

# 日立 RMS-3 形質量分析計の試作

## Hitachi Analytical Mass Spectrometer Type RMS-3

野 田 保\* 小 池 武\*  
Tamotsu Noda Takeshi Koike

### 内 容 梗 概

分子量80以下の簡単なガスの分析を主目的とするイオン軌道半径 100 mm の RMS-3 形質量分析計を試作した。設計方針はさきに完成した RMU-5 形にならい、イオンソース、増幅器などはほかの標準機種と同じものを用い、はじめての試みとして冷却剤のいらぬチャコルトラップ方式の排気系を採用した。

分解能は予期したよりも高く、感度、分析精度はほぼ予定通りであった。漏洩検知器用アクセサリとして出力パネル、ソースマグネットを取り付け、オリフィスなしのガスリークコックを併設したが、この規模の装置としては十分な検出感度を示した。

### 1. 緒 言

質量分析計は、同時に数成分を測定できる点とその精密性に特長を持つ物理分析装置として近年著しい進歩をとげ、高性能で安定な装置が製品化されるにつれて理学、工学、医学などの分野に広く応用されるようになった。

筆者らはさきに一般ガス分析用の RMU-5 形質量分析計<sup>(1)(2)</sup>を完成した。これはイオン軌道半径 20 cm の大形で、気体はもちろん液体の一部をも分析できる高性能品として分析範囲も M/e 300 に及び、簡単なガス分析用としては余裕があり過ぎた。そこでこの経験をいかし、分子量80以下の比較的簡単なガス試料を主対象とした小規模の質量分析計として、新しく RMS-3 形の開発を試みた。

### 2. 基 礎 設 計

設計の基本方針として、RMU-5 形の経験を大幅に採用することとし、常用分析範囲を M/e 2~80 に定め、運転経費を低減する目的で排気系の簡易化をはかった。

#### 2.1 イオン軌道半径

周知のごとく対称形分析計の分解能  $R$  (M/e) は

$$R = \frac{r}{W + S_2} \dots \dots \dots (1)$$

によって与えられる。ここに  $r$  は、イオン軌道半径、 $S_2$  はコレクタスリット幅、 $W$  はコレクタスリット面上でのイオンビームの幅で次式によって決まる。

$$W = S_1 + r\alpha^2 + r\beta + \Gamma \dots \dots \dots (2)$$

第1項  $S_1$  はイオンソースのアーススリット幅、第2項はイオンソースから開き角  $2\alpha$  (ラジアン) で発射されるイオンビームによる開き収差、第3項はイオンのエネルギー変動率  $\beta = \Delta E/E$  ( $E$  は加速電圧) によって決まる色収差、第4項は磁場が理想的でないための収差である。

汎用の T-1 形イオンソース:  $S_1 = 0.15$  mm を標準状態

\* 日立製作所多賀工場

で用いた RMU-5 形の実験データから、 $\alpha^2 + \beta \leq 1.5 \times 10^{-3}$ 、 $\Gamma \leq 0.1$  mm と評価し、式(1)において  $S_2 \geq W$  のとき感度を損じないで最高分解能が得られることを考慮し、 $R \geq 100$  ならしめるための条件を求めれば  $r \geq 71.4$  mm となる。記録されたピークの測高に際して頂上の平坦部を出すための余裕を見込んでラウンドアップし、 $r = 100$  mm と定めた。この設計によればビーム幅  $W = 0.4$  mm に対して、 $S_2 = 0.6$  mm のコレクタスリットを用いて分解能  $R = 100$  M/e を期待できる。

#### 2.2 分散用磁場

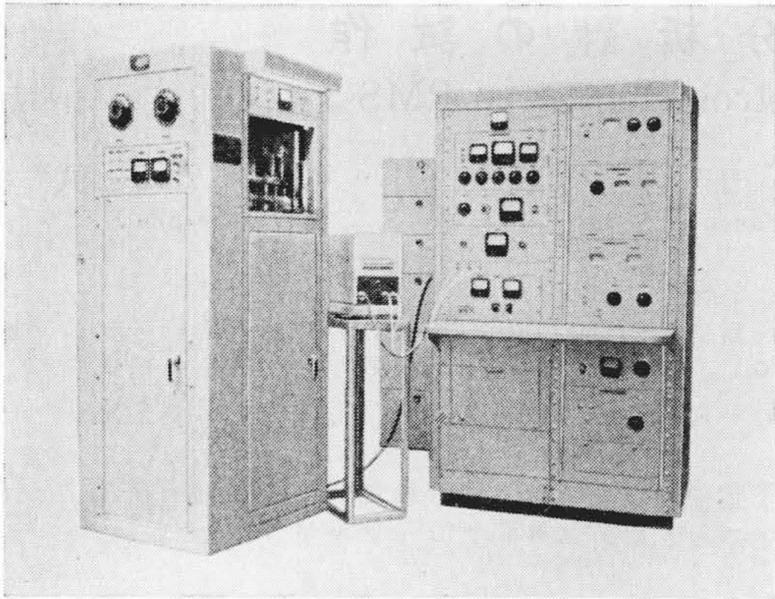
イオンソースは安定性、互換性などを考慮して、RMU-5 形と同じものを用いることにした。したがって実用イオン加速電圧は 1,000~2,000 となる。電圧  $E$  (V) に加速された比質量 M/e のイオンに半径  $r$  (cm) の軌道を描かせるために必要な磁場の強さを  $H$  (G) とすれば

$$M/e = 4.82 \times 10^{-5} \frac{r^2 H^2}{E} \dots \dots \dots (3)$$

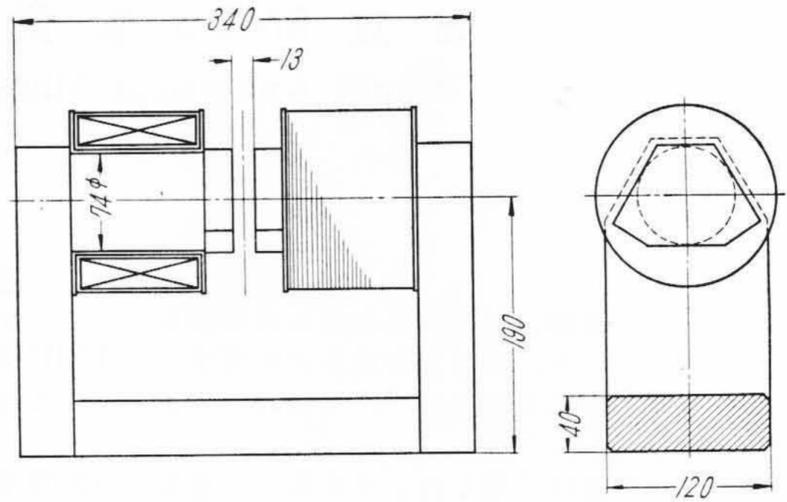
なる関係が存在する。たとえば  $E = 1,000$  V、 $M/e = 80$  に対する所要磁場強度は  $H \doteq 4,100$  G となり、また  $E = 2,000$  V、 $M/e = 2$  に対する磁場強度は  $H \doteq 910$  G となる。このように広範囲に磁場の強さを変えることが必要であり、また実際の分析に際しては、イオンエネルギーの変化を伴わない磁場走査方式を採用するために、高インピーダンス形の電磁石を使用することにした。

