

コンパクトな産業用 LIBS システムによるアルミニウムのリサイクル支援

2014 年 10 月 8 日

リサイクルのためのアルミニウムスクラップの分別など、レーザー誘起破壊分光法 (LIBS) に基づく産業用レーザープロセスは、コンパクトで高繰り返し率のダイオード励起固体レーザーの使用から恩恵を受けることができます。

Håkan Karlsson, Bertrand Noharet, Tania Irebo

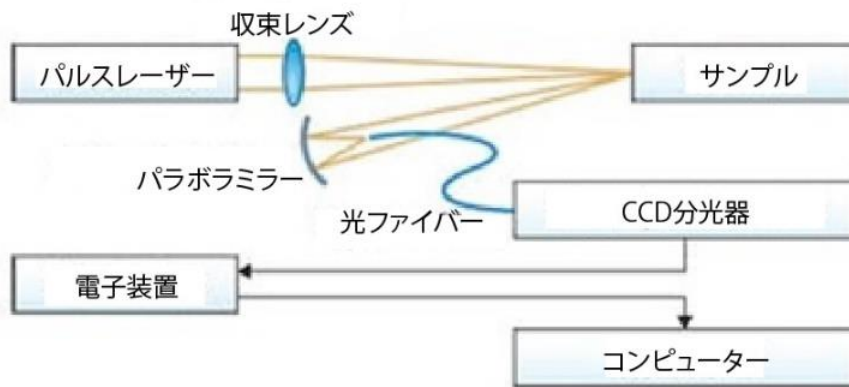


図 1. 概略図は、典型的な LIBS セットアップのコンポーネントを示しています。

レーザー誘起破壊分光法 (LIBS) は、金属、半導体、ガラス、生物組織、プラスチック、土壌、薄い塗装コーティング、電子材料など、幅広い材料の迅速な化学分析を可能にする原子発光分光法技術です。LIBS テクノロジーは、現場での使用とオンライン材料分析用のツールの構築を可能にする、よりコンパクトな (ハンドヘルドを含む) システムの開発の結果として、近年ますます関心を集めています。この開発は、レーザーや分光計など、よりコンパクトで産業グレードのシステムコンポーネントの入手可能性が向上したことによって可能になりました。 [Lasersec introduces handheld LIBS elemental analyzer | Laser Focus World](#)

スウェーデンの国立研究所である Acreo Swedish ICT と Swerea Kimab (どちらもストックホルム) がレーザーメーカーの Cobolt 社と協力して実施した最近の研究では、この傾向を例示し、数 kHz のパルス繰り返し率を備えた新しいクラスのコンパクトな産業グレードのレーザーが、LIBS システムの設置面積の大幅な削減を可能にし、リサイクルのための効率的な金属選別における LIBS の導入に新たな機会を開く方法を示しています。

LIBS 技術

LIBS 技術の主な利点は、サンプルの前処理をせずに、迅速かつリモートの化学分析を実行して、試験対象のサンプルの元素組成を決定できることです。LIBS 技術は、短い高エネルギーのレーザーパルスターゲットサンプルの表面に集束させ、少量のアブレーションされた材料からなるプラズマを生成することに依存しています (図 1 を参照)。

初期プラズマ内の非常に高い温度により、アブレーションされた材料は励起された原子種とイオン種に解離します。プラズマが冷えると、特徴的な原子輝線が分光器で検出できます。この方法により、基本的に、あらゆる種類の物質 (固体、液体、気体) の高速かつ高感度の化学分析が可能になります。

重金属元素の検出限界は通常、100 万分の 1 の低い値です。通常、サンプルの前処理は不要であり、この方法は少量の材料が除去されるため、本質的に非破壊的であると考えられています。LIBS のその他の利点は、深さプロファイルを提供し、表面の汚染を除去できることです。

LIBS は、金属含有量分析、太陽光発電シリコンの品質管理、植物と土壌の分析、鉱山と探査、法医学と生物医学の研究、爆発物と生物兵器の検出など、幅広い科学および産業分析アプリケーションにとって魅力的なテクノロジーです。特に興味深いのは、工業プロセス、特に金属産業のオンライン監視ツールでの使用の可能性です。LIBS は、たとえば、重要な冶金プロセス（スラグまたは溶融金属の分析）の監視と最適化、金属製品（ロール、チューブ、箔など）の品質管理、またはリサイクリングの前に金属スクラップの分析と分別に適用できます。 [LIBS used to detect carcinogenic chromium in synthetic hair dye | Laser Focus World](#) [Raman spectroscopy and LIBS used simultaneously for standoff analysis of explosives | Laser Focus World](#) [Andor CCD camera powers LIBS detection of bacterial pathogens | Laser Focus World](#)

