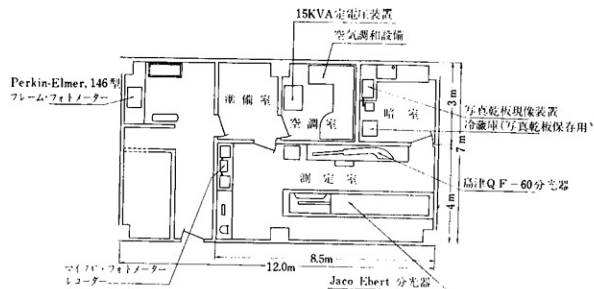


格子分光器による 岩石鉱物の分光分析



第1図 地質調査所分光分析室見取図

地質調査所ではこのたびジャコー・エバート型 3.4 m 格子分光器 (Jaco Ebert 3.4 m Stigmatic plane grating spectrograph with order sorter. Jarrell-Ash Company U. S. A.) を購入設置したのでその概要について紹介してみよう。

1. 回折格子とは ガラス板またはスペキュラル・メタル上に非常に多くの線を刻んだものである。分光分析の目的には通常1時当り 7,500~30,000 本程度のものが用いられ プリズムと同様に光を各波長に分ける性質を有している。回折格子を用いた分光器は従来のプリズム型分光器に比し いちじるしく高度の分散能を有している。そのため従来困難とされた複雑なスペクトル構造をもつ諸元素の分光分析が可能となり その適用範囲が増大された。その結果 U. Th. Zr. Mo W および稀土類元素等の分光化学分析がきわめて容易となったことは特記に値する。また高度の分散能を使用すると スペクトル線の微細構造の測定が可能となり 分光学的方法による同位元素測定の研究の道がひらけてきた。

2. 測定 は一定の温度のもとで行わねばならない。格子部は非常に数多くの刻線をもつために温度の影響を受けやすい。温度が変わるとスペクトルの位置にズレを生じてくる。したがって測定室は厳密なる温度コントロールが必要となってくる。地質調査所の測定室は 温度 $23^{\circ}\pm 0.5^{\circ}$ 以内 湿度 $55\pm$ 数% 以内に

管理されている。この精度は写真法による分光化学分析の目的には充分なものと考えられる。

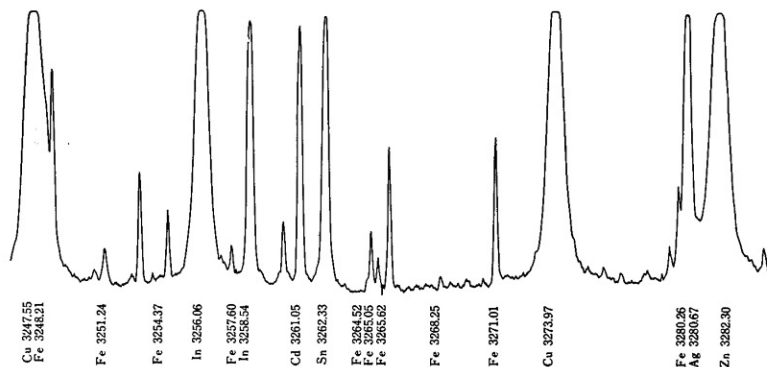
3. 分析 する試料は粉末にして グラファイト電極の穴に詰め 主として直流弧光により発光させる。この光を回折格子にあて 各波長に分かれた光を写真乾板に撮影し スペクトル線の出方をしらべる。目的元素のスペクトル線が存在する場合には マイクロフォトメーターにより その黒化度を測定し定量分析を実施する。線の黒さの度合いが含有される元素の量と比例するためである。第2図は閃亜鉛鉱中に含まれる微量元素の存在状況を記録したものである。

4. 回折像 はプリズムで得られる単一なるスペクトル像と異なり 次数の異なる多くのスペクトル像が重複して現われる。分散能はこの次数の高いほど大となり 格子を回転することにより簡単に調節できる。ジャコー・エバート型分光器は 1次 2次スペクトルに対しては 15,000 本/時の平面回折格子を使用し 3次以上 25次までの場合には 7,500 本/時の平面回折格子を オーダー・ソーターと併用する。オーダー・ソーターとは 高度の分散能を使用する高次スペクトルの重複を分けるために用いられる装置である。エバート分光器は平面回折格子を使用しているので

- a. スペクトル像が明るい
- b. 収差が起りにくい
- c. 適用波長範囲が広い

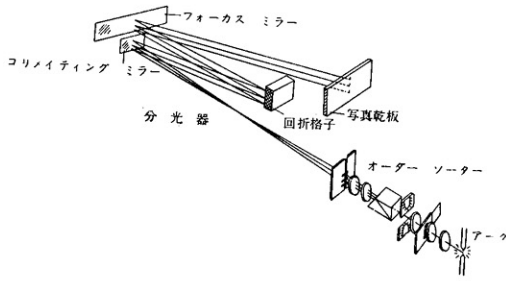
等のすぐれた特長をもっている。第3図はオーダー・ソーターを使用するジャコー・エバート分光器の光学系を示したもので 第4図は 次数と分析対象および分散度の関係である。

