

Title	周期的に発光するスペクトル線の光電的同期測光とその定量分光分析への応用
Author(s)	近, 璋三
Citation	
Issue Date	
Text Version	none
URL	http://hdl.handle.net/11094/28235
DOI	
rights	
Note	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

【 10 】

氏名・(本籍)	近 璋 三 こん しょう ぞう
学位の種類	工 学 博 士
学位記番号	第 7 1 号
学位授与の日付	昭 和 34 年 12 月 18 日
学位授与の要件	工 学 研 究 科 応 用 物 理 学 専 攻 (学位規則第 5 条第 1 項該当)
学位論文題目	周期的に発光するスペクトル線の光電 同期測光とその定量分光分析への応用 (主 査) (副 査)
論文審査委員	教 授 吉 永 弘 教 授 篠 田 軍 治 教 授 菅 野 猛 教 授 副 島 吉 雄

論 文 内 容 の 要 旨

空气中でアーク又はスパークの放電を行うとそこから出てくる光は電極物質特有のスペクトルをあらわす。フォイスナー型火花発生回路と低圧整流火花を用いて、このスペクトルの強度の時間的変化を調べた。その結果次のことが分かった。1) イオンとなった原子から発するスペクトルは放電の初期に強くあらわれる。そして中性原子から発するスペクトルはそれより遅れた時間に強くでてくる。2) イオンからのスペクトルは変動が少いが、中性原子からのスペクトルは変動が大きい。3) 連続スペクトルはイオン線と同じく放電の初期にあらわれる。又同じ中性原子からでるスペクトルでもそのスペクトルの出る上の準位のエネルギーの大きさの違いによって波形に差があることを見出した。以上の結果から分光分析のような場合に中性線とイオン線が重なっている時、ある時間の時だけのスペクトルをとりだすようにすると中性線とイオン線は分離できることが分かる。そのために光電子増倍管のダイノードにパルス電圧を加えるとパルス電圧のかかっている間だけ光電子増倍管に感度をもたせることができるので放電がはじまってから任意時間後に任意時間中のパルス電圧を発生する装置を作り、そのパルス電圧を光電子増倍管に加え、パルス測光装置を作った。放電などのように間歇的に発光する光をパルス測光すると S/N 比がよくなることを計算で求め、そして実験的にもこれを確かめた。次にこれを分光分析装置に応用した。鉄鋼中の Si を分析する場合 Si のもっとも強い 2881.6 Å の線は鉄のイオン線と重なる。この時パルス測光を行うと不要な鉄のスペクトルをのぞいて分析精度のよくなることをたしかめた。又鉄鋼中の炭素を分析する場合炭素のイオン線と鉄の中性線とが重なる。この様な場合にもパルス測光によって鉄の線をのぞき精度のよくなることをたしかめた。

論 文 の 審 査 結 果 の 要 旨

本論文は、定量発光分光分析に使用される各種の放電によって発起されるスペクトル線の発光の基礎的

研究を行い、光電的同期パルス測光が従来の連続測光に優ることを明かにし、定量発光分光分析の精度の向上を目的としたもので、三編よりなる。

第一編は、定量発光分光分析用光源の基礎的研究である。第一章は、研究に使用したフォイスナー型火花、高圧整流火花および低圧整流火花の放電回路とスペクトル線の強度波形の測定装置について説明し、電流および光の波形の変化を歪なく測定できることを述べている。第二章は、フォイスナー型火花と高圧整流火花における電流と光の波形を Cb のスペクトル線について測定した結果であって、(1) イオン線は放電の初期に最大のピークが現れるが、中性線はそれより遅れてピークに達しその減衰も遅く電流が零になった後もなお発光している。(2) イオン線では繰返し of 放電ごとの変動は小さいが、電流波形に変動がないのに中性線の波形は変動する。(3) この変動は放電回路のインダクタンスが小さい程小さくなる。これらの結果の適用例として Pb のスペクトル線について光の波形をしらべて、未解析の中性線とイオン線をはっきり区別出来ることを示している。更に $Cd \cdot Zn$ および Al について、フォイスナー型火花放電で回路のインダクタンスを適当な値にすると、中性線の間でも光の波形のピークに達する時間は異なり、一般に高い励起状態から出るスペクトル線程遅くなることを見出している。第三章は低圧整流火花で放電回路の調節によって振動放電から過減衰放電まで変えることができることを利用し、各種の放電における光の波形を測定した結果である。 Cd の低圧整流火花ではイオン線と中性線の光の波形の相違はフォイスナー型火花および高圧整流火花の場合と類似しているが、その差は更に大きいことを示している。なおイオン線の強度と電流値との関係から、放電の電流が増す時放電回路の温度の上昇よりは放電回路が太くなること、電極物質の種類によって中性線の波形が著しく変わってくることを、中性線およびイオン線の波形からこの種の光源では簡単にボルツマン分布としてスペクトル線の強度を取扱うことができないことを種々の事例について見出している。

