

スクラップ素材の高度循環利用に資する元素分析装置の開発

我妻 和明、柏倉 俊介
(分析科学研究部門)

1. 概要

本研究は、大気圧下レーザー誘起プラズマ発光分析法を測定原理とする元素分析装置を開発して、市中の金属スクラップ素材の高度・迅速選別を可能とする、新たな分析・計測システムの実用化を目的とする。金属スクラップ素材の循環構築に関しては、金属製品が極めて広範かつ大量に使用されているため、その利用の高度化を図り、素材再生による資源の利用効率を向上させる研究がさらに重視されるべきである。とりわけ、鋼スクラップ材のリサイクルについては、一般に、自動車用鋼板や高級鋼などでは、その特性を得るために鋼中の合金添加元素、Mn, Cr, Ni, Co, V, W の組成管理が必須である。全量を輸入に依存し国家備蓄 7 鉱種として備蓄の指定が成されているこれらの元素に関しては、その散逸を抑制し、かつ再生素材の品質を維持するため、鉄鋼スクラップを組成毎に効率的に分離する分析・解析技術が不可欠である。本研究では、この分析課題の解決に最も適した方法として、大気圧下レーザー誘起プラズマを励起源とする発光分析装置を開発しその実用化を図る。

2. 前書き

日本における粗鋼の生産量は年間に 1 億トン程度である。それらは主に建築物や橋梁、産業機械、自動車、電車や船舶などに用いられ、2013 年の時点では 13 億トン程度の鉄鋼が社会資本として蓄積されている。これらの蓄積された鉄鋼はある一定の時間が経過すると品質の劣化などにより要求性能を満たさなくなり鉄鋼スクラップとして排出されることとなり、主に電炉メーカーにおいて粗鋼生産のための原料として再利用される。電炉にて生産された粗鋼のシェアは 21 世紀初頭より Fig.1 に示す通りおおよそ 25%前後で推移しているが、粗鋼 1 トン当たりの CO₂ 排出原単位は高炉法が 2.0t 程度であるのに対し、電炉法においてはその 4 分の 1 である 0.5t 程度であり、電炉法が地球温暖化対策に果たす役割は極めて大きい¹⁻²⁾。

電炉鋼に投入される鉄鋼スクラップは、磁力選別を中心とした選別プロセスを経て供給される。このプロセスは大まかには磁着する普通鋼と磁着しないアルミニウム合金や銅合金等を分別するものであるが、ステンレス鋼についてはオーステナイト系のもの（主に SUS300 番台）が磁着しない一方で、マルテンサイト系やフェライト系のもの（主に SUS400 番台）やフェライト系を含む 2 相系ステンレス(SUS329 など)、及び析出硬化系ステンレス (SUS631 など) については磁着するため、一度市場に出た後から廃棄される老廃スクラップ中のステンレス鋼については、磁着するステンレス鋼種は普通鋼スクラップと一緒に電気炉に投入される一方で、磁着しないステンレス鋼種はアルミニウム合金や銅合金と混合したミックスメタルと呼ばれる状態となり、ここからそれぞれを分別するコストが経済的合理性を持たなくなるため、海外に輸出されるのが一般的である。五十嵐ら³⁾によると 2002 年の時点においてはニッケルを含有するステンレス鋼スクラップの回収率が 95%とリサイクルルートが確立をされている一方で、ニッケルを含有しないステンレス鋼スクラップの回収率は 2%と低く、この事実は前述の通り普通鋼と一緒に磁力選別プロセスを経て”普

