

試料搬送導入装置の開発とその応用

小林 英一

九州シンクローン光研究センター ビームライングループ

軟X線を用いた分析は軽元素から構成される有機化合物から無機化合物まで様々な物質の状態解析に利用されており、表面に敏感な手法が多い。当センターにおいても、軟X線吸収分光法や光電子分光法により試料表面の化学結合状態を調べることができる。対象とする試料が大気中の成分である酸素、水や二酸化炭素に対して活性な場合、例えばリチウムイオン二次電池や触媒などの試料は希ガス雰囲気下や真空中で調整し、大気曝さずに分析装置に搬送する必要がある。そこで、当センターでは試料を希ガス或いは真空封じしたまま、試料を作製した装置から分析装置まで搬送する技術開発を行ってきた。

最初に開発した装置は高真空或いは希ガス雰囲気で搬送できる装置（図1）である^{1), 2)}。装置の全長は27.5 cm、重さは約1kgである。本装置の到達圧力は $\sim 4 \times 10^{-4}$ Paであり、20日間、 1×10^{-3} Pa以下の圧力に保つことができる。

しかしながら、試料表面上の酸素や炭素の状態を分析する場合、超高真空中で常時真空排気した状態での搬送が要求された。そこで、電池駆動可能な小型のイオンポンプ³⁾と組み合わせ、搬送容器内を常時真空排気できる可搬型超高真空試料搬送導入装置を開発した⁴⁾。装置の全長は約67 cmで重さは約7.8 kgである。小型の超高真空イオンポンプは市販の単三乾電池16本で30時間以上の動作が可能であり、装置の到達真空度は $\sim 5 \times 10^{-6}$ Paである。さらに装置の可搬性を向上させるために、装置の小型化及び軽量化を行ない、試料を高真空中で搬送できる装置の開発を行った⁵⁾。全長は55 cm、重さは約5.2 kgと小型且つ軽量化された。到達圧力は $\sim 8 \times 10^{-7}$ Paを達成した。

講演ではこれらの装置を用いた金属や電池材料の分析例を紹介する。

1) E. Kobayashi, J. Meikaku, T. Okajima, and H. Setoyama: Japanese Patent No. 5234994.

2) E. Kobayashi, J. Meikaku, H. Setoyama, and T. Okajima: J. Surf. Anal., **19** (2012) 2.

3) S. Tanaka, Japanese Patent No. 4831548.

4) E. Kobayashi, S. Tanaka, T. Okajima: J. Vac. Soc. Jpn, **59**(2016) 192.

5) E. Kobayashi, S. Tanaka, T. Okajima: J. Vac. Soc. Jpn, **60**, 139(2017).



図1 試料搬送導入装置

試料搬送導入装置の開発と その応用

九州シンクロtron光研究センター
ビームライングループ
小林 英一

共同研究者

- 瀬戸山寛之(九州シンクロtron)
- 岡島敏浩(九州シンクロtron)
- 田中秀吉(情報通信研究機構)

発表の内容

- 試料搬送導入装置とは
- 低～高真空対応型($10^5 \sim 10^{-4}$ Pa)
- 超高真空対応型($10^{-6} \sim 10^{-7}$ Pa)
- まとめ
- 今後の目標

試料搬送導入装置の開発

☆背景

真空技術を用いた装置で分析を行う場合

試料の準備: 大気中



測定: 真空中



☆問題点

触媒や電極など表面が活性な材料は、試料の準備を大気中で行うと表面が酸素や二酸化炭素などにより汚染される。

試料を大気にさらすことなく真空装置に移動させることができる装置を開発

試料搬送導入装置 1号機



九州シンクロtron光センター
特許第一号

小林英一, 明角淳志, 岡島敏浩, 瀬戸山寛之. 公開番号 特開2010-276369(P2010-276369A).

発表の内容

- 試料搬送導入装置とは
- 低～高真空対応型($10^5 \sim 10^{-4}$ Pa)
- 超高真空対応型($10^{-6} \sim 10^{-7}$ Pa)
- まとめ
- 今後の目標

試料搬送導入装置の特長

- コンパクト
- 単純な構造（同軸型直線導入機、真空容器、試料格納部）
- メンテナンスが容易
- 故障しても容易に修理できる
- 低コスト
- 汎用性が高い
- 既存の装置にも利用できる
- 試料の移動回数が少ない

試料搬送導入装置による効果

- 大気非暴露の材料の分析が可能
- 当センターのBL12ユーザーの半分以上が利用
- ユーザー自身の研究室で試料処理が可能
- 試料の真空引きの時間が短縮され、マシンタイムを効率よく利用することが可能
- 真空部品の取り扱いを知らない人でも分析が可能

発表の内容

- 試料搬送導入装置とは
- 低～高真空対応型 ($10^5 \sim 10^{-4}$ Pa)
- 超高真空対応型 ($10^{-6} \sim 10^{-7}$ Pa)
- まとめ
- 今後の目標

超高真空対応型 試料搬送導入装置の開発

☆背景

より精密な分析を行うため試料表面の汚染をより低く抑えた状態での試料搬送の需要が高まる。



電池駆動可能な小型の超高真空イオンポンプと組み合わせ、搬送容器内を常時超高真空排気できる試料搬送導入装置を開発

超高真空対応型真空搬送導入装置1号機

情報通信研究機構との共同研究



<http://www.saga-ls.jp/?page=717>

E. Kobayashi *et al.*, J. Vac. Soc. Jpn, 59(2016) 192.

超高真空対応型 試料搬送導入装置の特長

- 装置の全長は約67 cm, 重さは約7.8 kg
- 可搬型のイオンポンプを搭載
- 小型のイオンポンプは市販の単三乾電池16本で30時間以上の動作が可能
- 試料搬送導入装置内の到達真空度は
 $\sim 5 \times 10^{-6}$ Pa

まとめ

- 汎用性の高い試料搬送導入装置を開発した

- 低～高真空対応型

到達圧力: $\sim 4.6 \times 10^{-4}$ pa

1×10^{-3} pa 以下で20日間保つ

- 超高真空対応型

到達圧力: $\sim 8 \times 10^{-7}$ pa

市販の単三乾電池16本で30時間以上の動作

装置全長: 約55 cm, 重さ: 約5.2 kg