

THE HITACHI Scientific Instrument NEWS

Oct. 1959

Vo. 2 No. 4

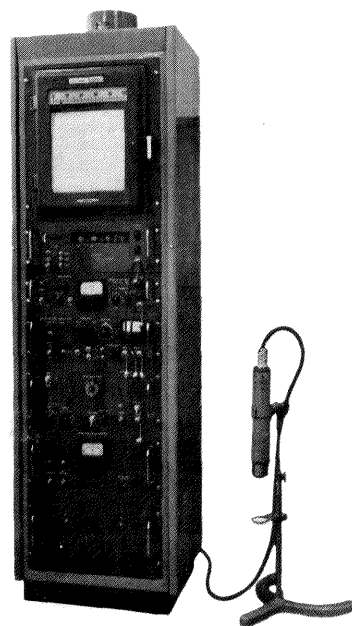
日立RDA-2形シンチレーション スペクトロメータに依る低エネ ルギ γ 線 スペクトル観測

西 脇 耕 治* 松 下 甫*

日立RDA-2形シンチレーションスペクトロメータ（シングルチャンネル）は化学分析に使用出来るようにスペクトル再現性・安定度を特に重要視して設計してある。特に比較的低いエネルギー領域に於いて優れた分析能力を持っている。この特性を調べるために次のような代表的放射性同位元素の γ 線スペクトルを観測した。第1～3図は $1\frac{1}{2}''\phi \times 1\frac{1}{2}''$ NaI (TI) シンチレータによって測定した結果である。

第1図 Co^{60} の γ 線スペクトル；これは弱線源をコリメータなしで測った結果である。この場合の測定領域は250 cpm である。固有スペクトル 1,17 MeV および 1,33 MeV の他に 0,87 MeV 附近にコンプトン散乱が現れており、また 0,18 MeV 附近にバックスキヤッタ（シンチレータ外に於ける）の山が現れている。このスペクトルで 1,17 および 1,33 MeV ピークからリニアリティを求めると偏差約 0.4 %以内である。

第2図 Cs^{137} の γ 線スペクトル；これはコリメートなしでフルスケール 25,000 cpm 領域で測定した結果である。再現性およびドリフトをチェックする目的で同一条件でスペクトル走査を反復し、また一定チャンネルに固定して計数率を記録した。 Cs^{137} の固有 γ 線 661 keV ピークと弱いコンプトン散乱（之が Co^{60} に比して低いのは固有 γ 線のエネルギーが低いためシンチレータ内に於ける光電効率が高くなっているためである）と 130 keV 附近にバックスキヤッタおよび 32 keV のX線スペクトルが現われている。このスペクトルから結論出来ることはスペクトル分解能（661 keV ピークの半値幅エネルギー値/661 keV）が約 8 %であり計数率再現性が偏差 5 %以内、またエネルギー（横軸）再現性は偏差 0.1 %以内である。なおドリフトは ± 6 %で計数率再現性の偏差と共に比較的大きい値に見えるが、これは主として Cs^{137}



日立 RDA-2形シンチレーションスペクトロメータ

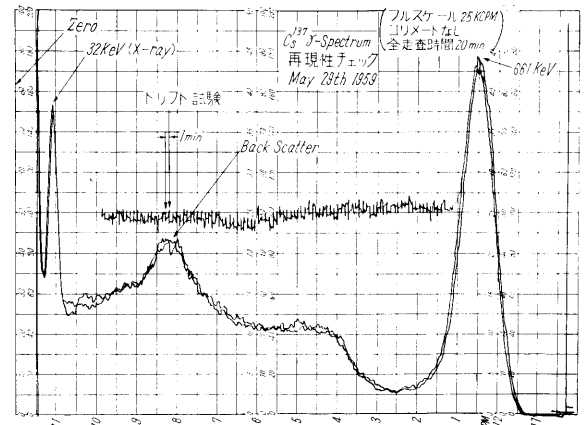
線源の γ 崩壊の統計誤差に起因している。第3図に同一スペクトルをコリメートして測定した結果を示す。この場合はバックスキヤッタが減少しているのみならず全体として計数率が低く現われている。興味あるのは前者に於てコンプトン散乱が 661 keV ピークの約 25 %の計数率を示すに比し後者は僅かに 17 %以下になっている。之はコリメートしたために前者に於て NaI (TI) の周辺部を斜に貫通してコンプトン散乱を生じていた γ 線が減って大部分垂直入射をして光電効率が高った結果と見做される。