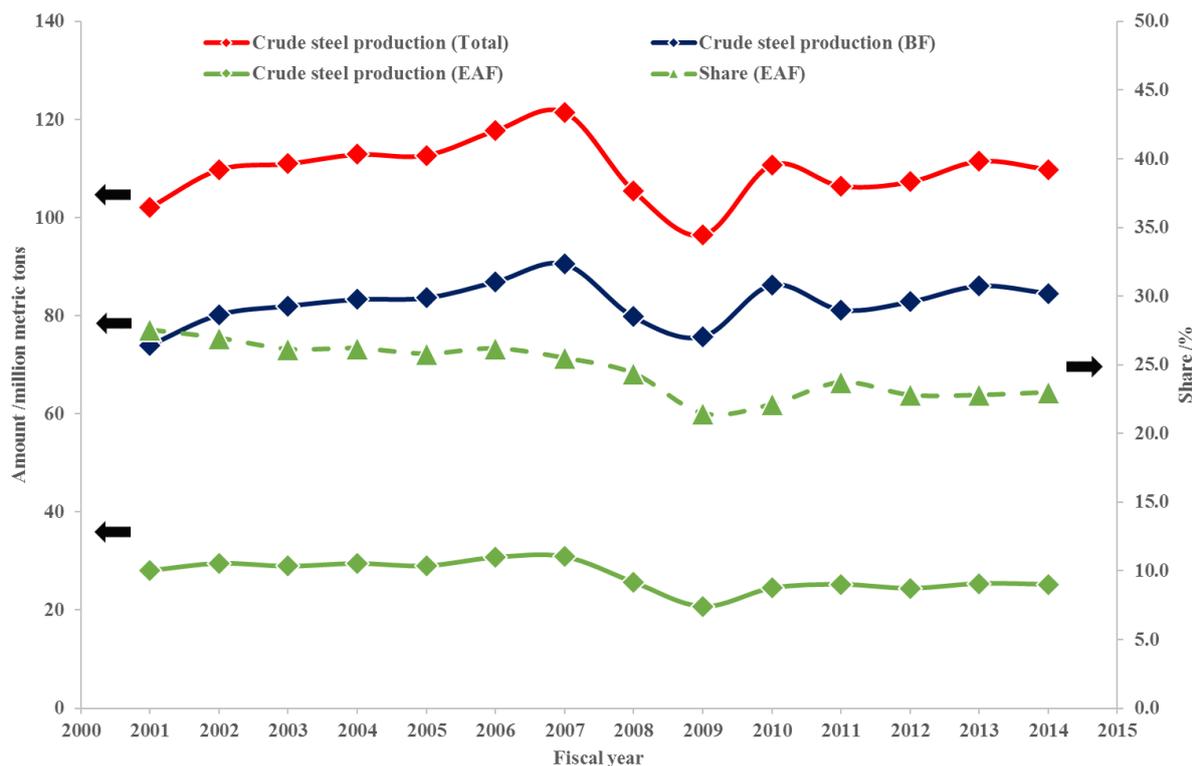


Fig.1 Recent changes in amount of crude steel production in Japan. BF and EAF stand for blast furnace and electric arc furnace, respectively. Numerical data are referenced from The Japan ferrous raw materials association¹⁾.

通鋼生産のための原料として”再利用されるケースが多いことを示唆しており、この傾向は2015年度におけるJOGMECの報告⁴⁾においても大きな変化はみられていないものと考えられる。なお、上記報告書では、自家発生したステンレス鋼スクラップはその化学組成を含めて素性がよく把握されているために、自社内あるいは生産メーカー内での流通ルートが比較的良好に構築されている一方で、最終製品から発生する老廃ステンレス鋼スクラップに関してはステンレス原料としてのリサイクルが殆ど行われていないことも指摘されている。ステンレス生産の原料としてのフェロクロムの投入量はおおよそ45万トンと推計されており、フェロクロム1トンを生産する際のCO₂原単位は5.4トンとされているため、仮にステンレス生産時のクロムの需要の全てをステンレス鋼スクラップで代替できた場合のCO₂削減量は概算で243万トン、日本におけるCO₂排出量の0.2%程度となる。上記で概算したCO₂削減効果はフェロクロムのバージン材投入の削減によるものであるが、ステンレス鋼を含む特殊鋼生産に用いられる上記バージン材はその全量を海外からの輸入に依存しているが現状であり、循環型社会の構築に向けた日本国内に潜在する資源の有効利用の観点からもステンレス鋼スクラップの更なる有効利用の促進が求められる。

現状、鉄鋼スクラップは鉄源として取り扱われているが、これをクロム源、ニッケル源、あるいは国家備蓄7鋼種として指定されている残りの元素であるマンガン、モリブデン、バナジウム、コバルト、及びタングステン資源として取り扱うためには、ステンレス鋼スクラップを含むそれぞれの特殊鋼スクラップが元素情報毎に整理され分別される必要がある。更に、その元素情報を得る手法は大量の鉄鋼スクラップを処理するための高速動作、多様な鉄鋼スクラップ形状への追従、大気圧下及び清浄ではない環境下でも安定して動作する堅牢性が求められる。これらの条件を満足する元素分析手法として本研究で採用した

のがレーザー誘起プラズマ発光分光分析法(Laser-Induced Breakdown Spectroscopy, LIBS)である⁵⁾。本法では、試料上に高尖頭出力を持つパルスレーザーを集光照射してレーザー誘起プラズマを試料表面に発生させ、同時に起こるレーザーアブレーションで取り込まれた試料原子がプラズマ中で励起/脱励起過程を経て放出する原子/イオンの発光スペクトルを検出する。そのスペクトルを解析することにより、試料中に何がどのくらい含まれているかを定性的・定量的に測定する手法であり、利点としては以下が挙げられる。

1. 大気圧下で非常に高速な測定が可能である
2. 試料の形状や大きさに制限がなく、前処理の必要がない
3. レーザーは空間を伝達するため、装置構成の自由度が高く遠隔測定も可能である
4. 堅牢性が高く、清浄ではない場所における耐久性に優れている

以上より、本研究においては LIBS システムを試作し、ステンレス鋼を中心とする特殊鋼の分別条件の設定および測定条件の最適化及び迅速化を図ることを目的とした

3. 本論

<実験装置>

Fig.2 には試作した LIBS システムを示す。Q スイッチ式の Nd:YAG レーザー(Minilite I, Continuum)から発振されたパルスレーザー(波長 532 nm, パルス幅 3-5 ns, パルスエネルギー12 mJ/p, 最大発振周波数 15 Hz)を平凸レンズで集光して3次元自動ステージ上に静置した試料に照射した。試料直上に発生したレーザー誘起プラズマからの原子/イオン発光は別の平凸レンズにより後段の光ファイバーの先端に集光され、光ファイバー内部を通して Czerny-Turner 型のイメージ分光器(MS7504i, SOL Instruments, F 値 1/8.9, 焦点距離 750 mm)に導かれて内部の回折格子(溝本数 2400 本/mm, ブレーズ波長 270nm, 逆線分散 0.51 nm/mm, 波長分解能 0.02 nm)によって分光され、そのまま後段の ICCD カメラ(DH734-18F-03, Andor Technology)によって検出され、Windows ベース PC 上の制御ソフトウェアによって発光スペクトルが記録される。ICCD カメラにはパルスレーザー照射直後から数百 ns オーダーの大気中の窒素や酸素原子による再結合放射及び制動放射の影響を軽減するために、CCD 素子前面に配置され原子/イオン発光の増感を行うマイクロチャンネルプレートの動作のタイミングをレーザー照射から遅らせるゲート機能が搭載されており、本実験ではレーザー照射より 0.5 マイクロ秒後から増感動作を 20 マイクロ秒の間行うように設定した。

