

# THE HITACHI

# Scientific Instrument

# NEWS

JULY, 1961 Vol. 4 No. 3

## 16H形 日立高速度カメラの二現象 同時撮影装置について

和田 忠三\* 神永 制洋\*

高速度現象には機械的な動きを撮影するだけで解析できるものと、それに伴う電気的な変化量（電圧・電流の変動）、或いは歪・振動等を電気的信号に変換した変化量を同時に解析しなければ解決しないものがある。後者の場合、変化量を直接または電気的信号に変換してからブラウン管オシロに入れ、その波形をフィルム上に機械的運動の画像と同時に撮影できるようにしたものが、ここに述べるブラウン管オシロ同時撮影装置付高速度カメラである。

先づ第1図に外觀写真、第2図に内部写真を示す。顧客側の便宜を考えてこの附属装置は16Hの標準形に若干の追加工を施すことにより取付けが出来るようにしてある。

第3図は光学系の原理図である。これを説明すると、

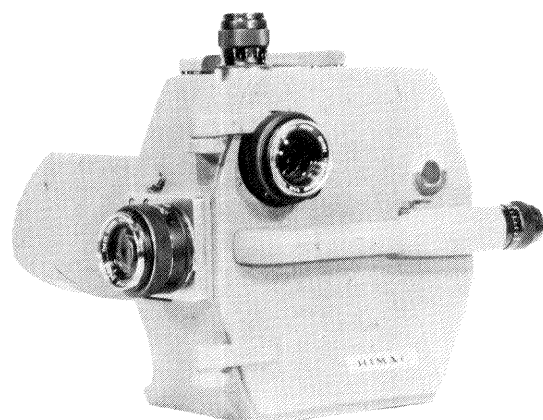
- (1) ブラウン管オシロで図の様に垂直方向に振動させられた波形から出た光は
- (2) オシロ撮影レンズを通して
- (3) 直角プリズムで、はさまれた多層膜で反射され
- (4) フィルム上に像を結ぶ
- (5) またフィルム上で反射された光は一部多層膜を透過して
- (6) リレーレンズにより
- (7) 第2実像を結び、それを
- (8) アイピースで拡大してピントを合はせる

という機構になっている。

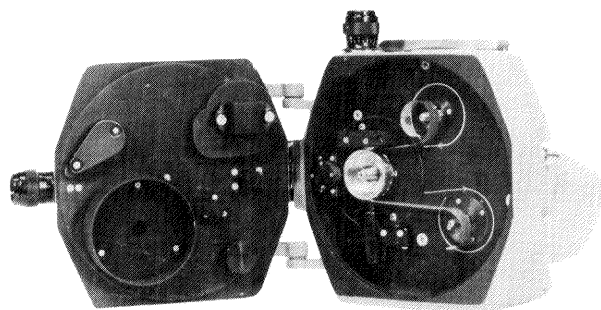
直角プリズムではさまれた多層膜について補足説明すると、これは非金属薄膜  $\text{ZnS}$ 、 $\text{MgF}_2$  を相互に蒸着したもので、カメラ距離計用補色半透鏡、干渉フィルター等にもよく使用されているものである。

膜数・膜厚を変えることにより透過・反射の割合を変えること

\* 日立工機 研究課



第1図 外 観 写 真



第2図 内 部 写 真

ができ、又吸収が始んどないので、光量の損失を少くすることができる。16H の場合には7層のものを使用し、反射/透過の割合を 8/2 に選んである。

このオシロ同時撮影装置としては、外国製のものも2・3発売されているが、その中にはフィルム裏面から露光するため、オシロの像が鮮鋭さを欠き、反射防止膜のついていないフィルムを使用しなければならないという欠点のあるものや、又ピント合せにいちいちファインダーを取りつけ、取りはずしを行うという不便のものもある。

16Hの場合には、像の鮮鋭度に関しては、フィルムの表から露光する機構を取っているから、そこなわれることはなく、又ピント合せは半透明プリズムのために、ファインダーを取り外す必要

