

4. 可搬型と据置型分光器

金属分析を対象としたスパークとアーク放電による分光分析装置は、基本的に固定の位置に静止した据置型と移動が可能な可搬型の 2 種類に分類されます。据置型分析装置は主に分析ラボで使用され、試料は常にラボに搬送されてきます。一方可搬型の一般の使用法は、試料が存在する場所に持運び、現場で分析ができます。

据置型分光器は可搬型に比較し歴史が長く、1950 年台から商業用として使われています。その後、可搬型装置の開発が行われ、プロトタイプ装置は 1970 年中頃から存在し、商業用として 1970 年後半から提供されています。製鉄所および鉄工所において原材料が混合した場合、判別を目的としてポータブル型装置の開発を始める要因になりました。後に説明が続きます。

カントメーターは据置型分光器の先覚者でした。測定方法は現在の分光器と同様ですが、これらの装置は大規模な金属製造工場、例えば 製鉄所などで使用されました。価格および経費が高いため、使用場所は大きな企業に限られていました。主な使用場所は金属の製造工程におけるプロセス管理でした。カントメーターあるいは分光器の導入以前は、金属分析は湿式化学分析法に限定されていました。この方法は、まず試料を液体状に変えて、各成分を数種類の方法を使って測定しました。合金に含まれている各元素を個別に分析するため、全ての分析を行うには数日を必要としました。検査室では大勢の従業員がこの仕事に携り、分析の業務は高い人件費とコストにつながりました。分析時間は遅く、金属がまだ溶解状態にある間に全分析を行うのは不可能でした。溶解した金属から試料を採集し数分の間に迅速な分析を行う事により、材料がまだ溶解している間に合金の成分を直接調合（補正）する事が可能になります。

湿式化学法を使用した場合、金属はすでに凝固されてから測定されるため、もし間違いが発見された場合は、既に遅すぎてしまいます。カントメーターは、これらの作業を著しく簡単化し、また時間と作業の節約に大きく貢献しました。

初期の装置ではスペクトル線強度をフィルム・プレートに露出し、現像した後に分析します。後になって、光電管がスペクトル線の記録をするのに使用されましたが、分析は同様にマニュアルで行われました。今日では分光器の制御と分析は自動的に行われます。現代の分析装置では試料の装填後 30 秒以内に正確で高精度なそして高感度な分析を行えます。結果の表示は、各元素の濃度許容範囲と照合し、必要な調合の演算結果も提示します。マイクロ電子技術の発達により、分析データの処理と性能は根本的に改良されました。現在でも引続いて据置型装置の分析能力とアプリケーションの向上は常に変化しています。

近年の材料の必要性は増大しています。航空宇宙産業、自動車産業、防戦技術および機械技術における応用材料の需要は常に高まっています。これらの需要は高品質材料の製造において、金属合金の成分における微小な相違は、材料の特性に大きな影響をもたらします。従って、測定する元素の数および測定範囲は著しく増加しました。測定下限と精度面でも向上し、ほとんど全ての元素に対して微量分析が可能となりました。マイクロ電子技術の応用により、据置型装置の価格および設計においても明確な変化をもたらしました。1970 年代には、装置の大きさは一部屋全部を必要とするほどのサイズでしたが、今日ではより高性能な装置を机の上に置く事ができます。当時は一軒家の値段と匹敵した価格が、今日ではファミリーカーの価格と同じです。

今日でも高品質で高性能な分光器の価格は必然的に高価になりますが、どこのメーカーでも販売している低価格で小スペースに収まるデスク・トップの装置が好まれています。検査所に置ける分析の可能性に対する普遍的な性能の進歩があっても、材料の流れの段階で発生する誤りを減少する事は不可能です。間違えて割り与えられた材料あるいは誤った運搬車に積載された材料は、容易に誤って扱われる事があります。後の工程段階あるいは製品が出荷された際に、もしこの失策に気が付かない場合、大きな問題が発生する事になります。欠陥材料

の原因で、数千台におよぶ自動車のリコールおよび工場内の製造装置のシャット・ダウンはイメージの損傷だけではなく、コストの大問題となります。



図 19 最新の据置型分光分析装置（OXFORD INSTRUMENTS 社製品 FUNDY MASTER Xpert）

材料の間違えを取り除くには、受け渡し場所および搬入/出荷の部署において、材料の再確認を徹底させる事です。鉄金属の混合を防ぐ簡単で最も古い一方法は、スパーク研磨による検査です。グラインダーを試料の上で研磨すると、合金によって異なったスパークが発光します。その結果は、合金とその成分に依存するだけではなく、グラインダーが接触する角度と圧力にも関係します。さらに人間の目の鑑識力によっても個人差があるため、この方法による正確度はテストをする人の経験に依存します。あるまた成分の相異は不可視なため、スパーク研磨法はある一部で実用的であったに過ぎません。

