

粉末X線回折法による化学分析

名古屋工業大学 先進セラミックス研究センター

井田 隆

3. 粉末X線回折装置

3.4 ゴニオメーター

ゴニオメーターはX線源と試料、検出器の間の相対的な角度を精密に変化させる機構であり、粉末X線回折測定装置の機械精度・確度を決定づけるものである。ゴニオメーターを駆動するための機構として [Fig. 3.4.1](#) に示すようなウォームギヤが用いられる。ウォームギヤはウォーム（ねじ 螺子歯車）とウォームホイール（はすば 斜歯歯車）を組み合わせ、一段階で大きな減速比を得る機構である。一般的なゴニオメーターでは、検出器の回転軸 2Θ 軸と試料の回転軸（ Θ 軸または Ω 軸と呼ばれる）が独立に回転可能な2つのウォームホイールに取り付けられ、2つのステッピングモーターがそれぞれのウォーム軸に取り付けられる。

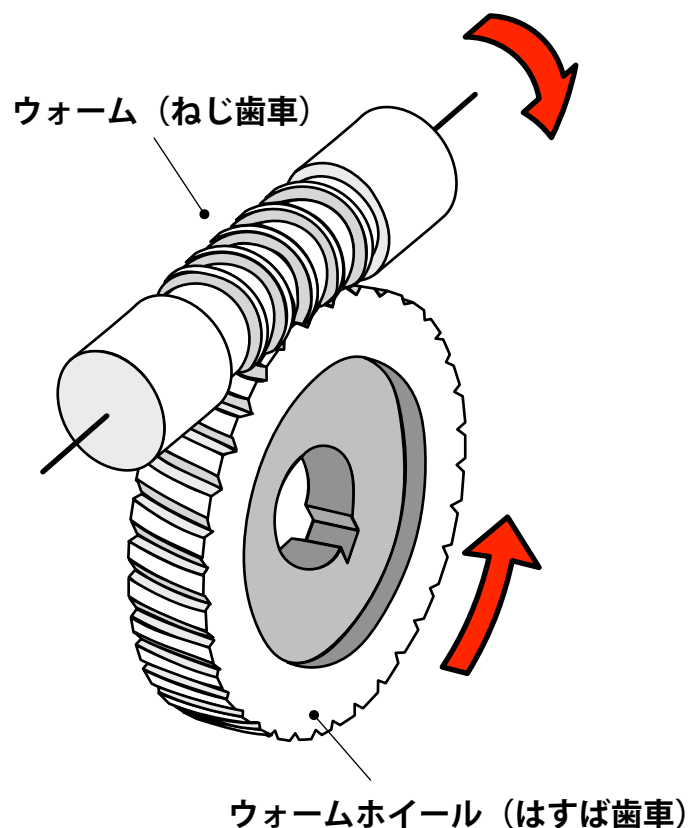


Fig. 3.4.1 ウォームギヤ

ゴニオメーターを駆動するためのウォームには、通常「5相ステッピングモーター」が取り付けられる。5相ステッピングモーターの多くはローター（回転部）が50極，ステーター（固定部）が10極の構造を持ち，基本ステップ角は 0.72° である（補足3.4.1）。ゴニオメーターに用いられるウォームホイールの歯数は例えば360枚とし，このとき減速比は1:360となる。モーターが1回転した時にゴニオメーターが 1° 回転することになり，モーター回転の1ステップがゴニオメーターの 0.002° 回転に相当する（補足3.4.2）。

ブラッグ・ブレンターノ型の粉末回折装置に搭載されるゴニオメーターには (i) 水平回転型 (θ - 2θ 型)，(ii) 縦型 (θ - 2θ 型)，(iii) 試料水平型 (θ - θ 型；バンザイ型) と呼ばれる3種類がある。(i) 水平回転型 (θ - 2θ 型) と (ii) 縦型 (θ - 2θ 型) は，いずれもX線源の位置を固定し，検出器を角度 2θ 回転するとき，同時に試料を角度 θ 回転させる。水平回転型では水平面内で検出器と試料を回転させるが，縦型では検出器と試料を垂直面内で回転させる。試料水平型 (θ - θ 型) と呼ばれるゴニオメーターは，平板状の試料の角度を水平に保ち，試料に対して検出器を $+\theta$ 回転するとき，X線源を $-\theta$ 回転させる。それぞれのデザインには長所も短所もある（補足3.4.3）が，縦型 (θ - 2θ 型) のゴニオメーターが比較的普及している。Fig. 3.4.2 に (a) 縦型 (θ - 2θ 型) と (b) 試料水平型 (θ - θ 型) ゴニオメーターの動き方を示す。