#### 2.3 イオン偏向角度

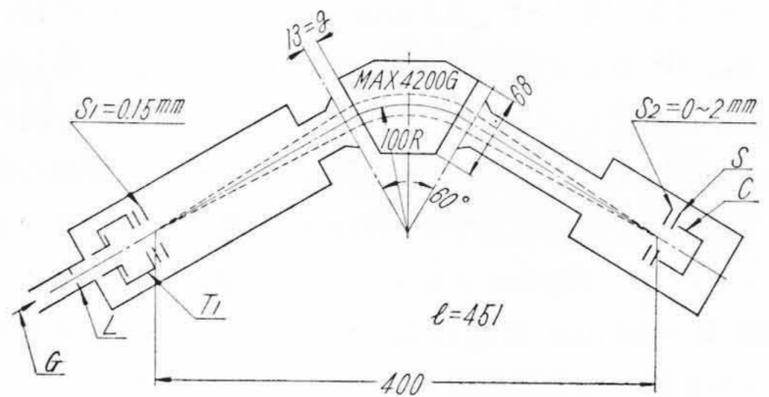
主マグネットの磁極から遠ざかるにつれて次第に弱まる周辺磁場 (Fringing field) の影響がイオンソースにまで及ぶと、軽いイオンに対して識別効果 (Discrimination) を、またイオン化にあずかる電子ビームに対して集束効果 (Collimation) を与える可能性がある。これらの効果を少なくするために RMS-3 形ではイオン偏向角を 60 度を選んだ。また磁極外周にほぼ内接する円形断面のコアを用いて  $H \approx 5,000$  G 程度の磁場を作ることはさほど困難ではないが、与えられた磁場の強さに対してマグ



第1図 RMS-3型質量分析計の外観



第3図 主マグネット



G: 試料ガス    L: オリフィス    T1: T<sub>1</sub>形イオンソース  
 S<sub>1</sub>: アーススリット    I: イオン走行距離    S<sub>2</sub>: コレクタスリット  
 S: サプレッサ    C: コレクタ

第2図 イオン光学系統図

ネットを最も小形に製作できるのは60度形の利点である。

### 2.4 感 度

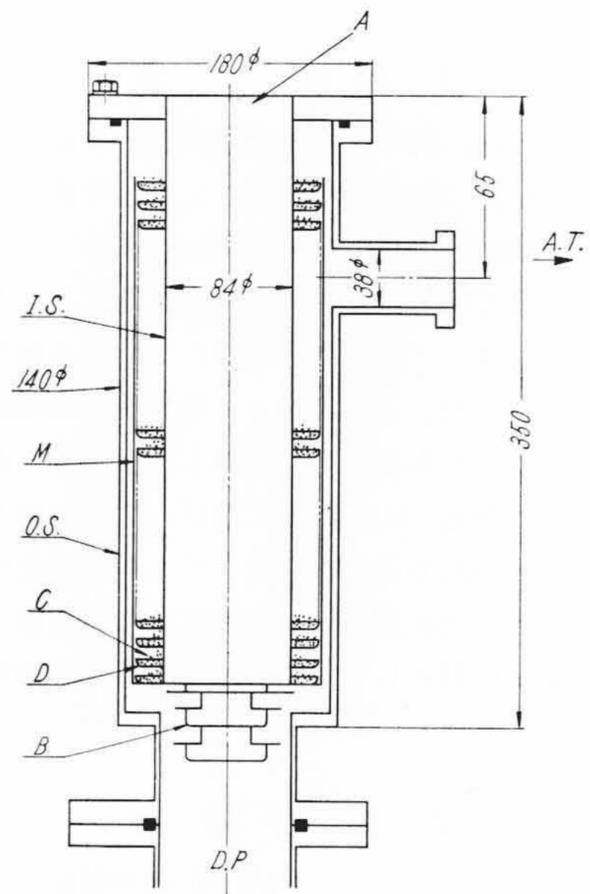
イオンビームは軌道面内では収斂するが、これと直角な磁場方向には発散するから、イオンソースおよびその使用条件が同じでイオン軌道の長さ*l*だけが異なる場合に、コレクタに到達するイオン量は*l*にほぼ反比例する。今の場合、*l*=451mm、RMU-5形では*l*=714mmであるから、同じイオンソースを同一条件で使用する場合のイオン量は、714/451≒1.6倍に増大することが期待できる。電圧増幅度1なるインピーダンス変換増幅器<sup>(3)</sup>の入力抵抗を*R<sub>i</sub>*、記録計の電圧感度を*S*とすれば、イオン量*I*に対する記録計の振れ*H*は次式で与えられる。

$$H = IR_i S \dots \dots \dots (4)$$

RMU-5形にくらべて*R<sub>i</sub>*を1/5、*S*を1/3にとれば、上記イオン量の増し高を考慮に入れて約1/10の分析感度を期待することができる。

## 3. 装置の概要

第1図はRMS-3形質量分析計の外観で、主部を分析



I.S.: 内筒    O.S.: 外筒    M: ステンレス金網  
 C: 活性炭    D: 活性炭受皿    B: パッフル  
 A: ヒーター又はドライアイス投入口    A.T.: 分析管排気口

第4図 チャコールトラップ

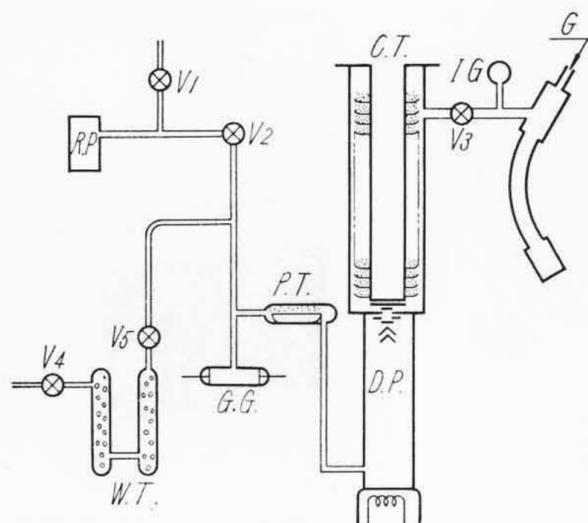
部と電源部に分けて独立に組み立て、記録計には卓上形電磁オシログラフ方式を採用した。回転油ポンプ2台とラックに組み込んで一体とした6個の自動電圧調整器を付属させたほか、真空漏洩検知器としても使用できるように考慮した。

