

# ピエゾを用いた X 線回折実験用粉末試料充填装置の開発

○熊澤克芳, 白木尚康, 中西幸弘, 森木義隆  
名古屋大学全学技術センター (工)

## 1. はじめに

X 線回折実験に用いられる粉末試料は, ガラスキャピラリーに封入される. この内径は 0.3mm の極細管で, しかも肉薄で極めて割れやすく, 試料の充填を手作業で行うと 1 時間費やすこともある. そのため, アルミナ粉末試料を約 10 分で充填可能であるタップ式粉末充填装置を開発し, 大阪大学総合技術研究会において発表した. しかしながら, 騒音が大きという欠点があった. そこで, ピエゾアクチュエータ (積層型圧電素子) を用いて改善を試みることにした.

この装置の開発は, 粉体工学や圧電素子についての文献学習・装置開発手順の習得並びに 3DCAD (Inventor) の基本操作の習得を目的として名古屋大学工学研究科技術部研修も兼ねて行ったので報告する.

## 2. 装置の概要

タップ式粉末充填装置は, モーターの回転をカムにより上下振動に変換する機構を用いている. 設計する装置は, その上下機構をピエゾアクチュエータに置き換えた構造とした. 構想に基づき, 工学研究科技術部装置開発技術系に導入された 3DCAD (Inventor (Autodesk 社)) の基本操作を習得しつつ, 設計・製図し, 分担して製作した. 使用したピエゾアクチュエータの性能を表 1 に示した. いずれも金属ケース封入アクチュエータ (積層型圧電素子) NEC トーキン製 ASB シリーズである. 当初, この 2 種類のアクチュエータを使用する予定であった. しかし, 実験の初期段階に ASB170C80 が使用不能となったため, ASB680C80 を使用して実験を行った. 図 1 に製作した実験装置初期型を示す. ピエゾアクチュエータは, 推奨駆動電圧が DC100V であるため, ファンクションジェネレータ (KENWOOD FG-281) により振幅 0.5V, 500Hz の正弦波 (+側にオフセット) を発生させ, デジタルオシロスコープ (YOKOGAWA DL1620) でモニタしながら, 高圧電源 (MESS-TEK, M-2601) で 100 倍に増幅・印加し振動させた.

表 1 アクチュエータ性能表

|             | ASB170C80 | ASB680C80 |
|-------------|-----------|-----------|
| 高さ (mm)     | 32.4      | 92.5      |
| 変位量 (μm)    | 12±3      | 48±12     |
| 発生力 (N)     | 800       | 800       |
| 推奨駆動電圧 (DC) | 100V      | 100V      |
| 静電容量 (μF)   | 1.5       | 6         |

## 3. 実験

実験は, 実際に X 線回折実験用標準試料 (SRM674a, アルミナ ( $\alpha$ - $Al_2O_3$ ), 粒径約 4μ) をガラスキャピラリー (リンデマンガラス, 内径φ0.3, 図 2) に充填し, 充填密度などで評価することにした.

ガラスキャピラリー大口径部に試料を電子天秤 (エアランドデイ, HR-120) で秤量しながら 4mg 入れ, 実験装置に取り付けた保護チューブ (図 3) に入れる. 保護チューブは, 頭部がアクリル, チューブは PVC パイプ (外径 φ1.5, φ2.0) および SUS304 パイプ (φ1, t 0.2) である. さらに, 重り (図 4) を乗せテフロン製のキャップで飛び出さないようにした. 正弦波 (周波数 500Hz 固定) で振動させ, 重りを交換したりしながらいろいろ試したが, この初期型では全然充填できなかつたり, 一度途中止まりがおきるとそれ以上充填が進まなかつた. 原因についていろいろ検討したところ, タップ式の振幅が 0~5.5mm なのに対して初期型は 48μm であり, 圧倒的に少ないことが考えられた. それを補完するため A2017 薄板による振幅の増幅を試みた. この薄板をピエゾアクチュエータ先端部に取付けたキャップにネジで固定した. 測定した結果, 振幅を約 3 倍に増幅することができ充填を完了させることができることもあったが, 初期型と同様に一度途中止まりが起きるとそれ以上充填が進まなかつた.