第4図以下は低エネルギー領域のスペクトルを観測するためにX線用シンチレータ（ナショナルラヂアック製 $25\text{ mm}\phi \times 2\text{ mm}$ NaI (TI), 0,012mm Al 窓付）を使用した結果である。

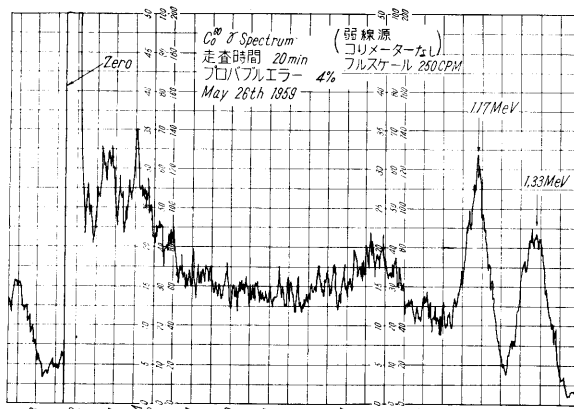
第4図 Cu-K α 線：銅ターゲットを 50 keV 陰極線で励起した特有X線を測定した結果である。この図には 8 keV のピークがノイズ反射でないことを確認するために、このX線を 0.1mmのAlでシールドした場合のスペクトルを重ねて示してある。ピークの高エネルギー側スロープは50 keV 陰極線の制動輻射である。

* 日立製作所多賀工場

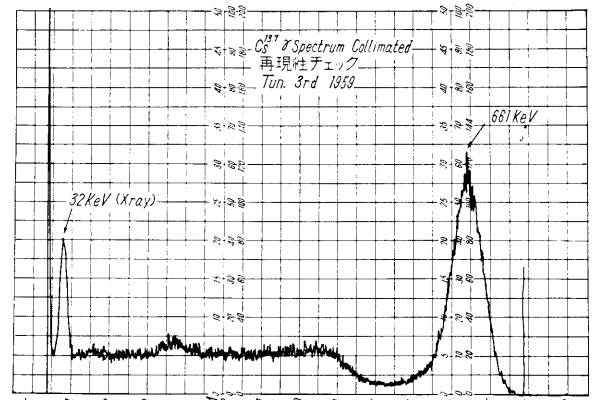
第5図 $Fe-K\alpha$ 線；鉄ターゲットを50 keV 陰極線で励起した特有 X 線 $K\alpha$ のスペクトルである。この場合は銅(Fig. 4)の場合に比しゲインを倍にしてある。0.1 mm 厚 Al で此の X 線をシールドした場合のスペクトルも示してあるが銅の場合に比して、その吸収が100%に近くなっている。第6図 $Fe^{55}-K\alpha$ 線；これは某研究所から借りた Fe^{55} 試料（水溶液）を露出して測定した結果である。右方のゲインを倍にして測ったのが左方のスペクトルである。左方下部に Fe^{55} を0.1 mm Al でシールドしたスペクトルを示してある。この比較から見てピークは低いが 5.9 keV の $Fe-K\alpha$ スペクトルは確認される。なおこのピークのエネルギー値は Cs^{137} のスペクトルからの外挿法比例計算からも確認される。但し、この場合のゲインリニアリティは0.4%以内迄成立する。



