

誘導結合プラズマ発光分光分析法の概念図

[誘導結合プラズマ発光分光分析法\(ICP-OES\) | 日鉄テクノロジー \(nipponsteel.com\)](#)

(引用元: Sam.)

ここに2つのDIYの例を示します。JohnGreen(上記の紹介を書いた人)が最初に私にSSY1レーザーを使用したシステムについて電子メールで知らせてくれました。その後、JanBeckがSSY1を使用したシステムを構築しました。

[ssy-1 \(krazierlasers.com\)](#)

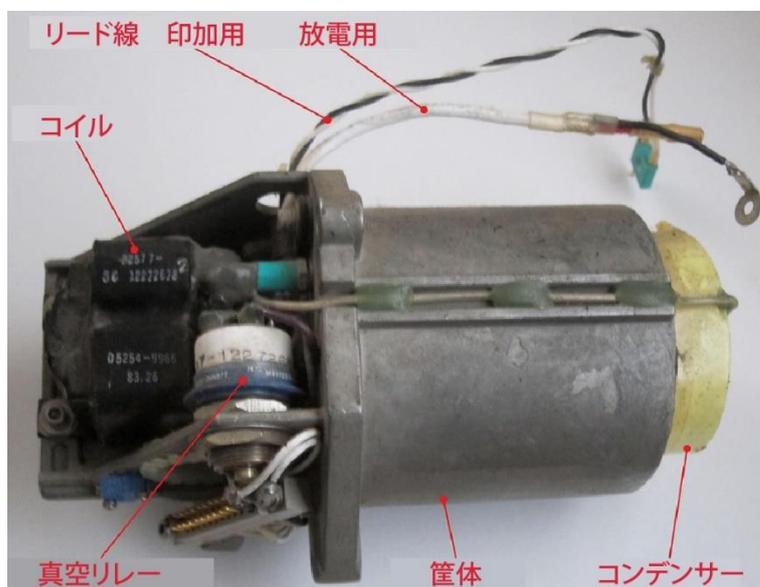
1. (引用元: JohnGreen(ulao10@gmail.com).)

私は地質学に興味がありますが、鉱物学者でも岩石学者でもありません。そのため、特定のサンプルの元素組成が問題になることがよくあります。特定の元素が含まれているかどうかを判断するために実行できるテストは長い間存在してきましたが、それらのテストに使用できる元素の範囲は、アマチュアにとっては高価すぎる機器を必要とします。さまざまな可能性を調査した後、価格帯内で、かつ幅広い元素に使用できるとされる1つの技術を特定しました。その技術はLIBSです。

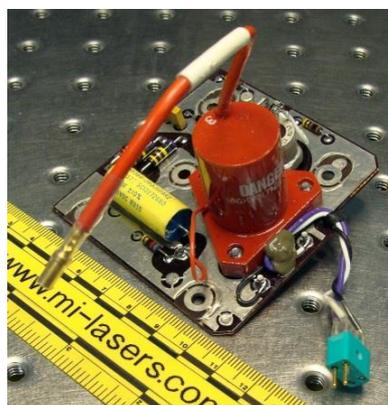
ここで説明するシステムは、数ナノ秒続く赤外線パルス(1064nm)をターゲットに照射しますが、その短い間隔で非常に狭い領域に1平方センチメートルあたりほぼ1ギガワットの電力を供給します。この電力(おそらく10ミリジュール)により、ごく少量の材料が気化します。最初に生成されるスパークは100,000Kに達し、約28ナノメートルでピークに達する大量のエネルギーを放射します。これは、軟X線に近い極端紫外線です。このエネルギーの多くは、気化した材料の煙に吸収され、化学結合が破壊され、原子がイオン化されます。時間が経つにつれて、このプラズマは超音速で膨張し、冷却し始めます。冷却されると、電子が原子と再結合し始めます。探している線スペクトルが生成され、レーザーパルスの約1~5マイクロ秒後に始まり、数百マイクロ秒も続きます。

目標を達成する手段としてLIBSを選択するにあたり、まずレーザー出力、スペクトル感度、解像度の要件を決定するための調査を行いました。レーザーは要件を満たし、コストも妥当であると考えられます。また、調査の結果、少なくともこのようなシステムの有用性を評価する目的では、DVDディスクの一部が回折格子として十分であることが示されました。

