

同位体組成が一定な氷作製のための水容器 および電磁バルブ制御系の開発

福士 博樹¹、中坪 俊一²、千貝 健¹、森 章一¹、香内 晃³

1. 技術部先端技術支援室
2. 技術部装置開発室
3. 雪氷新領域部門宇宙雪氷学分野

はじめに

雪氷新領域部門の宇宙雪氷学・宇宙物質科学分野では、実験室において、宇宙の条件（10–200 K, 10^{-8} Pa）で様々な氷を作製し、それらの物性を調べたり、氷表面での化学反応を調べる研究を行ってきた。しかし、これまでの研究では、作製した氷の同位体（H/D, $^{16}\text{O}/^{17}\text{O}/^{18}\text{O}$ ）には注意を払ってこなかった。今後、氷の同位体組成を制御した研究を展開しようとしており、同位体組成を制御するためのシステム構築を行っている。今回は、その一環として、ガス導入系の改良を報告する。

超高真空容器中の低温の金属基板に氷を作るためには、真空容器にガス（水蒸気）を導入するためのガス導入系を用いる（図 1）。これまでの装置では、以下の過程で同位体分別が生じる。1) 液体の水が水蒸気に蒸発する過程、2) 高真空にしておいた 1000 cc 程度の容器に水蒸気を導入し多層吸着が起きる過程、3) 微量リークバルブを通す過程、4) キャピラリープレート（内径数 μm 、長さ 1 mm 程度の毛細管を束ねてプレート状にしたもの）を通す過程。これらすべての過程で、水（水蒸気）は同位体的に軽くなり、最初の水の同位体組成とは相当異なる。作製した氷の同位体組成は、最初は軽いが時間とともに重くなり、同位体組成が不均質な氷となる。