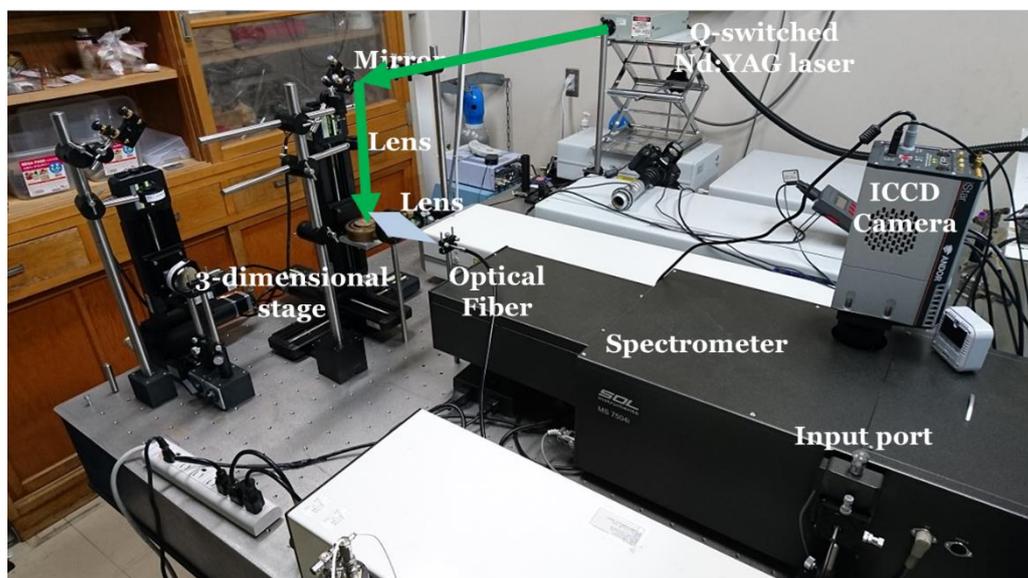


Fig.2 LIBS apparatus in this study

<レーザーショット数の変化に対する発光スペクトル変化及び定性判別>

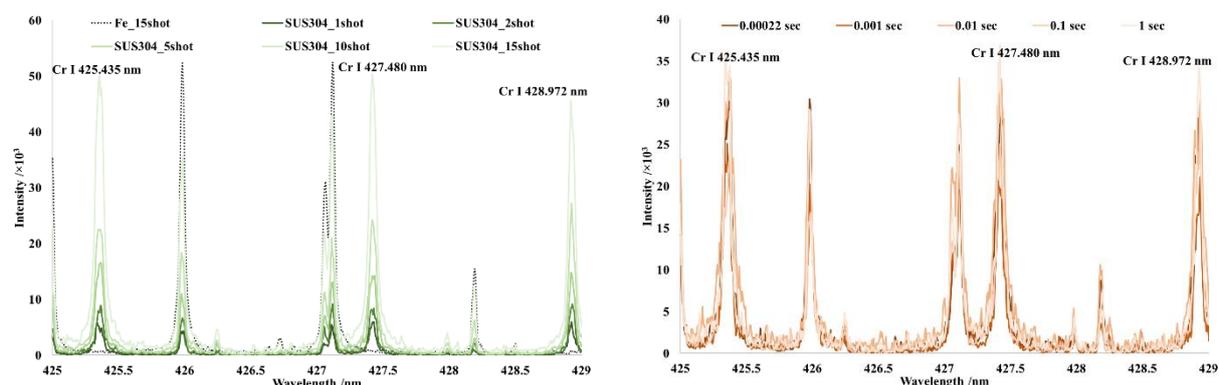


Fig.3. Changes in the peak intensity of chromium resonance lines with decreasing the number of laser shots (left) and exposure times of ICCD camera (right).

Fig.3 左図には市販品の SUS304 板とクロム濃度 1ppmw の純鉄(マイロン SHP, 東邦亜鉛)からの LIBS スペクトルを示す。ICCD カメラの露光時間は 1 秒に固定し、増感倍率はマイクロチャンネルプレートを動作させない場合と比較して 250 倍程度に設定した。またレーザーショット数は 1 秒あたり 1 発から 15 発で変化させ、複数発照射した際には CCD 素子上にて発光信号の積算処理を行った。レーザーショット数が低下するにつれてレーザープラズマから取り込むことが可能な光量が低下するため発光強度は低下するが、純鉄と比較して十分な S/N 比を持つクロムの共鳴発光線(三重項状態から基底状態への遷移)が確認されたため、パルスレーザーのシングルショットにてクロム含有判定の定性分析を行うことは十分に可能であった。