### 3.1 分析部

分析部は質量分析計の本体をなすもので、主要部分は分析管、イオンソース、コレクタ、主マグネット、主排気系、試料導入系から成る。前述の基礎設計に基いたイオン光学系の系統図を第2図に示す。

#### 3.1.1 分析管

外径32φ、厚さ1mmの非磁性不銹鋼引抜管の内面をよく磨いたのち、イオン軌道(100R、60度)に沿う



V<sub>1</sub>, V<sub>4</sub>, V<sub>5</sub>: ベントコック  
 V<sub>2</sub>: 20φ 自動閉止バルブ  
 V<sub>3</sub>: 40φ 手動バルブ  
 G: 試料ガス  
 C.T.: 活性炭トラップ  
 P.T.: 五酸化燐トラップ  
 W.T.: シリカゲルトラップ

第5図 排気系統図

ように曲げ、かつ磁極間隙に挿入される部分だけを断面内側寸法 10 mm×40 mm となるように扁平に押しつぶした。両端の円管部に 70 mm 角のブロックをアルゴン溶接し、イオンソース、コレクタの幾何学的関係位置を容易に正確に決めうるように、これらの装置部の穿孔および面仕上には高度の精密加工を施した。全容積は約 700 cc、見かけの内側表面積は約 800 cm<sup>2</sup>、真空排管とみなした場合のコンダクタンスは約 20 l/s、直接通電における負荷とみなした場合の抵抗値は約 1.8 mΩ となる。

また両端のブロックを強固なステイに 2 本のピンと 8 本のボルトで強く締め付け、分析管ベーキングの際の熱膨張そのほかのひずみを復元できるようにした。なお分析管のイオン軌道面が鉛直になり、円軌道が前方に凹に(イオンソースが上に)向くように、ステイをケースフレームに固定した。ステイとコレクタ側ブロックの間には雲母の薄板をはさみ、分析管とステイを回路とする直接通電加熱方式によるベーキングを可能とした。

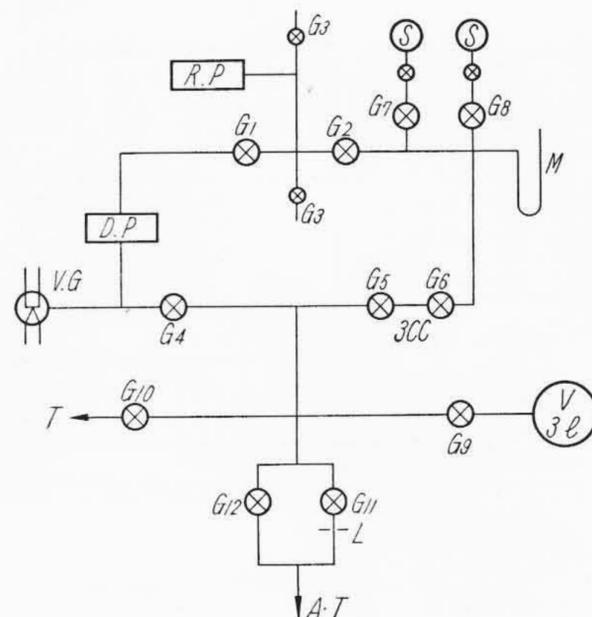
### 3.1.2 イオンソースとコレクタ

イオンソースは RMU-5 形で使用したのと同じ 3 スリット系ブロック構造の T-1 形<sup>(2)(4)</sup>を採用し、漏洩検知器用アクセサリとしてのソースマグネットをも付属させた。

コレクタおよびコレクタスリットも RMU-5 形と同一部品(可変直読式スリット)を採用してデーターの比較を容易にした。

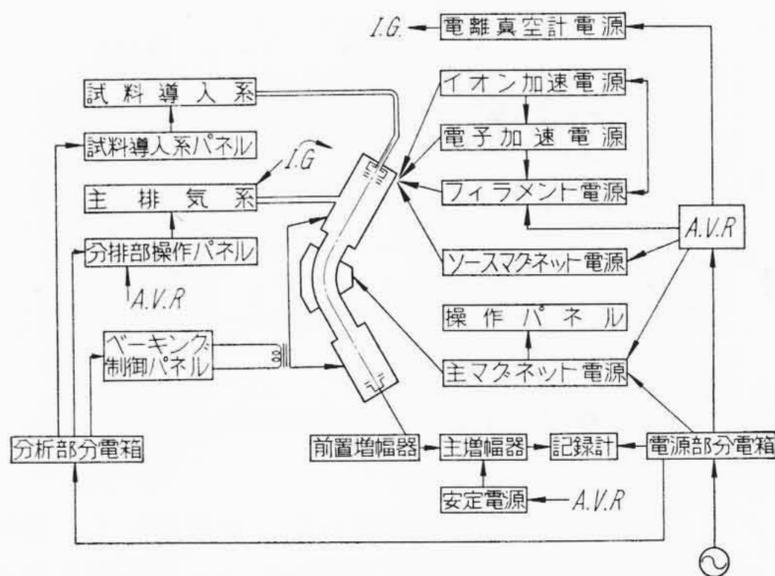
### 3.1.3 主マグネット

磁場を強くすることは、加速電圧を高めて色収差を少なくし、また捕捉しうる最大マスという意味での分析範囲を拡げることができるから、装置の性能を高め



S: 50 cc 試料瓶  
 M: 水銀マンノメータ  
 V: リザーバー  
 L: オリフィス  
 A.T.: 分析管  
 T: 漏洩波測定容器  
 V.G.: 熱電対真空測定管

