2D シミュレーション結果から推定した侵食された径方向の直径．実測値とシミュレーション結果は概ね一致していた．

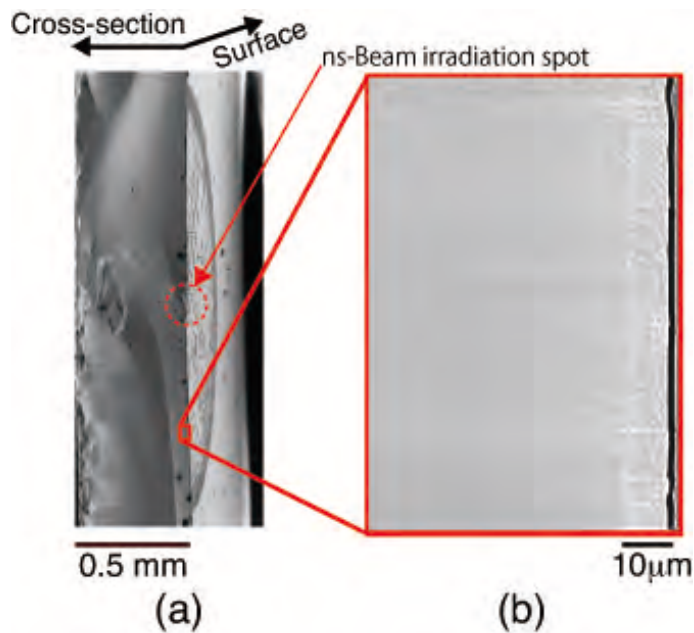


図 4.7. ns-Beam を照射した単結晶ジルコニアの走査型電子顕微鏡による断面観察結果．(a) ns-Beam 照射した単結晶ジルコニアの断面画像，(b) (a) の赤線の矩形箇所を拡大した画像．赤丸破線は，ns-Beam を照射した箇所．縞模様の下には，約 $10 \mu\text{m}$ 深さに溶けたような痕跡があった．

た．そして，その変色部は深さ方向 $10 \mu\text{m}$ 以上には進展していなかった．この焼けたような痕跡は高密度プラズマが表面でパルスの持続時間停滞していたことにより焼かれたものと考えた．

この断面観察結果と輻射流体シミュレーション Star2D の結果から，縞模様は高密度プラズマがパルスの持続時間単結晶ジルコニア表面に停滞し，高密度プラズマの

急加熱急冷による熱処理で形成されたと考えた。なお、ps-Beam と fs-Beam についてサンプル確認していないが、同様な現象が起きていると推定した。輻射流体シミュレーション Star2D を援用することにより、単結晶ジルコニア最表面での縞模様形成を説明することができた。

4.4 第4章まとめ

第4章で論述した研究成果を以下のようにまとめる。

本研究の目的は、高密度で低温・高圧力状態を超高強度レーザーで発生させ、セラミックスやグラファイトなど機能性材料の改質に関する研究の推進と超高強度レーザーを用いた受託開発事業を創出することである。本章では、同サンプル、同照射配位においてレーザー衝撃波及び膜厚方向に保持される残留応力のレーザー強度パルス幅依存性を明らかにする研究実験を行った。

単結晶ジルコニアに直径 $65\ \mu\text{m}$ で、パルス幅とレーザー照射強度がそれぞれ異なるナノ秒 ($I_L = 2.6 \times 10^{12}$ (ns-Beam)), ピコ秒 ($I_L = 5.7 \times 10^{13}$ (ps-Beam)), フェムト秒 ($I_L = 1.2 \times 10^{17}$ W cm⁻² (fs-Beam)) のレーザー光をシングルショットで対向照射した。

X線回折による構造解析の結果から、単結晶ジルコニアの多結晶化はナノ秒、ピコ秒、フェムト秒それぞれのレーザー照射によって起きる。そして多結晶化は、レーザー照射部のみに起こることがわかった。またレーザー照射部は多結晶化するだけでなく、ns-Beam 照射では $383 \sim 805$ MPa, ps-Beam 照射では $-44 \sim 14$ MPa, そして fs-Beam 照射では $-278 \sim -108$ MPa, それぞれの残留応力が残ることがわかった。そしてこの研究により単結晶ジルコニアのようなセラミックスに対して、パルス幅(レーザー照射強度)に依存した残留応力が残ることがわかった。

レーザー照射部には、レーザー衝撃圧力に依存した照射痕とパルス幅に依存した特有の縞模様が形成されることを見出した。縞模様形成メカニズムは、輻射流体シミュレーションコード Star2D を援用することで、生成されるプラズマの輻射熱によって形成されると説明することができた。

本研究実験でレーザーを照射したサンプルでは、照射された部位がプラズマの輻射熱によって溶融し、膜厚方向に応力が残された可能性が考えられる。サンプルの残留応力を制御するには、生成されるプラズマからの輻射熱による影響を抑制が重要となる。輻射熱の影響を少なくするには、フェムト秒レーザーの非熱加工特性を用いることが有用な方法である。本研究の目的である超高強度レーザーによる表面改質技術の研究を推進する上では、フェムト秒パルスをもつ超高強度レーザーにしかできない、非熱による多結晶化と微細化技術を明らかにする必要がある。次章において、パルス幅を固定したフェムト秒レーザーによる面照射(直径数 mm 程度)を行い、非熱による多結晶化と微細化などについて述べる。

第4章の参考文献

- [1] Y. Nishimura, et al., Multilayered polycrystallization in single-crystal YSZ by laser-shock compression. *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol. 48, No. 32, 325305, 2015.
- [2] A. Sunahara, et al., Generation of pre-plasma and its reduction for fast ignition. *Laser and Particle Beams*, Vol. 30, pp. 95–102, 2012.
- [3] Y. Mori, et al., Present status of table-top short-pulse beat wave electron acceleration laser system. *Int. J. Mod. Phys. B*, Vol. 21, 572, 2007.
- [4] Y. Mori and Y. Kitagawa. Acceleration of cone-produced electrons by double-line Ti-sapphire laser beating. *Physics of Plasmas*, Vol. 19, 053106, 2012.
- [5] Y. Mori and Y. Kitagawa. Double-line terawatt OPCPA laser system for exciting beat wave oscillations. *Appl. Phys. B Lasers and Optics* **110**, pp. 57–64, 2013.
- [6] T. Sekine, et al., 84 dB amplification, 0.46 J in a 10 Hz output diode-pumped Nd:YLF ring amplifier with phase-conjugated wavefront corrector. *Opt Express*, Vol. 18 (13), pp. 13927–13934, 2010.
- [7] Y. Mori, et al., 1 Hz fast-heating fusion driver HAMA pumped by a 10 J green diode-pumped solid-state laser. *Nuclear Fusion*, Vol. 53, No. 7, 073011, 2013.
- [8] S. Atzeni S and J. Meyer ter Vehn, *The Physics for Inertial Fusion, Beam Plasma Interaction, Hydrodynamics, Hot Dense Matter*. Oxford Science Publications, 2004.
- [9] 生駒大洋, et al., 高強度レーザーで木星の内部を覗く 数百ギガパスカルの水素の状態方程式 . *J. Plasma Fusion Res.*, Vol. 84, No. 2, pp. 93–99, 2008.
- [10] S. C. Wilks, et al., Absorption of ultra-intense laser pulses. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 69, 1383, 1992.
- [11] Y. Sentoku, et al., Laser hole boring and hot electron generation in the fast ignition scheme. *Fusion Sci. Technol.*, Vol. 49 (3), pp. 278–296, 2006.
- [12] M. Shimizu, et al., Unidirectionally oriented nanocracks on metal surfaces irradiated by low-fluence femtosecond laser pulses. *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 103, 174106, 2013.
- [13] 佐野雄二, 藤田敏之, パルスレーザーによる金属表面の機能創製と sacla による実時間観察, 日本結晶学会誌, Vol. 56, No. 1, pp. 22–26, 2014.

第 5 章

超高強度レーザーを用いた非熱処理による単結晶ジルコニアの表面改質

5.1 はじめに

第 3 章で述べたように、単結晶ジルコニアに超高強度レーザー ($I_L=10^{17} \text{ W cm}^{-2}$) を照射することによって、同サンプル表面に多層・多結晶化が起きることが分かった [1]。第 4 章で述べたように、超高強度レーザーによる機能性材料の改質を行うにあたって重要となるパラメータの一つであるレーザー強度パルス幅の異なるレーザーに対する膜厚方向の残留応力の残り方の違いを明らかにすることができた。またレーザー照射表面にはレーザー衝撃圧力に依存した照射痕痕とパルス幅に依存した特有の縞模様が形成されることがわかった。

本章では、超高強度レーザーによる表面改質技術の研究推進を目指した。特に、フェムト秒レーザー特有の非熱加工特性を用いた、ナノ秒、ピコ秒レーザーとは異なる超高強度レーザーにしかできない非熱による多結晶化と微細化技術の優位性を明らかにすることを目指した。そこで、パルス幅を固定したフェムト秒レーザーによる面照射（直径数 mm 程度）を行い、単結晶ジルコニアに多結晶化と微細化などの表面改質効果を明らかにする実験を行った。

実験では、レーザー照射強度を $I_L = 10^{12} \sim 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ のフェムト秒レーザー (110 fs) を、単結晶ジルコニアに直径 2 mm で片面にシングルショットした。その結果、レーザー照射強度 $I_L = 10^{13} \text{ W cm}^{-2}$ 以上の超高強度レーザーを照射した単結晶ジルコニアの表面に数十 nm サイズの結晶粒を有する多結晶に改質することを明らかにした。また X 線回折による構造解析の結果、膜厚方向に引張の残留応力が残されることもわかった。以下に、研究結果を詳細に述べる。

5.2 実験方法

本実験は，HAMA レーザーを用いて行った [2-6]．図 5.1 に単結晶ジルコニアへのレーザー照射レイアウトを示す．HAMA レーザーからのレーザー光は，OAP ミ

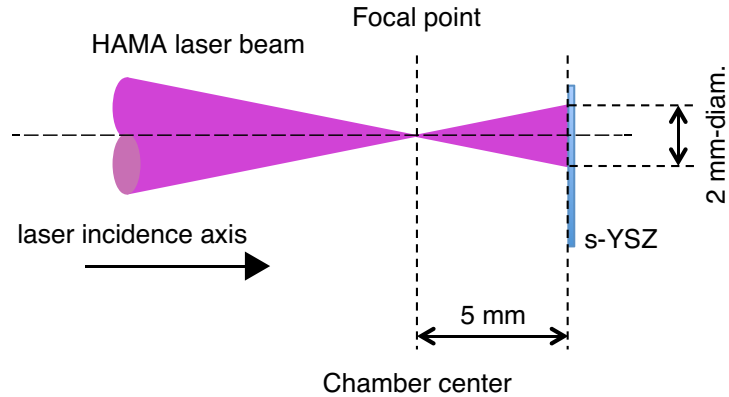


図 5.1. 直径 2 mm のフェムト秒レーザーを単結晶ジルコニアへ照射したレイアウト．単結晶ジルコニアの表面でレーザー光の直径が 2 mm になるように配置した．

ラーにより集光位置で約 $10\ \mu\text{m}$ に集光される．超高強度レーザーによる非熱処理を用いた表面改質を行うために，レーザー入射方向軸に沿って集光点から 5 mm 離れた位置に単結晶ジルコニア ($10\ \text{mm} \times 10\ \text{mm} \times$ 厚さ $0.5\ \text{mm}$) の (100) 単結晶ジルコニアを配置した．このレイアウトにおいて，単結晶ジルコニアに照射されたレーザービームの直径は直径 2 mm であった．

表 5.1 に，単結晶ジルコニアに照射したレーザー光の照射条件を示す．同表に示すように，単結晶ジルコニアに照射したレーザーエネルギー E はそれぞれ， $E = 450\ \text{mJ}$ (fs-Beam1)， $E = 130\ \text{mJ}$ (fs-Beam2)， $E = 4.1\ \text{mJ}$ (fs-Beam3) で行った．この時の照射強度 I_L はそれぞれ， $I_{L(\text{fs-Beam1})} = 1.3 \times 10^{14}\ \text{W cm}^{-2}$ ， $I_{L(\text{fs-Beam2})} = 3.8 \times 10^{13}\ \text{W cm}^{-2}$ ， $I_{L(\text{fs-Beam3})} = 1.2 \times 10^{12}\ \text{W cm}^{-2}$ であった．ポンデロモーティブ力によりレーザー駆動衝撃波が単結晶ジルコニアに伝搬すると仮定し，それぞれの圧力 P は (3.1) 式 [16,17] ($P = (1 + \eta) \frac{I_L}{c}$) を用いて， $P_{\text{fs-Beam1}} = 8.7\ \text{GPa}$ ， $P_{\text{fs-Beam2}} = 2.5\ \text{GPa}$ ， $P_{\text{fs-Beam3}} = 0.08\ \text{GPa}$ と推定した．

表 5.1. 単結晶ジルコニアに直径 2 mm で照射した時のレーザーパラメータ．

	fs-Beam1	fs-Beam2	fs-Beam3
Energy on sample E [mJ]	450	130	4.1
Pulse duration τ [fs]	110	110	110
Beam spot diameter [mm]	2	2	2
Wavelength λ [μm]	0.82	0.82	0.82
Peak intensity I_L [W cm^{-2}]	1.3×10^{14}	3.8×10^{13}	1.2×10^{12}
Calculated impact pressure P [GPa]	8.7	2.5	0.08

マイクロ스코ープ (keyence 製: VHX-2000) と走査型電子顕微鏡 (Keyence 製: VE-8800) を用いて照射した単結晶ジルコニアの形態観察を行った。また, あいちシンクロトロン光センター放射光源 (BL5S2) を用いて X 線回折による構造解析を実施した。放射光 X 線 ($E = 12.4 \text{ keV}$) を $5.000 \pm 0.004^\circ$ 斜入射した。 $2\theta = 25 \sim 55^\circ$ を 3 分割し, それぞれ 3 分照射したときの回折された X 線を 2 次元固体検出器ピラタス (PILATUS: Pixel Apparatus for the SLS) [9] で観察した。なお, サンプルの取付エラーは 0.1 mm 以下になるようにした。

5.3 実験結果と考察

5.3.1 マイクロ스코ープ並びに走査型電子顕微鏡による表面観察

図 5.2 に, 直径 2 mm で照射強度 I_L を可変した単結晶ジルコニアのマイクロSCOープによる観察結果を示す。それぞれ図 5.2 (a) は fs-Beam1, 図 5.2 (b) は fs-Beam2,

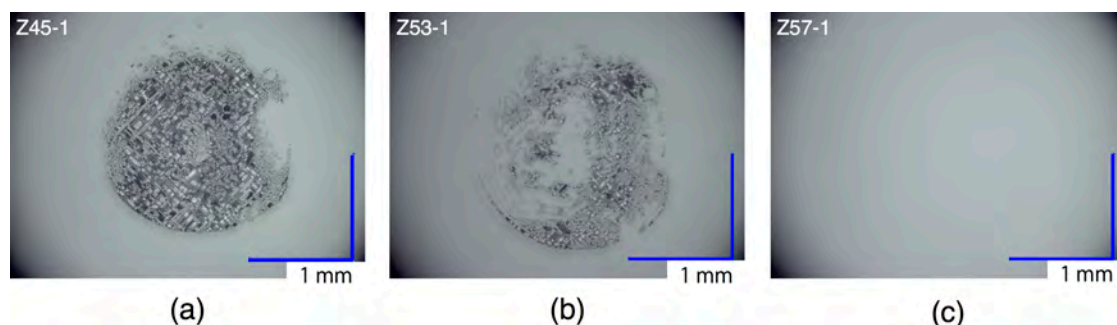


図 5.2. $I_L = 10^{12} \sim 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ でレーザー照射した単結晶ジルコニアのマイクロSCOープによる表面観察結果。それぞれ (a) fs-Beam1, (b) fs-Beam2, (c) fs-Beam3 で照射した単結晶ジルコニアの照射面。レーザー照射強度に依存した照射痕が形成されたが, (c) fs-Beam3 で照射した単結晶ジルコニアには照射痕が見られなかった。

図 5.2 (c) は fs-Beam3 を照射した時の単結晶ジルコニアのレーザー照射部の観察結果である。同図に示すように, 図 5.2 (a) と (b) の照射痕は, 明らかにレーザー照射により表面が改質した痕跡が確認できたが, 図 5.2 (c) には照射痕は見られなかった。図 5.2 (a) と (b) の照射痕は, レーザー照射によって生成されたプラズマの輻射熱で形成された縞模様とよく似ていた。このことから, 図 5.2 (c) で照射痕が観察されなかったひとつの理由として, レーザー照射強度が $I_L = 10^{12} \text{ W cm}^{-2}$ で生成されるプラズマ輻射温度が低く, 表面で熱影響による変化が起きなかったためと推定した。

fs-Beam1 の照射痕を走査型電子顕微鏡で詳細観察した結果を図 5.3 に示す。図 5.3 (a) は図 5.2 (a) の走査型電子顕微鏡画像であり, 照射部の中心付近である図 5.3 (b) には, 1 辺が $1 \mu\text{m}$ 以上の正方形や長方形の結晶が無数に形成されていた。そして, レーザー照射に伴うデブリもしくはドロップレット粒も飛散していた。図 5.2 (b) の小さな結晶の一部と図 5.3 (c) のレーザー照射部の境界に, レーザー駆動圧縮の高密度プラズマの輻射熱で歪んだような模様が見られた。これらの観察から, この模様はレーザー照射により生成されるプラズマの輻射熱によって形成されたと考えた。この

模様の下（レーザー照射部の下）には，超高強度レーザーによる改質痕が残されていると考え，X線回折による構造解析を行った．

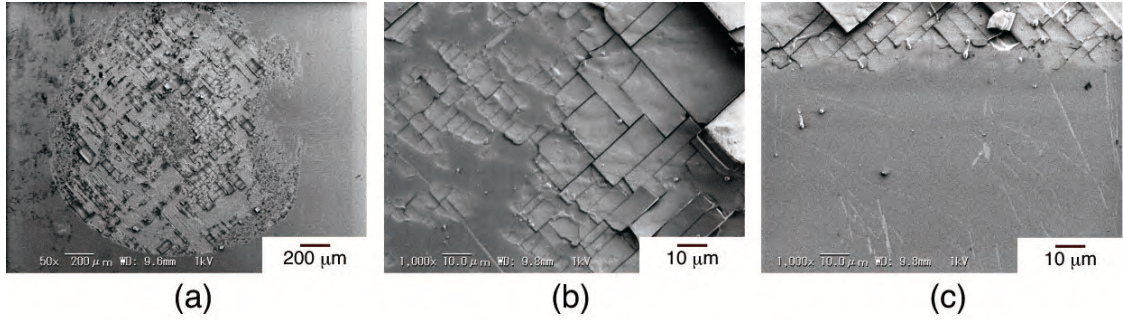


図 5.3. 走査型電子顕微鏡による fs-Beam1 を照射した単結晶ジルコニアの表面観察結果．(a) 全景，(b) (a) の照射中心拡大，(c) (a) のレーザー照射部境界拡大．レーザー照射部に矩形の模様が無数に形成されている。

5.3.2 X線回折による構造解析

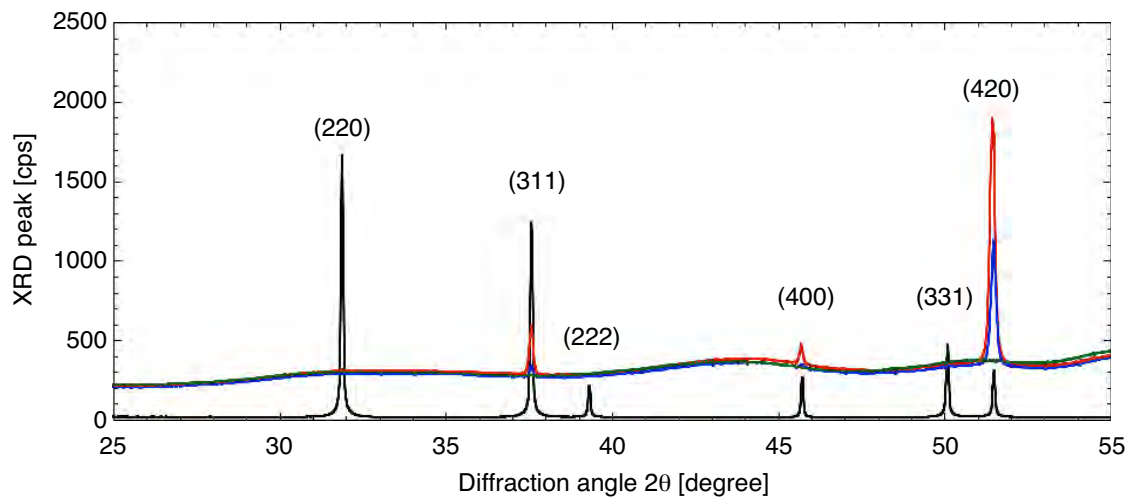


図 5.4. $I_L = 10^{13} \sim 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ で照射した単結晶ジルコニアの X 線回折プロファイル． $2\theta = 25 \sim 55^\circ$ の X 線回折プロファイル．黒線：粉末の単結晶ジルコニア，赤線：fs-Beam1，青線：fs-Beam2，緑線：fs-Beam3 からの X 線回折プロファイル．レーザー照射により単結晶内に多結晶が形成されていることがわかった．

図 5.4 に X 線回折プロファイルを示す．同図の赤線は fs-Beam1 からの X 線回折プロファイルであり，青線は fs-Beam2 からの X 線回折プロファイルであり，緑線は fs-Beam3 からの X 線回折プロファイルであり，考察にあたっては黒線の未照射の粉末にした単結晶ジルコニアからの X 線回折プロファイルを基準にし，比較した．同図に示すように，fs-Beam1 と fs-Beam2 において，(311) 面，(400) 面，(420) 面からの X 線回折ピークが観察されたが，fs-Beam3 からは X 線回折ピークが観察されなかった．つまり， $I_L = 10^{13} \text{ W cm}^{-2}$ より高いレーザー照射強度によって，単結晶ジルコニアに多結晶が形成されることがわかった．

そこで、(420)面のX線回折ピークに注目して考察を行った．図5.5(a)～(d)に、X線回折角度 $2\theta = 45 \sim 55^\circ$ の回折像を、図5.5(e)にX線回折角度 $2\theta = 51 \sim 52^\circ$ のX線回折プロファイルを示す．図5.5(d)の回折像には何も写っていない．こ

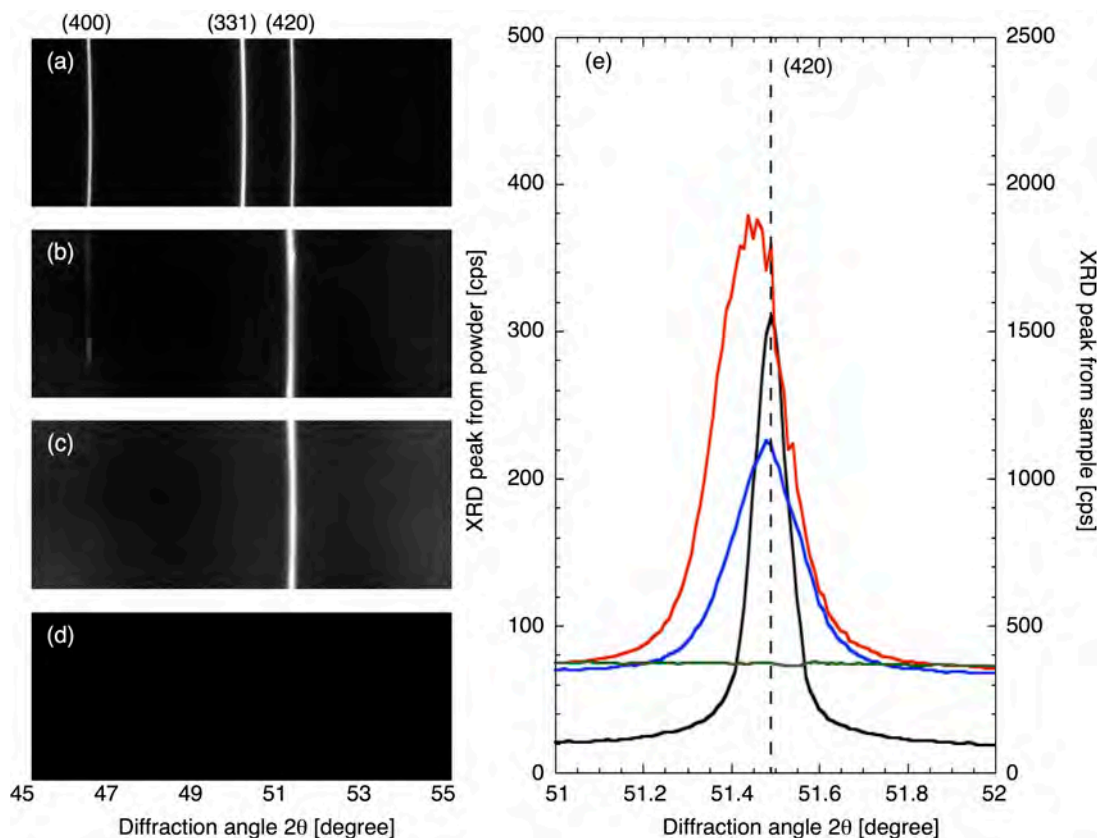


図 5.5. $2\theta = 45 \sim 55^\circ$ の回折像と $2\theta = 51 \sim 52^\circ$ の X 線回折プロファイル．それぞれ (a) 粉末の単結晶ジルコニア，(b) fs-Beam1，(c) fs-Beam2，(d) fs-Beam3 からの X 線回折像．(e) $2\theta = 51 \sim 52^\circ$ の X 線回折プロファイル．未照射の粉末にした単結晶ジルコニアからの X 線回折像とレーザー照射したサンプルの X 線回折像を比べると，サンプルの全半値幅は広い帯状になっている．レーザー照射による結晶粒が微細化されたことを示していることがわかった．

れは，レーザーエネルギーが低すぎたため，図5.2(c)でレーザー照射面での変化が観察されなかったことを示している．図5.5(b)と(c)の回折像は，未照射の粉末にした単結晶ジルコニアからのX線回折像の図5.5(a)より幅が広がっていることがわかる．また図5.5(e)に示すように，特に，fs-Beam1(赤線)照射したは，未照射の粉末にした単結晶ジルコニアからのX線回折ピーク位置と比べて低角度側にシフトしており，膜厚方向に引張の残留応力が残されたことを示している．そして，粉末からのX線回折プロファイルの全半値幅と比べ，fs-Beam1とfs-Beam2で照射したサンプルからのX線回折プロファイルの全半値幅が広がっている(広い帯状)ことから，レーザー照射により結晶が微細化されたこと示している．これらの現象は(311)面と(400)面でも同様の結果であった．

ここで、X線回折プロファイルの全半値幅からどのくらいの大きさの結晶粒が形成されたか推定した。結晶サイズ D は、

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (5.1)$$

シェラーの式 (5.1) 式 [10] を用いることで推定することができる。 K は無次元の形状因子であり、一般的に 0.9 が用いられており、本実験における計算においては体積加重平均の $K = 8/3\pi = 0.8488$ と定義した。 λ は BL5S2 の X 線波長であり、 $\lambda = 0.9998 \text{ \AA}$ 。 β は、結晶粒の大きさが有限の場合の回折ピーク幅の広がりであるので、 $\beta = \beta_1 - \beta_0$ と表記することができる。なお、 β_1 は測定した全半値幅である。そして β_0 は装置の回折広がりを指し、ここで求めるにあたっては未照射の粉末にした単結晶ジルコニアからの X 線回折プロファイルの全半値幅を β_0 と定義して求めた。付け加え、それぞれの値はラジアンであり、 θ はブラッグ角である。

代表的な計算として (420) 面の結晶子サイズについて評価を行った。図 5.5 (e) に (420) 面の X 線回折プロファイルを拡大したものを示す。 fs-Beam1 (赤線) と fs-Beam2 (青線) を照射したサンプルの結晶子のサイズは、両方共 59.3 nm であった。そして (311) と (400) 面の結晶子サイズを図 5.4 から求め、それぞれの結晶子サイズの平均を算出し、レーザー照射強度と微細化についてまとめた結果を図 5.6 に示す。

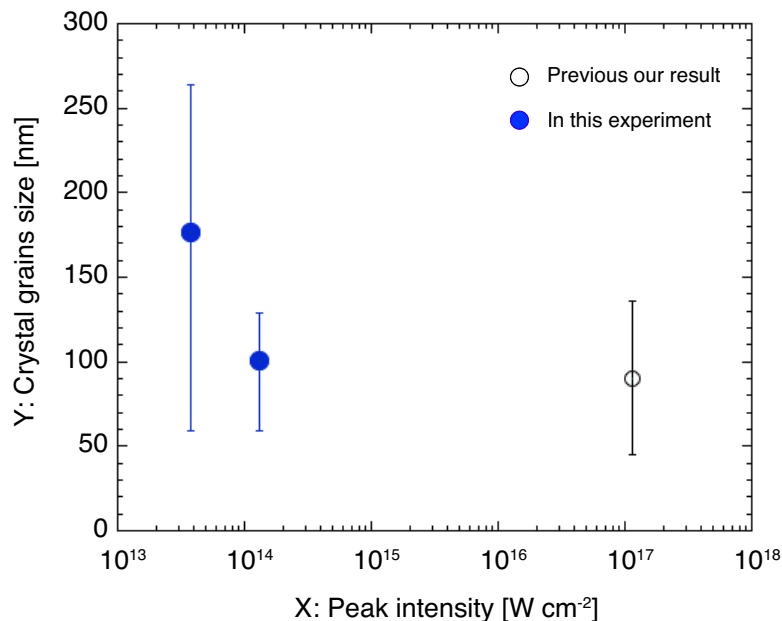


図 5.6. レーザー照射強度と結晶子 (結晶粒) の大きさとの関係。黒白丸は、 $10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ で照射したときの結晶子サイズ。青丸はこの実験における結果。レーザー照射強度 $I_L = 10^{13} \text{ W cm}^{-2}$ 以上であれば、微細化傾向に大きな違いは見られなかった。

同図には、第 3 章の実験で得た X 線回折プロファイルから D 値を求め、併せて示した。同図に示すように、単結晶ジルコニアの結晶子サイズの nm オーダーの微細化が起きる条件として、レーザー照射強度 $I_L = 10^{13} \text{ W cm}^{-2}$ 以上が必要であること

がわかった．レーザー照射強度 $I_L = 10^{15} \sim 10^{16} \text{ W cm}^{-2}$ の実験を行っていないが，レーザー照射強度 $I_L = 10^{13} \text{ W cm}^{-2}$ 以上であれば，微細化傾向に大きな違いは無いと推定した．

ナノ秒レーザーでの多結晶化と微細化を想定し，必要なレーザー照射強度 I_L ，集光サイズなどを推定した．レーザーを Nd:YAG レーザー（エネルギー $E = 1 \text{ J}$ ，パルス幅 $\tau = 10 \text{ ns}$ ）と仮定した．それぞれのレーザーの繰り返し周波数は同じとした．

本実験と同じように Nd:YAG レーザー光の直径 2 mm に絞った場合，レーザー照射強度は $I_L = 3 \times 10^9 \text{ W cm}^{-2}$ となり，レーザー照射強度 I_L が本実験（フェムト秒レーザー）より 4 桁も低い照射強度となる．そのため，本実験と同じような nm オーダーの微細化を見込むことは難しい．Nd:YAG レーザー光でレーザー照射強度 $I_L = 10^{13} \text{ W cm}^{-2}$ 以上を達成するには，集光サイズを直径 10 μm 程度に絞る必要がある．その場合，フェムト秒レーザーで行った直径 2 mm の領域を Nd:YAG レーザー光で行うためには，フェムト秒レーザーの単純に 200 倍程度の時間が必要になる．また，Nd:YAG レーザー光のパルス幅 τ はフェムト秒レーザーに比べ長いため，レーザー照射によって生成されるプラズマからの輻射熱の影響も長時間受ける．そのため，多結晶化が起きても本実験と同じ nm オーダーの微細化を見込むことは難しい．本実験により単結晶ジルコニアの多結晶化と微細化は，レーザー照射強度 $I_L = 10^{13} \text{ W cm}^{-2}$ 以上で起きる．この考察から本研究成果は，ナノ秒，ピコ秒レーザーではできないフェムト秒の超高強度レーザーを用いた非熱による多結晶化と微細化技術の優位性を示したものである．

以上の結果から，超高強度レーザーによる単結晶ジルコニアにおける多結晶化と微細化メカニズムは，以下のような過程で起こると考えられる．超高強度レーザー照射によりプラズマが生成され，照射部にレーザーパルスの持続時間プラズマが停滞する．それと同時に照射部はアブレーションされ，ドロップレット（粒）が飛び出す．超高強度レーザー照射により，サンプル内部にレーザー駆動衝撃波が伝搬し，サンプルのレーザー照射部に多結晶化と微細化が起きる [1]．レーザー照射強度が $I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ と高い場合は，最表面部はプラズマの輻射熱によって再溶融し，結晶サイズが大きくなり膜厚方向に圧縮の残留応力が残される．一方，レーザー照射強度が $I_L = 10^{13} \sim 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ では，最表面部の再溶融が起きないため，膜厚方向に引張の残留応力が残されると考察した．

5.4 第5章のまとめ

直径2 mmで110 fsのフェムト秒レーザー光(照射強度 $I_L = 10^{12} \sim 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$)をシングルショットで単結晶ジルコニアに照射した。レーザー照射強度 $I_L = 10^{13} \text{ W cm}^{-2}$ 以上のフェムト秒レーザー光を単結晶ジルコニアに照射することにより、その表面に多結晶化と微細化(結晶子サイズが数十 nm サイズになること)できることを明らかにした。またサンプルには膜厚方向に引張の残留応力が残されたことを示した。

本研究成果により、ナノ秒、ピコ秒レーザーではできないフェムト秒の超高強度レーザーを用いた非熱による多結晶化と微細化技術の優位性が示された。本研究の目的にある、超高強度レーザーを用いた機能性材料の改質に関する研究を推進し、産業利用する上で重要なパラメータとなる改質時の圧力 P や温度 T_e の評価方法などを明らかにすることが必要である。次章において、評価方法などについて述べる。

第 5 章の参考文献

- [1] Y. Nishimura, et al., Multilayered polycrystallization in single-crystal YSZ by laser-shock compression. *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol. 48, No. 32, 325305, 2015.
- [2] Y. Mori, et al., Present status of table-top short-pulse beat wave electron acceleration laser system. *Int. J. Mod. Phys. B*, Vol. 21, 572, 2007.
- [3] Y. Mori and Y. Kitagawa. Acceleration of cone-produced electrons by double-line Ti-sapphire laser beating. *Physics of Plasmas*, Vol. 19, 053106, 2012.
- [4] Y. Mori and Y. Kitagawa. Double-line terawatt OPCPA laser system for exciting beat wave oscillations. *Appl. Phys. B Lasers and Optics* **110**, pp. 57–64, 2013.
- [5] T. Sekine, et al., 84 dB amplification, 0.46 J in a 10 Hz output diode-pumped Nd:YLF ring amplifier with phase-conjugated wavefront corrector. *Opt Express*, Vol. 18 (13), pp. 13927–13934, 2010.
- [6] Y. Mori, et al., 1 Hz fast-heating fusion driver HAMA pumped by a 10 J green diode-pumped solid-state laser. *Nuclear Fusion*, Vol. 53, No. 7, 073011, 2013.
- [7] S. C. Wilks, et al., Absorption of ultra-intense laser pulses. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 69, 1383, 1992.
- [8] Y. Sentoku, et al., Laser hole boring and hot electron generation in the fast ignition scheme. *Fusion Sci. Technol.*, Vol. 49 (3), pp. 278–296, 2006.
- [9] 豊川秀訓, 他. X線光子計数型 2 次元検出器 PILATUS による材料評価技術の展開. Technical report, 第 1 回 SPring 8 金属材料評価研究会, キャンパス・イノベーションセンター東京地区, 2009 年 8 月 3 日 講演資料, 2009.
- [10] B.D. Cullity. *Elements of X-ray diffraction*. Addison-Wesley, 1956.