ゴニオメーターには、回転角検出器（ロータリーエンコーダー）を設置する場合がある。しかし、回転角検出器を設置する場合でもフィードバック制御は行わない開ループ（オープンループ）制御が用いられるのは普通である（補足3.4.4）。このために、機械的な原点を設けて適宜初期化動作を施すことが必須となる。ゴニオメーターのウォームホイールにはリミットスイッチ・近接センサーなどが取り付けられ、駆動用のモーターにはスリット付きのディスクとフォトインタラプタの組み合わせなどによるホームポジション・センサーが取り付けられる。ゴニオメーターの初期化動作の際に、これらのスイッチ・センサーを利用して、再現性良く機械的な原点が取りなおされる（補足3.4.5）。この機械的な原点は、再現性が保証されていれば良く、絶対的な位置に重要な意味はない。

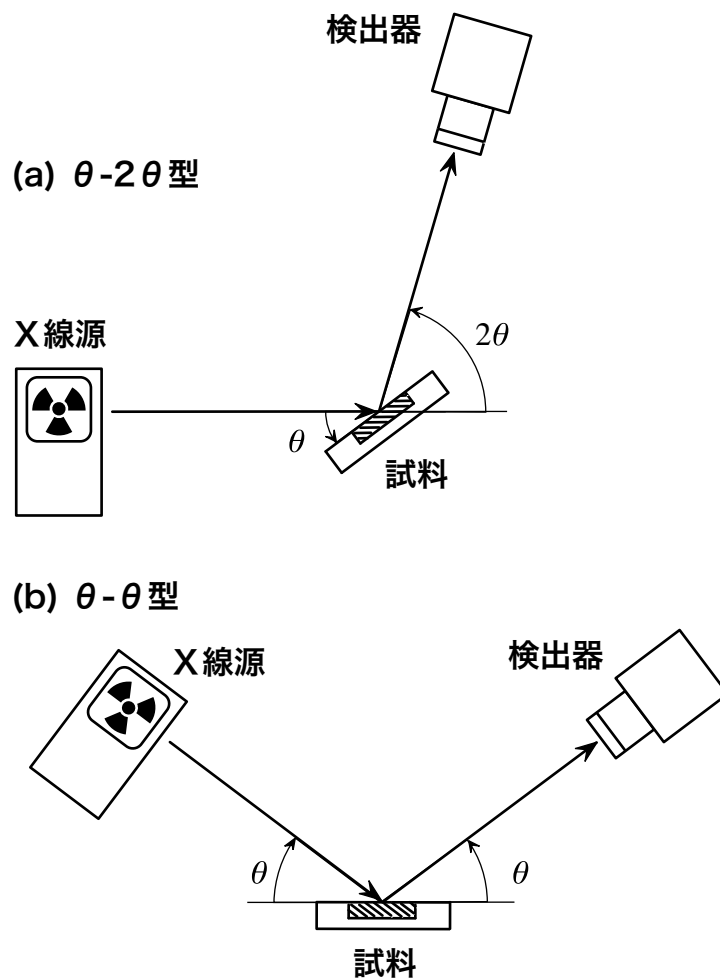


Fig. 3.4.2 縦型 (θ - 2θ 型) と試料水平型 (θ - θ 型) のゴニオメーターの動き方

縦型と試料水平型のゴニオメーターでは、回転部の荷重のバランスが問題になるので、十分に注意する。縦型 (θ - 2θ 型) ゴニオメーターの場合には、荷重の偏心の方向が垂直上下方向を横切る角度で重力によるトルクが反転し、バックラッシュによる角度の不連続な飛びが現れる場合があるので、特に注意が必要である。

