

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2008-256440

(P2008-256440A)

(43) 公開日 平成20年10月23日(2008.10.23)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>GO 1 N 21/71 (2006.01)</b>	GO 1 N 21/71	2 G O 2 0
GO 1 J 3/443 (2006.01)	GO 1 J 3/443	2 G O 4 3

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2007-97202 (P2007-97202)  
 (22) 出願日 平成19年4月3日 (2007.4.3)

(71) 出願人 000003078  
 株式会社東芝  
 東京都港区芝浦一丁目1番1号  
 (71) 出願人 503382542  
 東芝電子管デバイス株式会社  
 栃木県大田原市下石上1385番地  
 (74) 代理人 100062764  
 弁理士 樺澤 襄  
 (74) 代理人 100092565  
 弁理士 樺澤 聡  
 (72) 発明者 大谷 良一  
 栃木県大田原市下石上1385番地 東芝  
 電子管デバイス株式会社内  
 Fターム(参考) 2G020 BA02 BA03 BA15 CA01 CD03  
 CD14 CD22

最終頁に続く

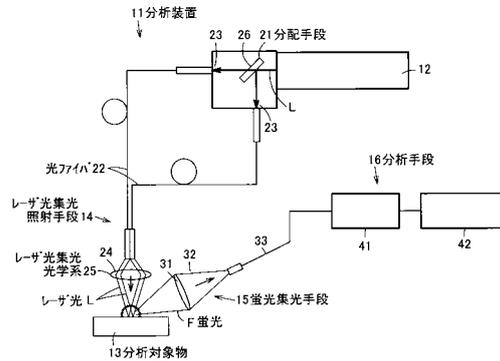
(54) 【発明の名称】 分析装置

(57) 【要約】

【課題】パルスレーザー光Lの伝送に光ファイバ22を用いても、分析精度を向上でき、分析時間も短くできる分析装置11を提供する。

【解決手段】YAGレーザー発振器12で発振した1本のパルスレーザー光Lを分配光学系21で複数本に分配する。分配した複数本の各パルスレーザー光Lを複数本の光ファイバ22で伝送する。複数本の光ファイバ22で伝送する複数本のパルスレーザー光Lを分析対象物13の表面の複数箇所に照射する。複数本のパルスレーザー光Lを分析対象物13の表面の複数箇所に照射できるため、得られる蛍光強度を大きくでき、分析対象物13の広範囲から蛍光が得られて平均化できる。

【選択図】 図1



**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

レーザ光を伝送する複数本の光ファイバを有し、分析対象物の表面の複数箇所に複数本の光ファイバで伝送する複数本のレーザ光を集光照射するレーザ光集光照射手段と、前記分析対象物への複数本のレーザ光の照射にて放出される蛍光を集光する蛍光集光手段と、

この蛍光集光手段で集光された蛍光に基づいて前記分析対象物に含有している元素を定量する分析手段と

を具備していることを特徴とする分析装置。

**【請求項 2】**

レーザ光集光照射手段は、1本のレーザ光を複数本のレーザ光に分配する分配手段を備えている

ことを特徴とする請求項 1 記載の分析装置。

**【請求項 3】**

レーザ光集光照射手段は、複数本の光ファイバから放射される複数本のレーザ光を集光する1つのレーザ光集光光学系を備えている

ことを特徴とする請求項 1 または 2 記載の分析装置。

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

本発明は、分析対象物へのレーザ光の集光照射によって発生するプラズマから得られる蛍光を取得し、この蛍光に基づいて分析対象物に含有している元素を定量する分析装置に関する。

**【背景技術】****【0002】**

従来、レーザ光を分析対象物に照射し、レーザ光の照射によって発生した蛍光を定量することにより、分析対象物の元素を分析でき、しかも、元素分析に前処理が不要で、分析時間も短時間のためにリアルタイムで分析できる分析装置が知られている（例えば、特許文献 1 参照。）。