LIBS 用レーザー

ほとんどの実験室用 LIBS セットアップは伝統的にフラッシュランプ励起の Q スイッチ Nd:YAG レーザーに基づいており、比較的低いパルス繰り返しレート（通常は 10~30Hz）で短いパルス幅（4~5ns）で数百 mJ のエネルギーのパルスを供給します。最近では、産業用ファイバーレーザーも、パルス幅がわずかに長い 40ns の mJ パルスと数 kHz のパルスレートでプラズマを生成する場合に良好な結果が得られることが示されています¹。ただし、これらのレーザーソースの主な欠点は、サイズが大きく消費電力が高いため、産業用アプリケーションやオンラインアプリケーションで LIBS を使用する場合に大きな制限要因となります。

高パルスエネルギーレーザーは多くの科学用 LIBS アプリケーションで非常に優れた性能を発揮しますが、わずかに異なる一連の性能パラメーターとはるかにコンパクトな構成を備えた他のタイプのレーザー光源を LIBS アプリケーション用に検討することもできます。プラズマの生成と特性は、パルスエネルギーだけでなく、レーザーのパルス幅、繰り返し率、波長にも影響されます²⁻⁴。また、レーザーのもう 1 つの重要な特性がビーム品質であることも明らかです。このパラメーターはサンプルでの出力密度に影響を与えるためです。

アルミリサイクルの効率化

よりコンパクトで産業グレードの LIBS システムが利用できることから大きな恩恵を受けるアプリケーションの例は、アルミニウムのリサイクルです。アルミニウムは原則として 100%リサイクル可能です。そのリサイクルには、廃棄物の収集と、その後の新しい製品の生産における二次材料としての使用が含まれます。リサイクルされたアルミニウムを使用すると、アルミニウムを製造するために未使用鉱物の抽出に使用されるエネルギーのわずか 5%しか必要とせず、エネルギー消費を大幅に節約できます。



図 2. 自動スクラップ金属選別用のプロトタイプ LIBS システムが現場でテストされています。

現在市場に出回っているアルミニウムスクラップの大部分はシュレッダー工場から運ばれ、自動車だけでなく工業製品や家庭用品も細かく切断されます。細断された材料は不均質であるため、現在では主に目視検査または粗選別技術によって選別されています。スクラップ材料の合金組成の不確実性により、非常に厳格な組成が必要とされる生産で使用するリサイクルアルミニウムの量に上限が設定されます。

効率的なアルミニウムスクラップの選別手法が不足しているため、現在、アルミニウムの生産に使用できるリサイクルアルミニウムの一部のみが使用されています。したがって、リサイクルされたアルミニウムの流れを直接分類および分別することの可能性は、アルミニウム生産者への経済的利益と環境への影響の最小化の両方の点で非常に大きくなります。

LIBS システムのプロトタイプはすでに提案され、実験室や試験場でアルミニウム合金の迅速な分類に成功しており、LIBS を使用してさまざまな合金を効率的に分類し、スクラップヤードや生産工場でのリサイクル材料の流れを動的に処理および管理する利点を明確に示しています(図 2 を参照)。しかし、スクラップヤードや生産現場でオンラインツールとして LIBS を実際に実装し、広く使用するには、より堅牢で高速、そして何よりもよりコンパクトな LIBS システムの開発が必要です。

よりコンパクトな LIBS セットアップの実験的デモ

アルミリサイクルなどの産業用途での堅牢性とコンパクト性の要求を満たす LIBS システムの開発を目的として、Acreo Swedish ICT と Swerea Kimab の研究者は、以前に使用されていた高パルスエネルギー、低繰り返し率の Nd:YAG レーザーの代替として、Cobolt 社の Cobolt Tor レーザーを LIBS セットアップに統合しました。



