

高分解能エシエル分光器搭載 ハンドヘルドLIBS分析装置 KT-500

—鋼材中の炭素の迅速分析およびステンレス鋼、
耐熱合金の正確な分析を実現—



David Mercuro*, Stanislaw Piorek*, Jessica Feuer*

はじめに

リガク KT-500 は、ハンドヘルド型のレーザー励起ブレイクダウン分光（Laser Induced Breakdown Spectroscopy, LIBS）分析装置の新たな進歩を体現した装置です。

既存の KT-100 シリーズ分析装置をベースに、高分解能エシエル分光器（High Resolution Echelle Spectrometer, HiRES）技術を投入しました。これにより、鋼材中の炭素の迅速測定や、ステンレス鋼や耐熱合金（たとえばコバルト合金やニッケル合金など）の正確な測定を実現しています。

用途としては、金属部材の品質管理、及び石油化学関係の施設や発電所などにおける Positive Material Identification（PMI）検査のうち、鋼中の炭素分析やステンレス鋼、耐熱合金の分析が必要なケースを意図

しています。このようなミッションクリティカルな用途の主要な部材を製造する場合、材質の判定を材料試験報告書（Material Test Reports, MTR）のみに依存したのでは不十分であるということがわかってきています。

石油化学、石油・ガス工業、発電の分野における重要な PMI アプリケーションを表 1 に示します。合金の組成分析に使われるハンドヘルド型、あるいは可搬型の装置は何十年も前から存在していますが、いずれも制限のあるものでした。たとえば X 線蛍光分析（XRF）装置は Cu, Cr, Ni に対する性能は優れていますが、より需要の高い炭素成分の分析はできません。また、発光分光（OES）分析装置は炭素を含んだあらゆる元素について優れた結果が出せる一方、可搬性が不十分で、使用できる場面が限られていました。

*Rigaku Analytical Devices, Inc.

表1. 石油化学，石油・ガス工業，発電の分野における主要な PMI 分析アプリケーションと分析対象元素.

アプリケーション	分析対象元素
流れ加速型腐食（FAC）のより正確な予測 鉄鋼中のCr量をモニターすることで，発電所中で流れにさらされる金属の腐食の増大を防ぐ.	Cr
HF アルキル化ユニットの残留元素の組成分析 炭素鋼中の残留元素をモニターすることで，高温・高腐食性環境であるユニット内の腐食のリスクを低減する.	Cr, Ni, Cu
炭素等量算出のための合金成分分析 炭素等量の考え方をを使うことで，鉄鋼の成分分析の結果からその材料の溶接性や熱影響部の硬度などの見積りに役立てる.	C, Si, V, Cr, Mn, Ni, Cu, Mo
高温硫化腐食に係る成分の分析 鉄鋼管のSi量をモニターすることで，管内を流れる硫黄化合物の種類と濃度，温度による腐食進行のリスクを低減する.	Si

LIBS 技術

LIBSは原子発光分光技術の一種であり，試料表面に集光した強力なレーザー光パルスを照射して試料のごく一部をプラズマ化し，原子やイオンによる特性発光を分析するものです。

レーザー光は単色かつ平行性が高く，試料表面に集光して照射すると表面のエネルギー密度を大きく上昇させ，アブレーションを発生させます。これにより，単パルスの照射で試料のわずかな量（ナノグラムのオーダー）がプラズマ化します。実際にアブレーションを受ける量は試料材質により異なりますが，一般的にLIBSの侵襲性は最小限であると考えられています。