**【0003】**

この分析装置では、レーザ光をレーザ光集光光学系で集光して分析対象物の表面に照射することにより、分析対象物の表面の元素をプラズマ化させる。このプラズマはレーザ光の照射終了とともに再結合を始め、数 $\mu$ 秒ないし数十 $\mu$ 秒の間は分析対象物の構成元素が励起状態の原子となり、この励起状態の原子が下準位に遷移するときに、原子特有の波長で原子数に比例した量の蛍光を放出する。そして、分析対象物から放出された蛍光の一部を蛍光集光光学系によって集光し、その蛍光を蛍光測定器によりスペクトル分光分析し、蛍光を放出した物質に含まれる元素を分析する。

**【0004】**

また、レーザ光の伝送に光ファイバを用いることにより、分析の自由度が向上する利点を有する分析装置が得られる。

【特許文献 1】特開 2000 - 310596 号公報（第 6 頁、図 4 - 5）

**【発明の開示】****【発明が解決しようとする課題】****【0005】**

しかしながら、レーザ光の伝送に光ファイバを用いた分析装置では、分析の自由度が得られるが、光ファイバは伝送するレーザ光エネルギーが過大であると損傷するおそれがあるために伝送可能なレーザ光エネルギーに制限があるため、レーザ光の照射によって得られる蛍光強度を大きくすることが困難であり、さらに、レーザ光の照射によりプラズマが発生するためには所定のエネルギー密度が必要であるためにレーザ光の照射範囲（分析範囲）も制限されてしまい、分析精度を向上できない問題がある。

10

20

30

40

50

## 【0006】

また、一般に、鉄鋼材の場合、この鉄鋼材内の炭素などの元素の含有量がその性質を決定するために重要であり、その元素の濃度を管理する必要がある。この鉄鋼材で測定する元素が鉄結晶間に存在する場合は、レーザ光の集光口径が例えば0.5mm程度では元素の存在箇所によって元素の蛍光強度が大きく変化し、鉄鋼材中の各元素の平均的な濃度を特定することが困難である。そのため、レーザ光の集光口径を大きくすることが考えられるが、上述のように光ファイバを用いた場合はレーザ光の集光口径が制限されてしまう。そこで、鉄鋼材の表面の数箇所にレーザ光を順次照射して分析することにより平均化することが考えられるが、レーザ光の照射箇所を増加すると1つの鉄鋼材の分析時間が長くなるため、多数の鉄鋼材を分析する場合は分析に長時間要し、生産工程などの場合は生産量に大きな影響を与えてしまう。

10

## 【0007】

本発明は、このような点に鑑みなされたもので、レーザ光の伝送に光ファイバを用いても、分析精度を向上でき、分析時間も短くできる分析装置を提供することを目的とする。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0008】

本発明は、レーザ光を伝送する複数本の光ファイバを有し、分析対象物の表面の複数箇所に複数本の光ファイバで伝送する複数本のレーザ光を集光照射するレーザ光集光照射手段と、前記分析対象物への複数本のレーザ光の照射にて放出される蛍光を集光する蛍光集光手段と、この蛍光集光手段で集光された蛍光に基づいて前記分析対象物に含有している元素を定量する分析手段とを具備しているものである。

20

## 【発明の効果】

## 【0009】

本発明によれば、レーザ光の伝送に光ファイバを用いても、分析対象物の表面の複数箇所に複数本の光ファイバで複数本のレーザ光を伝送して照射することにより、得られる蛍光強度を大きくすることができるとともに、分析対象物の広範囲からの蛍光が得られることによって平均化でき、そのため、分析精度を向上でき、分析時間も短くできる。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0010】

以下、本発明の一実施の形態を、図面を参照して説明する。

30

## 【0011】

図1に示すように、分析装置11は、例えばYAG(Yttrium・Aluminium・Garnet:イットリウム・アルミニウム・ガーネット)レーザ光であるパルスレーザ光Lを発振させるレーザ発振器としてのYAGレーザ発振器12、このYAGレーザ発振器12で発振されたパルスレーザ光Lを分析対象物13の表面に集光照射するレーザ光集光照射手段14、分析対象物13へのパルスレーザ光Lの照射にて分析対象物13の表面がプラズマ化して発生する蛍光Fを集光する蛍光集光手段15、この蛍光集光手段15で集光された蛍光に基づいて分析対象物13に含有している元素を定量する分析手段16を備えている。

