

THE HITACHI

Scientific Instrument

NEWS

December, 1963 Vol. 6 No. 6

目 次

1. 高性能 HS-7 形 電子顕微鏡の試作 窪 添 守 起…………… 1
2. 日立 FIS-1 形遠赤外分光光度計のフィルタリング 岩 橋 勲・松本孝一…………… 3
3. EPU-2A 形 および 139 形 日立分光光度計の分光特性について
保田和雄・須藤健吾…………… 5
4. LP-2 形 日立アミノ酸調整装置 (KLA-2 形 アミノ酸分析計用)
宮内圭治・藤井芳雄…………… 7

高性能 HS-7 形電子顕微鏡の試作

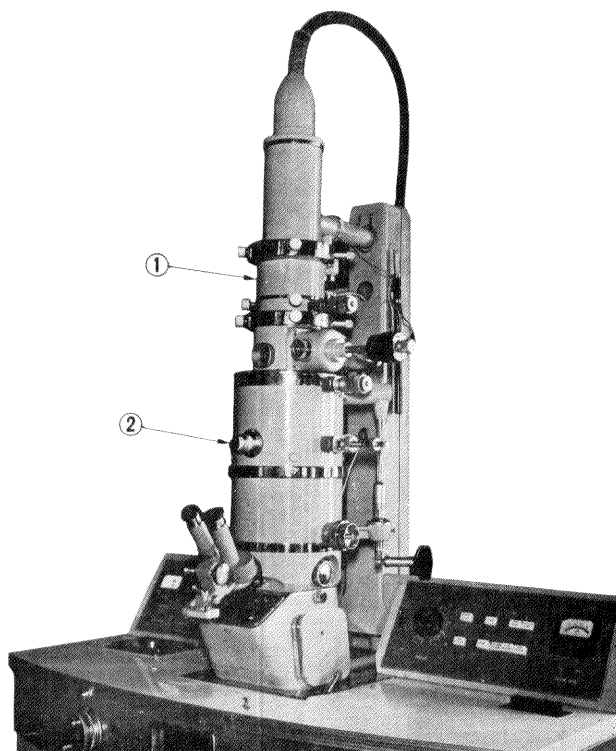
*窪 添 守 起

電子顕微鏡の性能を左右させる幾つかの要素の中でも特に重要なものが照射系と対物レンズの非点収差である。対物レンズの収差が分解能を左右させることは広く知られている。照射系の改良は多くの研究者によってなされているが、いずれも電子線のスポットサイズを小さくすることに主眼がおかれている。その一つがダブルコンデンサであり、ほかの一つはポイントカソードである。ポイントカソードはヒラメントの製作が容易でないところから、商業的に取り入れるにはなお日時を要する。今回は HS-7 形電子顕微鏡にダブルコンデンサとスチグマツールを取り入れ、どの程度まで性能が向上するかを実験した。その結果容易に 8Å の分解能を得られることが判明した。第1図は試作した高性能HS-7形電子顕微鏡の外観写真である。

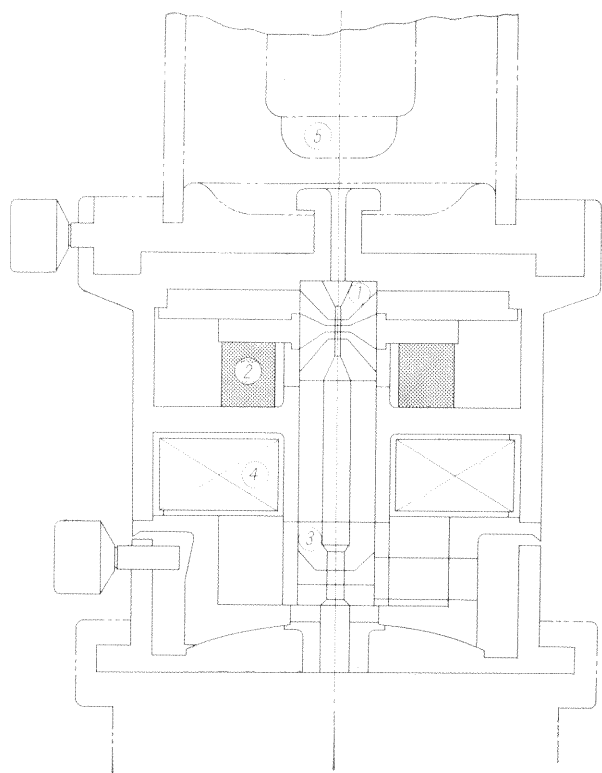
第1図 高性能 HS-7 形電子顕微鏡

① ダブルコンデンサ

② スチグマツール調整ツマミ

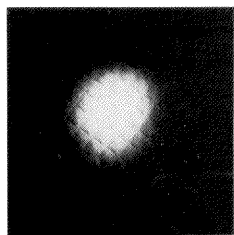


* 那珂工場理化学測器部

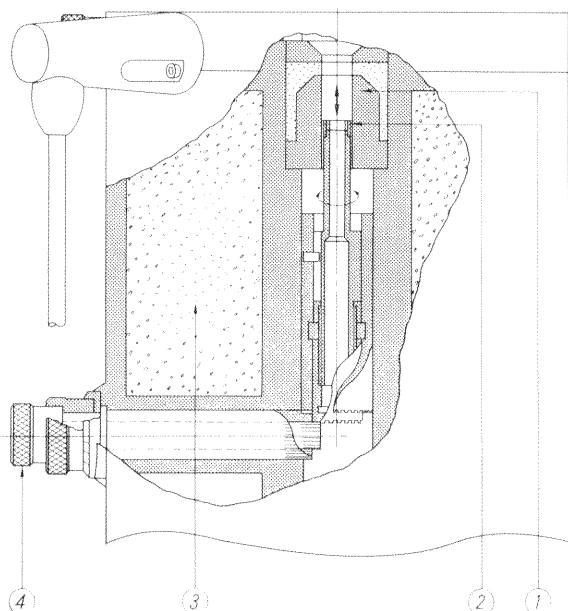


① 第1コンデンサレンズ ③ 第2コンデンサレンズ ⑤ カソード部
② 永久磁石 ④ 励磁用コイル

第2図 ダブルコンデンサ断面図



第3図 試料面上の電子線スポット
(グレーティングの間隔は $1/960 \text{ mm}$)