<検出時間の変化に対する発光スペクトル変化及び定性判別>

一般的にレーザー誘起プラズマからの原子/イオン発光はパルスレーザー照射後 1 マイクロ秒前後でその強度が極大となり、5~10 マイクロ秒の時間をかけて消失する。このため Fig.3 右図での測定における 1 秒の露光時間はシングルショットで測定をする場合にはプラズマ発光の経時変化に対して過大であり、露光時間を 1 秒から対数関数的に減少させた場合の発光スペクトル変化を Fig.3 に示す。シングルショット測定においては前述の実験より発光強度の減少が予測されたため、ICCD カメラの増感倍率を最大(仕様上は 1078 倍)にして測定を行った。前述の三重項遷移からの遷移による 3 本の発光共鳴線の強度は露光時間を 1 秒から 220 マイクロ秒の間で変化させた場合においても大きな変化は見られなかった。220 マイクロ秒というのは本 LIBS システムにおける ICCD カメラで設定可能な最短露光時間であったが、この露光時間においてもクロムからの原子発光を十分に捉えることが可能である。またニッケルに関して Ni I 341.476 nm の原子発光線において上記と同様の傾向が見られており、ステンレス中のクロム及びニッケルの高速含有判別に大いに寄与するものと考えられる。

<レーザー集光距離の変化による発光強度の変化>

金属試料表面にレーザープラズマを生成させるためにはパルスレーザーを金属試料表面に集光させる必要があるが、一般に鉄鋼スクラップは高さ方向を含めて 3 次元的に複雑な形状をしているのが一般的であり、試料表面に対する焦点距離調整は非常に重要なファクターとなる。Fig.4 には集光レンズの焦点距離(150mm)を基準とし、試料表面の相対高さ

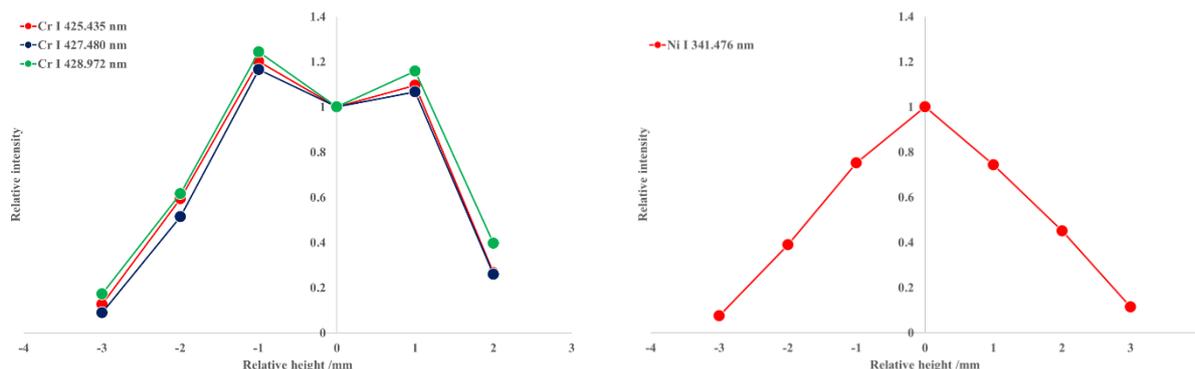


Fig.4 Changes in the relative intensities of atomic emission lines of chromium (left) and nickel (right) when the sample is moved upwards/downwards from the on-focus positions of laser.

を自動ステージ制御により数 mm 程度上下させたときのクロム及びニッケルの相対強度変化を示す。クロムの発光線は前述の通り ICCD カメラで一度に撮影できる Cr I 425.435 nm、Cr I 427.480 nm、及び Cr I 428.972 nm であり、ニッケルの発光線は Ni I 341.476 nm である。上図より、クロム及びニッケルのいずれについてもレーザー集光レンズの焦点距離からの相対高さが±2mm 以上になると急激なピーク強度の現象が確認され、実際の鉄鋼スクラップ上にレーザー誘起プラズマを発生させる際の高さ方向の追従制御は、非常に厳密に行う必要があることが示唆された。