40

## 【0012】

そして、YAGレーザ発振器12は、図示しない制御手段としての主制御装置により所定のタイミングで発生する駆動パルスに基づいて、所定パルス幅のパルスレーザ光Lを出力する。

## 【0013】

また、レーザ光集光照射手段14は、YAGレーザ発振器12で発振された1本のパルスレーザ光Lを複数であってここでは2本のパルスレーザ光Lに分配する分配手段としての分配光学系21、この分配光学系21で分配された各パルスレーザ光Lを一端から入射して他端に伝送する複数本であってここでは2本のレーザ光伝送用光ファイバとしての光ファイバ22、分配光学系21で分配された各パルスレーザ光Lを集光して各光ファイバ22に入射する光学系である光ファイバ入射系23、2本の光ファイバ22の他端から放射される2本のパルス

50

スレーザ光 L を分析対象物 13 の表面に集光して照射する集光レンズ 24 を有する 1 つのレーザ光集光光学系 25 を備えている。

【 0 0 1 4 】

分配光学系 21 は、Y A G レーザ発振器 12 で発振された 1 本のパルスレーザ光 L を透過するとともに反射して例えば均等に分配する分配反射ミラー 26 が用いられている。

【 0 0 1 5 】

また、蛍光集光手段 15 は、分析対象物 13 の表面へのパルスレーザ光 L の照射によって分析対象物 13 の表面を原子化およびプラズマ化し、分析対象物 13 中に存在する各元素から放出（放射）される固有の蛍光（蛍光を含むスペクトル）F を集光する集光レンズ 31 を有する蛍光集光光学系 32、この蛍光集光光学系 32 で集光された蛍光 F を一端から入射して他端に伝送する蛍光伝送用光ファイバとしての光ファイバ 33 を備えている。

10

【 0 0 1 6 】

また、分析手段 16 は、光ファイバ 33 で伝送される蛍光 F を分光して全ての波長の強度を測定する測定器 41、この測定器 41 で測定された測定値から分析対象物 13 に含まれている元素とその量を割り出す判定装置 42 を備えている。なお、分析対象物 13 が鉄鋼材で炭素などの元素の含有量である濃度を分析する場合には、測定器 41 により鉄鋼材に含まれる炭素などの各元素固有のスペクトルを測定し、濃度変換装置として機能する判定装置 42 により各元素の濃度を定量する。測定器 41 と判定装置 42 とは、図示しないタイミング調整機構により各動作タイミングが制御される。

【 0 0 1 7 】

次に、分析装置 11 を用い、分析対象物 13 の元素を分析する方法について説明する。

20

【 0 0 1 8 】

図 1 に示すように、分析対象物 13 を所定の位置にセットした後、Y A G レーザ発振器 12 によりパルスレーザ光 L を出力する。出力された 1 本のパルスレーザ光 L は、2 本のパルスレーザ光 L に分配され、2 本の光ファイバ 22 により伝送されて、1 つのレーザ光集光光学系 25 により分析対象物 13 の表面に集光照射される。

【 0 0 1 9 】

図 2 に示すように、パルスレーザ光 L の集光照射により分析対象物 13 の表面の 2 箇所がプラズマ化される。この 2 箇所のプラズマはそれぞれパルスレーザ光 L の照射終了とともに再結合を始め、数  $\mu$  秒ないし数十  $\mu$  秒の間は照射された分析対象物 13 の構成元素が励起状態の原子となる。そして、この励起状態の原子が下準位に遷移するとき、原子は原子数に比例した 2 倍の蛍光 F を放出する。

30

【 0 0 2 0 】

また、分析対象物 13 の表面から 2 倍の蛍光 F を放出するとき、蛍光集光光学系 32 によって蛍光 F を集光する。集光された蛍光 F は、光ファイバ 33 を介して測定器 41 によりスペクトルが測定され、判定装置 42 により蛍光 F を放出した物質に含まれる元素を定量する。

【 0 0 2 1 】

そして、分析対象物 13 の表面の負極領域にパルスレーザ光 L を照射するとともに、これにより放出される蛍光 F のスペクトルを判定装置 42 により取得し、各元素固有のスペクトルとその強度が得られた場合、各元素名称とその濃度がわかる。