第 6 章

表面改質時の圧力 P と温度 T_e の 評価

～ジルコニアの相転移～

6.1 はじめに

第 3 章では，超高強度レーザーを単結晶ジルコニアに照射することによりその表面が多層・多結晶化することを示した [1]．第 4 章では，超高強度レーザーを用いた表面改質をする条件の 1 つである照射するレーザー光のパルス幅（レーザー照射強度）の違いによって，単結晶ジルコニアの膜厚方向に残される残留応力が異なることを示した．第 5 章では，超高強度レーザーによる非熱処理を用いた単結晶ジルコニアの表面改質を目指し，パルス幅を固定した面照射（直径 2 mm 程度）による改質を行った．レーザー照射強度 $I_L = 10^{13} \text{ W cm}^{-2}$ 以上のフェムト秒レーザー照射により，多結晶化と微細化（結晶粒の大きさが数十 nm サイズ）が単結晶ジルコニアに残されることを示した．この実験により，ナノ秒，ピコ秒レーザーとは異なる超高強度フェムト秒レーザー特有の非熱による多結晶化と微細化技術の優位性を活用した表面改質の可能性を明らかにした．

本研究の目的にある，超高強度レーザーを用いた機能性材料の改質に関する研究を推進するには，特に，産業利用する上で重要なパラメータとなる改質時の圧力 P や温度 T_e の評価方法などについて明らかにしていくことが必要である．実験では，超高強度レーザーによる材料改質時の圧力 P と温度 T_e の計測をするために，レーザー照射強度 $I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強レーザーを厚さ 150 μm の単結晶ジルコニアに片側照射し，輻射されるプラズマのアブレーション速度を計測した．アブレーション速度の計測は X 線ストリークカメラで行い，その計測結果から圧力 P と温度 T_e をそれぞれ評価した．また，輻射流体シミュレーション Star2D [2] を援用して超高強度レーザー照射 1 ns 後から 30 ns 後までのサンプル最表面の圧力変化を評価した．併せて，レーザー照射した単結晶ジルコニア内に相転移を保存させることを目指した．

X 線ストリークカメラを用いたアブレーション速度から評価した圧力 P は，レーザー照射直後最大 15 TPa あったと推論した．Star2D シミュレーション結果から，サンプル最表面の圧力はレーザー照射 1 ns 後に 3.5 TPa となり，レーザー照射 30

ns 後には 279 GPa まで時間と共に減衰することを示した．また，輻射されるプラズマ温度 T_e を評価した結果， $T_e = 11.1 \sim 567$ eV であった．同研究において，レーザー照射した単結晶ジルコニアの X 線回折による構造解析を行った結果，立方晶であったイットリア安定化ジルコニアが正方晶に相転移したことを初めて観察した．

なおこの内容は，2016 年 5 月 17 日から 20 日に横浜で開催された OPIC 2016 (OPTICS & PHOTONICS International Congress 2016) の専門会議である CLES 2016 (Conference on Laser Energy Science 2016) において口頭発表した研究成果の一部である．

6.2 実験方法

超高強度レーザーによる材料改質時の圧力 P と温度 T_e の評価をした．実験には，HAMA レーザーを用いて行った [3-7]．図 6.1 に超高強度レーザーによる単結晶ジルコニアへのレーザー照射レイアウトを示す．レーザー照射側にバナジウムを厚さ

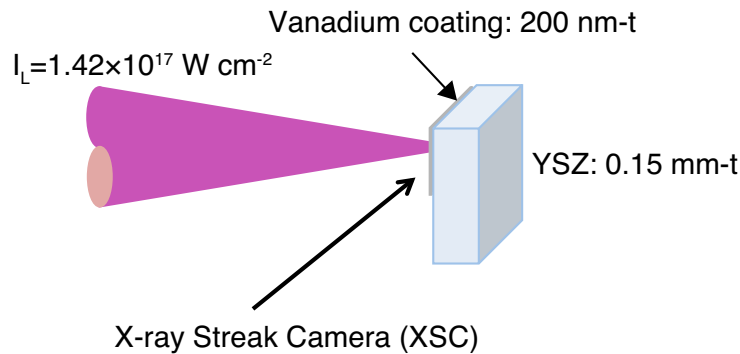


図 6.1. 単結晶ジルコニアへのレーザー照射レイアウトと X 線ストリークカメラの配置方向．単結晶ジルコニア (s-YSZ, 厚さ 0.15 mm) のレーザー照射面にバナジウムを厚さ 200 nm でコーティングした．そのバナジウム面に超高強度レーザー光を照射したときに生成されるプラズマを X 線ストリークカメラを用いて計測した．

200 nm でコーティングした面が向く配置とした．フェムト秒レーザー照射に伴い生成されるプラズマの輻射熱を遮断するためである．バナジウムの密度 (6.0 g cm^{-3}) はジルコニアの密度 (5.68 g cm^{-3}) と近い．単結晶ジルコニア ($10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times$ 厚さ 0.15 mm) に対して超高強度レーザー光を片側から照射した．高強度レーザー照射により生成されるプラズマの輻射 (吹き出し) を X 線ストリークカメラを用いて計測した．

表 6.1 にその時の単結晶ジルコニアへのレーザー照射条件を示す．同表に示すよう

表 6.1. 単結晶ジルコニアへのレーザー照射条件．

Sample No.	On sample Energy [mJ]	Pulse duration [fs]	I_L : Intensity [W cm^{-2}]	P : Pressure [TPa]
CPA7	450	161	1.42×10^{17}	9.5

に実験実施前に (3.1) 式 [8, 9] に示すポンデロモーティブ力の式 ($P = (1 + \eta) \frac{I_L}{c}$) を用いてレーザー駆動衝撃圧 P を 9.5 TPa と評価した。なお，レーザー照射強度 I_L を見積もるにあたって，単結晶ジルコニア上での超高強度レーザー光の照射直径を $50 \mu\text{m}$ とした。

相転移の可能性について，あいちシンクロトロン光センターの放射光源 BL5S2 を用いて X 線回折による構造解析を行った。

6.3 実験結果と考察

6.3.1 X 線ストリークカメラを用いたレーザー駆動衝撃圧力 P と温度 T_e の評価

図 6.2 に超高強度レーザー照射により輻射されるプラズマを X 線ストリークカメラで計測した結果を示す。縦軸は X 線ストリークカメラの時間掃引 (30.4 ns) であり，

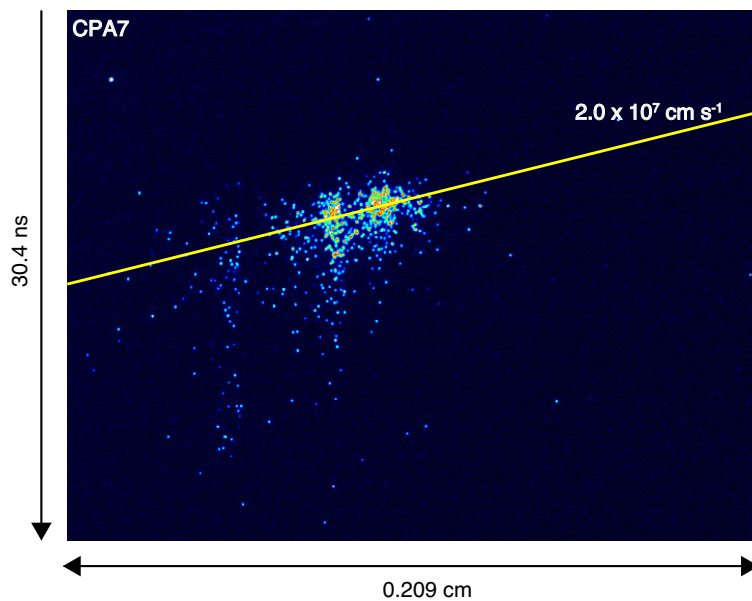


図 6.2. X 線ストリークカメラによるプラズマ計測結果。 $I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザー光を単結晶ジルコニアに照射した際に輻射されるプラズマの傾きからアブレーション速度を評価した結果， $U_{ablation} = 2.0 \times 10^7 \text{ cm s}^{-1}$ と推論した。

横軸は空間サイズ (0.209 mm) である。同図に示すように， $I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザーが照射されたことにより時間掃引に沿って吹き出すプラズマの様子が観察された。吹き出したプラズマの画像の傾きからアブレーション速度 $U_{ablation}$ を推定したところ， $U_{ablation} = 2.0 \times 10^7 \text{ cm s}^{-1}$ であった。

レーザー駆動衝撃圧力 P の導出と考察

以上のアブレーション速度計測結果から，照射時のレーザー駆動衝撃圧力 P を求めた。アブレーション速度 $U_{ablation}$ が音速の大凡 3 倍 [10] であると仮定すると，

$$U_{ablation} \approx 3C_0 = 3\sqrt{\gamma \frac{P_{ablation}}{\rho_a}} \quad (6.1)$$

(6.1) 式に示すように表現することができる．同式に X 線ストリークカメラにより計測したアブレーション速度 $U_{ablation} = 2.0 \times 10^7 \text{ cm s}^{-1}$ ($= 2.0 \times 10^5 \text{ m s}^{-1}$) を代入すると，圧力 $P_{ablation}$ は

$$\begin{aligned} U_{ablation} &= 3\sqrt{\gamma \frac{P_{ablation}}{\rho_a}} \\ 2.0 \times 10^5 &= 3\sqrt{\frac{5}{3} \cdot \frac{P_{ablation}}{5.8 \times 10^3}} \\ P_{ablation} &= 4.0 \times 10^{10} \cdot \frac{1}{9} \cdot \frac{3}{5} \cdot 5.8 \times 10^3 \\ &= 15.5 \times 10^{12} [Pa] \end{aligned} \quad (6.2)$$

と導出した．

次に，連続流体であると仮定してベルヌーイの式を用いて圧力 P を求めた．

$$\frac{1}{2}U^2 + \frac{1}{\gamma-1}C_s^2 = \frac{1}{\gamma-1}C_0^2 \quad (6.3)$$

$t = \infty$ で $C_s = 0$ としたとき (6.3) 式は

$$\begin{aligned} \frac{1}{2}U_{max}^2 &= \frac{1}{\gamma-1}C_0^2 \\ U_{max} &= \sqrt{\frac{2}{\gamma-1}} \cdot C_0 \end{aligned} \quad (6.4)$$

と変形することができる．ここでの比熱比を単原子気体 $\gamma = 5/3$ とすると (6.4) 式は，

$$U_{max} = \sqrt{3} \cdot \sqrt{\frac{5}{3} \cdot \frac{P}{\rho}} \quad (6.5)$$

となる．ここで， $\rho = 5.8 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ ， $U_{max} =$ 計測したアブレーション速度， $C_0 = \sqrt{\gamma \cdot P/\rho}$ を (6.5) 式に代入して， $P_{ablation}$ を求めると，

$$\begin{aligned} U_{max(ablation)} &= \sqrt{3} \cdot \sqrt{\frac{5}{3} \cdot \frac{P_{ablation}}{\rho}} \\ 2.0 \times 10^5 &= \sqrt{3} \cdot \sqrt{\frac{5}{3} \cdot \frac{P_{ablation}}{5.8 \times 10^3}} \\ P_{ablation} &= 4 \times 10^{10} \cdot \frac{1}{5} \cdot 5.8 \times 10^3 \\ &= 46.4 \times 10^{12} [Pa] \end{aligned} \quad (6.6)$$

と導出した．

ここで，それぞれの導出した圧力とポンドロモーティブ力を求める (3.1) 式を用いて推定した圧力を整理した結果を表 6.2 に示す．同表に示すように，圧力の導出方法によってバラつきがあり圧力 P は，15～46 TPa であった．

表 6.2. 計測した速度から求めた圧力一覧 .

実験前に推定した圧力		X 線ストリーク計測結果からの導出した圧力	
ポンドロモーティブ力の式	9.5×10^{12} [Pa]	アブレーション速度の式	15.5×10^{12} [Pa]
		ベルヌーイの式	46.4×10^{12} [Pa]

ここで、超高強度レーザー照射を単結晶ジルコニア照射することにより与えられるレーザー駆動衝撃圧力 P が、ポンドロモーティブ力の式で求められた値であると仮定して考察した。アブレーション速度が音速の 3 倍程度と仮定したときの値と実験実施前にポンドロモーティブ力の式から推定した圧力と比べると、比較的と近い値であった。一方、ベルヌーイの式から導出した圧力は、ポンドロモーティブ力の 5 倍程度の値であった。ベルヌーイの式は非圧縮性流体あるいはマッハ数の小さな圧縮性流体に適用することが多い。この実験で生成されたアブレーション速度 $U_{ablation} = 2.0 \times 10^7 \text{ cm s}^{-1}$ ($= 2.0 \times 10^5 \text{ m s}^{-1}$) である。音速 (340 m s^{-1}) を基準とした場合マッハ数が約 590 と非常に大きいため、ベルヌーイの式から導出した値が大きくなったと考えた。

X 線ストリークカメラでプラズマ輻射を計測した結果から導出したレーザー駆動衝撃圧力 P は、アブレーション速度が音速の 3 倍程度と仮定し求めた値であったと評価した。ここで、Star2D シミュレーション [2] を援用し、レーザー駆動衝撃圧力 P が時間と共にどのように変化するのか評価した。

6.3.2 Star2D シミュレーションによるレーザー駆動衝撃圧力 P の時間変化

サンプル最表面のレーザー駆動衝撃圧力 P が時間と共にどのように変化するのか、Star2D シミュレーション [2] を援用して評価した。表 6.3 にシミュレーションパラメータを示す。同表に示す各種パラメータを用い、レーザー照射強度 $I_L =$

表 6.3. Star2D シミュレーションで圧力変化を評価したときの各種パラメータ .

Sample	YSZ
Thickness [μm]	170
Wave length [μm]	0.82
Peak intensity [W cm^{-2}]	1.15×10^{17}
Beam spot size [μm]	65
Pulse duration	115 [fs]
Laser peak timing	1 [ps]
Spatial distribution	Gaussian
Time waveform	Gaussian

$1.15 \times 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザー照射 1 ns 後から 30 ns 後まで 1 ns 毎の圧力推移のシミュレーションを行った。図 6.3 にレーザー照射 1 ns 後と 30 ns 後の

Star2D シミュレーションによる圧力等高線図を示す．同図の縦軸にサンプルの径方

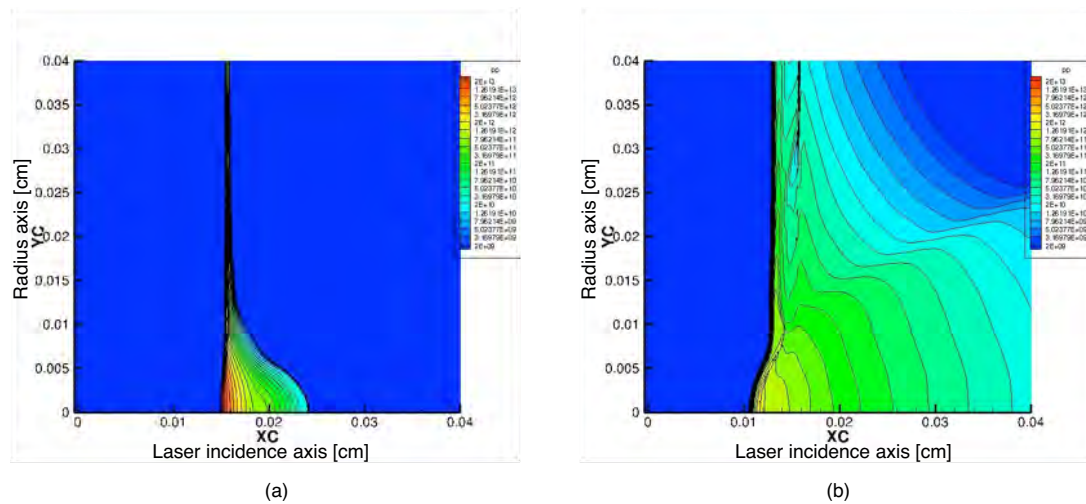


図 6.3. Star2D シミュレーションを用いた超高強度レーザー照射によるレーザー駆動衝撃圧力 P の等高線図．(a) 超高強度レーザー照射 1 ns 後，(b) 超高強度レーザー照射 30 ns 後のレーザー駆動衝撃圧力 P の等高線図．同図中の圧力単位は dyn cm^{-2} ($1 \text{ dyn cm}^{-2} = 1 \times 10^{-13} \text{ Pa}$) である．レーザー照射 1 ns 後（直後）の最大圧力は 3.5 TPa であり，レーザー照射 30 ns 後の最大圧力は 279 GPa と見積もられた．(b) に示すシミュレーション結果から，レーザー照射 30 ns 後の最大圧力はサンプルに $4 \mu\text{m}$ 侵入した位置であった．

向 [cm] を，横軸にレーザー入射軸方向 [cm] を示している．横軸は，軸対称である．図 6.3(a) は超高強度レーザー照射 1 ns 後であり，図 6.3(b) 超高強度レーザー照射 30 ns 後のレーザー駆動衝撃圧力 P の等高線図を示している．同図に示すように，レーザー照射 1 ns 後（直後）の最大圧力は 3.5 TPa であり，レーザー照射 30 ns 後の最大圧力は 279 GPa と評価された．また，図 6.3(b) に示すレーザー照射 30 ns 後の最大圧力は，サンプルに $4 \mu\text{m}$ ほど侵入した位置となっていた．

図 6.4 に，Star2D シミュレーションを用いて超高強度レーザー照射 1 ns から 30 ns 後の最大圧力を 1 ns 毎にまとめた結果を示す．同図の縦軸に最大圧力 [TPa] を，横軸にレーザー照射後の時間 [ns] を示している．同図に示すように，レーザー照射 1 ns 後から 30 ns 後のレーザー駆動衝撃圧力 P は，時間と共に 3.5 TPa から 279 GPa に変化する様子が明らかになった．このシミュレーション結果からサンプル内部の圧力変化を推定することは難しいが，サンプル内部の圧力は上述よりも低い圧力値で時間と共に変化していると考えられる．

Star2D シミュレーションにより得られたレーザー駆動衝撃圧力 P と X 線ストリークカメラによるアブレーション速度計測から求めた圧力 P から，以下のことを推論した．アブレーション速度計測によって得られた圧力 P は，超高強度レーザーを照射したときの最大値を示している．そして，本実験でのレーザー駆動衝撃圧力 P は最大で 15 TPa あり，時間と共に数百 GPa 程度まで減衰していたと推論した．

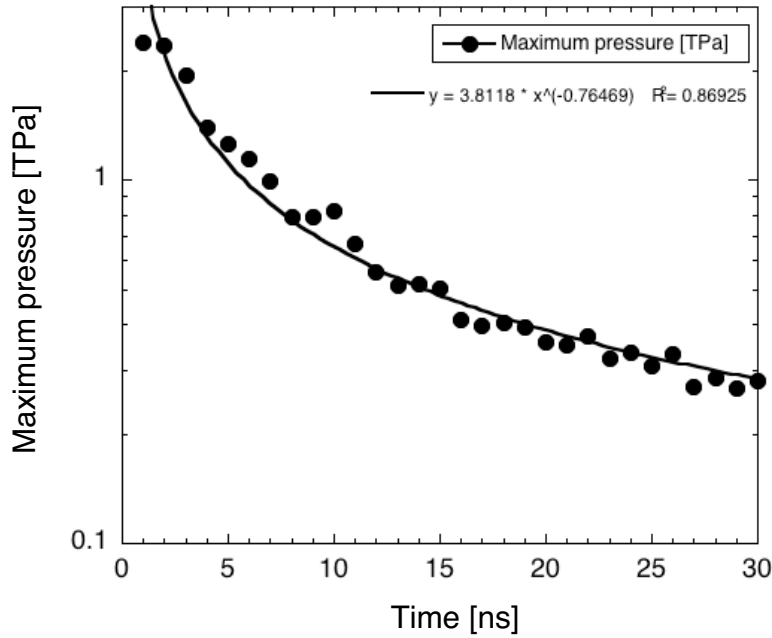


図 6.4. Star2D シミュレーションを用いた超高強度レーザー照射 1 ns 後から 30 ns 後のレーザー駆動衝撃圧力 P の時間変化．図 6.3 に示し Stra2D シミュレーションをレーザー照射 1 ns 後から 30 ns 後まで 1 ns 毎に行いまとめた．同図に示すようにレーザー駆動衝撃圧力 P が時間と共に 3.5 TPa から 279 GPa に変化する様子が明らかになった．

生成されたプラズマの温度 T_e の評価

次に，図 6.2 に示した X 線ストリーク画像の傾きから得たアブレーション速度 $U_{ablation} = 2.0 \times 10^7 \text{ cm s}^{-1}$ ($2.0 \times 10^5 \text{ m s}^{-1}$) における生成されたプラズマの温度 T_e 評価を以下手順にて導出した．まず，アブレーション速度 $U_{ablation}$ は (6.1) 式で示したように大凡音速の 3 倍であり，この式の音速 C_0 は (6.1) 式を変形して，

$$U_{ablation} \approx 3C_0$$

$$C_0 \approx \frac{1}{3} \cdot U_{ablation} = \sqrt{\frac{\gamma P}{\rho}} \quad (6.7)$$

(6.7) 式と表すことができる．ここで (6.7) 式に記す γP と ρ を，電子の質量 $n_e \cdot m_e$ と温度 T_e とイオンの質量 $n_i \cdot m_i$ と温度 T_i と， γP と ρ はそれぞれ

$$\gamma P = \gamma_e n_e \kappa T_e + \gamma_i n_i \kappa T_i \quad (6.8)$$

$$\rho = n_e \cdot m_e + n_i \cdot m_i \quad (6.9)$$

となる．なお， κ はボルツマン定数である．そこで (6.7) 式に (6.8) 式と (6.9) 式を入れて書き直すと音速 C_0 は，

$$C_0 \approx \frac{1}{3} \cdot U_{ablation} = \sqrt{\frac{\gamma_e n_e \kappa T_e + \gamma_i n_i \kappa T_i}{n_e \cdot m_e + n_i \cdot m_i}} \quad (6.10)$$

となり，温度を求める式へ変形することができる．(6.10) 式から温度を求めるにあたって n_e, n_i と γ_e, γ_i をそれぞれ， $n_e \approx n_i \sim \frac{n}{2}$ ， $\gamma_e \sim 1$ (isothermal)， $\gamma_i \sim 3$ (1

次元) と定義し, 更に (6.10) 式を変形すると,

$$C_0 \approx \frac{1}{3} \cdot U_{ablation} = \sqrt{\frac{\frac{n}{2}\kappa T_e + \frac{3n}{2}\kappa T_i}{\frac{n}{2}(m_e + m_i)}} \quad (6.11)$$

で表すことができる. ここで, 電子とプロトン(イオン)の重さは $m_p/m_e = 1837$ の関係があり, プロトンの方が重たいので $m_e + m_i \sim m_i$ と定義することができ (6.11) 式を変形すると,

$$C_0 \approx \frac{1}{3} \cdot U_{ablation} = \sqrt{\frac{\kappa T_e + 3\kappa T_i}{m_i}} \quad (6.12)$$

となり, 更にイオン温度が電子温度と熱平衡 ($T_i = T_e$) であると仮定すると (6.12) 式は,

$$C_0 \approx \frac{1}{3} \cdot U_{ablation} = \sqrt{\frac{4\kappa T_e}{m_i}} \quad (6.13)$$

と表すことができる. なお, ボルツマン定数は $\kappa = 1.380 \times 10^{-23}$ ($\text{m}^2 \text{kg s}^{-2} \text{K}^{-1}$) であり, 以降の計算において温度 T_e を eV 単位として取り扱うため, この式におけるボルツマン定数は $\kappa = 1.6 \times 10^{-19}$ ($\text{m}^2 \text{kg s}^{-2} \text{eV}^{-1}$) の値をとる.

ここで図 6.2 に示した X 線ストリーク画像に写っているプラズマはプロトン(イオン)であると仮定し, $m_i = 1.67 \times 10^{-27}$ (kg) を (6.13) 式に代入し温度 T_e 求めると

$$\begin{aligned} C_0 \approx \frac{1}{3} \cdot U_{ablation} &= \sqrt{\frac{4\kappa T_e}{m_e}} \\ \frac{2 \times 10^5}{3} &= \sqrt{\frac{4 \cdot 1.6 \times 10^{-19} \cdot T_e}{1.67 \times 10^{-27}}} \\ &\approx 2 \times 10^4 \sqrt{T_e} \\ T_e &\approx 11.1(\text{eV}) \end{aligned} \quad (6.14)$$

となる.

次に, 図 6.2 に示した X 線ストリーク画像に写っているプラズマは表面にコーティングしたバナジウムからのプラズマであると仮定し, $m_i = 50 \times 1.67 \times 10^{-27}$ (kg) を (6.13) 式に代入し温度 T_e 求めると

$$\begin{aligned} C_0 \approx \frac{1}{3} \cdot U_{ablation} &= \sqrt{\frac{4\kappa T_e}{m_e}} \\ \frac{2 \times 10^5}{3} &= \sqrt{\frac{4 \cdot 1.6 \times 10^{-19} \cdot T_e}{50 \cdot 1.67 \times 10^{-27}}} \\ &\approx 0.28 \times 10^4 \sqrt{T_e} \\ T_e &\approx 567(\text{eV}) \end{aligned} \quad (6.15)$$

となった.

これら考察の結果から，X線ストリークカメラで観察したプラズマの温度 T_e は，11.1 ~ 567 eV であったと評価した．しかし，このプラズマ温度が単結晶ジルコニアの温度上昇に寄与していると推測されるが，単結晶ジルコニア自体の温度が何度 (eV) になっているのか推定することができない．今後の研究において温度計測システムを構築し，生成されるプラズマ温度について補う計測が必要である．また，計測精度向上に向けたシステムのブラッシュアップを計画している．

6.3.3 照射した単結晶ジルコニアの表面観察

X線回折による構造解析を行う前に，超高強度レーザーを照射した単結晶ジルコニアを光学顕微鏡で観察した結果を図 6.5 に示す．図 6.5 (a) は超高強度レーザー照射後の単結晶ジルコニアをどの方向から光学顕微鏡で観察したかを示すものであり，図 6.5 (b), (c), (d) はそれぞれ，超高強度レーザー照射側，その断面の透過像 (影絵)，裏面 (チャープパルス光周波数干渉計測側) を観察した結果である．図 6.5 (b) に示す

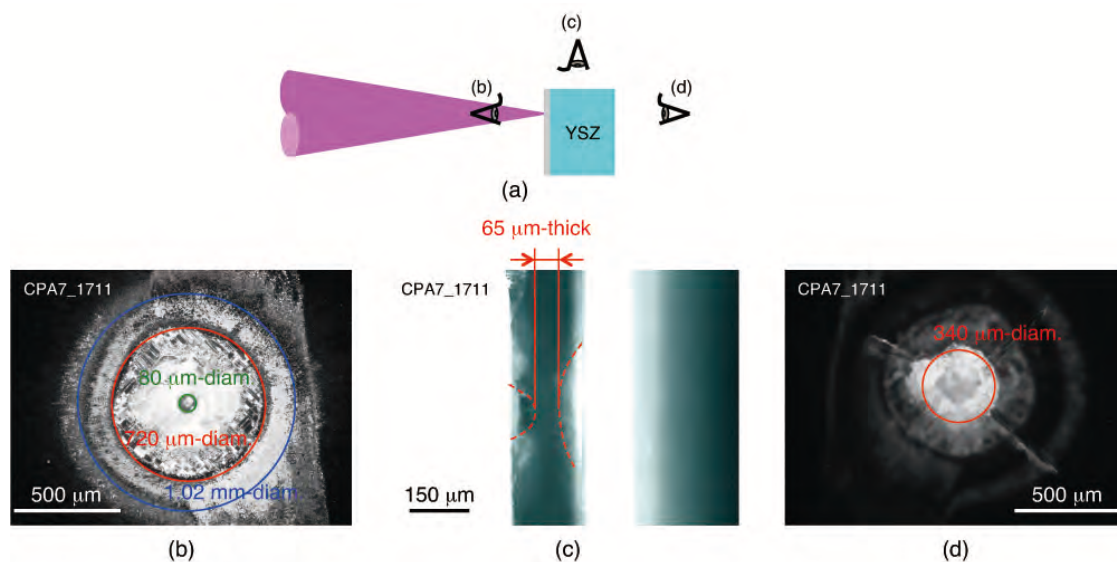


図 6.5. 超高強度レーザー照射後の単結晶ジルコニアの顕微鏡観察結果．(a) 超高強度レーザー照射後の単結晶ジルコニアを光学顕微鏡で観察した方向を示した図，(b) レーザー照射側，(c) 超高強度レーザー照射後の単結晶ジルコニア断面透過像，(d) 裏面．高強度レーザー照射によりアブレーションされた領域 (深さ約 30 ~ 50 μm) とレーザー照射面は生成されたプラズマの輻射熱で変色している．そして単結晶ジルコニアの裏面は，レーザー駆動衝撃圧により剥離している様子も観察され，厚さ 150 μm あった単結晶ジルコニアの内部に厚さ約 65 μm 程度の改質された領域が残っていることがわかった．

レーザー照射により表面には，直径 80 μm 程度の照射痕が形成され，それを中心とした直径 720 μm の領域は表面にコーティングしたバナジウム層が剥離していた．また直径 1.02 mm 程度は表面のバナジウム層が変色していることが示される．この表面の変色は，超高強度レーザー照射により生成されるプラズマの輻射熱によって起きた現象であると推定した．

図 6.5 (c) に示す断面透過像 (影絵) には, 厚さ $150 \mu\text{m}$ の単結晶ジルコニアが超高強度レーザー照射により約 $\sim 50 \mu\text{m}$ ほどアブレーション (吹き飛ばされている) ことも示されている. 更に, 裏面側が $\sim 35 \mu\text{m}$ 程度剥離している様子も示され, この観察結果から単結晶ジルコニアには厚さ約 $65 \mu\text{m}$ 程度のレーザー駆動衝撃波による変形箇所が残っている.

その裏面を観察した図 6.5 (d) に示すように, 剥離されている領域は直径 $340 \mu\text{m}$ 程度ありレーザー駆動衝撃圧力 P の凄まじさを示すものである. この観察した単結晶ジルコニアには, 図 6.5 (c) に示すようにレーザー駆動衝撃波によって厚さ約 $64 \mu\text{m}$ 程度, 改質された状態が残っていることから, あいちシンクロトロン光センターの放射光源 BL5S2 を用いて X 線回折による構造解析を行った.

6.3.4 X 線回折による構造解析結果

図 6.6 に BL5S2 における単結晶ジルコニアへの X 線照射レイアウトを示す. X

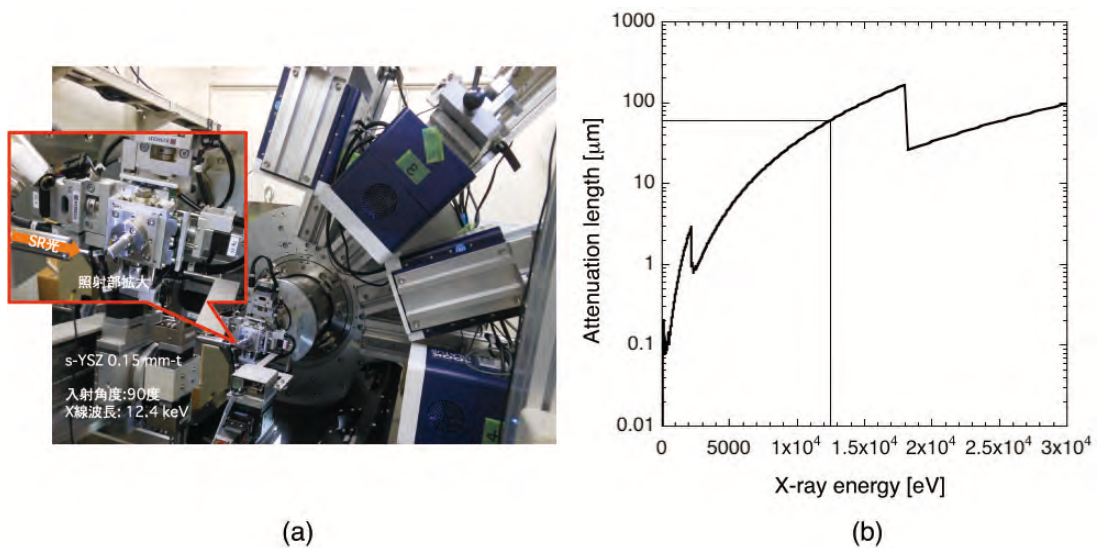


図 6.6. X 線回折による構造解析を行った際の X 線照射レイアウト. (a) あいちシンクロトロン光センター BL5S2 のハッチ内の写真, (b) 照射する 12.4 keV の X 線の 90° 入射における減衰長. 超高強度レーザー照射した単結晶ジルコニアに対して 90° に 12.4 keV の X 線を照射して, 4 台の固体検出器 (ピラタス) を用いて単結晶ジルコニア中央部に残る厚さ約 $64 \mu\text{m}$ 以下の透過 X 線回折像の観察を行った.

線を照射する単結晶ジルコニアの厚さは, 中央部で約 $64 \mu\text{m}$ 程度と評価される. 図 6.6 (a) に示すように, 超高強度レーザーを照射した単結晶ジルコニアに対して 12.4 keV の放射光 X 線を 90° で照射し, 4 台の固体検出器 (ピラタス) を用いて透過 X 線回折による計測を行った. 図 6.6 (b) は, 照射する 12.4 keV の X 線の 90° 入射における減衰長を示したものである. 同図に示すように, 12.4 keV の X 線は $60 \mu\text{m}$ 程度までは減衰がないことから, 図 6.5 (c) に見られた $64 \mu\text{m}$ 程度あれば透過可能と判断し 90° 入射とした.

