報 文

ORIGINAL PAPERS

プリズム型質量分析計の設計と試作

Design and Performance of A Prism Mass spectrometer

志野 太一*・竹下 功*・田中英雄**
Taichi Shino, Isao Takesita and Hideo Tanaka

(1978年12月18日受理)

A mass spectrometer consisting of two Q lenses and a prism magnet of 90° deflection with parallel pole edges is designed and constructed. The radius of the ion trajectory in the magnetic field is 120 mm. This optical system can make the instrument compact, as the magnet dimension can be chosen independently of resolving power.

Three source or collector slits with different widths of 0.5, 0.1 and 0.02 mm are mounted on a plate and one of them can be chosen according to the required resolving power.

Two types of ion detector, i. e. a Faraday collector and an electron multiplier are placed behind two of the three collector slits and mass spectra are simultaneously recorded with different resolving power and sensitivity.

The adjustment of the simultaneous focusing at two collector slits is achieved electrically by the rotation of a focal line. The resolving power obtained is 140, 670 and 3,000, using the respective slit widths.

The ion source sensitivity is 1×10^{-5} A/Torr. ($I_0=100\mu\text{A}$, $U_{acc}=2,500\text{V}$, Res.=140)

The ion accelerating potential is variable from 500 to 2,500 V with the stability of 10ppm/°C.

The magnetic field is scanned exponentially and mass spectra are plotted on a linear mass scale with a strip chart recorder driven by a pulse motor. The scanning time from $M=11$ to 500 is about 7 minutes.

*松下電器産業株式会社エネルギー変換研究所 (大阪府守口市八雲中町3の15)

Energy Conversion Research Laboratory, Mastushita Electric Industrial Co., Ltd. (3-15 Yakumonakamachi, Moriguchi, Osaka, 570 Japan)

**松下電器産業株式会社電子機器研究所 (大阪府守口市八雲中町3の15)

Electronics Research Laboratory, Mastushita Electric Industrial Co., Ltd. (3-15 Yakumonakamachi, Moriguchi, Osaka, 570 Japan)

1. まえがき

気体試料を主とした分析対象とする質量分析計には 60° または 90° の磁場偏向型の単集束質量分析計がもっぱら用いられており、加工精度の向上により高い分解能の装置が市販されている。

一方、イオン源は電子衝撃型以外にも CI, FI, FD といったイオン源が次々と登場し、又 GC-MS が一般に用いられるようになった今日、多用途の質量分析計の自作は一寸した改造でその時々々の要請に応じられるといった利点があり、分析対象が一定していないわれわれの研究所においては質量分析計の自作は今日においても意味がある。

われわれはこのような観点から、イオン源の主スリット・ α スリットは本体に固定し、イオン化部は必要に応じて容易に取り替えられる構造とし、分解能はごく普通の用途として 100 程度、GC-MS や加熱された試料を対象として 500 程度、また特殊な用途に CO と N_2 が分離できることを目標に 3,000 程度の 3 段階の変化が可能であり、かつイオン電流検出の方法として、精度の高いファラデーコレクターによる直接測定と高感度・高速測定可能な二次電子増倍器の併用できる装置の開発を検討した。

このように種々の分解能と感度の組合せを任意にかつ容易に選べ、しかも同時にでも使用できる、すなわち一例として分解能 100 でファラデーコレクターを用

いた測定と分解能 500 で二次電子増倍器による測定を併用することができるならば、未知の試料の高いピーク位置を予知しながら測定することが可能であり、自動感度調節なども行なうことができる。

通常の単集束質量分析計にこのような機能を持たせることの可能性を考えてみると、この種のイオン光学系のフォーカル面が光軸に対しかなり鋭角に交わっていることが障害となることがわかる。そこでフォーカル面が光軸に直交するイオン光学系はないかと検討した結果、質量分散は無集束のプリズム磁場で行ない、集束をこの磁場の前後に設けた Q レンズで行なう系を採用することにした。この系のもう一つの特徴は、フォーカスの調節が Q レンズ電圧で行なえることで、スペクトルの形をオシロスコープで見ながら簡単に行なえる。

われわれはこの光学系を QPQ 型と呼んでいるが、その系の解析は筆者らの一人が既に発表¹⁾しており、前後のレンズの焦点距離の調整で集束点を移動し得るばかりでなく、集束面と光軸とのなす角も可変できるものである。