このシステムは、主に簡単な手工具と、一般的に安価に入手できる材料や部品を使って、シンプルかつ経済的に製造できるように設計されています。半完成版は、John Green の LIBS システムで紹介されています。例外もあります。ほとんどの人は可変コンデンサー(スライダック)を持っていませんが、小型の 3 アンペア可変コンデンサーは 40 ドル未満で購入できます。たまたま球面凹面鏡が手元にあったので、それを使用しました。この鏡は高品質の光学部品である必要はなく、画像を投影できればよいのです。1-1/2 インチの PVC パイプから分光計の部品を製造するには、小型の卓上旋盤が実質的に不可欠であることがわかりました。ただし、極度の精度は必要ないため、手工具を巧みに扱える機知に富んだ人であれば、これらの部品の作り方を見つけられると確信しています。また、開発プロセス中に多くの変更が必要になること、また、それらの変更が別のサブシステムの何らかのパラメータに依存する可能性があることを知っていたため、各サブシステムを調整可能に設計しました。そのため、調整可能にすることで、再構築する必要がなくなりました。信頼性の高いシステムが欲しかったため、また、軍用品は一般的にかなり堅牢であるため、Meredith Instruments からパルス形成ネットワークとトリガートランスも購入しました。どちらもかなり安価です(2014 年 2 月、Meredith Instruments から 1 つあたり 40 ドル未満)。



パルス形成ネットワークの外観



トリガートランスの外観

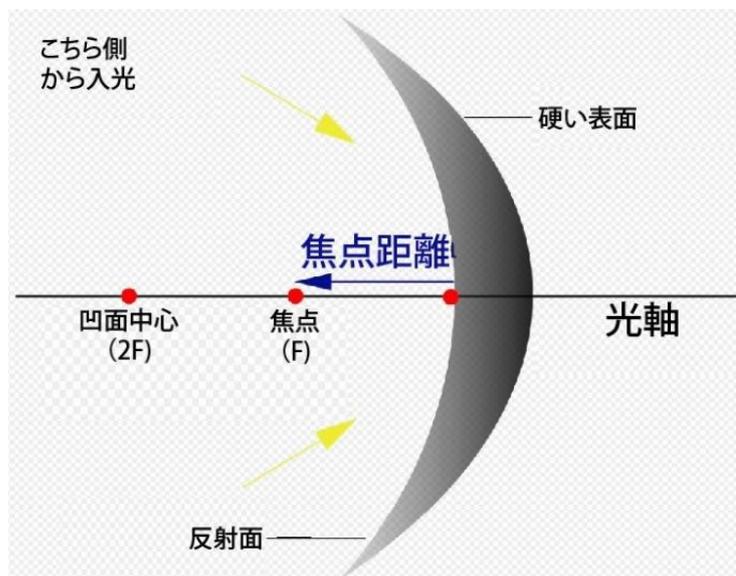
システム全体のベースは、約 2 フィート x3 フィートの 1/2 インチ合板に取り付けられています。レーザーアセンブリサポート(1 インチのアルミ角管、Lowe's 品番 216099)は、4 つの 4 インチ垂鉛金具(Lowe's 品番 19165)を使用して、これに垂直に取り付けられています。これにより、レーザーを安定してサポートしながら調整することができます。

レーザー自体は、カバーに合うようにカットされた約 13 インチ x4-1/2 インチの 1/2 インチ合板に取り付けられています(12 インチのプラスチック製マッドパン、Lowe's の商品番号 58140)。2 つの黒いケーブルクランプには、もともと猫のおもちゃのレーザー(非常に安価)が取り付けられていました。これは、メインビームに照準を合わせたターゲットビームとして機能していましたが、メインレーザーによる数百回のショットの後、いくつかのクランプは徐々にパワーを失いました(レーザーからの光が何らかの形でクランプを破壊するのだと思います)。メインレーザーは、レーザーの高さを調整したときにビームがさまようことがないように、アルミニウムチューブと平行にする必要があります。レーザーアセンブリの下には、3/4 インチの PVC 電気コンジットが取り付けられた灰色のチューブがあり、旋盤で加工して次の PVC パイプにぴったりと収まるようにして焦点を合わせています。次のパーツは、1 インチの PVC 配管パイプの短い部分で、1 インチのカップリングにしっかりと収まります。1 インチのカップリングの内側に溝が切り込まれ、その半分より少し小さい部分が切り取られました。レンズを交換できるように、円周が切り取られています。簡単にカップリングにスナップインおよびスナップアウトするレンズ自体は、Harbor Freight 社製の安価なアイルーベセット(アイテム#98722)を使用しました。これは、2 倍、3 倍、5 倍、7 倍、および 10 倍とされ、価格は 1.99 ドル(2014 年 2 月)です。これらのレンズの焦点距離を実際に測定したことはありませんし、あまり気にしていません。現在は 3 倍レンズを使用しています。