① 対物レンズ ③ 対物磁路
② スチグマトールチップ ④ スチグマトール調整ツマミ

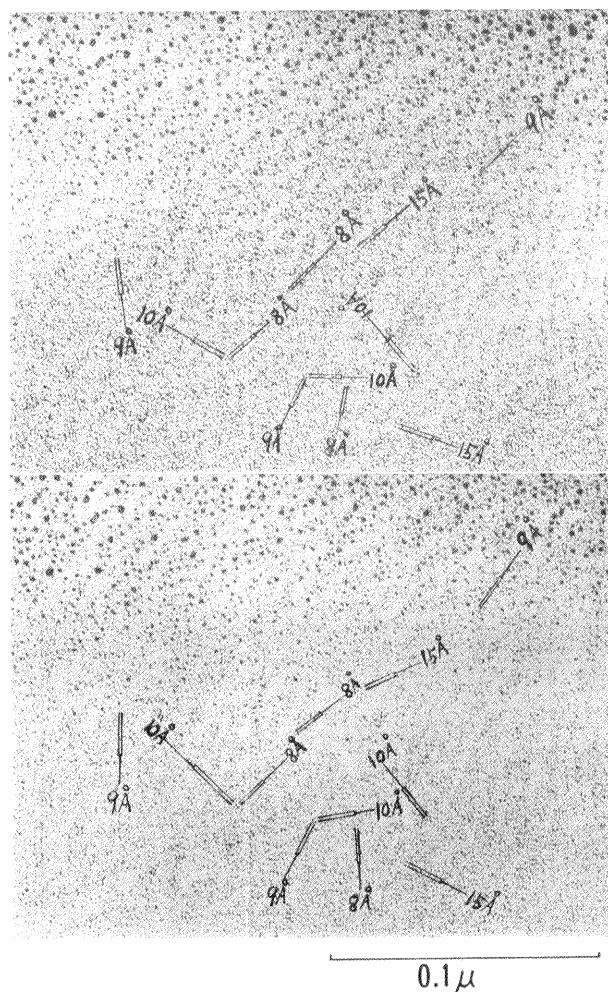
第4図 スチグマトール説明図

1. ダブルコンデンサ

第2図は試作されたダブルコンデンサの説明図である。①は第1コンデンサレンズ、②は励磁用永久磁石、③は第2コンデンサレンズ、④は励磁用コイルである。第2図で分るように第1コンデンサは永久磁石励磁を採用し、ダブルギャブレレンズによりカソード⑤によって作られるクロスオーバスポットを 10:1 に縮小するよう設計されている。第2コンデンサはコイル励磁によって大幅な明るさ調節を可能にした。これによって作られる試料上の最小スポットは第3図に示すように $4 \mu\phi$ 以下というきわめて微小なスポットである。このダブルコンデンサの特長は、第1コンデンサを永久磁石励磁としたため励磁電源が不要となったこと、全体が小型にまとまり、標準 HS-7 のシングルコンデンサと全く同じ寸法に作ってあるため互換性があること、第2コンデンサの励磁電源はシングルコンデンサのものがそのまま利用できることである。

2. スティグマトール

スティグマトールは HU-11A のものと同一機構を採用した。非点補正の原理は一对の小さな磁性体を対物レンズの磁場の中に入れ磁性体片が磁化されて作る小さな円筒レンズによって対物レンズの非点収差を補正するものである。第4図はスティグマトールの説明図である。これによって非点収差は 0.1μ 以下にも補正され、対物レンズ励磁が永久磁石でなされているという安定性の利点とあいまって高い分解能が期待できる。



Name of Specimen. Evaporated Gold Particles
Direct Mag. $\times 55,000$ Enlarged Mag. $\times 550,000$

第5図 金の蒸着粒子による分解能写真

3. 結 果

結果はきわめて良好で第5図に示すように 8 Å, 9 Å の粒子がきわめて鮮明に撮影されている。HS-7 の分解能試験に使用されている銅-フタロシアニン格子の 9.8 Å, 12.6 Å が 90% 以上の確率で撮影されることをみても照射系の改良, スティグマツールの採用がきわめて効果的であったことが結論される。

なお, 本改良は東京医科歯科大学水平教授の要請によって行なわれたものである。

第6図 銅フタロシアニン格子 $d=12.6\text{\AA}$
撮影倍率 50,000 倍



日立 FIS-1 形遠赤外分光光度計のフィルタリング

*岩 橋 勲・*松 本 孝 一

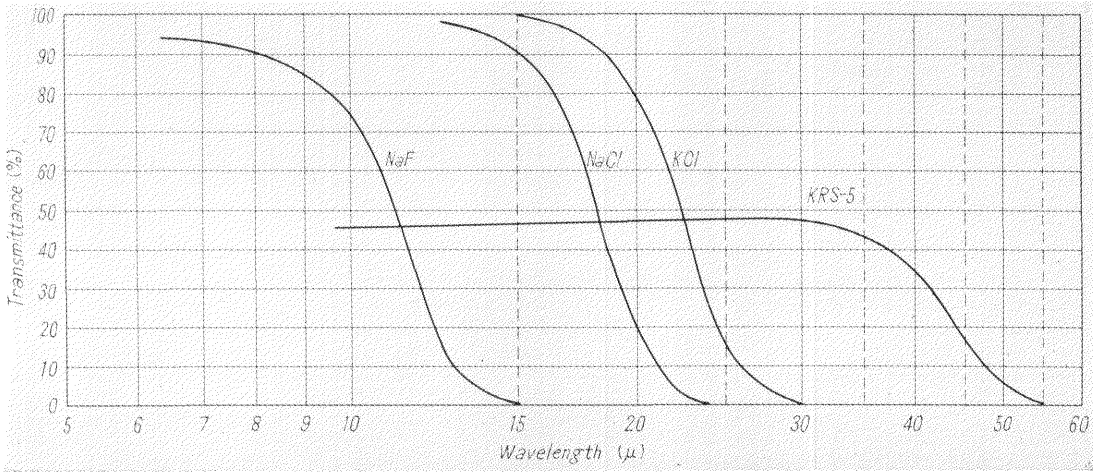
遠赤外領域では光源エネルギーの微弱なこととともに, 回折格子の特性によって生じる不要な短波長の高次回折光をいかに除去するかが重要な課題となっており, この方式の良否が分光器の性能を決定する。高次光を除去するためには一般に単一のフィルタで十分な効果が得られないので, 数種のフィルタの組み合わせが用いられている。単に不要な高次光を除去するだけならば, 数多くのフィルタを用いればよい訳であるが, 通常用いられるフィルタはどうしても所要波長光のエネルギーをも低下させるからそう多くは用いることができない。したがって, 不要高次光の除去効率がよく, かつ所要波長光のエネルギー損失の少ないフィルタの組み合わせが望まれ, この2条件を満たすフィルタリング方式が効率の高いフィルタリング法といえる。