<オーステナイト系ステンレスの鋼種判別のための第三元素の検出>

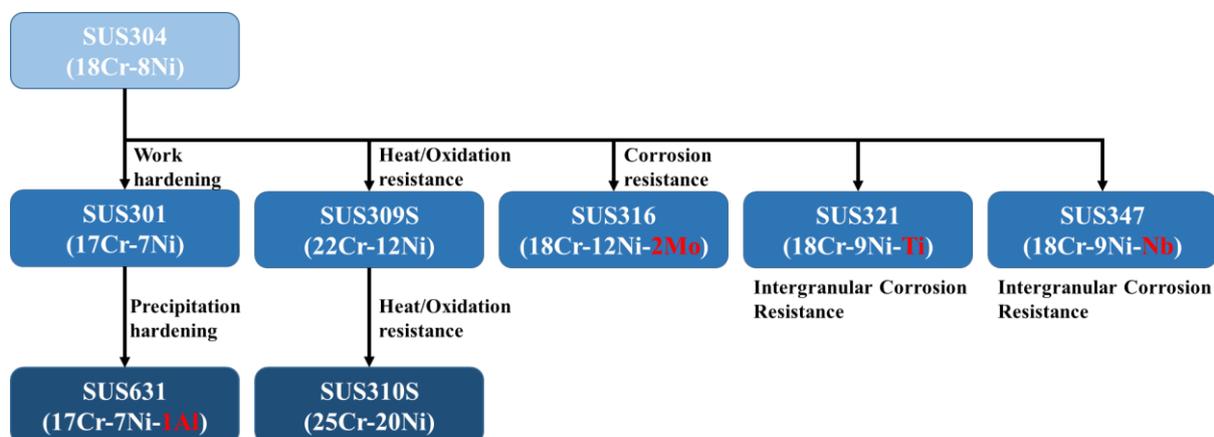


Fig.5 Classification of stainless steels by Japan Stainless Steel Association⁶⁾

Fig.5 にはステンレス協会が公表しているオーステナイト系ステンレスの系統図のうち一部を抜粋した。図中に赤い文字で記した通り、一部のオーステナイト系ステンレスの鋼種はクロム及びニッケル以外の第三元素の添加により性能付与が図られており、これを LIBS によって検出することで更なるオーステナイト系ステンレスの精緻な分別のための判定条件を得ることが可能になると考えられる。そこで上図に示したステンレスのうち、市販品として入手した SUS316(耐食性向上のためにモリブデンを 2~3%含有)、SUS321(耐粒界腐食性向上のためにチタンを 5×(炭素%)以上含有)、SUS347(耐粒界腐食性向上のためにチタンを 5×(炭素%)以上含有)、及び SUS631(析出硬化性を付与するためにアルミニウムを 0.75~1.50%含有)の 4 種類について、4 種類の第三元素を明確に判別可能な発光ピーク波

長の探索を行った結果を Fig.6 に示す。なお発光波長の探索には LIBS と類似した固体発光分光分析であるスパーク発光分光分析を用いた鉄鋼中の添加元素の同定方法が記載されている JIS G 1253「鉄及び鋼—スパーク放電発光分光分析方法」において推奨されている発光波長の準用をまず試みたが、これらの発光ピークの検出強度と S/N 比は分光システムのセッティング(回折格子の回折強度や ICCD に搭載されているフォトカソード漁師効率の波長依存性)に大きく依存するものであるため、本課題においては JIS G 1253 に推奨されている発光ピーク波長を参考にしつつ、高い S/N 比が明瞭に得られる発光線を探索した。

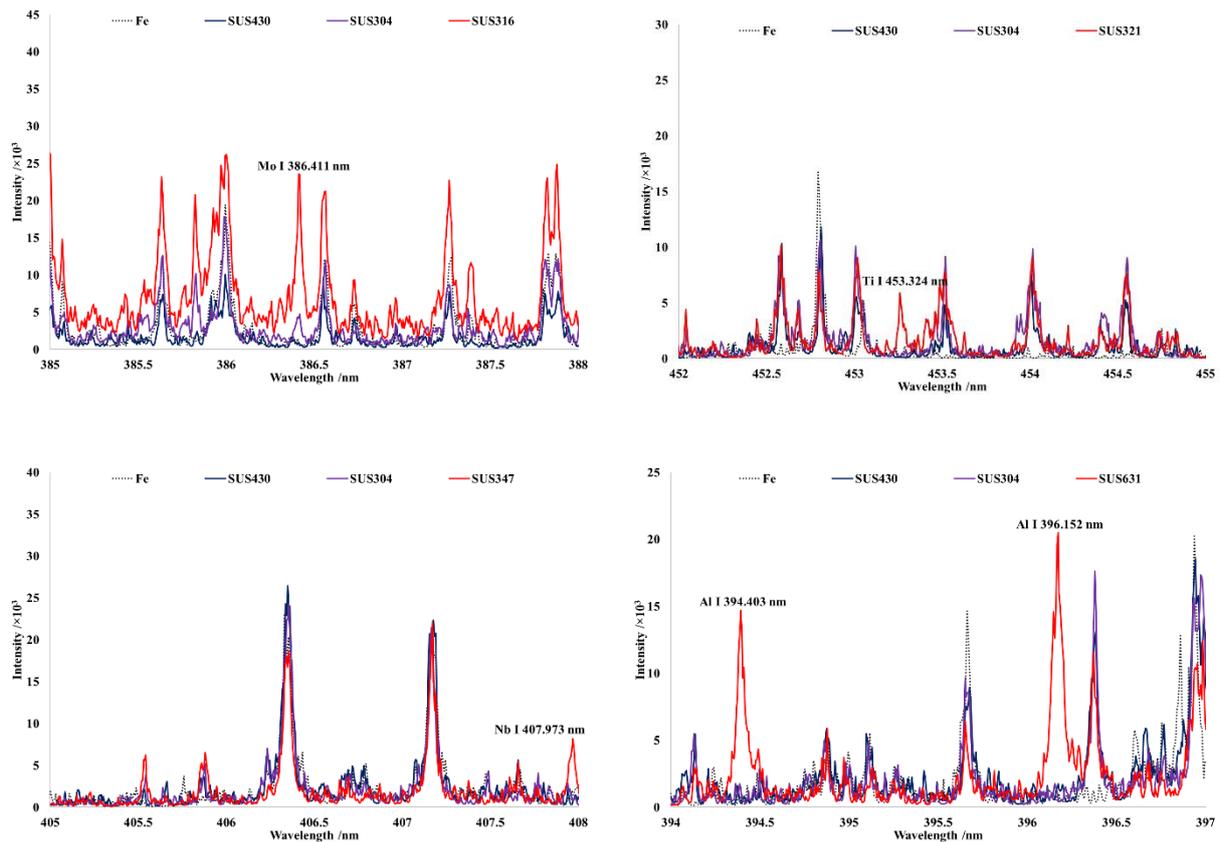


Fig. 6 Comparison in LIBS spectra of SUS316(upper-left), SUS321(upper-right), SUS347(lower-left), and SUS631(lower-right) together with SUS304, SUS430, and pure Fe.