今回この配置で X 線回折による構造解析を行う利点は、照射する X 線のビームサイズ (H × V: 0.5 × 0.6 mm) がレーザー照射によって改質された領域 (バナジウムが剥離した直径 0.72 mm) をほぼ全域照射することができ、改質が起きたであろう領域からの X 線回折像を取得することができるからである。なお 4 台のピラタスを用いて、0° ~ 90° の回折角度における X 線回折プロファイルを取得した。

図 6.7 に超高強度レーザー照射した単結晶ジルコニアからの X 線回折プロファイルを示す。同図において、粉末にした未照射の単結晶ジルコニアからの X 線回折プロ

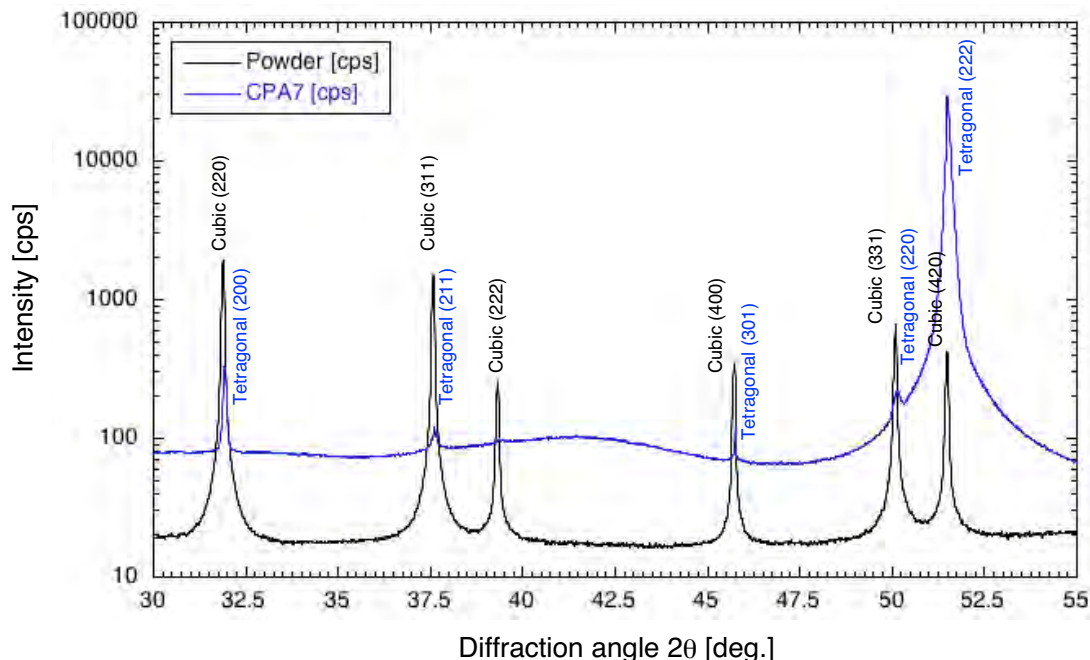


図 6.7. X 線回折による構造解析結果。黒線は、粉末にした単結晶ジルコニアからの X 線回折プロファイル、青線は、超高強度レーザー照射した単結晶ジルコニアからの X 線プロファイルをそれぞれ示す。回折角度 30° ~ 55° の X 線回折プロファイルとピーク同定結果。粉末にした単結晶ジルコニアからの X 線回折プロファイルと超高強度レーザーを片側から照射した単結晶ジルコニアからの X 線回折プロファイルを比較すると、立方晶のジルコニアが正方晶に相転移したことが解析結果からわかった。

プロファイル (黒線) と超高強度レーザー照射した単結晶ジルコニアから X 線プロファイル (青線) を比較すると、超高強度レーザー照射後の単結晶ジルコニアからの X 線回折ピークが高角度側にシフトしていることがわかった。

そこで、これらシフトした X 線回折ピークの同定を株式会社リガク製の統合粉末 X 線解析ソフトウェア PDXL [11] を用いて行った結果、超高強度レーザー照射された単結晶ジルコニアからの X 線回折プロファイルは全て " 正方晶 " からの X 線回折ピークと一致していた。この結果から、超高強度レーザー ($I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$) を片側から照射することにより、図 6.8 に示すように立方晶であった単結晶ジルコニアが正方晶に相転移したことを初めて観察した。

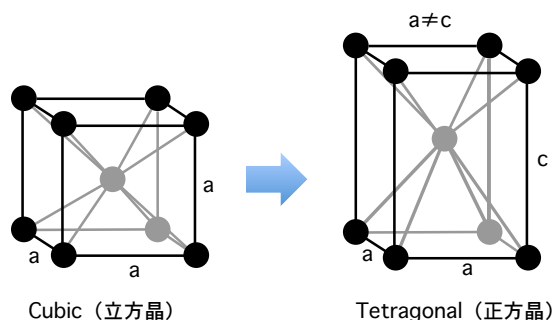


図 6.8. 単結晶ジルコニア結晶構造変化模式図．同図に示すように，超高強度レーザーを立方晶の単結晶ジルコニアに照射したことにより正方晶に相変化したと推論される．

6.3.5 単結晶ジルコニア内部における変化に関する考察

本実験では使用した単結晶ジルコニアが厚さ 0.15 mm と薄い材料を用いたことにより，単結晶ジルコニアの裏面が衝撃波で剥離し最終的に厚さ 0.1 mm 以下の非常に薄い状態で超高強度レーザー駆動衝撃波による影響を受けた領域を保つことができた．透過型 X 線回折による解析を導入したことにより，変化の起きた領域のほぼ全域からの X 線回折プロファイルを得ることができた．

図 6.9 に超高強度レーザー照射により単結晶ジルコニア内部での変化を推定したモデル図を示す．同図に示すように，超高強度レーザー照射により単結晶ジルコニア最

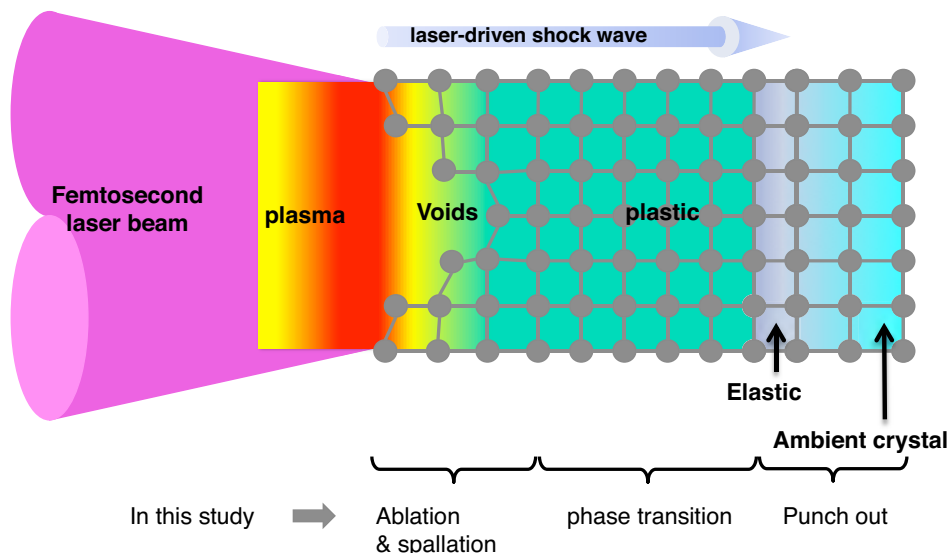


図 6.9. 超高強度レーザー照射による単結晶ジルコニア内部での変化に関する考察．超高強度レーザーと単結晶ジルコニアとの相互作用により，レーザー照射面は大きくアブレーションされると共に単結晶ジルコニア内部に向かってレーザー駆動衝撃波が伝搬する．この衝撃波の伝搬に伴い単結晶ジルコニア内部で転位が起こり塑性変形が起きたと推定した．また裏面付近では弾性変形が起き，元の状態に戻ろうとする力が働いていると推定した．

表面はアブレーションが起こる．それと同時に，レーザー駆動衝撃波により単結晶ジルコニアに圧力が加えられ，この圧力は時間と共に徐々に減少しながら伝搬していく．また表面近傍に空隙が出来ると共に生成されたプラズマからの輻射熱がレーザー

パルスの持続時間程度，照射領域の周囲に淀み表面を炙りプラズマ輻射熱と圧力変化に伴う内部温度変化も同様に時間的变化が起きる．これら圧力と温度変化によって，単結晶ジルコニア中央部で塑性変形（金属材料で言うところの滑りによる転位）が起きたため相転移が残されたと考えた．

裏面の剥離は，塑性変形領域の背後と単結晶ジルコニアとの間には弾性変形領域が形成されると考えられる．また，レーザー駆動衝撃波は裏面で反射すると共に，すり抜けて行くと仮定する．単結晶ジルコニアのヤング率は $E \approx 200$ GPa である．レーザー駆動衝撃波によって発生した圧力が裏面を通過する時，単結晶ジルコニア裏面付近での圧力が 200 GPa を超えていると推定される．その衝撃波が真空空間へ抜けると時，単結晶ジルコニアの裏面を真空空間に引っ張る力となり，単結晶ジルコニアの剛性を保つことができず，その圧力の伝搬に引きずられる形で裏面が剥離したと考えた．

このような仮説を立てることにより相転移と裏面の剥離を説明することができるが，単結晶ジルコニア内部の圧力変化や温度変化が計測できていないため，この仮説を十分に補うことは難しい．今後の研究において，サンプル内部の圧力と温度がどのように変化するのか，超高強度レーザー照射と材料との相互作用を実験とシミュレーションの援用により明らかにして行く予定である．

6.4 第 6 章のまとめ

第 6 章で論述した研究成果を以下のようにまとめる．

本研究実験ではアブレーション速度の計測は X 線ストリークカメラで行い，その計測結果から圧力 P と温度 T_e をそれぞれ評価した．また，超高強度レーザー照射 1 ns 後から 30 ns 後までのサンプル最表面の圧力変化を，輻射流体シミュレーション Star2D を援用して評価した．併せて，レーザー照射する単結晶ジルコニア内に相転移を保存させる実験を行った．

アブレーション速度から評価した圧力 P は，レーザー照射直後最大 15 TPa と推論した．Star2D シミュレーションの結果から，レーザー照射 1 ns 後から 30 ns 後のレーザー駆動衝撃圧力 P の変化を 1 ns 毎に推定したところ，圧力 P は時間と共に 3.5 TPa から 279 GPa に変化する様子が明らかになった．この結果から，サンプル内部の圧力変化を推定することは難しいが，サンプル内部の圧力も同様に変化していると推論した．

本研究の目的からは，改質，相転移のための圧力と共にその時の温度の計測も必要となる．プラズマがプロトン若しくはバナジウムと仮定して電子温度 T_e を評価した結果， $T_e = 11.1 \sim 567$ eV であった．X 線回折による構造解析を行った結果は，立方晶であったイットリア安定化ジルコニアが正方晶に相転移したことをである．

第 3 章から第 6 章で述べてきた単結晶ジルコニアに対する研究により，超高強度レーザーによる改質（多結晶化と微細化）の仕組みが明らかになった．

超高強度レーザーを用いた受託開発事業の創出を目指すためには，セラミックス以外の機能性材料の改質についても研究実験を行うことが必要である．特に，電池材料などの電極材として用いられているグラファイト系材料に対する改質の研究実験を進める必要がある．

第6章の参考文献

- [1] Y. Nishimura, et al., Multilayered polycrystallization in single-crystal YSZ by laser-shock compression. *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol. 48, No. 32, 325305, 2015.
- [2] A. Sunahara, et al., Generation of pre-plasma and its reduction for fast ignition. *Laser and Particle Beams*, Vol. 30, pp. 95–102, 2012.
- [3] Y. Mori, et al., Present status of table-top short-pulse beat wave electron acceleration laser system. *Int. J. Mod. Phys. B*, Vol. 21, 572, 2007.
- [4] Y. Mori and Y. Kitagawa. Acceleration of cone-produced electrons by double-line Ti-sapphire laser beating. *Physics of Plasmas*, Vol. 19, 053106, 2012.
- [5] Y. Mori and Y. Kitagawa. Double-line terawatt OPCPA laser system for exciting beat wave oscillations. *Appl. Phys. B Lasers and Optics* **110**, pp. 57–64, 2013.
- [6] T. Sekine, et al., 84 dB amplification, 0.46 J in a 10 Hz output diode-pumped Nd:YLF ring amplifier with phase-conjugated wavefront corrector. *Opt Express*, Vol.18 (13), pp. 13927–13934, 2010.
- [7] Y. Mori, et al., 1 Hz fast-heating fusion driver HAMA pumped by a 10 J green diode-pumped solid-state laser. *Nuclear Fusion*, Vol. 53, No. 7, 073011, 2013.
- [8] S. C. Wilks, et al., Absorption of ultra-intense laser pulses. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 69, 1383, 1992.
- [9] Y. Sentoku, et al., Laser hole boring and hot electron generation in the fast ignition scheme. *Fusion Sci. Technol.*, Vol. 49 (3), pp. 278–296, 2006.
- [10] Y. B. Zel'dovich, Yu. P. Raizer, *Physics of Shock Waves and High-Temperature Hydrodynamic Phenomena* Academic Press, p. 42, 1966.
- [11] 統合粉末X線解析ソフトウェア PDXL.
<http://www.rigaku.com/ja/products/xrd/pdxl> (2016.1.11)

第7章

HOPG のアモルファス構造化

7.1 はじめに

自動車用酸素センサーなどで用いられている機能性材料の一つである単結晶ジルコニアに超高強度レーザーを照射し，その表面に多層・多結晶を形成する技術について述べてきた [1]．超高強度レーザー利用に関連する研究を促進していくためには，電池材料などの電極材として用いられているグラファイト系材料への研究実験が必要である．

本章では，グラファイト（炭素）の超高強度レーザーを用いた改質を行った．本章の研究実験の目的は，グラファイト系材料のナノ構造化や非晶質化である．この研究成果は，今後の超高強度レーザーの産業利用に向けた研究開発を促進するための要素技術の創出につながる．以下に，研究成果を詳細について述べる．

なお本章の内容は，The Ninth International Conference on Inertial Fusion Sciences and Applications (IFSA 2015) などで発表した研究成果の詳細であり，Journal of Physics: Conference Series **717** (2016) 012073. に受理された査読付き会議論文の詳細である．

グラファイトは熱伝導性，導電性，耐熱性が良く，そして軽くて加工が容易なことから，半導体，電機，自動車，航空宇宙などの産業で使用されている材料の一つである．特に，電極材料としてグラファイトは多く用いられている．もし，高強度レーザーを用いることによってグラファイトに，ナノ構造のような微細構造を付与することができたならば，そのグラファイト中に白金などの触媒をより高密度で塗布することが可能となり，発電効率の向上が期待できる．そして本研究成果が実用化されれば，任意形状の電極材料の必要とする箇所に超高強度レーザーを照射するだけで，微細化構造処理が可能となる．同レーザーを用いた産業利用の道が拓かれることは，本研究の最終目標でもある．

レーザーを用いた加工を含む改質については，多くの研究がなされている [2-4]．鈴木らは，炭酸ガスレーザーを用いた金属などの焼入れや硬化技術を生産技術として用いる場合の留意点として，熱吸収を上げるために黒鉛混合塗布膜を前処理で塗布することが報告している [2]．沓名らは，グラファイトを塗布した鋼に炭酸ガスレー

ザー (1 kW, 波長 $\lambda = 10.6 \mu\text{m}$) を照射し, レーザー光によって溶融したグラファイトが溶融部で混ざり, 鋼の炭素濃度を上げる熱加工プロセスについて報告している [3]. 園家らは, Ti:サファイアレーザー (パルス幅 90 fs, 中心波長 $\lambda = 800 \text{ nm}$, 繰返し周波数 1 kHz, 数百 mW) を用いることで, FRP¹⁾ や CFRP²⁾ を炭酸ガスレーザーに比べ精密切断できることが報告している [4]. これらの研究でレーザーは, 金属材料などの表面改質を行うときの反応剤や FRP などの切断として用いられているが, 直接的にグラファイトの表面を改質することについては報告されていない.

1985 年に, D. Strickland と G. Mourou によって提案されたチャープパルス増幅 (Chirped-Pulse Amplification: CPA) 法 [5] の発明により, 超高強度レーザーが身近に利用できるようになってきた. 高強度のフェムト秒レーザーを固体に照射することによって光圧力とプラズマ膨張の反作用に伴うレーザー駆動衝撃波が発生する. このレーザー駆動衝撃波を用いた様々な研究が行われている [6–10]. 辻野らは, 130 フェムト秒のレーザー ($E = 5.5 \text{ mJ}$) をシリコンに照射し, 数十 nm の β -Sn の結晶粒を観察したと報告している [6]. Cuq-Lelandais らは, 0.6 PW cm^{-2} の照射強度のレーザー光 ($E = 30 \text{ J}$, $\tau = 300 \text{ fs}$, 直径 4 mm) アルミニウムに照射し, 金属におけるレーザー駆動圧縮の伝播と破砕現象を明確にしたと報告している [7]. 松田らは, 130 フェムト秒のレーザー ($E = 0.2 \text{ mJ}$) を鉄にマルチショットし, 表面から $2 \mu\text{m}$ の深さに鉄のナノ結晶化が起きることを報告している [8, 9].

大阪大学佐野らの研究では, 図 7.1 に示すように高配向熱分解黒鉛 (HOPG: Highly

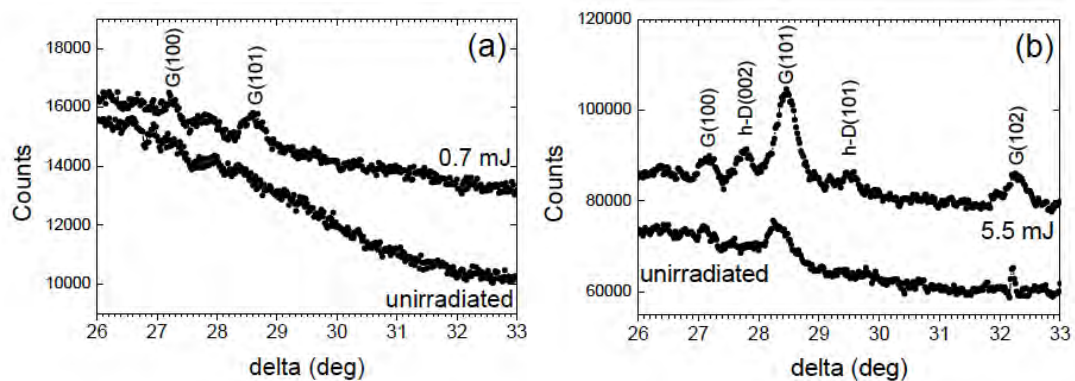


図 7.1. 先行研究における HOPG の X 線回折解析結果. 波長 800 nm, 130 fs のレーザーを (a) 0.7 mJ ($I_L = 3 \times 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$), (b) 5.5 mJ ($I_L = 2 \times 10^{15} \text{ W cm}^{-2}$) で, それぞれ照射した HOPG の X 線回折解析結果. (b) に示すように 5.5 mJ ($I_L = 2 \times 10^{15} \text{ W cm}^{-2}$) 照射において, 推定圧力 100 ~ 300 GPa のレーザー駆動衝撃圧によって h-diamond の構造ピークが観察された [10].

Oriented Pyrolytic Graphite 「以下, HOPG と略す」) に $I_L = 2 \times 10^{15} \text{ W cm}^{-2}$ 照射において, h-diamond (六方晶ダイヤモンド) 構造が観察されたと報告された [10].

¹⁾ FRP : Fiber-Reinforced Plastics 繊維強化プラスチック

²⁾ CFRP : Carbon-Fiber-Reinforced Plastic 炭素繊維強化プラスチック

これらの先行研究は，相転移や破碎機構，レーザー駆動衝撃波の伝播，金属のナノ結晶化などについて述べられているが，グラファイトの深さ方向へのナノ構造化や非晶質化については報告されていない。

ここではグラファイト系材料の表面にナノ構造化や非晶質化を形成させることを目的とする．実験では，直径 2 mm でレーザー照射強度 $I_L = 10^{12} \sim 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ のフェムト秒レーザー光をグラファイト系材料である HOPG にシングルショット照射した．照射後 HOPG の表面形態をマイクロスコブ，電子顕微鏡，X 線回折による構造解析と顕微ラマン分光解析を行った．解析の結果，レーザー照射強度 $I_L = 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ において，HOPG の表面がアモルファス構造に改質されることがわかった．

7.2 実験手法

7.2.1 照射レイアウト

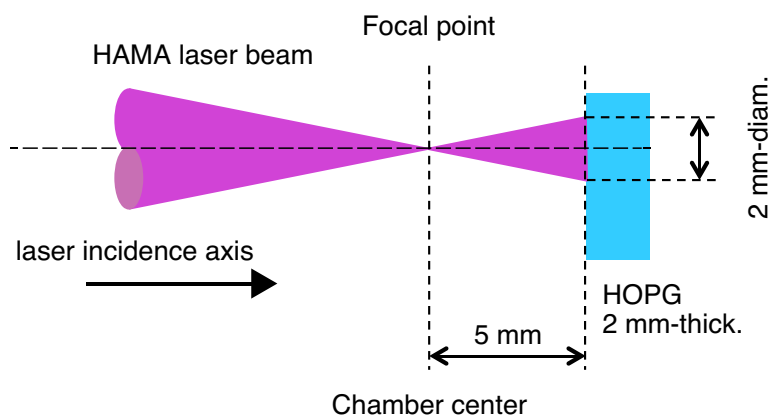


図 7.2. HOPG へのレーザー照射レイアウト．一旦チェンバー中心で集光したビームを広げて，HOPG 上で直径 2 mm になるような配置で実験を行った．

図 7.2 に HOPG へのレーザー光照射レイアウトを示す．HOPG には，HAMA レーザー光を照射した [11–15]．HAMA レーザーからのレーザー光は，真空容器内に配置した軸外し放物面鏡 (Off-Axis Parabolic Mirror) OAP1 によって真空容器の中心で集光される．レーザー光照射径を HOPG (12 mm × 12 mm × 厚さ 2 mm) の表面上直径 2 mm とした．真空容器の中心から HOPG を 5 mm レーザー光の光軸上，集光点より遠方に置いた．産業利用を考え広いスポットで反応を起こさせるためである．

表 7.1 に直径 2 mm で HOPG に照射したレーザー照射条件の詳細を記す．同表に示すように，HOPG に対して $I_L = 10^{12} \sim 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ の強度で照射した．フェムト秒レーザーから HOPG に対して与えられる圧力 P のもとは，光圧力 (ポンドロモーティブ力) であってアブレーション圧力がほとんどないと考えられる．そこで

レーザー駆動衝撃圧力 P を (3.1) 式 [16, 17] に示す $P = (1 + \eta) \frac{I_L}{c}$ を用いて求めた結果を、表 7.1 に示す。レーザー照射強度から与えられる衝撃圧力 P は、それぞれ、 $P_{(HOPG1)} = 6.9 \text{ GPa}$, $P_{(HOPG5)} = 1.5 \text{ GPa}$, $P_{(HOPG7)} = 0.6 \text{ GPa}$ と推定した。

表 7.1. HOPG に直径 2 mm で照射した時のレーザーパラメータ。

Sample No.	On sample Energy [mJ]	Pulse duration [fs]	I_L :Intensity [W cm^{-2}]	P :Pressure [GPa]
HOPG1	430	133	1.0×10^{14}	6.9
HOPG5	130	187	2.2×10^{13}	1.5
HOPG7	4	150	8.5×10^{11}	0.6

7.2.2 解析方法

照射後の HOPG の表面状態（照射痕）を観察するために、マイクロスコープ（Keyence 製:VHX-200）を用いた。照射した HOPG の結晶構造を解析するために、あいちシンクロトロン光センターの放射光源 BL5S2 による X 線回折による構造解析を行った。

今回、X 線による解析ではサンプルの深さ方向に対する解析するために放射光 X 線のエネルギー $E = 12.4 \text{ keV}$, 17 keV , 8.048 keV に切り替え、それぞれ行うこととした。そこで照射する放射光 X 線を 5° （射入射）とした時の $E = 8.048 \text{ keV}$, 12.4 keV , 17 keV に対するそれぞれの放射光 X 線のサンプルへの侵入深さを Lawrence Berkeley National Laboratory's (LBNL) のデータベース [18] を用いて推定した結果を図 7.3 に示す。

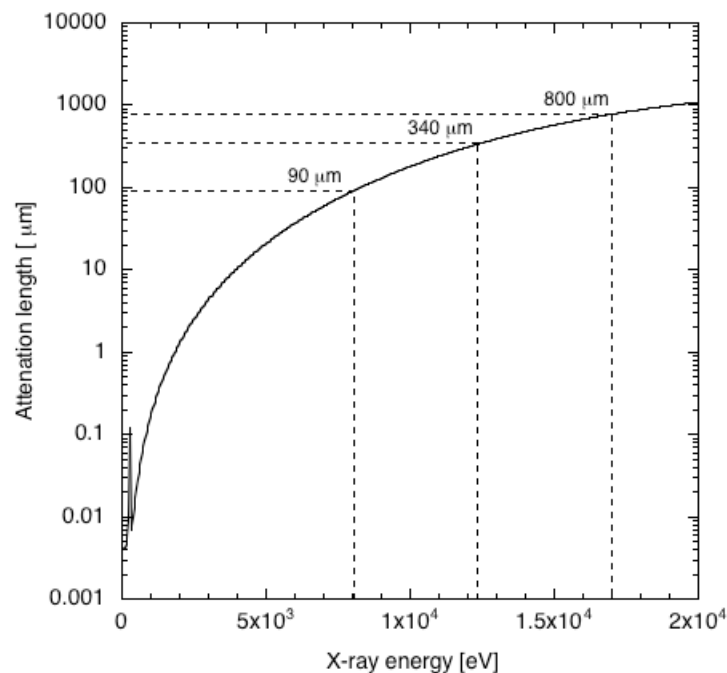


図 7.3. 炭素に対する放射光 X 線エネルギーの侵入深さ。 5° で X 線を入射させた時の吸収長さを計算したもの。

同図に示すように、放射光 X 線のサンプルへの侵入深さはそれぞれ、大凡 $90 \mu\text{m}$, $340 \mu\text{m}$, $800 \mu\text{m}$ であった。照射する放射光 X 線はレーザー照射した HOPG に対して 5° (射入射) で入射し、観察点 (HOPG) から 400 mm 離れた位置に大面積 X 線光子計数型 2 次元検出器 (Pixel Apparatus for the SLS :PILATUS) を用いて観察した。また、回折角度 (観察角度) は $30^\circ \sim 70^\circ$ の範囲とし、 10° 刻みで PILATUS を移動させ、各観察角度において放射光 X 線を 3 分間照射して観察を行った。

上記解析の他に、レーザー照射部を顕微ラマン分光による解析も実施した。X 線回折による構造解析の結果から、特に変化の大きかった HOPG1 サンプルのレーザー照射部を図 7.4 に示すあいち産業科学技術総合センターの顕微ラマン分光装置 (日本分光製: NRS-5100) を用い、最表面から深さ 50 nm の構造解析を行った。

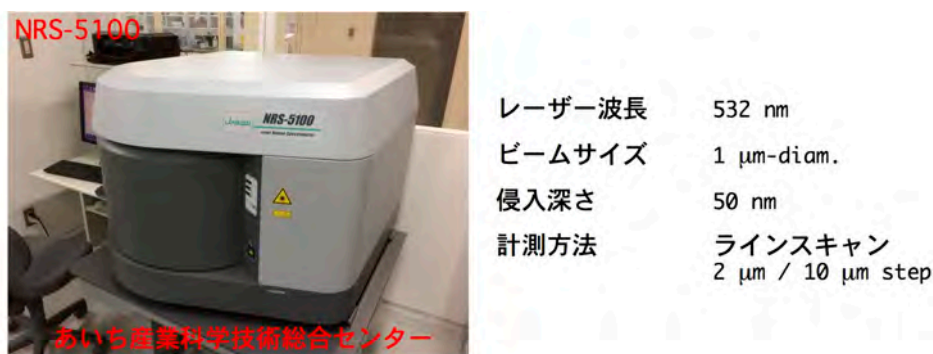


図 7.4. 顕微ラマン分光装置 (NRS-5100) 外観写真と基本スペック。顕微ラマン分析をあいち産業科学技術センターの分析装置を用いて実施した。同装置により最表面から 50 nm の構造解析ができる。

7.3 実験結果と考察

7.3.1 マイクロスコープによる表面形態観察

図 7.5 に、直径 2 mm でレーザー照射した照射痕をマイクロスコープを用い観察した結果を示す。図 7.5(a) は $I_L = 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ で照射した HOPG1, 図 7.5(b) は $I_L = 10^{13} \text{ W cm}^{-2}$ で照射した HOPG5, 図 7.5(c) は $I_L = 10^{12} \text{ W cm}^{-2}$ で照射した HOPG7 の観察結果である。図 7.5(a) と (b) には、フェムト秒レーザー照射により HOPG 表面にレーザー照射強度に依存したパターンが残されていたが、図 7.5(c) には、目視 (可視光) で観察する限り、照射痕は観察されなかった。また図 7.5(a) と (b) の照射痕には、渦状の縞が形成されていた。この縞は、中心部に強く (しっかりと)、端に行くと薄く形成されていることからレーザー光のビームパターン (強度分布) で形成されたと推定した。この観察結果から、X 線回折による構造解析をする箇所をレーザー照射中心部に絞って観察を行った。

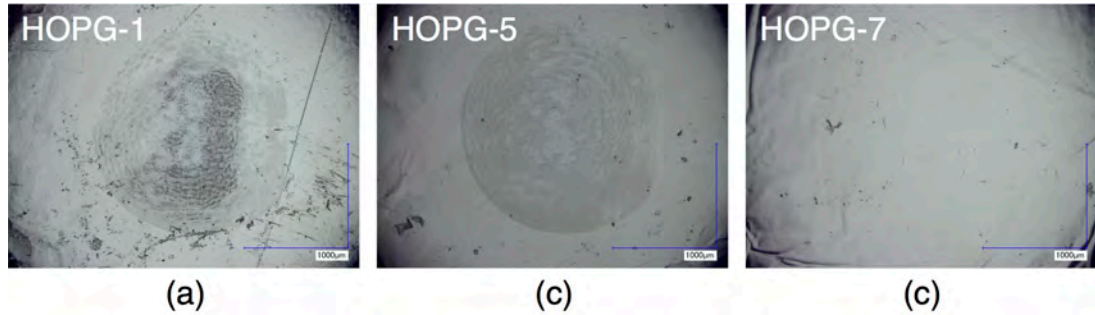


図 7.5. 直径 2 mm で照射した HOPG のマイクロスコブ観察結果 . (a) HOPG1 ($I_L = 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ 照射) , (b) HOPG5 ($I_L = 10^{13} \text{ W cm}^{-2}$ 照射) , (c) HOPG7 ($I_L = 10^{12} \text{ W cm}^{-2}$ 照射) . フェムト秒レーザーによる非熱によって生じた照射痕が , レーザー照射強度に依存して HOPG 表面に残されていた . (a) , (b) において渦状の縞が見られ , これはレーザービーム強度の斑によって差異ができていると推定した . (c) については , マイクロスコブで観察した限りでは照射痕を確認することができなかった .

7.3.2 X 線回折による構造解析

図 7.6 に , あいちシンクロトロン光センターの放射光源 BL5S2 を用いて $E = 12.4 \text{ keV}$ の X 線による構造解析をした結果を示す . 図 7.6 (a) は非照射の HOPG からの X 線回折プロファイル , 図 7.6 (b) は $I_L = 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$, 図 7.6 (c) は $I_L = 10^{13} \text{ W cm}^{-2}$, 図 7.6 (d) は $I_L = 10^{12} \text{ W cm}^{-2}$ で照射した HOPG からの X 線回折プロファイルである . HOPG へ $I_L = 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ 照射したサンプルを X 線回折による構造解析を実施した結果 , 照射された HOPG からは , 回折角度 34.2° 付近の回折ピーク (未照射の HOPG から観察されている回折ピーク) が消え , それを挟むようにしてスプリットした元の結晶と異なる新たな X 線回折ピークが観察された .

ここで図 7.7 に , 回折角度 33.9° 付近の回折ピーク強度推移をまとめた結果を示す . 同図に示すように , 回折角度 33.9° 付近の回折ピーク強度は , レーザー照射強度に依存する傾向が見られ , 構造変化は HOPG1 に多く含まれていることがわかった . また株式会社リガク製の統合粉末 X 線解析ソフトウェア PDXL [19] を用いたデータベースによる X 線回折ピーク同定を行った結果 , 回折角度 33.9° 付近の回折ピークは , ナノ構造を有したグラファイトの (004) 面からのピークの可能性が示された .

そこで , レーザー照射による構造変化がどのくらいの深さまで起きているのかを推定するために , 放射光 X 線のエネルギーを $E = 8.048 \text{ keV}$ (Cu-K α) , $E = 17 \text{ keV}$ についても解析を行った . なお観察を行うにあたっては , $E = 12.4 \text{ keV}$ の X 線で解析した際に回折角度 33.9° 付近の回折ピークが大きくなっていた HOPG1 について解析を行った . 図 7.8 に , 放射光 X 線エネルギーを変えて , HOPG1 サンプルに照射した時の X 線回折プロファイルを示す . なお同図は , エネルギーの異なる X 線回折プロファイルをひとつのグラフに示すため , 横軸に格子面間隔を縦軸に回折強度としてまとめたものである . 図 7.8 の青線は , $E = 8.048 \text{ keV}$ の X 線を照射した時の

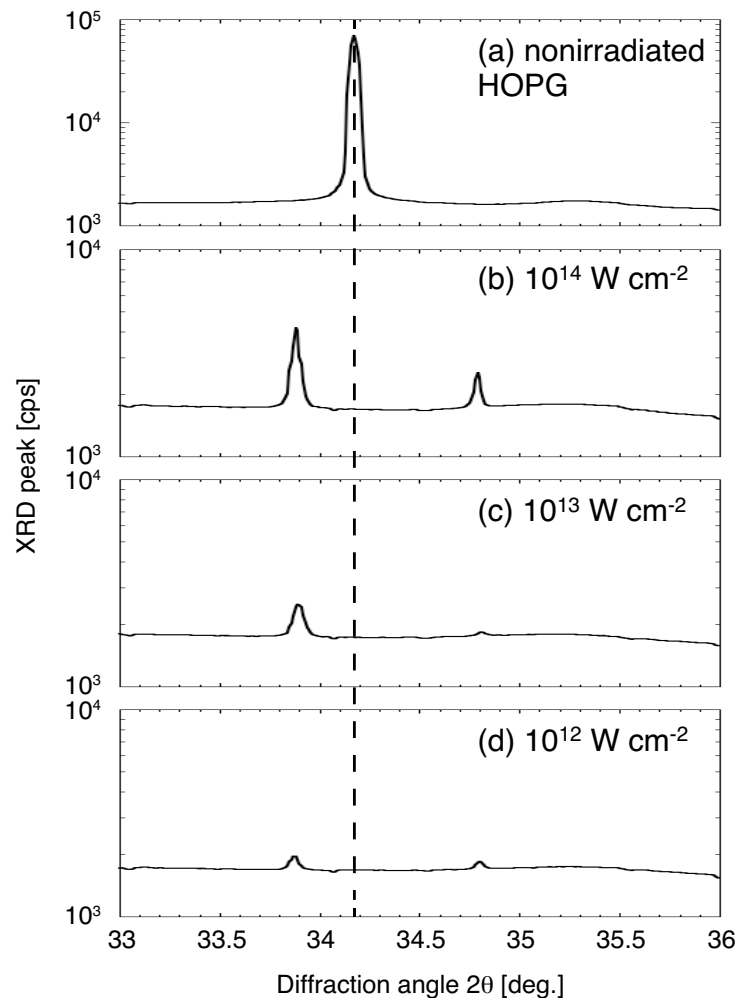


図 7.6. レーザー照射した HOPG サンプルのの $E = 12.4 \text{ keV}$ の X 線回折による結晶構造解析結果 . (a) nonirradiated, (b) $I_L = 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$, (c) $I_L = 10^{13} \text{ W cm}^{-2}$, (d) $I_L = 10^{12} \text{ W cm}^{-2}$. 照射された HOPG からは, 回折角度 34.2° 付近の回折ピーク (未照射の HOPG から観察されている回折ピーク) が消え, それを挟むようにしてスプリットした新たな X 線回折ピークが観察された .

X 線回折プロファイルであり, 青線は, $E = 12.4 \text{ keV}$ の X 線を照射した時の X 線回折プロファイルであり, そして黒線は, $E = 17 \text{ keV}$ の X 線を照射した時の X 線回折プロファイルである . それぞれの X 線エネルギー毎に, ナノ構造を有したグラファイトの (002) 面と (004) 面からの回折ピークが観察された . この観察から, $I_L = 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ のレーザー照射強度で HOPG を照射することにより, 表面から大凡 $800 \mu\text{m}$ の深さまでレーザー駆動衝撃波が伝搬し, 改質が起きていたと推論した .