詳細はその報告を参照していただくことにし、本稿においてはこの系を採用した一つの質量分析計の試作を中心に報告する。

2. イオン光学系の寸法

試作した分析計の光学系の図を Fig. 1 に示す。通常

Fig. 1. Schematic diagram of prism mass spectrometer

の磁場偏向型質量分析計の分解能(R)は(1)式で示されるようにイオンの軌道半径(r)に比例するが、QPQ型質量分析計では(2)式で与えられる¹⁾。

すなわち分解能はイオン源から第1Qレンズの中心までの距離 l_1 に比例するので、 l_1 を大きくすれば分解能が上がる。

$$\text{通常の磁場偏向型} \quad R = \frac{r}{s_1 + s_2} \dots\dots\dots(1)$$

$$\text{QPQ型} \quad R = \frac{l_1}{s_1 + \frac{l_1}{l_2} \cdot s_2} \dots\dots\dots(2)$$

われわれは必要な最大分解能および加工可能なスリット幅を考慮して $l_1 = 180\text{mm}$ とした。QPQ型の場合イオンの軌道半径(r)は上に述べたごとく分解能に無関係であるからいくらにしてもよいが、小さすぎると強い磁場が要るし、大きすぎると重くなるので適当な大きさがあり、市販の同程度の分解能の分析計よりも小型にすることをねらって $r = 120\text{mm}$ とした。

またこの光学系はQレンズの縦方向の発散作用と磁場端の斜め入射による縦の集束作用から立体集束が可能であり、この条件から l_2 を求めると $l_2 = 113.5\text{mm}$ となる。

すなわちこの非対称度は $l_1/l_2 = 0.63$ であり、それ程強い非対称ではないので実施する上で特に困難はない

と考え一応立体集束を満足するように設計したが、縦方向は光源も大きいのでイオンビームの発散をおさえる程度の効果を期待するにとどめた。

立体集束の結像の関係をFig. 2示す。水平面でのイオンビームは磁場内で平行になっている。

この配置の場合結像点で縮少像を得るが、収差による像幅の広がりやスペクトル線の形を考慮してイオン源スリットとコレクタスリットとを同じ大きさにした。またスリット幅は3種類のものを選べるようにし収差を考慮した分解能が $120 \cdot 600 \cdot 3,000$ 位を期待してそれぞれ $0.5\text{mm} \cdot 0.1\text{mm} \cdot 0.02\text{mm}$ とした。

Qレンズ中心から磁場端縁までの距離はQレンズの取付けの上で都合のよい値として $d_1 = d_2 = 50\text{mm}$ とした。

3. 各 論

3.1. イオン源

質量分析計のイオン源として現在広く用いられているものに電子衝撃型イオン源があり、気体試料等の分析に適し生成イオンの初速度分布幅が $0.2 \sim 2\text{eV}$ 程度と小さいのが長所である。この種のイオン源で従来から広く用いられているものにニア型イオン源²⁾がある。このイオン源は動作が安定であるが、生成イオンの利用効率が悪く、構造上多少複雑でもある。

われわれは組立精度の上げ易いFig. 3に示す簡単な

Fig. 2. Ray diagram showing stigmatic focusing of prism mass spectrometer

Fig. 3. Geometry of ion source

構造のものを採用した。このイオン源はイオン化用の電子ビームを集束するためのソースマグネットを用いず、バックングおよびフォーカス電極の電圧を調整して電子ビームの貫通率を高めている。ソースマグネットを使用しなかった理由は主として低質量イオンに対する質量弁別作用を避けるためである。

Fig. 3 において、R はリペラー電極、I.C. はイオン化箱、C はイオン出口スリット、D はイオン引出しとフォーカスを兼ねた電極、E はアース電極である。これらの電極は全て SUS-304 を使用し、絶縁には加工精度のよいフォルステライトのスペーサを使用して組立てた。SUS-304 は非磁性であるが、機械加工により磁性を帯びることが多いのでイオン源の部品は特にこのことに気を付けねばならない。磁性を帯びた場合水素炉中などで 1,000°C 位に加熱した後急冷すればよい。

DE 間距離は電極 E のスリットを通過するイオンが最大になるよう実験的に求めたものである。

イオン化箱はリペラー電極の中に挿入したニクロム線ヒーターで加熱できる。リペラーやイオン化箱は熱容量を大きくしイオン化箱内の温度変化を少なくするためブロックをくりぬいて作った。