第6図 試料導入部系統図



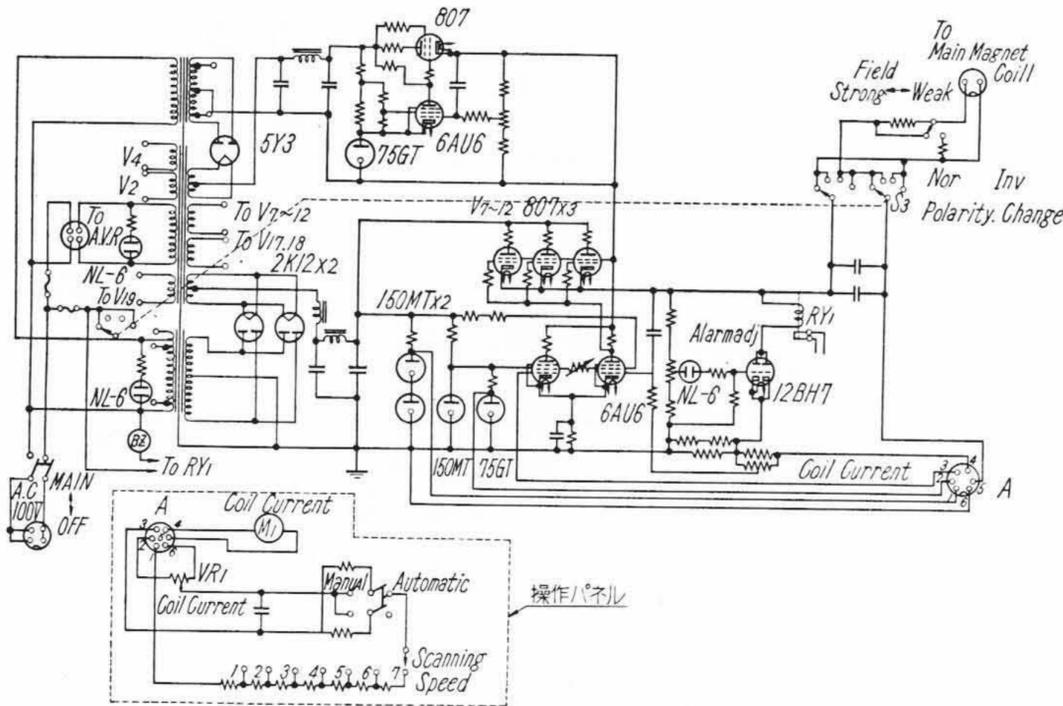
第7図 総合回路系統図

るのに有効である。またイオン軌道に沿って均一磁場を広くすると調整が容易になるので、これらの点を十分考慮した。

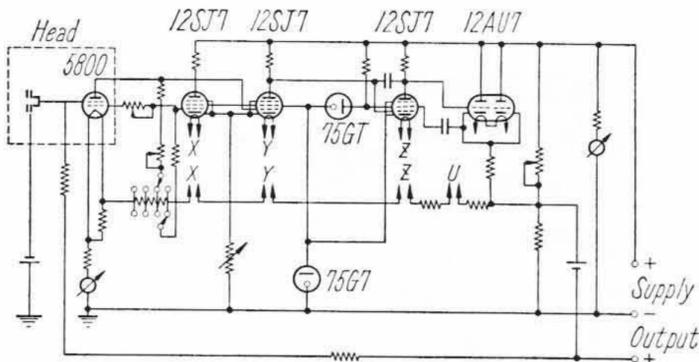
すなわち分析管扁平部の外厚 12 mm に対して空隙寸法  $g$  を 13 mm にとり、 $M/e$  2~80 の全測定範囲を加速電圧 1,000~2,000 V の間でとれるように、空隙磁束密度を 900~4,200 G とした。磁極片形状はイオン軌道の外側をふつうの方式<sup>(3)</sup>よりも広くし、入口幅 68 mm ( $\geq 5g$ ) の中央にイオンビームがはいるようにした。

上記の磁極に対して周辺磁場を考慮した等価磁場面積と、磁極にほぼ内接する直径 74φ のコア断面積とを比較すれば、空隙磁束密度 4,200 G に対するコア内部磁束密度は約 10,000 G となり、したがって飽和効果を無視しうる範囲で使用できる。

所要起磁力は 4,800 AT となる。第 3 図のような 2 分割空冷式コイルと U 形ヨークによって構成されるマ



第8図 主マグネット電源回路図



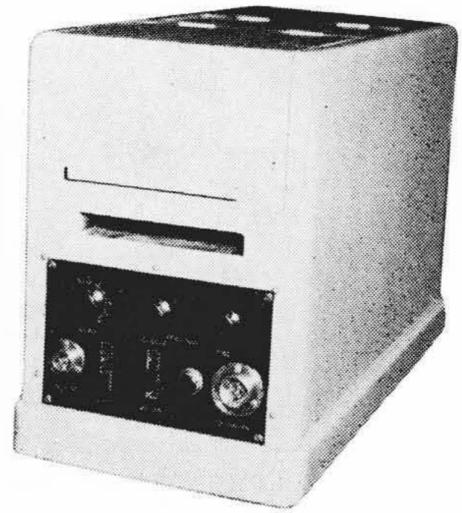
第9図 イオン電流増幅器回路図

マグネットを設計し、励磁電源の都合を考慮して、巻線直径 0.35φ、最大励磁電流 180 mA のコイルを2個直列に使用することにした。連続通電における温度効果を10%と見込んだ最高端子電圧と所要励磁電力はそれぞれ 320V と 60W、全重量は約 60 kg となる。

分析管に対するマグネットの相対位置調節は、マグネット下部の微動台によって、左右(磁場方向)、上下(イオンソースとコレクタを結ぶ直線方向)、前後(対称軸方向)の自由度が得られるようにし、特に前後方向には微動範囲をこえて後退できるように、遊び防止機構を備えた4個の車輪と長いレールを使用した。

### 3.1.4 主排気系

一般にバックグラウンドとして現われるピークとしては、M/e 18(H<sub>2</sub>O<sup>+</sup>), 28(CO<sup>+</sup>, N<sub>2</sub><sup>+</sup>), 44(CO<sub>2</sub><sup>+</sup>)などの無機イオンのほかに、炭化水素フラグメントとしての多数のピークがあり<sup>(5)</sup>、これらは直接に分析精度をそこなうばかりでなく、いわゆるコンタミネーション<sup>(6)</sup><sup>(7)</sup>としてイオンソースをよごし、装置の安定性をくずす原因となる。排気系に十分な配慮を施した質量分析計における残留炭化水素は油拡散ポンプからの油蒸気の逆拡散\*によるものが多い。この逆拡散を防ぐ一方



第10図 記録計の外観

法として古くから知られたチャコールドトラップ<sup>(8)</sup>がある。

実用的に便利なものとしてはヒータを内蔵した Henderson トラップ<sup>(9)</sup>があるが、加熱活性化して常温で使用するだけでは不十分なこともあるので、今の場合には新しい試みとして、必要に応じて冷却も可能な第4図の構造をもつ改良形を設計した。これはヒータを抜去したあとに冷却剤を充填することもできる。このチャコールドトラップを採用し、コールドトラップを全然使用しないことを特長とする RMS-3 形の排気系統図を第5図に示す。