(補足 3.4.1) 5相ステッピングモーター，マイクロステップ駆動

ステッピングモーターの動作については、代表的な製造会社であるオリエンタルモーター社の web サイトから詳しい解説が提供されている。5相ステッピングモーターのローター部は、歯数 50 枚の鉄製の平歯車を 2 つ組み合わせた構造を持つ。2 つのローター部はそれぞれの歯の間隔 7.2° の半分、 3.6° ずらして回転軸に取り付けられている。またローター部の内側には軸方向に分極した永久磁石が入っており、結果として 2 つのローター部は一方が N 極、もう一方が S 極の磁極として働く。ステーター部もローター部と同様に歯の間隔 7.2° の内歯歯車の形状を持ち、モーター内部に角度間隔 36° の A, B, C, D, E, A', B', C', D', E' 部として配置される。隣り合うステーター部は歯の位置を 1.44° ずつずらして取り付けられる。A 部と A' 部は 180° の角度で向かい合う配置になり、コイルにより同時に励磁され、A 相のステーターと呼ばれる。B, C, D, E 相のステーターについても同様である。A 相 N 極 → B 相 S 極 → C 相 N 極 → D 相 S 極 → ... の順にステーターを順に励磁させれば、 0.72° のステップでローターが回転する。A 相 N 極 → E 相 S 極 → D 相 N 極 → C 相 → ... と変化させれば逆回りに回転する。この共通のデザインが用いられるために 5 相ステッピングモーターの基本ステップ角は 0.72° となるが、マイクロステップ駆動により、それより細かい角度で動かすことも可能である。

ステッピングモーターは、電流制御により、基本ステップ角より細かいステップ角で回転させることも可能であり、この動作の仕方は「マイクロステップ駆動」と呼ばれる。マイクロステップ駆動を用いれば、ゴニオメーターの回転角を例えば 0.0001° 程度の細かさで変化させることもできる。しかし、一般的なマイクロステップ駆動では、ローター角度の指定値からのずれも保持トルクも、基本ステップ角を周期として変動するので、ゴニオメーター角で 0.002° 以下の角度ステップについて精度が保証されるわけではない。

(補足 3.4.2) ゴニオメーター角度の周期変動

ウォームが 1 回転する間には、ウォームホイールとの噛み合い方が変わる。一回転すれば噛み合い方は元に戻る。結果的にウォームホイールの歯数による（例えば 1° 周期の）変動が現れる。ステッピングモーターをマイクロステップ駆動する場合には、ゴニオメーターをさらに細かい角度で動作させることが可能だが、モーターの基本ステップ角に減速比をかけたゴニオメーター角度 (0.002°) に相当する周期を持つ変動も現れる。

(補足 3.4.3) 水平回転型と縦型，試料水平型ゴニオメーターの比較

検出器は水平面内に回転させる方が、重力による検出器支持アームのたわみの変化、ギヤ部にかかる荷重の変化の影響を受けなくなるので、「本来は水平回転型のゴニオメーターが好ましい」という考え方もある。しかし、水平回転型ゴニオメーターでは、平板状の試料ホルダーに充填した粉末試料を 90° の角度に立てた状態で使用するので、試料粉末の脱落が起りやすくなること、装置の必要とする設置面積が広がることなどから、一般的には縦型ゴニオメーターの方が好まれる傾向がある。

試料水平型 (θ - θ 型) ゴニオメーターでは、粉末試料の脱落する要因がなく、高温で融解する試料の融点以上の温度であっても測定を継続することが可能である。一方で試料・検出器と比較して重い X 線発生器を移動させるために、可動部分に高い耐荷重性が要求され、高圧電源ケーブルと冷却水配管の可撓性も限られることから、相応のコストと設置スペースが必要となる。

ウォームギヤのように歯車を組み合わせた動力伝達機構では、歯車の間にわずかな隙間がなければ動かすことはできない。この隙間のために順方向回転と逆方向回転とでは受け手側の歯車の角度がずれ、これをバックラッシュと呼ぶ。水平回転型ゴニオメーターのようにウォームホイールの回転軸が垂直の場合には、バック