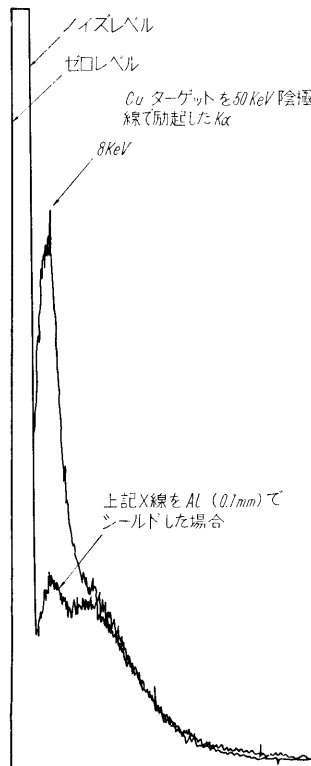
第2図 Cs^{137} - γ 線スペクトル



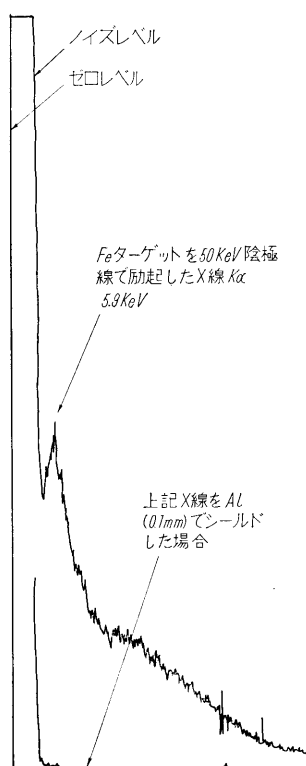
第1図 Co^{60} - γ 線スペクトル



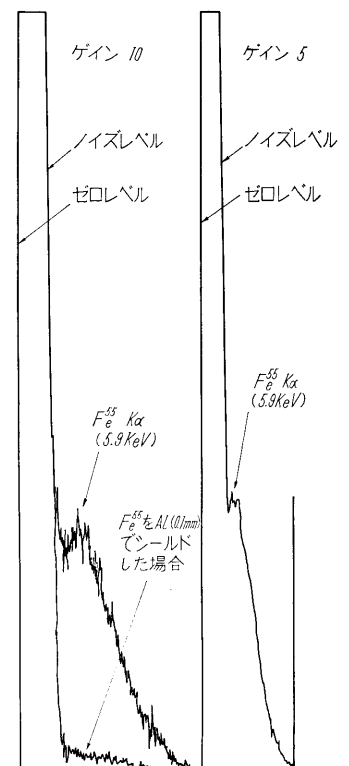
第3図 Cs^{137} - γ 線スペクトル



第4図 $Cu-K\alpha$ 線スペクトル



第5図 $Fe-K\alpha$ 線スペクトル



第6図 $Fe^{55}-K\alpha$ 線スペクトル

日立赤外顕微鏡による 顕微偏光測定例

(第1報) 吉 田 霞*

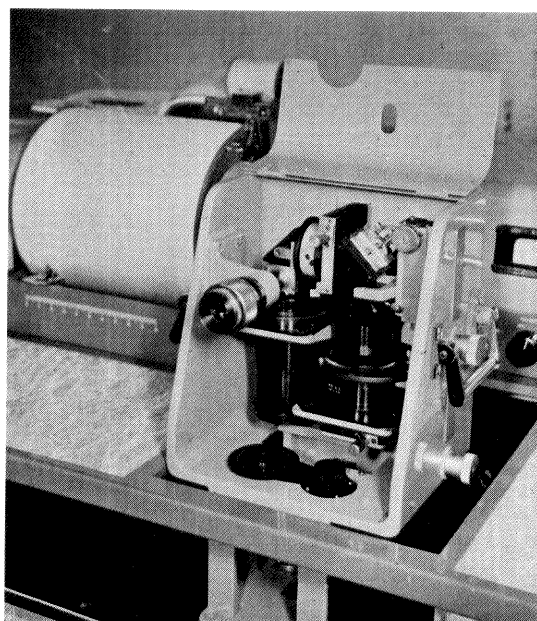
赤外偏光装置による赤外二色性の測定は配向性を有する固体試料の構造決定に重要な関係があり、最近この方面の研究が急速に発達してきた。赤外顕微鏡による微量試料の測定においても偏光装置を併用する例は非常に多く、特に単結晶の測定には偏光測定が不可欠の条件とされている。

顕微偏光測定が出来る装置としては現在 Perkin Model 85 Hirger H 800 用、日立赤外顕微鏡 IM-2P の三種がある。

この中 Perkin Model 85 は Single beam 方式であるため 100% line が複雑で吸収の解説が厄介であり、特に H_2O の吸収の多い $5.3\mu\sim 7.5\mu$ 間では正確な測定結果が得られないうらみがある。又 Hirger H 800 用装置は反射対物鏡を対に使用した完全な Double beam 方式をとっているが、構造が簡単で、試料観測用の顕微鏡を通過しない光束を遮断する絞り機構がないため数十 μ ～数百 μ の微量試料の測定には難点がある。