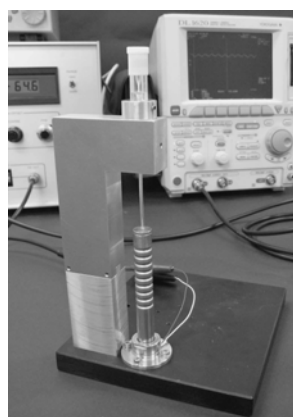


図 1 初期型



図 2 ガラスキャピラリー

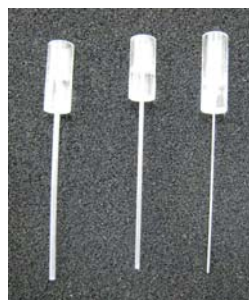


図 3 保護チューブ



1.2g 1.8g 3.8g  
図 4 重り (SUS304)

#### 4. 評価および考察

実験装置を評価するため、充填密度を測定することを予定していたが、充填状態にバラツキが多く測定不可能なため、ガラスキャピラリーの状態をマイクロスコープにより観察した。300倍で撮影した写真を図5に示す。

今回試作した実験機では、いずれも再現性がなく、スムーズに充填が進行したとき(1)と前述したように途中止まり(2)や、一見充填できているように見えるが管壁に付着しているだけの場合(3)、密に充填できていない場合(4)などがみられた。この原因については粒子同士の摩擦やガラス壁との摩擦、空気が抜けないなどいろいろ考えられる。また、タップ式と比較すると振幅が少ないため、衝撃力が小さいことが最大の要因ではないかと思われる。

粉末状の結晶、あるいは多結晶体を試料として取りあつかうX線回折を粉末法とよび、試料の組成分析、結晶粒子の状態などの研究に用いられている。これらの形態の充填が、実際のX線回折実験(粉末法)ではどのような測定結果となるのかを調べるため実機で測定を行った。使用した装置は、超強力X線実験室のRigaku R-AXIS-IVをお借りした。測定結果のデバイリング(3分露光)を図6に示す。左から途中止まり、比較のためタップ式およびピエゾ式の密に充填したキャピラリー(1)を測定したものである。リングの濃淡がX線強度を示しており、より濃いリングが強い強度ということになる。したがって、(2)および(3)の状態では、試料として不十分ということになる。また、タップ式とピエゾ式で充填完了した試料は遜色のない強度であることが分かる。

#### 5. まとめ

- (1)装置開発の手順を学ぶことができた。
- (2)3D CAD Inventorの基本操作を習得した。これにより、2次元製図から3次元設計に転換し、業務遂行に利用している。
- (3)ピエゾアクチュエータを用いてタップ式よりも騒音を軽減できることがわかった。
- (4)ピエゾアクチュエータで充填を行った結果、アルミ板により振幅を増幅した方式が最も粉末充填が進んだが、どの方式でも詰まりが発生してしまうと、そこから粉末充填が進まなかった。
- (5)X線回折の結果よりピエゾアクチュエータで粉末充填したものは、タップ式で粉末充填したものと変わらないことを確認した。

粉末試料充填装置としては、完成に至らなかったが研修という観点から上述の成果があったと思っている。

この研究は、平成19年度科学研究費補助金(奨励研究)、「ピエゾアクチュエータを用いた超音波粉末試料充填装置の開発」課題番号:19917013)に採択されて行っている。

#### 6. 謝辞

この研究を行うにあたり試料をご提供いただいた工学部・工学研究科マテリアル理工学専攻応用物理学分野澤研究室の皆様には厚くお礼申し上げます。粉末試料充填実験で使用する測定機器をお貸しいただいた佐々木敏幸統括技術長と工学研究科技術部回路班の皆様並びに工学研究科航空宇宙工学専攻構造力学研究グループ上田研究室の皆様には厚くお礼申し上げます。マイクロスコープによる観察時にお世話になった御厨照明先任専門技術職員と工学研究科機械理工学専攻機械材料強度学研究グループ巨研究室の皆様には厚くお礼申し上げます。X線回折実験を行うにあたりお世話になった超強力X線回折実験室日影達夫技術員に感謝の意を表します。

#### 7. 参考文献

超微粒子応用技術 (社)日本粉体工業技術協会編 日刊工業新聞社

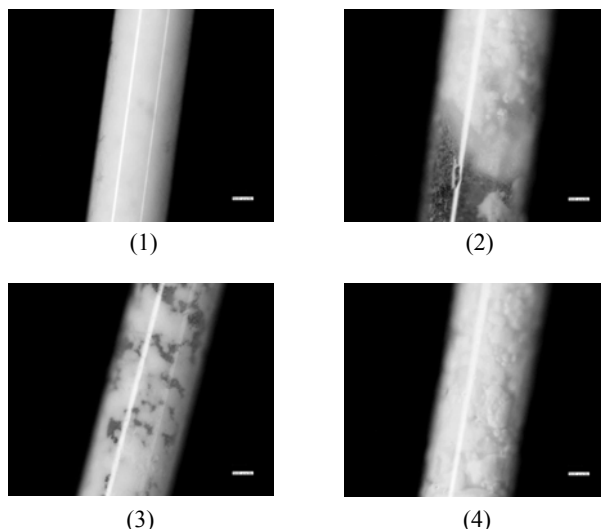


図5 マイクロスコープ観察写真 (300倍)



図6 デバイリング