今回は、以下の 2 つの方法で同位体組成の均質な氷を作製するためにガス混合系の改良を行った（図 2）。

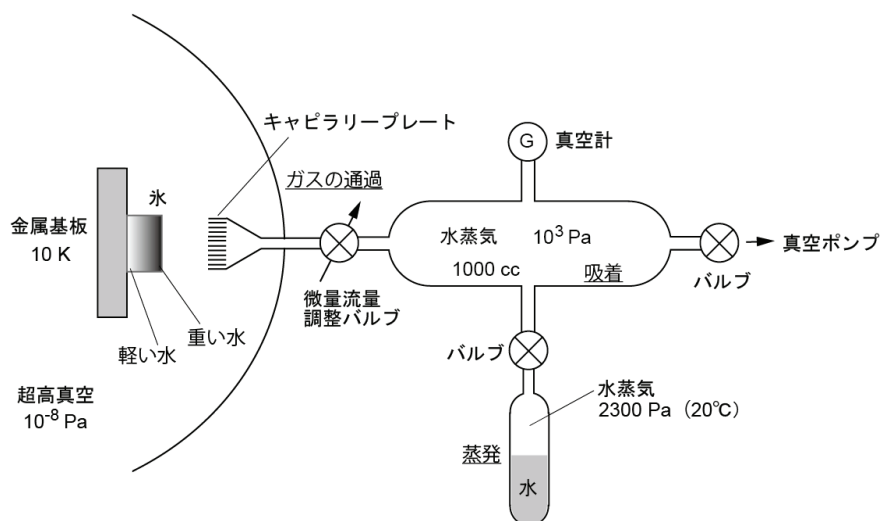


図 1 これまでのガス導入系。下線で示した箇所が同位体分別の起こる原因となる。

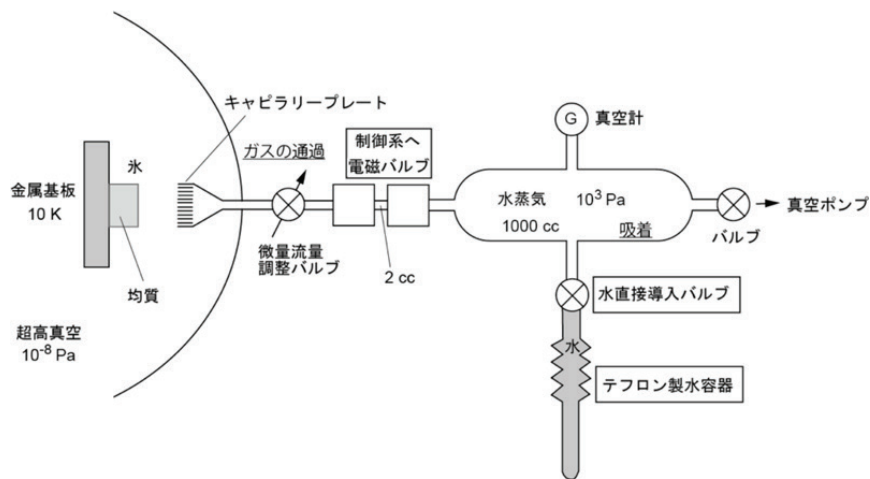


図 2 新しいガス導入系。四角で囲んだ改良部により、同位体的に均質な氷の作製が可能になる。



図 3 水容器の完成写真。

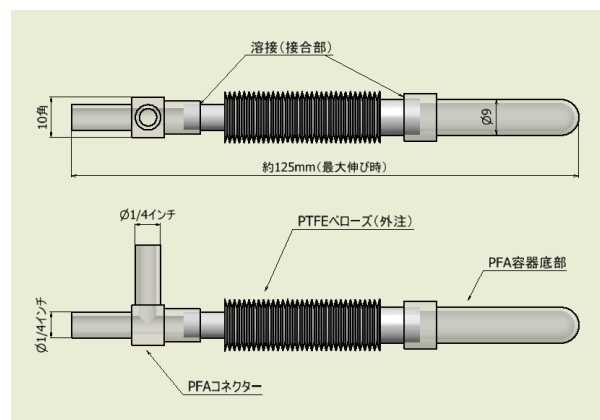


図 4 水容器の設計図。

1) の過程で、水蒸気ではなく、水を直接 1000cc 程度の容器に導入するために、水容器の水蒸気部分をなくし、分別が起こらないようにする。このためにテフロン製で容量を変化させることができる水容器を作製し、水直接導入バルブに接続することで、問題の解決を図った。

3) と 4) の過程における分別を避けることはできないので、1000 cc の容器から水蒸気を直接 3)、4) へ導入せずに、その前に 2 つの電磁弁で仕切られた 2 cc 程度の部分を通し、2 つの電磁弁の動作を制御することで、分別の起こらない氷を作製する（実際には分別が起こってしまうが、それらの影響が無視できるような氷の作り方をする）。

水容器の製作

水容器は水直接導入バルブが取り付けられ、容器自体が収縮するようベローズが設けられた形状である（図 2）。材質は PFA^{1*}と PTFE^{2*} のフッ素樹脂を加工し溶接したものである（図 3 と図 4）。

