

# ITVカメラを用いたワイセンベルグ写真の X線反射強度測定装置試作 I

泉 隆俊\*, 岡本 夏男\*, 高木 義人\*\*, 桜井 帰一\*\*

## Design of an Apparatus for X-ray Intensity Measurement on a Weissenberg Photograph by the Use of Two ITV Cameras. 1.

Takatoshi IZUMI\*, Natsuo OKAMOTO\*,  
Yoshito TAKAKI\*\*, and Kiichi SAKURAI\*\*

(Received September 1, 1969)

An apparatus for X-ray intensity measurement on a Weissenberg photograph is designed. The main features of this apparatus are as follows:

- 1) Two ITV cameras are used, one for a Weissenberg photograph and the other for an indexing chart. The former is used for intensity measurement. Indexing of the photograph can be easily made on a monitoring TV by superimposing the indexing chart on the photograph.
- 2) The accuracy of intensity data obtained by this apparatus is higher than that obtained by the visual method.
- 3) For intensity measurement this apparatus requires less time than the visual method.

### 1. はじめに

X線結晶構造解析において、X線反射強度測定法として、a) シンチレーションカウンタによる直接測定法  
b) 写真法

の二つの方法があるが、(b)は更にフォトメータによる方法と目測による方法がある。(a)による方法は測定精度等色々の利点があるが、非常に大がかりな付帯装置が必要である。(b)によるフォトメータ法は測定精度は目測法よりよいが測定時間が多くかかる点と、反射の指数付が困難等によりあまり実用になっていない<sup>1,2)</sup>。これに対し目測法は精度、個人差、経験等多くの問題を含んでいるにもかかわらず広く行われているのは、この程度の測定精度にもかかわらず多くの利点をそなえており、又多くの解析経験から実証されているからである。所が

最近になって三次元構造解析が普通となり、今まで数百の反射の測定ですまされていたものが数千の反射測定を要するようになり、測定に要する時間は一人の測定者で約一ヶ月、又はそれ以上要し、この点が最大の問題となってきた。我々はこれらの問題解決のため、精度は目測法以上で強度測定と指数付を迅速に行いうる方法として、2台のITVカメラを用いた装置を試作した。

ITVカメラが写真等の濃度測定に用いられた報告はまだないようであるが、その原因は増巾器のノイズに問題があるようである。しかし以下の記述から分かるように、目測法と同程度の精度を得るにはITVカメラのSN比はほとんど問題なく利用できる。

本報ではITVカメラがワイセンベルグ写真の強度測定にどの程度利用できるか基礎的実験を行ったもので、まだ検討すべき問題が残されているが、実験結果と装置に関する二三の考察を報告する。

\* 自然科学系列—物理学 (Department of Liberal Arts and Sciences—Physics)

\*\* 大阪教育大学 (Osaka University of Education)