## 分析用超遠心機の合成界面セルについて

古谷 弘\*

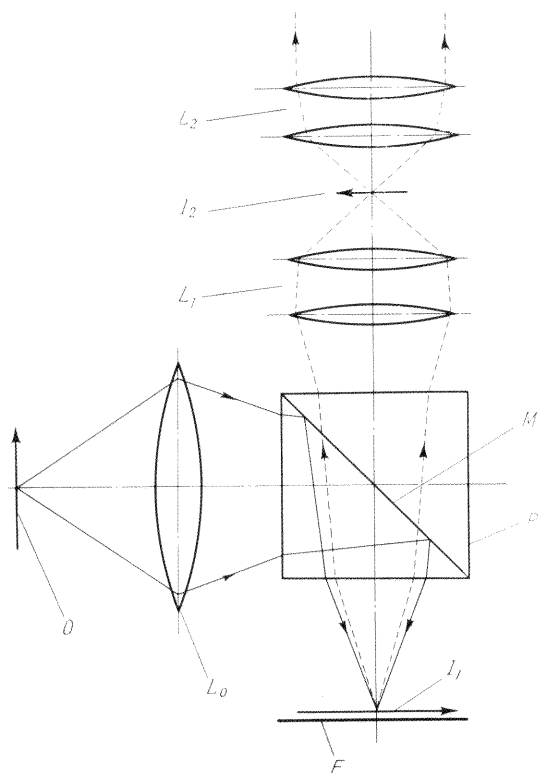
分析用超遠心機は蛋白質や高分子物質などの沈降定数を測定するものであるが、分子量が比較的小さいもの、たとえば高分子物質で分子量数万ぐらいのものや生化学物質で数百ないし数千ぐらいの分子量のものは、沈降界面測定に当り沈降速度が遅くかつ拡散の影響が大きいため一般にある程度の濃度を必要とする。従って第1図に示すような標準セル（Single Cell）を使用して低分子量物質の沈降定数の測定を行うとメニスカスより界面が分離するに長時間を要し、さらに界面が大きく広がって明確な沈降界面を得ることができない。そのためこのような低分子量物質の測定を行う場合には回転中溶液に溶媒を重ねさせ人工的に界面を形成させることができれば、明確な沈降面を得ることができ沈降定数の測定が可能となる。

このような目的に使用するため製作されたのが合成界面セルである。

第2図に合成界面セルの構造を、第3図に外観を示す。

セルの扇形窓部の一部には穴がけられており、溶液と溶媒とを別々に注入して使用する。すなわちセルを組立後横に倒し溶液を約 0.4 ml 扇形窓部に注入し、溶媒約 0.25 ml を入れたコップで穴を塞ぐ。この際コップにけられた小さな穴をセルに予め嵌め込まれたゴム栓で塞ぐよう挿入せねばならない。さらにゴムパッキングを介してキャップでコップを扇形窓部に密着させて溶液および溶媒が漏洩するのを防ぎ、ロータに挿入する。ロータに挿入後ロータを回転させると回転数が増大するにつれコップの小さい穴を塞いでいるゴム栓は遠心力方向に圧縮されるため、扇形窓とコップの間に隙が生じコップの小さい穴より溶媒がセル内に漏れ溶液に重層される。従って人工的に溶液層と溶媒層との間に界面を形成することができる。