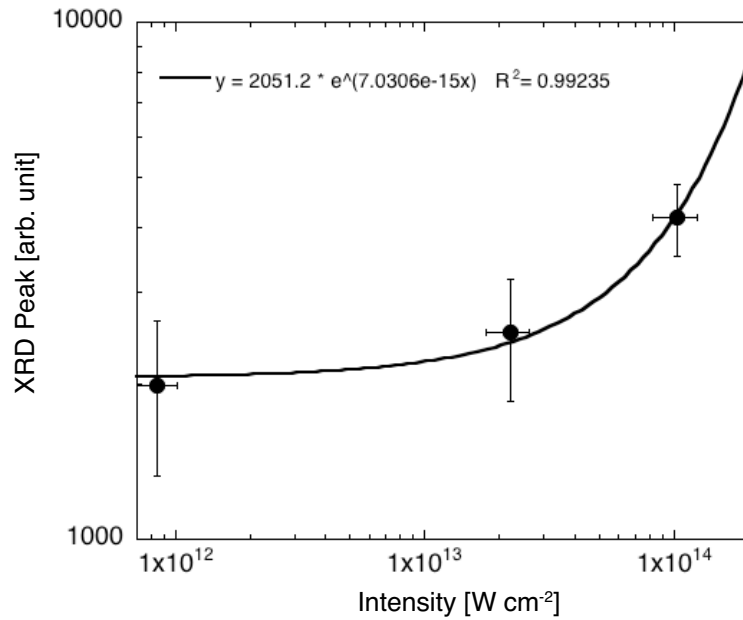


図 7.7. 回折角度 33.9° 付近の X 線回折ピークのレーザー照射強度に対する相関．回折角度 33.9° 付近の X 線回折ピークはレーザー照射強度が高いほど，そのピークが高くなっており，構造変化した量が多く存在していることを示していた．またレーザー照射強度に強い相関があることもわかった．

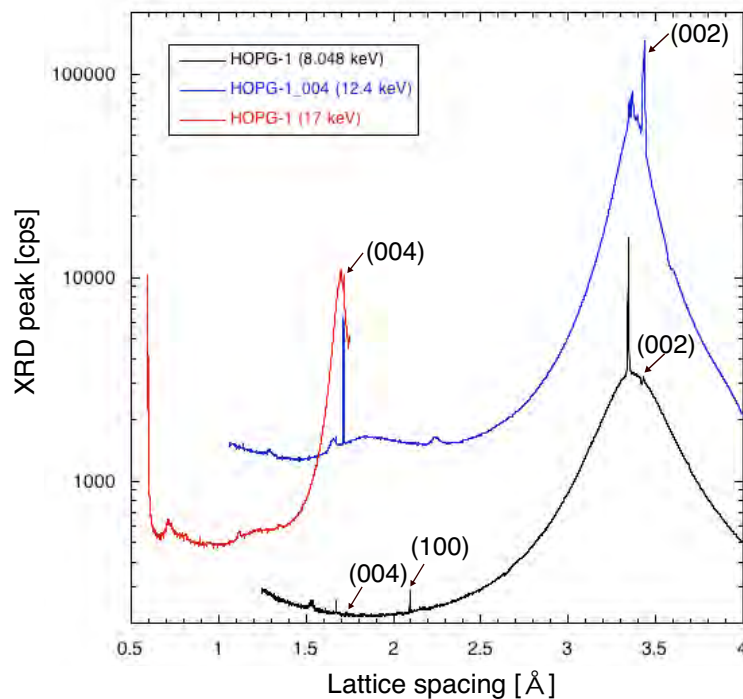


図 7.8. 放射光 X 線のエネルギーを変えて照射した時の HOPG からの X 線回折プロファイルの観察結果．黒線： $E = 8.048 \text{ keV}$ ，青線： $E = 12.4 \text{ keV}$ ，黒線： $E = 17 \text{ keV}$ の放射光 X 線による X 線回折プロファイル．放射光 X 線のエネルギーを変えて観察したほか， $E = 17 \text{ keV}$ で観察した結果からも (002) 面，(004) 面と思われる回折ピークが観察されたことから，レーザー照射により HOPG の内部（表面から大凡 $800 \mu\text{m}$ 深さまで）改質が行われていると推論した．

7.3.3 顕微ラマン分光による解析結果

顕微ラマン分光観察においてもナノ構造由来のラマンピークが出現すると予測されるため、 $I_L = 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ のフェムト秒レーザー照射をした HOPG1 サンプルの顕微ラマン分光による観察を行った。ここで簡単にラマン分光の特徴について記す。物質に光を照射すると、光と物質の相互作用により反射、屈折、吸収などのほかに散乱と呼ばれる現象が起こる。

散乱光のなかには入射した光と同じ波長の光が散乱されるレイリー散乱(弾性散乱)と、分子振動によって入射光とは異なる波長に散乱され、レイリー散乱よりも 10^{-6} 倍と非常に微弱なラマン散乱光(非弾性散乱)が起こる [20,21]。もし、本解析において SWNTs⁴⁾ カーボンナノチューブのようなナノ構造体がサンプル最表面近傍に創成されたのであれば、図 7.9 [22] に示すように波長 532 nm のレーザー光を照射して微弱なラマン散乱光をスペクトル観察をすることにより、 1350 cm^{-1} 付近に D-band と呼ばれる特徴的なピークが観察されたと考えた。上記を踏まえて、あいち産業技術科学センターで行った顕微ラマン分光観察を行った結果を図 7.10 に

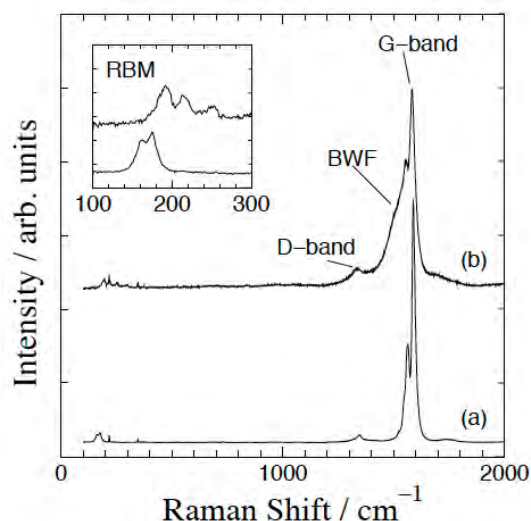


図 7.9. 一般的なシングルウォールナノチューブ (SWNTs) からのラマンスペクトル例。(a) レーザーアブレーション法で生成した SWNTs のラマンスペクトル、(b) HiPco³⁾法で生成した SWNTs のラマンスペクトル [22]。

示す。図 7.10(a) に顕微ラマン分光観察を実施する前に光学顕微鏡でレーザー照射した HOPG1 の表面観察写真を示す。同図に示すように、レーザー照射面内には波模様が形成されており、レーザー照射中心部に近い領域ではその模様が強く現れていた。この観察結果から顕微ラマン分光観察する領域を同図内に示す緑色のラインで行うことにした。図 7.10(b) に、緑色のラインにおけるラマンスペクトル 2 次元マップを示す。同図に示すように、図 7.10(a) の波模様が濃く見える箇所では、D-band (1350 cm^{-1} 付近) からのピークが見られるが、縞状の模様が薄く見える箇所では、G-band (1350 cm^{-1} 付近) から D-band にかけてブロードなピークが見られた。

³⁾ 高圧一酸化炭素を意味する high pressure CO disproportionation の略。CVD 法の一つで触媒にペンタカルボニル鉄 ($\text{Fe}(\text{CO})_5$) を用い、一酸化炭素を高圧で熱分解することにより高純度で比較的小さな直径が 1 nm 前後の SWNTs を得ることができる技術。

⁴⁾ SWNTs: Single-walled nanotubes (単層) の略。MWNTs: Multi-walled nanotubes (多層) と区別されている。

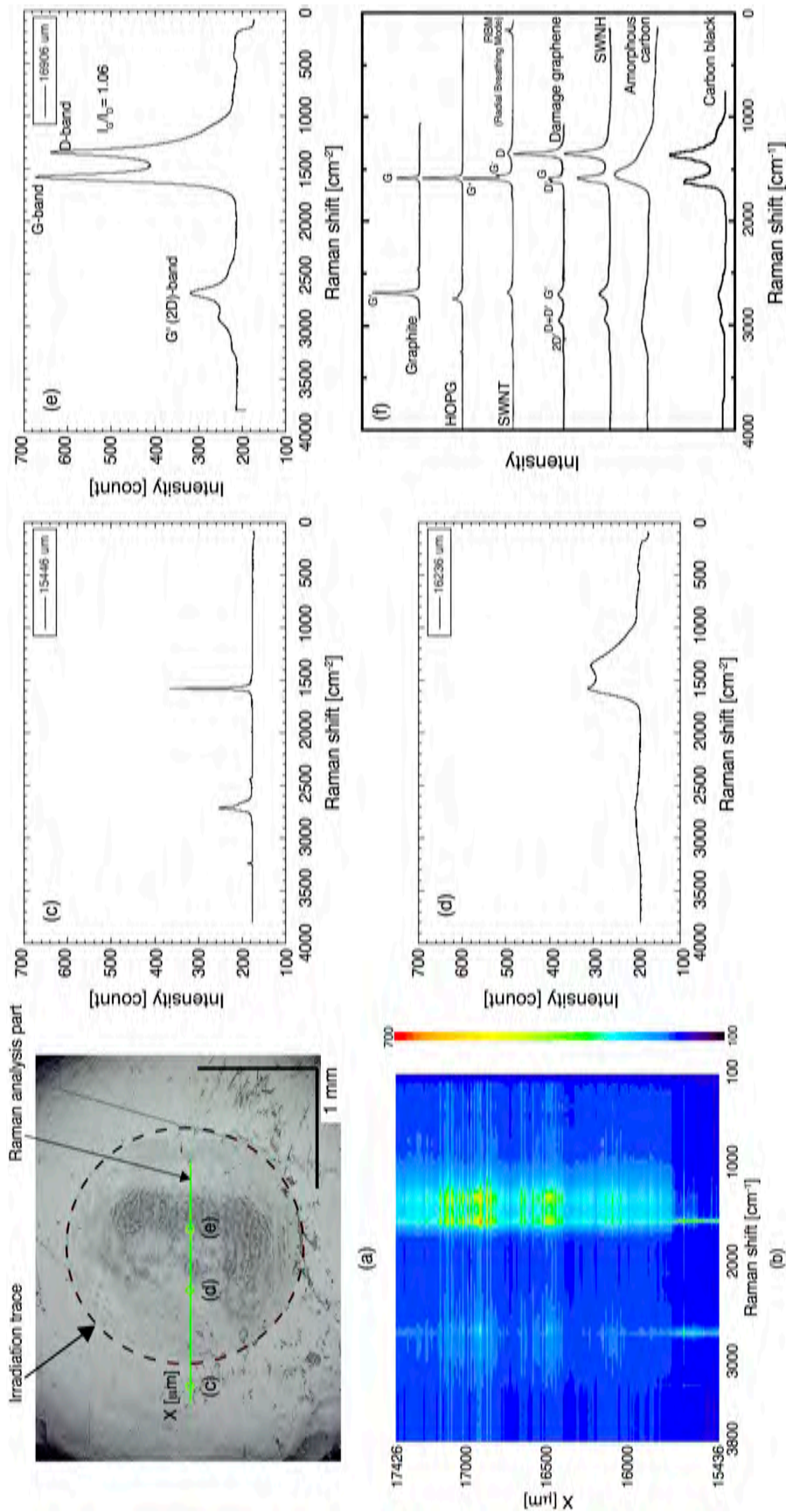


図 7.10. $I_L = 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ 照射した HOPG1 からのラマン解析結果. (a) ラマン解析した箇所を示す光学顕微鏡写真. 緑色の線はラマン解析した. (b) 観察したラインにおけるラマンスペクトルマップ, (c) は (a) に示す (c) の位置のラマンスペクトル, (d) は (a) に示す (d) の位置のラマンスペクトル, (e) は (a) に示す (e) の位置のラマンスペクトル. レーザー照射された領域内で, D-band からの信号が観察されるのは, (a) に示す光学顕微鏡像の黒く見える領域 (波状模様が見える領域) に多く分布している. 一般的なグラファイト系のラマンスペクトルと比較すると, シート状の構造であった HOPG がレーザー照射により表面がナノサイズからマイクロサイズのアモルファス構造に変化したと推定される.

図 7.10(a) と図 7.10(b) の観察結果から，レーザーが照射されていない箇所，波模様が薄く見えるところ，濃く見えるところの 3 箇所についてラインスペクトルに変換した結果を，それぞれ図 7.10(c),(d),(e) に示す．また，図 7.10(f) に一般的なグラファイト系のラマンスペクトルを示し，スペクトル形状比較を行った．レーザーが照射されていない箇所からのラマンスペクトルである図 7.10(c) は，当然であるが図 7.10(f) に示す HOPG のスペクトルと一致していた．更に，超高強度レーザー照射部である図 7.10(d),(e) のスペクトル形状を図 7.10(f) に示す他のグラファイト系からのラマンスペクトルと照合した．図 7.10(d) はアモルファスカーボンのスペクトルに似ており，図 7.10(e) はカーボンブラックのスペクトルに似ていると，それぞれ同定した．

7.3.4 アモルファス化に関する考察

表面形態観察，X 線回折による構造解析，ラマン顕微分光解析の結果から，超高強度レーザーを照射した HOPG にどのような変化が起きたのか，以下の仮説をたてた．HOPG 表面は，レーザー照射強度 $I_L = 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ のフェムト秒レーザー照射により光圧力が加えられると同時にアブレーションされる．レーザー照射した表面から深さ方向に対して，レーザー駆動衝撃波である数 GPa の圧力が伝播される．それと同時に表面は，生成されたプラズマの輻射熱がレーザーパルス持続時間相当で急加熱し，急冷が起こる．照射領域の下では，単結晶ジルコニアの実験と同じようにナノサイズに微細化が進んだと推定される [1]．特に，シート構造の HOPG はレーザー駆動衝撃波により深さ方向に微細化が進む．微細化（バラバラに）されたシート構造の HOPG のエッジは，残留応力により丸みを帯びたと推定した．

実験結果では，超高強度レーザーを照射した HOPG がアモルファス構造に塑性変形した．そして表面形態観察，X 線回折による構造解析やラマン顕微分光解析の結果において，グラファイトのアモルファスライクなナノ構造ピークとして観察された．今後の実験とシミュレーションの援用で，アモルファスライクなナノ構造化について明らかにしていく予定である．

7.4 第7章のまとめ

第7章で論述した研究成果を以下のようにまとめる．

グラファイトのレーザー駆動衝撃圧縮技術を用いた表面改質を行った．

照射強度 $I_L = 10^{12} \sim 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ のフェムト秒レーザー光を直径 2 mm で HOPG に照射した．HOPG の表面形態をマイクロスコブ，電子顕微鏡，X 線回折による構造解析，顕微ラマン分光解析を行った．HOPG 表面には空間強度分布に依存した照射痕が形成された．その照射痕を X 線回折による構造解析を行った結果，ナノ構造を有したグラファイトの (002) 面，(004) 面からの回折ピークが観察された．レーザー駆動衝撃波が最表面から深さ数百 μm まで伝搬し，元の HOPG のピークが消失していた．

更に X 線回折による構造解析で変化の大きかった HOPG1 の顕微ラマン分光観察を行った．HOPG の最表面層がナノサイズの構造に変化したによりカーボンブラックやアモルファスカーボンからのスペクトルが観察された．

これらの結果から，超高強度レーザー照射によって結晶配向が揃った HOPG は最表面層に数 nm からサブ μm サイズの波状構造を有したアモルファス構造体に塑性変形したことがわかった．グラファイト系材料の表面にナノ構造化や非晶質化を形成させた成果は，今後の同サンプルの機械強度試験や機能評価に向けた研究開発促進につながる．第2期事業を今後も継続・発展させていくためには，これまでに光産業創成大学院大学で研究・実践してきたことを活かし，所属企業に新たな事業を企画することが必要である．

第7章の参考文献

- [1] Y. Nishimura, et al., Multilayered polycrystallization in single-crystal YSZ by laser-shock compression. *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol. 48, No. 32, 325305, 2015.
- [2] 鈴木実, 橋浦雅義, 海野富雄, レーザによる表面加工技術, 精密工学会誌, Vol. 55, No. 2, pp.254–258, 1989.
- [3] 沓名宗春, 浅野岩生, ビーム回転光学系を用いた鋼材のレーザー表面加工, レーザー研究 第20巻 第10号, pp.786–798, 1992.
- [4] 園家啓嗣, Reza Ikaram, 石田和義, フェムト秒レーザーによる炭素系複合材料の精密切断加工, 表面技術, Vol. 64, No. 2, pp. 127–132, 2013.
- [5] D. Strickland and G. Mourou, Compression of amplified optical pulses, *Opt. Commun.*, **56** (6), pp. 447–449, 1985 .
- [6] M. Tsujino, et al., Formation of high-density dislocations and hardening in femtosecond-laser-shocked silicon. *Applied Physics Express*, Vol. 5, No. 2, 022703, 2012.
- [7] J P Cuq-Lelandais, et al., Spallation generated by femtosecond laser driven shocks in thin metallic targets. *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol. 42, No. 6, 065402, 2009.
- [8] T. Matsuda, et al., Femtosecond laser-driven shock-induced dislocation structures in iron. *Applied Physics Express*, Vol. 7, No. 12, 122704, 2014.
- [9] T. Matsuda, et al., Multiple-shocks induced nanocrystallization in iron. *Appl. Phys. Lett.* **105**, 021902, 2014.
- [10] T. Sano, et al., Femtosecond laser-driven shock synthesis of hexagonal diamond from highly oriented pyrolytic graphite. *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 165, 012019, 2009.
- [11] Y. Mori, et al., Present status of table-top short-pulse beat wave electron acceleration laser system. *Int. J. Mod. Phys. B*, Vol. 21, 572, 2007.
- [12] Y. Mori and Y. Kitagawa. Acceleration of cone-produced electrons by double-line Ti-sapphire laser beating. *Physics of Plasmas*, Vol. 19, 053106, 2012.
- [13] Y. Mori and Y. Kitagawa. Double-line terawatt OPCPA laser system for exciting beat wave oscillations. *Appl. Phys. B Lasers and Optics* **110**, pp. 57–64, 2013.

- [14] T. Sekine, et al., 84 dB amplification, 0.46 J in a 10 Hz output diode-pumped Nd:YLF ring amplifier with phase-conjugated wavefront corrector. *Opt Express*, Vol. 18 (13), pp. 13927–13934, 2010.
- [15] Y. Mori, et al., 1 Hz fast-heating fusion driver HAMA pumped by a 10 J green diode-pumped solid-state laser. *Nuclear Fusion*, Vol. 53, No. 7, 073011, 2013.
- [16] S. C. Wilks, et al., Absorption of ultra-intense laser pulses. *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 69, 1383, 1992.
- [17] Y. Sentoku, et al., Laser hole boring and hot electron generation in the fast ignition scheme. *Fusion Sci. Technol.*, Vol. 49 (3), pp. 278–296, 2006.
- [18] The Center for X-Ray Optics is a multi-disciplined research group within Lawrence Berkeley National Laboratory's (LBNL) Materials Sciences Division. X-ray interactions with matter, 2016.
- [19] 統合粉末X線解析ソフトウェア PDXL.
<http://www.rigaku.com/ja/products/xrd/pdxl> (2016.1.11)
- [20] 中田 靖. -ミニファイル 顕微鏡と画像データ処理- ラマン顕微鏡. 日本分析化学会 ぶんせき, Vol. 3, pp. 146–147, 2013.
- [21] 日本分光株式会社:ラマン分光法の基礎 (1) ラマン分光法とは?
<http://www.jasco.co.jp/jpn/technique/internet-seminar/raman/raman1.html> (2016.1.11)
- [22] 川崎晋司. 単層カーボンナノチューブの物理・化学修飾と材料評価. 第30回 東海若手セラミスト懇談会 2004年 秋季講演会, 2004.

第 8 章

高強度レーザーを用いた受託 開発事業の創出

8.1 はじめに

第 3 章から第 7 章において、超高強度レーザーを用いたセラミックスやグラファイトなどの機能性材料の表面改質に関する研究実験の成果について述べた [1, 2] .

本論文での成果を活かし、第 2 期事業を継続・発展させていくために 2 つの新たな事業を企画した。コンセプト 1 の「超高強度レーザーを用いた受託開発事業」とコンセプト 2 の「計測支援事業（超高強度レーザーを用いた機能強化）」の 2 つである。

コンセプト 1 の事業は、第 2 期事業を継承する事業である。同事業は既に、所属企業の設計担当部署と連携してシェルターゲット射出を可能にする「新たなターゲットインジェクション装置開発」として受託開発事業をスタートした。本研究成果を基にした超高強度レーザーを用いた材料改質技術が自動車産業に派生できたならば、超高強度レーザーによる材料改質装置の市場規模は、750 億円以上と見込まれる。

コンセプト 2 の事業は、第一の事業を通じて得られた X 線による圧力計測手法などの専門技術をコアとし、それによる課題解決方法（ソリューション）を企業グループ内の顧客に提供する支援事業である。それを展開するフィールドを親会社における車両・ユニット研究開発領域に設定した。従来計測技術ではカバーしきれていない領域に対して取り組んでいくことが、顧客に対して一歩先ゆく価値とソリューションと新たな知恵（新技術）を提供して行くことにつながる。企画した事業を展開することで、所属企業の親会社における自動車開発に貢献していくことができる。

第 2 期事業を実践する中で、本研究の主題である “Multilayered polycrystallization in single-crystal YSZ by laser-shock compression” *Journal of Physics D: Applied Physics* 48 (2015) 325305. について記者発表を行った。記者発表を行ったことにより、著者等研究グループが超高強度レーザーを用いた産業応用を目指した研究実施していることを関連する企業にアピールし、認知度を高める活動につながった。

8.2 受託開発事業創出に向けた事業企画

本節では、2010年から実施している第2期事業「高強度レーザー利用に関する受託事業」を今後も継続・発展させ所属企業に新たな事業を企画した。事業を企画するにあたって、下記事項が満たされるように考えた。

- 第2期事業を”組織”で対応する事業で継承
- 所属企業の企業理念・企業ビジョン¹⁾に沿った事業形態
- 所属企業の既存事業との連携・強化
- 親会社への貢献

これらを満たす事業として「超高強度レーザーを用いた受託開発事業」と「計測支援事業（超高強度レーザーを用いた機能強化）」の2つの事業を考えた。なお、事業を企画するにあたっては井口嘉則 著の”ゼロからわかる事業計画書の作り方”[3]を参考にした。

8.2.1 2つの事業コンセプト

【事業名:コンセプト1】

超高強度レーザーを用いた受託開発事業

【事業内容】

- ・本事業は、第2期事業で実施している本研究を継承するものである。この事業は、所属企業の設計担当部署と連携してシェルターゲット射出を可能にする「新たなターゲットインジェクション装置開発」を受託している事業を開始している。
- ・超高強度レーザーを用いた受託開発事業を実施することにより、所属企業の親会社に先端技術（成果）を提供する。また高速点火方式によるレーザー核融合発電の研究プロジェクト（以下、レーザー核融合プロジェクトと略す）や第2期事業を通じて得た技術を依頼者（社）のニーズに対して要素技術から装置化までを受託する。

【期待される効果】

- ・本事業を実践することにより、第2期事業で培ってきた技術の進化（深化）を進めることができる。受託開発により超高強度レーザーを用いた事業が創り出せるだけでなく、レーザー核融合プロジェクトの推進にもつながる。現在受託している新しいターゲットインジェクション装置が開発されれば、連続してレーザー生成中性子を発生させることも可能になる。
- ・その技術を起源とした次世代車両開発へ貢献も期待される。受託研究開発に

¹⁾ 派元企業の企業ビジョンは、「独創的な技術・ソリューション、知恵を提供することによりお客さまに信頼され必要とされる企業となる」と「たゆまない成長と挑戦を大切にし一人ひとりが唯一無二の専門家となるべき風土を育む」である。

より超高強度レーザー生成中性子による計測技術が確立されれば、開発現場に近い環境において材料の構造・組織解析などに利用することが可能となるだけでなく、主流として期待されているリチウム電池や燃料電池の部材開発における動作・環境解析や、機密性が高い部材の開発評価への即応性も期待できる。

【事業名:コンセプト2】

計測支援事業（超高強度レーザーを用いた機能強化）

【事業内容】

- ・コンセプト1事業（第2期事業で実施している本研究）を通じて得られたX線による圧力計測技術を始めとする計測技術を企業グループ内の顧客に提供するものである。
- ・派元企業が現在実施している主要事業の「映像計測事業」と「非破壊計測事業」の2つの計測支援事業の顧客に対する窓口を統合し、専門技術によるソリューションと知恵を提供する。
- ・映像計測事業では、現在も各種センサーによる信号波形と映像（挙動）の同時計測が行われている。従来計測技術と光計測技術などを組み合わせたハイブリッド計測の技術導入・提案・計測支援を行いソリューションを提供する。
- ・非破壊計測事業では、既存の設備では測れない事象に対応すべく、今までに培ってきた研究者のネットワークや技術・知見などを顧客へ提供し、その時々に応じた最適な計測手法でソリューションを提供する。

【期待される効果】

新設する窓口の役割は、顧客からのニーズと受託開発などで得られた新技術・知見・考え方などを集約し、それらを顧客（親会社）に対して付加価値を創出する。

こらら2つの事業を成功させるためには、どのフィールドで事業を展開するかが重要となる。

8.2.2 事業を展開するフィールド

事業を展開するフィールドを検討するにあたり、「超高強度レーザーを用いた受託開発事業（以下、コンセプト1と略す。）」と「計測支援事業（超高強度レーザーを用いた機能強化）（以下、コンセプト2と略す。）」の2つの事業を展開するフィールドを自動車関連企業内に展開するフィールドに限定されるものとした。

コンセプト1から派生する市場

コンセプト1の事業は、フィールドが親会社における要素技術（先行）開発領域に絞られるため明瞭である。本研究で得られた超高強度レーザーを用いた材料改質技術に関する要素技術が自動車産業で応用されることを想定し、コンセプト1から派生する市場について検討した。

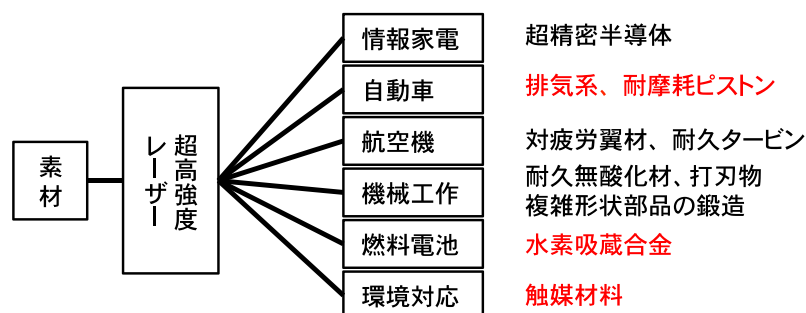


図 8.1. 超強度レーザーを用いた産業市場とそのニーズ．素材（材料）を起点とした超強度レーザーによる産業市場は、産業市場は、情報家電、自動車、航空機、機械工作、燃料電池、環境対応などがある．自動車産業では排気系部品や耐摩耗性ピストン材料改質や今後の自動車に使われる燃料電池や環境対応のための触媒材料の改質への利用が期待されている（図中、赤字で示す）．

図 8.1 に超強度レーザーを用いた産業市場とそのニーズを示す．同図に示すように、素材（材料）を起点とした超強度レーザーによる産業市場は、情報家電、自動車、航空機、機械工作、燃料電池、環境対応などがある．特に、自動車産業は日本の国際的な強みとして世界をリードする自動車会社（産業）が存在している．その自動車産業では、排気系部品や耐摩耗性ピストン材料の改質などが求められている．また、今後の自動車に使われる燃料電池や環境対応のための触媒材料の改質にも利用することができると考えられる．これらのことから、コンセプト 1 から派生する産業市場を自動車産業とした．

次に、超強度レーザーによる材料改質装置が、その市場で使われる場合について市場規模を試算した．第 3 章で述べた多層・多結晶化のような表面改質は、1 ビームあたり $E = 0.4 \text{ J}$ を超える超強度レーザー照射により直径 $50 \mu\text{m}$ の領域が改質される．本研究成果を産業応用する際、生産効率を上げるために大面積化（数十 cm）が必要となる．直径 10 cm 程度の処理を可能にするには、超強度レーザーの出力が $0.8 \sim 1 \text{ kJ}$ 以上になれば可能である．そこで、同装置に用いるレーザーを kJ クラスの超強度レーザーとした．

超強度レーザーによる材料改質装置の初期開発費を 100 億円、開発当初から 4 年間の販売価格を 10 億円と仮定した．販売開始当初の販売台数を年間 5 台とし、販売開始 2 年後には年間 10 台を国内大手自動車・部品メーカーへ納入する．初期開発費償却後 4～5 年を目処に、当初販売価格からの 20%～50%（2 億～5 億）のコスト削減を目指した業務改善を行い、販売開始後 10 年目には年間 150 台販売されると予測した．なお開発・設備投資費は、当初 2 年間は年間事業収益の 40% を投資、以降は 20% の投資と仮定した．これら仮定を基に試算した超強度レーザーを用いた材料改質装置の市場規模を図 8.2 に示す．

同図横軸に販売開始後の年数、縦軸（左）に金額、縦軸（右）に販売予測台数を示している．同図に示すように、販売開始 3 年目以降に利益が発生すると予測した．販

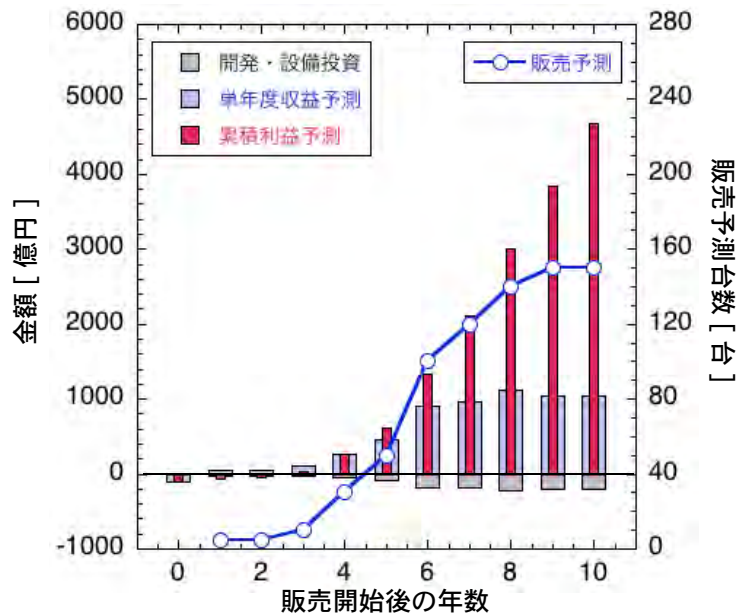


図 8.2. 超高強度レーザーによる材料改質装置の市場規模の試算．開発当初から 4 年間の販売価格を 10 億円とした．販売開始当初の販売台数を年間 5 台，販売開始 2 年後には年間 10 台を国内大手自動車・部品メーカーへ納入する．開発・設備投資費は，当初 2 年間は年間事業収益の 40% を投資，以降は 20% の投資と仮定した．販売開始 3 年目以降に投資に対して事業収益が増えると予測した．初期開発費償却後 4～5 年を目処に，当初販売価格からの 20%～50%（2 億～5 億）のコスト削減を目指した業務改善を順次行った場合，販売開始後 10 年目には年間 150 台販売されると予測した．その場合の市場規模は，750 億円以上が見込まれる．

販売開始後 10 年目には年間 150 台販売される場合の市場規模は，750 億円以上と予測した．将来，この技術が適用できる部品が 10 倍に増えると見込んだ場合，数千億円以上の市場になる可能性もある．

ここで自動車産業で超高強度レーザーによる材料改質装置が産業利用された場合の加工売上についても試算した．この試算では，エンジン関連の部品に超高強度レーザーによる材料改質技術が用いられるとした．そして試算するにあたって，同装置価格を業務改善後の 5 億円とし，1 部品あたりのレーザー加工売上が 200 円とした．現在，日本メーカーの年間自動車生産台数は海外生産を含め約 1,800 万台である [4]．日本メーカー全てで，この技術を用いた部品が搭載されるとした場合，同装置による 1 部品あたりの加工売上は 36 億が見込まれる．将来，この技術を適用できる部品が大型のエンジン部品（コンロッド）や駆動系ギア，ボデー部品へ拡大し，レーザー処理面積が 10 倍に増えると見込んだ場合の加工売上は，10 倍の年間 360 億円と予測した．このように，装置価格に対する加工売上としても期待できる．

コンセプト 1 の事業の研究実績は，現時点では芽生え段階である．この事業から派生する技術を活用した市場は大きく発展性も期待出来るため，コンセプト 1 の事業を実施して行くことが必要である．次に，コンセプト 2 を展開するフィールドについて検討した．

コンセプト2を展開するフィールド

コンセプト2の事業を展開するフィールドの絞り込みが重要と考える。そこで同事業については、所属企業の親会社の車両開発から生産・販売フィールドにおける計測・解析市場調査を行った。調査にあたって、対象とする計測技術をセンサー計測、可視映像計測、X線非破壊計測の3つに絞った。

図8.3に車両開発から生産・市場までの計測・解析支援市場(ニーズ)をマッピングしたものを示す。同図に示すように、開発車両が市場に届けられるまでに様々なプロセスがある。各プロセスにおいてセンサーを用いた計測が網羅的に利用されていることが調査によりわかった。映像計測は、他社製品のベンチマーク(BMC: Benchmark Concentration)や開発した車両やユニットなどの性能評価の場で現象の可視化技術として多く利用されている。X線非破壊計測は、ユニット部品や生産工程における品質確認で利用されていることがわかる。このように、それぞれの計測技術が得意とする領域で計測を担っている現状がわかった。

この調査からコンセプト2の事業が狙う領域を、車両・ユニット研究開発領域と設定した。その領域に設定した理由は、今後の自動車開発では中長期の商品ラインナップを決めたグルーピング(ユニット)開発を行うことが進められており、所属企業もその領域において様々な事業を展開しているからである。

この領域でコンセプト2の事業の必要性を見出すために、車両開発における計測主要テーマである「内部挙動」「外部挙動」「内部形状」「外部形状」の4つをポジショニングとし、計測技術の能力をマッピングした。マッピングするにあたり、センサー計測(緑枠)、可視映像計測(青枠)、X線非破壊計測(赤枠)の3つに分類した。図8.4に、従来の計測技術が得意とする領域を整理した結果を示す。

同図に示すように、センサー計測、可視映像計測、X線非破壊計測それぞれの計測技術における得意不得意の領域がわかる。図中のピンク色部が従来計測技術ではカバーしきれていない領域(needs)に対して取り組んでいくことが顧客に対して一歩先ゆく価値「ソリューションと新たな知恵(新技術)」を提供していくことが可能な市場であると考えた。このカバーしきれていない領域に応えることが事業を成功に導く鍵になると考えた。

この考えに至った理由は、ユニット化された部品の耐久・性能評価は、特に鋳造された金属ケースの中にシリンダー、ピストン、バルブ、チェーンベルト、ギヤ、近年ではモーターユニット、マグネットなど多種多様の機械部品・電気構造部品と油が充填されている。例えば「壊さないでチェーンベルトの動きと潤滑油の挙動が見たい」「シャフトの動き(駆動部品の結合する瞬間)を計測したい」「複数部品が充填されたユニット内の挙動を可視化したい」などというニーズをヒアリングでよく耳にしたからである。

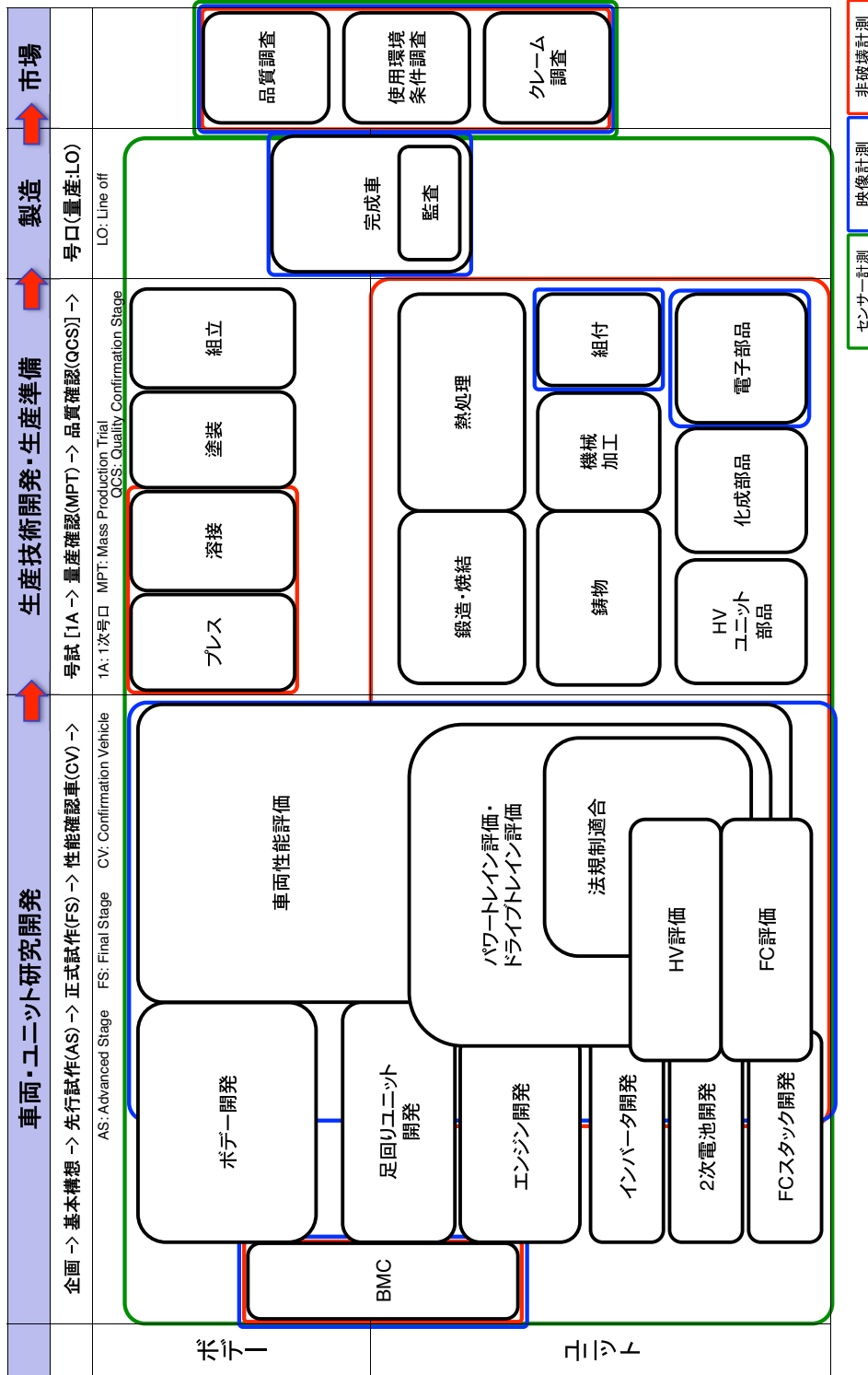


図 8.3. 車両開発から生産・市場までの計測・解析支援市場・解析支援市場。図中の緑色の枠はセンサー計測が用いられた領域、青色の枠は映像計測が用いられた領域、赤色の枠は非破壊計測が用いられた領域である。計測・解析支援の市場は、車両開発から生産・市場に出るまでの多くの領域で必要とされている。この調査からコンセプト 2 が狙う領域を車両・ユニット研究開発領域と設定した。