5. 核原料資源調査への応用
ウランおよびトリウムを主体と



第2図 閃亜鉛鉱の分析例 (青森県尾太鉱山下2坑準東4号室)

ジャコー・エバート・一次スペクトル (5A/mm) 波長範囲 3247A-3282A におけるスペクトル線を示す



第3図 JACO EBERT 光学系図

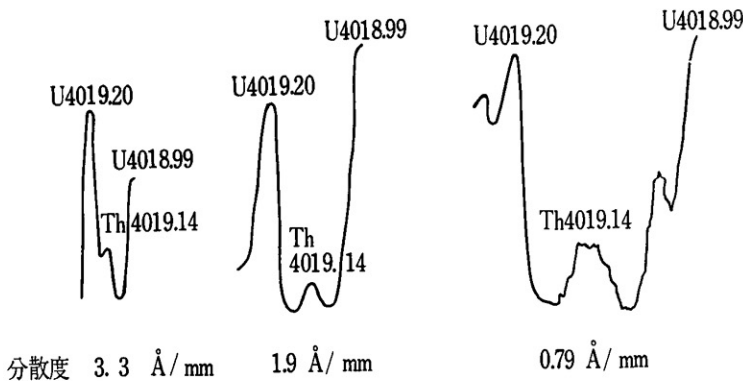
する核原料資源調査において 本装置は次のような目的にはきわめて有効である。

1. 鉱石中のウラン及びトリウムの分光分析
2. ウランおよびトリウムを主成分とする鉱物中の不純物元素の分光分析
3. ウランおよびトリウム鉱物に伴う稀土類元素の分光分析

ウラン・トリウムおよび稀土類元素は前述のごとく非常に多くのスペクトル線を有している。且つこれらの諸元素は 4,000~5,000 Å の波長範囲に分光分析の目的に好都合なスペクトル線を有していることが多い。この部分は CN 帯スペクトル線群の著しい妨害をうけるため 妨害線から分離し且つ精度よく分析するために オーダー・ソーターを使用する 3~0.8 Å/mm 程度の高分散能が使用される。

第5図~第7図にウラン中のトリウムの分析例を示す。第5図は分散能を高めることにより ウランのスペクトル線からトリウムのスペクトル線の分離される状況を示している。

一方 分散能を高めることにより スペクトル線の感度は 第6図のごとく連続的に変化し 必要以上に分離すると一般に感度は低下する。



第5図 ウラン中のトリウムのスペクトル図 (マイクロフォトメーターによる記録図) 分散能を高めることにより Th 4019.14 Å が U 4019.20 Å より分離される

スペクトル 次数	回折格子	分析対象	A/mm	分散度 mm/Å
1	15,000本/吋	通常岩石試料, 非鉄鉱物, 硫化鉱物	5	—
2	"	鉄, チタン鉱石, 一部の岩石及び硫化鉱物	2.4	—
2-4	7,500本/吋		5-2.5	—
3-9	"	稀土類元素	3.2-1.1	—
6-18	"	稀土類元素	1.3-0.44	—
12-25	"	ウラン, 及び同位元素分析	0.5-0.24	—

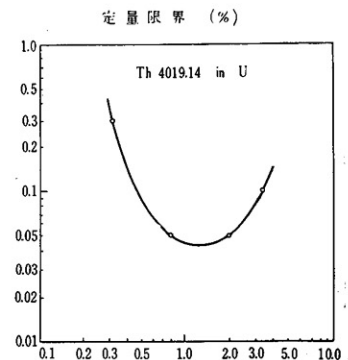
第4図 次数と分析対象および分散度の関係

したがって 分離の状況と感度の点において最適の条件を使用すべきである。このような目的に対しては本装置は光学系の調節により分散度をいろいろと変化させ得るので はなはだ便利である。第7図にウラン中のトリウムの検量線を示す。たとえば モナザイト中のトリウムおよび稀土類元素が 同様の操作により容易に定量可能となる。

このほか スペクトル線の同位元素効果を用いることにより 同位元素の存在比を測定する問題がある。一般にある元素のスペクトル線は 電子軌道と核との相互作用により 存在する同位元素の数に分かれるがこの現象は複雑である。同位元素が存在しない元素においても しばしばスペクトル線が分裂する現象が知られている。

この場合は原子内の電磁気的効果によって生じされるとされる。これらの問題は さらに今後の研究にまたねばならないが 現在のところ より一層正確なる測定が 質量分析計によって可能となっている。

6. 岩石 鉱物 試料のうち現在分光分析可能な諸元素は約 70 程度とされている。分光分析は スペクトル線というきわめて確実な存在の有無により遂行され 感度と迅速性の点ですぐれている。



第6図 分散度と定量限界の関係 (5, 6図は JACO News Letter による)