第4図はポリビニルアルコール 0.3% 溶液の測定例であるが、第1図のような標準セルでは沈降界面の得られにくい低分子量の



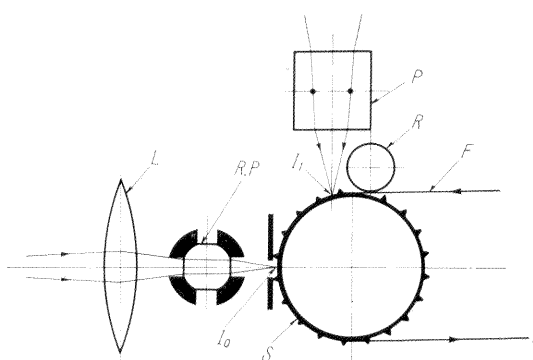
第3図 光学系原理図

- |                 |                   |
|-----------------|-------------------|
| $L_2$ : アイピース   | $L_0$ : オッシロ撮影レンズ |
| $I_2$ : 第2実像    | $M$ : 多層膜         |
| $L_1$ : リレーレンズ  | $P$ : 直角プリズム      |
| $O$ : ブラウン管オッシロ | $I_1$ : 第1実像      |
| スコープ            | $F$ : フィルム        |

がない。

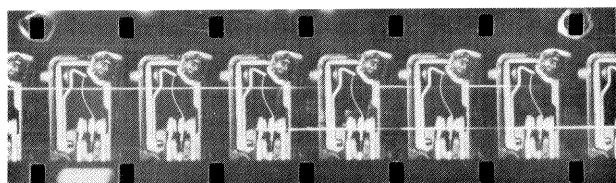
欠点としては Fastax の場合もそうであるが、フィルムの表側から露光するため駒取りされた機械的な運動と、このオシロによる電気的变化に時間的なズレが生じるということである。（第4図参照）従って解析する時に、このズレ（16Hの場合4コマ）を補正する必要がある。

最後に撮影例とその時のデータを挙げておく。



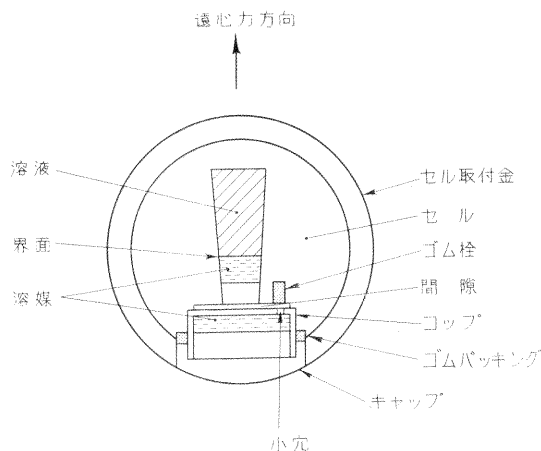
第4図 同時刻に於ける2つの像のズレ

- |               |                       |
|---------------|-----------------------|
| $L$ : 撮影レンズ   | $I_1$ : オッシロ像位置（第1実像） |
| $P$ : 直角プリズム  | $P$ : 直角プリズム          |
| $I_0$ : シン像位置 | $R$ : ローラー            |
| $S$ : スプロケット  | $F$ : フィルム            |



第5図 撮影例

- |          |                         |
|----------|-------------------------|
| 被写体      | : マイクロスイッチ接点のチャタラー      |
| 撮影速度     | : 6,000 p.p.s           |
| 絞        | : F: 4 (コマ取り用レンズ)       |
|          | : F: 2.8 (オッシロ用レンズ)     |
| フィルムの種類  | : Kodak Tri-X           |
| オッシロスコープ | : 日立シンクロスコープ TYPE V-101 |