1960 年代には目視の観察によるスペクトル線の分析法が進歩しました。近代の可搬型と同様に、材料と対電極の間でスパークを構成し、材料を燃焼、蒸化してスペクトル線を発光します。このスペクトル線を光学接眼鏡を通じて観察する事ができます。表示装置を調節して異なったスペクトル線を見出す事ができます。この方法は、スペクトル線の有無によって相当した合金の成分の情報を提供できるので、基本的に定性分析に適しています。ある種のスペクトル線の強度は合金中の元素の濃度に依存しますが、正確な測定はこの方法では不可能です。経験の長い分析担当者は、肉眼でパーセントの 10 分の 1 のオーダーの正確度で濃度を判定することが可能と言われました。しかし、この目視的方法は主観的で、繰返し精度がなく、特殊の合金に限られています。紫外域の発光線をもつ元素は、人間の目には不可視なため検出が不可能です。

両方法ともそれなりの長所がありますが、間違えて混合された材料に対処する十分な補償はありませんでした。このため、1970 年中頃から、より優れた解決法が研究されました。スペクトル線の分析法は、唯一の適切な解決法として急速に認識されて、検査所ではこの手順法をすでに認証していました。最初の実験装置は、読み取り装置が付属した小型の分光器・光学系に軽いアーク・ジェネレーターが結合されていました。従ってスペクトル線は接眼鏡を使わずに、分光器で正確な分析が可能になりました。この実験により、この分析法は主観的ではなく、より正確で再現性があるという決定的な有利性をもたらしました。さらに、UV 領域のスペクトル線も検出できるようになりました。ポータブルのプローブを、材料に接触させ、試料と対電極の間に軽いアークを点火し、スペクトル線を測定します。この光学系はスパークと最短距離に位置しなければなりません。従って、ポータブル型検査器の内部にできる限り近接して組み込み、携帯用と呼ぶ事ができるようになりました。この光学装置は直径が 40-50 センチ程のサイズでしたが、重量に問題がありました。組み込まれた光学装置は測定プローブの中で主要構成部分でした。この結果、長期にわたる使用には、扱いにくく、また重いため適しませんでした。

波動の伝達に光ファイバーを利用して、発散した光を任意の必要な方向に伝達する事ができます。光は光ファイバーの片側から入り、反対側の端から出ます。透過ロスが低く、干渉に影響されなく、また透過容量が大きいなどの長所を持っています。分光器には、主にシングル・ファイバー導線(モノリス)が使われ、その直径は 0.6ー1 ミリです。外側は特殊なコーティングで保護されているため、ファイバーは融通性があり、短い半径で曲げても折れたり割れたりする事はありません。

光ファイバーを使用している分光分析装置は、光学系部分を分析プローブから離れた場所に設置する事が可能です。スパークにより発生した光を集光させ、光ファイバーで光学系に導きます。光学系と読み取り装置は車の付いたケースの中に内蔵されています。ファイバーの長さは 2 種類の条件によって定められます。まずケーブルは、長さを伸ばす事によってより損傷の影響を受け易く、また吸光は離れた距離において発生します。従って、吸光は光ファイバーが長くなるにつれ、増大します。アプリケーションによって異なりますが、初期の装置では 3-8 メートルの長さでした。

今日の測定プローブは栓をつける事により、分光器を長さの異なる検査装置と接続する事ができます。さらに装置自身は小型化しています。1980 年中頃の重量 150 キロ程のカート構造に搭載された大型のケースに比較し、今日の装置はポータブルで、電池を電源として操作を行います。このような設定では測定プローブの長さは分光器の設計において重要な問題ではなくなりました。

今日の近代分光分析装置では、分析効率は飛躍的に向上しています。まず、初期には空中で励起を行うアーク装置が提起されましたが、1980 年中頃からは、不活性ガスー通常アルゴン・ガスを使用してスパーク励起を行う装置が開発されました。この方法により、鉄の製造にて非常に重要な炭素の分析の可能性が立証されました。特殊な測定プローブを使用して、燐、硫黄、鉛、ホウ素などの元素の測定も可能になりました。

ポータブル型分光分析装置は数多くの新しいアプリケーションに使われるようになりました。初めは製品の搬入・出荷の際に混同した材料の管理をする目的として使用されましたが、今日では、全般にわたった分析を行う事ができます。これは大きな有利点で、特に分析契約などの際に有効です。検査所で分析を行う時でも、アタッチメントの部分を外して行う必要はありません。可搬型分光器は現場において、たとえばパイプの接続箇所や橋の建設現場などにおいて、正確な分析が数秒間で行える事が大きな有利点です。

ポータブル装置は混同した材料の管理と選り分けの作業に頻繁に使われ、特に大量の試料を検査する際に威力を発揮します。未知試料を標準試料と比較して測定し、結果は簡単な Yes/No の表示に限られています。ポータブル型分光器は前以てレファレンス標準試料によ標準化が行われているため、未知試料を測定する事ができます。まず未知試料を検量線を使ってリファレンス標準試料と比較します。このプロセスでは、スペクトル線の強度だけの比較で、濃度は計算されません。類似した強度を持つ試料は、キャリブレーション試料と一致しており、もし強度に相違がある場合は、この試料はリファレンス試料とは異なったものと判定します。



図 20 最新の可搬型分光分析装置（OXFORD INSTRUMENTS 社製品 PMI MASTER Smart）