FIS-1 形 遠赤外分光光度計では3種の回折格子 (30 l/mm, 20 l/mm および 8 l/mm の各1次光使用) で 500~60cm⁻¹ をカバーし, 不要高次光の除去には6種のレストストラレンフィルタをおのおの2個対にしてそれぞれの入射面を直交させ, かつ偏光角で入射するレストストラレン入射面直交方式を主フィルタとし, これに粗面反射鏡および透過フィルタを併用して効率の高

いフィルタリングを行なっている。この波数域別仕様を第1表に示す。

第1表 FIS-1 形 遠赤外分光光度計の波数域別仕様

波 数 領 域	レストストラレン	透過フィルタ	粗面反射鏡
500 ~ 410 cm ⁻¹	LiF	—	2枚の 800 メッシュ粗面反射鏡
410 ~ 260 "	NaF	—	"
267.5~193 "	BaF ₂	(BeO+ZnO) 粉末透過フィルタ	"
193 ~ 142.5 "	KCl	水 晶 板	"
142.5~117.5 "	KBr	(LiF+SrF ₂) 粉末透過フィルタ	"
125 ~ 60 "	TlCl	水晶板+ススフィルタ	"



第1図 透光測定に使用せる結晶の分光透過率

* 日立製作所那珂工場光装設課

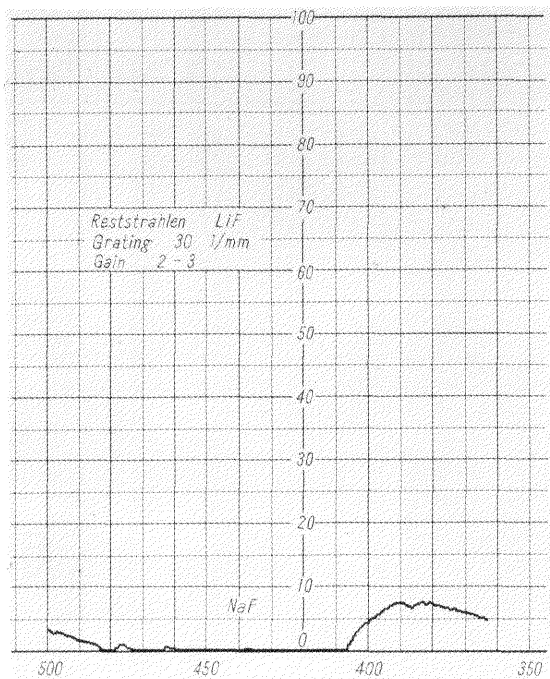
われわれは本器の迷光が全領域5%以下となることを目標にして、フィルタの選択およびそれらを用いる波数領域の選択に多くの実験検討を重ねた結果、第1表に示すフィルタリング方式が要求をみたすことを見いだした。

迷光をチェックする方式としては種々の方式が考えられるが、この領域では最も簡便で判定の容易なアルカリハライドの結晶の透過率を測定する方式を採用した。使用した結晶は厚さ5mmのNaF, NaCl, KCl および KRS-5 で、それらの分光透過率は消衰係数³⁾から算出して第1図に示すようなものである。たとえばNaFは約15 μ 以長は全く透過しないから、本器の波数領域では全く透過度を示さないはずである。実際の測定で透過度を示せばそれは15 μ 以短の高次回折光成分によるものと判別できる。また

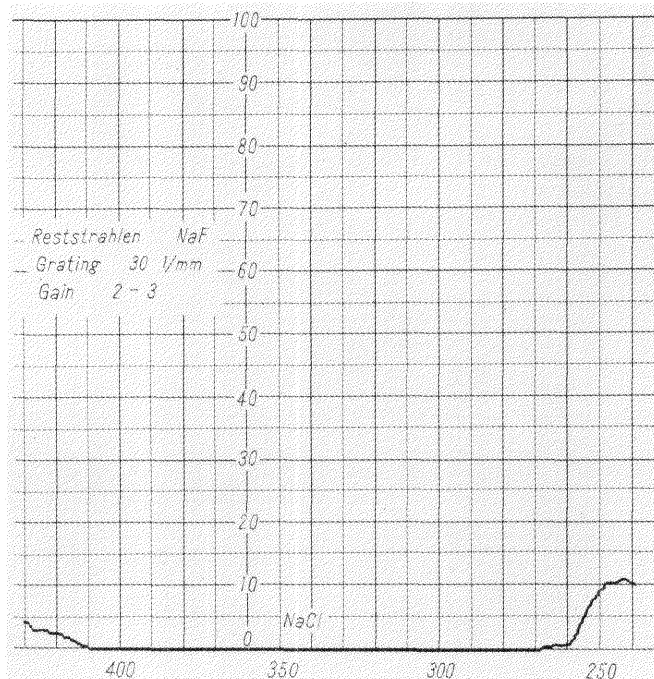
これらの結晶を適宜交換して測定すれば、迷光の大略の成分波長をも測定することができよう。波数領域によって適当な結晶による本器の迷光の測定結果を第2図a)~f)に示す。この結果から^{1) 2)}迷光は全領域5%以下であることが認められよう。前報の高分解能データおよびこの結果から本器のフィルタリング効果の高いことが確認できる。