イオン化箱内への試料の導入は試料導入フランジからバイレックスガラス管 (7 mmφ) を経てリペラー電極の中央にある穴を通して行ない、ガラス管は外側に巻いたヒーターにより加熱でき、その温度は熱電対で

測定できるようにした。

イオン化箱からの試料ガスの流出コンダクタンスは窒素で約 3ℓ/sec、イオン源部の排気速度が約 50ℓ/sec なのでイオン化箱内の圧力は外側に比べ約 17 倍高くなる。

われわれの使用したイオン源はソースマグネットを用いないため、特に偏向磁石の漏洩磁場のために電子ビームなどが影響を受け感度が変化し易いので、影響を受けないよう 13 クロムステンレス鋼でイオン源をシールドした。

イオン源スリットはイオン源アース電極 E の前方 15.5 mm に位置し、一枚の板に 6 mm ずつ離してとりつけた 3 枚のスリットを真空の外から 1 回転 1 mm 送りのバーニアダイヤルを回転させて動かすことにより自由に選べるようにした。スリットは 0.5×6 mm²、0.1×3 mm²、0.02×1 mm² で、スリット幅と共にその長さを変えたのは端縁磁場による像の歪曲を考慮したもので、高分解能を得るためにはスリット幅を細くするだけでは達成できない。

イオンビームの発散角を制限する α スリットはイオン源スリットの前方 100 mm におき、イオン源スリットと同様に 1 枚の板にとりつけた 3 つのスリットからなり外から動かして変えられる。それぞれのスリット幅は 3 mm、1 mm、0.3 mm であり、イオンビームの発散角 15 mrad、5 mrad、1.5 mrad に対応する。

3.2. Q レンズ

Q レンズは成るべく大きな口径のものにするためレンズ電極の断面は扇形にし、電極の直径 2a₀ を 18.36 mmφ、電極間隔 2a を 15.64 mm とした。電極長は比較的低いレンズ電圧で動作させるために 30 mm とした。レンズ端に特にシールドを設けず、それぞれの電極はフォルステライトで絶縁して電極保持台に組立て、これを分析管フレームに取りつけた。各電極への給電用端子は、それが磁石のすぐ近くにくるため通常のコパールを使用した密封端子では磁場を乱すので、銅—セラミック銅の密封端子を特別に製作し用いた。

Q レンズの一次トランスフォーマトリックス [Q] は

$$[Q] = \begin{bmatrix} \cos \theta, & \frac{1}{k} - \sin \theta \\ -k \sin \theta, & \cos \theta \end{bmatrix} \dots\dots\dots (3)$$

$$k = \frac{1}{a} \sqrt{\frac{U_L}{U_A}}, \quad \theta = kL$$

Fig. 4. Effective length of Q lens

で与えられる。ここでは U_A イオン加速電圧, U_L はレンズ電圧である。したがって焦点距離 f は

$$f = \frac{1}{k \sin \theta} \dots \dots \dots (4)$$

で与えられる。

ここで L の値としてレンズの幾何学的寸法で近似されるが実際には有効長 L_{eff} をとるべきであり、この値は端縁場の形でかなり変ると考えられる。

われわれは同一のレンズを用い別に焦点距離の実測を行ない(3), (4)式に従って有効長を求めた。

Fig. 4 はその結果を示したもので、加速電圧が1500 V のときレンズ電圧は10~20V で使用するの、その範囲でのレンズの有効長は 32.6mm と考えられる。

3.3. 偏向部

偏向部は90°偏向で軌道半径が120mmである。磁石のポールピース間に入る部分は 32mmφ のステンレスパイプを曲げたものを押しつぶして作った。これをフレームに熔接する。フレームは熔接により直角がくる

わないように厚み 15mm のものを正確に 90°になるようにピンを差し込んで組立てる構造にした。

3.4. 電磁石

QPQ 型質量分析計の偏向磁場は 90°偏向で、イオンの入出射端面が平行なものが必要なのでポールピースの端面を平行にすればよいのであるが、あまり奥行を長くするとポールピースの面積が大きくなり磁束を大きくとらねばならなくなる。しかし奥行が短かすぎると端縁磁場がポールピースの端縁と平行にならないため完全なプリズム磁場が得られなくなる。