鉄からは非常に多数の原子/イオン発光ピーク観察されるために測定対象元素との分光干渉が起りやすいが、SUS316 中のモリブデンについては Mo I 386.411 nm に、SUS321 中のチタンについては 453.324 nm に、SUS347 中のニオブについては 407.973 nm に、SUS631 中の Al については 394.403 nm 及び 396.152nm に、オーステナイト系及びフェライト系のステンレスの代表格である SUS304 及び SUS430 とは明瞭に区別できる発光ピークを観察することができた。

<シングルパルス LIBS によるステンレス鋼中のクロム及びニッケルの迅速定量>

検量線の作成のため、ステンレス系標準試料として Table1 に示したオーステナイト系ステンレス 8 種類(JSM M200)及びフェライト系ステンレス (JSM M202) から前述の測定条件にて発光スペクトルを取得した。測定波長は十分な発光強度、及び鉄からの発光線との分光干渉の程度を考慮し、クロムに関して $3d^5(4S)4p-3d^5(4S)4s$ 遷移に属する 425.435nm、

427.480nm、428.972nm、及び $3d^5(^4G)4p-3d^5(^4G)4s$ 遷移に属する 396.369nm、369.974nm、397.666nm、及び 398.389nm とした。これらの発光線に関して、前者の遷移は上位準位が 2.9eV 程度、下位準位が 0eV の共鳴線であるのに対し、後者の遷移は上位準位が 5.6eV 程度、下位準位が 2.5eV 程度の非共鳴線である。またニッケルに関しては共鳴線である 341.476nm(3.655eV - 0.025eV)、及び非共鳴線である 440.154nm (6.009eV - 3.193eV)を発光線として選択した。なお、検量線はオーステナイト系標準試料に関してはクロム及びニッケルの両方を、フェライト系ステンレス試料に関してはクロムのみを選択した。こうして得られた発光スペクトルに対し、Savitzky-golay フィルターによる平滑化処理を行った後に非線形最小二乗法によるバックグラウンド除去を行い、上記のピーク面積をガウスフィッティングにより算出した。同様の処理を近傍に存在する鉄からの発光線についても行い、これらのピーク面積比を標準試料中の原子比に対してプロットしたものが Fig.7 となる。各試料に対する測定は連続で 3 回行い、図中に示される各測定点の誤差範囲に対する相対標準偏差は概ね 10%以下程度であった。

Ni I 440.154nm を除き、各検量線は 2 次関数によりフィッティングされ、その決定係数 R^2 はおおよそ 0.9~0.95 程度であった。共鳴線を用いた際に原子比に対して面積比が負の偏倚を示す傾向は自己吸収現象によって説明される。即ち、レーザープラズマ内から発した原子発光が同じくプラズマ内に存在する同種の基底状態にある原子によって吸収されその再励起に用いられる現象であり、測定対象元素が数~数十%と高濃度に存在する際には避けがたいものと考えられる。一方で Boltzmann 分布に従い下位準位の数密度が比較的少ないと考えられる非共鳴線においては Ni I 440.154nm / Fe I 440.475nm については比較的良い直線性が得られた一方で、397nm 近傍にあるクロムの非共鳴線については共鳴線と同様の負の偏倚が確認された。ステンレス鋼のようなクロム濃度が高い領域においては試料表面に存在すると考えられる Cr_2O_3 の解離エネルギーの高さに由来すると思われるクロムのアブレーション量自体が低減する現象が確認されており⁷⁾、比較的低いエネルギーによるパルスレーザー照射では十分なアブレーションが行われなかったためと考えられる。

Table 1 Chemical compositions of certified reference materials of Austenite stainless steels (left) and Ferrite stainless steels (right)

No.	Cr	Ni	others	Fe	No.	Cr	Ni	others	Fe
21	27.02	4.03	0.75	68.20	31	11.23	3.91	4.35	80.51
22	25.00	19.85	1.13	54.02	32	12.71	2.56	2.95	81.78
23	22.17	9.99	3.78	64.06	33	15.12	1.03	2.43	81.42
24	20.18	14.12	3.08	62.62	34	16.99	0.48	2.70	79.83
25	18.32	8.05	5.52	68.11	35	24.14	0.05	2.30	73.51
26	16.18	17.62	3.74	62.46	36	22.31	0.11	0.82	76.76
27	13.39	15.74	4.32	66.55	37	19.51	0.20	2.09	78.20
28	10.25	29.98	2.32	57.45	38	25.52	0.01	0.94	73.53

