

石英製ヨウ素セル製作による技術力向上

○森木義隆^{A)}、川崎竜馬^{A)}、岡本久和^{B)}、後藤伸太郎^{A)}

^{A)} 装置開発技術支援室 精密加工技術グループ

^{B)} 装置開発技術支援室 極限環境機器開発技術グループ

概要

2022年度に宇宙航空研究開発機構（以下、JAXA）から宇宙科学研究所 先端工作技術グループを通じて相談があり、JAXA ではヨウ素安定化レーザー（石英ヨウ素セルを利用）を使用した光時計を将来の測位衛星の時計として搭載することを目指しており、石英セルにヨウ素を封入してもらえないかという協力依頼を受けた。これまで試料の真空封入は行った経験はあるがヨウ素封入は行ったことがない。これを機会に、真空ライン製作、ヨウ素精製方法、ガラスのベーキング方法などを習得し、ガラス加工関連技術をより一層向上させることを目的として2022-2023年度と実施したので報告する。

1 最終目標と今回の目標

AXA から依頼された石英セル（図1）にヨウ素封入することが最終目標であるが1回での成功は難しい。そこでより安価に製作可能なテスト用セル（図2）を3個用意し、封入⇒評価⇒再チャレンジを繰り返すことにした。

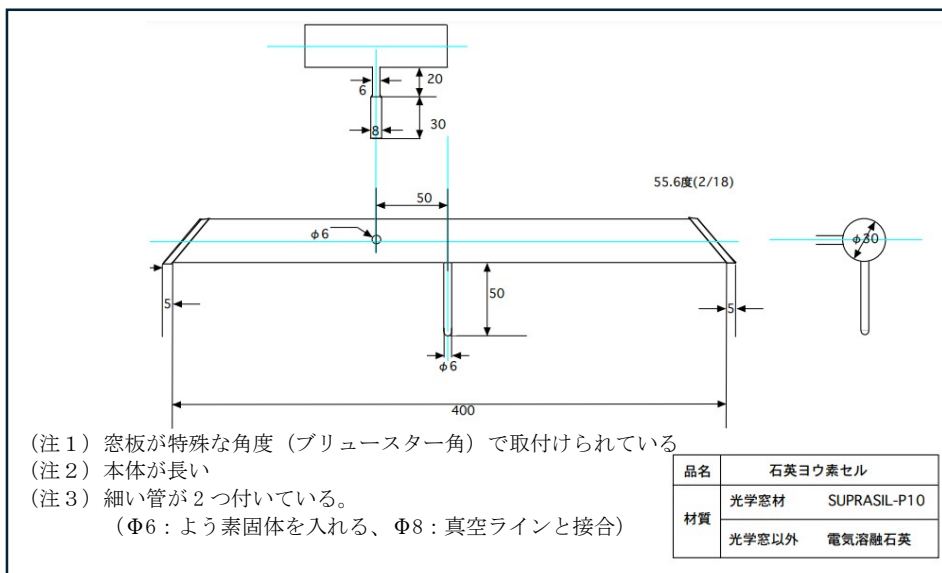


図1. 依頼された石英セル



図2. テスト用セル

2 ヨウ素封入の注意点

市販のヨウ素でもかなり高い純度であるが、ヨウ素セルに封入するには不十分であることが参考文献より判明した。また、参考文献[1]は古い文献であるがガラス加工技術を多用してヨウ素封入を実施している。そこで今回は参考文献[1]を出来る限り模倣して作業を行い、参考文献[2]は真空度やベーキングの温度条件などの参考とした。

全行程を通しての注意点は精製によりヨウ素の純度を上げること、そしてベーキングより使用するガラス器具や石英セルに付着している不純物を十分取り除くことである。

3 ブレイクシールの使用方法と製作

この部品は精製作業に必要な部品であり、本学教員に製作指導をお願いした。使用方法としては1次精製、2次精製したヨウ素の保管容器(図4)の上部に設置する。この容器は精製したヨウ素を長期保存可能である。そして、使用したいときには真空ラインにこの容器を接合し、あらかじめライン内に配置した金属片(ガラスコーティング済み)をライン外から磁石で操作してブレイクシールにぶつけて破壊することで精製済みヨウ素を使用することが出来るものである。このシールの製作上の注意点としては非常に薄く作ること、破壊しやすい形状に作ることである。