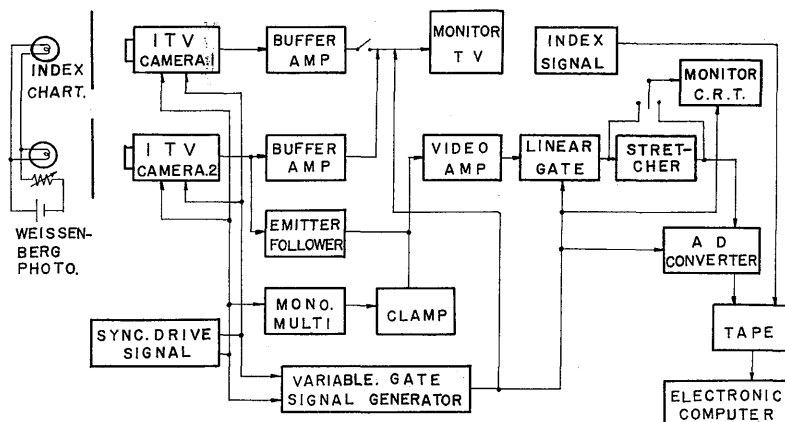


Fig. 1 System block diagram

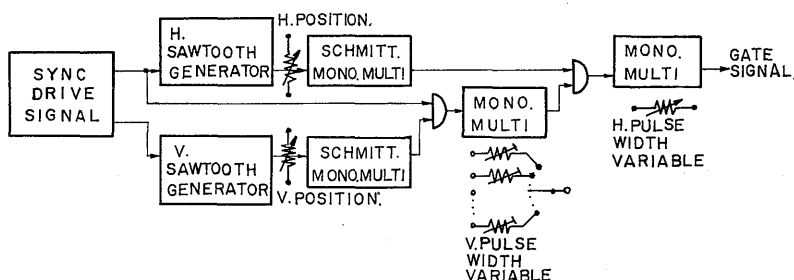


Fig. 2 Block diagram of gate signal generator

## 2. 装置の概要

Fig. 1 に装置のブロックダイアグラムを示す。ITVカメラ・2でワイセンベルグ写真を、ITVカメラ・1で指数チャートを写し、両者をモニタTV上にスーパーインポーズさせる、更に可変ゲート信号発生回路からモニタTVにゲート信号を送り、そのゲート信号の部分に対応したワイセンベルグ写真のスポットの映像信号のみを測定回路に送り、シンクロスコープ、又はAD変換回路を通して測定する。この抜取られた映像信号、すなわち写真上のスポットの指数は、指数チャートがモニタTVにスーパーインポーズされているので容易に決定できる、これはTV方式でないとできない方式で、測定が非常に楽になり指数付を誤ることはない。

ここで上記のゲート信号はモニタTV上の任意の位置に二つの可変ボリュームで自由に移動できるが、次の理由から今回の実験では任意の位置に固定して行った。

- i) シェーディング
- ii) サグ
- iii) 光導電体の場所による感度の一様性

これらの問題は次の機会に実験を行うことにして、上

記のごとくゲート信号を固定したので、ワイセンベルグ写真と指数チャートを機械的に平行移動させて測定した。こうすれば、すべてのスポットを同じ条件のもとで測定していることと同等であり試作実験としては十分であると考える。

## 3. ゲート信号の発生

我国のTV方式は、水平15.75KHz、垂直60Hzのインターレース方式である。Fig. 2の回路方式では、フィルド周波数60Hzごとにゲート信号が発生し、したがってシンクロスコープの掃引周期は60Hzのトリが信号により行われる、そのため同じスポットに対する水平走査線の位置が奇数番目と偶数番目とでは若干ずれる。この関係をFig. 3に示す、図中、実線が奇数番目とすれば点線は偶数番目の水平走査線を示す。ここでフレーム周波数30Hzによるゲート信号を発生させなかったのは次の理由による。

- i) 結晶構造因子 $F^2$ は理論上、X線積分反射強度に比例しているから強度値は積分値で求めた方がよい、この場合60Hzのゲート信号では積分反射強度の近似が30Hzに比較して2倍の精度になると期待できる。