参考文献

- 1) 岩橋, 松本, 稲葉 : S. I. News 5 No.6, 6 (1962)
- 2) " " " : 日立評論 45 第8号 28 (1963)
- 3) 中村幸雄編 コールラウシュ実験物理学 別巻
商工出版 (昭和32年)



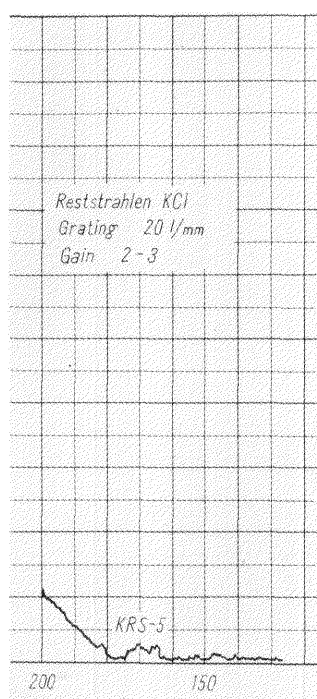
第2図(a) FIS-1形 遠赤外分光々度計の迷光
その1 LiF 領域



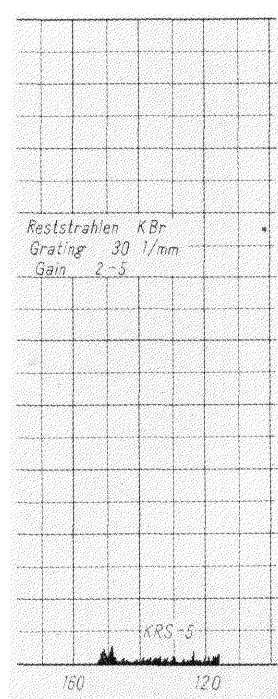
第2図(b) FIS-1形 遠赤外分光々度計の迷光
その2 NaF 領域



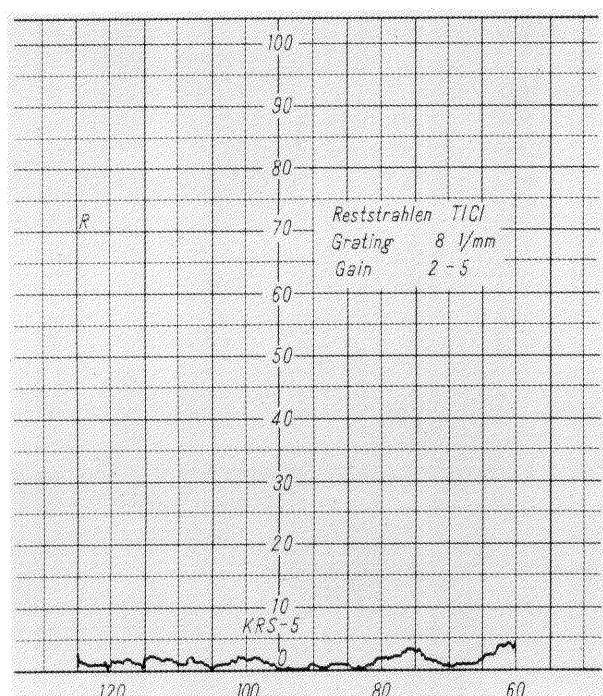
第2図(c) FIS-1形 遠赤外分光々度計の迷光
その3 BaF₂ 領域



第2図(d) FIS-1形 遠赤外分光々度計の迷光
その4 KCl 領域



第2図(e) FIS-1形 遠赤外分光々度計の迷光
その5 KBr 領域



第2図 (f) FIS-1 形 遠赤外分光光度計の透光
その6 TICI 領域

EPU-2A および 139 形 日立分光光電光度計の分光特性について

保 田 和 雄*・須 藤 健 吾**

近年蛍光，燐光，および種々な発光光源のエネルギー分布を測定することが大きな問題となってきた。

このため著者らはNational Bureau of Standardのタングステン標準ランプ (250～750 mμ) を用いて EPU-2A 分光光電光度計および 139 形分光光電光度計の紫外，可視域の分光特性を測定した。

発光エネルギーの標準とするものは (1) 式に示す黒体，輻射である。

$$\rho(\nu) = \frac{8\pi h \nu^3}{c^3} \frac{1}{e^{h\nu/kT} - 1} \quad (1)$$

$\rho(\nu)$: 輻射 Energy 密度

h : plank の定数

ν : 輻射の振動数

c : 光速

k : Boltzmann の定数

T : 絶対温度

実際の測定においては波長で求めるのが多いために (1) 式を

(2) 式のように変換し，1 mμ 当たりのエネルギーを求めた。

$$\rho(\lambda) = \frac{8\pi h}{C^3 \lambda^5} \frac{1}{e^{h/kT} - 1} \quad (2)$$

$$\rho(\lambda) = \frac{C_1}{\lambda^5} \frac{1}{e^{C_2/\lambda T} - 1} \quad (3)$$

(3) 式は温度が高く，かつ可視域から短波長のところでは，近似的に (4) 式で表わされる。

$$\rho(\lambda) = \frac{C_1}{\lambda^5} e^{-C_2/\lambda T} \quad (4)$$

$$C_1 = 1.19088 \times 10^{-12} \text{ Watt/cm}^2$$

$$C_2 = 1.4380 \text{ cm/degree}$$

この理論式である (4) 式に分光特性の一致するものに Carbon pile がある。したがって，これでもって発光エネルギーの標準とすることが望ましい。

著者らの使用した N.B.S タングステン標準ランプはこの Carbon pile を標準として測定されたものである。

第1表にこのランプの 1 mμ 当たりのエネルギーを示す。

第1表 Spectral radiance in microwatts per (steradian-nanometer of source) of Lamp U-253 operated at 35 amperes.