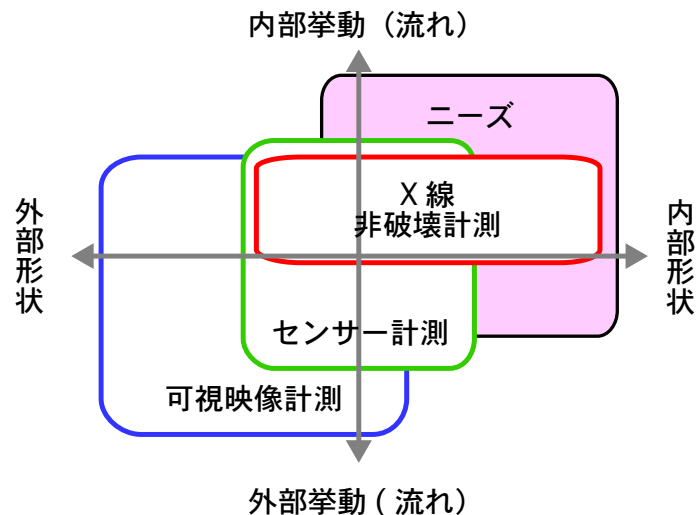


図 8.4. 従来の計測技術が得意とする領域とコンセプト 2 の事業が狙う領域。代表的な計測技術を可視映像計測（青線）、センサー計測（黒線）、X 線非破壊計測（赤線）で分けた。ユニット開発の計測において求められる「内部挙動」「外部挙動」「内部形状」「外部形状」の 4 つをポジショニングとして設定し、代表的な計測技術の得意とする領域にマッピングした図である。図中のピンク色部が従来計測技術ではカバーしきれない領域（ニーズ）である。このニーズに応えることが事業を成功に導く鍵になると考えた。

また近年モデルベース開発や HILS²⁾をはじめとするシミュレータ技術が主流となって、実車両やユニットを用いた計測・解析は減る傾向にある。しかしボデー・ユニット領域においては、シミュレータ技術だけでは解明できない現象の可視化計測は必要である。計測・解析ニーズは普遍的なものである。

コンセプト 2 の事業を車両・ユニット開発領域で展開していくことは、親会社の自動車開発に貢献できる。この事業を実践することによって、所属企業の既存事業との連携・強化と親会社への貢献が果たされる。そこで、コンセプト 2 の事業構造を明確にする必要がある。

²⁾ HILS とは、Hardware In the Loop Simulation の各頭文字をとった略称。エンジンや車両挙動等を模擬した数式をリアルタイムに実行することで、実機を模擬したシミュレーションを行うことが可能な開発用シミュレータの総称。

コンセプト2のビジネス構造

ビジネスモデルキャンパス³⁾ [5] を用いて整理した結果を図 8.5 に示す。ここで、同図に示した9つのセグメントについて説明する。

【パートナー】

所属企業内の開発部門やシミュレーション部門の他に、外部機関（公設試験研究機関）をパートナーとする。これらパートナーと連携することにより顧客（ニーズ）に対して「新技術」と「新機能の創出」が創出され「付加価値」を提供する。

【主要活動】

高強度レーザーを用いた受託開発事業で創出される新技術などを活用する。それ以外にもパートナーとの協業・融合により創出される新技術を活用し、既存事業の機能強化を図る。既存事業の機能強化に伴い、顧客満足度が向上する。

【リソース】

必要なリソースは明瞭で「人」と「モノ」である。「人」には、それぞれの計測技術に精通し顧客の要求に対して最適な手法を提案できる能力が求められる。また、そ人材を育成して行く環境を作ることが必要である。「モノ」は、受託計測に必要な機材（映像機材や非破壊計測ツール）である。

【価値提案】

従来計測技術の精度向上や機能強化を行い、付加価値を顧客に提供する。可視化計測に同期計測を付加することにより、現象解明の向上に、シミュレーション部門との協業により、シミュレーション技術の向上にもつながる。

【顧客関係】

親会社を主要顧客としているため、殆ど問題は無い。受託業務実施に必要な契約は、他事業における従前契約が流用できる。”親会社の意向”は常に注視する必要がある。

【チャンネル】

親会社を主要顧客としているため、チャンネルは限定され明瞭である。グループ会社へ事業が拡大する場合も同様である。

³⁾ ビジネスモデルキャンパスとは、ビジネスモデルを9つの観点に分解し、一つひとつ検討していく。これによりビジネスの立ち上げで為すべきことを明らかにする手法。

Key Partners パートナー	Key Activities 主要活動	Value Propositions 価値提案	Customer Relationships 顧客関係	Customer Segments 顧客セグメント
<ul style="list-style-type: none"> ・自社ツール開発部門 ・自社コミュニケーション部門 ・外部機関 → 公設試験研究機関 ・検出器(装置)&センサメーカー → 最新技術の積極的導入 <p>協業・融合による 新機能の創出</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・新技術開発 → 新しい計測技術手法の確立 ・受託計測 → 映像・非破壊計測 ・コンサルティング → 計測ニーズ発掘 → 最適計測法の提案&実施支援 <p>新技術</p> <p>機能強化</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・新しい計測技術による可視化 → 新技術による定量評価 ・従来技術の機能強化 → コンサルタント機能強化 ・挙動(流れ)の可視化 → 映像計測 → 画像からの精度の高い定量解析 → センサー計測との同期計測 ・動的サンプル内部の可視化 → 非破壊検査・計測 → モデル化(画像再構成) <p>付加価値と新技術 の提供</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・親会社と子会社との関係 → 機密保持契約 → 業務基本契約 (受託業務契約) <p>Channels チャネル</p> <ul style="list-style-type: none"> ・委託部署 → 契約に基づく窓口部署 <p>親 の 関 係 と 子 会 社</p> <p>明 瞭 な 流 れ</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・親会社 ↓ ・グループ内
<p>Cost Structure コスト構造</p> <ul style="list-style-type: none"> ・人件費 ・設備費 → 設備使用料(リース、設備導入費) ・新技術開発への投資 → 内部の流れ計測・解析/新しい計測技術による計測・解析 		<p>Revenue Streams 収益の流れ</p> <ul style="list-style-type: none"> ・年間契約 → コンサルティング&技術開発 ・受託計測(伝票) → 成果物「映像/画像+解析結果(定量値)」 		

図 8.5. 企画した計測支援事業(超高強度レーザーを用いた機能強化)(コンセプト2)のビジネスモデルキャンパスを用いることにより、コンセプト2の事業構造が明らかになった。同事業は、親会社の事業フィールドで展開する。パートナーとの協業・連携により新技術の創出し機能強化が図られる。価値提案は従来技術への付加価値と新技術を提供することである。事業を展開する上での主要リソースは「人」と「機材(解析ツールを含む)」であり、それを賄うために投資が必要である。親会社と子会社の関係により顧客関係、チャンネル、収益の流れは明瞭である。

【顧客セグメント】

主要顧客を所属企業の親会社とする。事業が安定後、親会社のグループ会社へ拡大することで事業の発展・展開を図る。

【コスト構造】

主要コストは「人件費」である。当初、年間 1,000～1,500 万円/1 人、同事業を 10 人で行うとすると 1 億～1 億 5,000 万円のコストが見込まれる。課題は、人件費が委託費を上回る分岐点までに、一人あたりのコストパフォーマンスの向上、業務効率の改善を行うことが必要。

設備の殆どは既存の設備利用で賄える見込みであり、減価償却費は軽微である。新たに導入が必要となる設備導入は、親会社と連携し計画的な設備導入を行えばリスクは減る。また、設備規模（高額）によっては親会社からの無償貸与契約やリースなどで抑えることも可能。なお、既存設備で対応できない計測ニーズに対しては、都度顧客に対して設備リースや外部機関への再委託費を積算・提示することで最小限に抑えることも可能。

【収益の流れ】

親会社を主要顧客としているため、明瞭な流れである。年間契約による管理費と受託計測（伝票業務）による対価を顧客から頂く。収益を得るために、案件単価を 10,000 円/時間と設定して試算した。1 つの案件あたりの工数を平均 20 時間とし年間 1,000 件（月あたり 83 件）実施すると仮定すると、2 億円の収入が見込める。

ここに示した 9 つのセグメントそれぞれの事案を見据えてコンセプト 2 の事業を実施することにより、所属企業のビジョンに沿った顧客への「ソリューションと新たな知恵（新技術）」を提供する事業形態として実施することができる考えた。そして、新しく企画した 2 つ事業は、本節の冒頭で述べた企画する前に設定した 4 つの考え（「第 2 期事業の継承」「所属企業の企業理念・企業ビジョンに沿った事業形態」「所属企業の既存事業との連携・強化」「親会社への貢献」）を満たす事業となる。

最後に、企画したコンセプト 1 の創出を目指すことによって今後「中性子や γ 線などを用いた次世代車両評価技術の開発支援」という新たな事業が芽生えてくる可能性もある。この新しい事業が更に創出されたならば、コンセプト 2 が強化される。創出による効果は、現在の可視化計測技術に中性子による計測技術が加味され、ユーザの新たなニーズにも応えることができる。そして、超高強度レーザーを用いた受託開発事業を創出していくことは、所属企業が進化（深化）する上で最大の武器の一つになるであろう。なお、企画したコンセプト 2 は所属会社の機能改編などが必要なため、所属企業の企画部門と着手に向けた調整を進める予定である。

8.3 業界へのアピール（記者発表）

光産業創成大学院大学に入学し，第 2 期事業を実践する中で記者発表をする機会を得た．記者発表の目的は，著者等研究グループが高強度レーザーを用いた産業応用を目指した研究を実施していることを国内外に向けて（学会や関連する企業などへ）アピールすることである．なお記者発表した内容は，本博士論文の主論文である “Multilayered polycrystallization in single-crystal YSZ by laser-shock compression” Journal of Physics D: Applied Physics 48 (2015) 325305. に投稿受理された学術成果を，同大学の広報室にご支援を頂き 2015 年 7 月 17 日（金）に浜松経済記者クラブにて記者発表を行った（図 8.6 を写真参照）．

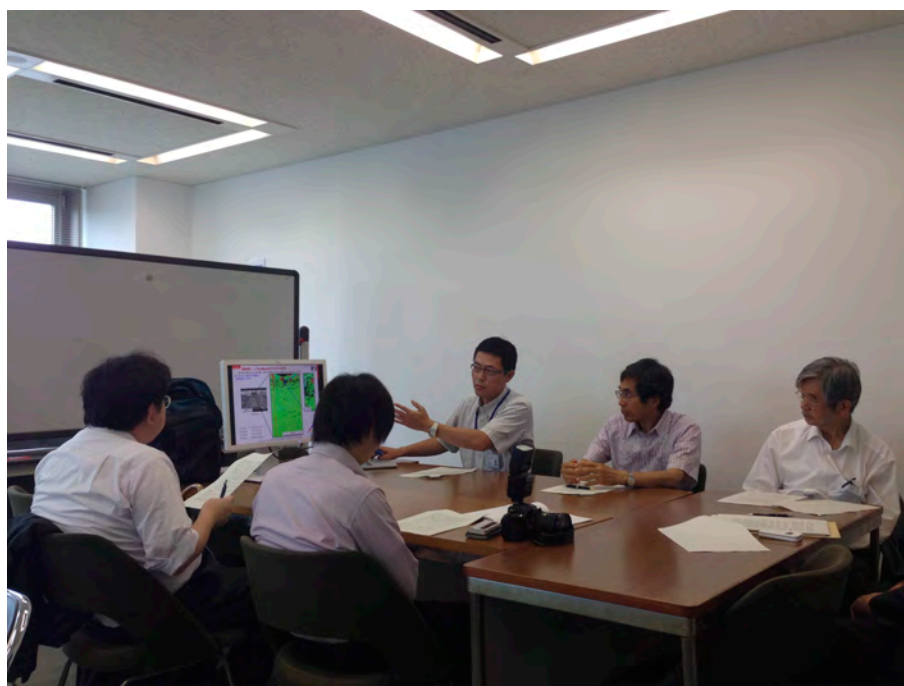


図 8.6. 浜松経済記者クラブにて指導教員の北川特任教授と浜松ホトニクス株式会社の担当者と共に記者発表に臨んだ．

記者発表を実施するにあたって，まず，交渉を短い時間で対応することが求められた．それは当該研究には多くの共同研究者が参加しているため，事前に共同研究者等（所属機関）に記者発表を行う内容や連名にするか否かなど調整が必要となったからである．また記者発表は，学会などの発表とは異なり専門用語などで表現するだけでなく一般的な言葉で且つ，そこに居る記者に理解させ，記事にしてもらうことが重要であった．

当日は「高強度短パルスレーザー照射によりセラミックス材料表面の多層多結晶化に成功”機能性材料開発に期待”」というタイトルをつけた報道発表資料（当日使った報道資料を付録 2 として添付する）を持参し，浜松経済記者クラブにて北川教授と浜松ホトニクス株式会社の担当者と共に，記者発表を実施した．

記者発表では，発表資料を用いて新聞記者の方々に対して研究成果の説明を行い，その後，質疑応答を約 30 分間行った．そしてこの記者発表により，以下に記すように静岡県内版 3 紙（静岡新聞，中日新聞，日本経済新聞）と全国紙 1 紙（日本経済新聞）に記事が掲載された．なお紙面は著作権の関係のためタイトルのみを記載する．

1. 2015 年 7 月 21 日（火）日本経済新聞 朝刊 全国版
”セラミック多層多結晶化” 浜松ホトニクスなど 高強度化に道”
2. 2015 年 7 月 18 日（土）中日新聞 朝刊 静岡県内版
”セラミックス強度向上へ新手法” 強力レーザー照射し結晶粒形成”
3. 2015 年 7 月 18 日（土）日本経済新聞 朝刊 静岡県内版
”セラミック強度高く” 浜ホトなど 表面を多層多結晶化”
4. 2015 年 7 月 18 日（土）静岡新聞 朝刊 静岡県内版
”セラミックスを多結晶化” 浜松ホトニクスなど レーザー照射, 強度増す”

更に，記者発表と同時に光産業創成大学院大学のホームページ「ニュースリリース」や浜松ホトニクス株式会社殿のホームページ「プレスリリース」にも取り上げていただいた．これら活動を行ったことにより，著者等研究グループが高強度レーザーを用いた産業応用に関する研究をしていることをアピールすることができた．またこれをきっかけに技術紹介の執筆依頼や招待講演の依頼など，成果ある活動となった．

8.4 第 8 章のまとめ

本論文の主要成果と光産業創成大学院大学に入学によって得られた事業実践に対する考え方を活用し、第 2 期事業を持続的、且つ、発展させていく新たな事業を企画した。企画した事業は、コンセプト 1 の「超高強度レーザーを用いた受託開発事業」とコンセプト 2 の「計測支援事業（超高強度レーザーを用いた機能強化）」の 2 つである。

コンセプト 1 の事業は既に、所属企業の設計担当部署と連携してシェルターゲット射出を可能にする「新たなターゲットインジェクション装置開発」として受託開発事業をスタートした。本研究成果を基にした超高強度レーザーを用いた材料改質技術が自動車産業に派生できたならば、超高強度レーザーによる材料改質装置の市場規模は、750 億円以上と見込まれる。

コンセプト 2 の事業は、第一の事業を通じて得られた X 線による圧力計測手法などの専門技術をコアとし、それによる課題解決方法（ソリューション）を企業グループ内の顧客に提供する支援事業である。展開するフィールドを親会社における車両・ユニット研究開発領域に設定した。従来計測技術ではカバーしきれていない領域に対して取り組んでいくことが、顧客に対して一歩先ゆく価値とソリューションと新たな知恵（新技術）を提供して行くことにつながる。企画した事業を展開して行くことが、所属企業の親会社における自動車開発に貢献して行くことができる。なお同事業は組織改編などが必要な事業であるため、所属企業の企画部門と着手に向けた調整を進める予定である。

第 2 期事業を実践する中で、本博士論文の主論文の成果について記者発表を行った。記者発表を行ったことにより、超高強度レーザーを用いた産業応用を目指した研究実施を関連する企業にアピールし認知度を高める活動につながった。

これら事業実践と事業企画は、所属企業内の活動だけでは得ることができない貴重な活動であった。本研究成果を基に、超高強度レーザーを用いた受託開発事業の創出を目指して所属企業内で展開して行く。

第 8 章の参考文献

- [1] Y. Nishimura, et al., Multilayered polycrystallization in single-crystal YSZ by laser-shock compression. *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol. 48, No. 32, 325305, 2015.
- [2] Y. Nishimura, et al., Amorphous nanostructuralization in HOPG by 10^{14} W cm⁻² laser. *Journal of Physics: Conference Series* **717**, 012073, 2016.
- [3] 井口嘉則. ゼロからわかる事業計画書の作り方. pp. 56-63, 日本能率協会マネジメントセンター, 2009
- [4] 一般社団法人日本自動車工業会, ニュースリリース 2016年5月31日 ”2016年第1四半期・2015年度累計海外生産統計”, <http://release.jama.or.jp> (2016.6.30)
- [5] アレックス・オスターワルダー, イヴ・ピニユール 著, 小山龍介 訳. ビジネスモデル・ジェネレーション ビジネスモデル設計書. pp. 12-51, 翔泳社, 2012

第9章

結論

超高強度レーザーは超高压の衝撃波となって「高密度・低温・高压力(数 TPa)状態」を作り出す。この高压力状態は、従来のレーザーによらない技術では発生させることはできない領域に属する。その技術により、セラミックス系及びグラファイト系の機能性材料の表面が改質され、微細構造が形成される。従来のナノ秒パルスレーザーでは、そのような微細構造形成の観測はされていない。本研究の成果は、これらのことを実証したことにある。

セラミックス系材料である単結晶ジルコニアに、 $I_L = 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザーを2方向から対向に照射した。その結果、レーザー照射面から $100 \mu\text{m}$ の深さに4層(結晶サイズが数十 nm から数 μm の4層構造)からなる多結晶が形成されることが、初めて明らかとなった。今までナノ秒パルスレーザーによる材料改質で、照射部の詳細な構造変化を観測したものはない。今回フェムト秒領域の超短パルスレーザーを使うことで、照射後の熱破壊や応力の緩和などによる現象の複雑化を抑えることができたからと考えられる。その結果、最表面層が照射時のアブレーションプラズマにより再溶解を受けることも見出された。2次元流体コードによる初めてのシミュレーションの支援で解明できたものである。これらの成果は主論文として、英国専門誌 *Journal of Physics D: Applied Physics* に掲載された。単結晶ジルコニアは、その高温域での高いイオン伝導度から、自動車用燃料電池や酸素センサーなどに使用されている。本研究で実証した微細構造付与により、セラミックスの機械的強度の増加が期待できる。

次にグラファイト系材料である高配向熱分解黒鉛に、 $I_L = 10^{12} \sim 10^{14} \text{ W cm}^{-2}$ の超高強度レーザーを照射したところ、その最表面層には、数 nm からサブ μm サイズの波状構造を有したアモルファス構造体が観測された。塑性変形が実証されたと言える。グラファイトは、熱伝導性、導電性、耐熱性が良く、軽くて加工が容易なことから、半導体、電機、自動車、航空宇宙などの産業の電極材料として使用されている。本研究で実証したアモルファス構造付与は、発電効率の向上と用途の多様化につながる。

上記研究成果を基に、所属企業での新たな事業展開を図った。超高強度レーザーを用いた受託開発事業の創出を目指しての「超高強度レーザーを用いた受託開発事業」と「計測支援事業（超高強度レーザーを用いた機能強化）」2つの受託開発事業である。前者の事業は既に現在、本研究での成果を継承して、「新たなターゲットインジェクション装置開発」を所属企業への委託事業として実践に至っている。また主要論文成果の記者発表により、超高強度レーザーの産業応用研究を実施していることを産業界にアピールし、受託開発事業を促進させた。後者の事業はコンセプト段階であり、事業展開やビジネス構造の検討を開始した。

本研究で実証した改質技術が実用化されれば、機能性材料の物理的特性の向上に貢献するほか、成形時に事前処理するのではなく、成形された機能性材料の任意の箇所に超高強度レーザーを照射するだけで、(表面)改質が可能となる。そしてそれが自動車産業に応用できれば、それは超高強度レーザーを用いた新たな産業創成として、国の産業を牽引するものとして、大きく展開してゆくであろう。

謝辞

本研究の遂行ならびに論文の作成にあたり、懇切なるご指導を賜りました光産業創成大学院大学 特任教授 北川米喜 先生に謹んで感謝の意を表します。また、本研究における共同研究の遂行あたり、有益なご助言とご教示を賜りました光産業創成大学院大学 准教授 森 芳孝 先生、准教授 石井勝弘 先生、講師 花山良平 先生、教授 藤田和久 先生、講師 沖原伸一朗 先生に心より謝意を申し上げます。そして、光産業創成大学院大学での研究活動において、講義や全体ゼミにてご指導を賜りました光産業創成大学院大学 学長 加藤義章 先生を始め各分野の先生方に心より謝意を申し上げます。

本研究の遂行にあたり、光産業創成大学院大学への入学を認めていただき、素晴らしい研究の機会を与えていただきました所属企業 元 専務取締役 中山明人 様、専務取締役 荻野優 様、理事 山口智明 様、部長 井洋喜 様に心より謝意を申し上げます。そして就学期間中ご支援を頂きました常務理事 榊原伸浩 様、部長 吉川正 様、室長 吉野竜寛 様、室長 西岡孝司 様、室長 尹英杰 様、川口義信 様、内海聖舟 様、浅沼武志 様、松下善昭 様 他、多くの所属企業関係者に心より謝意を申し上げます。また、TM 社時代よりレーザー技術を用いた事業実践においてご支援をいただきました所属企業 部長 井下章 様、坂田篤 様に心より謝意を申し上げます。

本研究における共同研究遂行にあたり、有益なご助言を賜りました藤根 学 様、大木島純 様、近藤拓也 様、辻 慎二 様、葛谷孝史 様、中村直樹 様、米田 修 様、伊東美喜 様、菅 博文 様、川嶋利幸 様、佐藤伸弘 様、関根尊史 様、栗田隆史 様、竹内康樹 様、渡利威士 様、梶野 勉 様、掛布光孝 様、西 哲平 様に心より謝意を申し上げます。また、有益なご助言とご教示を賜りました、あいちシンクロトロン光センター コーディネータ 東 博純 様、名古屋大学 未来社会創造機構 モビリティ領域 材料・エネルギー分野 教授 元廣友美 先生、日置辰視 先生、国立研究開発法人 産業技術総合研究所 三浦永祐 先生、公益財団法人 レーザー技術総合研究所 砂原 淳 先生、ネバダ大学リノ校 教授 千徳靖彦 先生に心より謝意を申し上げます。そして、実験サンプル準備、レーザー照射後の顕微鏡観察など御協力を賜りました、光産業創成大学院大学 吹田聡子 様に心より謝意を申し上げます。

本研究の基盤となった TM 社におけるレーザー技術を用いた事業実践並びに研究領域の業務に着手するきっかけを賜りました TM 社 元社長 武田康浩 様、元専務取締役 黒柳吉隆 様に心より謝意を申し上げます。また、TM 社にて実施した事業においてレーザープラズマ研究の基礎についてご指導を賜りました、豊田工業大学 特任教授 原 民夫 先生、元 富山大学 教授 山口直洋 先生に心より謝意を申し上げます。

学内における快適な研究環境をご提供いただき、様々なご支援をいただきました同大学事務局長事務局長伊藤邦司様を始めとする事務局の方々，そして同大学での講義やゼミなどで共に研鑽してきた同期入学の内山文宏様，真鍋武志様，光エネルギー分野の中山師生様，森下桂嗣様，松井信二郎様，松本直哉様，酒井浩一様，他，同大学所属の学生諸氏に心より謝意を申し上げます．

最後に，長期間に渡る浜松での赴任に際し心身面を支えてくれた妻子（妻：美帆，子：淑希^{よしの}，祐哉^{ゆうや}，希望^{のぞみ}）そして，私を産み健全に育ててくれた両親にあらためて深く感謝します．

2016年9月 西村 靖彦

研究業績

主論文

- [1] Y. Nishimura, Y. Kitagawa, Y. Mori, T. Hioki, H. Azuma, T. Motohiro, O. Komeda, K. Ishii, R. Hanayama, T. Sekine, A. Sunahara, T. Kajino, T. Nishi, T. Kondo, M. Fujine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, E. Miura and Y. Sentoku, "Multilayered polycrystallization in single-crystal YSZ by laser-shock compression" *Journal of Physics D: Applied Physics* **48** (2015) 325305.

査読付き会議報告論文

- [1] Y. Nishimura, Y. Kitagawa, Y. Mori, K. Ishii, R. Hanayama, H. Azuma, T. Hioki, T. Nishi, T. Motohiro, O. Komeda, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, A. Sunahara, Y. Sentoku, and E. Miura, "Amorphous nanostructuralization in HOPG by 10^{14} W cm⁻² laser" *Journal of Physics: Conference Series* **717** (2016) 012073.

解説論文

- [1] 西村靖彦, 米田 修, 佐藤仲弘, 高木 勝, 小特集 高繰り返しレーザー核融合実験の現状と展望"連続ターゲットインジェクションおよびターゲット製造技術" *J. Plasma Fusion Res.* Vol. 91, No.8, 54-547 (2015).

技術紹介

- [1] 西村靖彦, 北川米喜, 森 芳孝, 石井勝弘, 花山良平, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 西 哲平, 米田 修, 伊東美喜, 関根尊史, 佐藤仲弘, 栗田隆史, 川嶋利幸, 菅 博文, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, "高強度 HAMA レーザドライバを用いたセラミックスの表面改質" レーザ加工学会誌 Vol. 23, No. 3 (2016) 10月発行.

その他，関連論文

- [1] Y. Nishimura, Z. Takahashi, A. Sakata, H. Azuma, Y. Takemura, N. Yamaguchi, and T. Hara, "Development of 50 Hz Laser-Produced Plasma Soft X-ray Source Using Tape-Target" *Proc. 8th Int. Conf. X-ray Microscopy IPAP Conf. Series* **7** pp.148-150 (2006)
- [2] 西村靖彦, 高橋 全, 坂田 篤, 東 博純, 山口直洋, 原 民夫, "テープターゲットを用いたレーザープラズマ EUV 光源による光電子分光装置の開発" *レーザー研究* 第 32 巻 第 12 号 pp.799-805 (2004)
- [3] 西村靖彦, 坂田 篤, 東 博純, "EUV リソグラフィー用光源装置の開発" *レーザー研究* 第 29 巻 第 10 号 pp.659-663 (2001)
- [4] 西村靖彦, 坂田 篤, 東 博純, "縮小露光リソグラフ用レーザープラズマ軟 X 線光源の開発" *表面科学* Vol. 20, No.3, pp.173-179 (1999)

共著論文

本論文に関する共著論文

- [1] Y. Mori, Y. Nishimura, R. Hanayama, S. Nakayama, K. Ishii, Y. Kitagawa, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, O. Komeda, T. Nishi, H. Azuma, T. Hioki, T. Motohiro, A. Sunahara, Y. Sentoku, and E. Miura, "Fast heating of imploded core with counter-beam configuration" *Phys. Rev. Lett.* **117**, 055001 (2016).
- [2] Y. Mori, T. Sekine, O. Komeda, Y. Nishimura, A. Sunahara, E. Miura, S. Nakayama, R. Hanayama, K. Ishii, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, N. Nakamura, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Hioki, M. Kakeno, T. Kajino, T. Motohiro, Y. Sentoku, and Y. Kitagawa, "Upgrade of repetitive fast-heating fusion driver HAMA to implode a shell target by using diode pumped solid state laser" *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 688, No.1, 012070 (2016).
- [3] Y. Kitagawa, Y. Mori, O. Komeda, R. Hanayama, K. Ishii, S. Okihara, K. Fujita, S. Nakayama, T. Sekina, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, O. Komeda, N. Nakamura, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Hioki, M. Kakeno, T. Motohiro, Y. Nishimura, A. Sunahara, Y. Sentoku, E. Miura, Y. Arikawa, T. Nagai, Y. Abe, S. Ozaki, and A. Noda, "Progress toward a unified kJ-machine CANDY" *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 688, No.1, 012049 (2016).

-
- [4] K. Ishii, Y. Mori, R. Hanayama, S. Nakayama, S. Okihara, K. Fujita, T. Sekina, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, O. Komeda, N. Nakamura, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Hioki, M. Kakeno, T. Motohiro, Y. Nishimura, A. Sunahara, Y. Sentoku, E. Miura, and Y. Kitagawa, "Target Monitoring and Plasma Diagnosis using 2ω probe beam for CANDY" *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 688, No.1, 012036 (2016).
- [5] R. Hanayama, O. Komeda, Y. Nishimura, Y. Mori, K. Ishii, S. Nakayama, S. Okihara, K. Fujita, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, N. Nakamura, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Hioki, M. Kakeno, T. Motohiro, A. Sunahara, Y. Sentoku, E. Miura, and Y. Kitagawa, "Repetitive Solid Spherical Pellet Injection and Irradiation toward the Repetitive-mode Fast-Ignition Fusion miniReactor CANDY" *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 688, No.1, 012026 (2016).
- [6] Y. Kitagawa, Y. Mori, O. Komeda, K. Ishii, R. Hanayama, K. Fujita, S. Okihara, T. Sekine, N. Satoh, T. Kurita, M. Takagi, T. Watari, T. Kawashima, H. Kan, Y. Nishimura, A. Sunahara, Y. Sentoku, N. Nakamura, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Motohiro, T. Hioki, M. Kakeno, E. Miura, Y. Arikawa, T. Nagai, Y. Abe, S. Ozaki and A. Noda, "Direct Heating of a Laser-Imploded Core by Ultraintense Laser-Driven Ions" *Phys. Rev. Lett.* **114**, 195002 (2015).
- [7] 森 芳孝, 関根尊史, 米田 修, 西村靖彦, 三浦永祐, 中山師生, 石井勝弘, 花山良平, 佐藤仲弘, 栗田隆史, 川嶋利幸, 菅 博文, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根 学, 掛布光孝, 大島繁樹, 東 博純, 日置辰視, 梶野 勉, 元廣友美, 砂原 淳, 千徳靖彦, 北川米喜, "半導体励起固体レーザーで構成される繰返し 1 Hz 級レーザー核融合ドライバー HAMA" *The Review of Laser Engineering* Vol. 42, No.2, 154-159, (2014).
- [8] O. Komeda, Y. Nishimura, Y. Mori, R. Hanayama, K. Ishii, S. Nakayama, Y. Kitagawa, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, N. Nakamura, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Motohiro, T. Hioki, M. Kakeno, A. Sunahara, Y. Sentoku and E. Miura, "First demonstration of laser engagement of 1-Hz-injected flying pellets and neutron generation" *Scientific Reports* **3**, 02561 (2013).
- [9] Y. Kitagawa, Y. Mori, O. Komeda, K. Ishii, R. Hanayama, K. Fujita, S. Okihara, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, N. Nakamura, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Motohiro, T. Hioki, M. Kakeno, Y. Nishimura, A. Sunahara, and Y. Sentoku, "Hi-rep. Counter-Illumination Fast Ignition Scheme Fusion" *Plasma Fusion Res.* **8**, 3404047

- (2013).
- [10] O. Komeda, Y. Nishimura, Y. Mori, R. Hanayama, K. Ishii, S. Okihara, K. Fujita, Y. Kitagawa, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, N. Nakamura, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Motohiro, T. Hioki, M. Kakeno, A. Sunahara, Y. Sentoku, and E. Miura, "Target Injection and Engagement for Neutron Generation at 1 Hz" *Plasma Fusion Res.* **8**, 1205020 (2013).
- [11] Y. Mori, T. Sekine, O. Komeda, S. Nakayama, K. Ishii, R. Hanayama, K. Fujita, S. Okihara, N. Satoh, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, N. Nakamura, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Hioki, M. Kakeno, T. Motohiro, Y. Nishimura, A. Sunahara, Y. Sentoku, and Y. Kitagawa, "1 Hz fast-heating fusion driver HAMA pumped by a 10 J green diode-pumped solid-state laser" *Nuclear Fusion*, Volume **53**, Number 7, 073011 (2013).
- [12] Y. Kitagawa, Y. Mori, O. Komeda, K. Ishii, R. Hanayama, K. Fujita, S. Okihara, T. Sekine, N. Satoh, T. Kurita, M. Takagi, T. Kawashima, H. Kan, N. Nakamura, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Motohiro, T. Hioki, Y. Nishimura, A. Sunahara, and Y. Sentoku, "Fusion using fast heating of a compactly imploded CD core" *Phys. Rev. Lett.* **108**, 155001 (2012).