図3. ブレイクシール

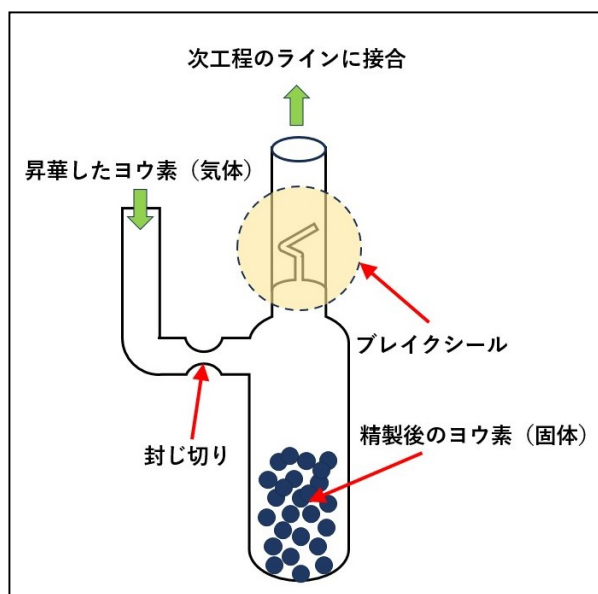


図4. 精製したヨウ素の保管容器

4 1次精製

目的は市販のヨウ素に含まれている不純物をなるべく多く除去し、精製したヨウ素を保存することである。参考文献[1]を元に製作したガラスライン(図5)を排気装置(油回転、油拡散ポンプ)に接続して排気を開始する。真空度が上がると常温でヨウ素が昇華するため容器Aを液体窒素で冷却する。その状態で容器C(モレキュラーシーブ)の水分をヒーターで除去しながらガラスライン全体をハンドバーナーでベーキングする。その後、容器Aを液体窒素から外すとヨウ素の昇華が始まる。その際、容器Bを液体窒素で冷却すると不純物が多く析出するのでこの容器Bをラインより封じ切る(図6)。最後に排気装置を取り外して容器D(ブレイクシール付き保管容器)を氷水で冷やしゆっくりヨウ素を結晶化させ容器を封じ切って分離する。実際に結晶化したヨウ素が図7である。



図5. ガラスライン

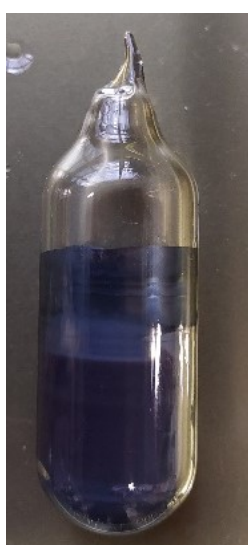


図6. 析出した不純物

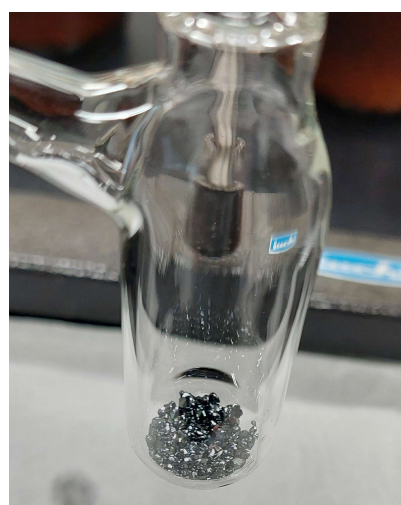


図7. 結晶化したヨウ素

5 企業見学

JAXA 担当者に手配していただき、レーザー関連機器を販売しているネオアーク株式会社（〒192-0015 東京都八王子市中野町 2062-21）に見学に向った。会社内で実際に石英セルへのヨウ素封入作業を実施しており、今回の研修でヨウ素精製を体験した上での見学だったので様々な質問（真空排気時間、ベーキング温度、使用している機器など）をすることができた。また、石英製ヨウ素セルの実物を見ることができ、セルの組立方法（接合方法）はその手法が限られているが会社で試された方法についてもお聞きすることができ大変有益な情報が得られた。しかし、会社の技術情報漏洩になるため、ここに掲載することが出来ない情報（装置全体写真、ヨウ素封入条件など）が多数あることはご了承願いたい。

6 2次精製

目的はヨウ素の純度をさらに高めるとともに、3個の容器に小分けにすることである。また、1次精製で十分に不純物を析出したため2次精製では容器Bは設置しないが、その他は同じ流れで作業を実施した。

7 石英セルへのヨウ素封入

2次精製したヨウ素をテスト用セルへ封入する。ヨウ素保管容器が石英セルに置き換わっただけでその工程は2次精製と同じである。

注意すべき点は石英セルのベーキング温度である。比較的近年の論文である参考文献[2]や企業見学の情報収集でもこのベーキング温度は高めに設定されていたので我々もヒーター（設定温度 750°C）とハンドバーナーを使い、800°C近い温度でベーキングを実施した。製作したライン（図8）、ヨウ素封入が完了したテスト用セル（図9）、条件比較（表1）は下図のとおりである。



図8. ヨウ素封入用ライン



図9. 封入後のテスト用セル

表1. 条件比較（ヨウ素封入）

	参考論文①	参考文献②	企業見学	ガラス加工室
排気時間	8時間	記載なし	技術情報のため 記載不可	8時間×3日
真空度	8×10^{-4} Pa	記載なし		1.5×10^{-4} Pa
石英セルの ベーキング処理	450°C (電気炉)	800°C (電気炉) 32時間×2回		マントルヒーター + バーナー
モレキュラーシーブの 脱水	450°C (電気炉)	記載なし		マントルヒーター (設定温度600°C)
ガラスラインの ベーキング処理	バーナー	記載なし		バーナー

8 テスト用セルの評価

1個目のセルは封入工程で失敗してしまい、現在2個目のセルをJAXAに評価をお願いしているところである。評価が思わしくなければ3回目のチャレンジを考えている。

9 まとめ

今回の研修を通じてガラス加工技術はもちろんのこと、真空技術や精製技術など様々な関連技術を学ぶ良い機会となった。今後も機会があれば技術・知識の向上につながる難しい依頼案件について積極的にチャレンジしていきたい。

参考文献

[1] 著者名：田中敬一・岩崎茂雄

論文名：「127I2の精製と波長標準用127I2吸収セルの寿命評価」

掲載雑誌名：計測と制御 Vol.25, No.3 P266-273 (昭和61年3月)

[2] 著者名：石川純

論文名：「波長標準の高度化・安定化よう素安定化He-Neレーザ用高品質よう素セルの供給」

掲載雑誌名：産総研 Today(Webマガジン) 2005～2006, P44～45