イオン源からのイオンビームの発散角を 15mrad とすると、イオンビームの広がりにはポールピースの位置で 8 mm 程度となるので、ポールピースの奥行はその約 8 倍の 65mm とした。

ポールピースの幅はイオン軌道の半径 120 mm から計算すると 170 mm となるが、ポールピースの間隙が 14mm であり、ポールピースの角はそこで磁場が飽和しないように全て $4R$ の丸みをつけてあるので、端縁磁場を入出射面でそれぞれ10mm位を考慮して150mm

とし、ボールピースの後縁はイオン軌道に沿うよう円弧にした。

これからボールピースの断面積は約 112 cm^2 となった。加速電圧 1500 V で $M=500$ のときの必要な磁束密度および総磁束は約 10 k Gauss , 12300 AT である。

3.5. コレクター部

コレクターはファラデーコレクターと二次電子増倍器の2つのコレクターを装着している。コレクターの前方にはイオン源スリットと同寸法・同構造のコレクタースリットがあり、3枚のスリットの内2枚のスリットを2つのコレクターの丁度前に置くことにより、2つのコレクターで同時にスペクトル観測が可能である。すなわちファラデーコレクターには広いスリット、二次電子増倍器には狭いスリットが置かれる。ただし、二次電子増倍器には一番広いスリットも使えるようにしてある。こうすることにより二次電子増倍器の利得が容易に測定できる。またファラデーコレクターは二次電子増倍器に対し質量掃引の先んじて行なわれる側、すなわち磁場の強さを強める方向に掃引する

ので大きい軌道半径をとる側に置くことによりイオン強度を先に検出し、そのイオンが二次電子増倍器に現われる直前に記録計上でスペクトルピークが振り切れないように感度を変えることができる。またこれを自動的に行なうこともできる。

ファラデーコレクターと二次電子増倍器とは非常に接近しているので、互いに干渉しないよう信号線のシールドを厳重に行なわねばならない。

二次電子増倍器は浜松テレビ製 R515 で16段増倍のものであるが、15段増倍、増倍電圧 3 kV で 10^7 の利得がある。これを13クロムステンレスのシールド筒に納め、ファラデーコレクターはこのシールド筒上に組立てた。

3.6. 排気系

排気系は Fig. 5 に示すごとく、2.5 吋の油拡散ポンプ2台を用いてイオン源部と分析部とを差動排気できるようにした。油拡散ポンプは作動油に Convalex 10 (ポリフェニールエーテル) を用い、その排気速度は 320 l/sec であり、液体窒素トラップ、 60 l/sec のメイ

Fig. 5. Schematic diagram of vacuum system

ンバルブを含めて、イオン源部および分析部引口での排気速度は共に約 50l/sec となった。

イオン源部から分析部へのコンダクタンスは窒素で約 4.3l/sec なので、試料ガス導入時イオン源部は分析部よりも一桁高い圧力になる。

液体窒素トラップは寒剤量 1l で約 10 時間持つが、終夜運転の場合少し不足きみである。

夜間等分析計を働かせないときにメインバルブを閉じて分析管内の真空度が維持できるように 8l/sec の排気速度を持つイオンポンプを取りつけてある。

イオン源部は、洗浄やフィラメントの取換えのために、バルブ操作により真空系から隔離できる。

液体窒素トラップからイオン源部、分析部までの真空シールは無酸素銅のガスケットを使用し、高真空側のその他の部分は、イオン源部と分析部の間のセパレーションバルブのパッキングにバイトンゴムを使用した以外全て金線シールを施しなるべくきれいな高真空が得られるようにした。到達真空度は分析管をベークしないで通常 3×10^{-8} Torr である。

セパレーションバルブは何回も開閉するので金属シールを用いなくてバイトンゴムにしたが、バルブを開いたときにバイトンゴムが剝離帯電して、その電荷でイオンビームが曲げられ、しばらくの間コレクターに達しなくなり正常に復帰するのに約 3 時間を要することがわかった。