その他 , 共著論文

- [1] Y. Takemura, N. Yamaguchi, Z. Takahashi, Y. Nishimura, and T. Hara, "Development of μ -XPS System for 6 nm X-ray" *Proc. 8th Int. Conf. X-ray Microscopy IPAP Conf. Series* **7** pp.65–67 (2006)
- [2] N. Yamaguchi, Z. Takahashi, Y. Nishimura, K. Watanabe Y. Okamoto, A. Sakata and T. Hara, "Development of X-ray Photoelectron microscope with a compact X-ray source generated by Line-focused laser irradiation" *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena* **144-147** pp.1183–1186 (2005)
- [3] N. Yamaguchi, Z. Takahashi, Y. Nishimura, A. Sakata, K. Watanabe, Y. Okamoto, Y. Takemura, H. Azuma, and T. Hara, "Development of Photoelectron Microscope with Compact X-Ray Source Generated by Line-Focused Laser Irradiation" *J. Plasma Fusion Res.* **81**, 5 pp.391–395 (2005)
- [4] H. Azuma, Y. Nishimura, A. Sakata, A. Takeuchi, "Debris from tape-target irradiates with pulsed YAG laser" *Applied Surface Science* **197-198** pp.224–228 (2002)

学会発表

第 1 著者発表

- [1] 【Oral】Y. Nishimura, K. Ishii, Y. Kitagawa, Y. Mori, R. Hanayama, H. Azuma, T. Hioki, T. Nishi, T. Motohiro, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, A. Sunahara, Y. Sentoku, E. Miura, "Phase transition in single crystal yttria-stabilized zirconia by ultra-intense laser-driven compression" Conference on Laser Energy Science (CLES2016) and the 14th International workshop on fast ignition and high field physics with high power lasers, JAPAN, 2016.05.19
- [2] 【Oral】西村靖彦, 北川米喜, 森 芳孝, 石井勝弘, 花山良平, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 西 哲平, 関根尊史, 佐藤仲弘, 栗田隆史, 川嶋利幸, 菅 博文, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, "レーザー駆動圧縮による材料研究 II" 日本物理学会 第 71 回年次大会, 名古屋大学, 2016 年 3 月 22 日.
- [3] 【Oral】西村靖彦, 北川米喜, 森 芳孝, 石井勝弘, 花山良平, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 西 哲平, 米田 修, 関根尊史, 佐藤仲弘, 栗田隆史, 川嶋利幸, 菅 博文, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, "高強度レーザーによる機能性材料の表面改質" 第 32 回プラズマ・核融合学会 年会, 名古屋大学, 2015 年 11 月 25 日.
- [4] 【Poster】Y. Nishimura, Y. Kitagawa, Y. Mori, R. Hanayama, K. Ishii, H. Azuma, T. Hioki, T. Nishi, T. Motohiro, O. Komeda, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, A. Sunahara, Y. Sentoku, E. Miura, "LASER-DRIVEN COMPRESSION STUDIES IN FUNCTIONAL MATERIALS" IFSA2015 Seattle, Washington, USA, 2015.9.24.
- [5] 【Oral】西村靖彦, 北川米喜, 森 芳孝, 石井勝弘, 花山良平, 東 博純, 日置辰視, 西 哲平, 元廣友美, 関根尊史, 佐藤仲弘, 栗田隆史, 川嶋利幸, 菅 博文, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, "レーザー駆動圧縮による材料研究" 日本物理学会 2015 年秋季, 関西大学, 2015 年 9 月 17 日.
- [6] 【Oral】西村靖彦, 北川米喜, 森 芳孝, 石井勝弘, 花山良平, 中山師生, 東 博純, 日置辰視, 梶野 勉, 西 哲平, 元廣友美, 米田 修, 近藤拓也, 藤根 学, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, "レーザー衝撃圧縮による材料創製と改質" 日本物理学会第 70 回年次大会, 早稲田大学, 2015 年 3 月 22 日.
- [7] 【Poster】西村靖彦, 北川米喜, 森 芳孝, 日置辰視, 東 博純, 元廣友美, 米田 修, 花山良平, 石井勝弘, 関根尊史, 近藤拓也, 藤根 学, 梶野 勉, 西 哲平, 佐藤仲弘, 栗田隆史, 菅 博文, 三浦永祐, 砂原 淳, 千徳靖彦, "高強度レーザーを用いた 10^{-2} から 10^2 TPa 衝撃圧力による材料改質" PLASMA conference 2014, 朱

- 鷺メッセ, 2014年11月19日.
- [8] 【Poster】Y. Nishimura, Y. Mori, Y. Kitagawa, R. Hanayama, K. Ishii, S. Nakayama, T. Sekine, T. Kurita, N. Sato, T. Kawashima, H. Kan, O. Komeda, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Hioki, T. Kajino, T. Motohiro, S. Oshima, A. Sunahara, E. Miura, and Y. Sentoku, "Counter Implosion of 500 μm Diameter CD Shell and Fast Heating of its Core Plasma by Tailored DPSSL-Pumped Laser" IAEA2014, St. Petersburg, Russia Federation, 2014.10.16.
- [9] 【Oral】西村靖彦, 森 芳孝, 花山良平, 石井勝弘, 中山師生, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 米田 修, 近藤拓也, 藤根 学, 東 博純, 日置辰視, 梶野 勉, 大島繁樹, 元廣友美, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, "ターゲットインジェクションシステム開発の現状と課題" 日本物理学会第69回年次大会, 東海大学, 2014年3月28日.
- [10] 【Oral】西村靖彦, 森 芳孝, 中山師生, 花山良平, 石井勝弘, 沖原伸一郎, 藤田和久, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 米田 修, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根 学, 掛布光孝, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, "高繰返し対向照射高速点火方式小型レーザー核融合の研究 kJ レーザーによる爆縮コア加熱実験" 日本物理学会 2013年秋季大会, 徳島大学, 2013年9月25日.
- [11] 【Poster】Y. Nishimura, Y. Mori, R. Hanayama, K. Ishii, S. Nakayama, S. Okihara, K. Fujita, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, O. Komeda, N. Nakamura, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Hioki, M. Kakeno, T. Motohiro, A. Sunahara, Y. Sentoku, E. Miura, and Y. Kitagawa, "Observation results of X-ray emission from the core at the fast-ignition scheme fusion by using the LFEX laser with counter-illumination toward CANDY" The 8th International Conference on Inertial Fusion Sciences and Applications (IFSA2013), Nara Prefectural New Public Hall (Nara, Japan), 2013.9.12.
- [12] 【Oral】西村靖彦, 米田 修, 森 芳孝, 石井勝弘, 花山良平, 沖原伸一郎, 藤田和久, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根 学, 掛布光孝, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, "高繰返し高強度レーザー (HAMA) を用いた球ターゲットインジェクション装置によるレーザー生成中性子源の開発" 日本物理学会 第68回年次大会, 広島大学, 2013年3月29日.
- [13] 【Oral】西村靖彦, 北川米喜, 森 芳孝, 米田 修, 石井勝弘, 花山良平, 藤田和久, 沖原伸一郎, 関根尊史, 佐藤仲弘, 栗田隆史, 川嶋 利幸, 菅 博文, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根 学, 東 博純, 元廣友美, 日置辰視, 掛布光孝, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三

浦永祐, 有川安信, 長井隆浩, 阿部勇輝, "LFEX レーザーによる爆縮コア直接加熱からの X 線輻射観察" レーザー学会学術講演会 第 33 回年次大会 (姫路商工会議所 (兵庫県姫路市), 2013 年 1 月 28 日)

- [14] 【Oral】西村靖彦, 北川米喜, 森 芳孝, 米田 修, 石井勝弘, 花山良平, 藤田和久, 沖原伸一郎, 関根尊史, 佐藤伸弘, 栗田隆史, 川嶋利幸, 菅 博文, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根 学, 東 博純, 元廣友美, 日置辰視, 砂原 淳, 千徳靖彦, "対向照射衝突コアの形成と加熱効果に関する X 線ストリーク観察" レーザー学会学術講演会 第 32 回年次大会 (TKP 仙台カンファレンスセンター (宮城県仙台市), 2012 年 2 月 1 日)

その他, 第 1 著者発表

- [1] 【Poster】Y. Nishimura, Z.T akahashi, A. Sakata, H. Azuma, Y. Takemura, N. Yamaguchi, and T. Hara, "Development of 50 Hz laser-produced Plasma Soft X-ray Source Using Tape-Target" The 8th International Conference on X-ray Microscopy, XRM2005 (イーグレひめじ, 2005 年 7 月)
- [2] 【Oral】西村靖彦, 高橋 全, 東 博純, 山口直洋, 原 民夫, "LPP 光源を用いた光電子顕微鏡装置の開発 ~ 光源の放射特性 ~" 第 65 回 応用物理学学会学術講演会 Vol. 65th, No.2, p.604 (東北学院大学 泉キャンパス, 2004 年 9 月)
- [3] 【Oral】西村靖彦, 山下佳孝, 高橋 全, 東 博純, "レーザーアブレーションを用いたボロンテープターゲットの開発" 第 51 回 応用物理学関係連合講演会 Vol. 51st, No. 2, p. 749 (東京工科大学, 2004 年 3 月)
- [4] 【Oral】西村靖彦, 坂田 篤, 竹 昭博, 東 博純, "レーザープラズマ光源の EUV-VUV スペクトル観察" 第 50 回 応用物理関係連合講演会 Vol. 50th, No. 2, p. 747 (神奈川大学, 2003 年 3 月)
- [5] 【Oral】西村靖彦, 坂田 篤, 永谷竜男, 東 博純, 竹内昭博, "多層膜ミラーを用いた EUV レジスト評価システムの開発" 第 49 回 応用物理学関係連合講演会 Vol. 49th, No. 2, p. 721 (東海大学, 2002 年 3 月)
- [6] 【Oral】西村靖彦, 坂田 篤, 東 博純, 竹内昭博, "顕微光電子分光用レーザープラズマ軟 X 線光源の狭帯域化 (2)" 第 62 回 応用物理学学会学術講演会 Vol. 62th, No. 2, p. 517 (愛知工業大学, 2001 年 9 月)
- [7] 【Oral】西村靖彦, 坂田 篤, 東 博純, 門井 幹夫, 関口 淳, "EUV レジスト評価用レーザープラズマ光源の開発" 第 48 回 応用物理学関係連合講演会 Vol. 48th, No. 2, p. 739 (明治大学, 2001 年 3 月)
- [8] 【Oral】西村靖彦, 坂田 篤, 東 博純, "レーザープラズマ軟 X 線光源の狭帯域化に関する研究" 分子研研究会「真空紫外光源とその応用」(岡崎分子化学研究所, 2000 年 9 月)
- [9] 【Oral】西村靖彦, 坂田 篤, 東 博純, "顕微光電子分光用レーザープラズマ軟

- X線光源の狭帯域化” 第 61 回 応用物理学会学術講演会 Vol. 61st, No. 2, p. 578 (北海道工業大学, 2000 年 9 月)
- [10] 【Oral】西村靖彦, 坂田 篤, 東 博純, “密着型軟 X 線顕微鏡装置の開発” 第 59 回 応用物理学会学術講演会 Vol. 59th, No. 2, p. 575 (広島大学, 1998 年 9 月)
- [11] 【Oral】西村靖彦, 坂田 篤, 東 博純, “縮小露光リソグラフィ用軟 X 線光源の開発と評価” 第 45 回 応用物理関係連合講演会 Vol. 45th, No. 2, p. 652 (東京工科大学, 1998 年 3 月)
- [12] 【Oral】西村靖彦, 坂田 篤, 東 博純, 久田祥之, 山口直洋, 原 民夫, 佐田登志夫, “線集光 X 線光源からのデブリの分布の観察” レーザー学会学術講演会 第 17 回年次大会 Vol. 17th, p. 106 (1997 年 1 月)

本研究に関する共著発表

- [1] 【Oral】Y. Kitagawa, Y. Mori, Y. Nishimura, K. Ishii, R. Hanayama, S. Nakayama, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, O. Komeda, T. Nishi, T. Hioki, T. Motohiro, H. Azuma, A. Sunahara, Y. Sentoku, E. Miura, Y. Arikawa, Y. Abe, and S. Ozaki, “Counter-beam fast ignition experiments and the related studies” Conference on Laser Energy Science (CLEES2016) and the 14th International workshop on fast ignition and high field physics with high power lasers, JAPAN, 2016.05.19
- [2] 【Oral】Y. Mori, Y. Nishimura, K. Ishii, R. Hanayama, Y. Kitagawa, T. Sekine, T. Kurita, N. Sato, T. Kawashima, H. Kan, T. Nishi, T. Hioki, T. Motohiro, H. Azuma, A. Sunahara, Y. Sentoku, and E. Miura, “Physics of Fast heating of an imploded core under counter beam irradiation” Conference on Laser Energy Science (CLEES2016) and the 14th International workshop on fast ignition and high field physics with high power lasers, JAPAN, 2016.05.19
- [3] 【Oral】R. Hanayama, Y. Nishimura, Y. Mori, K. Ishii, Y. Kitagawa, T. Sekine, T. Kurita, N. Sato, T. Kawashima, H. Kan, T. Nishi, T. Hioki, T. Motohiro, H. Azuma, A. Sunahara, Y. Sentoku, and E. Miura, “Observation of traces due to laser-driven fast-electron currents in a CD target” Conference on Laser Energy Science (CLEES2016) and the 14th International workshop on fast ignition and high field physics with high power lasers, JAPAN, 2016.05.19
- [4] 【Oral】K. Ishii, Y. Nishimura, Y. Mori, R. Hanayama, Y. Kitagawa, T. Sekine, T. Kurita, N. Sato, T. Kawashima, H. Kan, T. Nishi, T. Hioki, T. Motohiro, H. Azuma, A. Sunahara, Y. Sentoku, and E. Miura, “Shock

- velocity measurement using frequency domain interferometer with chirped pulse laser” Conference on Laser Energy Science (CLEES2016) and the 14th International workshop on fast ignition and high field physics with high power lasers, JAPAN, 2016.05.19
- [5] 【Oral】石井勝弘, 西村靖彦, 森 芳孝, 花山良平, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 西 哲平, 日置辰視, 東 博純, 梶野 勉, 元廣友美, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”チャープパルス光周波数干渉計を用いた衝撃波速度計測” 日本物理学会 第 71 回年次大会, 名古屋大学, 2016 年 3 月 22 日.
- [6] 【Oral】北川米喜, 森 芳孝, 石井勝弘, 花山良平, 西村靖彦, 中山師生, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 竹内康樹, 川嶋利幸, 菅 博文, 西 哲平, 日置辰視, 元廣友美, 東 博純, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”高繰返しレーザーによる対向爆縮対向高速点火レーザー核融合の開発の現状” 日本物理学会 第 71 回年次大会, 名古屋大学, 2016 年 3 月 21 日.
- [7] 【Oral】森 芳孝, 千徳靖彦, 西村靖彦, 花山良平, 中山師生, 石井勝弘, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 西 哲平, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 砂原 淳, 三浦永祐, ”対向照射直接爆縮加熱によるシェル爆縮加熱及び Weibel 不安定性による強磁場発生” 日本物理学会 第 71 回年次大会, 名古屋大学, 2016 年 3 月 21 日.
- [8] 【Oral】石井勝弘, 西村靖彦, 花山良平, 森 芳孝, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 西 哲平, 日置辰視, 東 博純, 元廣友美, 砂原淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”チャープパルス光周波数干渉を用いたピコ秒領域速度計測” 第 56 回光波センシング技術研究会, 東京理科大学 神楽坂キャンパス 森戸記念館, 2015 年 12 月 8 日 .
- [9] 【Oral】花山良平, 石井勝弘, 西村靖彦, 森 芳孝, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 西 哲平, 日置辰視, 東 博純, 元廣友美, 砂原淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”チャープパルス光周波数干渉速度計測における干渉縞解析” 第 56 回光波センシング技術研究会, 東京理科大学 神楽坂キャンパス 森戸記念館, 2015 年 12 月 8 日 .
- [10] 【Poster】北川米喜, 森 芳孝, 西村靖彦, 花山良平, 石井勝弘, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 西 哲平, 日置辰視, 東 博純, 元廣友美, 砂原淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”高速点火式核融合炉の炉心利得設計” 第 32 回プラズマ・核融合学会 年会, 名古屋大学, 2015 年 11 月 24 日.
- [11] 【Poster】森 芳孝, 西村靖彦, 花山良平, 石井勝弘, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 西 哲平, 日置辰視, 元廣友美, 東 博純, 砂原淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”対向照射直接高速点火式におけるプラズマ加熱のメカニズム” 第 32 回プラズマ・核融合学会 年会, 名古屋大学, 2015 年 11 月 24 日.

- [12] 【Poster】森 芳孝, 石井勝弘, 西村靖彦, 花山良平, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 西 哲平, 日置辰視, 元廣友美, 東 博純, 砂原淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”レーザー駆動衝撃波計測のためのチャープパルス光周波数干渉計の現状”
第 32 回プラズマ・核融合学会 年会, 名古屋大学, 2015 年 11 月 24 日.
- [13] 【Poster】R. Hanayama, Y. Nishimura, Y. Mori, K. Ishii, Y. Kitagawa, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, A. Sunahara, Y. Sentoku, and E. Miura, ”BORING PHENOMENON BY IRRADIATION OF ULTRASHORT LASER ON FREE-FALLING SOLID SPHERICAL FUEL PELLETS” IFSA2015 Seattle, Washington, USA, 2015.9.24.
- [14] 【Poster】K. Ishii, Y. Nishimura, Y. Mori, R. Hanayama, Y. Kitagawa, H. Azuma, T. Hioki, T. Nishi, T. Motohiro, O. Komeda, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, A. Sunahara, Y. Sentoku, and E. Miura, ”FREQUENCY DOMAIN INTERFEROMETER WITH CHIRPED PULSE LASER FOR SHOCK DIAGNOSTICS” IFSA2015 Seattle, Washington, USA, 2015.9.24.
- [15] 【Poster】Y. Kitagawa and the project teams, ”DEMONSTRATION OF FAST IGNITION FUSION CONCEPT BY USING HIGH-REPETITION DPSSL LASER” IFSA2015 Seattle, Washington, USA, 2015.9.24.
- [16] 【Oral】Y. Mori, Y. Nishimura, R. Hanayama, K. Ishii, S. Nakayama, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, A. Sunahara, Y. Sentoku, E. Miura, and Y. Kitagawa, ”PRESENT STATUS OF COUNTER IRRADIATING DIRECT FAST HEATING SCHEME BY USING HAMA” IFSA2015 Seattle, Washington, USA, 2015.9.23.
- [17] 【Oral】北川米喜, 森 芳孝, 花山良平, 石井 勝弘, 西村 靖彦, 関根 尊史, 栗田隆史, 佐藤 仲弘, 渡利 猛士, 川嶋 利幸, 菅 博文, 米田 修, 近藤 拓也, 藤根 学, 東 博純, 日置 辰視, 元廣 友美, 西 哲平, 砂原 淳, 千徳 靖彦, 三浦 永祐, 有川 安信, 長井 隆治, 安部 勇稀, 尾崎 哲, 野田 章, ”LFEX レーザーを用いるイオン直接加熱方式高速点火核融合研究” 日本物理学会 2015 年秋季, 関西大学, 2015 年 9 月 16 日.
- [18] 【Oral】森 芳孝, 砂原 淳, 千徳靖彦, 西村靖彦, 石井勝弘, 花山良平, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋 利幸, 菅 博文, 三浦永祐, ”直接照射高速点火方式における燃料加熱及び核融合反応追跡コードの開発” 日本物理学会 2015 年秋季, 関西大学, 2015 年 9 月 16 日.
- [19] 【Oral】石井勝弘, 西村靖彦, 森 芳孝, 花山良平, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 西 哲平, 日置辰視, 東 博純, 梶野 勉, 元廣友美, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”衝撃波計測のためのチャープパルス光周波

- 数干渉計の構築” 日本物理学会 2015 年秋季, 関西大学, 2015 年 9 月 17 日.
- [20] 【Poster】O, Komeda, Y. Nishimura, Y. Mori, R. Hanayama, K. Ishii, Y. Kitagawa, M. Ito, H. Azuma, T. Hioki, T. Nishi, T. Motohiro, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, A. Sunahara, Y. Sentoku, and E. Miura, "Laser-Driven Shock Waves Studies in Yttria-stabilized Zirconia" 21th Target Fabrication Meeting, Las Vegas, Nevada, USA, 2015.6.24.
- [21] 【Oral】北川米喜, 森 芳孝, 花山良平, 石井勝弘, 西村靖彦, 中山師生, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 渡利猛士, 川嶋利幸, 菅 博文, 米田 修, 近藤拓也, 藤根学, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 西 哲平, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, 有川安信, 長井隆治, 安部勇稀, 尾崎 哲, 野田 章, "高繰り返しレーザーによる直接加熱レーザー核融合の開発の現状" 日本物理学会第 70 会年次大会, 早稲田大学, 2015 年 3 月 24 日.
- [22] 【Oral】石井勝弘, 西村靖彦, 森 芳孝, 花山良平, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 米田 修, 近藤拓也, 藤根学, 西 哲平, 日置辰視, 東 博純, 梶野 勉, 元廣友美, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, "CD 球ターゲットインジェクションシステム開発の現状" 日本物理学会第 70 会年次大会, 早稲田大学, 2015 年 3 月 24 日.
- [23] 【Oral】砂原 淳, 北川米喜, 森 芳孝, 西村靖彦, 日置辰視, 東 博純, 米田 修, 花山良平, 石井勝弘, 関根尊史, 近藤拓也, 藤根学, 元廣友美, 梶野 勉, 西 哲平, 菅 博文, 三浦永祐, 千徳靖彦, "対向テーラードパルス爆縮のシミュレーション" PLASMA conference 2014, 朱鷺メッセ, 2014 年 11 月 21 日.
- [24] 【Oral】北川米喜, 森 芳孝, 西村靖彦, 石井勝弘, 花山良平, 中山師生, 関根尊史, 佐藤仲弘, 栗田隆史, 渡利威士, 川嶋利幸, 菅 博文, 米田 修, 近藤拓也, 藤根学, 東 博純, 元廣友美, 日置辰視, 西 哲平, 千徳靖彦, 砂原 淳, 三浦永祐, 有川安信, 長井隆浩, 安部勇輝, 尾崎 哲, 野田 章, "CANDY 方式直接加熱核融合の現状" PLASMA conference 2014, 朱鷺メッセ, 2014 年 11 月 21 日.
- [25] 【Oral】森 芳孝, 西村靖彦, 花山良平, 石井勝弘, 中山師生, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 米田 修, 近藤拓也, 藤根学, 西 哲平, 日置辰視, 東 博純, 梶野 勉, 元廣友美, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, "球殻ターゲットを用いた直接加熱レーザー核融合実験の進捗" PLASMA conference 2014, 朱鷺メッセ, 2014 年 11 月 21 日.
- [26] 【Oral】花山良平, 西村靖彦, 森 芳孝, 石井勝弘, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 米田 修, 近藤拓也, 藤根学, 西 哲平, 日置辰視, 東 博純, 梶野 勉, 元廣友美, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, "連続投入された CD 固体ターゲットのドリリング機構と中性子発生" PLASMA conference 2014, 朱鷺メッセ, 2014 年 11 月 21 日.
- [27] 【Oral】石井勝弘, 西村靖彦, 森 芳孝, 花山良平, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆

- 史, 佐藤仲弘, 川嶋 利幸, 菅 博文, 米田 修, 近藤拓也, 藤根 学, 西 哲平, 日置辰視, 東 博純, 梶野 勉, 元廣友美, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”レーザー核融合連続投入 CD 固体ターゲットの 3 次元位置計測” PLASMA conference 2014, 朱鷺メッセ, 2014 年 11 月 21 日.
- [28] 【Poster】Y. Mori, Y. Nishimura, R. Hanayama, K. Ishii, K. Fujita, S. Okihara, Y. Kitagawa, T. Sekine, N. Satoh, T. Kurita, M. Takagi, T. Watari, T. Kawashima, H. Kan, A. Sunahara, Y. Sentoku, O. Komeda, N. Nakamura, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Motohiro, T. Hioki, M. Kakeno, E. Miura, Y. Arikawa, T. Nagai, Y. Abe, T. Ozaki, and A. Noda, ”1000 Times Enhancement of Fusion Reaction in Relation to Fast-Ion Heating Induced by a Direct-Irradiating Fast-Ignition Scheme” IAEA2014, St. Petersburg, Russia Federation, 2014.10.16.
- [29] 【Poster】R. Hanayama, O. Komeda, Y. Nishimura, Y. Mori, K. Ishii, Y. Kitagawa, T. Sekine, N. Satoh, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, N. Nakamura, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Motohiro, T. Hioki, M. Kakeno, Y. Sentoku, A. Sunahara, and E. Miura, ”1Hz Pellets Injection and Laser Synchronous System for Continuous Laser Confinement Fusion and Neutron Generation” IAEA2014, St. Petersburg, Russia Federation, 2014.10.16.
- [30] 【Poster】T. Sekine, T. Kurita, N. Satoh, T. Kawashima, H. Kan, Y. Mori, S. Nakayama, R. Hanayama, K. Ishii, Y. Kitagawa, O. Komeda, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Motohiro, T. Hioki, T. Kajino, S. Oshima, Y. Nishimura, Y. Sentoku, A. Sunahara, and E. Miura, ”Conceptual Design of kilo-Joule Laser Driver for Inertial Fusion Mini-Reactor CANDY” IAEA2014, St. Petersburg, Russia Federation, 2014.10.16.
- [31] 【Oral】H. Azechi, T. Endo, Y. Fujimoto, S. Fujioka, R. Hanayama, K. Ishii, A. Iwamoto, T. Jitsuno, T. Johzaki, J. Kaneko, Y. Kitagawa, R. Kodama, M. Koga, J. Kawanaka, H. Kan, T. Kawashima, K. Mima, N. Miyanaga, Y. Mori, M. Murakami, Y. Nakata, H. Nagatomo, K. Nagai, M. Nakai, S. Nakayama, T. Nakazato, H. Nishimura, Y. Nishimura, T. Norimatsu, T. Ozaki, H. Sakagami, N. Sato, Y. Sakawa, N. Sarukura, T. Sekine, K. Shigemori, T. Shimizu, H. Shiraga, A. Sunahara, T. Taguchi, K. Tsubakimoto, R. Tsuji, and H. Yoshida, ”Fast Ignition Realization EXperiment (FIREX) and Prospect to Inertial Fusion Energy in Japan” IAEA2014, St. Petersburg, Russia Federation, 2014.10.13.
- [32] 【Oral】森 芳孝, 関根尊史, 西村靖彦, 花山良平, 石井勝弘, 中山師生, 北川米喜, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 米田 修, 近藤拓也, 藤根 学, 東 博

- 純, 日置辰視, 梶野 勉, 大島繁樹, 元廣友美, 砂原 淳, 千徳 靖彦, 三浦永祐, ”LD 励起高繰り返しレーザー HAMA によるシェルターゲット対向爆縮加熱実験の進捗” 日本物理学会第 69 回年次大会, 東海大学, 2014 年 3 月 28 日.
- [33] 【Oral】花山良平, 森 芳孝, 西村靖彦, 石井勝弘, 中山師生, 北川米喜, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 米田 修, 近藤拓也, 藤根 学, 東 博純, 日置辰視, 梶野 勉, 大島繁樹, 元廣友美, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”自由落下中のレーザー核融合ターゲットの穿孔現象” 日本物理学会第 69 回年次大会, 東海大学, 2014 年 3 月 28 日.
- [34] 【Oral】関根尊史, 森 芳孝, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 中山師生, 花山良平, 石井勝弘, 北川米喜, 米田 修, 近藤拓也, 藤根 学, 東 博純, 日置辰視, 梶野 勉, 大島繁樹, 元廣友美, 西村靖彦, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”高繰り返し対向照射高速点火方式小型レーザー核融合の研究 -レーザードライバ開発-” レーザー学会学術講演会第 34 回年次大会, 北九州国際会議場, 2014 年 1 月 21 日.
- [35] 【Oral】北川米喜, 森 芳孝, 石井勝弘, 花山良平, 中山師生, 西村靖彦, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 千徳靖彦, 砂原 淳, 三浦永祐, 米田 修, 近藤拓也, 藤根 学, 東 博純, 元廣友美, 日置辰視, 大島繁樹, 有川安信, 長井隆浩, 安部勇輝, ”高繰り返し対向照射高速点火方式小型レーザー核融合の研究 -統合 kJ 実験装置 CANDY へ向けて-” レーザー学会学術講演会第 34 回年次大会, 北九州国際会議場, 2014 年 1 月 21 日.
- [36] 【Oral】砂原 淳, 森 芳孝, 中山師生, 花山良平, 石井勝弘, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 米田 修, 近藤拓也, 藤根 学, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 大島繁樹, 西村靖彦, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”高繰り返し対向照射高速点火方式小型レーザー核融合の研究 -テーラドパルスによる高密度爆縮-” レーザー学会学術講演会第 34 回年次大会, 北九州国際会議場, 2014 年 1 月 21 日.
- [37] 【Oral】森 芳孝, 西村靖彦, 花山良平, 石井勝弘, 中山師生, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 米田 修, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根 学, 掛布光孝, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, 北川米喜, ”LD 励起核融合用高繰り返しレーザー HAMA による球殻ターゲット爆縮高速点火” プラズマ・核融合学会第 30 回年会, 東京工業大学, 2013 年 12 月 6 日.
- [38] 【Oral】北川米喜, 森 芳孝, 石井勝弘, 花山良平, 中山師生, 米田 修, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根 学, 関根尊史, 佐藤仲弘, 栗田隆史, 渡利威士, 川嶋利幸, 菅 博文, 西村靖彦, 東 博純, 元廣友美, 日置辰視, 掛布光孝, 千徳靖彦, 砂原 淳, 三浦永祐, 有川安信, 長井隆浩, 安部勇輝, ”高繰り返しレーザー核融合と燃料ターゲットインジェクション” プラズマ・核融合学会第 30 回年会, 東京工業大学, 2013 年 12 月 6 日.

- [39] 【Oral】砂原 淳, 森 芳孝, 中山師生, 花山良平, 石井勝弘, 沖原伸一郎, 藤田和久, 北川米喜, 関根尊史, 佐藤仲弘, 栗田隆史, 渡利威士, 川嶋利幸, 菅 博文, 米田 修, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根 学, 掛布光孝, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 西村靖彦, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”高繰返し対向照射高速点火方式小型レーザー核融合の研究 -炉心プラズマシミュレーションの現状-” 日本物理学会 2013 年秋季大会, 徳島大学, 2013 年 9 月 25 日.
- [40] 【Oral】花山良平, 米田 修, 森 芳孝, 中山師生, 石井勝弘, 沖原伸一郎, 藤田和久, 北川米喜, 関根尊史, 佐藤仲弘, 栗田隆史, 渡利威士, 川嶋利幸, 菅 博文, 米田 修, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根 学, 掛布光孝, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 西村靖彦, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”高繰返し対向照射高速点火方式小型レーザー核融合の研究 -ターゲットインジェクションと中性子発生-” 日本物理学会 2013 年秋季大会, 徳島大学, 2013 年 9 月 25 日.
- [41] 【Oral】石井勝弘, 森 芳孝, 中山師生, 花山良平, 沖原伸一郎, 藤田和久, 北川米喜, 関根尊史, 佐藤仲弘, 栗田隆史, 渡利威士, 川嶋利幸, 菅 博文, 米田 修, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根 学, 掛布光孝, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 西村靖彦, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”高繰返し対向照射高速点火方式小型レーザー核融合の研究 -ターゲット計測システム-” 日本物理学会 2013 年秋季大会, 徳島大学, 2013 年 9 月 25 日.
- [42] 【Oral】森 芳孝, 中山師生, 花山良平, 石井勝弘, 沖原伸一郎, 藤田和久, 北川米喜, 関根尊史, 佐藤仲弘, 栗田隆史, 渡利威士, 川嶋利幸, 菅 博文, 米田 修, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根 学, 掛布光孝, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 西村靖彦, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”高繰返し対向照射高速点火方式小型レーザー核融合の研究 -テラードパルス爆縮実験の進捗-” 日本物理学会 2013 年秋季大会, 徳島大学, 2013 年 9 月 25 日.
- [43] 【Oral】関根尊史, 森 芳孝, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 中山師生, 花山良平, 石井勝弘, 沖原伸一郎, 藤田和久, 北川米喜, 米田 修, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根 学, 掛布光孝, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 西村靖彦, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”高繰返し対向照射高速点火方式小型レーザー核融合の研究 -レーザードライバ開発-” 日本物理学会 2013 年秋季大会, 徳島大学, 2013 年 9 月 25 日.
- [44] 【Oral】北川米喜, 森 芳孝, 石井勝弘, 花山良平, 中山師生, 関根尊史, 佐藤仲弘, 栗田隆史, 渡利威士, 川嶋利幸, 菅 博文, 米田 修, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根学, 東 博純, 元廣友美, 日置辰視, 掛布光孝, 西村靖彦, 千徳靖彦, 砂原 淳, 三浦永祐, 有川安信, 長井隆浩, 安部勇輝, ”高繰返し対向照射高速点火方式小型レーザー核融合の研究 -統合 kJ 実験装置 CANDY へ向けて-” 日本物理学会 2013 年秋季大会, 徳島大学, 2013 年 9 月 25 日.
- [45] 【Oral】Y. Kitagawa, Y. Mori, R. Hanayama, K. Ishii, S. Nakayama, S.

- Okihara, K. Fujita, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, O. Komeda, N. Nakamura, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Hioki, M. Kakeno, T. Motohiro, Y. Nishimura, A. Sunahara, Y. Sentoku, and E. Miura, "Progress toward a unified experimental kJ-machine CANDY" The 8th International Conference on Inertial Fusion Sciences and Applications (IFSA2013), Nara Prefectural New Public Hall (Nara, Japan), 2013.9.12.
- [46] **【Poster】** Y. Mori, R. Hanayama, K. Ishii, S. Nakayama, S. Okihara, K. Fujita, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, O. Komeda, N. Nakamura, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Hioki, M. Kakeno, T. Motohiro, Y. Nishimura, A. Sunahara, Y. Sentoku, E. Miura, and Y. Kitagawa, "Repetitive-mode Fast-Ignition Fusion mini-Reactor CANDY -Overview of developing component technologies and present status of tailored pulse laser irradiation system-" The 8th International Conference on Inertial Fusion Sciences and Applications (IFSA2013), Nara Prefectural New Public Hall (Nara, Japan), 2013.9.12.
- [47] **【Poster】** K. Ishii, Y. Mori, R. Hanayama, S. Nakayama, S. Okihara, K. Fujita, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, O. Komeda, N. Nakamura, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Hioki, M. Kakeno, T. Motohiro, Y. Nishimura, A. Sunahara, Y. Sentoku, E. Miura, and Y. Kitagawa, "Target Monitoring and Plasma Diagnosis using 2ω probe beam for CANDY" The 8th International Conference on Inertial Fusion Sciences and Applications (IFSA2013), Nara Prefectural New Public Hall (Nara, Japan), 2013.9.12.
- [48] **【Poster】** R. Hanayama, O. Komeda, Y. Nishimura, Y. Mori, K. Ishii, S. Nakayama, S. Okihara, K. Fujita, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, T. Kawashima, H. Kan, N. Nakamura, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Hioki, M. Kakeno, T. Motohiro, A. Sunahara, Y. Sentoku, E. Miura, and Y. Kitagawa, "Repetitive Pellet Injection and Irradiation toward the Repetitive-mode Fast-Ignition Fusion mini-Reactor CANDY and Neutron Generation" The 8th International Conference on Inertial Fusion Sciences and Applications (IFSA2013), Nara Prefectural New Public Hall (Nara, Japan), 2013.9.12.
- [49] **【Oral】** T. Kawashima, T. Sekine, N. Sato, T. Kurita, H. Kan, Y. Mori, R. Hanayama, K. Ishii, S. Nakayama, S. Okihara, K. Fujita, Y. Kitagawa, O. Komeda, N. Nakamura, T. Kondo, M. Fujine, H. Azuma, T. Hioki, M. Kakeno, T. Motohiro, Y. Nishimura, A. Sunahara, Y. Sentoku, and E. Miura, "Feasibility assessment of driver laser design for IFE reactor

- demonstration CANDY” The 8th International Conference on Inertial Fusion Sciences and Applications (IFSA2013), Nara Prefectural New Public Hall (Nara, Japan), 2013.9.9.
- [50] 【Poster】北川米喜, 森 芳孝, 米田 修, 石井勝弘, 花山良平, 沖原伸一郎, 藤田和久, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根 学, 掛布光孝, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 西村靖彦, 砂原 淳, 千徳 靖彦, 三浦 永祐, ”高繰り返しレーザーによる対向照射高速点火核融合の研究” プラズマ・核融合学会 第 29 回年会 (クローバープラザ (福岡県春日市), 2012 年 11 月 28 日)
- [51] 【Poster】森 芳孝, 米田 修, 石井勝弘, 花山良平, 沖原伸一郎, 藤田和久, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根 学, 掛布光孝, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 西村靖彦, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”繰り返し核融合炉用レーザードライバを用いた対向爆縮加熱レーザー HAMA の特性” プラズマ・核融合学会 第 29 回年会 (クローバープラザ (福岡県春日市), 2012 年 11 月 28 日)
- [52] 【Poster】石井勝弘, 森 芳孝, 米田 修, 花山良平, 沖原伸一郎, 藤田和久, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根 学, 掛布光孝, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 西村 靖彦, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦 永祐, ”ダブルフォイルターゲットの対向照射によるプラズマ衝突過程” プラズマ・核融合学会 第 29 回年会 (クローバープラザ (福岡県春日市), 2012 年 11 月 28 日)
- [53] 【Poster】米田 修, 石井 勝弘, 森 芳孝, 花山 良平, 沖原 伸一郎, 藤田 和久, 北川 米喜, 関根 尊史, 栗田 隆史, 佐藤 仲弘, 川嶋 利幸, 菅 博文, 中村 直樹, 近藤 拓也, 藤根 学, 掛布 光孝, 東 博純, 日置 辰視, 元廣 友美, 西村靖彦, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦 永祐, ”繰り返し高強度レーザー HAMA 用球ターゲットインジェクション装置の特性” プラズマ・核融合学会 第 29 回年会 (クローバープラザ (福岡県春日市), 2012 年 11 月 28 日)
- [54] 【Poster】花山良平, 森 芳孝, 米田 修, 石井勝弘, 沖原伸一郎, 藤田和久, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根 学, 掛布光孝, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 西村靖彦, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”対向照射高速点火方式における核融合反応中性子” プラズマ・核融合学会 第 29 回年会 (クローバープラザ (福岡県春日市), 2012 年 11 月 28 日)
- [55] 【Poster】藤田和久, 西村靖彦, 石井勝弘, 森 芳孝, 米田 修, 花山良平, 沖原伸一郎, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤仲弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根 学, 掛布光孝, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 砂原 淳, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”対向照射加熱におけるコアからの X 線放射観察結果 ” プラズマ・核融合学会 第 29 回年会 (クローバープラザ (福岡県春日市), 2012 年 11

月 28 日)

- [56] 【Poster】砂原 淳, 石井勝弘, 森 芳孝, 米田 修, 花山良平, 沖原伸一朗, 藤田和久, 北川米喜, 関根尊史, 栗田隆史, 佐藤伸弘, 川嶋利幸, 菅 博文, 中村直樹, 近藤拓也, 藤根 学, 掛布光孝, 東 博純, 日置辰視, 元廣友美, 西村靖彦, 千徳靖彦, 三浦永祐, ”超高強度レーザーによる爆縮プラズマの直接加熱” プラズマ・核融合学会 第 29 回年会 (クローバープラザ (福岡県春日市), 2012 年 11 月 28 日)