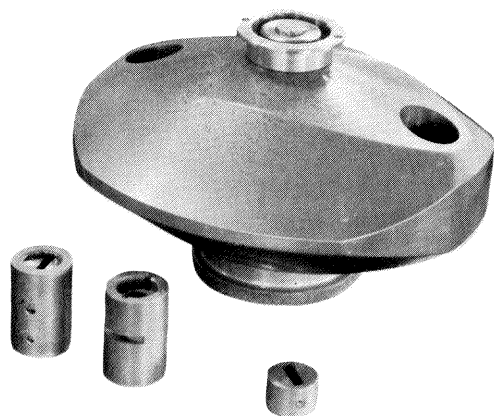


第2図 合成界面セル断面図

\* 日立製作所那珂工場

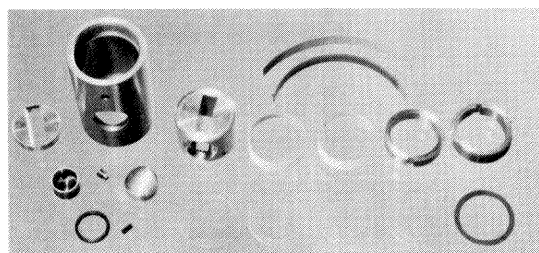
## 日立 XMA スキャンニング装置 について

渡 辺 宏\* 三 村 忠 治\*\* 岡 野 寛\*



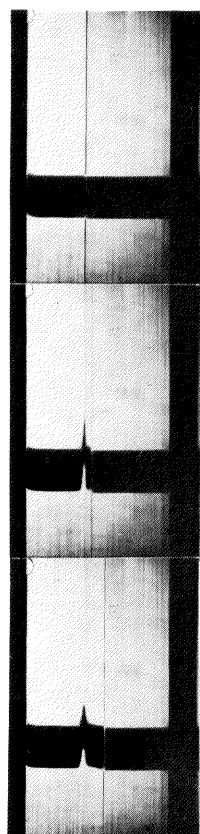
第1図 ロータ及び構準セル

ものや低濃度の試料に対して短時間に沈降定数の測定を行うことができる。なおこの合成界面セルは溶質の溶媒に対する活性度の測定などの広い応用面をもっている。



第3図 合成界面セル

遠心力方向←



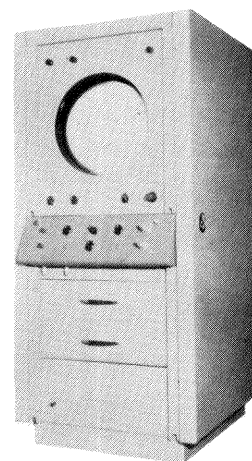
重層前  
6,020rpm

重層中  
12,290rpm

重層后  
15,590rpm

試料 PVA 0.3%溶液

第4図 合成界面セルによる界面形成



XMA スキャンニング装置外観

スキャンニングX線マイクロアナライザは、二次元的に特定元素の分布状態を分析する装置である。原理は鏡体の電子ビームとブラウン管のビームとを同期掃引しておき、同時に特定の特性X線のみを受ける様にセットした、X線分光器からの出力でブラウン管の輝度を変調し、特定元素の分布拡大像をブラウン管上に得ようというもので、像の明暗から特定元素の濃度分布を知る事ができる。

写真は本装置の外観、第1図にスキャンニング系統図を示す。スキャンニング装置は大別して、1) 鏡体中の偏向装置 2) 偏向電源 3) 観察用ブラウン管、およびこれらに附随する各種電気回路により構成されている。

静電偏向板を光学顕微鏡の反射対物鏡と試料との間の光線通路として使用されない空間に設けているため、電子線走査を行いながら、同時に光学顕微鏡で試料を観察することができる。(第1図参照) Cambridge 社の製品では、この同時使用はできず試料から放出される総X線および2次電子による、いわゆるElectron Image で光学顕微鏡の代用をしているが、Electron Image と光学顕微鏡像との対応性については疑問の点が多く、前者の如く同時に使用できることが望ましい。

本装置の主な仕様は、1) 走査時間 X: 1/50 sec、Y: 4 ~ 100 sec、2) 観察視野: 0.5 mm×0.5 mm 3) 倍率: ×200 ~ ×2,000 である。

通常像を観察する際は、残光を利用するので、静電偏向型の超残光性蛍光体のブラウン管を使用している。元素の濃度が定性的にしか判定できないため、任意の一直線上の濃度分布をレートメータを用いて、ブラウン管上にビームのふれとして表わす機能を有する。また残像を観察し乍らXY軸に適当な直流電圧を加え任意の個所へ容易に電子スポットを移動することができるので、正