エシエル分光器と HiRES テクノロジー

エシエル（フランス語で「はしご」）分光器はプラズマからの光を縦横二方向に分散させます。これにより，スペクトルは二次元パターンとして二次元検出器に取り込まれます。

パターン上回折スポットの明るさは対応成分の濃度に対応します（図1）。

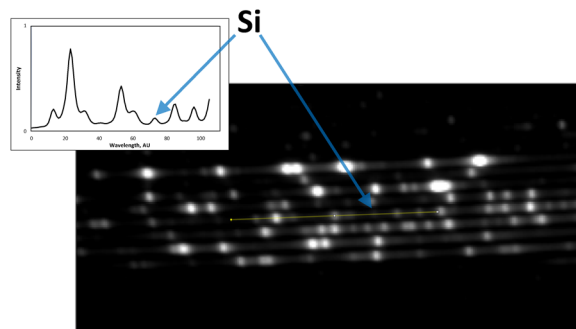


図1. Siの251.6112 nm線が現れるオーダーのプロファイル。グラフは二次元エシエル画像中の黄色線に沿った強度をプロットしたもの。

高分解能エシエル分光（HiRES）技術はハンドヘルドLIBS技術における最新の進歩の結果であり，炭素鋼，低炭素鋼，ステンレス鋼といった鉄鋼中の炭素分析を実現するものです。パージ用のガス無しでも，ステンレス鋼，ニッケル合金，コバルト合金中の重要成分について優れた分析能力を発揮します。

HiRES技術は，0.03 nmに及ぶ高波長分解能（図2）とリアルタイム動的波長補正が可能で，市場にあるそのような分光技術の中で最小，最軽量のものです。炭素分析を可能にするコンパクトな同軸レーザーエンジンとの組み合わせにより，HiRES技術は強度を犠牲にすることなく，必要な波長域をフルにカバーできる広帯域を実現しています。

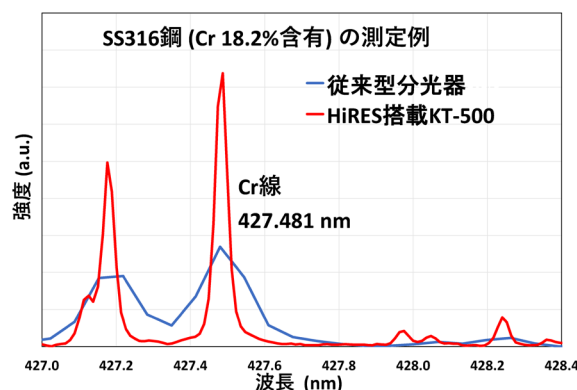


図2. HiRES技術と従来のチェルニー・ターナー型分光器の分解能比較。

炭素分析にはパージガスが必要です。このガスは14 L入りの超小型カートリッジの形で入手可能であり，これを付属のレギュレータで圧力，流量を一定に保ってアブレーション部に流します。ステンレス鋼や耐熱合金の分析は空気雰囲気中で可能なので，ガス消費とそれに関わるコストは最小化できます。

HiRES 技術を搭載した KT-500

KT-500の開発意図は，さまざまな産業用合金の成分元素に対して最高のLIBS性能を実現することであり，炭素分析のみに特化したものではありません。炭素分析に特化してしまうと，その炭素専用機と別に他元素用の汎用機（通常は既製品）も揃えなければならなくなってしまいます。つまり，現場での金属確認の要求を完全に満たそうとする場合，炭素以外の成分の分析のために例えばハンドヘルドXRFのような別技術にも同時に投資しなくてはならなくなってしまいます。KT-500のHiRES技術を使えば，Si, Cr, Mn, Ni, Mo等のppmレベルでの分析能力と炭素分析能力によって，炭素鋼の種別判定とニッケル合金やコバルト合金といった主要合金の迅速分析が一台で可能となります（図3）。



図3. ニッケルベース耐熱合金 Alloy 625 の分析例.

分析性能

KT-500 を用いて炭素等量 (Carbon Equivalence, CE) を算出する上で必要となる炭素含有量を得ることができます。世界で採用されている CE 値の計算式にはいくつかの異なるものがありますが、広く用いられている米国溶接協会 (AWS) が採用している式は：

$$CE_{AWS} = C + (Mn + Si) / 6 + (Cr + Mo + V) / 5 + (Cu + Ni) / 15$$

というものです。

計算された CE 値から、二種類の炭素鋼を接合する場合に必要な溶接方法 (適切な溶加材の種類や溶接温度など) を決定することができます。AWS の基準では、 $CE < 0.45$ ならば溶接性は良好、 $CE > 0.50$ ならば不良、 $0.45 \sim 0.50$ の間ならば普通と判断します。