その他, 共著による発表

- [1] 【Poster】Y. Takemura, N. Yamaguchi, Z. Takahashi, Y. Nishimura, and T. Hara, ” Development of focusing optical system for 6 nm X-ray ” The 8th International Conference on X-ray Microscopy, XRM2005 (イーグレひめじ, 2005 年 7 月)
- [2] 【Oral】高橋 全, 西村靖彦, 東 博純, 山口直洋, 原 民夫, ”LPP 光源を用いた光電子顕微鏡装置の開発 ~GaAs からの光電子スペクトル観察 ~” 第 65 回 応用物理学学会 学術講演会 Vol. 65th, No. 2, p. 604 (東北学院大学 泉キャンパス, 2004 年 9 月)
- [3] 【Oral】東 博純, 竹内昭博, 西村靖彦, 坂田 篤, 永谷竜男, ” レーザープラズマ軟 X 線光源用光量評価モニタ ” 第 49 回 応用物理学関係連合講演会 Vo. 49th, No. 2, p. 689 (東海大学, 2002 年 3 月)
- [4] 【Poster】H. Azuma, Y. Nishimura, A. Sakata, and A. Takeuchi, ” Debris from Tape-Target Irradiated with Pulsed YAG Laser ” Conference on Laser Ablation 2001 (つくば国際会議場, 2001 年 9 月)

特許出願

- [1] 特願 2015-178262, 「速度測定装置および速度測定方法」
発明者：北川米喜, 森 芳孝, 石井勝弘, 花山良平, 西村靖彦, 砂原 淳, 三浦永祐, 栗田隆史, 関根尊史, 川嶋利幸, 佐藤仲弘, 菅 博文
- [2] 特願 2015-125785, 「レーザー光線を用いた微細加工方法」
発明者：米田 修, 近藤拓也, 川嶋利幸, 菅 博文, 佐藤仲弘, 関根尊史, 元廣友美, 日置辰視, 西 哲平, 東 博純. 北川米喜, 森 芳孝, 石井勝弘, 花山良平, 砂原 淳, 栗田隆史, 西村靖彦
- [3] 特願 2014-074329, 「ジルコニアの加工方法」
発明者：米田 修, 近藤拓也, 川嶋利幸, 菅 博文, 佐藤仲弘, 関根尊史, 栗田隆史, 砂原 淳, 元廣友美, 日置辰視, 東 博純, 大島繁樹, 梶野 勉, 北川米喜, 森 芳孝, 石井勝弘, 花山良平, 西村靖彦, 三浦永祐
- [4] 特開 2014-106093, 「量子ビーム生成装置, 量子ビーム生成方法, 及び, レーザ核融合装置」
発明者：関根尊史, 川嶋利幸, 佐藤仲弘, 北川米喜, 森 芳孝, 石井勝弘, 花山良平, 米田 修, 西村靖彦, 掛布光孝
- [5] 特開 2014-81274, 「レーザー核融合装置, 及び, 核融合生成方法」
発明者：関根尊史, 栗田隆史, 川嶋利幸, 佐藤仲弘, 菅 博文, 北川米喜, 森 芳孝, 石井勝弘, 花山良平, 沖原伸一郎, 砂原 淳, 米田 修, 中村直樹, 西村靖彦, 東博純

付録 1 : 主論文別刷り (写)

OPEN ACCESS
IOP Publishing

Journal of Physics D: Applied Physics

J. Phys. D: Appl. Phys. 48 (2015) 325305 (6pp)

doi:10.1088/0022-3727/48/32/325305

Multilayered polycrystallization in single-crystal YSZ by laser-shock compression

Yasuhiko Nishimura^{1,2}, Yoneyoshi Kitagawa¹, Yoshitaka Mori¹,
Tatsumi Hioki³, Hirozumi Azuma³, Tomoyoshi Motohiro³, Osamu Komeda⁴,
Katsuhiko Ishii¹, Ryohei Hanayama¹, Takashi Sekine⁵, Atsushi Sunahara⁶,
Tutomu Kajino³, Teppei Nishi³, Takuya Kondo⁴, Manabu Fujine⁴,
Nakahiro Sato⁵, Takashi Kurita⁵, Toshiyuki Kawashima⁵, Hirofumi Kan⁵,
Eisuke Miura⁷ and Yasuhiko Sentoku⁸

¹ The Graduate School for the Creation of New Photonics Industries, 1955-1 Kurematsu-cho, Nishi-ku, Hamamatsu, Shizuoka 431-1202, Japan

² Toyota Technical Development Corporation, 1-21 Imae, Hanamoto-cho, Toyota, Aichi 470-0334, Japan

³ Toyota Central Research and Development Laboratories, Inc., 41-1 Yokomichi, Nagakute, Aichi 480-1192, Japan

⁴ Toyota Motor Corporation, 1200 Mishuku, Susono, Shizuoka 410-1193, Japan

⁵ Hamamatsu Photonics K.K., 1820 Kurematsu-cho, Nishi-ku, Hamamatsu, Shizuoka 431-1202, Japan

⁶ Institute for Laser Technology, 1-8-4 Utsubo-honmachi, Nishi-ku, Osaka 550-0004, Japan

⁷ The National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, 1-1-1 Umezono, Tsukuba, Ibaraki 305-8568, Japan

⁸ Department of Physics, University of Nevada, Reno 1664 N Virginia Street, Reno, NV 89557, USA

E-mail: yasuhiko2460@gpi.ac.jp

Received 12 March 2015, revised 14 May 2015

Accepted for publication 9 June 2015

Published 13 July 2015



CrossMark

Abstract

A single shot of an ultra-intense laser with 0.8 J of energy and a pulse width of 110 fs (peak intensity of 1.15×10^{17} W cm⁻²) is divided into two beams and the two beams counter-irradiated onto a 0.5 mm-thick single crystal yttria-stabilized zirconia (YSZ), changing the YSZ into a multilayered polycrystalline state. The laser-driven shock wave of the intensity $\sim 7.6 \times 10^{12}$ Pa penetrated the crystal as deep as 96 μ m, causing formation of a four-layered structure (the first layer from the surface to 12 μ m, the second from 12 to 28 μ m, the third from 28 to 96 μ m, and the fourth from 96 to 130 μ m, respectively). The grain size of the first layer was 1 μ m, while that of the second layer was broken into a few tens nanometers. The grain size of the third layer was a few hundred nanometers to a few ten micrometers. The area deeper than 96 μ m remained as a single crystal. The plasma heat wave might remelt the first layer, resulting in the grain size becoming larger than that of the second layer. The surface polycrystallization seems to maintain the residual stresses frozen in the film thickness direction. Our experimentally observed spatial profile of the grain size can be explained by this shock and heat waves model.

Keywords: laser-shock compression, polycrystallization, ultra-intense laser

(Some figures may appear in colour only in the online journal)



Content from this work may be used under the terms of the [Creative Commons Attribution 3.0 licence](https://creativecommons.org/licenses/by/3.0/). Any further distribution of this work must maintain attribution to the author(s) and the title of the work, journal citation and DOI.

1. Introduction

Barium titanate, ferrite, and zirconia are typical fine ceramics with useful dielectric, magnetic, and mechanical properties,

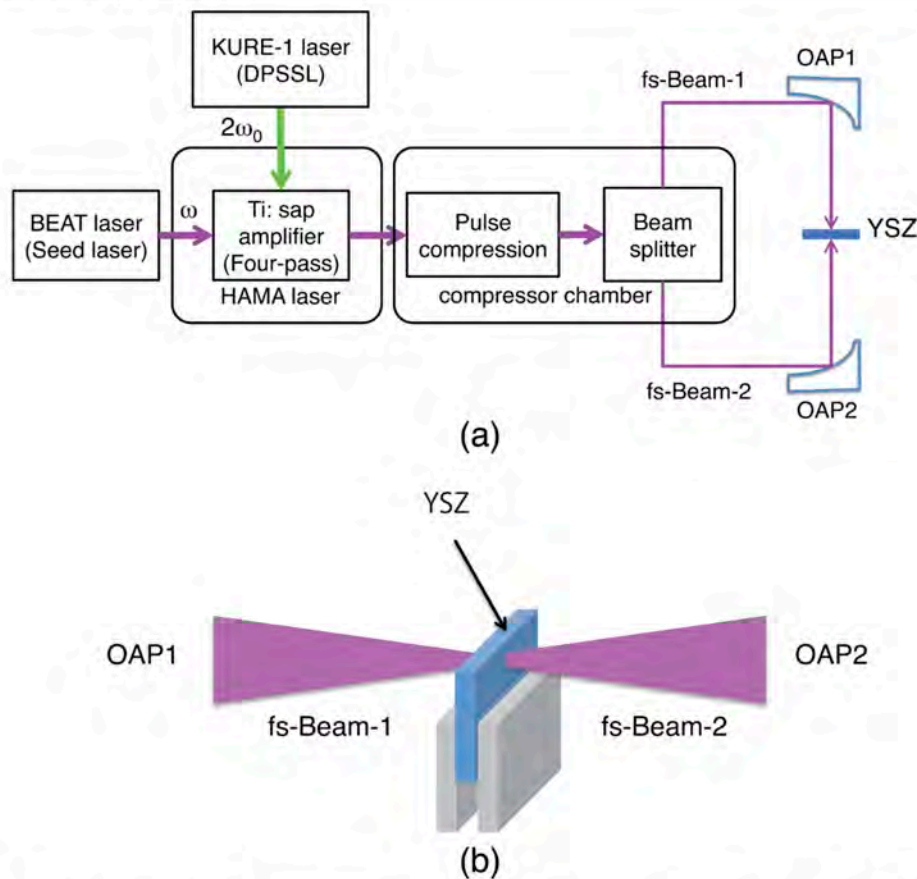


Figure 1. (a) Laser block-diagram; $2\omega_0 = 527$ nm and $\omega = 810$ nm. OAP 1 and OAP 2 are off-axis parabolic mirrors. (b) Irradiation layout on the YSZ.

and are widely used in various industries. Ytria-stabilized zirconia (YSZ), in particular, is used in fuel-cells and the oxygen sensors of motor cars because of its high ion conduction that is suitable for solid electrolytes at a high temperature [1, 2]. However, ceramics are brittle and easily destroyed by impact or thermal shock. If nanocrystallization overcomes such defects and increases the toughness of ceramics with respect to fracture, ceramics could be used much more widely in industries. In this paper, we demonstrate that a single shot of an ultra-intense laser nanocrystallizes the ceramics. Our results have three characteristic points:

1. Single shot results on ceramics at the laser intensity of 1×10^{17} W cm $^{-2}$.
2. Production of a multilayered polycrystalline, and the nanocrystalline from a single crystal YSZ ceramics.
3. A residual stress remaining more than 100 days.

Recently, the phase transitions of materials using a femtosecond laser have been reported [3–9]. Shock compression with a femtosecond laser is a formed high energy

Table 1. Experimental parameters of the irradiated ultra-intense laser.

Energy [J]	0.42 (1 Beam)
Pulse width [fs]	110
Beam spot size [μ m]	65
Wavelength [μ m]	0.81
Peak intensity [W cm $^{-2}$]	1.15×10^{17}

density state in the material without a temperature rise [3]. They have observed the metals, not ceramics. Tsujino *et al* [4, 5] reported that a lot of defects inside the silicon happen by femtosecond laser of 1×10^{16} W cm $^{-2}$, and that plastic deformation happens. They have not observed the phenomena either, as for the 2nd or the 3rd of our results. Matsuda *et al* [6, 7] reported that the ablation pressure was ~ 1 TPa by multiple shots of sub-mJ femtosecond laser-driven shock pulse and that the coarse crystalline iron grains were changed into nanocrystals characterized by the high density of dislocations in a depth of 2 μ m from the surface. Their

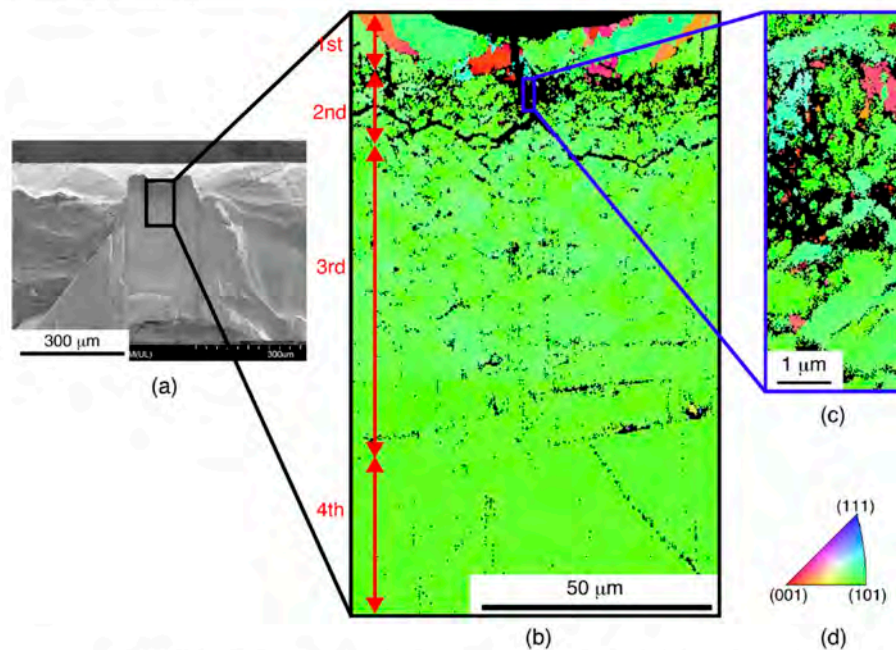


Figure 2. (a) Cross-section SEM image. (b) EBSD analysis area; depth $130\ \mu\text{m}$, width $80\ \mu\text{m}$. This figure shows four layers, designated as first, second, third, and fourth. (c) Expanded view of the blue square of (b). The area that appears black in (b) has a few tens nm grains. (d) Crystal orientation patterns.

results are similar to our 2nd result. But they have not observed either the 1st or the 3rd of our results. Sano *et al* [8, 9] reported that a hexagonal crystal diamond is generated in highly oriented pyrolytic graphite (HOPG) by laser-driven compression with $2 \times 10^{15}\ \text{W cm}^{-2}$, but they did not consider the nanocrystallization of ceramics.

Here, shocks driven by a femtosecond laser are applied on single crystal YSZ ceramics, and we report the crystal orientation, spallation structure, polycrystallization, and outside and inside structure, as well as the residual stress. Experimental results provide the nanocrystallization of YSZ ceramics with ultra-intense laser-driven shock waves.

2. Experimental procedure

Figure 1(a) shows the laser system HAMA [10]. The seed is a titanium:sapphire laser BEAT [11–13]. The output beam from the BEAT is pumped by the second harmonics of a KURE-1 [14] (with $4.4\ \text{J}$ of energy, a wavelength of $2\omega_0 = 527\ \text{nm}$, and a width of $15\ \text{ns}$). Combined four-grating pulse compresses the output to a femtosecond beam (an ultra-intense laser with $0.84\ \text{J}$, $\omega = 820\ \text{nm}$, $110\ \text{fs}$), which is divided into two beams by a beam splitter in the compressor chamber. The two laser beams are then focused in a diameter of $65\ \mu\text{m}$ on the YSZ with a pair of off-axial parabolic mirrors (OAP 1 and OAP 2) set in a vacuum chamber. As shown in figure 1(b), a single shot of an ultra-intense laser beams counter-irradiated the

YSZ. The shape of the YSZ sample with a $11.5\ \text{mol\% Y}_2\text{O}_3$ cubic crystal was $10\ \text{mm} \times 10\ \text{mm}$ square in a (100) crystal orientation. The ambient pressure was $\sim 10^{-3}\ \text{Pa}$. The irradiated laser conditions are summarized in table 1.

We simultaneously irradiated a $0.5\ \text{mm}$ -thick YSZ plate on both sides with two counter beams from an ultra-intense laser with $0.4\ \text{J}$ of energy, a pulse width of $110\ \text{fs}$, and peak intensity of $1.15 \times 10^{17}\ \text{W cm}^{-2}$. The focal intensity is one or two order higher than that of conventional laser-driven shock compression.

We analyzed the crystalline structure of the YSZ using the beam line of the Aichi Synchrotron Radiation Center. We used the BL5S2 beam line (energy range = $5\text{--}23\ \text{keV}$ ($0.25\text{--}0.05\ \text{nm}$), beam size is $0.5\ \text{mm}$ in vertical and $0.5\ \text{mm}$ in horizontal, and resolution ($E/\Delta E$) = 7000 at $12\ \text{keV}$) for crystalline analysis by x-ray diffraction. This beam line is attached to the Debye–Scherrer camera ($R = 286\ \text{mm}$), the imaging plate (IP BAS-MS, $200\ \text{mm}$ -width \times $400\ \text{mm}$ -length, FUJIFILM) and the imaging plate reader (RAXIS-DS3C, Rigaku). The irradiation angle to the YSZ was $10.000 \pm 0.004^\circ$ in a grazing incidence, the beam size was $0.6\ \text{mm} \times 0.5\ \text{mm}$, the energy was $12.4\ \text{keV}$, the irradiation time was $10\ \text{min}$, and the skin depth of the x-ray at this time was $10.1\ \mu\text{m}$. The sample attachment error in the setup was $0.1\ \text{mm}$ or less.

We also analyzed the irradiated YSZ's surfaces and cross-sections using the following techniques: electron backscatter diffraction (EBSD), x-ray diffraction (XRD), as well as a scanning electron microscope (SEM), and a scanning transmission electron

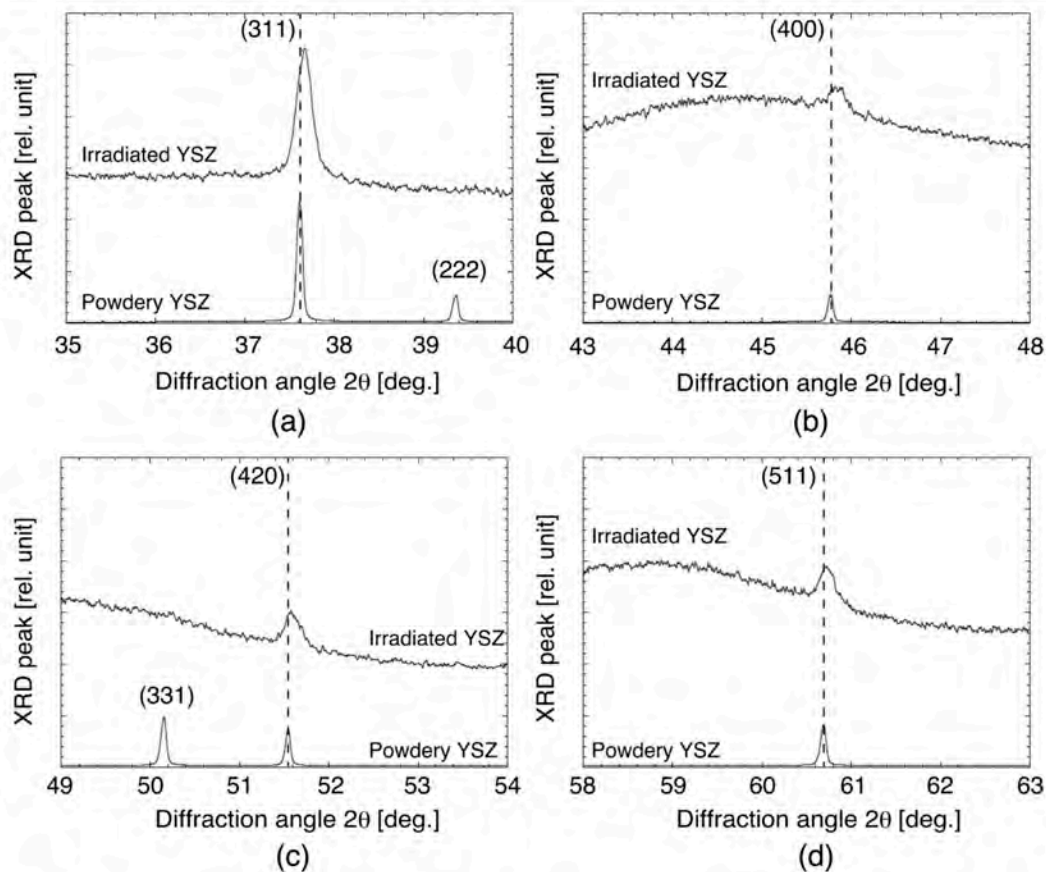


Figure 3. Observation results from the x-ray diffraction (XRD) one-dimensional profile from irradiated and nonirradiated powdery YSZ. (a) Lattice plane (311), (b) Lattice plane (400), (c) Lattice plane (420), and (d) Lattice plane (511). All figures demonstrate that the single-crystal YSZ is changed to a polycrystalline state by ultra-intense laser.

microscope (STEM). We used the EBSD technique, the SEM (Ultra 55, Carl Zeiss), and the STEM (EM-002BF, Topcon) to analyze the surface and inside the counter-irradiated YSZ.

3. Results and discussion

Figure 2(a) shows the cross-section image of SEM. We broke the sample along the cross-section of the sample, a big crack is seen on the outside of the laser irradiation area. A small crack also is seen to propagate in the laser irradiation area. It seems that a small crack in the laser irradiation area could not endure the impact by laser-driven shock wave and so it is made.

In figure 2(b), the crystal orientations (001) and (101) appear from the surface to a depth of 12 μm of the first layer, showing that the single crystal YSZ of the first layer was changed to a polycrystalline state by ultra-intense laser irradiation. Figure 2(c) shows that in the second layer from a depth of 12 to 28 μm , the few tens nanometer grains seem to appear by a laser-driven shock wave. In the third layer,

from a depth of 28 to 96 μm the size of the crystal grains is larger than that in the second layer. Since the area deeper than 96 μm remains as a single crystal YSZ, the laser-driven shock wave must reach up to the third layer. We also determined the penetration depth of the shock wave to be 150 μm or less, the shock waves from both sides do not seem to interact with each other.

Figures 3(a)–(d) show XRD results from a diffraction angle of 35°–63°. In all figures, the XRD peaks indicate that the single-crystal YSZ has become polycrystalline by the ultra-intense laser. We have based on the nonirradiated powdery YSZ peaks. Note that the peaks from lattice planes (311), (400), (420), and (511) have shifted to higher diffraction angles, respectively.

Assuming that a change of lattice spacing is the amount of deformation, we estimated the residual stress along beam propagation direction from an XRD profile. The residual stress estimated the compressive stress with $-110 \sim -310$ MPa by using Hooke's law. The XRD analysis 100 days after illumination leads us to conclude that the residual stresses have been

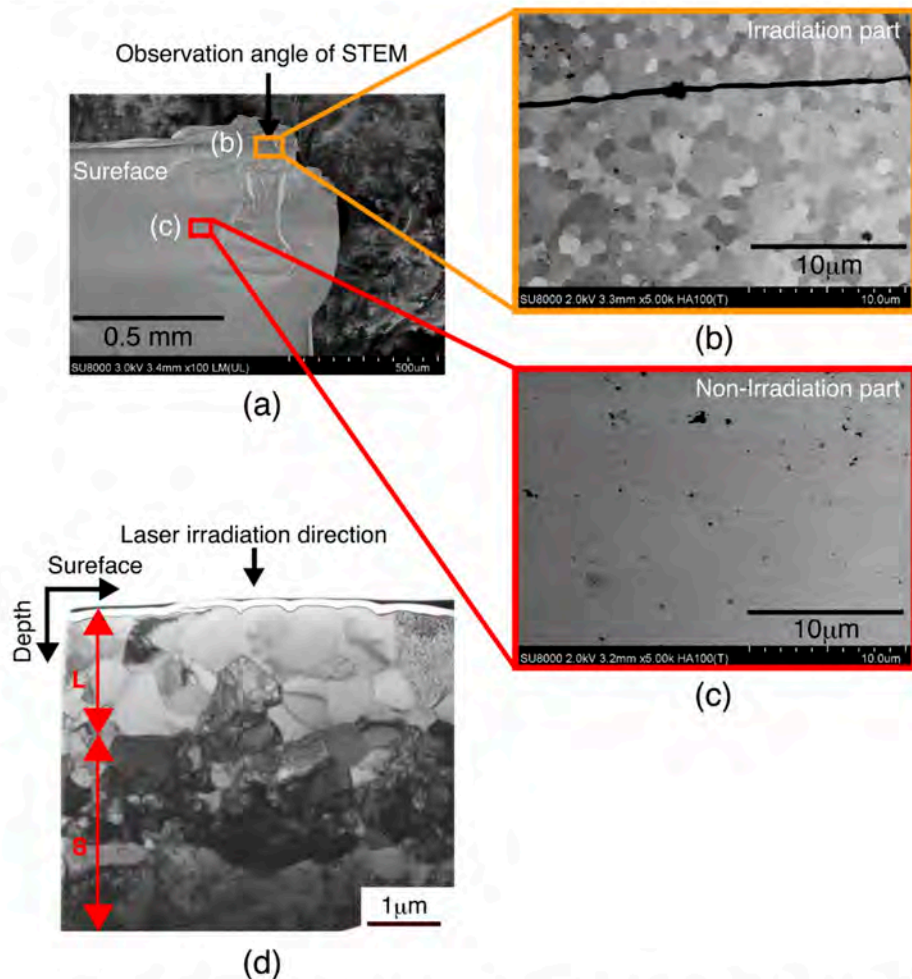


Figure 4. Observation results of the irradiated YSZ (a) on the OAP 1 side with an SEM, (b) the enlarged view of a reflection electron image at the irradiation area in (a), (c) the enlarged view of a reflection electron image at the nonirradiation part in (a), and (d) the cross-section of the irradiated area observed with a STEM. L indicates the large grains layer. S indicates the small grains layer. These figures show that the irradiated area changed from single crystal YSZ to polycrystalline YSZ.

frozen for more than 100 days in the film thickness direction. And we estimated that plastic deformation has happened in the sample due to ultra-intense laser irradiation.

To see the grain size variations precisely, we investigated the first layer using an SEM, as shown in figure 4(a). Figures 4(b) and (c) show expanded views of areas in figure 4(a). The irradiated area in figure 4(b) shows multiple crystal grains, which we compared with the nonirradiated area in figure 4(c). Thus, we can conclude that the ultra-intense laser modified the surface of a single crystal to a polycrystalline state. The crystal grain size in figure 4(b) is approximately $1 \mu\text{m}$.

Using the STEM, we more precisely analyzed the cross-section of the first layer. From the surface to $4 \mu\text{m}$ in depth, we observed a double-layered polycrystalline structure, as shown

in figure 4(d). Furthermore, from the surface to a depth of $1.7 \mu\text{m}$ (L layer) the crystal grain size is approximately $1 \mu\text{m}$, and from $1.7 \mu\text{m}$ to $4 \mu\text{m}$ in depth (S layer), the crystal grain size is less than 200nm . The size of the crystal grains in the L layer agrees with the SEM observation results (see figure 4(b)).

We found for the first time nanocrystallization inside a single crystal YSZ of ceramics. Typically, such a nanocrystallization was seen in a metal dislocation. We are assuming it is a nanocrystallization of YSZ and that the slipping along the lattice plane is caused by a laser-driven shock compression.

Our experimentally observed spatial profile of the grain size can be explained by the model of shock and heat waves described below. When an ultra-intense laser irradiates a surface of the crystal, the surface is pushed by the high pressure

driven by the ponderomotive force of the laser [15, 16]. We can estimate the pressure P by;

$$P = (1 + \eta) \frac{I_L}{c}, \quad (1)$$

where η is the reflectivity of the laser at the surface, which is nearly 1 for the short pulse of 110 fs duration. I_L and c are, respectively, the laser intensity and the speed of light. With a laser intensity of $1.15 \times 10^{17} \text{ W cm}^{-2}$ used in this experiment, P is about $7.6 \times 10^{12} \text{ Pa}$.

When this high pressure is applied on the surface of single crystal YSZ, a shock wave starts from the laser irradiation spot in the material. As the shock wave front passes, polycrystallization and micronization occur in the material. As the shock propagates deeper into the material, the pressure behind the shock wave front decreases. After propagating several times the laser spot size, it becomes weak and polycrystallization and micronization stop. Therefore, we do not find polycrystallized material in the deep part. At the same time, near the surface, the laser irradiation creates a high temperature plasma plume around the irradiating laser spot. The thermal conduction from this plume causes the polycrystallized material to melt and adhere with each other crystals, forming grains larger than polycrystal¹. However, as the high temperature plume expands towards the vacuum space and the temperature lowers after laser irradiation, this melting near the surface stops. As the result, the grain size near the surface is larger than that in the deeper part. This increase of the grain size near the surface will be larger, if the thermal conductive heat load is larger.

4. Summary

The ultra-intense laser irradiation changed the surface of the single crystal YSZ to a multilayered polycrystalline state with nanometer-sized grains to a depth of 100 μm . The laser intensity is three order higher than that in the conventional laser shock compression. The laser-driven shock wave, which penetrated 96 μm into the crystal, caused it to form a four-layered structure (the first layer from the surface to 12 μm , the second from 12 to 28 μm , the third from 28 to 96 μm , and the fourth from 96 to 130 μm). The grain size of the first layer was 1 μm , while that of the second layer was broken into a few tens of nanometers. The grain size of the third layer was a few hundred of nanometers to a few ten of micrometers. The area deeper than 96 μm remained as a single crystal. The first layer details show that the grain sizes from the surface to 4 μm in depth were separated by 1 and 0.2 μm , respectively. The plasma heat wave might remelt the first layer, resulting in the grain size becoming larger than that in the second one. The

XRD peak shifts suggest that the residual stresses are frozen in the film thickness direction due to the effects of surface polycrystallization. Our experimentally observed spatial profile of the grain size can be explained by this shock and heat waves model.

The polycrystallization of ceramics is useful for making ceramics tougher, because the ceramic material is brittle and easily destroyed by impact or thermal shock. If nano crystallization overcomes such defects and increases the toughness of ceramics with respect to fracture, ceramics could be used much more widely by industries.

Acknowledgments

We are deeply grateful to Dr Y Takeuchi and the KURE-1 laser technical crew of Hamamatsu Photonics KK for their exceptional support while performing these experiments. We acknowledge Ms M Ito of Toyota Motor Corporation for EBSD, SEM, and STEM analysis support. We are grateful to Dr M Yoshimura and Mr Y Nakanishi of Aichi Science and Technology Foundation for valuable discussions of x-ray diffraction measurement. Thanks to Mrs S Suita of The Graduate School for the Creation of New Photonics Industries for experiment preparation support.

References

- [1] Sato K 2011 *J. Plasma Fusion Res.* **87** 36–41
- [2] Ueda T, Umeda M, Okawa H and Takahashi S 2011 *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **18** 212012
- [3] Cuq-Lelandais J P, Boustie M, Berthe L, de Rességuier T, Combis P, Colombier J P, Nivard M and Claverie A 2009 *J. Phys. D: Appl. Phys.* **42** 065402
- [4] Tsujino M, Sano T, Ozaki N, Sakata O, Okoshi M, Inoue N, Kodama R and Hirose A 2008 *Rev. Laser Eng. (APLS)* **36** 1218–21
- [5] Tsujino M, Sano T, Ogura T, Okoshi M, Inoue N, Ozaki N, Kodama R, Kobayashi K F and Hirose A 2012 *Appl. Phys. Express* **5** 022703
- [6] Matsuda T, Sano T, Arakawa K, Sakata O, Tajiri H and Hirose A 2014 *Appl. Phys. Express* **7** 122704
- [7] Matsuda T, Sano T, Arakawa K and Hirose A 2014 *Appl. Phys. Lett.* **105** 021902
- [8] Sano T, Takahashi K, Sakata O, Okoshi M, Inoue N, Kobayashi K F and Hirose A 2009 *J. Phys.: Conf. Ser.* **165** 012019
- [9] Sano T and Hirose A 2014 *Rev. Laser Eng.* **42** 452–6
- [10] Mori Y et al 2013 *Nucl. Fusion* **53** 073011
- [11] Mori Y, Fukumochi S, Hama Y, Sentoku Y and Kitagawa Y 2007 *Int. J. Mod. Phys. B* **21** 572
- [12] Mori Y and Kitagawa Y 2012 *Phys. Plasmas* **19** 053106
- [13] Mori Y and Kitagawa Y 2013 *Appl. Phys.* **110** 57–64
- [14] Sekine T et al 2010 *Opt. Express* **18** 13927–34
- [15] Wilks S C, Krueer W L, Tabak M and Langdon A B 1992 *Phys. Rev. Lett.* **69** 1383
- [16] Sentoku Y, Krueer W, Matsuoka M and Pukhov A 2006 *Fusion Sci. Technol.* **49** 278

¹ Private communication with the co-author Atsushi Sunahara on his STAR 1D hydrocode including radiation transport, to be published elsewhere.