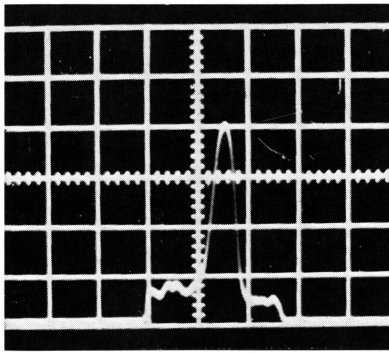


Photo 1 Waveform after linear gate

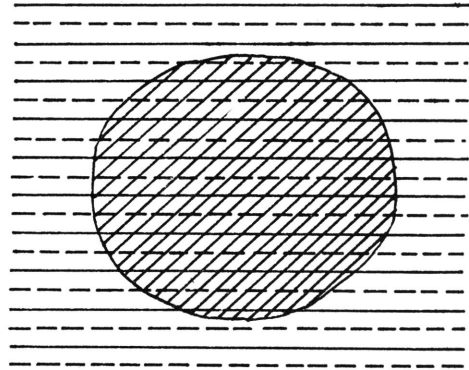


Fig. 3 Spot and gate signal

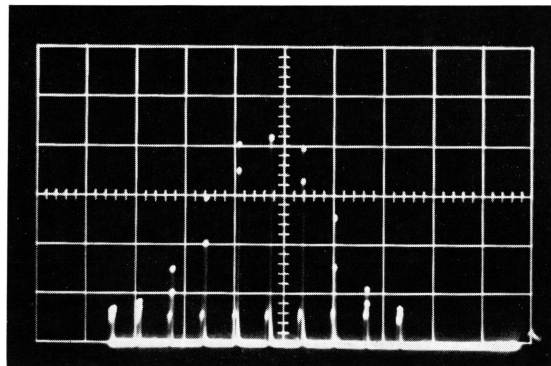


Photo 2 Stretcher waveform

ii) 積分カセットより得られるワイセンベルグ写真では強度値のピークが平坦になっているから  $60\text{Hz}$  のゲート信号でも問題はない。

iii) 回路設計が容易である。

以上の考察から  $60\text{Hz}$  ゲート方式に設計した。ここで Fig. 3 はモニタTV上におけるスポットと水平走査線に乗ったゲート信号の関係を示したもので、ゲート信号の広さは水平、垂直の両方向とも可変抵抗と切替スイッチにより自由に選ぶことができる。

#### 4. シンクロスコープ測定法

Fig. 3 におけるゲート信号を水平線一本分のみ取出した場合、シンクロスコープ上の波形は Photo. 1 のように現われる。積分カセットを用いたワイセンベルグ写真であればピーク値とバックグラウンドレベルを測定する。次に Fig. 3 に示すようにゲート信号がスポット全体を含むようにセットした後、リニアゲートの出力信号のピーク値を約  $5\mu\text{s}$  にストレッチしたのが Photo. 2 である。なお試作した電子回路の特性試験等については別

の機会に報告することにして、上記ストレッチャーはコンデンサーの保持特性を利用したもので、コンデンサーの充電時定数を適当に選ぶことにより、映像信号に含まれている連続性ノイズ領域の振動分を消去することができる。その結果、測定が容易になり、さらに精度が向上する。

#### 5. I TVカメラのノイズ

I TVカメラを強度測定に用いる場合、目測法以上の精度を得るためにはI TVカメラにある値以上の分解能が要求される。そしてこの場合の分解能は Fig. 4 の標準強度スケールのX線相対強度が次の番号の強度値と出力信号の中で区別できるかどうかで定まる。ここで分解能に最も影響するのがノイズであると考え。そこでまず目測法ではどの程度の分解能力があるかが問題になる。Fechner Fraction  $\Delta B/B$  については多くの実験報告<sup>4,5)</sup>があるが輝度差として見分けられる限界は  $\Delta B/B \geq 0.02$  である。この場合、フィルムの  $\gamma$  を2とすればX

線強度比で1.03(3%)の判定能力を持つといわれている<sup>2)</sup>。しかし上記の値は最も条件の良い場合に得られるもので周異条件によって非常に異なる値を示す<sup>4)</sup>。積分カセットによるワイセンベルグ写真の強度測定でもスポットの形状, フィルム・バックグラウンド・レベル等種々さまざまな条件から最終的に得られる目測法の精度は10~20%である<sup>1,2)</sup>。次にITVカメラのSN比は連続性ノイズが一様に分布しており, 信号ピーク値はX線強度によって変化するので一義的に決めることはできないが, 今回実験に用いたITVカメラではFig. 4の出力特性において各スポットの出力信号(V.p-p)に対し約0.04V(p-p)のノイズを含んでいる, このノイズ値の範囲であれば相対強度番号30まではほぼ確実に分離できることをしめしている。そしてこの時の精度は概略計算で約2.5%である。

## 6. 測定法, 並びに実験結果

Fig. 1のAD変換回路以下は現在試作中であるので以下の測定はすべてシンクロスコープで行った。なお実験に用いたITVカメラ(東芝TD-3)は帰線消去信号に電源ハムがわずかに含まれており, これが同期信号周期との差により長い周期でハムとなって現われ, 測定に誤差をあたえるので, カメラ電源回路のリップルを極力

消去して用いた。Fig. 4は目測法で使用している強度スケールと同じものを用いてITVカメラより得た出力特性を示す。横軸はX線反射強度の相対値を示し, 縦軸はシンクロスコープの測定値を示す。図中の曲線はフィルム上の平均の明るさをカメラのASC電圧を利用して測定したもので, フィルム面が明るくなるにしたがってそのレベル電圧は小さくなる。今回行なった測定法はスポットのピーク値, バックグラウンド・レベル電圧, 及びフィルム面の平均の明るさを測定データとした。