日立赤外顕微鏡装置 IM-2P 形は顕微偏光測定に適するようつぎの諸点が考慮されている。

- (1) 補償光路に 1 米気体セルを使用し、Double beam 方式により CO_2 , H_2O の吸収を除去している。
- (2) 倍率 200X の観察鏡により試料の形状、取付状態が観察出来る。



第1図 本体に取付けた日立赤外顕微鏡装置

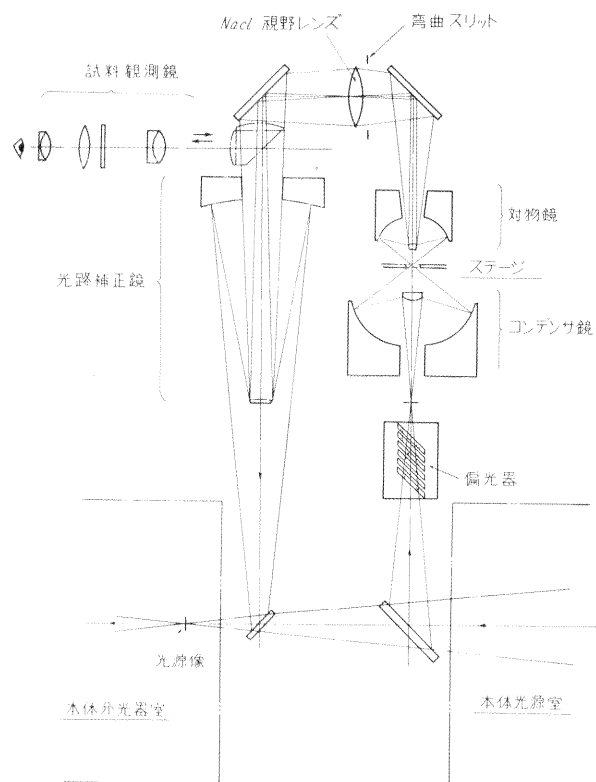
- (3) 試料を通過しない光束を遮断するため縦横2種の絞りがあり、かつ必要に応じ試料の形状と相似の紙形を作り絞りとして入れることが出来る。
- (4) 専用の偏光装置が附属している。
- (5) 偏光純度を最良に保つため偏光器の位置を試料に出来るだけ近接させている。

第2図は本装置の光学系統図である。(顕微鏡の光学系については本紙 Vol 2 No. 1に報告してあるので参照され度い) 偏光材料には塩化銀板を使用し、偏光器は入射ミラーとコンデンサー鏡の間に挿入され、レバー式にて光路に着脱され且ホルダーを回転させて偏光の角度を変えることができる。この場合の偏光器の透過率は一般の赤外偏光装置と殆んど同じで、スリットに垂直な方向では波長 10μ 附近で60%、平行な方向では30%となっており、補償光路に櫛形の光量絞りを入れて効率最大の位置をチャートの100%に合せるよう設計されている。

偏光角度を変える別法として試料台を廻して試料自体の角度を変えることも可能で、この場合は二方向の透過効率が完全に一致するので、試料面積に余裕 ($1mm\phi$ 以上) があればこの方法で測定すると試料の解説が便利である。

つぎに本装置の測定例を紹介する。

第3図は Aceto anilid の $1mm\times 1mm$ の結晶を測定したものである。試料面積に余裕があるため試料台を廻して二方向の偏光測定を行った。Aは100% line で2方向共に完全に一致している。line が全域にわたって Curve しているのは顕微鏡光学系と偏光装置の効率が波長により異なるためであるが Single beam 分光器に見られる CO_2 , H_2O の吸収は殆んど除去されている。効率は 8μ 附近で最大になっているが、これは岩塩コンデンサーレンズが 8μ で効率最大となるよう設計されているためで交換レンズにより 12μ 附近で最大にすることも可能である。Bは結晶のb軸に