$\lambda, m\mu$	Lamp U-253	$\lambda, m\mu$	Lamp U-253	$\lambda, m\mu$	Lamp U-253	$\lambda, m\mu$	Lamp U-253
250	1.37×10^{-2}	300	2.54×10^{-1}	450	1.38×10	700	1.08×10^2
260	2.97×10^{-2}	320	5.72×10^{-1}	500	2.75×10	750	1.26×10^2
270	5.55×10^{-2}	350	1.58	550	4.53×10		
280	9.64×10^{-2}	370	2.77	600	6.55×10		
290	1.60×10^{-1}	400	5.64	650	8.74×10		

* 日立製作所那珂工場 ** 日立パーキンエルマー株

第 2 表

	光 電 光 度 計			
	EPU-2A		139	
Detector	phototube (PV 39)	photomultiplier (1P28)	phototube (61404)	photomultiplier (R-106)
photomultiplier 印加電圧		341 V		398 V
slit Width	0.06 mm	0.65 mm	0.25 mm	0.42
NBS Lamp 光源距離	240 mm	240 mm	450 mm	450 mm
NBS Lamp 点燈電流	35 A	35 A	35 A	35 A
絞	open	open		

この測定を行った光学系は、フィラメントの像をモノクロメータのスリット上に結像させず、第1,2図のように発散をモノクロメータに入れた。またその他の測定条件を第2表に示す。

第1表から求めた分光エネルギー値を用いて EPU-2A, 139 形分光電光度計の分光特性を求めた結果を第3図～第6図に示す。

第1図：139形装置概略図

第2図：EPU-2A形装置概略図

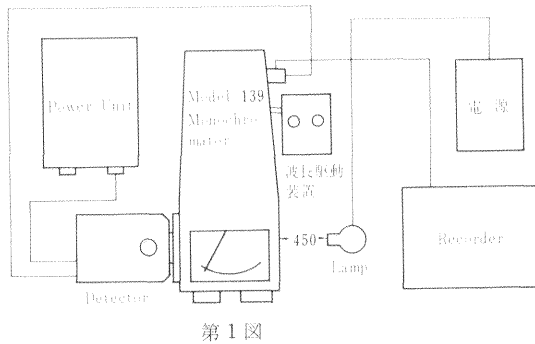
第3図：139+phototube (61404) のモノクロメータを含めた

分光特性

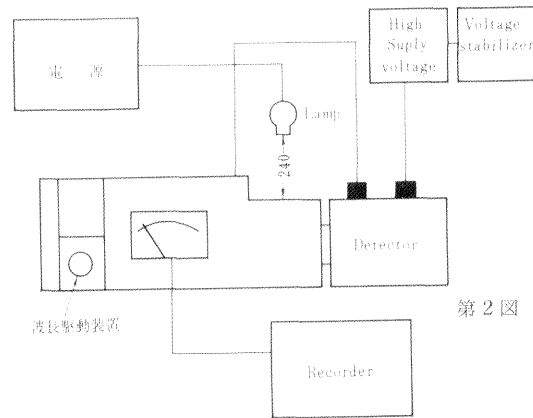
第4図：139+photomultiplier (R-106) のモノクロメータを含めた分光特性

第5図：EPU-2A phototube 使用 (PV39) のモノクロメータを含めた分光特性

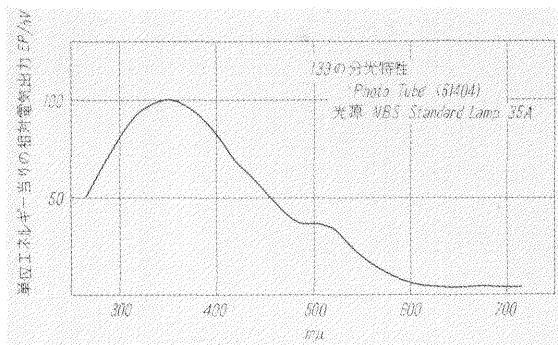
第6図：EPU-2A photomultiplier (1P28) を使用した場合のモノクロメータを含めた分光特性