今, 平均の明るさが18Vであれば, その曲線と, ピーク値からバックグラウンド・レベル電圧を引算して得られた値を用いて, X線反射強度値を決める。

Fig. 4はビジコンのターゲット電圧20V一定, 光源の電源電圧DC. 90V一定の場合を示しているが, 実際のワイセンベルグ写真ではカブリの程度が種々異なるので, ビジコンの感度が高くなるよう, 光源の明るさを調整し, フィルム面の明るさがあまり変らない範囲で測定しなければならない。上記測定法のもとに試料としてm-fluorobenzamideのワイセンベルグ写真を測定した。Fig. 5に測定から得られたフィルム因子の結果を示す。上段に従来の目測法の結果を示し, 下段にITVカメラによる結果を示す。いずれも初心者が測定したものであるが, ITVカメラではかなり良い結果が得られる。

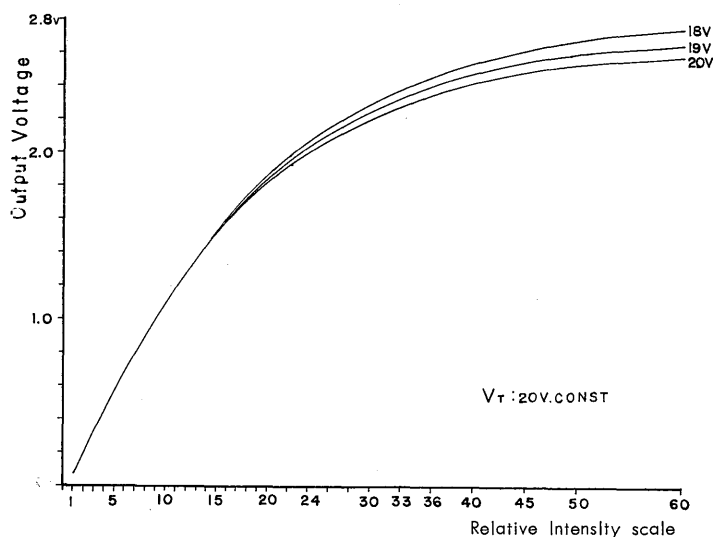


Fig. 4 Standard intensity scale

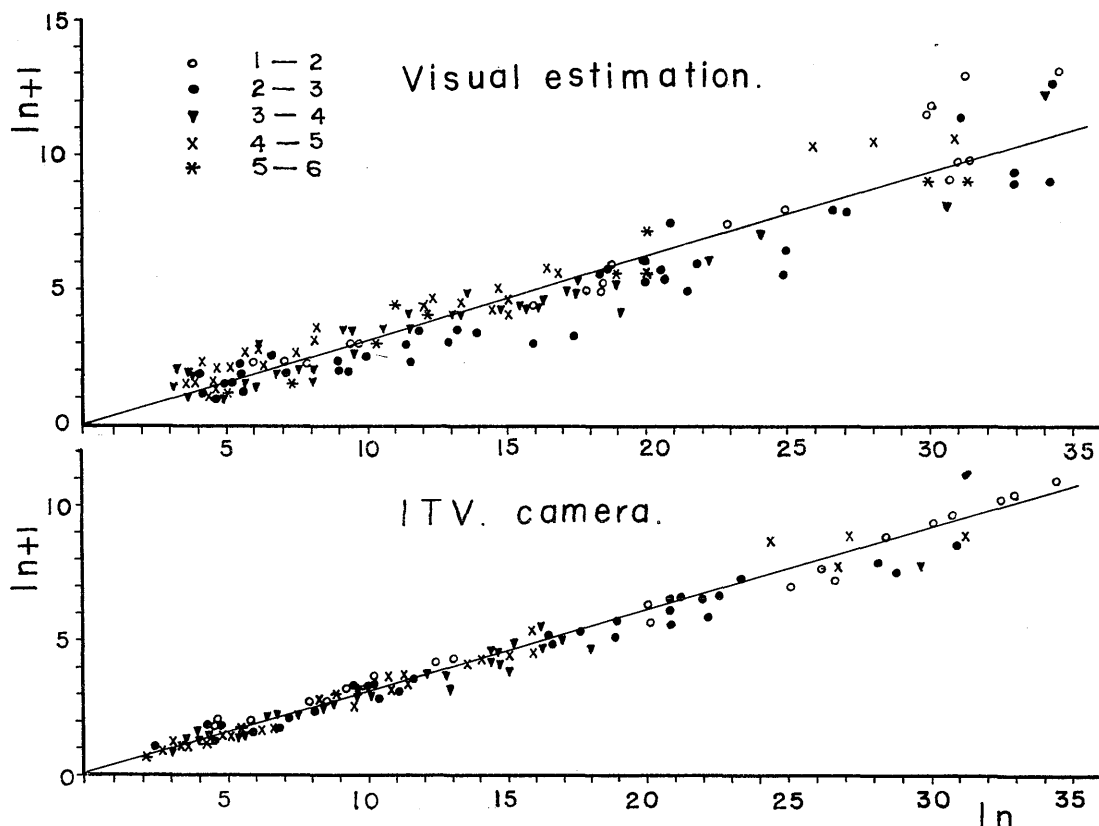


Fig. 5 Film factor

## 7. 考 察

6の測定法では、平均レベル電圧としてASC電圧を利用しているので、実用上問題にならなかったものの、強度番号が15をこえると、原理的に正しく測定されない。その点については現在検討中である。また Fig. 5の結果からその精度は約10%程度となっているが、この原因として次のことが考えられる。

- i) 上記測定法による誤差。
  - ii) シンクロスコープによる誤差。
  - iii) ビジコン光導電体における横方向への電荷の漏洩。
  - iv) バックグラウンド・レベルの取方。
- iii) については実験を要するが、iv) は一点のみ測定したので相当大きく影響していると考えられる。これらの問題については現在検討中で、すべて解決できるものと考えられる。

## 8. おわりに

以上述べたことはITVカメラがワイセンベルグ写真

の反射強度測定にどの程度利用できるか、その基礎的実験を行ったものである。その結果、市販のITVカメラを用いて指数付を容易にし、少なくとも目測法以上の測定範囲、並びに精度を得られることが分った。これらの見地から本装置の試作実験は一応の目的を達成したと思われる。それから、今回の報告に含まれなかった Fig. 1のAD変換以下、電子計算機との連結に関する実験、積分反射強度、電子回路、精度向上等については次の機会に報告したい。