第2図 光学系統図

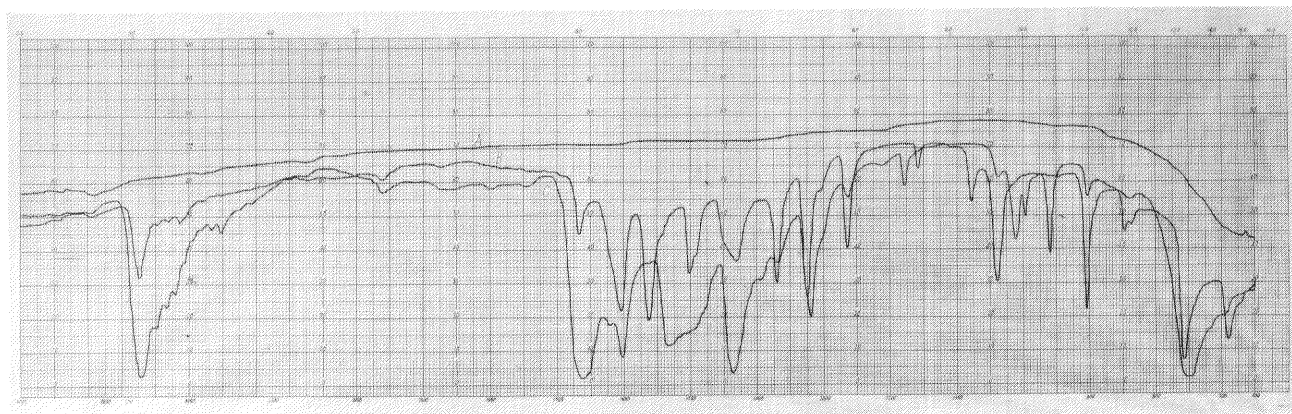
* 日立製作所多賀工場

平行な偏光に対する吸収、CはC軸に平行な偏光に対する吸収で両者の吸収の比率が極めて明瞭に判定出来る。試料は端面をセロテープに貼付け試料台に取付け記録速度は $2.5\mu\sim 15\mu$ 間約10分で測定した。

第4図は Trinormal Amine $[\text{C}_3\text{H}_7]_3\text{N}$ と I_2 の Molecular Complex (融点 68°C) で試料面積は $0.15\text{mm}\times 1\text{mm}$ のものを岩塩のデッキグラスに乗せ、偏光器を廻してスリットに垂直平行二方向の偏光を通して測定を行った。Av, Apは試料を入れない場合の垂直及平行方向の 100% line でコンデンサーレンズは 12μ

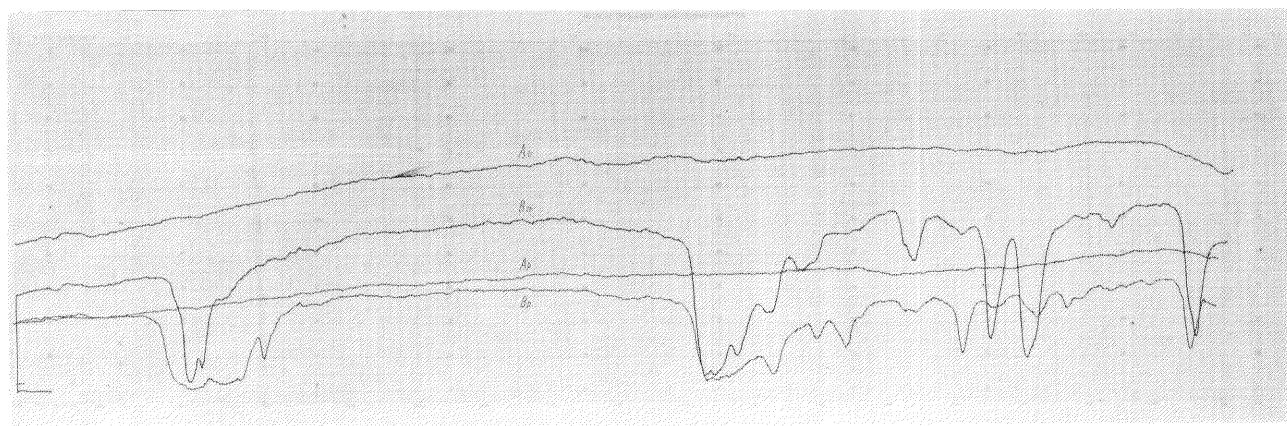
効率最大の交換レンズを使用した。補償側の光量絞りを調節すると Ap line を Av line のベースまで引き上げることが可能である。Bv, Bp は Ei 試料の Z^1 および X^1 軸に平行な振動の吸収特性で記録速度は前試料に同じである。