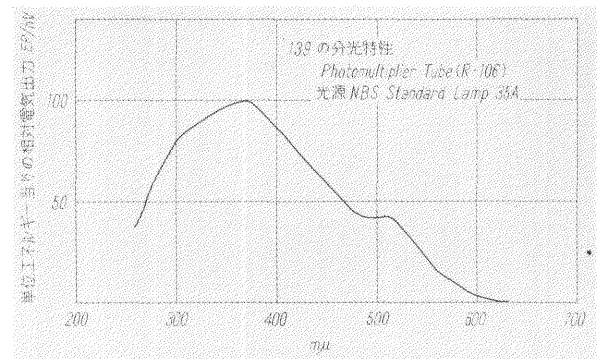
第1図



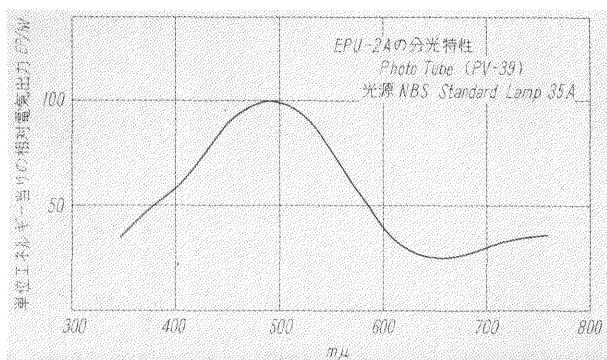
第2図



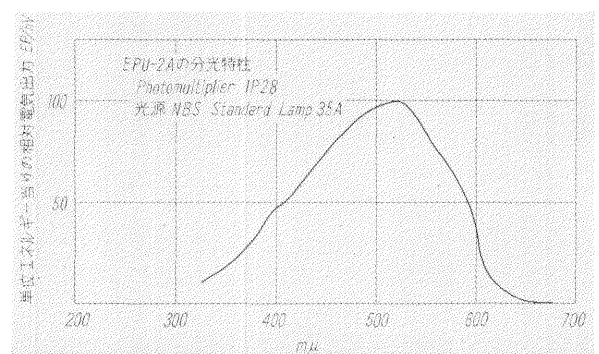
第3図 139 の 分 光 特 性



第4図 139 の 分 光 特 性



第5図 EPU-2A の 分 光 特 性



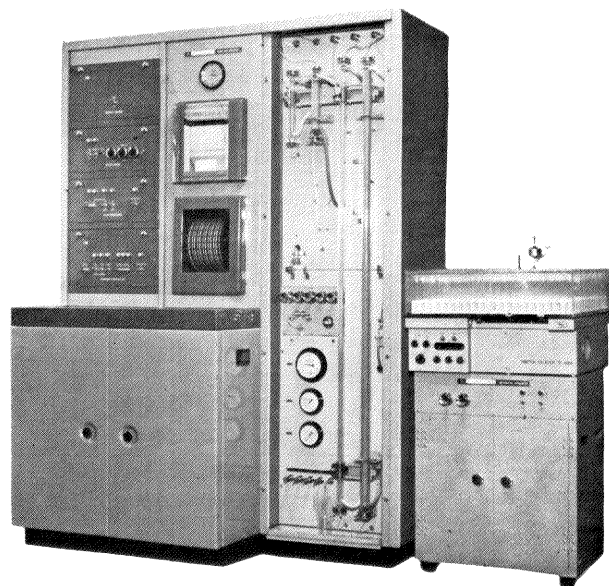
第6図 EPU-2A の 分 光 特 性

LP-2 形 日立アミノ酸調製装置 (KLA-2 形 アミノ酸分析計用)

*宮 内 圭 治・*藤 井 芳 雄

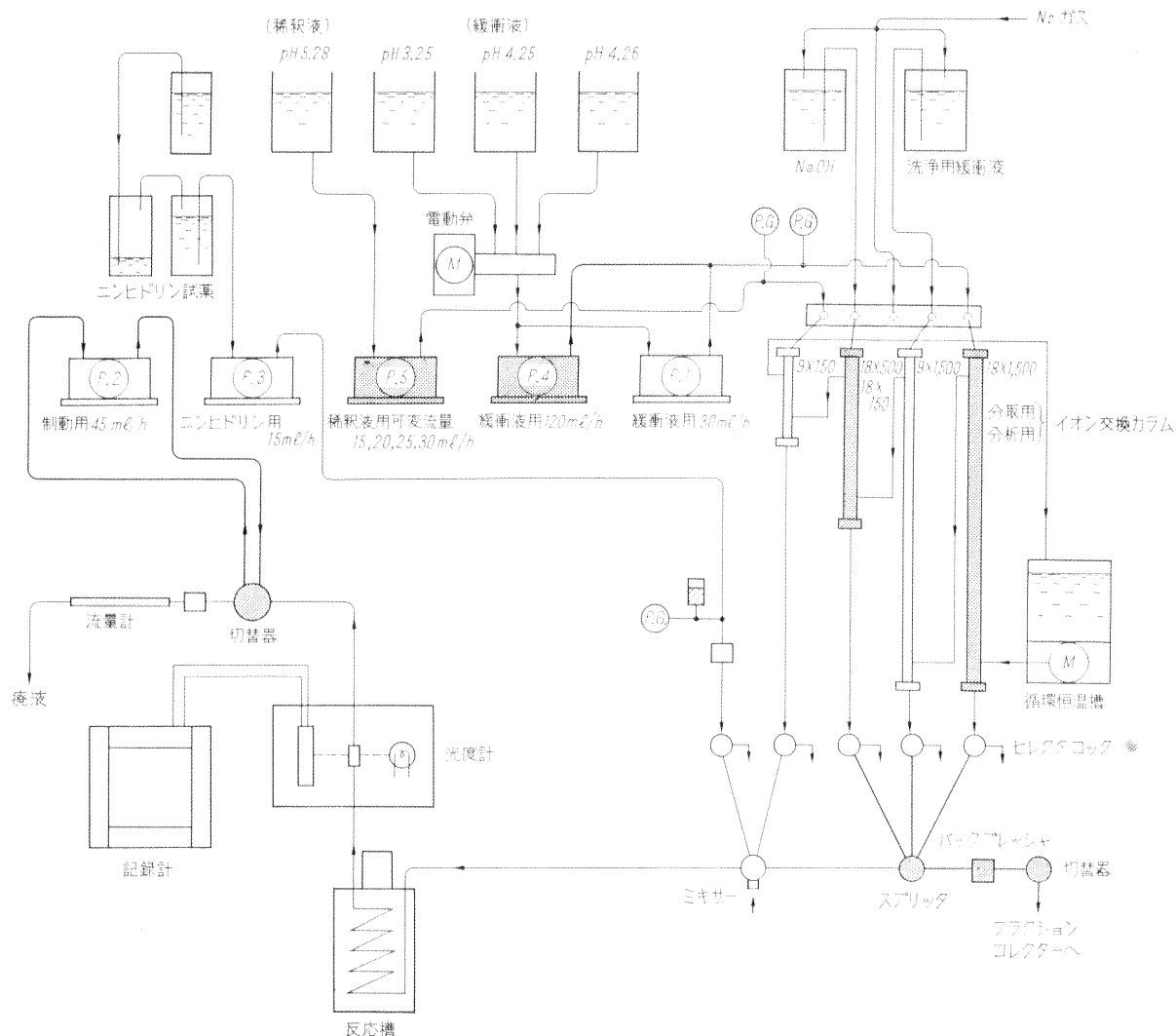
液体クロマトグラフは複雑な混合物を破壊することなく分離し得る利点があるが、液体クロマトグラフと光電比色計とを組み合わせた現在のアミノ酸分析計では比色分析のために、溶出液にニンヒドリン試薬を混合し発色させているので、単離成分の回収はほとんど不可能である。アミノ酸分析計に液体クロマトグラフの特質を十分にもたせるには単離成分の破壊を伴わない検出方法、または溶出液を二分する方法などの適用が考えられる。後者の方法はすでにいくつかの実験例があるが、連続流動方式のアミノ酸分析計に分析精度の低下を招くことなく実施するのはきわめて困難であった。

LP-2 形アミノ酸調製装置はこの困難な溶出液の二分割に成功して、製品化された装置である。本装置を KLA-2 形アミノ酸



第1図 LP-2 形 アミノ酸調整装置

(KLA-2 フラクションコレクターと組み合わせたところ)



