

論文 / 著書情報
Article / Book Information

| | |
|-------------------|---|
| 論題(和文) | 振動オリフィス法による光共振用微小球の作製 |
| Title(English) | |
| 著者(和文) | 柴田修一, 富沢篤史, 多田帥, 矢野哲司, 山根正之 |
| Authors(English) | SHUICHI SHIBATA, Atsushi Tomizawa, Suguru Tada, Tetsuji Yano, masayuki yamane |
| 出典(和文) | 第40回ガラスおよびフォトンクス材料討論会講演予稿集, Vol. , A-06, pp. |
| Citation(English) | , Vol. , A-06, pp. |
| 発行日 / Pub. date | 1999, |

「振動オリフィス法による光共振用微小球の作製」

(東京工業大学・大学院理工学研究科)

○柴田修一, 富沢篤史, 多田帥, 矢野哲司, 山根正之

1. はじめに

光デバイスの性能を極限まで高めるためには、「微小な空間に光を効率よく閉じ込める」ことが重要である。著者らもミクロンサイズの球状微粒子にレーザー色素を添加し、球状光共振器として応用する試みを行ってきた。1個の微小球からの光応答としては、すでにレーザー色素(ローダミン6G)を添加した有機・無機ハイブリッド微小球(粒径数 μm)を液相法(エマルジョン法)で作製し、共振効果によるレーザー発振を確認している⁽¹⁾。しかし、エマルジョン法での微小球の作製においては、粒径分布の広がりが大きく、また添加した色素濃度が微小球の粒径に依存するという現象が見られる⁽²⁾ため、粒径や添加色素濃度の精密な制御にはいまだ成功していない。単独の微小球を用いた応用も、もちろん可能であるが、工業的観点から、また将来粒径の揃った多数の微小球集合体を研究対象とすることから、粒径の制御性にすぐれた新しい作製方法を模索してきた。今回、超音波振動させたオリフィスから気相中に微小原料液滴を射出させ、それを固化させる、新しい微小球作製方法を試みた。

2. 実験

出発原料としてフェニルトリエトキシシラン(PTES)を用い、これに色素(ローダミン6G)を添加、30℃恒温槽中で加水分解・縮重合させることにより適当な分子量のオリゴマーを形成した。オリゴマーの形成によって疎水性が増加するため、反応溶液は、疎水性に富む層(下層)と、親水性に富む層(上層)に分離した。下層のオリゴマー含有層のみを採取、希釈して、液滴用の原料液とした。

図1に、振動オリフィス液滴発生装置を示す。本方法により作製される微小球の粒径 d は次の

$$d = \left(\frac{6QC}{\pi\nu} \right)^{\frac{1}{3}} \quad \dots(1)$$

式で表される⁽³⁾。

ここで、 ν はオリフィスに与える振動数、 Q は噴出させる液体の流速、 C はオリゴマー濃度(vol%)を表す。 ν と Q を含む作製条件を一定に保ち、 C のみを変化させることによって粒径の制御が可能となる。PTESオリゴマーと色素からなる原料液をアルコール溶媒で希釈し、一定時間保存して熟成(Aging)させた後、これを50 kHz~70 kHzで振動させた約20 μm の孔径のオリフィスから微小液滴として射出させた。その後、ガスで輸送中に溶媒のみを揮発させ、アンモニア水溶液中に導いて固化させた。オリゴマーの重合度を変化させるため、原料液オリゴマー希釈液の熟成日数や保持温度等の条件を変えながら作製を行った。重合の目安として、原料液から薄膜をKBr板上に作製し、FTIRにより赤外吸収スペクトルを測定した。微小球のSEM観察、粒度分布、蛍光顕微鏡観察、レーザー光(Nd:YAGレーザーの第2高調波、波長532 nm)の照射などを行い、各種特性との比較を行った。

3. 結果と考察

作製した色素含有・ハイブリッド微小球のSEM写真を図2に示す。図の微小球は、原料オリゴマー希釈液を4℃に保持する日数(~10日, 10~20日, 30日~)を変えて作製したサンプルである。微小球の形状は、保持日数により変化し最適な熟成日数のあることがわかる。図3には、熟成日数に対してフェニル基の吸収を基準としたOH基の吸収強度($A_{\text{OH}}/A_{\text{Ph}}$)を示した。熟成日数の経過とともにOH基濃度は減少しており、重合が進行していることがわかる。最適な条

件下（熟成日数：重合度）で作製した微小球の粒度分布は粒径 $5.5\text{--}6\ \mu\text{m}$ に径がそろっており従来の液相法⁽²⁾に比べて粒径の制御性は格段に向上した。さらに色素含有微小球の吸光度や蛍光スペクトラムの測定から、色素はレーザー発振に必要なモノマー状態で添加されていること、レーザー光励起により共振効果の出現していること等が確認されている。本作製方法の最適条件の明確化により、微小球集合体としての応用に道が開かれるものと期待している。

参考文献 (1) S. Shibata, M. Yamane, K. Kamada, K. Ohta, K. Sasaki and H. Masuhara, J. Sol-Gel Sci. Tech., **8**, 959 (1997). (2) S. Shibata, T. Yano and M. Yamane, SPIE vol. **3136**, Sol-Gel Optics IV, 68 (1997). (3) B. Y. H. Liu, R. N. Berglund and J.K. Agarwal, Atmospheric Environment, **8**, 717 (1974).