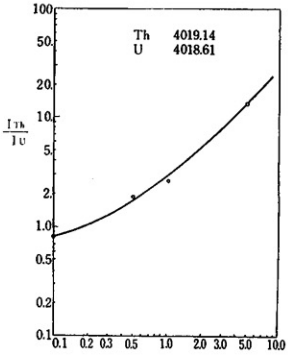
DETECT LIMITS OF THE ELEMENTS
IN SPECTROCHEMICAL ANALYSIS

分光分析可能な諸元素につき 発光スペクトルの検出限界を示す。試料中に検出限界 % 以上の含有量が存在すれば定性並びに定量分析が可能となる。

No.	元素 Element	検出限界(%) Detect. Lim.(%)	No.	元素 Element	検出限界(%) Detect. Lim.(%)
1	Li	0.0001	37	Cd	0.0001
2	Na	0.00303	38	As	0.008
3	K	0.0002	39	Sb	0.001
4	Rb	0.0001	40	Bi	0.0025
5	Cs	0.0002	41	Hg	0.03
6	B	0.001	42	Pb	0.0005
7	Be	0.0002	43	Cu	0.0001
8	Ca	0.0002	44	Sn	0.001
9	Sr	0.0003	45	Ge	0.0005
10	Ba	0.0003	46	Ni	0.0003
11	F	0.01	47	Co	0.0003
12	Ga	0.0002	48	V	0.0003
13	In	0.0001	49	Cr	0.0001
14	Tl	0.0001	50	Si	0.002
15	Sc	0.0001	51	Al	0.0002
16	Zr	0.001	52	Mg	0.0002
17	Hf	0.01	53	Fe	0.0005
18	U	0.01	54	Mn	0.0003
19	Th	0.01	55	Ti	0.0001
20	Re	0.01	56	Co	0.001
21	Ag	0.0001	57	Ce	0.005
22	Au	0.001	58	Pr	0.001
23	Pt	0.005	59	Nd	0.001
24	Pd	0.001	60	Pm	0.001
25	Rh	0.001	61	Sm	0.005
26	Ir	0.01	62	Eu	0.001
27	Os	0.01	63	Gd	0.005
28	Ru	0.001	64	Tb	0.001
29	W	0.001	65	Dy	0.001
30	Mo	0.0003	66	Ho	0.001
31	Nb	0.001	67	Er	0.001
32	Ta	0.01	68	Tm	0.001
33	Te	0.01	69	Yb	0.001
34	Se	0.0015	70	Lu	0.001
35	P	0.01	71	Y	0.001
36	Zn	0.01			

地質調査所では これら多数の諸元素について 正確なる定量法を研究し 地質学的諸問題への寄与すなわち 岩石鉱物中の諸元素の定量データを もととして地球化学的研究をすすめている。

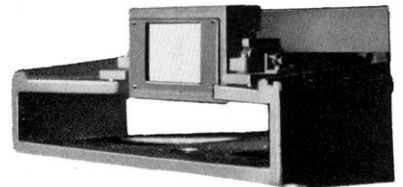
(技術部 地球化学課)



第7図 ウラン中のトリウムの検量線



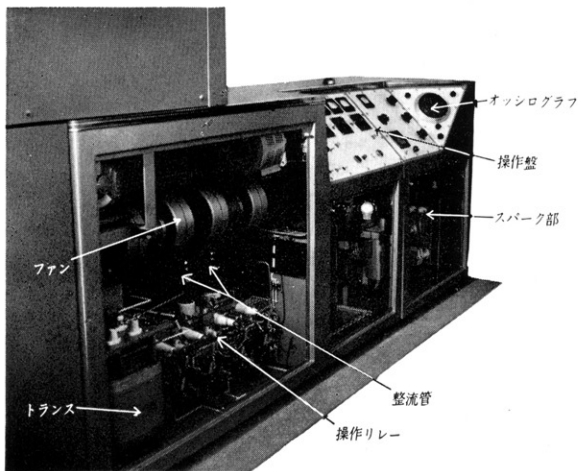
分光分析室の温湿度調節計



↑ 分光器内に設置された平面廻折格子硝子板上に 15,000本/時の線を刻みその上にアルミニウム金属を装着させてある。

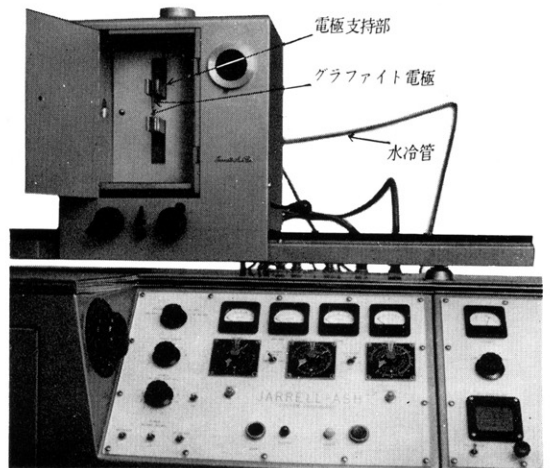
← ジャコー・エバート型分光器

JACO Ebert 3.4 m Plane Stigmatic Grating Spectrograph



発光装置の内部 (Varisource)

D.C. Arc, High Voltage A.C. Arc, Uni-Arc, Ignited A.C. Arc および A.C. Spark の5種類の発光法をもつ



電極支持台 (Arc stand)

電極支持部は水冷となっている