40

【 0 0 2 2 】

このように、分析装置 11 では、2 本に分配されたパルスレーザ光 L を 2 本の光ファイバ 22 で伝送して分析対象物 13 の表面へ集光照射し、各元素濃度を測定することができる。

【 0 0 2 3 】

1 本のパルスレーザ光 L を 1 本の光ファイバ 22 で伝送して分析対象物 13 の表面へ集光照射する場合には、パルスレーザ光 L の集光口径が 0 . 3 mm、レーザ光エネルギーが光ファイバ 22 で伝送可能な限界値である 9 0 m J とすると、レーザ光エネルギー密度は約 1 . 3 J / m m<sup>2</sup> であるが、照射面積（測定範囲）は約 0 . 0 7 m m<sup>2</sup> と微小範囲の測定となる。また、パルスレーザ光 L の集光口径が 0 . 4 mm に増加すると、レーザ光エネルギー密度は 1 / 2 に低減してプラズマ発生が低減する。そこで、図 2 に示すように、2 本のパルスレー

50

ザ光 L を 2 本の光ファイバ22で伝送して分析対象物13の表面へ集光照射する場合、1回の測定で2倍の測定範囲を測定することが、分配光学系21、光ファイバ22および光ファイバ入射系23のみを追加することで可能となる。

【0024】

また、図3に示すように、分析対象物13が高温であるなどで、レーザ光集光光学系25を保護するために、レーザ光集光光学系25と分析対象物13との距離 x を数100mmに大きくする必要がある場合は、パルスレーザ光 L の拡がり角成分のために集光口径は数mmと大きくなるため、レーザ光エネルギー密度が小さくなり、得られる蛍光量が低下し、測定精度が大きく低下する。そこで、2本のパルスレーザ光 L を2本の光ファイバ22で伝送するとともにレーザ光集光光学系25によって集光照射することで、得られる蛍光量が増加し、容易に測定精度を改善できる。

10

【0025】

また、分析対象物13が鉄鋼材で測定する元素が鉄結晶間に存在する場合、1本のパルスレーザ光 L を1本の光ファイバ22で伝送して鉄鋼材に集光照射したのでは、元素の存在箇所によって元素蛍光量(強度)が大きく変化し、鉄鋼材中の各元素の平均的な濃度を特定することが困難である。そのため、パルスレーザ光 L の集光口径を大きくすることが考えられるが、上述のように光ファイバ22を用いた場合はパルスレーザ光 L の集光口径が制限されてしまう。そのため、鉄鋼材の表面の数箇所にパルスレーザ光 L を順次照射して分析することにより平均化することが考えられるが、パルスレーザ光 L の照射箇所を増加すると1つの鉄鋼材の分析時間が長くなるため、多数の鉄鋼材を分析する場合は分析に長時間要し、生産工程などの場合は生産量に大きな影響を与えてしまう。

20

【0026】

そこで、例えば、図4に示すように、YAGレーザ発振器12で発振された1本のパルスレーザ光 L を5本のパルスレーザ光 L に分配し、これら5本のパルスレーザ光 L を5本の光ファイバ22で伝送して鉄鋼材の表面へ一度に集光照射する。これにより、図5に示すように、1回の測定工程で広範囲にパルスレーザ光 L を照射して蛍光強度を測定でき、鉄鋼材中の各元素の平均的な濃度を特定することができる。すなわち、図5において、鉄鋼材の表面の5箇所にパルスレーザ光 L を順次照射した場合の各測定値を P で示すように、各箇所で一定の値が得られていないが、5本のパルスレーザ光 L を5本の光ファイバ22で伝送して鉄鋼材の表面へ一度に集光照射することで鉄鋼材中の各元素の平均的な濃度を特定

30

【0027】

以上のように、分析装置11によれば、パルスレーザ光 L の伝送に光ファイバ22を用いても、分析対象物13の表面の複数箇所に複数本の光ファイバ22で複数本のパルスレーザ光 L を伝送して照射することにより、得られる蛍光強度を大きくすることができるとともに、分析対象物13の広範囲からの蛍光が得られることによって平均化でき、そのため、分析精度を向上でき、分析時間も短くできる。