第二編は同期パルス測光法の研究である。第一章は、定量発光分光分析の光源から出る光の波形はパルスの波形の繰返しであり、光電子増倍管を使って測光する際光電流が暗電流より小さいような弱い光の測定を行うことが多いが、このような光電測光においては、光電子増倍管を連続的に働かすよりも光の波形に応じて間歇的に働かす方が S/N 比がよくなり、光電子増倍管内で放出される電子による暗電流を考えて、光の波形が矩形・台形および指数函数的立ち上りと減衰を持つ波形の3種の場合に、 S/N 比が最高になるための光電子増倍管の測光時間を計算している。第二章は光電子増倍管を測定する光に応じて間歇的に働かせるため、光電子増倍管の第四から第六ダイノードの間にパルス電圧をかけると、 $200V$ の低い電圧で光電子増倍管の感度を操作することができ、またその感度はパルス電圧の多少の変動の影響を受けないことを見出し、パルス電圧の遅延時間を $500\mu sec$ までパルス巾を $1000\mu sec$ まで調整できる測光回路について述べている。第三章はこの測光回路による測定結果で、出力波形の立ち上り時間は $0.8\mu sec$ 以下で、光電子増倍管のパルス電圧の下の感度は一定電圧の時の感度と等しく、このパルス測光装置は完全なシャッターとして動作することを示し、 S/N 比が2倍以上改善されていることを実証している。

第三編は同期パルス測光の定量発光分光分析への応用である。第一章は写真測光の代りに光電子増倍管を使う光電測光が採用されるようになって測光精度が増したが、分析の際測定すべきスペクトル線の近傍の他の中性線・イオン線・空気線またはバックグラウンドが影響して分析精度を低下すること、イオン線・

空気線およびバックグラウンドは中性線に比して放電の初期に強く出ることから、同期パルス測光によって妨害線を時間的に分離して妨害線の影響を減少することが可能なことを述べている。第二章はこの同期パルス測光法を分光分析装置へ応用した結果である。鉄鋼中のSiを分析する時 $\text{Si I } 2881.6\text{A}$ には $\text{Fe II } 2880.8\text{A}$ が重って通常の分光器では分離できないので、遅延時間 $10\mu\text{sec}$ ・巾 $100\mu\text{sec}$ のパルス測光でイオン線の強い間は測光せず中性線が強くなってから測光を始めると、 Fe II の妨害が減少し分析精度が増すこと、又鉄鋼中のCを分析する時、 $\text{C III } 2297.6\text{A}$ の妨害線 $\text{Fe I } 2297.8\text{A}$ を巾 $5\mu\text{sec}$ のパルス測光で、イオン線の強い放電の初期だけ測光すると、分析精度が増すことを実証している。

以上のように著者は、定量発光分光分析に普通使用される火花放電で中性線・イオン線・空気線およびバックグラウンドの波形と時間的ずれを定量的に測定し、ずれのある場合には他の妨害線を時間的に分離して測定する可能性を明かにし、光電子増倍管および所要の遅延時間と巾をもつパルス回路よりなる同期パルス測光装置を完成して、測光の S/N 比を改善すると共に、定量発光分光分析で妨害線の影響を減少して分析精度が増すことを実証したことは、従来の連続測光による分析法の弱点を除去した新しい定量発光分光分析法の基礎を確立したもので、この研究は工学上貢献するところが大きい。よつて本論文は博士論文として価値あるものと認める。