この測定は本装置試作品にて予備実験として行われたものであるが、その後更に 2, 3 の改良を行った完成品が市販され実用に使われているので後日機会を得て第2報に報告する予定である。なお測定に使用した試料は東大物性研田中先生より提供して載いたものである。



第3図 実 測 例 (1)

Acetoanilid
Size $1\text{mm}\times 1\text{mm}$
Prism Na Cl
Slit $500\mu/10\mu$
Speed $10\text{min}/2.5\sim 15\mu$



第4図 実 測 例 (2)

Trinormal Amine $[\text{C}_3\text{H}_7]_3\text{N} + \text{I}_2$
Size $0.15\text{mm}\times 1\text{mm}$
Prism Na Cl
Slit $350\mu/10\mu$
Speed $10\text{min}/2.5\sim 15\mu$

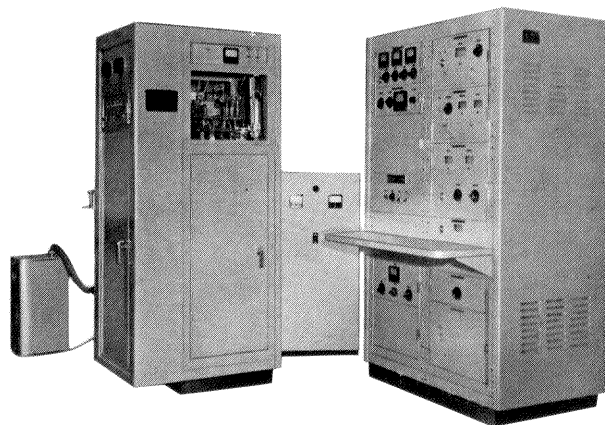
RMS-3 形質量分析計の応用

野 田 保* 大 村 一 郎**

分子量80以下の比較的簡単なガスの分析を主目的とした RMS-3 形 質量分析計を開発した。本機は冷却剤の要らないチャコールトラップを用いているが、コールドトラップとして併用もできる特殊設計になっている。イオン軌道が半径 10 cm、偏向角60度であるため、さきに開発した RMU-5 形や最近改裝したRMU-5 B 形 (20cm, 90度)、あるいは比率直読用の RMI-2 形 (15cm, 60度) よりも一段と小形である。第 1 図にその外観を示す。

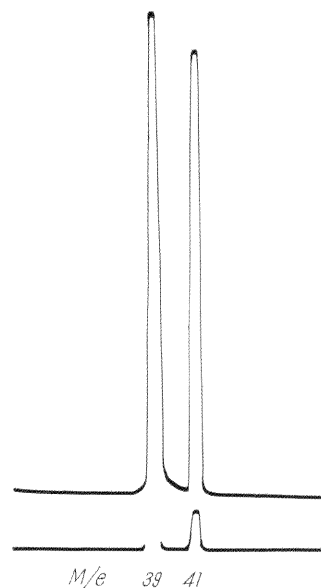
小形化すれば分解能が低くなるのは当然であるが、イオンソースや増幅器を同じ条件で使用すれば感度の点はむしろ大形機よりも有利で、特に広い分析範囲の必要としない場合はかえって使いやすい。第 2 図は記録パタンの一例で、4 成分系炭化水素の分析結果の一例を第 1 表に示した、これらは 125mm 幅の記録計による結果であり、250mm の目盛自記式のものを使用すれば更に操作性と精度を向上できることは明白である。

以上は一般分析の一例に過ぎないが、小形である点を利用して定置形のリークデテクタに応用することもできる。簡単な改裝を加えて感度を高め、プローベガスにヘリウムを用いた場合には、 1×10^{-9} mmHg l/s の洩りに相当する金属管の傷を検出することができた。