*1 四フッ化エチレン（C₂F₄）とパーフルオロアルコキシエチレンとの共重合体。

*2 四フッ化エチレン樹脂。

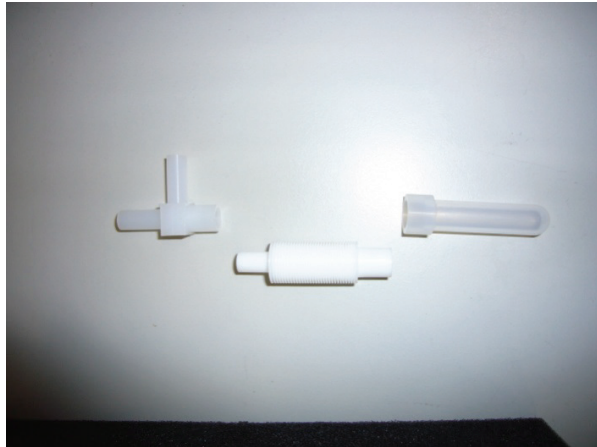


図 5 組み合わせ前の部品。



図 6 保持用治具（ジルコニウム製）。

PFA や PTFE などのフッ素樹脂の精密加工は以前にも経験があり、今回の加工に必要なとされた精密寸法仕上げ（コネクター部）、精密表面仕上げ加工（容器内の水が見える加工）の加工技術はあった。しかし、加工をした水容器の形状はこれまでの形状とは異なる。それは 1 つの材料から加工するには、製品とすることが非常に難しい形状であった。加えて、我々はベローズ加工の経験はなかった。そこで、水容器を 1 つの材料から加工するのではなく、幾つかの加工した部品を溶接して組み合わせることを検討した。PFA などのフッ素樹脂の溶接は外注により可能であった。樹脂製ベローズ加工についても、数社の企業が手掛けている。しかし、PFA 製ベローズは収縮度が小さく、今回の使用条件では使えなかった。そこで今回の使用用途に適しており、同じフッ素樹脂である PTFE を選定した（ただし、不透明で容器内に混入した気泡の有無は確認しづらい）。水容器は製作可能な 3 つのパーツを組み合わせ溶接する形状として設計した（図 5）。

容器底部は以前にも同様の形状をした容器を加工した経験があるため、その時の加工方法を用いた。しかし、容器上部のコネクターにおいて、このような形状をしたフッ素樹脂製コネクターを製作した経験がない。また精密寸法仕上げ、精密表面仕上げ加工という制約もあることから、最適な加工工程の検討と治具（図 6）の製作をおこなった。

フッ素樹脂は加工が容易だが、精密な寸法・形状維持が難しい。そこで、コネクターの加工段階に応じて 4 種類の治具をあらかじめ製作した後、検討した最適な加工方法をおこなった（図 7）。

PTFE ベローズの納品後、容器底部とコネクターの製作に取り掛った。ベローズとの接合部（溶接部：2 か所）はフッ素樹脂溶接業者の指示通り嵌めあい、溶接を委託した。

電磁バルブ制御装置の製作

図 2 の電磁バルブ部分を図 8 に示す。A および B の 2 つの電磁バルブで構成されている。この 2 つの電磁バルブを自動あるいは手動で動作させる。

真空容器のガスを、2 つのバルブ間の 2 cc 程度の空間に送り、それを別のバルブを通して別の真空容器に導入する。この際、同位体分別が起こらないようにするために、A と B のバルブをそれぞれ図 9 のように動作させる。