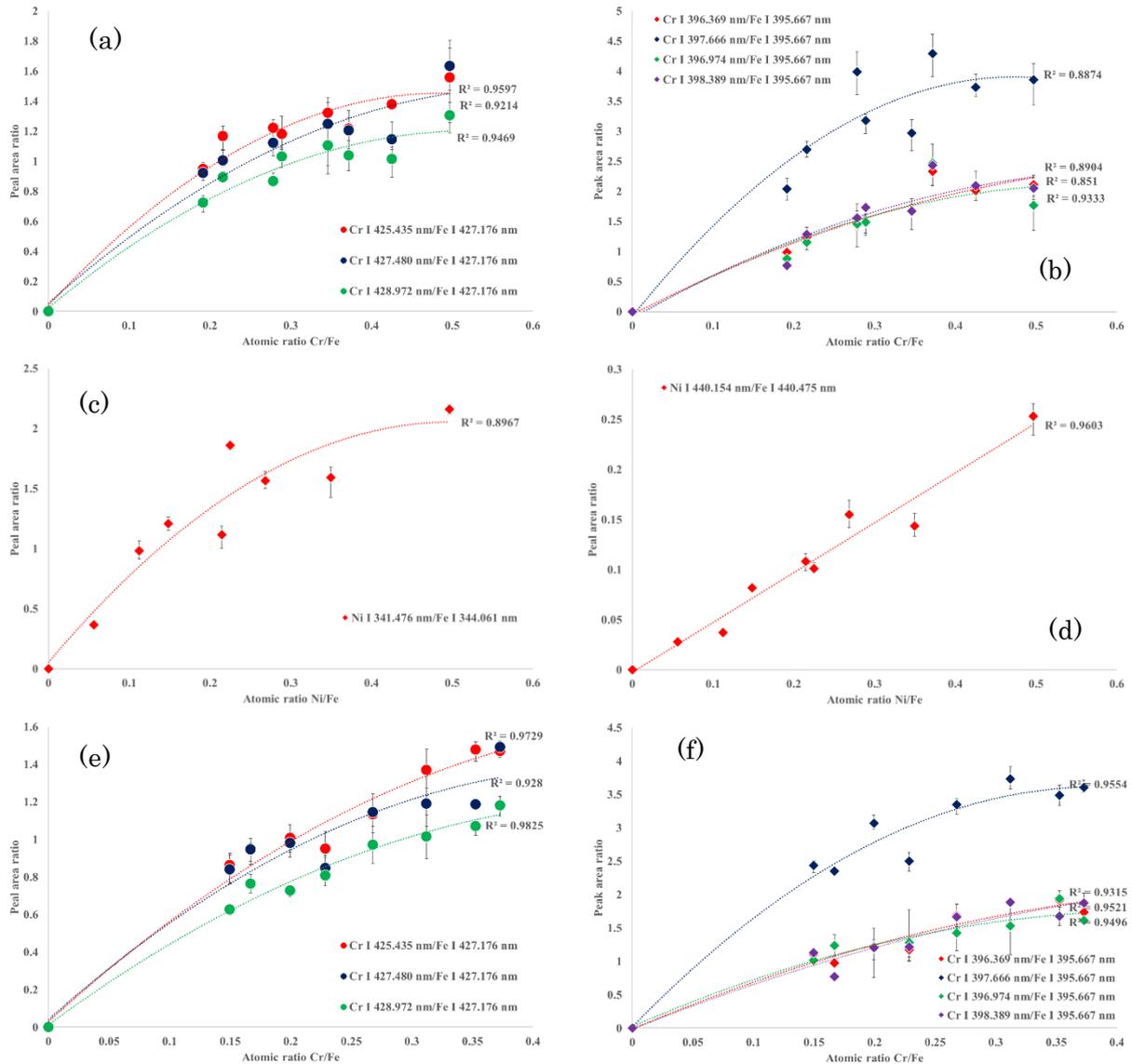


Fig.7 Calibration curves of chromium and nickel from Austenite/Ferrite series certified reference materials. (a) Cr, 425-429nm, Austenite (b) Cr, 395-399nm, Austenite (c) Ni, 341.476nm, Austenite (d) Ni, 440.154nm, Austenite (e) Cr, 425-429nm, Ferrite (f) Cr, 395-399nm, Ferrite)

こうして得られた検量線のうち、クロムについては決定係数 R^2 が比較的高く、JIS G 1253 においても推奨波長とされている 428.972nm を、ニッケルについては直線性の高い 440.154nm を採用し、これらの検量線を用いて市販のステンレスである SUS301, SUS302, SUS304, SUS310, SUS316, SUS321, SUS347, SUS430, 及び SUS631 中のクロム及びニッケルの簡易定量を試みた結果が Table 2 となる。本実験においては鉄との分光干渉を極力避けるために溝本数が多く逆線分散の低い回折格子(2400grooves/mm, 0.51nm/mm)を使用したために一度に測定できる波長範囲が 7nm 程度と狭くクロムとニッケルの発光波長を同時に測定することができなかつたため、得られた高波長分解能かつ狭い波長範囲の発光スペクトルからはステンレス鋼を構成する元素の全ての定量を行うことができなかった。そのため、定量性能の評価方法として LIBS スペクトルから得られるクロム及びニッケルと鉄の発光ピーク面積比から先の検量線を使用してクロム及びニッケルと鉄との原子比を求め、

別途ファンダメンタルパラメーター法による市販の蛍光 X 線分析によって求められた化学組成から得られる原子比との比較によって行った。蛍光 X 線分析は波長分散型の装置 (ZSX Primus II, Rigaku) を用いて 15 分間の積算を行い、得られたクロム及びニッケルの濃度は JIS 規格によって定められている濃度範囲内にあることを確認した。LIBS スペクトルは各ステンレス試料について 3 つ取得し、その平均値としての原子比と 3 回測定における相対標準偏差を記載している。LIBS によって得られる原子比と XRF によって得られる原子比はクロムにおいては 0.77~1.07、ニッケルにおいては 0.96~1.11 の範囲にあり、全体的にクロムのほうが低値となる傾向があった。これは前述の通り試料最表面を覆っていると考えられる Cr₂O₃ の解離エネルギーの高さによるアブレーション効率の低下によるものと推測されるが、その比率は 1 に近く、LIBS によるクロム及びニッケルの簡易迅速定量の可能性を示唆するものと考えられる。

Table 2 Comparison in the atomic ratio of Cr/Fe and Ni/Fe between determination by LIBS and FP-XRF

