研究成果報告書 科学研究費助成事業

今和 6 年 6 月 2 0 日現在

機関番号: 84502

研究種目: 基盤研究(C)(一般)

研究期間: 2021~2023

課題番号: 21K04845

研究課題名(和文)非接触に保持した金属ナノ粒子1粒の構造と光学特性の解明

研究課題名(英文) Studies of structure and optical properties for a single metallic nano-particle suspended by a contactless sample holder

研究代表者

福山 祥光 (Fukuyama, Yoshimitsu)

公益財団法人高輝度光科学研究センター・回折・散乱推進室・研究員

研究者番号:20332249

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 3.300.000円

研究成果の概要(和文):近年、金属ナノ粒子の特異な構造や光学特性が注目されている。これまでは主に金属ナノ粒子の集団に対して研究され、サイズや形状によりその物性が変化することが報告されてきた。本研究では、金属ナノ粒子の真の物性を解明するために、ラゲール・ガウスモードのレーザーを用いて金属ナノ粒子1粒を空気中に非接触で保持し、放射光X線マイクロビームを照射することにより、金属ナノ粒子1粒のX線回折像を 測定する装置を開発した。 研究期間中に、金属ナノ粒子1粒を捕捉するためのレーザー光源、SPring-8の放射光を用いてX線回折像を測定

するための装置を完成させた。また、トラップ条件を最適化するための数値計算を行った。

研究成果の学術的意義や社会的意義 近年、金属ナノ粒子の特異な構造や光学特性が注目されている。これまで主に金属ナノ粒子の集団に対して研究 がなされ、平均サイズや形状によりその物性が大きく変化することが報告されてきた。一方、ナノ粒子1粒を安 定的に保持する方法は確立されていないために、ナノ粒子1粒のX線回折像や光学的特性を測定することは困難で

あった。 本研究では、金属ナノ粒子の真の物性を解明するために、レーザートラップ法を用いて金属ナノ粒子1粒を空気中に非接触で保持し、放射光X線マイクロビームを照射することにより、金属ナノ粒子1粒のX線回折像を測定する装置を開発した。この装置の実現には学術的な面だけではなく応用面でも意義がある。

研究成果の概要(英文): A single metallic nano-particles have been extensively investigated from both fundamental and technological viewpoints. Of particular interest is the relationship between size-dependent structures and properties. Surface effects associated with nano-particles are enhanced because the ratio of surface area to volume increases as particle size decreases. Enhancement of these effects changes the crystal structure, lattice parameters, and optical properties of a single metallic nano-particle.

In this study, we developed a contactless sample holder for a single metallic nano-particle. The developed sample holder uses a single-beam optical trap. A Laguerre-Gaussian beam at 532 nm is focused with a non-spherical lens with numerical aperture of 0.5 and focal length of 8 mm. We also developed a spectroscopic system for a single metallic nano-particle with a fiber multi-channel spectrometer.

研究分野:ナノ構造物性

キーワード: ナノ構造物性 微粒子トラップ X線回折

1.研究開始当初の背景

- (1) 近年、金属ナノ粒子の特異な構造や光学特性が注目されている。これまで主に金属ナノ粒子の集団に対して研究がなされ、平均サイズや形状によりその物性が大きく変化することが報告されてきた。通常ナノ粒子では、結晶子サイズを可能な限りそろえた膨大な数の粒子をガラスキャピラリーに封入しX線回折測定を行うことにより結晶構造を特定する。しかし粒子集団には必ずサイズのばらつきがあるために、結晶子サイズと結晶構造や光学特性の1:1の関係は解明できなかった。
- (2) 一方、誘電体ナノ粒子に対しては、集光されたレーザー光の強い光電場を利用し誘電体ナノ粒子 1 粒を空中に捕獲・保持する(レーザートラップ法)ことにより、ナノ粒子 1 粒の X 線回折像を測定する手法が近年著者らによって開発されていた(引用文献 ,)。

2.研究の目的

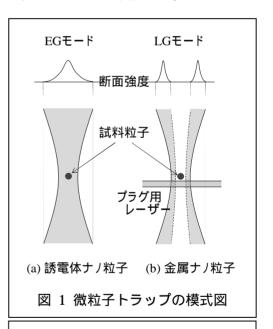
- (1) 本研究の第一の目的は、誘電体ナノ粒子に対して実現しているレーザートラップ法を金属ナノ粒子にも適用し、金属ナノ粒子 1 粒を空中に捕獲・保持する手法を確立することである。
- (2) 第二の目的は、確立した手法と SPring-8 の放射光 X 線を組み合わせることにより、金属ナノ粒子 1 粒の X 線回折測定を可能にする装置を完成させることである。金属ナノ粒子 1 粒の結晶子サイズの情報は X 線回折像の回折線幅からのみ得られる。本研究では、金属ナノ粒子 1 粒の結晶子サイズと結晶構造や光学特性の 1:1 の関係を解明するために、 X 線回折測定と同時に小型分光器を用いて金属ナノ粒子 1 粒の光学的物性を測定できる装置を開発する。