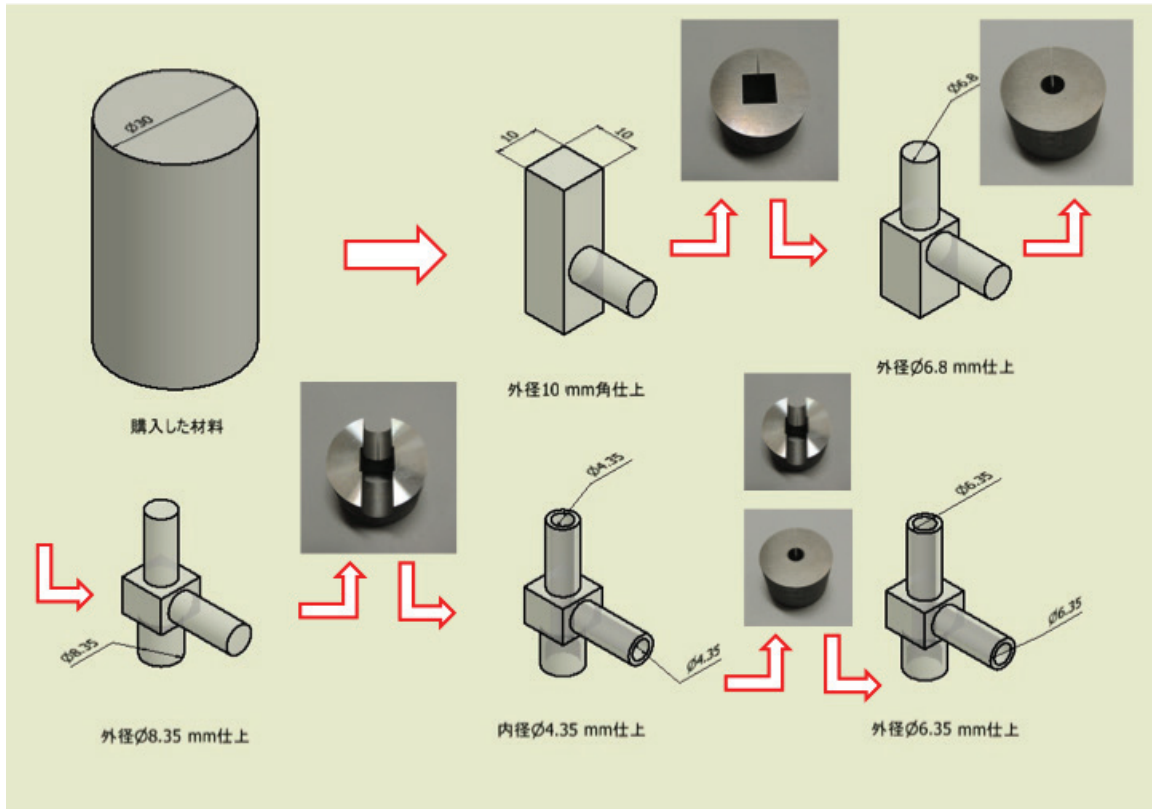


図7 コネクターの加工方法と治具の構成。

装置の仕様は以下の通りである。

1. 「manual」と「automatic」を設け、「manual」時は電磁バルブを手動で開閉する。
2. 2つの電磁バルブの動作状態を色違いランプで表示する。
3. t_1-t_4 を10秒から10時間で任意に設定可能とする。
4. 自動動作サイクルの繰り返し数 N を1から1000回まで設定可能とする。
5. 「automatic」に設定したあと、「start」スイッチを押すことで自動動作を始める。
6. N 回の繰り返しが終わった時は、両方のバルブが閉じる。
7. 「automatic」動作中から「manual」に戻した場合、バルブ開閉動作は行わず、そのままの状態を維持する。その後、手動にて開閉可能とする。
8. 現在動作中のシーケンスが t_1-t_4 のどこであるかを分かるようにする。

図9の電磁バルブ動作および仕様を満たすシーケンス制御をおこなうため、オムロン社製のタイマー4個にそれぞれ t_1-t_4 を設定した。「automatic」設定後、「start」により順次タイマーをトリガーしてゆく。1サイクルのシーケンス自動動作終了時、つまり2つ目の電磁バルブを解除した時点でカウンタをインクリメントさせ、繰り返し設定回数に達した時点で自動動作を終了させている。この場合、「reset」ランプを点灯させ、終了したことを知らせている。また動作途中で「reset」を押すと自動動作を解除し停止させている。