3.7. 試料導入系

試料導入系の図を Fig. 6 に示す。試料は気体および室温で 10^{-2} Torr 程度の蒸気圧を有する液体を対象とし、GC-MS も行なえるようにした。

気体試料は GAS INLET から $\frac{1}{4}$ 吋ステンレス配管を通じ $35\mu\phi$ の穴を有する厚み 0.2mm の純金板のオリフィスリークから直接導入するか、あるいはバルブ操作により一旦ガス貯めに貯蔵した後分析計イオン源へ導入することができる。これらのバルブのガスケットは分析計に直接つながっている二つを除いて *Kel-F* を使用している。分析計に直接つながっている二つのバルブは高温にベークできるようにモネルのガスケット

Fig. 6. Schematic diagram of gas inlet system

ットを使用している。

ガス貯めはガラス製でその容積は4.25ℓのものを二つ装備している。ガス貯め内は32φステンレス配管を通じ2時100ℓ/secの油拡散ポンプで真空中に引かれる。油拡散ポンプの作動油には酸化に強いシリコン系オイルDC-705を使用している。

GC-MS動作時はガスクロマトグラフからの試料ガスの一部を、ニードルバルブからヘリウムセパレータを通じてヘリウム中の試料濃度を高め分析計に導入される。導入量はニードルバルブで加減する。

ヘリウムセパレータはガラス製のBeaman-Watson型のもので約100倍の濃縮度が得られる。

操作バルブと1/4吋ステンレス配管、ガス貯め1、ガス貯め2、ヘリウムセパレータは同時にあるいは別々に加熱できる。ただし、ガス貯めは約250°Cまで加熱できるが、その他はガasket材料の耐熱性が悪いので100°C位までしか加熱できない。

3.8. 電気回路

3.8.1. 保護装置

排気系統の異常事態の対策は断水、回転真空ポンプのベルト切れおよび単相運転（三相モータ使用）、油拡散ポンプの短絡およびヒータ切れ、真空度の低下、停電について行なっている。これらの異常事態が起ると電源、油拡散ポンプが切れ、ランプで表示しさらに警報が鳴る。

3.8.2. 真空計および真空保護装置

真空計はB. A. Gaugeを使用し、回路はFig. 7のごとくである。イオン電流測定回路は通常の電流・電圧変換回路で、電子電流安定回路はSCR制御を用いた。

真空度が劣化した場合、 5×10^{-5} Torrでイオン源のフィラメント電源および加速電圧や二次電子増倍器用電源が自動的に切れるようにした。さらに真空度が低くなってB. A. Gaugeのフィラメントが焼き切れないように 5×10^{-4} Torrでフィラメント回路が切れるようにもした。保護回路の真空度検出はB. A. Gaugeの予備のフィラメント又はフィラメント保持端子をコレクターとして利用した。そのため真空度測定レンジの設定に関係なく一定の真空度で保護装置がそれぞれ働くようになっている。

3.8.3. イオン加速電源

イオン加速用高圧安定化電源の回路をFig. 8に示

す。イオン加速電圧は500Vから500Vステップで最高2,500Vまで切換えられる設計にしたため、並列制御のトランジスタは耐圧の都合で2SD380を4つ直列に接続した。この場合通常の直列接続だとイオン加速電圧を切換えたとき一部のトランジスタに電圧が集中し破壊するのでFig. 8に示す回路を試みた。この回路は直列トランジスタのベース電流を別の電源から自動的に供給するもので、そのため直列トランジスタの電圧配分が均等化される。

この電源の安定度は2,500Vのとき0°~40°Cの範囲で10 ppm/°Cであり、リップルは2 ppm程度であった。

3.8.4. 電圧掃引回路

分析計の感度・分解能の調整にはスペクトルの直視が能率的である。われわれはイオン加速電圧にFig. 9に示すごとく鋸歯状波の掃引電圧を重畳して、狭い質量範囲を高速で掃引させることによりスペクトルをオシロスコープで観測できるようにしたので、分解能3,000調整が5分以内で行なえる。

3.8.5. 磁場掃引回路

磁場掃引回路は通常の直線掃引、放物線掃引の他に指数関数掃引を加えた。放物線掃引は記録計上のスペクトルが質量数に比例して画かれるので便利であるが、磁場偏向型質量分析計のように分解能が一定のものでは低い質量数でスペクトルが細くなるためイオン検出器の応答速度を上げねばならない。指数関数掃引では質量数に関係なく応答速度を一定にできるのでこの点有利である。しかし、従来のx-t記録計を使用し記録紙を定速度で送るとスペクトルは全く等間隔でなくなり、未知のスペクトルの質量数を決定することは容易でない。しかし筆者らが開発した指数関数掃引とパルスモータ駆動のチャート送り機構を有する記録計を掃引信号の自乗に比例するパルスで駆動する方式の採用により、スペクトルピーク記録時間を一定に保ちつつ質量等間隔記録ができるので質量数の読み取りが容易に行なえる。またスペクトルの現われない不要な部分は早送りしてもチャート上での質量間隔は変わらないので非常に便利である。指数関数掃引によれば、加速電圧1,500V・分解能600のとき、 $M=11 \sim 500$ までの掃引時間が約7分であった。