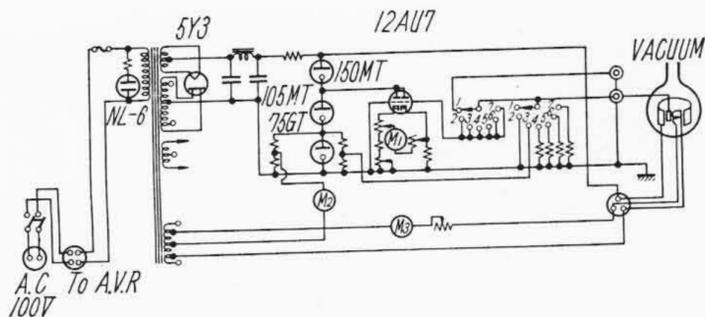
分析管とトラップの間に手動開閉形のメンバルブ、トラップのすぐ下に固有排気速度 120 l/s の油拡散ポンプを設け、呼称径 40φの高真空排管によって構成した排気コンダクタンスは常温の空気に対して約 10 l/s となるから、拡散ポンプの排気速度を固有値の 20%<sup>(10)</sup>とみて、これを合成した総合排気速度を約 6 l/s と期待することができる。

低真空側には、水、油を吸収させるための五酸化リントラップ (Pトラップ) と呼称径 20φの自動閉止バルブを設け、停電の際の真空保持と回転ポンプの油逆流を防ぎ、無人放置排気における不安を無くした。回転油ポンプは固有排気速度 50 l/minの2段センコ形でこれを 200W コンデンサモートルによってベルト駆動した。

### 3.1.5 試料導入系

試料導入系は、1系統全硬質ガラス製とし、フェルニコシールを用いて鋼製枠に固定し、組立てに便利なユニット構造とした。第6図にその系統図を示す。

\* 水銀拡散ポンプを用いれば油蒸気を考える必要がない代りに、常温でも高い蒸気圧 (≈2×10<sup>-3</sup>mmHg) を持つ水銀を凝縮させるという別の目的からコールドトラップが不可欠となるから、ここでは水銀ポンプを考えないことにした。



第11図 電離真空計電源回路図

試料ガス圧の測定方式としては、RMU-5 形と同様副尺付のU字管式水銀マンノメータで 3 cc の基準体積内の試料を  $\pm 0.05$  mmHg の精度で最高 100 mmHg まで測定したのち、3 l のリザーバーに膨脹せる方式とした。試料圧力の絶対値を正確に知る必要のない一般の分析においては、マンノメータの読取値をそのまま  $\mu$  Hg 単位で表わしたものが導入圧力（リザーバー圧力）とみなされる。

ガスリークコックは金属製としてイオンソースホルダに直結し、0.02  $\phi$  の白金製標準オリフイス付のコック G<sub>11</sub> と、漏洩検知器用オリフイスなしのコック G<sub>12</sub> とを並列一体に組み込んだ。

排気系は、分析管部主排気系と同様 120 l/s の油拡散ポンプと 50 l/min の回転油ポンプによって排気し、系内の排気状態を測定するために熱電対真空計を採用した。

### 3.2 電源部

電源回路はすべて幅 500 mm の標準パネルに組み、第 1 図に示したように 2 連ラックに取り付けた。

パネル面には計器および調整つまみだけを設け、扉構造のパネルおよびケースの扉を開けば動作状態のまま点検ができる構造とした。第 7 図に総合回路系統図を示す。

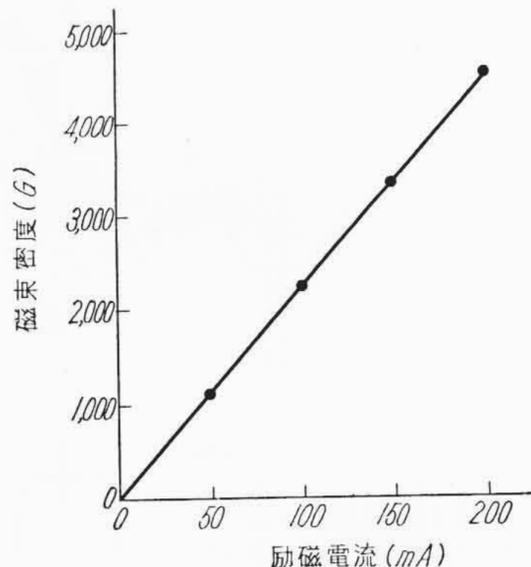
#### 3.2.1 イオンソース電源

イオンソース電源はイオン加速電源、電子加速電源（電極電圧供給用分圧回路）、電子電流制御電源（フィラメント電源）の 3 回路構成とした。これら電源の安定度はイオン光学系の色収差や感度変化に直接関係するので十分考慮を施し、RMU-5 形のものと同様である。

#### 3.2.2 主マグネット電源

第 3.1.3 節のマグネット本体と整合するように、最大直流出力 60W、最大出力電流 180 mA の定電流回路を第 8 図のように設計し、点線で囲んだ部分は操作盤として別パネルにまとめた。広範囲にわたる走査のために出力管 807 のスクリングリッド電圧を別の定電圧回路から供給するなど、方式としては RMU-5 形と同様である。

なおソースマグネットの励磁電源にも同じ回路方式



第12図 主マグネット励磁曲線

を採用した。

#### 3.2.3 イオン電流増幅器および記録計

イオン電流増幅器は RMU-5 形で使用したのと同じ高速高直線性 100% N.F.B. 方式の直結形で、Nier<sup>(3)</sup> の発表したものとほぼ同じである。入力抵抗には  $1 \times 10^{10} \Omega$  を使用し、記録計と整合するようにインピーダンス変換を行った場合の実用ノイズは 0.7 mV 以下を期待できる。第 9 図にその回路を示す。

記録計は RMS-1 形用として試作し、その後 S-2 形として改良した電磁オシログラフを本装置向きに改装した卓上形である。記録低幅は 125 mm、オシロエレメントは電流感度  $4 \times 10^{-7}$  A/mm とその  $1/10$  のものを直列に使用した。第 10 図は記録計の外観である。

#### 3.2.4 電離真空計

真空測定管は日立 VIH-51 B を 2 本並列に 1 個のフェルニコシールに融着して消耗時の交換手数を省き、第 11 図のような簡単な回路を採用した。測定範囲は  $1 \times 10^{-4} \sim 1 \times 10^{-7}$  mmHg、計器には直読目盛を施した。