第 1 図 日立 RMS-3 形質量分析計の外観

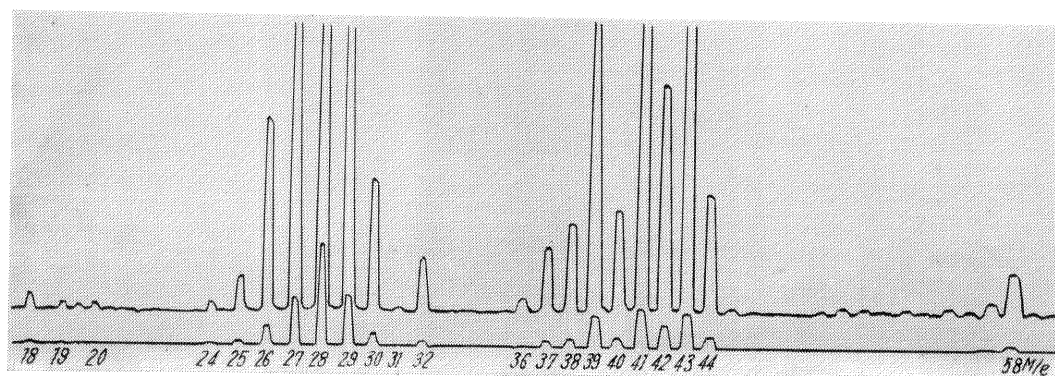
次に本機に表面電離形イオンソースを取付け、固体試料による同位体存在比の記録測定を試みた。第 3 ~ 5 図は記録パタンの若干例、第 2 表はボタンから求めた存在比である。固体分析を行う場合にはイオンソースフィラメントに毎回試料を塗りかえる必要があるから、能率よく測定するためにはバイパス排気系と予備イオンソースを準備した方がよい。これらの分析はバイパス排気系なしに毎回運転停止して真空を破ったので一日に 3 ~ 5 試料しか測れなかったが、これらの配慮を加えれば一日に 10 ~ 20 試料は楽に測定できよう。



第 3 図 カリウムの同位体

第 1 表 4 成分系炭化水素の分析例 (%)

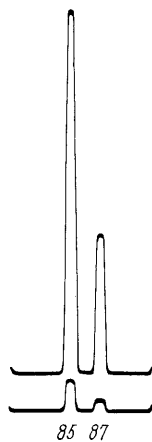
	n-ブタン	プロパン	プロピレン	エタン
分 第 1 回	14.3	25.1	25.9	34.7
析 第 2 回	14.5	24.6	26.4	34.5
値 第 3 回	14.4	25.4	25.5	34.7
平 均 値	14.4	25.0	25.9	34.6
平 均 偏 差	0.1	0.4	0.5	0.1



第 2 図 4 成分混合試料のスペクトル

* 日立製作所多賀工場

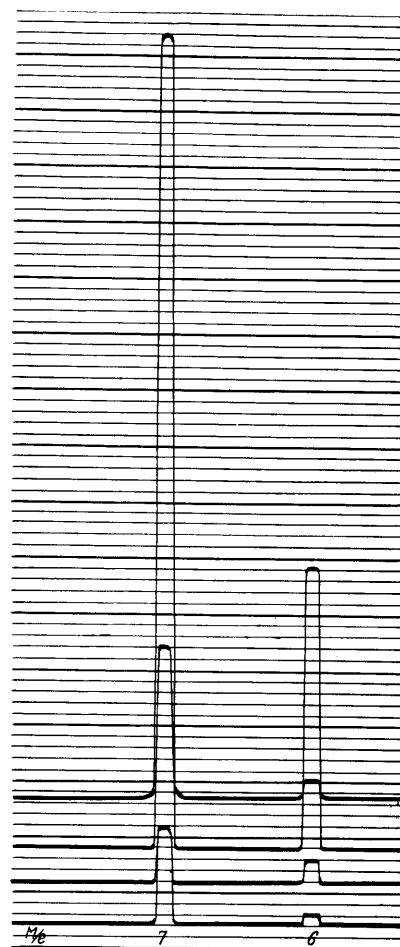
** 日立製作所中央研究所



第4図 ルビジウムの同位体

第2表 同位体存在地の測定例

$^{39}\text{K}/^{41}\text{K}$	13.55 ± 0.01
$^{85}\text{Rb}/^{87}\text{Rb}$	2.59 ± 0.01
$^7\text{Li}/^6\text{Li}$	12.15 ± 0.01



第5図 リチウムの同位体
(RMU-5 形用 250 mm 幅記録計使用)