図 3. Cobolt Tor は、コンパクトで高繰り返し率の 1064nm レーザーシステムです。

Cobolt Tor レーザーは、コンパクトで高性能のダイオード励起 Q スイッチレーザーの一種で、LIBS システムの使用を実験室での作業から産業用途に拡張する傾向を促進するのに役立ちます(図 3 を参照)。レーザー設計は、安定した数 kHz の繰り返しレート(7kHz を超え、パルス間ジッターが $1\mu\text{s}$ 未満、図 4 を参照)、1064nm で $100\mu\text{J}$ 範囲のパルスエネルギー、数 ns のパルス幅、および高いビーム品質 ($m^2 < 1.3$)の組み合わせを実現します。

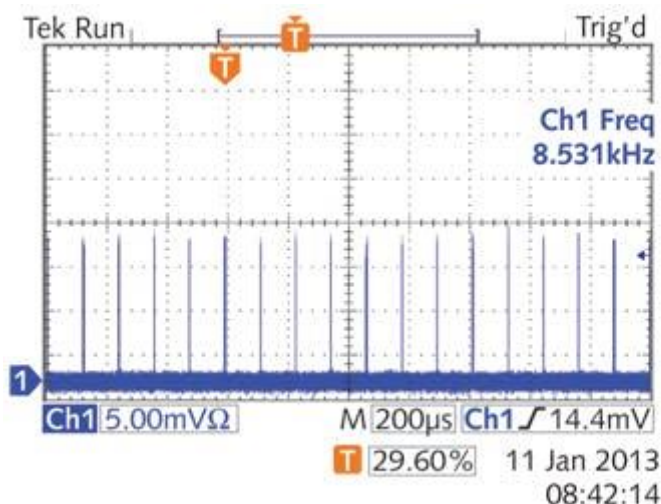


図 4. 8kHz の繰り返し速度で動作する Cobolt Tor 1064nm レーザーの測定パルス列を示します。

このレーザーの主な利点は、従来の高パルスエネルギーNd:YAGレーザーと比較して、サイズが大幅にコンパクトであることです。レーザーヘッドの寸法は 125×70×45mm で、駆動電流と制御信号を供給するための電子ユニット (190×72×28mm) が付属しています。レーザーヘッドの一般的な熱負荷は 30 W 未満であり、小型サイズと組み合わせることで、ポータブル産業用 LIBS システムへのコンパクトな統合が可能になります。レーザーは気密封止パッケージに製造されており、要求の厳しい産業用途などのさまざまな周囲条件において堅牢な性能と長寿命を保証します。この研究における LIBS セットアップには、Cobolt Tor パルスレーザー(1064nm、8kHz、4ns、150 μJ)、レーザービームをサンプル上に集束させてプラズマを生成するレンズ、そして、放出されたプラズマ光をコンパクトな分光計(フロリダ州ダニーデンの Ocean Optics 社製 HR2000+)に輸送するための集光光学系が含まれます。

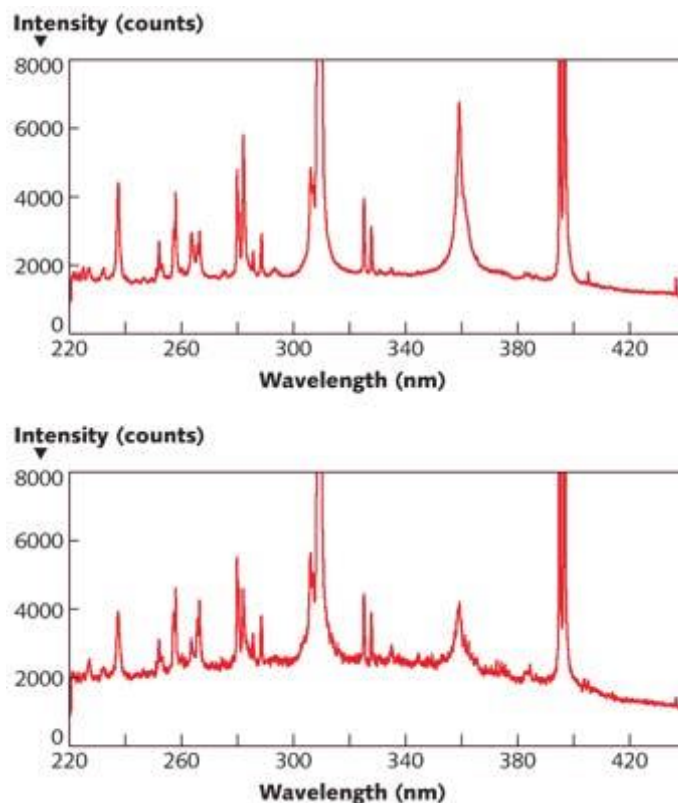


図 5. Cobolt Tor パルス DPSS レーザー (上) とフラッシュランプ励起 Nd:YAG レーザー (下) を使用して収集されたアルミニウムサンプルからの LIBS データは、同等の結果を示しています。