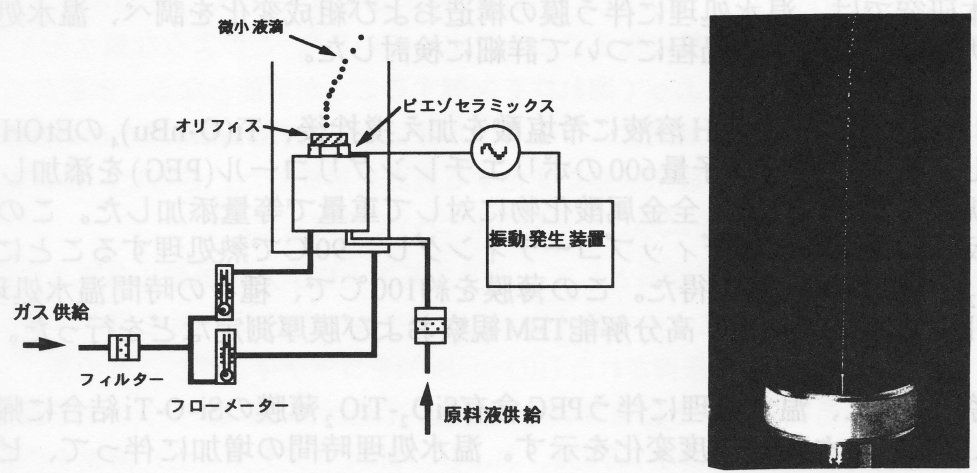
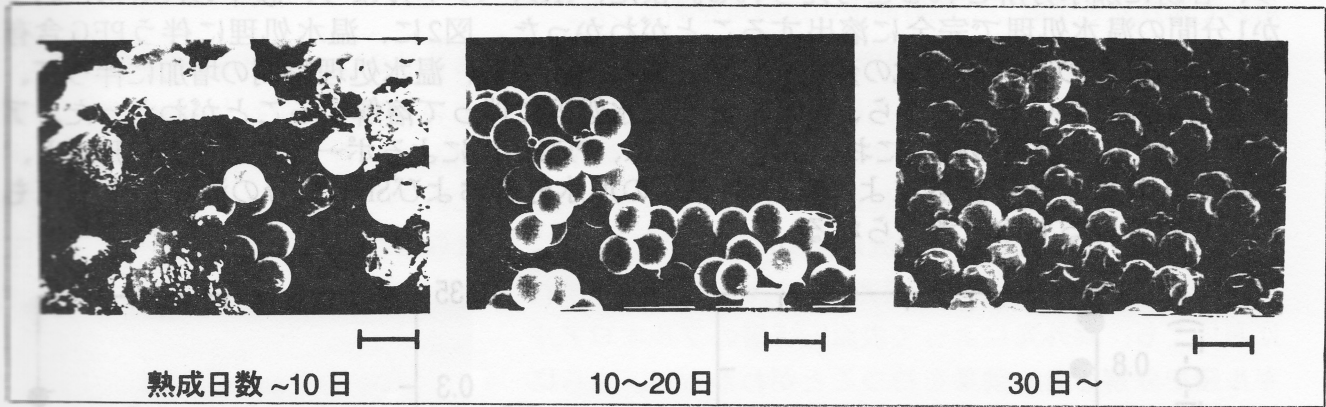


図1 振動オリフィス液滴発生装置の模式図

液滴の噴出



熟成日数 ~10日

10~20日

30日~

図2 作製した微小球のSEM写真 (バーは $10\ \mu\text{m}$ を示している)

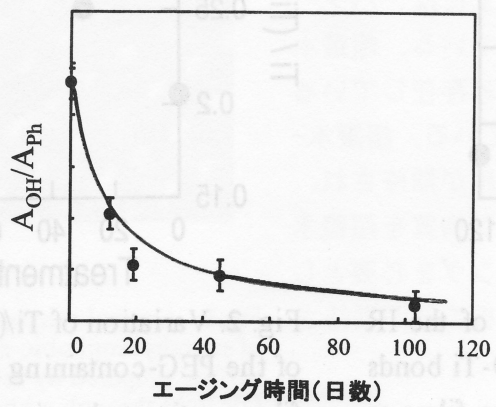
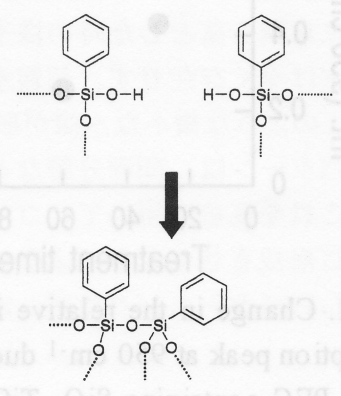


図3 熟成日数に対するOH基濃度の変化



重合の模式図