

走査型電子顕微鏡用「吸湿・酸化性試料導入装置」の試作

○市川貴之、龍田雅夫、上野素裕（工学部分子素材工学科、機械工学科、機械工学科）

(1) 緒言

走査型電子顕微鏡は、試料の表面に電子線を照射することにより、その表面構造（凹凸）を観察する装置であり、さらに元素分析用の検出器を装備すれば、試料表面の元素量も測定することができる。

走査型電子顕微鏡の観察中の装置内は、ある程度（ 10^{-4} Pa以下）の真空状態になっているが、観察試料を装置内にセッティングするときは、通常は試料室に大気を導入することになる。よって通常の方法では、大気に触れると酸化や吸湿したりする試料の表面は、正確に観察することができない。

リチウム電池の材料である金属リチウムは、超酸化性、超吸湿性である。このような試料表面を観察するには、真空中かドライボックスの中で調整した試料を、その雰囲気のまま走査型電子顕微鏡内にセッティングする必要がある。このような機能を持った試料導入装置は、我々が調査したところ、電子顕微鏡関連のメーカーから販売されていない。

リチウム電池の研究において、反応物質の表面がどのような状態になっているのか、その形態と元素の状態を知ることは大変重要なことである。

著者らは、このような機能を持った試料導入装置を試作した。

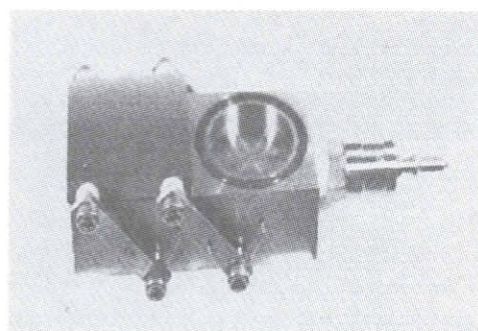
(2) 装置の原理と概要

1、試作品の条件

- ①本装置は、日立製の走査型電子顕微鏡S-2300型用である。
- ②試料をセッティング場所から、観察場所まで移動することを考えて、モーター等電動機器類は一切使用しな方式を追求した。
- ③走査型電子顕微鏡の試料室は、スペースに限りがあることから、可能な限り最小限の大きさに作成した。
- ④試料を装置にセットして観察するまでの間に、試料が大気に一切触れな方式を追求した。

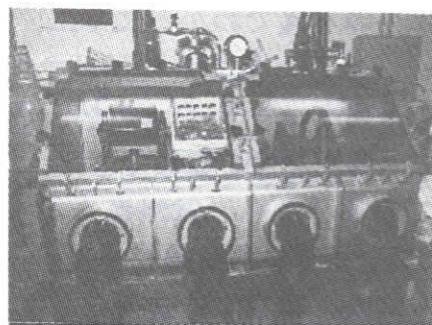
2、上記の条件を満たすため、具体的に次のような方式にした。

- ① 試作した「試料導入ボックス」は、(写真-1) の様な形状をしている。



(写真-1)

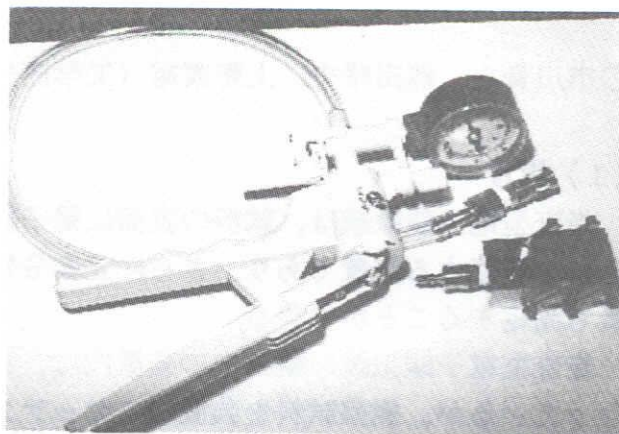
「試料導入ボックス」に、観察したい試料をセッティングするのは、アルゴンガス雰囲気グローブボックス(写真-2)内で行った。



(写真-2)

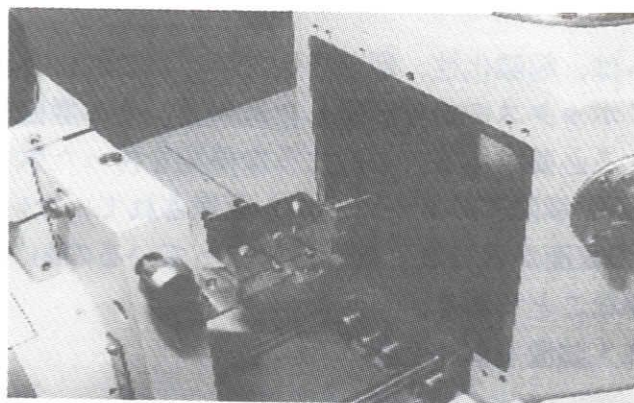
②「試料導入ボックス」に観察したい試料をセットし、手動真空ポンプ(写真-3)でボックス内を真空引きする。これによりボックスの蓋が吸引されて閉まり、外気と遮断される。より高真空を望む場合は、真空ポンプで吸引すればよい。

③「試料導入ボックス」をグローブボックスから出して、走査型電子顕微鏡(写真-4)の試料室を開けて試料固定位置にセッティングする。



(写真-3)

④電子顕微鏡試料室の真空度が上がったなら、「試料導入ボックス」と外の圧力差が無くなることにより蓋を押さえる圧力が無くなる、蓋はバネで開くようになっているので、押さえる力が無くなると、バネの力だけで自動的に蓋が開くことになる。



(写真-4)

③試料室の大きさは、どのような大きさでも作れるがこの装置は、ボタン電池が観察できる21mmφ程度とした。

④材料は、腐食性溶媒も試料に含まれることを考慮してSUS304にした。

⑤大気との遮断を確実にし、真空度を保持する為、逆止弁付きのクイック・コネクト・カップリング(バルブ)を使った。

(3) 装置の効果

本装置を使って、リチウム電池の材料である窒化リチウムの表面を、走査型電子顕微鏡で撮影した写真を右に示す。この写真でわかるように、試料をカーボンテープに張り付けただけで、何ら金属をコーティングをしていないのに、鮮明な像を観察できた。

このことから「試料導入ボックス」は、走査型電子顕微鏡で超吸湿・超酸化性の試料を観察する装置として非常に有効なものである。