図4に、一般的に使われる炭素鋼に対する炭素量測定結果を示します。

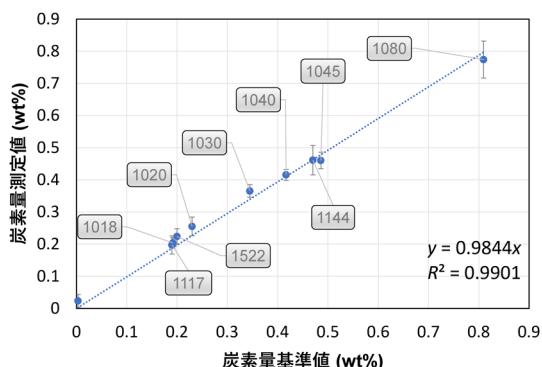


図4. 一般的な各種SAE炭素鋼に対するKT-500による炭素量計測 (パージガス無し) のキャリブレーション.

図5に、炭素鋼及び低合金鋼中のCr量分析の結果を示します。Crは、流れ加速型腐食 (FAC) の予測や CE 値計算の上で重要な元素です。

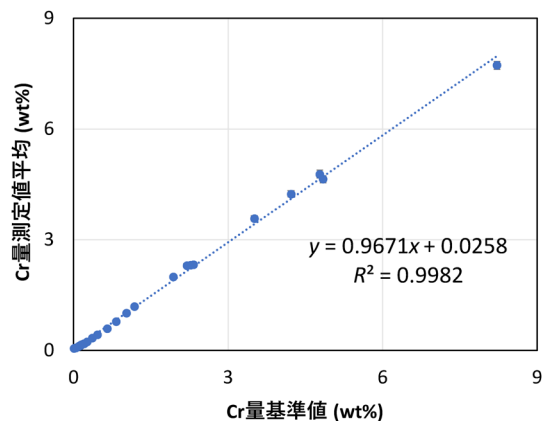


図5. 炭素鋼/低合金鋼中のCr量分析結果 (パージガス無し).

図6に、KT-500で得られた結果を用いた CE 値計算の例を示します。

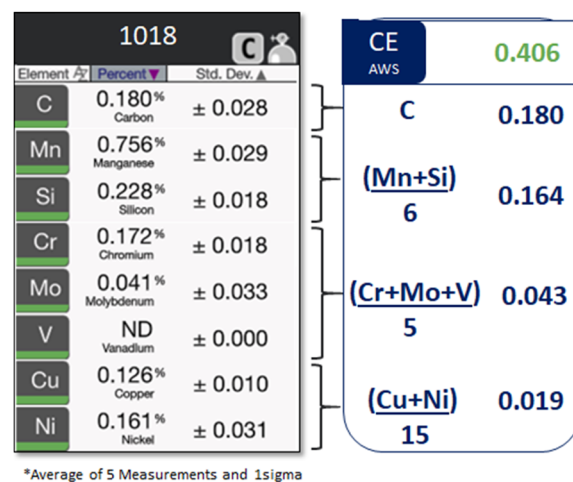


図6. CE 値の計算 (SAE1018 鋼の例). KT-500 による5回の読取値の平均から計算.

また、鉄系、非鉄系を問わず、主要な合金に使われる元素の多くに対して、KT-500はppmレベルの検出が可能です。

鉄鋼中のCr, Ni, Cuといった元素は、その含有量が鉄鋼の腐食性に影響するために重要ですが、KT-500によってこれらの含有量を監視することができます。また、鉄鋼中のSi量は高温下における硫化腐食のリスクと関係しますが、これも迅速に測定することができます。

まとめ

KT-500は低合金鋼、ステンレス鋼、耐熱鋼に対して求められる機能のほとんどを実現するとともに、従来のハンドヘルド分析装置では実現できなかった鉄鋼中の炭素量分析能力を持つことで、合金用ハンドヘルド分析の分野に存在したギャップを埋める存在となります。