クラッシュが必ず現れる。試料水平型 (θ - θ 型) ゴニオメーターでは、回転部は 90° 以内程度の範囲でしか動かす必要はないので、適当な偏心荷重が存在すれば、重力によりウォームホイールは一定方向へのトルクを受ける。この場合、特別な機構を用いずともバックラッシュの効果が抑えられる可能性はある。しかし、現実にはギヤ部にも軸受け部にも摺動抵抗 (すべり摩擦) が存在し、この影響は潤滑グリースの状態によっても変わるので、必ずしも単純ではない。回転角検出器を設置してあれば、順方向回転と逆方向回転でずれが生じるか実験により確かめるべきである。主にバックラッシュを解消するために、目的角度が逆回転側になる時には例えば「1回転余分に回してから1回転戻して所定位置に移動する」操作をするのも普通であるが、必要なければ時間が無駄になる。

(補足 3.4.4) ステッピングモーターのオープンループ制御と「パルス抜け」

回転角検出器を内蔵し、自動フィードバック制御の可能なステッピングモーターも市販されているが、多くの場合、ステッピングモーターの制御には回転角検出によるフィードバックを行わない開ループ制御 (オープンループ制御) が用いられる。したがって、負荷が過重 (オーバーロード) な場合には、送ったパルス数に相当する正しい角度が送られない「パルス抜け」 (脱調) と呼ばれる現象が生じる。ゴニオメーターを駆動する場合のロード (荷重) は、回転部の重量バランスが取れていれば慣性モーメントで決まるが、現実には偏心荷重 (偏心荷重) が存在し、偏心荷重がオーバーロードの主要因となる場合が多い。偏心荷重がオーバーロードの主要因であれば、モーター駆動の加減速パラメータの調整のみでは解決できず、バランス調整が必要となる。

ステッピングモーターにフィードバックを用いないオープンループ制御を用いることは、回転角検出器をつけずに済むのでコストやスペースの節約になるという面もあるが、安全面でのメリットもある。予想外の機械的な衝突などによって停止した場合に、フィードバック制御を行うと、衝突後も指定角度に移動しようとして障害物に対して最大の力を無限に加え続けることになり、被害の拡大する可能性がある。これに対して、オープンループ制御であれば、衝突しても指定のパルス数が送出され終わればパルス抜けにより角度がずれる結果になるだけである。

なお、ステッピングモーターの保持トルクにもよるが、静止状態であれば、5相ステッピングモーターの軸は手回しで 7.2° ステップで回転させることが可能である。これは減速比 $1:360$ のゴニオメーターでは 0.02° ステップの回転に相当する。モーターの軸を手回しすれば脱調と同じ状態になるが、動かしたステップ数を憶えておけば元の状態に戻すことも容易である。この操作が可能であることを知っておけば、目視や水準器、ダイヤルゲージなどを用いた機械的な調整をする場合に作業効率の増す場合がある。

(補足 3.4.5) リミットスイッチとホームポジションスイッチの使い方

回転体を連続的に回転させる使い方を除き、ステッピングモーターによる駆動系では、可動範囲の制限と位置基準のためにリミットスイッチとホームポジションスイッチと呼ばれるスイッチが取り付けられる。リミットスイッチとしては、スナップ動作 (変位が一定量に達した時点でパチンと切り替わる動作) をする小型のスイッチ (マイクロスイッチ) を用いることも多いが、近接センサーが用いられる場合もある。マイクロスイッチを用いる場合には、下限側リミットスイッチと上限側リミットスイッチの2組を用いる。

位置基準用のホームポジションスイッチをステッピングモーターの軸に取り付ける場合には、例えば以下の操作を行う。(i) 下限側に向かって一定速の高速スキャンを実施し、下限側リミットスイッチで強制停止するのを確認する。(ii) 上限側に向かって「ホームポジション検出時に停止」条件で一定速低速スキャンを実施し、停止を確認する。(iii) この時点で必要であればパルス制御器のパルス値、回転角検出器 (ロータリーエンコーダー) の角度値をリセットする。

あらかじめ高速スキャンがリミットスイッチで停止すること、コントローラーにホームポジションスキャンの指定が可能であることは確認しておく必要がある。