最初の実験はアルミニウムの基準サンプルで行われました。その目的は、様々なアルミニウム合金を高い信頼性で分類するためのセットアップの機能を調査するためであり、また、このセットアップの性能を、数百 mJ のエネルギーを持つパルスを放射する低繰り返しレートのフラッシュランプ励起 Q スイッチレーザーから生成されたスペクトルと比較するでした。2つの異なる種類のレーザーは、非常に似たスペクトルを生成します (図 5 を参照)。

参照サンプルでの有望な結果に勇気づけられて、研究チームは、コンパクトな高繰り返し率レーザーをベースにした LIBS システムの実用的な適用性を確認することを目的として、スクラップ置き場で収集した汚れたスクラップサンプルを使った実験を進めました。図 6 に示す 2 つのスペクトルで証明されるように、このシステムは、汚れたスクラップサンプルからもさまざまな合金の元素組成を明確に分離できることが証明されました。

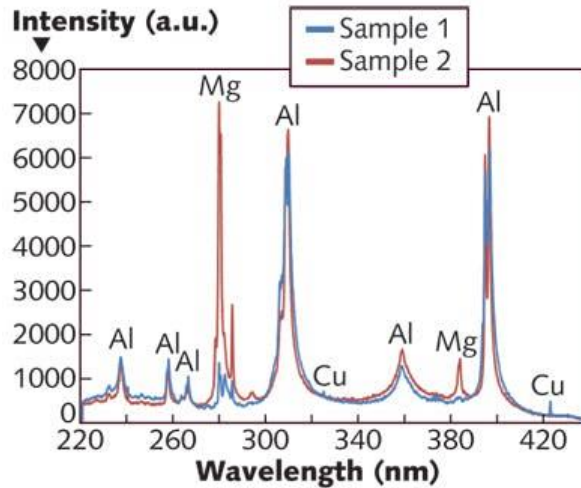


図 6. 異なるアルミニウム合金を表す 2 つの異なるスクラップサンプルから得られた LIBS データは、それらの異なる材料組成を示しています。

LIBS アプリケーションにおけるこのコンパクトな高繰り返し率レーザーの非常に優れた性能は、高い放射照度とフルエンス値を可能にする非常に優れたビーム品質に関係していると考えられます。また、その比較的 low エネルギーのパルスは短命の連続プラズマバックグラウンドを生成すると考えられており、これにより定量分析にも非ゲート検出器を使用できるようになり、検出器の要件とシステムコストが大幅に簡素化されます。レーザーの高い繰り返し率も、検出器レベルでの信号対雑音比の向上に貢献します。

このタイプのレーザーのもう 1 つの利点は、より低いエネルギーのパルスによりアブレーションボリュームのサイズが最小限に抑えられるため、製品の品質管理と互換性のあるほぼ非破壊的な分析が可能になることです。さらに、高い繰り返し率と非常に低いパルス間ジッターにより、サンプルに沿った高速スキャンが可能になり、検出システムの同期ゲートが可能になり、信号対雑音比の向上と検出限界の低下につながる可能性があります。

私たちは、LIBS テクノロジーが、より効率的なサイクルのためのオンラインスクラップ金属選別などの産業分析用途のツールに使用できる大きな可能性を秘めていると結論付けています。私たちは、高品質のビームを備えたコンパクトで高繰り返し率のパルスレーザーを使用すると、システムサイズを大幅に縮小しながら高品質の LIBS 結果を提供できるため、産業環境での使用に適したポータブル LIBS システムへの統合が可能になることを示しました。

参考文献:

1. M. Scharun et al., *Spectrochimica Acta Part B* 87, 198 (2013).
2. L. Radziemski et al., *Spectrochimica Acta Part B* 87, 3 (2013).
3. R. Ahmed et al., *J. Appl. Phys.* 106 (3) (2009).
4. J.D. Winefordner et al., *J. Analytical Atomic Spectrosc.* 19, 1061 (2004).
5. B. Noharet et al., *SPIE Photonics West*, Vol. 8992 89920R-1 (2014).