また掃引中の質量数をその場で知れる方が便利であるので、ポールピース間の磁場の強さをホール素子で検出しアナログ演算回路を用いて加速電圧に関係なく

Fig. 7. Circuit diagram of vacuum gauge and vacuum protector

Fig. 8. Circuit diagram of high voltage regulator for ion acceleration

Fig. 9. Circuit diagram of saw-tooth oscillator for oscilloscope display of spectra

質量数がデジタルに直読できるようにした。

ホール素子の温度安定性は 10°C 温度が変わっても表示が変わらない程度の良いものであるが、直線性が 1% と悪いので補正回路を使って誤差は 1 Mass 以下におさえている。

4. 性 能

4.1. イオン引出し電圧とイオン電流

イオン引出し電圧 U_D とイオン電流 I_i との関係を横軸に引出し電圧と加速電圧の比 U_D/U_A で表わすと Fig. 10 のごとくイオン量は加速電圧によらずある一定の U_D/U_A で最大になる。したがって引出し電圧の供給は加速電圧を抵抗分割して行なえばよい。

4.2. 電子電流とイオン電流

電子電流 I_e とイオン電流 I_i との関係を Fig. 11 に示す。イオン電流はなるべく電子電流に比例することが

Fig. 10. Ion current vs. ion drawing out voltage (relative to ion accelerating potential)

Fig. 11. Ion current vs. electron current

望ましいが、試作したイオン源ではソースマグネットを使用していないために、電子電流を変えたり、押し出し電圧を変えると、イオン化箱内を通過する電子ビームの位置や幅が変わりイオン引出しスリットから引出されるイオン量が変わるので比例しない。また新しいフィラメントを取り換えると電子ビームの向きや幅が変わるため異なった特性を示す。

4.3. 押し出し電圧とイオン電流

押し出し電圧 U_R とイオン電流 I_i との関係を Fig. 12

Fig. 12. Ion current vs. repeller voltage

に示す。イオン電流を最大にする最適な押し出し電圧がある。フィラメントを取り替えるとその特性が変わることは前に述べた理由から推測される。感度が許される限りなるべく低い押し出し電圧で使用する方が生成イオンの初速度分散が狭くなるので高分解能動作には好都合であるが、質量数による生成イオン量の比、いわゆるパターン係数が押し出し電圧により変化することに気を付ける必要がある。

4.4. 試料圧とイオン電流の比例性

定量分析が精度よく行なえるためには試料圧とイオン電流が正確に比例しなければならない。

試料導入系のガス貯め圧力 P_R とイオン電流 I_i との関係を窒素を用いて調べた結果を Fig. 13 に示す。

ガス貯め圧力が 0.2 Torr まではイオン電流とガス貯め圧力とは完全に比例する。

Fig. 13. Linearity between sample gas pressure of reservoir and ion current

4.5. 感 度

質量分析計の感度には色々な表現方法があるので実用性のある二三の感度表示に従って試作した分析計の感度について述べる。なお感度は全て窒素に換算した

ものである。

(1) 総合感度 S_P

総合感度は試料導入系のガス貯め圧力でコレクターに達するイオン電流を除いたもので表わす。

イオン源スリット幅 s_1 、コレクタースリット幅 s_2 および α スリット幅がそれぞれ 0.5, 0.5, 3 mm のとき即ち最大感度のとき、ファラデーコレクターで 2.3×10^{-9} A/Torr ($I_0=100 \mu\text{A}$, $U_A = 2500\text{V}$) である。このとき $10^{11} \Omega$ のフィードバック抵抗を持つ微小電流増幅器 (オペアンプはアイコー 4M/4229 P) を用いると 230V/Torr の出力電圧が得られ、二次電子増倍器を用いるとさらにその利得倍だけ出力電圧が増加する。