第2図 配管系統図 (LP-2+KLA-2)

分析計に装着すればカラムからの溶出液は連続的に二分され、一部は分析系に、残余はフラクションコレクターに分取りすることができる。したがって、分析と同時にアミノ酸、およびアミノ酸類縁物質の単離精製が可能になるので、クロマトグラムにあらわれた未知成分の同定または特定アミノ酸の大量調製などが便利に行なえるようになる。

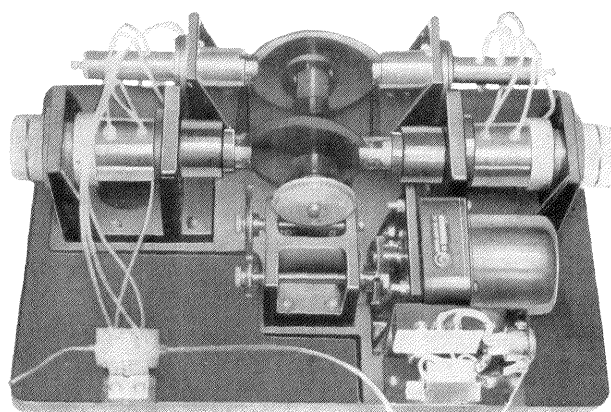
第1図は LP-2 形アミノ酸調製装置と KLA-2 形アミノ酸分析計とを組み合わせた外観写真で、調製装置上部のフラクションコレクターは本装置との併用に適する特殊付属品である。

本調製装置を KLA-2 に装着したときの流路は第2図のようになる。ポンプ4およびポンプ5が新たに追加され、ミキサー、切換器、スプリッター、バックプレッシャーバルブなどの流路部品が取り付けられる。またカラムは分離容量の大きな調製カラムと交換する。フラクションコレクターは市販のものを利用することができるが、分析の記録と同期させることのできる FS-400AH 形フラクションコレクターが新しく設計された。

分割の原理は、第2図に示されるように、定量ポンプ4台の組み合わせによる連続分割方式を採っている。

調製カラムからでた溶出液の1部は、ミキサーにおいて発色試薬および希釈液を添加された後、反応槽において100℃、15分間加熱発色し、光度計において測定され制御ポンプ5を通して放出される。この放出流量は45 ml/hr 一定に制御されているので残余の溶出液はスプリッターから分割されてフラクションコレクターに分取りされる。したがって、ポンプ3、4、5の総和からポンプ2の流量を差し引いた量がフラクションコレクターに分集されることになり、分割比は、ポンプ5の流量を変えることによって任意に選定できることになる。第1表に分割比の一覧を示す。

このような分割比の適宜選択を行なうには流量可変形のポンプを要し、かつポンプ流量の安定性は分析専用の場合と同等、もしくはそれ以上の高性能を要求される。そのために、特に新たに流



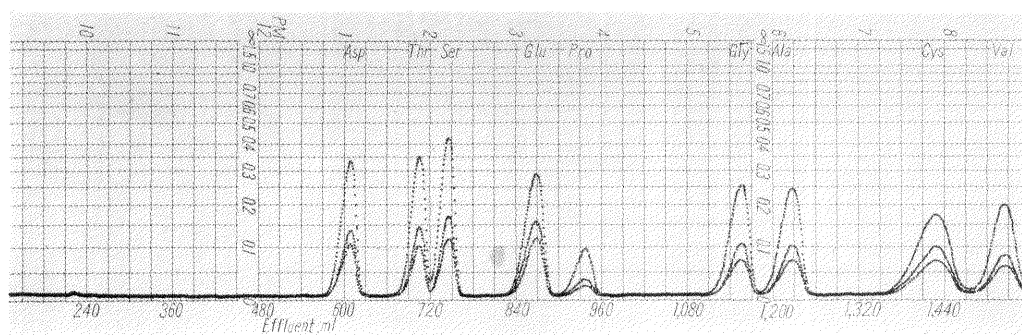
第3図 流量可変ポンプ

量可変形定量ポンプが開発された。第3図にその外観を示す。

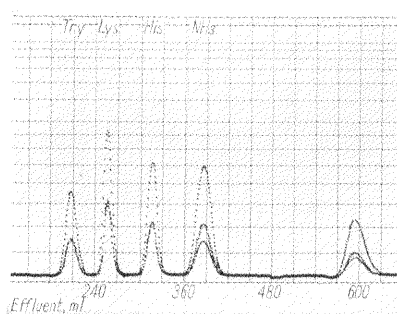
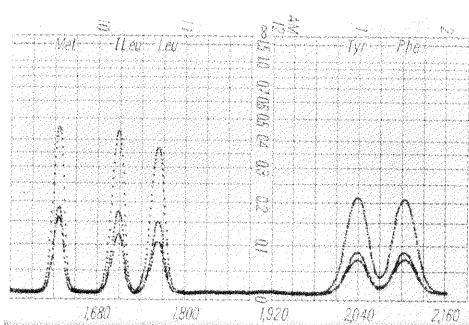
調製用カラムは内径18 mm になっており、ポンプ4によって120 ml/hr で緩衝液が送られる。試料添加量は12 μ mole 付近まで可能であり、希釈液として pH 5.28 の緩衝液が15 cm カラムを通して送られ、反応条件を分析専用の場合と変わらないようにしたため、分析精度はほとんど低下することがない。操作法も分析操作のみの場合と全く同様になる。

第4図は本装置を使用し、標準試料各12 μ mole を添加して、分析と同時に、アミノ酸の調製を行なった場合の分析チャートである。分割比を1/12に選んであるのでチャート上には各アミノ酸1 μ mole に相当するピークが画かれている。