付録 2 : 記者発表資料 (写)

報道資料

高強度短パルスレーザー照射により
セラミックス材料表面の多層多結晶化に成功
機能性材料開発に期待

2015年7月17日
学校法人 光産業創成大学院大学
浜松ホトニクス株式会社

光産業創成大学院大学（浜松市西区、学長 加藤義章）、浜松ホトニクス（本社 浜松市中区、代表取締役社長 晝馬明）らは、セラミック材料のジルコニアに高強度レーザーを照射し、表面から深さ約100マイクロメートル（以下 μm 、マイクロは100万分の1）の領域に、微細な多結晶粒を多層に形成することに成功しました。本研究成果は、レーザー衝撃圧縮技術を用いたセラミックス系材料の改質技術における新たな発見で、新しい機能性材料の開発につながる可能性があります。

本研究成果は、7月14日（火）付け英国物理学会出版局「Journal of Physics D: Applied Physics（ジャーナル・オブ・フィジックスD:アプライド・フィジックス）」誌電子版に掲載されました。また、9月16日（水）から4日間、関西大学千里山キャンパスで開催される「日本物理学会2015年秋季大会」と、9月20日（日）から6日間、米国ワシントン州シアトルで開催される「The 9th International Conference on Inertial Fusion Sciences and Applications (IFSA 2015)」において、研究成果を発表します。

*レーザー衝撃圧縮技術：レーザーが持つエネルギーの時間的、空間的集中性を利用して、物質に対して高い圧力を動的に加え、固体から液体や気体に状態を変化（相転移）させる技術。



なお、本研究チームは、光産業創成大学院大学、トヨタ自動車株式会社 先端材料技術部、浜松ホトニクス株式会社 大出力レーザー開発部、株式会社豊田中央研究所、トヨタテクニカルディベロップメント株式会社、公益財団法人 レーザー技術総合研究所、国立研究開発法人 産業技術総合研究所、ネバダ大学リノ校の 8 研究機関 21 名の研究者で構成されています。

<研究成果の概要>

本研究では、ピーク強度 1 平方センチメートルあたり 11.5 京ワット ($1.15 \times 10^{17} \text{W/cm}^2$) の高強度レーザービームを二つに分割し、厚さ 0.5mm の単結晶イットリア安定化ジルコニア（以下 s-YSZ）を両側から挟むようにレーザーを 1 パルス照射しました。

*高強度レーザーの仕様：エネルギー 0.8 ジュール、パルス幅 110 フェムト秒（フェムトは千兆分の 1）

その結果、単結晶材料s-YSZ表面のレーザー照射した部分の深さ方向約100 μm の領域に、結晶方位と結晶粒の大きさが多層に変化し、数十ナノメートル(ナノは10億分の1、以下nm)から数 μm の大きさの多結晶を多層形成しました。セラミックス材料に高密度格子欠陥を形成することが確認されたにより、微細構造制御の可能性を示しました。これは、レーザー衝撃圧縮技術を用いたセラミックス系材料の改質技術における新たな発見です。

セラミックス材料は、あらかじめ材料内部に欠陥(高密度格子欠陥)や微細粒子(準安定高密度構造)を成形することにより、亀裂の伸展を抑制し、靱性と熱特性を高めることで、精密機械加工部品などに用いられています。本研究で形成された結晶の向きがそれぞれ異なる結晶間の空間は、従来方法による高密度格子欠陥(マイクロクラック)と同じ役割を果たし、多結晶化により靱性と熱特性を高める可能性があると考えられます。

本研究結果が実用化されれば、従来のように成形時に事前に処理することなく、成形されたセラミックス部品の任意の必要な部分にレーザー照射するだけで処理が可能になります。これは、セラミックス材料のさらなる産業応用の可能性を示したものとと言えます。

高強度フェムト秒レーザー衝撃圧縮技術は、高密度格子欠陥や高密度準安定構造を形成する現象が見られることから、今後その機構解析が進むことにより、新しい材料工学の展開につながることを期待されます。

また、本研究では、当研究施設にあるレーザーを最大パワーで照射しているため、今後、さらに高強度短パルスレーザーを開発すれば、さらなる新しい知見が得られる可能性もあります。

さらに、これまでフェムト秒レーザーは非熱加工に有用とされてきましたが、高強度化することで、材料表面で発生するプラズマの熱波による新しいレーザー加工の応用の可能性も出てきました。

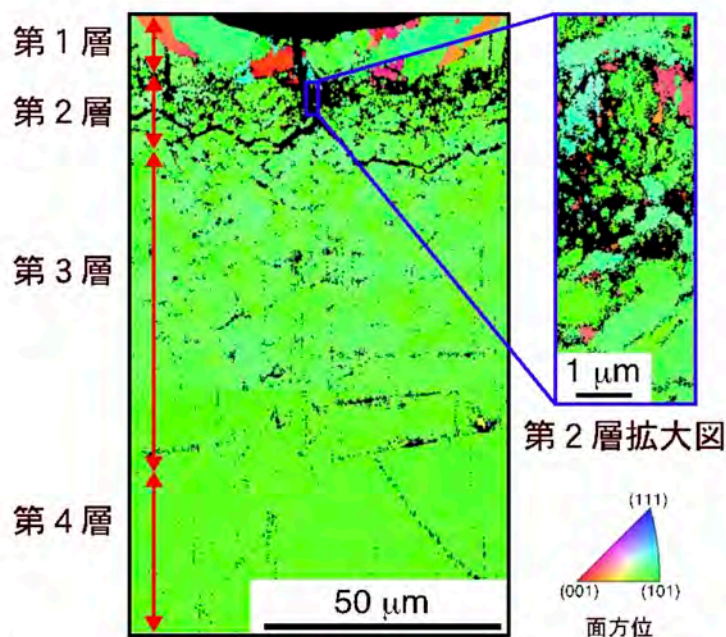
*単結晶イットリア安定化ジルコニア：セラミックスの一つで、ジルコニアの酸化物(ZrO_2)に酸化イットリウム(Y_2O_3)を添加し、室温下でのジルコニアの結晶構造を安定化させたもの。

●解析結果の概要

サンプル(s-YSZ)には、 7.6×10^{12} Pa(パスカル)のレーザー衝撃波が深さ96 μm まで伝搬し、4層構造(第1層：表面から深さ12 μm 、第2層：深さ12 μm から28 μm 、第3層：深さ28 μm から96 μm 、第4層：96 μm から130 μm)を有していた。それぞれの結晶粒の大きさは、第1層はおおよそ1 μm であったのに対し、第2層は数十ナノメートルに分割していた。第3層では数百nmから数十 μm の大きさであり、第4層より深い領域は単結晶を維持していた。

このように微細化された多層構造を有した多結晶化は、高強度レーザーによりサンプルに衝撃波が深さ約100 μm まで伝搬したことによって起き、さらにレーザー照射された最表面では高密度のプラズマが生成され、そのプラズマの熱波により第1層は再熔融し、第2

層の結晶粒よりも大きい多結晶になったと考えられる。また、これらの多層構造を有した結晶粒の生成メカニズムは、レーザー衝撃波と熱波モデルによって説明することが可能となった。



高強度レーザーを照射した s-YSZ 断面の EBSD による結晶方位観察結果

* EBSD解析：電子後方散乱回折法。約 60～70°傾斜した試料に電子線を照射すると、試料表面から約50nm以下の領域の各結晶面で回折電子線が作られる。この後方散乱電子回折を解析することで結晶性試料の方位解析の情報を得ることができる。

<研究の背景>

固体材料の衝撃圧縮技術は、航空機や自動車などに用いる材料の高強度化といった材料科学・工学の分野において重要な技術です。現在の主な技術としては、部材にあらかじめ高密度格子欠陥（マイクロクラック、ウイスキー、障害物）ができるように成形することや、相転移粒子や架橋粒子のような微細粒子を混ぜて準安定高密度構造を成形する、成形時にセラミックス内に圧縮応力が残るように処理を行う方法などが用いられています。

一方で近年、高強度短パルスレーザーの開発が進み、将来の産業応用を見据え、物質の表面機能化を目的としたレーザー衝撃圧縮法の研究が行われています。高強度フェムト秒レーザーを固体材料に照射すると、アブレーションによって固体からプラズマに状態が変化（相転移）します。この時の急激な体積膨張の反作用によって同材料表面に衝撃波が発生し材料内部に伝わり、その衝撃波の影響を受けた領域では、特徴ある結晶構造や微細構造が現れることが分かっています。また、フェムト秒レーザーを照射した固体材料には、準安定高密度構造や高密度格子欠陥が形成されることが報告されています。

また、セラミックスは、軽量で耐腐食性や耐摩耗性も優れていることから、機械特性を利用した摺動・軸受け部品、熱特性を利用した各種機械部品からエレクトロニクス素子、医療分野まで多岐に使用されています。しかしながら、セラミックスはもろく、耐久性が低いため、さまざまな研究機関でその機械的特性向上のための研究が進められています。

本研究チームは、浜松ホトニクス製のレーザー核融合研究施設で、レーザー核融合発電に用いる高強度フェムト秒レーザーの開発をはじめ、新材料の研究などを進めてきました。

*アブレーション：固体材料に強いレーザー光を照射した際、局所的に高温となった表面層が蒸発、侵食によって分解する現象

*相転移：水(液相)が氷(固相)になったり水蒸気(気相)になったりするように、温度や圧力などによって異なる相をとることをいう。結晶の場合、立方晶から斜方晶に変化することなどを指す。

この件に関するお問い合わせ先
光産業創成大学院大学 海野 賢二
〒431-1202 静岡県浜松市西区呉松町 1955 番 1
携帯電話 090-4080-3501
E-mail:k-unno@hq.hpk.co.jp

付録 3：所属企業で実践してきたレーザーを用いた事業の振り返り

はじめに

著者は図 2.1 に示すように、所属企業にてレーザーを用いた研究・開発事業を、一時中断した期間があったが、1996 年から約 20 年に渡って実施してきた。本付録では、第 8 章で今後の事業展開を考察するにあたって、所属企業におけるレーザーを用いた事業の振り返り（整理）を行ったことについて述べる。

整理するにあたって、光産業創成大学院大学で学んだフレームワークによる事業検証する手法を用いた。第 1 期事業は、第 2 期事業実施のための基盤技術を構築した礎となる事業であっただけでなく、事業活動を通じて社外・社内に対して「認知度」を高める事業であった。この「認知度」を高める活動が第 1 期事業を継続できた要因の一つであったことがわかった。

2010 年から実施している第 2 期事業「高強度レーザー利用技術開発事業」は、第 1 期事業の業務経験（反省）を活かし、実施前に適宜フレームワークを活用した分析を行い進めてきたことが事業を継続できた要因の一つであったことがわかった。第 2 期事業を発展させる上で、できるだけ早い段階で“組織”で対応する事業体制の構築が必要であることを明らかにした。

所属企業の概要と実践してきたレーザーを用いた事業の概要

所属企業の概要，事業理念とビジョン

著者が所属する企業の沿革と企業概要¹⁾を、それぞれ図 A.1 と表 A.1 に示す。同図表に示すように所属企業は、T 社の開発パートナーとして車両開発・計測器開発などを集中的に行う事業を展開する企業として、2006 年 4 月に TTS 社²⁾、TM 社³⁾、および TCS 社⁴⁾の 3 社が再編し、発足した T 社の 100% 出資子会社である。

1) 所属企業が 2016 年 1 月に再々編する前の企業概要。

2) TTS 社：T 社の 100% 出資会社として、特許情報を中心とした情報解析を目的に、1982 年に設立された会社。

3) TM 社：T 社，Y 社，TCRL 社の出資により、1990 年 12 月に設立された会社。後に T 社の 100% 出資会社となった。

4) TCS 社：TSR 社，TSE 社，TSI 社の 3 社が 2001 年 4 月に 3 社が合併して設立された会社。

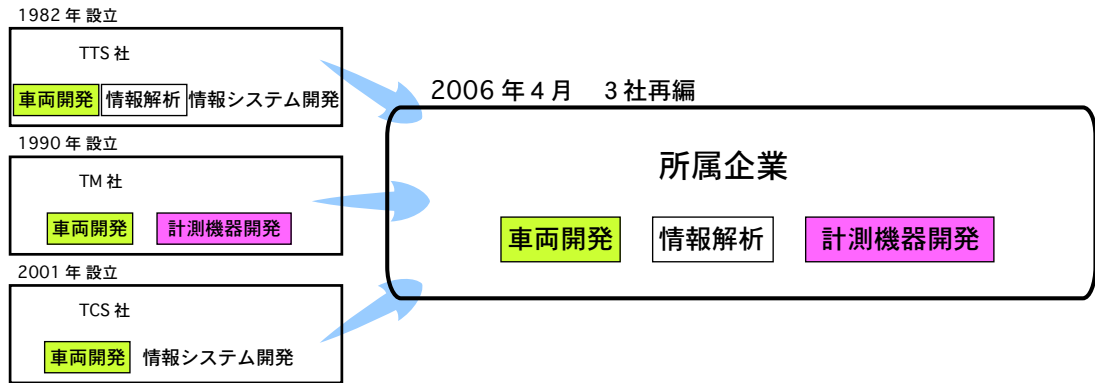


図 A.1. 所属企業の沿革。著者が所属する企業は、2006年4月に同社の親会社であるT社の100%出資会社であったTTS社、TM社、TCS社の3社の吸収合併（再編）により誕生した「車両開発」「情報解析」「計測機器開発」を展開する企業である。

表 A.1. 所属企業の概要。

設立	2006年4月1日
資本金	5.5億円（T社100%出資）
売上高	674億円（2013年度）
従業員数	6,179名（2014年4月1日現在）
事業内容	車両開発，CAE，電子システム開発，車両開発に必要な情報システム開発，性能評価，材料技術，計測機器開発，設備開発，設備保全，生産技術，情報解析，設計情報管理，技術教育 ほか

主な事業内容は表 A.1 内に示すように、出資会社であるT社（以下、親会社と略す）の技術開発領域において車両開発，CAE，電子システム開発，車両開発に必要な情報システム開発など、多岐に渡って事業展開する会社である。

図 A.2 に所属企業の親会社の技術開発領域におけるポジショニングを示す。同図に示すように、親会社の車両開発領域において、先行開発車両開発や量産車両開発といった車両開発を直接支援する事業体と、車両開発を間接支援する事業（計測機器開発支援，情報解析支援）体を柱とし、環境や安全をはじめとする新技術や魅力ある商品（車両）の迅速な開発を親会社と部品メーカー各社と連携して共に行う会社として位置づけされている企業である。

所属企業がこのポジショニングにおいて優位性を発揮し、事業展開していくための事業理念として、「機能のプロフェッショナル集団として新しい価値の創造に挑戦し続け、人々に安全，安心，感動を与えられる車作りを通じて社会に貢献する」を掲げている。それら事業理念にある「機能のプロフェッショナル」を実践するために、下記に記す二つのビジョンを掲げ事業における様々な課題の解決に取り組んでいる。

- 個々の能力を高め「世界トップの技術者集団となる」
- 限りない改善を通じて「新しい価値を創造し提案する企業となる」

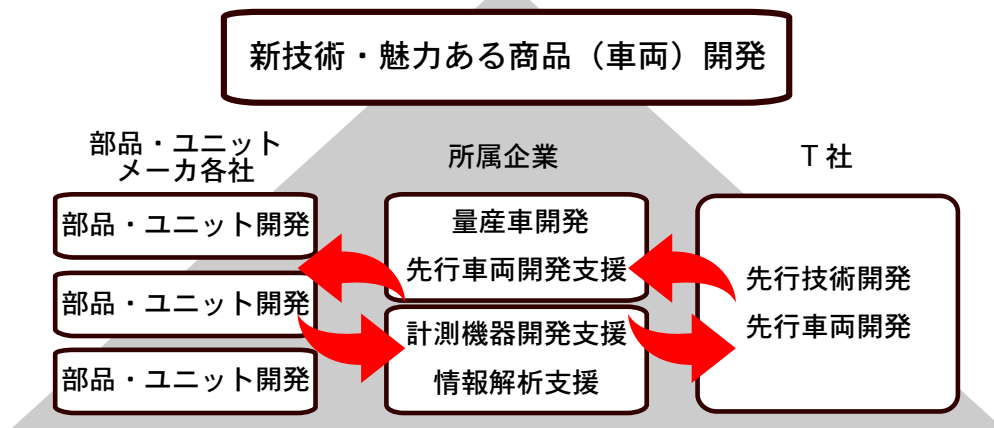


図 A.2. 親会社の技術開発領域における所属企業の位置付け．親会社における先行開発車両開発や量産車両開発といった車両開発を直接支援する事業体と，間接支援する事業体を柱とし，環境や安全をはじめとする新技術や魅力ある商品（車両）の迅速な開発を親会社と部品・ユニットメーカー各社と連携して共に行う企業として位置づけられている．

第 1 期事業の振り返り

第 1 期事業が継続できた要因

第 1 期事業が継続できた要因を分析するにあたり，西村行功 著の ”システム・シンキング入門”⁵⁾ を参照してビジネスモデル分析を行った．その結果を図 A.3 に示す．

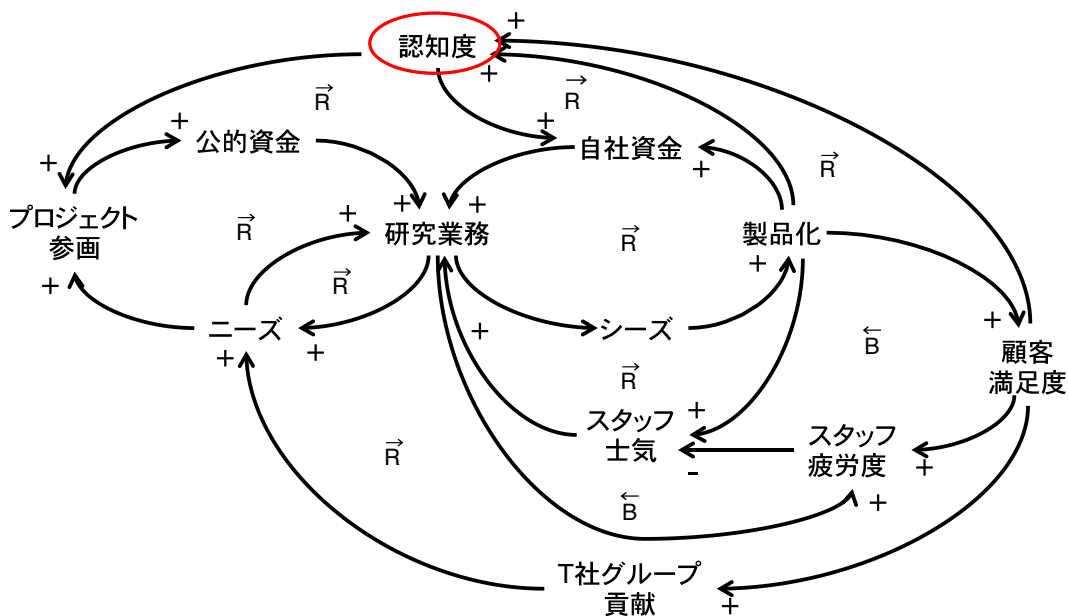


図 A.3. システム・シンキングによる第 1 期事業の分析．図中の \vec{R} は自己強化的性質 (Reinforce), \overleftarrow{B} はバランス状態 (Balance) をそれぞれ示す．事業の成功要因は，当該業務を持続して行ってきたことによる認知度が公的資金と自己資金の創出を誘発し，研究開発と製品化の両輪を回してきたことが要因であると考えた．

⁵⁾ 西村行功，システム・シンキング入門，pp.67-190 日本経済新聞出版社，2004．

同図に示すように第1期事業は、研究事業を実施するための想定する顧客には「研究（開発）ニーズ」があり、同事業を実施することにより「技術シーズ」が生まれていた。同事業を継続実施していくために、所属企業は「プロジェクト参画」と「製品化」により得られる「公的資金」と「自社資金」で賄っていくシステムであった。

第1期事業が発展していった鍵は、その「技術シーズ」を基にした「製品（装置、研究成果、論文発表も含む）」をリリースしたことにある。これによりTM社内での「認知度」が高まっただけでなく、国内の公的プロジェクトにおける「認知度」も高まった。認知度が高まったことにより新たな自社資金と公的資金を得ることができ、「成功が成功を生む」システム循環であった。また親会社への貢献も行うために、開発した製品であるレーザー生成プラズマ光源を用いて、車両開発における材料評価をする受託事業も行った。このように第1期事業に著者が従事していなければ、今日に至る研究へと発展・展開がなかったと言っても過言でない。

第1期事業が収束に至った要因

しかし第1期事業は、TM社が所属企業に2006年4月に再編されたことを契機に、2006年9月に同事業は収束した。その当時、収束するに至った要因についてフレームワークなどを用いた分析を行っていなかった。そこで、なぜその時、第1期事業を収束せざるを得なかったのか当時を振り返り、3C分析⁶⁾を河瀬誠著の「問題解決のレシピ⁷⁾」を参考にして分析を行った結果を図A.4に示す。なおこの分析におけるロジカルシンキングは「Why So? ⁸⁾」で行った。

同図に示すように、第1期事業における「顧客」は、大学や研究機関が対象で、その市場は非常に限定的（小さな市場）であった。また、製品に求められる性能や使用用途が顧客ニーズにおいて多岐に渡っていた。具体的には、顧客が必要とするX線エネルギーに対するターゲットと、アプリケーション環境に対応するための「カスタマイズ」がそれぞれ必須であった。特に、設備納入後のフォローが多く、利益率が低くなってしまい主力製品の位置付けにならなかった。そのため発展性が期待できなかったと考えた。

次に「自社」は、開発した製品は単独で機能を発揮するものではなく、何らかの装置、例えば分析装置との組合わせて初めて機能を発揮するものであった。特にTM社は分析装置に関する技術を有していなかったため、その技術と機能を買ってまで事業を継続するメリットが見いだせなかった。そして何よりも、TM社が所属企業に再編され、同企業の経営方針が車両開発（支援）に特化することとなったことが大きな要因であると考えた。

⁶⁾ 外部環境の市場と競合の分析から成功要因を見つけ出し、事業戦略に活かす分析をするフレームワーク。3Cとは、「市場（顧客）(customer)」、「競合（competitor）」「自社（company）」の頭文字である。

⁷⁾ 河瀬誠, 問題解決のレシピ. pp. 146-149, 日本能率協会マネジメントセンター, 2008.

⁸⁾ Why so?: 納得できる理由付けであることを考える方法

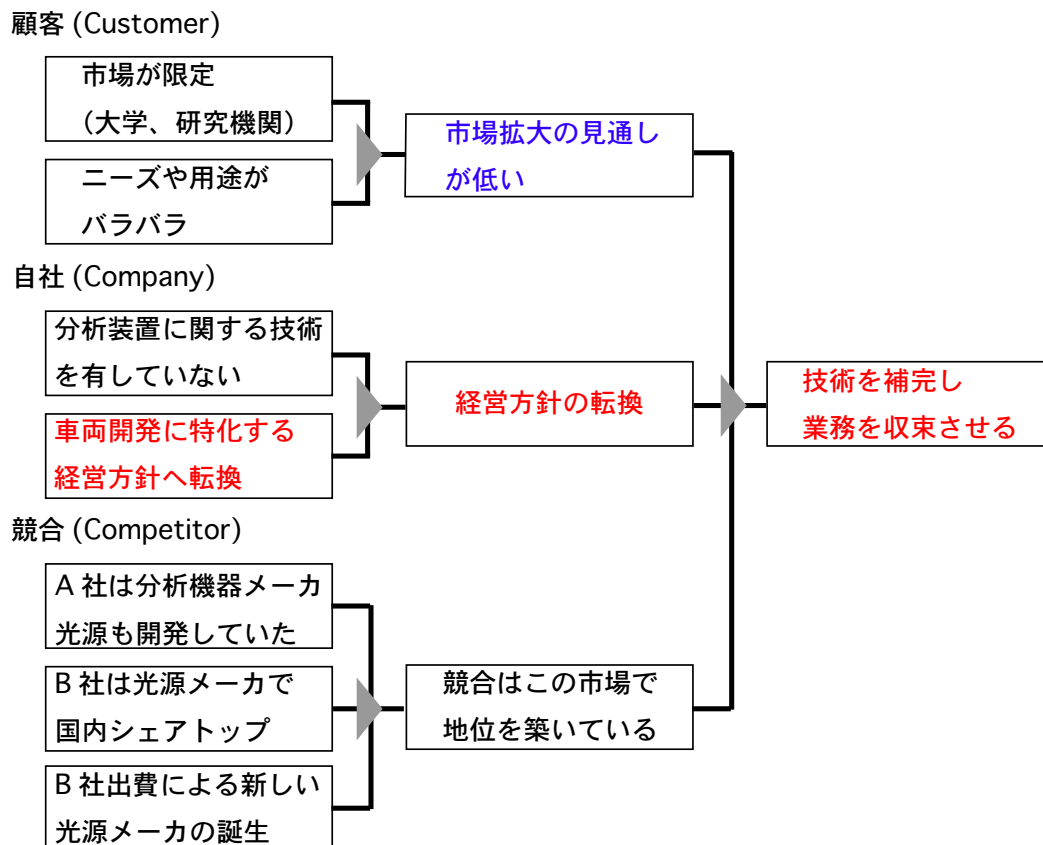


図 A.4. 3C 分析による第 1 期事業が収束に至った要因分析。本図は、左から右へと思考が進む図である。この分析により第 1 期事業が収束に至った要因は、会社再編が契機となり当該期間に培ってきた技術を補完し、収束されたことが明らかになった。

そして「競合」は、分析装置を得意とする A 社が光源も含めた開発を開始していた。そして国内紫外領域の光源シェアトップだった B 社は市場を占有しており、更に B 社は新たにカーブアウトして光源装置を作る会社を設立していた。これら競合 2 社に立ち向かって所属企業が進出するメリットが見いだせなかったためと考えた。

以上、述べてきたように、第 1 期事業は会社再編が契機となり所属企業の車両開発（支援）にヒト、モノ、カネを集中させることになった。そして第 1 期事業培ってきた技術を補完し、同事業を収束させることになったことを明らかにした。

第 2 期事業の振り返り

所属企業における受託の妥当性と事業位置付け

第 2 期事業である「高強度レーザー利用技術開発事業」は、所属企業の親会社における長期戦略の上で、研究の必要性和重要性がある事業である。所属企業では同事業を実施するにあたって、まず、事業受託の妥当性・優位性などをフレームワークの一つである 3C 分析を河瀬 誠 著の「問題解決のレシピ」を参考にして分析を行った。なおこの分析におけるロジカルシンキングは「So What? ⁹⁾」で行い、その結果を図 A.5 に示す。

⁹⁾ So What?: 現在持っている情報から導き出せる結論を見つけ出す方法。

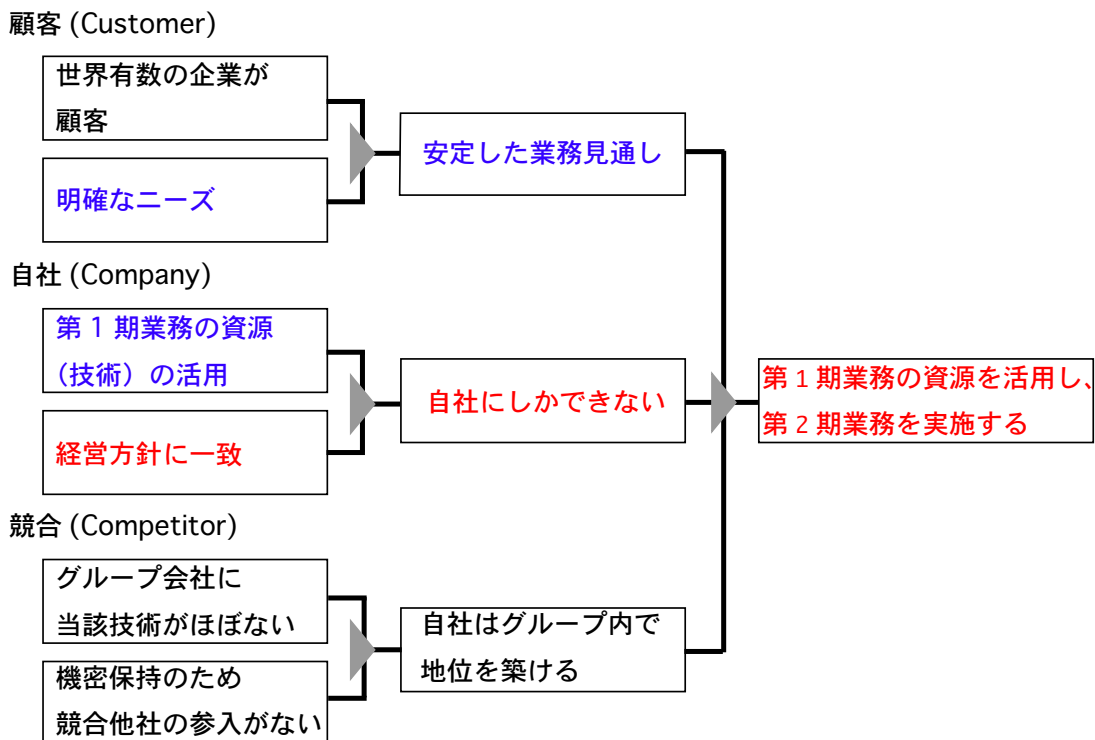


図 A.5. 3C 分析による第 2 期事業の妥当性・優位性分析．本図は、左から右へと思考が進む図である．この分析により第 2 期事業は所属企業にしかできない事業であり、それに必要な技術と経験を発揮することでグループ内での地位を築けると考えた．

同図に示すように、第 2 期事業における「顧客」は、世界有数の企業であり、「依頼（ニーズ）」が明確となっている．同事業は中長期安定した事業として見込むことができる．次に「自社」は、依頼に対応できる技術（第 1 期事業で補完した技術）が既に蓄積されているだけでなく、同事業が経営方針に一致していることから、自社にしかできないと判断した．そして「競合」は、親会社のグループ会社内に当該技術がほぼないことと、機密保持のために競合他社（グループ企業外）が参入することができない事業内容であることから、自社優位性（地位）があると判断した．これらのことから、第 2 期事業は第 1 期事業で補完した技術と車両開発支援で培ってきた技術を融合し、所属企業が受託すべき事業として実施された．

ここで 3C 分析結果を基に、所属企業における高強度レーザー利用技術開発の位置付けを整理した結果を図 A.6 に示す．同図に示すように高強度レーザー利用技術開発は、「車両開発」と「計測機器開発」で培ってきた「制御技術」「計測技術」などの技術資源を活用し、「レーザー利用による新技術」によって親会社とそのグループへ貢献をする事業として位置付けた．またこの事業の展開によって、車両開発・生産技術や材料開発そして分析・評価などへの応用も期待できる．特に、技術開発における先行フェイズ（頭出し開発、要素技術の探索など）において間接支援する事業とすることにより、所属企業の他事業と同じように「親会社とそのグループへの貢献」に向かって実施する事業形態となる．このように第 2 期事業は所属企業の企業理念、ビジョンと合致している．

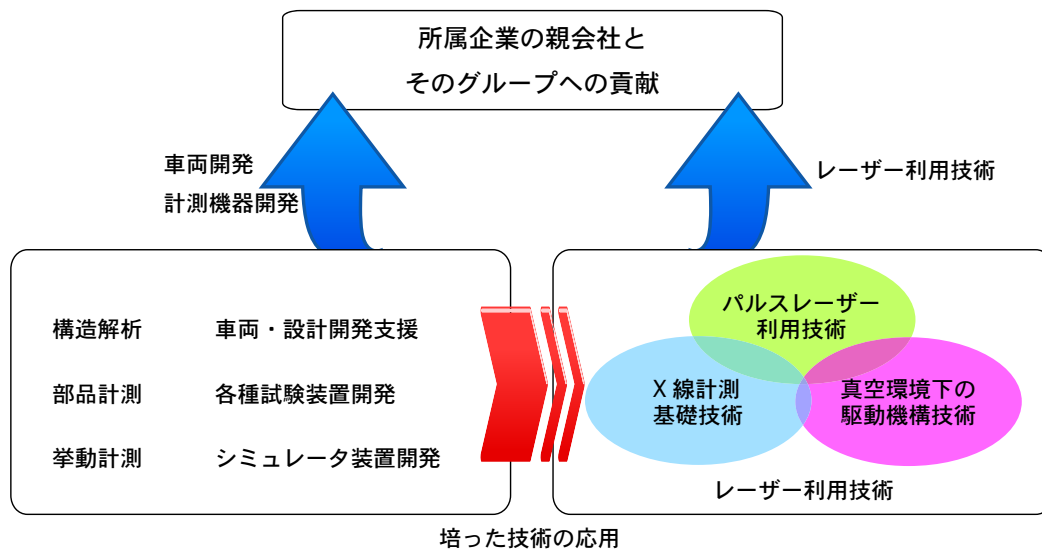


図 A.6. 所属企業における高強度レーザー利用技術開発事業の位置付け。当該事業は、所属企業の主要事業である「車両開発」と「計測機器開発」で培ってきた「制御技術」「計測技術」などの技術資源を活用し、「レーザー利用による新技術」の創出により「親会社とそのグループへの貢献」を促進する事業として位置付けた。

第2期事業を実施してこれた要因

第2期事業は、所属企業内の企業理念・ビジョンに沿った事業の一つである。同事業は「レーザーによる材料創製技術開発」と「レーザー生成エネルギー源とレーザー核融合技術の開発」を2010年より実施している。このように実施してこれた要因は、2点あったと考えた。

一つめに、研究成果を受託事業として着実に創出してきたことにある。図 A.7 に研究業績推移を示す。なお同図の業績件数は、著者が先生方からご指導を受け発表した件数だけでなく、プロジェクトの先生方の研究発表も含めている。同図に示すように、2010年10月に産学連携研究プロジェクトに参画し委託事業を受託してから、年を追う毎にプロジェクトチームとしての論文件数、学会発表件数、特許出願件数ともに着実に増加した。これは、顧客満足度が最大となることを考え、事業を遂行してきたことにあると考えた。

二つめに、事業実施前にフレームワークを行い、所属企業における経営方針とのすり合わせを行ったことにあった。そして所属企業は、車両開発と計測機器開発で培ってきた「制御技術」「計測技術」などの技術資源と第1期事業で補完した技術を融合・活用し「レーザー利用による新技術を創出」を目指した。また第2期事業を親会社とそのグループへ貢献・展開することを定義した。これらにより、所属企業内において事業遂行の意義が明確になり、同企業内での連携・協力を得られたことも大きいと考えた。

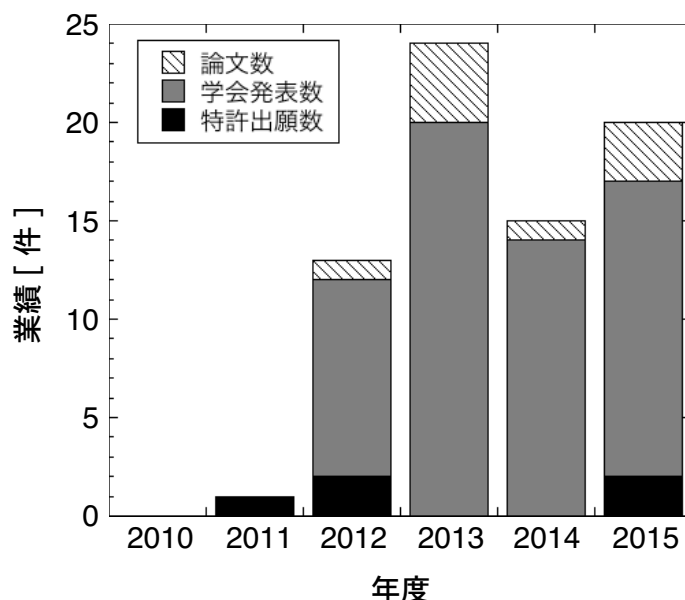


図 A.7. 第 2 期事業における研究業績推移．2010 年 10 月に産学連携研究プロジェクトに参加し委託事業を受託してから，年を追う毎にプロジェクトチームとしての論文件数，学会発表件数，特許出願件数が増加した．

今後も継続して行く上での課題

一方で，今後も第 2 期事業を発展させる上で，所属企業内における課題も見えてきた．図 A.8 に第 2 期事業における受託金額と人工¹⁰⁾の推移を示す．同図において受

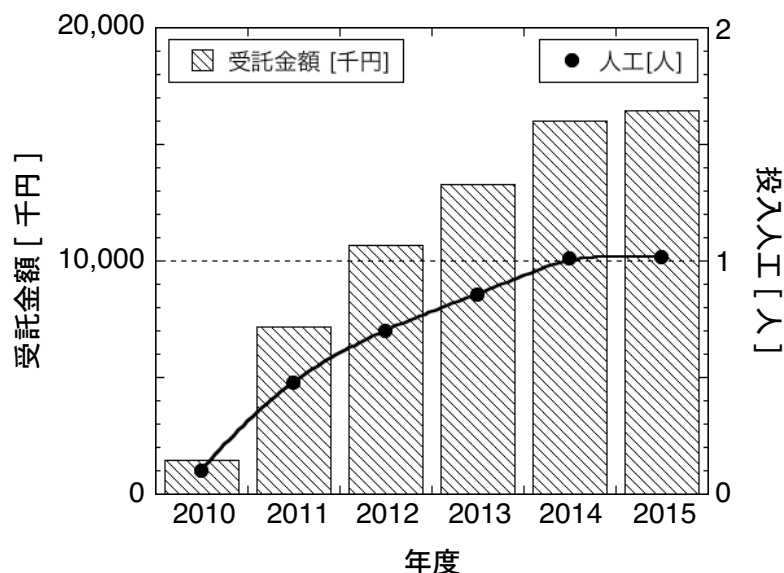


図 A.8. 第 2 期事業における受託金額と人工¹⁰⁾の推移．研究成果（質）の増加に伴い受託金額が増加してきたが，投入人工は横ばい（停滞）を示している．技術のプロフェッショナルとして”人”に対する人材育成は十分行われてきたが，当該研究領域の”組織”に対する人材育成が追いついていないため，1 人工での事業継続に限界がある．

¹⁰⁾ ここにおける人工は，事業に 1 日または 1 時間従事する人員数と定義した．また，図 A.8 における人工は，第 2 期事業に年間従事する人員である．

託金額は、2010年度から2013年度にかけて研究成果（質）が増えたことなどにより年々増加してきたが、2014年度から2015年度の受託金額は、賃金上昇分による微増となっている。また投入人工も同様増加してきたが2014年度からは、横ばいとなっている傾向も示されている。そしてこの傾向は、第2期事業が停滞期に入りつつあることを指し示していた。

事業を発展させるために

今後、第2期事業を持続的発展させることが必要である。発展させる一つの方法として、第2期事業に関連する研究課題（テーマ）を増やすことや、当該研究成果を基にした新しい研究開発などを実施することが考えられる。しかし今と同じ体制で継続した場合、所属企業の行動目標の一つである「技術のプロフェッショナル」として「人」に対する人材育成は十分行われるが、当該研究領域の「組織」に対する人材育成が十分でないため、増加するテーマに対応することが難しい。また単純に人員の入れ替え・補充を行い事業にあたった場合、短期的に技術不足に陥る。その場合、依頼に対する成果（質）を提供することができなくなるだけでなく、顧客満足度を満たすこともできなくなる。最悪の場合、事業そのものが収束される憂き目に合う可能性がある。このように予測される事態に陥らないためにも、できるだけ早い段階で「組織」で対応する事業体制の構築が必要であることを明らかにした。

付録3のまとめ

付録3で論述してきたことを以下のようにまとめる。

光産業創成大学院大学に入学によって得られたフレームワークを用いた事業分析を活用して、実践してきたレーザーを用いた事業の振り返りを行った。第1期事業は、第2期事業実施のための基盤技術を構築した礎となる事業であっただけでなく、事業活動を通じて社外・社内に対して「認知度」を高める事業であった。この「認知度」を高める活動が第1期事業を継続できた要因の一つであったことがわかった。

2010年から実施している第2期事業「高強度レーザー利用技術開発事業」は、第1期事業の業務経験（反省）を活かし、実施前に適宜フレームワークを活用した分析を行い進めてきたことが事業を継続できた要因の一つであったことがわかった。第2期事業を発展させる上で、できるだけ早い段階で「組織」で対応する事業体制の構築が必要であることを明らかにした。