(2) 試料流量感度 S_F

気体試料はガス貯めから直径 $35 \mu\phi$ の穴を有する厚み 0.2 mm の純金板オリフイスリークを通じて分析計に導入されるので、このリークのコンダクタンスが約 2.2×10^{-6} l/sec であり、先に述べた S_P をこの値で除して $S_F \approx 1 \times 10^{-3}$ A/Torr $\cdot$ l $\cdot$ sec $^{-1}$ が得られる。

(3) イオン源感度 S

イオン源感度はコレクター電流をイオン化箱内の圧力で除したもので、イオン源そのものの感度を表わすので分析計を設計する立場から有用なものである。

イオン化箱内の圧力を正確に測定することが困難なので高真空排気時に B. A. Gauge の読みがイオン化箱内の圧力とほぼ一致しているとみると約 1×10^{-5} A/Torr (N_2 換算) であった。ただし残留ガスの主成分は水である。

これらの感度はスリット幅が狭くなるにつれ低下する。スリット幅とイオン源感度の関係を Table 1 に示

Table 1 Sensitivity

$s_1(\text{mm})$	$s_2(\text{mm})$	$\alpha (\text{m rad})$	$s(\text{A} \cdot \text{Torr}^{-1})$
0.5	0.5	15	1×10^{-5}
0.1	0.1	5	2.3×10^{-6}
0.02	0.02	1.5	7.5×10^{-9}

す。なおコレクタースリット s_2 をイオン源スリット s_1 より広くしても感度は変らない。

4.6. 分解能

スリット幅と得られた分解能の関係を Table 2 に示

Table 2 Resolving Power

Calculated			
$s_1(\text{mm}) \backslash s_2(\text{mm})$	0.5	0.1	0.02
0.5	139	202	221
0.1	279	696	1008
0.02	339	1366	3480

Experimental			
$s_1 \backslash s_2$	0.5	0.1	0.02mm
15	15	5	1.5m rad
0.5	140	200	
0.1		670	900
0.02 mm			3000

す。最大分解能で N_2 と CO を分離したスペクトル例を Fig. 14 に示す。

Fig. 14. Example of mass spectra of CO and N_2

Fig. 15. General view of prism mass spectrometer

この装置の写真を Fig. 15 に示す。

5. 結 言

本来集束性もあり質量分散も行なえるセンター磁場を、わざわざ集束性の無いものに替え、余分のQレンズを使ったこの分析計はただちょっと変ったものをねらっただけと言えなくもないが、実際に作ってみると分析管のベークキングなどで磁石を動かした場合にその位置を厳密に再現する必要もなく、集点の調整は非常に簡単であり、容易に高い分解能が得られ、寸法的にも小さくまとめられた。

ただ、フォーカル面の弯曲は理論的予想を上まわるもので⁴⁾、これはおそらくポールピースの寸法が幾分小さかったため、端縁磁場の曲りおよび傾きを生じたためと思われるが、光軸に直角に2つのスリットを設ける限りでは完全に2点でイオンを集束させることは困難ではない。しかし、もし3つ以上のスリットを同一直線上に並べて同時に使用しようとするこの弯曲は問題になるかも知れない。だが、実際には焦点深度も深く、分解能の低下は数%であるのであまり問題はないと思われる。

おわりに大阪大学教養物理教室、松田 久・松尾清

武岡先生には本分析計の軌道解析に御協力戴いた。

またこの装置の製作にあたっては松下電器無線研究所飯田所長から深い御理解を受け、製作面では同研究所青山主任工師に御協力戴き、実験では材料研究所試験部の方々にお世話になりました。

ここに深く感謝の意を表する次第である。

文 献

- 1) I. Takeshita, *Mass Spectrosc. (Japan)*, **23**, 173 (1975).
- 2) A. O. Nier, *Rev. Sci. Instrum.*, **18**, 398 (1947).
- 3) I. Takethita, H. Tanka and T. Shino, *Mass Spectrosc. (Japan)*, **25**, 61 (1977).
- 4) I. Takeshita, T. Shino and H. Tanaka, "A Prism Mass spectrometer with Two Q Lenses", *Advances of Mass Spectrometry*, Vol. 7 B, N. R. Daly ed., The Institute of Petroleum, London (1978), p. 855.

Keywords

Mass spectrometer
Prism magnet
Q lens
Power supply