【0028】

なお、パルスレーザ光 L は2本や5本に限らず、複数に分配し、その分配数に対応した本数の光ファイバ22を使用すること、分配数に対応した面積、および蛍光強度が測定可能

40

【図面の簡単な説明】

【0029】

【図1】本発明の一実施の形態を示す分析装置の構成図である。

【図2】同上分析装置により分析対象物の表面の2箇所に2本のパルスレーザ光を集光照射した状態を説明する説明図である。

【図3】同上分析装置のレーザ光集光光学系と分析対象物との距離が大きい場合を説明する説明図である。

【図4】同上分析装置により鉄鋼材の表面の5箇所に5本のパルスレーザ光を集光照射した状態を説明する説明図である。

50

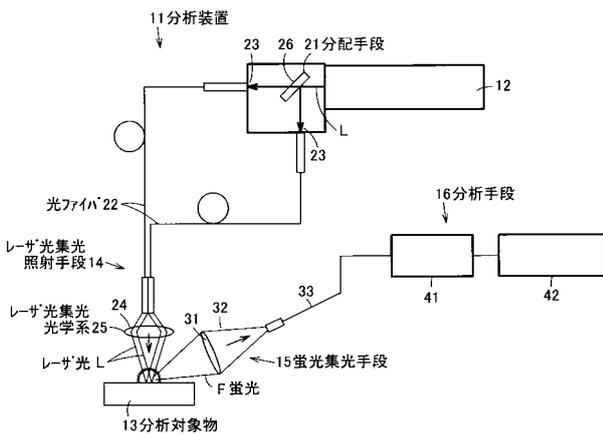
【図5】 同上分析装置で分析する鉄鋼材の蛍光強度比と炭素濃度との関係を示すグラフである。

【符号の説明】

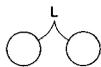
【0030】

- 11 分析装置
- 13 分析対象物
- 14 レーザ光集光照射手段
- 15 蛍光集光手段
- 16 分析手段
- 21 分配手段としての分配光学系
- 22 光ファイバ
- 25 レーザ光集光光学系
- F 蛍光
- L レーザ光としてのパルスレーザー光

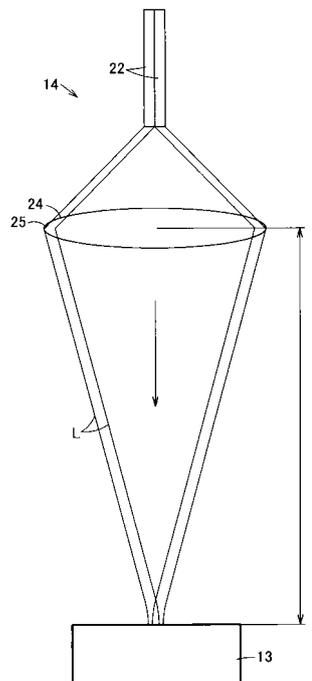
【図1】



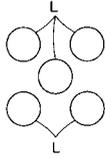
【図2】



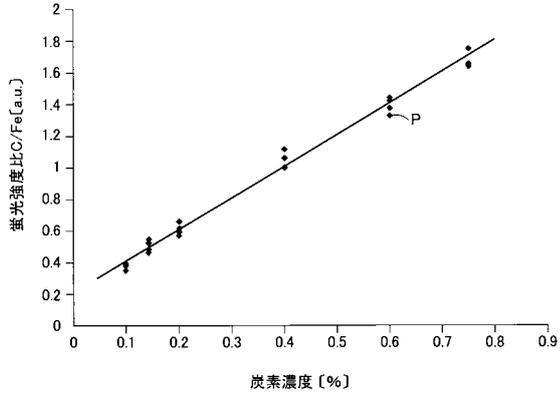
【図3】



【 図 4 】



【 図 5 】



フロントページの続き

Fターム(参考) 2G043 AA01 BA07 CA02 EA01 GA02 GB02 HA05 HA09 KA09 LA01  
NA01