#### 3.2.5 自動電圧調整器(A.V.R)

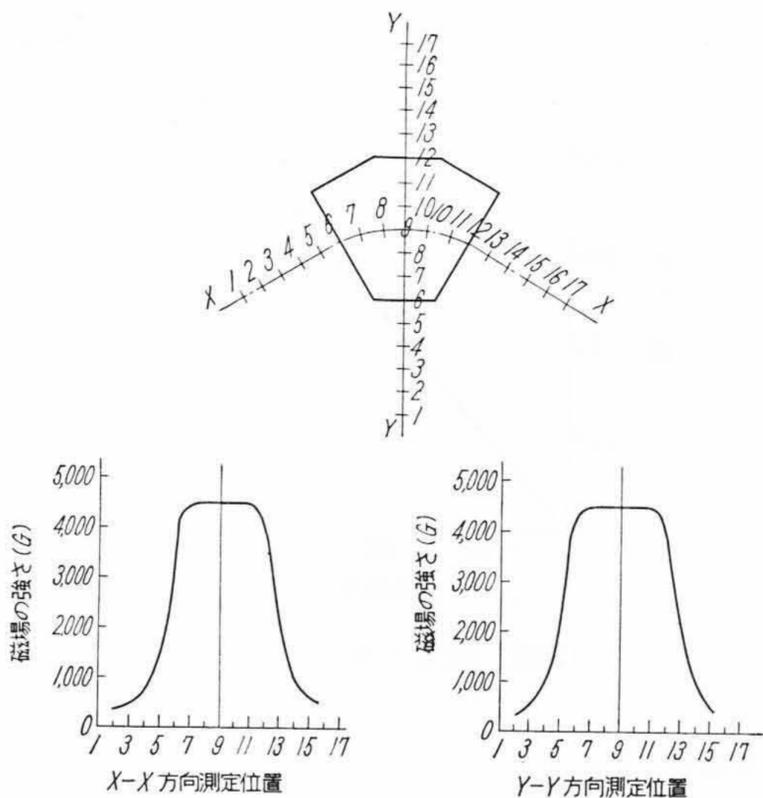
おもな電子管式安定回路の前段には  $10^{-3}$  の安定度、主拡散ポンプのヒータ用には  $10^{-2}$  の安定度を持つ鉄共振形の AVR を負荷別に挿入した。これにより全装置は入力電圧 85~105 V に対して十分に性能を保証することができる。

## 4. 装置の諸特性

本装置は試作機であったにもかかわらず、特急に実用する必要に迫られたため試験期間が十分でなかった。得られた実験結果のみを次に掲げる。

### 4.1 排気性能

到達真空度は排気操作前の系の前歴、Cトラップのベーク条件によってかなり左右されるが、前日運転停止したまま（一応真空に保持したまま一晩放置）の状態



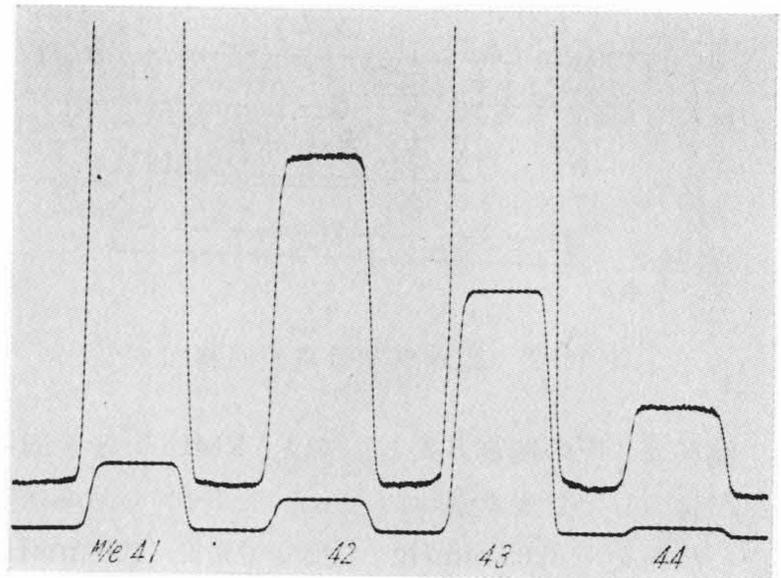
第13図 主マグネット磁場分布曲線

から再排気する場合、4時間以内に  $1 \times 10^{-6}$  mmHg に到達する。またこの程度の真空中でアルゴンのリーク流量とバランスする真空度の落ちから求めた排気速度<sup>(10)</sup> は約 4 l/s であった。これを空気に換算した値は 5.5 l/s となる。

あとに掲げる第15図のようにバックグラウンドがやや多かった。これはCトラップをドライアイスで冷却しても、2段のコールドトラップを十分有効に使用した RMU-5 形に及ばず、その差は特に M/e 18 ( $\text{H}_2\text{O}^+$ ) において顕著である。したがってバックグラウンドと重なるピークを重視せねばならぬ場合には、十分注意する必要がある。

#### 4.2 磁場の直線性と分布曲線

直径約 10φ のサーチコイルと磁束計による励磁曲線の実測結果を第12図に示す。励磁電流 50~200 mA の間では良好な直線性を持ち、200 mA に対する空隙磁束密度は設計値 4,200 G に対して 4,550 G となった。またこ



第14図 n-ブタンスペクトルの一部

のときの磁場分布は第13図のとおりで、イオン軌道に沿って均一とみなしうる磁場の幅は約 40 mm となった。

#### 4.3 電源安定度

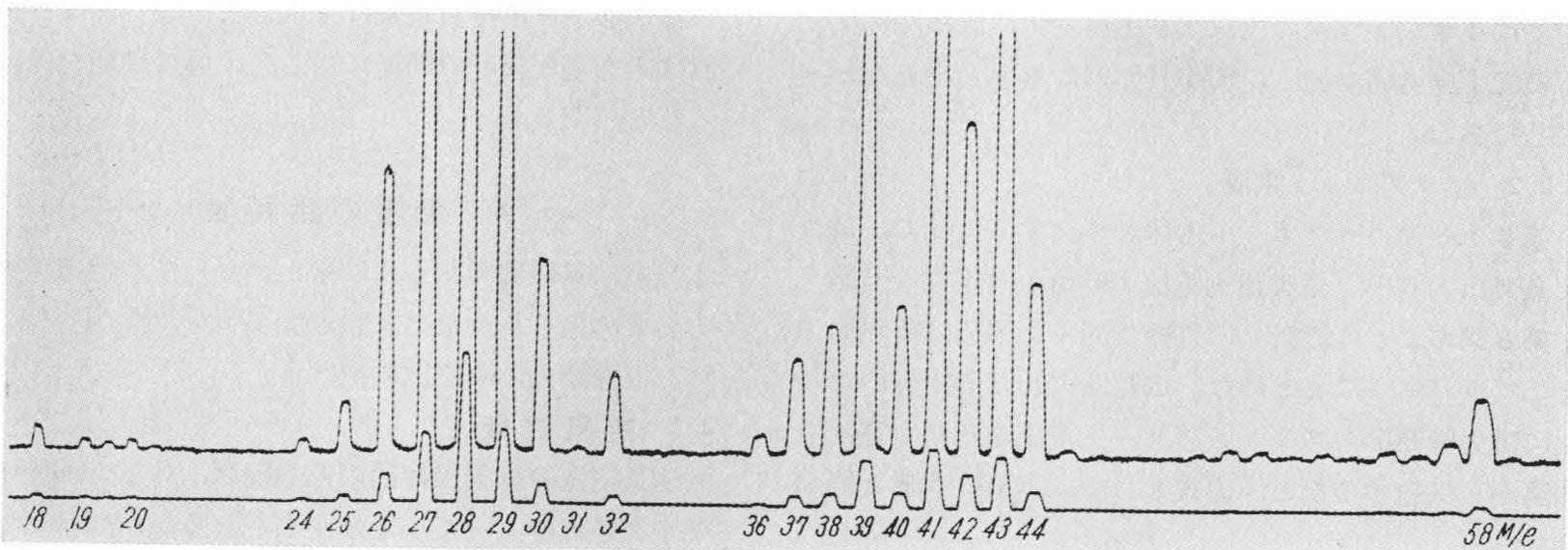
各電源の入力を摺動式手動電圧調整器によって変化させた場合の出力値のずれ(静特性)を第1表に示す。