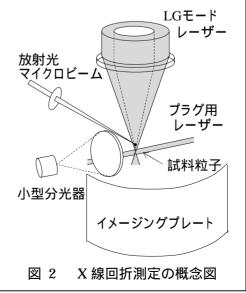
3.研究の方法

- (1) 誘電体の粒子はレーザー光との相互作用により光電場の強い方向に力を受けるために通常のエルミート・ガウスモード(EG モード)のレーザー光で焦点の位置に捕捉できる(図1(a))。これに対して金属の粒子はレーザー光との相互作用により光電場の弱いい方向に力を受けるため EG モードのレーザー光では捕捉できない。本研究ではボーテックスレンズで作成した断面の強度分布がドーナツ状のラゲール・ガウスモード(LG モード)のレーザー光を用いて金属ナノ粒子 1 粒を捕捉する(図1(b))。この光トラップを用いて金属ナノ粒子 1 粒を空中に保持し、集光した SPring-8 の放射光 X 線を照射することにより、金属ナノ粒子 1 粒の X 線回折測定を行う。測定の概念図を図 2 に示す。
- (2) 本研究で使用するレーザー光源は、時間・空間・強度の全てに対して安定した LG モード、1µs 程度の早いスイッチング性能、放射光施設で運用するためのインターロックや可搬性が必要である。この様な光源を実現するために、532nm,1W,CW の全固体レーザー、音響光学変調器(AOM)、ボーテックスレンズで構成されるレーザーユニットを開発する。
- (3) X線回折像の信号強度は試料粒子の体積とX線の単位面積当たりの強度に比例する。本研究ではSPring-8 の集光した放射光 X 線を利用するために回折計に乗せられる小型の試料保持ユニットを作成する。

4. 研究成果

(1) 時間・空間・強度の全てに対して安定した LG モードのレーザー光を発生させることができる可搬型の小型レーザーユニットを作成した。作成したユニットは、波長 532nm、CW、1W、AOM の回折効率 98%、消光比 10⁻³、スイッチング速度 1 µs の性能を実現した。レーザーユニット内部の写真を図 3 に、得ら





れた LG モードレーザー光の断面の強度分布を 図 4 に示す。また、このレーザーユニットは SPring-8 に持ち込むことが前提のため、2 種類 のインターロックを備えている。

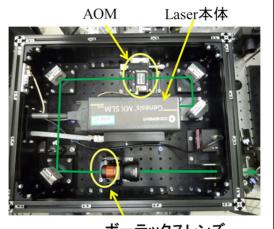
- (2) トラップのテスト粒子として酸化被膜が出来にくい白金の粒径 100nm のナノ粒子を選びトラップに成功した。トラップ位置の安定性や時間的な安定性に改善の余地はある。空気中にトラップした白金ナノ粒子の写真を図 5 に示す。
- (3) SPring-8 の回折計に乗せられる小型試料保持ユニットを作成した。図6に示す。金属ナノ粒子1粒をトラップした状態で、X線回折測定と同時に小型分光器を用いて金属ナノ粒子1粒の光学的物性を測定できる装置を開発した。2024年度の秋にSPring-8にてX線回折測定を行う予定である。
- (3) 多種多様な金属ナノ粒子をトラップするために、2023 年度には波長 1064nm に対応したボーテックスレンズを購入しシステムの多波長化を計画していた。しかし、近年の物価上昇に伴う価格上昇によりボーテックスレンズを購入できなかった。このために計画の一部を変更し、高性能の PC を購入し、トラップの最適化条件探索のための数値計算行った。金属の種類や粒径による最適条件が計算されつつある。

< 引用文献 >

Yoshimitsu Fukuyama, Nobuhiro Yasuda, Shigeru Kimura, and Masaki Takata, "Anomalous Lattice Shrink of a Single CeO₂ Sub-micrometer Particle in an Optical Trap", J. Phys. Soc. Jpn., Vol.82, No.11, p.114608 (2013).

Yoshimitsu Fukuyama, Nobuhiro Yasuda, Kunihisa Sugimoto, and Shigeru Kimura,

"X-ray diffraction measurement of a single nanometre-sized particle levitated in air by an optical-trap sample holder", J. Synchrotron Rad. **27**, 67–74 (2020).



ボーテックスレンズ 図 3 レーザーユニット内部の写真

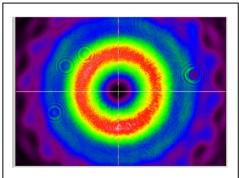


図 4 LG ビームのプロファイル

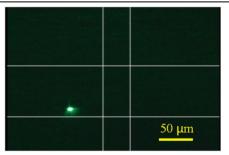


図 5 トラップ中の白金ナノ粒子

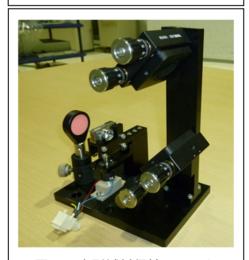


図 6 小型試料保持ユニット

5		主な発表論文等
J	•	上る元化冊入寸

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計0件

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

_

6 . 研究組織

 ・ M プロが日が日		
氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考

7.科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------