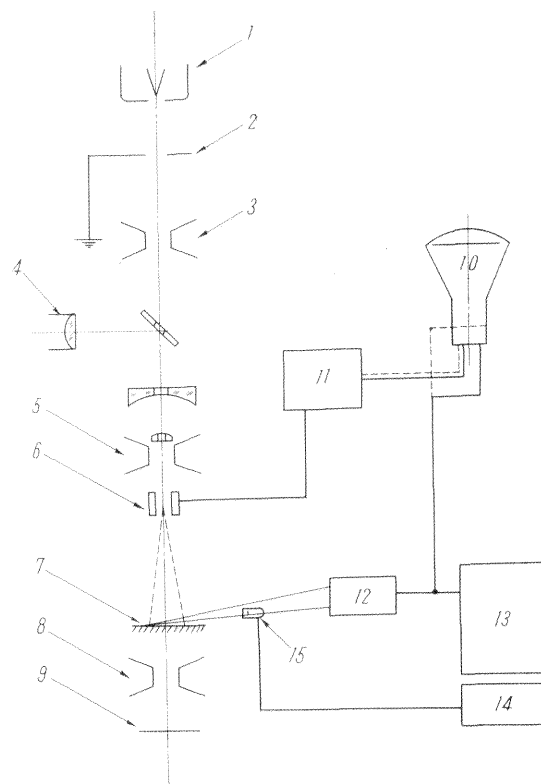
\* 日立製作所中央研究所 \*\*同那珂工場

確に場所を選んでその個所の定性定量分析を行うことが可能である。

本装置の一つの特長は、輝度変調時間調節回路により、X線の強度が不足で像のキメが荒い場合には、X線検出器からのパルス幅を適宜広げて、Image Point 1個当りの輝度変調時間をのばして像を明かるくし、観察を助けようとするもので、低含有元素の分析の際特に役立っている。

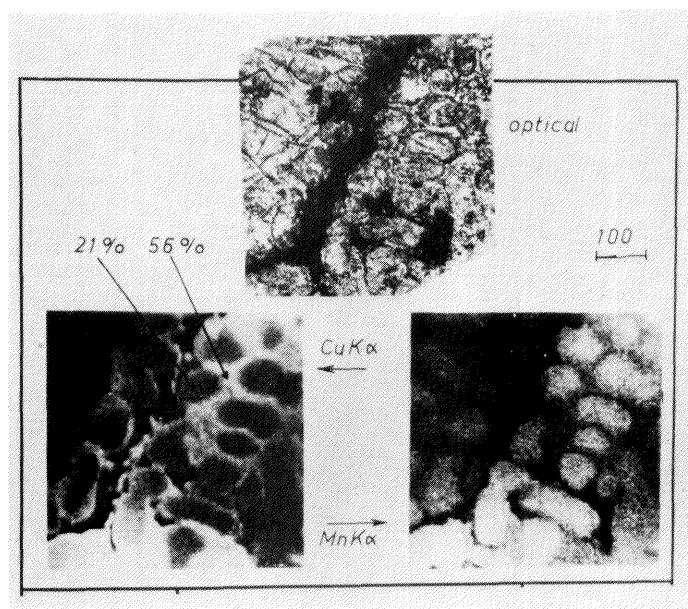
次に本装置の測定実例を示す。第2図はCu-Mn合金の試料であり、Cu、Mnの分布状態と光学顕微鏡像とを対応させたもので、粒状組織の内部にはMnが多く、外側にはCuが多い様子がみられる。粒状組織内外のCuの濃度は定量分析の結果、粒内21%、粒外56%であった。すなわち35%程度の濃度差が写真に見られる位のコントラストを生ずる。

前述した如く特定元素の分布状態と任意の一直線上の濃度分布を同時にブラウン管上に示したのが第3図の例である。試料はCu-Zn合金で、Zn析出物近傍のZnスキャンニング像と、検出物を横切るような直線(a-a')上の濃度分布(b-b'-b'')とを同時に示している。