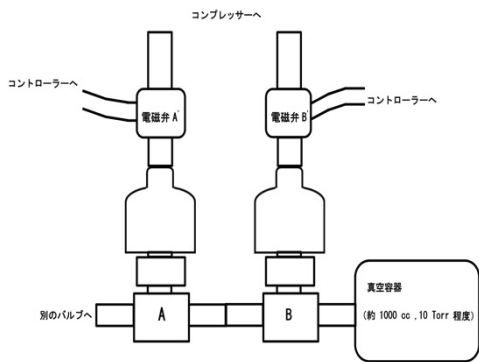


図 8 電磁バルブ。

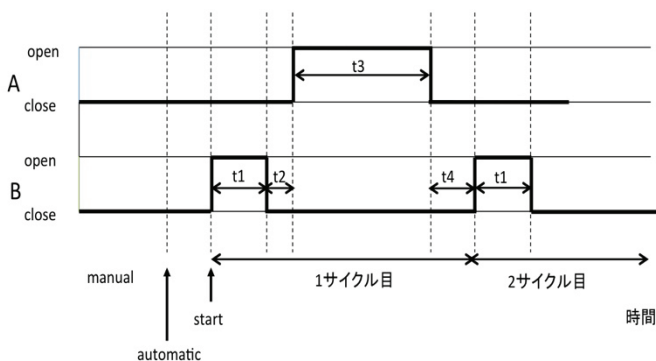


図 9 2つの電磁バルブ動作。

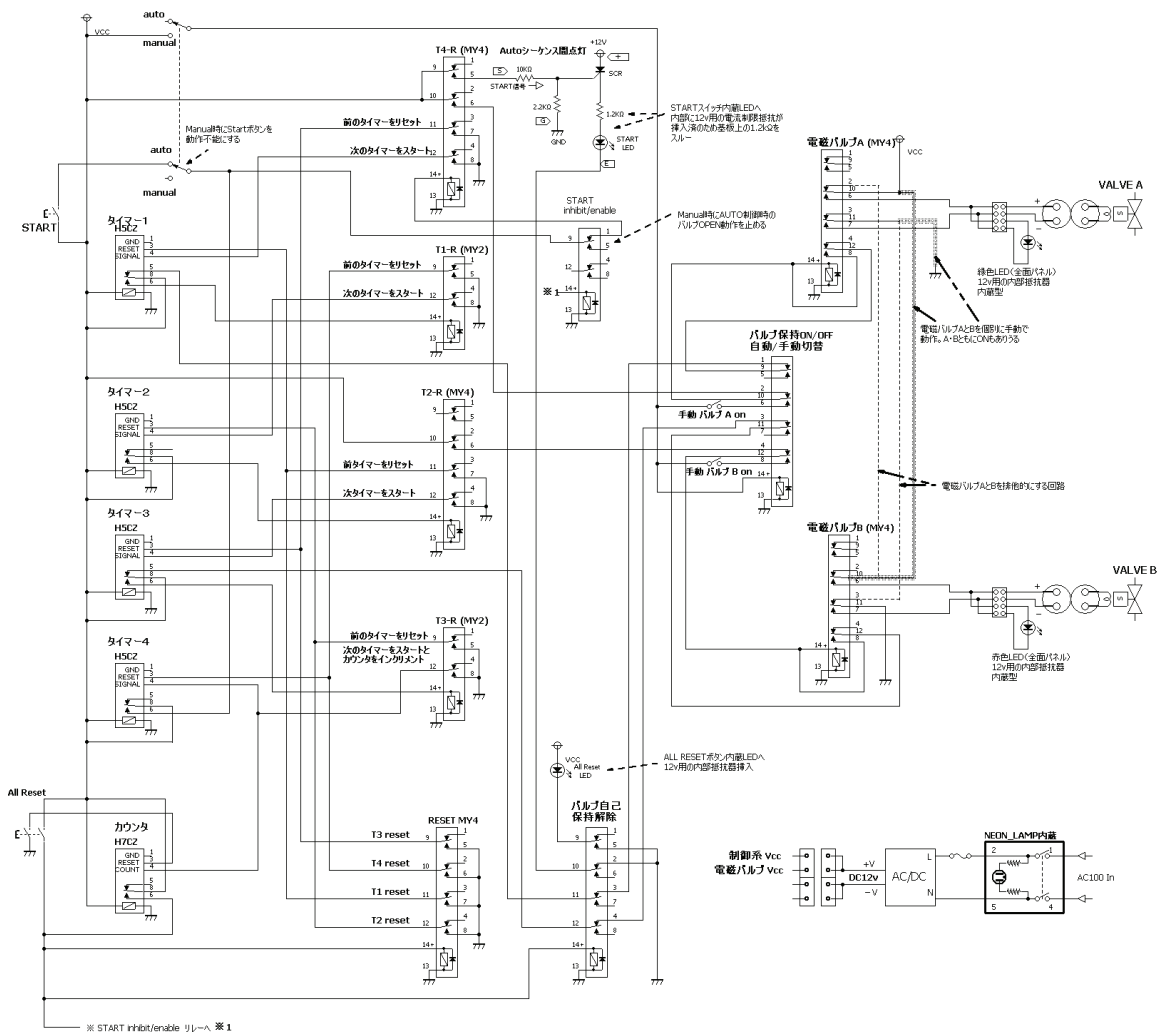


図 10 制御装置回路。

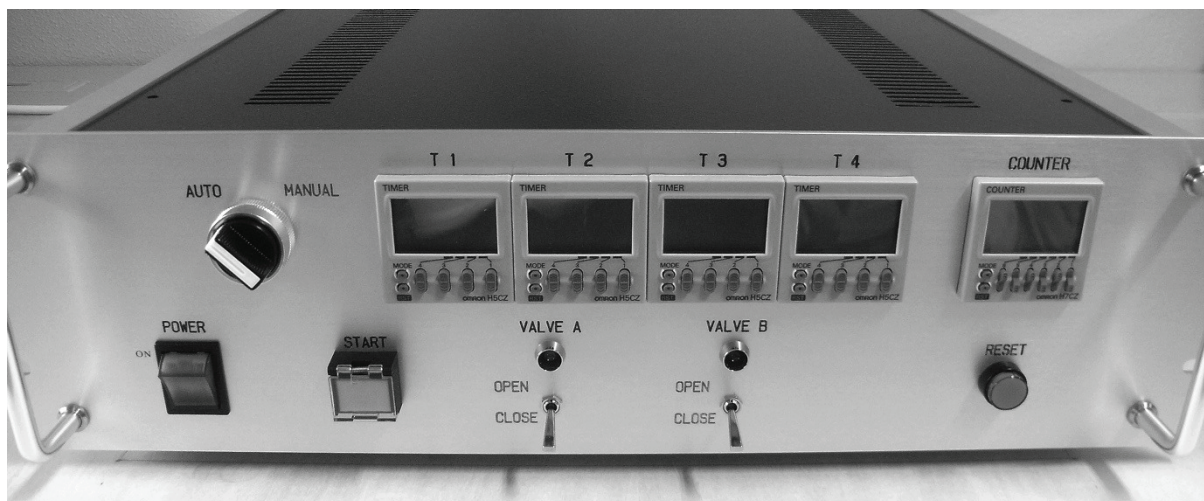


図 11 装置外観。

各タイマーからの中継や最終的な電磁バルブの駆動には MY リレーを用いている。これらの部品はレール上のソケットに装着し、部品や配線のレイアウトの自由度と故障が起きた場合の部品交換を容易にしている。また、一部回路に SCR^{3*} を使用し、「automatic」制御動作期間中は「start」スイッチを点灯させ誤操作の注意を促している。

タイマーからの出力はワンショット出力とし、後段の各リレーのソレノイド駆動を短時間に止め、最終的なバルブ駆動リレーのみを自己保持させている。バルブ駆動リレーは手動時に A、B バルブを片方ずつ、あるいは同時に動作させることが可能であるが、配線の変更により、2つのバルブの動作を相反関係にすることもできる。図 11 に完成した装置の外観を示す。

おわりに

水容器に使用したフッ素樹脂は、柔らかく変形し易く、かつ傷つきやすい。よって、加工する際、これらの欠点を補うため創意工夫された治具の製作が鍵となる。シーケンス制御回路はリレーなどによる論理回路の組み合わせが多い。個々の回路は単純なようでも、総体として複雑な動作や多種に渡る機器への制御が可能となる。そのため、仕様の異なる部品の選定にあたって、負荷となる制御対象を含めた幅広い知識が必要になる。

*3 Silicon Controlled Rectifier: シリコン制御整流子。サイリスタとも呼ぶ。