#### 4.4 分解能

試料として n-ブタンを用い M/e 41, 42, 43 の3連ピークにおいて、M/e 42 を約 60 mm 振らせたチャートを第14図に示す。分解能は  $R \geq 160$  となり、これは設計予定値  $R \approx 100$  をはるかにこえ、数年前製作した軌道半径 13.5 cm の大形装置 RM-C 形なみである。このときのコレクタスリットは全開 ( $S_2 = 2$  mm) であるから、この状態での分解能は第2.1節の所論により予期される値  $R = 50$  とほぼ一致する。

#### 4.5 感度

試料として n-ブタンを用い、コンダクタンス実測値<sup>(9)</sup> 0.125 cc/s のとき、全電子電流 150  $\mu\text{A}$ 、加速電圧 1,500 V、入力抵抗  $1 \times 10^{10} \Omega$ 、記録計を含めた電圧感度 1,500 mm/V に対して M/e 43 ピークの振れ(分析感度)が 12 mm/ $\mu$  となった。ヘリウムに対する検出感度は流量  $1.76 \times 10^{-6}$  mmHg cc/s に対して記録計の振れが 1 mm となった。また



第15図 4成分混合炭化水素のスペクトル

第1表 電源安定度

	安定度
イオン加速電源	1.7~2.6×10 <sup>-4</sup>
電子加速電源	2×10 <sup>-4</sup>
電子電流制御電源	<6×10 <sup>-4</sup> ※
主マグネット電源	3.15~3.8×10 <sup>-4</sup>
ソースマグネット電源	0.5~0.74×10 <sup>-4</sup>
イオン電流増幅器B電源	0.67×10 <sup>-4</sup>

※ 3,000 μA メータを顕微鏡で見ても読取不能。

第2表 パタン係数の安定性

試料	M/e	イオン	パタン係数 (平均値)	平均偏差	相対誤差%	測定回数
n-Butane	26	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> <sup>+</sup>	7.67	0.04	0.52	9
	27	C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> <sup>+</sup>	37.6	0.34	0.9	
	29	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> <sup>+</sup>	39.1	0.36	0.92	
	39	C <sub>3</sub> H <sub>3</sub> <sup>+</sup>	18.2	0.13	0.71	
	41	C <sub>3</sub> H <sub>5</sub> <sup>+</sup>	33.9	0.32	0.94	
	42	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> <sup>+</sup>	13.6	0.09	0.66	
	43	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> <sup>+</sup>	100	—	—	
	58	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> <sup>+</sup>	16.3	0.01	0.68	
		感度	12.2	0.08	0.65	
Buten-1	26	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> <sup>+</sup>	7.71	0.05	0.65	7
	27	C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> <sup>+</sup>	22.6	0.21	0.93	
	29	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> <sup>+</sup>	11.2	0.12	1.07	
	39	C <sub>3</sub> H <sub>3</sub> <sup>+</sup>	34.2	0.12	0.35	
	40	C <sub>3</sub> H <sub>4</sub> <sup>+</sup>	10.6	0.07	0.61	
	41	C <sub>3</sub> H <sub>5</sub> <sup>+</sup>	100	—	—	
	50	C <sub>4</sub> H <sub>2</sub> <sup>+</sup>	5.31	0.02	0.37	
	53	C <sub>4</sub> H <sub>5</sub> <sup>+</sup>	6.09	0.60	0.99	
	55	C <sub>4</sub> H <sub>7</sub> <sup>+</sup>	20.9	0.17	0.81	
	56	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> <sup>+</sup>	43.2	0.15	0.34	
	感度	17.9	0.1	8.56		
Propylene	15	C <sub>3</sub> H <sub>3</sub> <sup>+</sup>	2.59	0.02	0.69	5
	26	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> <sup>+</sup>	7.67	0.03	0.37	
	27	C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> <sup>+</sup>	27.9	0.08	0.29	
	37	C <sub>3</sub> H <sup>+</sup>	11.25	0.04	0.37	
	38	C <sub>3</sub> H <sub>2</sub> <sup>+</sup>	16.5	0.06	0.36	
	39	C <sub>3</sub> H <sub>3</sub> <sup>+</sup>	65.3	0.4	0.61	
	40	C <sub>3</sub> H <sub>4</sub> <sup>+</sup>	26.1	0.08	0.30	
	41	C <sub>3</sub> H <sub>5</sub> <sup>+</sup>	100	—	—	
	42	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> <sup>+</sup>	66.6	0.16	0.24	
	感度	51.3	0.28	0.44		

漏洩検知器用アクセサリとしての出力電圧計に切り換えた場合、1目盛に対応する流量は7×10<sup>-6</sup> mmHg cc/s となった。

4.6 分析例

本装置の安定性、分析精度を調べるために国際標準として広く採用されている Phillips Petroleum Co. 製の炭化水素ガスの分析を試みた。

4.6.1 パタン係数の安定性

第2表に n-ブタン、ブテン-1、プロピレン標準試料3種のパタン係数実測結果を示す。パタン係数とは単体試料のパタンとして沢山現われるピークのうち、最大のもの(たとえば n-ブタンでは M/e 43)に対する個々のピークの百分率である。平均偏差は各係数を数回測定した場合の平均値と個々の測定値との差の絶対