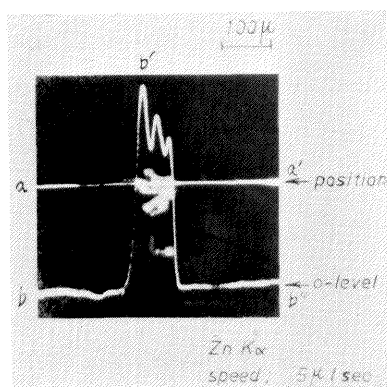


第1図 XMAスキャンニング系統図

1. 電子銃 2. 陽極 3. 第1コンデンサーレンズ 4. 光学顕微鏡 5. 第2コンデンサーレンズ 6. 偏向板 7. 試料 8. 投射レンズ 9. 蛍光板 10. デイスマスレーチューブ 11. スウィープジェネレータ 12. X線検出器 13. ペンレコーダ 14. モニタ用レコーダ 15. cdS



第2図 XMAスキャンニング装置実例写真



第3図  
試料 Cu-Zn 合金

# 放射線イオン化検知ガス クロマトグラフ

橋本武三郎\*

ガスクロマトグラフィーの発展につれて種々の考案が加えられ新形式の装置があらわれている。その中でも高感度ガスクロは重視されているものの一つである。我々はこの目的で放射線イオン化検知方式のガスクロを試作検討したのでその性能を紹介する。

放射線イオン化検知器には線源として RaD 約 0.1 mC を内蔵させてある。この量は放射性同位元素を含む装置の取扱い規定が適用されない小量であり且つ危険のないように組込まれているから一般の理化学器械と同様に扱って差支えない。線源からは主として  $\alpha$  線が放射され通過するガス分子をイオン化しそのとき流れるイオン電流を信号として取出すものである。

此の形のガスクロは一般の熱伝導形ガスクロと検知部分が異なる。分析部分の要素は同じであるが検知器に高圧を印加する安定な電源と、信号の増幅器が必要である。

第 1 図は検知回路の原理を示すものである。

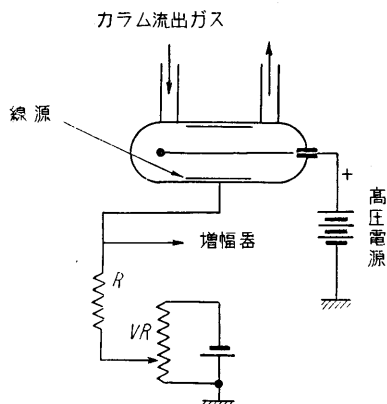
移動相は普通アルゴンガスが使用されるがその理由は、アルゴンの電離電圧 15.7 eV が有機ガスに比べて高く、且つ電離電圧 11.55 eV の準安定原子が多量に作られるので混入してくる原子を電離し易くし従って感度が高いためといわれている。次にアルゴンを移動相として試料ガスを測定したときの一般性質を略記する。

- (1) 有機ガスは一般に電離電圧が低く分子量の大きいもの程アルゴンとの差が大であり従って感度大となる。

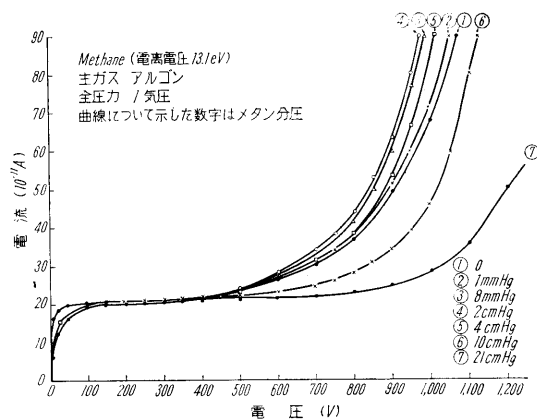
第 1 表は各種ガスの電離電圧を示す。

- (2) アルゴン中に有機ガスが混入するとき、印加電圧と電離電流との関係が第 2 図のように有機ガスの濃度が増加するとイオン電流も増加するが或濃度以上になると却って減少する。イオン電流が最大となる濃度は分子量の多い物質程小である。第 3 図は成分ガス濃度と気体増幅度の関係でこの性質を表わしている。