次の組み立てはサンプルテーブルです。テーブル自体はプラスチックのコンジットボックスで作られています(どの金物店でも 1 ドル未満で手に入ります)。主な問題は、鏡を通すために切り抜きをしなければならなかったことです。それ以外は、長さ 10-24 のネジ棒が付いたメソナイトで、上部と下部でカップリングナットで固定されており、テーブルを回すことで上げ下げできます。

次のアセンブリは、凹面鏡とカメラを含む分光計です。ミラーを使用するのは、分光器のスリットに入る光の量を大幅に増やすためです。ミラーの有効性を評価しているときに、スリットをスパークから 3/8 インチに配置する場合と比較して、約 6 のパワーゲインが得られることがわかりました。この場合、光線のソースはミラーの焦点の間に配置され、少し離れた距離を形成します。説明については、Wikipedia の曲面鏡を参照してください。繰り返しますが、これらのコンポーネントの配置は重要ではなく、状況に合わせて変更できます。分光計は、1-1/2 インチの配管 PVC パイプで構成されています。スリットは、旋盤で PVC キャップ(Lowe's アイテム#260594)を面取りすることによって作成されました。キャップの内面はドーム型になっているため、面取り操作によって丸い穴と、カミソリの刃を接着するのに便利な平らな面が残ります。パイプの長さによって、スリットが回折格子のホルダーに接続されます。この長さは重要ではありませんが、短い方がより解像度の高いスペクトルが得られ、長いパイプの方が解像度の高いスペクトルが得られます。私は、カメラレンズの最小焦点距離よりわずかに長い、約 13 インチの完全な光路長を選択しました。分光器のもう一方の端は、1 インチの PVC「Y」継手(Lowe's 部品番号 23377)で作成しました。スペクトルをカメラの視野の中央に置きたい場合、43 度の角度(カメラレンズの軸に対して 2~3 度)は非常に重要です(+/-1 度)。DVD のセクションはここに配置します。最初にテープで固定して、必要に応じて調整し、水平画像面に対して真っすぐなレベルのスペクトルを取得します。DVD の内側(スピンドルの中心)は、「Y」のスリット側に向けます。「Y」のもう一方のカットは、カメラレンズとインターフェイスするだけなので、

それほど重要ではありません。分光器アセンブリーのベースは、1/2 インチの合板から切り出され、片方の端で回転します。私が使用しているカメラは、NikonD3000 と Nicor18-55mm ズームレンズで、最大ズーム(55mm)、f/5.6ASA1600、0.5-30 秒で撮影しています。フォーカスは非常に重要です。反射を減らすために、すべての分光器コンポーネントの内部は、つや消しの黒で塗装する必要があります。



凹面鏡の概念図

さて、電源についてです。警告:電源の外側は危険です。警告しました。何をしているのかよくわからない場合は、子供や猫が近くにいるかもしれないことを承知の上で試さないでください。電源を開けるにはドライバーを使用する必要があるのはそのためです。また、デバイスの警告ラベルにも注意してください。また、John Green の SSY1 電源に示されているように、木箱の中に組み立てられていることにも注意してください。完全に耐火性があるわけではありません。もっと良い方法を見つけてください。



SSY-1 システムの内部写真

基本電力は 120 オートトランス(Variac)から供給されます。これは、フラッシュチューブの電圧を調整し、レーザー放射のフルエンスを調整する唯一の手段です。古い電子レンジからトランスをかき集めました。これらは安価に製造されています(安く販売されているわけではありません)、2つの二次巻線があります。フィラメント巻線(使用されていませんが、使用することもできます)と高電圧(約 2kV)で、パルス形成ネットワークに高電圧を供給するために使用しました。注意:高電圧巻線の片側は通常、トランスハウジングに接地されています。また、他の機能に低電圧が必要になると予想したため、約 40 ターンの新しい二次巻線も追加しました(私の記憶では)。このために購入する必要があったコンポーネントは、パルス形成ネットワークとトリガー回路(どちらも Meredith Instruments 製、PFN-135.00ドル、SSY-1-XFM25.00ドル、2014年2月)と高電圧全波整流器(Mouser 部品番号 844-GBPC3512W)だけです。現時点では回路図はありませんが、この回路で複雑なのは低電圧回路とレギュレータだけです。それ以外は回路は単純で、Sam's Laser FAQ の別の場所にも詳しく記載されています。