なお筆者等が実験に用いたビジコンのターゲットは  $\text{Sb}_2\text{S}_3$  からできており、これに対し、フリップ社が発表したプランビジコン<sup>6)</sup>はターゲットに  $\text{PbO}$  が使われビジコンに比べて多くのすぐれた特徴をそなえている。中でも、 $\text{Sb}_2\text{S}_3$  形のビジコンの  $\gamma$  は暗い領域で高くなり、明るい領域では小さくなるが、プランビジコンは広い光域で  $\gamma$  が約1とほぼ一定している。さらに最近ターゲットの構造を独立したます目状に配置させた新しいITVカメラが発表されているが、これらはワイセンベルグ写真のように種々の条件がともなう場合の強度測定には理想的であると考えられ、合わせて 50dB 以上の

S/N比を持つ映像増巾器を併用すれば相当の精度が期待でき、去年度ケンブリッジにおけるX線結晶学の国際会議<sup>7)</sup>で話題になった、マイクロフォト・メータを電子計算機で制御するワイセンベルグ写真の強度測定法とは異なった効果が得られるとも考えられる。

## 9. 謝 辞

終始ごべんたつ頂いております本学工業物理学科勝守寛教授に深く感謝致します。また 200 channel 波高分析器、パルス発振器等の使用にあたってご配慮いただいた、工業物理学科中本講師にお礼申し上げます。なお泉は大阪教育大学の加藤、谷口、原田諸氏にデータ集収並びに整理についてご協力頂いたことに深謝致します。

## 参 考 文 献

- 1) Emmett F. Kaelble, Hand book of X-rays, 24-22 Mc Graw-Hill, (1967)
- 2) 飯高洋一, X線結晶学, 下, 仁田勇編, 丸善 (1961)
- 3) 三宅静雄, X線の回折, 朝倉書店 (1969)
- 4) 藤村郁夫, 写真の調子再現, テレビ学会誌 17, 2 (1963)
- 5) 樋渡昌二, テレビの調子再現, テレビ学会誌 17, 10 (1963)
- 6) E.F. de Haan ; The Plumbicon-A camera tube with a photoconductive lead-oxide layer, IEE Conf. Rep. Series No. 5 (1963)
- 7) 小山裕三, 日本結晶学会誌, 10, 311 (1968)