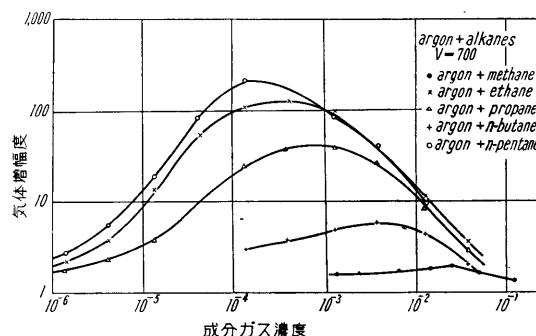
気体増幅度は印加電圧が増加したとき電離電流が増加する割合を示すものである。



第 1 図 検知回路原理図



第 2 図 アルゴン、メタン混合気体電流電圧特性



第 3 図 成分ガス濃度と気体増幅度の関係

第 1 表 アルゴン中の有機ガスの電離電圧

|            | A             | CH <sub>4</sub> | C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> | C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> | <sup>n</sup> C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> | <sup>i</sup> C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> | <sup>n</sup> C <sub>5</sub> H <sub>12</sub> | <sup>i</sup> C <sub>5</sub> H <sub>12</sub> | C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> |
|------------|---------------|-----------------|-------------------------------|-------------------------------|---------------------------------------------|---------------------------------------------|---------------------------------------------|---------------------------------------------|-------------------------------|
| 電 電<br>離 圧 | 15.7<br>11.55 | 13.1            | 11.6                          | 11.2                          | 10.8                                        | 9.9                                         | 10.55                                       | 10.1                                        | 10.5                          |

- (3) 試料が無機ガスの場合には一般に感度が低く複雑であるが測定不能ではない。水素炎イオン化検知器では無機ガスは測定できないのでこの点が大いに異なる所である。移動相に H<sub>2</sub> 等を使用すれば感度は低いが定量性良く分析することができる。

本装置による実測例を説明する。

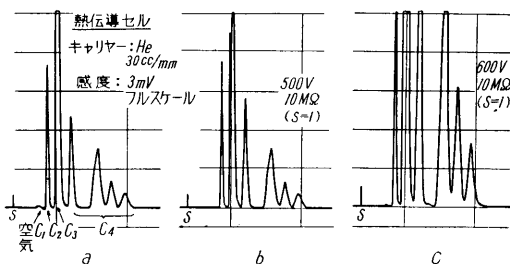
## No. 1 プロパンガス分析例

炭化水素の分析例として家庭燃料用のプロパンガスを下記条件で分析したものである。

試 料： 燃料プロパンガス 0.2 cc  
カ ラ ム： ザーメチルスホラン 3 m  
温 度： 40°C  
移 動 相： A 30 cc/min  
印加電圧： 500 V ~ 800 V  
入力抵抗： 10 MΩ  
時 定 数： 0.5 sec

左上の記録 a は熱伝導セルを取付け同一クロマト条件で最大感度の記録であり、その他は放射線イオン化検知器を取付け印加電圧を変化させたときの記録である。試料の主成分は C<sub>3</sub>, C<sub>4</sub> 成分であるが多量に入れたときには含有量の多い成分に濃度と信号が比例しない現象があらわれてくる。この記録は 0.2 cc 導入したもの

\* 日立製作所那珂工場



No. 1 プロパンガス分析例

であるがそのような記録はまだあらわれていない。炭化水素混合ガス試料は0.2cc以下で十分である。極微量成分を検出するときは多量の試料を導入する場合もあるので0.1cc、0.2cc、1cc3種の計量管を準備した。

a、e 記録のC<sub>4</sub>成分最後のピーク高さを比較すると約20倍となる。入力抵抗を切換えて増加させ、又時定数を増して雑音をおさえることによって尚数倍の信号増加が可能である。