ここで、このシステムの最も重要な欠点と思われる点を指摘しなければなりません。前述のように、最初のスパークは大量の放射光を生成します。カメラが感知できる狭い窓の外側(可視光)では、それでも大量の放射光が透過します。この放射光は基本的に黒体放射光(太陽や白熱電球からの放射光など)であり、私たちの目的には役に立たず、実際、線スペクトルを取得するという目標には非常に有害です。高価なプロ仕様の LIBS システムには、主に光感知装置をオンにする前に 1~2 マイクロ秒待つことでこの放射光を除去する方法があります。これを行う安価な方法は(私の知る限り)ありません。私たちは可能な解決策に取り組んでいますが、今のところあまり有望なものはありません。これがこの文書作成の主な理由の 1 つです。他の人に興味を持ってもらうことで、より多くの人々が問題に取り組むようになるかもしれません。ただし、この欠点は、私が実証しようとしているように、この方法を完全に無効にするものではありません。



最初のスパーク光の写真

この装置の開発プロセスで何百ものスペクトルを撮影しましたが、これはレーザー部品の寿命が長いことを物語っています。通常は 10~30 のスペクトルを撮影する必要があるようです。異なる元素の個々のラインはパワーが大きく異なります。たとえば、現在のセットアップの分解能を評価するためにナトリウム D ラインのスペクトルを取得しようとしている間、塩化ナトリウムのショット数を減らし続け、最終的に 3 ショットで使用可能なスペクトルを取得しました。15 ショット必要だった塩化ナトリウムのスペクトルと比べてみてください。他のケースでは、60 ショットも撮影する必要がありました。この装置は、コンポーネント部品がしっかりと固定されて初めて役立ちました。

アルミホイル
ケイ酸塩鉱物
塩化ナトリウム
シリコン
カイヤナイト(藍晶石)
不明
アルミニウム

数種のLIBSスペクトル

システムが使用可能になると、私は手元にある元素のスペクトルライブラリを構築することから始めました。信頼できるサプライヤーから購入しない限り、特定のサンプルが純粋(または少なくともほぼ純粋)であるかどうかを見つけるのは必ずしも簡単ではありません。信頼できるサプライヤーから購入すると費用がかかります。たとえば、コインの組成は十分に文書化されています。それ以外の場合は、入手可能なものを使用しましたが、時間が経つにつれてこれらのスペクトルを改良していきます。「なぜスペクトルライブラリを使用しないのか」と疑問に思う人もいるかもしれませんが、たとえば、これらは通常、非常に感度の高い特殊な装置で作成されており、特定の線を見つけるのには適していますが、多くの要素は「(スペクトル)線の森」を生成するため、同じシステムで生成されたスペクトルと比較する方が簡単です。次は、いくつかの未知のものを試すときです。私が試した最初のサンプルは、ソーダライトと呼ばれる鉱物でした。Wikipediaの化学式は $\text{Na}_8(\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24})\text{Cl}_2$ です。現時点では詳細はわかりません。化学について少し(かなり)復習する必要がありますが、線の強度はモル分率に依存すると思います。いずれにせよ、ナトリウム、アルミニウム、シリコンはすべてこの鉱物の重要な成分であることがはっきりとわかります。では、ソーダライトのスペクトルはどのように見え、成分とどのように比較されるのでしょうか。いくつかのLIBSスペクトルを参照してください。

もう一つやってみましょう。私のコレクションには、カイヤナイト(Al_2SiO_5)の粒子が含まれています。また、偶然にも、カイヤナイトとラベル付けされた標本も購入しました。これらを比べてみてください。これは、存在する元素のみを示す化学式については何も示さないことを覚えておいてください。

これはそれほど劇的ではありませんが、私のような素人でも使える貴重なツールだと思います。まだやるべきことはたくさんあります。たとえば、スペクトルを本当に役立つものにするには、波長または波数で較正する必要がありますが、この操作を容易にするソフトウェア(主にアマチュア天文学用)があります。特に便利なプログラムが1つあり、私はかなりそれを使ってうまくやってきましたが、それはフランス人によって書かれたもので、その論文を英語に翻訳した人は、英語があまり得意ではないようです。何度もあきらめてイライラしましたが、もう一度やり直してみます。

2. [Jan Beck's LIBS Spectrometer – Project Page](#)を参照。