第5図はフラクションコレクターに分取りされたものを手法により発色させ記録したものである。

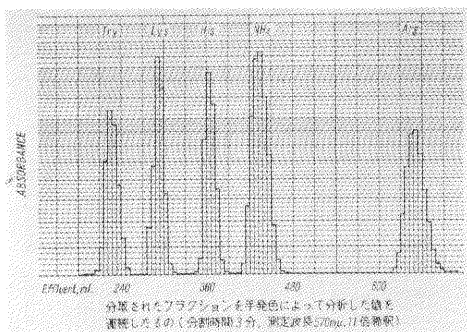


18 ϕ $\times$ 1,500 mm column

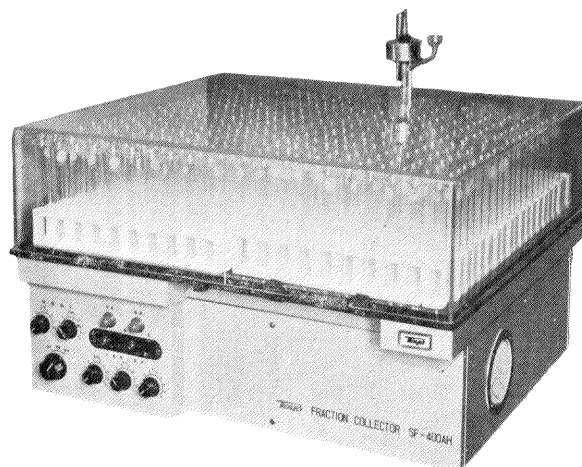


18 ϕ $\times$ 150 mm column

第4図



第5図



第6図 フラクションコレクタ

第1表 分割比表

分割比	P 4 緩 衝 液	P 3 ニンヒドリン	P 5 希 釈 液	P 2 制 御 ポ ンプ	フラクシオン 流 量
$\frac{1}{4}$	120 ml/h	15 ml/h	0 ml/h	45 ml/h	90 ml/h
$\frac{1}{8}$	120 "	15 "	15 "	45 "	105 "
$\frac{1}{12}$	120 "	15 "	20 "	45 "	110 "
$\frac{1}{24}$	120 "	15 "	25 "	45 "	115 "

特 長

1. 日立定量ポンプの組み合わせによる連続分割方式を採用しているので、安定した分割比が得られる。
2. 分割比の選定は希釈液用流量可変ポンプにより簡単に行なえ使用目的に応じた任意の分割比で調製分取りすることができる。
3. 比色分析系統における分析条件は K L A-2 形アミノ酸分析計の条件を確実に維持するようになっているから調製分取しても分析側の分析精度が低下することがない。
4. 細分割が可能のように試験管本数 400 本の専用フラクシオンコレクタ S F-400 A H が特別付属品として用意されている。

LP-2 形 アミノ酸調製装置標準仕様

1. 分割方式 定量ポンプの組み合わせによる連続分割方式
2. 分割比 $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{8}$, $\frac{1}{12}$, $\frac{1}{24}$
3. 調製カラム 内径 18 mm × 1,500 mm 1 本
" × 500 mm 1 本
" × 150 mm 1 本

4. 定量ポンプ 緩衝液用ポンプ 120 ml/hr .1 台
希釈液用ポンプ 流量可変形 1 台
5. 架台寸法 高さ×幅×奥行 700×550×400 mm
6. 重 量 約 80 kg
7. 電 源 100 V A C. 50～または60～

- 注) 1. 制御用ポンプとして、K L A-2 のポンプ (P2) が用いられる。
2. 本装置用専用フラクシオンコレクタ S F-400 A H が用意されている。

特別付属品専用フラクシオンコレクタ仕様

1. 形 式 F S-400 A H
2. 分割本数 400 本
3. 分割方式 シンクロモータによる時間分割方式
4. 時間設定 0～8 分 (30 秒間隔)
5. 寸 法 高さ×幅×奥行 300×580×580 mm
6. 重 量 約 20 kg
7. 電 源 100 V A C. 50～ または 60～

株 式 會 社
日 立 製 作 所

本 社	電 話	電 信 略 号
(新 丸 ビ ル) 東京都千代田区丸の内1丁目4番地	東京 (212) 1111 (大代)	トウキョウ」ヒ タ チ
(第3大手町ビル) 東京都千代田区大手町2丁目8番地	東京 (270) 2111 (大代)	トウキョウ」ヒ タ チ
(新大手町ビル) 東京都千代田区大手町2丁目4番地	東京 (211) 1411 (大代)	トウキョウ」ヒ タ チ

営業所 東京, 大阪, 福岡, 名古屋, 札幌, 仙台, 富山, 広島, 高松

日 製 産 業 株 式 會 社

本 社	東京都港区芝南佐久間町2丁目4番地 (日立愛宕別館)	電話 東京 (503) 2311 (代) 電信略号 トウキョウ」ニツセイサンギョウ
大 阪 営 業 所	大阪市北区梅ヶ枝町164番地 (宇治電ビル)	電話 大阪 (361) 1241 (大代) 電信略号 オウサカ」ニツセイサンギョウ
名 古 屋 営 業 所	名古屋市中村区広井町3丁目98番地 (名古屋ビル)	電話 名古屋 (58) 6211 (代) 電信略号 ナゴヤサカエ」ニツセイサンギョウ
九 州 営 業 所	福岡市天神町58番地 (天神ビル日立製作所内)	電話 福岡 (75) 2936 (代) 電信略号 フクオカ」ニツセイサンギョウ
広 島 営 業 所	広島市紙屋町8番地 (広電ビル)	電話 広島 (21) 4511 (代) 電信略号 ヒロシマ」 ヒロニツセイサンギョウ
仙 台 販 売 所	仙台市東四番丁51番地 (日産生命館日立製作所内)	電話 仙台 (3) 2324, 8432, 8433 (5) 1975 電信略号 センダイ」ニツセイサンギョウ
札 幌 販 売 所	札幌市北3条西4丁目1番地 (第一生命ビル日立製作所内)	電話 札幌 (4) 5674, (6) 9426 電信略号 サツポロ」ヒタチキヅケ」 ニツセイサンギョウ
富 山 出 張 所	富山市新桜町35番地の2 (太陽生命ビル)	電話 富山 (2) 4526 (代) 電信略号 トヤマ」トヤマヒタチキヅケ」 ニツセイサンギョウ
四 国 出 張 所	高松市寿町1丁目4番地の2 (日立製作所内)	電話 高松 (2) 3721 (代) 電信略号 タカマツ」ニツセイサンギョウ