## No. 2 ベンゼン中の不純物検出

試薬一級 (JIS K8858) を約1μl 導入したときの記録で低沸点部及びトルエンが含まれていることがわかる。ベンゼンピークは濃度大で最も高くなるべき所が逆に谷状に下りあたるか2成分の如く見えるが、微量の試料を入れて谷状の所がピークに相当することをたしかめた。この現象は放射線イオン化検知器特有のものでクロマトグラムを読むときは注意を要する。

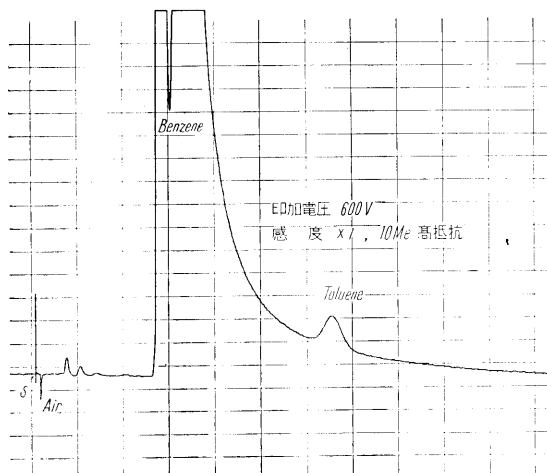
試料：ベンゼン一級 (JIS K8858) 約1μl

カラム：T.C.P. 2m

温度：80°C

移動相：A 80 cc/min

印加電圧：600V



No. 2 ベンゼン分析例

入力抵抗：10MΩ

時定数：0.5 sec

## No. 3 無機有機混合ガス分析

アルゴンを移動相としたときは電離電圧の関係で無機ガスはイオン電流が減少する方向にピークを生ずる。aは無機ガス及びメタンの混合ガスを分析した記録である。

bはヘリウムを移動相として熱伝導セルで記録させたもので熱伝導度の関係から水素が逆方向にピークを生じている。c、dは放射線イオン化検知器を使用し水素を移動相として分析したもので各成分ピークは同一側に生じている。但し試料量が多く、印加電圧は低くしてある。

此の場合定量性は良好で放射線イオン化検知器に特有な濃度が高いときに逆にイオン電流が減少するという現象がなく広い濃度範囲に亘って比例性が良い。

各記録の分析条件を第2表

## No. 3 無機有機混合ガス分析

に示す。

第2表 無機有機混合ガスの分析条件

| 記録 | 検知器     | 試料                                                                        | 試量料 cc | キャリアガス         | カラム             | 印加電圧            |
|----|---------|---------------------------------------------------------------------------|--------|----------------|-----------------|-----------------|
| a  | 放射線イオン化 | H <sub>2</sub> , O <sub>2</sub><br>N <sub>2</sub> , CH <sub>4</sub><br>CO | 1      | A              | モラレン<br>キ<br>ュブ | 600V            |
| b  | 熱伝導     | 混合ガス                                                                      | 0.2    | He             | 5 A<br>2 m      | ブリッジ電流<br>150mA |
| c  | 放射線     | プロパンガス                                                                    | 10     | H <sub>2</sub> | スクワラン<br>5 m    | 300V            |
| d  | イオン化    | プロパンガス                                                                    | 5      | H <sub>2</sub> | スクワラン<br>5 m    | 300V            |

以上放射線イオン化検知ガスクロの一般性質及び使用例を述べたが、有機ガスに対して高感度であること、操作が割合に簡単であること、無機ガスも測定可能であるという特長がある。但し試料成分濃度が高いとイオン電流が逆に減少することは欠点であるが試料量が多く移動相に水素等を使用すればこれをさけることも可能である。なおこの形の検知器の性質の詳細は次の文献に記載してあるので参考にされたい。

山根：工化誌 64, 759 (昭36-5)

Mikiya Yamane: Journal of the Physical Society of Japan, Vol. 15, No. 6, P 1076~1086, June, 1960.