第3表 4成分炭化水素の分析例

	n-ブタン	プロパン	プロピレン	エタン
混合値	15.2%	25.76%	25.28%	33.75%
第1回分析値	14.3%	25.1%	25.9%	34.7%
第2回分析値	14.5	24.6	26.4	34.5
第3回分析値	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
相対誤差	0.7%	1.7%	1.8%	0.4%

第4表 RMS-3型質量分析計標準仕様

分析対象	M/e 80 以下の気体, 主に無機ガス用
	低級炭化水素も可能
分解能	M/e 100 以下に固定
分析範囲	常用 2~80 M/e
分析感度	>10 mm/μ
検出感度	100 PPM
精度	>1.5%
試料所要量 (N.T.P)	0.1~1 cc
分析所要時間 (1試料)	5~10 min (M/e 12~59)
イオン軌道半径	100 mm
イオン偏向角度	60°
加速電圧	2 kV (0.6~2.4 kV)
主磁場	電磁石 4.2 KG
走査方式	可変磁場
記録方式	2素子オンロググラフ 125 mm幅
トラップ剤	チャーコール
主拡散ポンプ	油 120 l/s
回転ポンプ	100 l/min (主排気系, 試料部排気系共)
分析管真空度	10 <sup>-7</sup> mmHg
試料測圧方式	U字管マノメータにより測定後リザーバに膨脹
電離真空計	10 <sup>-4</sup> ~10 <sup>-8</sup> mmHg 4レンジ切替直読
構成	分析部, 電源部, A.V.R 3 ユニット

値(偏差)の平均値であり、相対誤差は平均値に対する平均偏差の百分率である。

4.6.2 分析精度

単体試料: n-ブタン, プロパン, プロピレン, エタンの4種をあらかじめ混合した試料のパタンを第15図に示す。繰返し3回分析記録したピークから Δ スペクトル法<sup>(11)</sup> によって測高解析した結果は第3表のとおりで、2%以内の精度にはいっている。

5. 結 言

分子量80以下の気体を分析の主対象とする小形の質量分析計として RMS-3 形の開発を計画し、たまたま日立製作所日立研究所から要望のあった漏洩検知器兼用アクセサリを増設した装置を設計した。さきに完成した RMU-5 形の経験を大幅に採用し、しかも運転経費の節減を

目的としてチャコルトラップ方式の主排気系を採用した結果、排気性能はRMU-5形よりやや劣ったけれども、分解能は予期の1.6倍、各電源安定度、感度、分析精度はほぼ予想どおりの値を得た。

バックグラウンドがやや多いのはチャコルトラップを使用する限り避けられまいが、冷却剤を用いない魅力は捨てがたい。分解能が意外に高いのは性能的に好ましいけれども、予期の値を超過したことは簡易化の余地があることを示している。バックグラウンドや記録紙幅から考えて2%程度の分析精度はやむを得まいが、分析技術によって十分1.5%には高めうる。

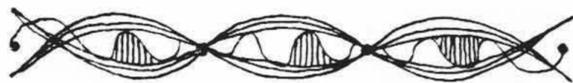
本装置は漏洩検知器兼用としての配慮を加えて製作したが、標準品としてはこれらのアクセサリを省略することができる。またコンタミネーションや記憶効果の低減のためにイオンソースヒータを増設することは好ましいことであり、保護回路や総合配線を簡易化すると同時に安定度を高めるために、負荷別の鉄共振形AVRをやめて磁気増幅形AVRを一括挿入する方が有利であろう。

これらの点を考慮し、製品として公表すべきRMS-3形質量分析計の標準仕様を第4表のように定めた。

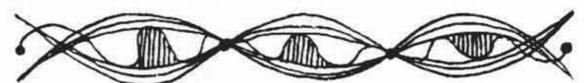
本装置の完成にあたって日立製作所多賀工場関係者各位の積極的な協力を得た。またデーターの一部は日立製作所日立研究所から提供され、分析用試料は日立製作所中央研究所からいただいた。ここに厚く感謝する次第である。

#### 参考文献

- (1) 肥後ほか7名：質量分析 No.8 p.2 (1957)
- (2) 野田：日立評論 39 No.9 985 (昭32)
- (3) A. O. Nier：RSI 18 398 (1947)
- (4) 岡本ほか3名：質量分析 No.11 p.58 (1958)
- (5) J. Blears：JSI 28 Supplement No.1 36 (1951)
- (6) A. E. Ennos：Brit. JAP 4 101 (1953)
- (7) A. E. Ennos：Brit. JAP 5 27 (1954)
- (8) J. Strong：Procedures in Experimental Physics, p.125 (Prentice-Hall, 1938)
- (9) J. E. Henderson：RSI 6 66 (1935)
- (10) 野田：真空技術 8 No.2 75 (昭33)
- (11) 野田：ケミカルエンジニアリング 1958年12月号 p.51



## 特許と新案



### 最近登録された日立製作所の特許および実用新案

(その1)

区別	登録番号	名称	工場別	氏名	登録年月日
特許	249670	接触整流機接点部分冷却装置	日立工場	緑川勝弥	34. 2.24
"	249692	ポンプ自動運転制御装置	日立工場	吉岡孝幸	"
"	249678	遠方警報信号装置	国分工場	池田正一郎	"
"	249682	変圧器コイルの輸送法	国分工場	小栗川毅 栗田健太郎 栗山卓	"
"	249684	変圧器用絶縁油の窒素飽和処理装置	国分工場	滑川清	"
"	249685	三極断路器開閉装置	国分工場	安藤卓郎	"
"	249686	三極断路器切換開閉装置	国分工場	安藤卓郎	"
"	249691	エレベータ用呼鈴スイッチ	国分工場	安藤卓郎	"
"	249687	電気車用保護装置	水戸工場	藤森和夫	"
"	249698	電気車輻制御装置	水戸工場	小池吉男	"
"	249674	揚水式発電所用縦軸ポンプ軸の連結装置	水戸工場	今泉藤	"
"	249675	アングルドーザ	亀有工場	寺田進	"
"	249676	エキスパンションクラッチ	亀有工場	安河内春雄	"
"	249677	ジブクレーンの駆動装置	亀有工場	久保沢稔	"
"	249683	伸縮傾転式ショベルホイールローダ	亀有工場	安河内春雄	"
"	249688	浮動チェーンの中間駆動装置	亀有工場	村田敏雄	"
"	249689	浮動チェーンの可逆式中間駆動装置	亀有工場	名井茂樹	"
"	249693	石炭水力輸送装置	亀有工場	鈴木茂樹	"
"	249694	ブームを有するクレーンの過荷重防止装置	亀有工場	鈴木茂樹	"
"			亀有工場	保延益三	"
"			亀有工場	川島三治	"
"			亀有工場	松原為	"

(第20頁へ続く)