SUS No.	301	302	304	310	316	321	347	430	631
Cr (wt% by XRF)	17.5	18.8	18.7	24.1	17.0	18.8	18.8	16.3	17.4
Cr/Fe (by XRF)	0.256	0.286	0.286	0.478	0.268	0.294	0.296	0.212	0.259
Cr/Fe (by LIBS)	0.274	0.281	0.221	0.373	0.210	0.258	0.286	0.162	0.207
RSD by LIBS (%)	5.6	5.3	5.7	7.3	9.9	8.9	6.3	5.2	9.0
LIBS/XRF	1.07	0.98	0.77	0.78	0.78	0.88	0.97	0.77	0.80
Ni (wt% by XRF)	6.8	8.6	8.4	20.4	10.7	9.7	9.6	-	7.4
Ni/Fe (by XRF)	0.088	0.116	0.113	0.359	0.149	0.135	0.133		0.097
Ni/Fe (by LIBS)	0.085	0.122	0.118	0.358	0.143	0.150	0.142		0.096
RSD by LIBS (%)	10.3	8.0	9.6	9.2	5.6	8.6	8.2		10.3
LIBS/XRF	0.97	1.05	1.05	1.00	0.96	1.11	1.06		0.98

< 結び >

クロムについての再利用が殆ど確立されていないステンレス鋼のリサイクルについて、迅速な元素分析を可能にする手法としてレーザー誘起プラズマ発光分光分析法を取り上げ、ステンレス鋼中のクロム、ニッケル、及び第三元素として添加されている合金元素の検出及び簡易定量を試みた。Nd:YAG パルスレーザー、Czerny-Turner 型分光器、検出用 ICCD カメラ、及び制御用 PC を組み合わせた試作装置にてステンレス鋼中の上記元素の検出を行い、1 ミリ秒以下の測定時間にて各種元素の定性分析が可能であることを明らかにした。またクロム及びニッケルの簡易定量を試みた結果、発光ピークの面積比から得られる原子比は FP-XRF 法と比較して比較的良い一致を得たが、原子比から濃度情報を得るためには測定対象となる元素からの発光ピークを全て 1 つの発光スペクトルの中に収める必要があり、鉄からの発光線との分光干渉を抑えつつこれを行うことが今後の目標となる。

<参考文献>

- 1) 鉄源需給基礎情報 一般社団法人日本鉄源協会
<http://www.tetsugen.gol.com/kiso/index.htm>
- 2) Stainless Steel and CO₂: Facts and Scientific Observations, International Stainless Steel Forum, available at http://www.worldstainless.org/Files/issf/non-image-files/PDF/ISSF_Stainless_Steel_and_CO2.pdf
- 3) 鉱物資源マテリアルフロー2015 独立行政法人石油天然ガス・金属鉱物資源機構
- 4) 五十嵐佑馬、醍醐市朗、松野泰也、足立芳寛 日本国内におけるステンレス鋼のマテリアルフロー解析及び循環利用促進による CO₂ 削減効果の評価 第1回日本 LCA 学会研究発表会講演要旨集 2005
- 5) Reinhard Noll, Laser-Induced Breakdown Spectroscopy -Fundamentals and Applications-, 2012, Springer-Verlag, Berlin.
- 6) ステンレス協会ウェブサイト
http://www.jssa.gr.jp/contents/about_stainless/key_properties/types/
- 7) Fundamental Study on Ablation Sampling of Fe-based Binary Alloys in Laser-induced Breakdown Optical Emission Spectrometry
X. Zhang, S. Kashiwakura, and K. Wagatsuma
Analytical Sciences, 32, (2016) accepted.

<発表論文>

- 1) Rapid Sorting of Stainless Steels by Open-air Laser-induced Breakdown Spectroscopy with Detecting Chromium, Nickel, and Molybdenum
S. Kashiwakura, K. Wagatsuma
ISIJ International, 55(11), (2015) 2391-2396.
- 2) 単発走査レーザー誘起プラズマ発光分析法によるアルミナ介在物の3次元分布の迅速評価
笠原 岳、柏倉 俊介、我妻 和明
分析化学、64(1), (2015) 35-41.
- 3) レーザー誘起プラズマ発光分光分析法の鉄鋼スクラップの組成別ソーティングへの適用
柏倉 俊介、我妻 和明
レーザー研究、42(12), (2014) 908-912.
- 4) Fundamental Study on Ablation Sampling of Fe-based Binary Alloys in Laser-induced Breakdown Optical Emission Spectrometry
X. Zhang, S. Kashiwakura, and K. Wagatsuma
Analytical Sciences, 32, (2016) accepted.

<Title>

Rapid sorting of scrapped metallic materials based on the chemical composition by using laser-induced breakdown spectroscopy

<Name>

Kazuaki Wagatsuma and Shunsuke Kashiwakura

<Abstract>

In order to obtain the elemental composition for rapid sorting of stainless steel materials from metallic scraps, we developed an analytical apparatus in which atomic emission spectra of the alloyed elements were detected in laser-induced breakdown spectroscopy (LIBS). The experimental setup mainly comprised a Nd:YAG pulsed laser, Czerny-Turner-type imaging spectrometer, and Intensified CCD camera. Atomic emission peaks of chromium, nickel, molybdenum, titanium, niobium, and aluminum had the intensities enough to be detected even at a single pulse shot, and the detection time was less than 1 millisecond. Calibration curves of chromium and nickel were obtained by utilizing two series of certified reference materials of austenite/ferrite stainless steels, and the atomic ratios of Cr/Fe and Ni/Fe were fairly consistent to the result obtained by FP-XRF method.