

申請日期：89.10.27	案號：89121658
類別：	901N ² /31

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書		463043
一、發明名稱	中文	熔化金屬之分析方法及其裝置
	英文	ANALYZING METHOD OF MOLTEN METAL AND APPARATUS THEREFOR
二、發明人	姓名 (中文)	1. 吉田和巨 2. 石田智治 3. 秋吉孝則 4. 千野淳
	姓名 (英文)	1. 2. 3. 4.
	國籍	1. 日本 2. 日本 3. 日本 4. 日本
	住、居所	1. 日本國東京都千代田區丸の内一丁目1番2號 日本鋼管株式會社內 2. 同1 3. 同1 4. 同1
三、申請人	姓名 (名稱) (中文)	1. 日本鋼管股份有限公司
	姓名 (名稱) (英文)	1. 日本鋼管株式會社
	國籍	1. 日本
	住、居所 (事務所)	1. 日本國東京都千代田區丸の内一丁目1番2號
	代表人 姓名 (中文)	1. 下垣內洋一
	代表人 姓名 (英文)	1.
		

463043

申請日期：

案號：

類別：

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、
發明名稱

中 文

英 文

二、
發明人姓 名
(中文)5. 驚見郁宏
6. 川畑涼姓 名
(英文)5.
6.

國 籍

5. 日本 6. 日本

住、居所

5. 同1
6. 同1三、
申請人姓 名
(名稱)
(中文)姓 名
(名稱)
(英文)

國 籍

住、居所
(事務所)代表人
姓 名
(中文)代表人
姓 名
(英文)

本案已向

國(地區)申請專利	申請日期	案號	主張優先權
日本 JP	1999/03/24	11-079632	無
日本 JP	2000/03/24	2000-085350	有

有關微生物已寄存於

寄存日期

寄存號碼

無



五、發明說明 (1)

【技術領域】

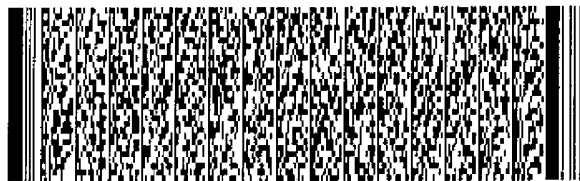
本發明是關於熔化金屬成分元素的快速分析的方法及其裝置。

【技術背景】

為了控制金屬的冶精煉過程，對熔化金屬之在生產線上分析的要求很強烈。但是，由於熔化金屬之測定與分析的環境處於高溫 and 粉塵等惡劣條件，為了解決這樣惡劣環境下的工程上的課題，因此在生產線上分析的實用化幾乎未能實現。

通常，作為進行金屬組成分析的可靠性較高的分析方法，是對於用酸等分解金屬形成溶液的試樣，採用原子吸收光度法進行分析，這是大家所熟知的。有的提案試圖將本質上高精度的分析方法即原子吸收光度法用於熔化金屬之直接分析，例如日本專利特開平09-049795號公報記載的熔化金屬之直接分析方法及其裝置、以及日本專利特開平09-500725號公報記載的熔化金屬之直接化學分析方法等曾經提出過此類提案。所提出的這些技術，是在熔化金屬之表面上的金屬蒸氣層照射特定波長（原子吸收波長）的光，測定蒸氣層吸收光的吸收率，求出熔化金屬中成分元素的含量。

但是，上述文獻記載的採用原子吸收光度法對熔化金屬之蒸氣進行分析的方法，由於金屬蒸氣量不能控制，因此表現出測定含量範圍較窄的原子吸收光度法的缺點。現將該問題說明如下。



五、發明說明 (2)

關於原子吸收光度法的測定原理，是根據下列公式(1)的原子吸收現象，求出試樣中分析元素的含量或者濃度。

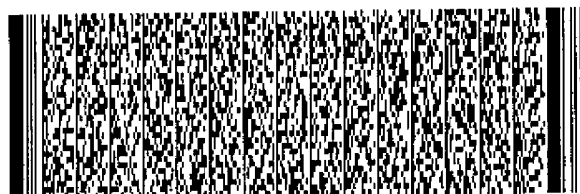
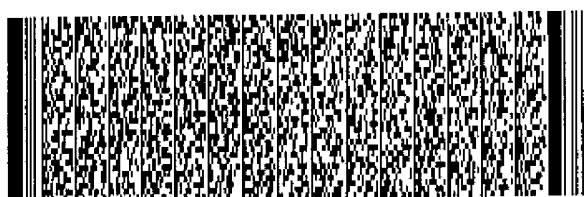
$$A = \mu CL \dots\dots\dots (1)$$

(式中，A：吸收光的強度變化 ($= -\log(I/I_0)$)、 $(1/I_0)$ ；光強度比I：吸光後光強度； I_0 ：吸光前光強度； μ ：吸光係數 (固有波長)；C：分析元素的含量或濃度；L：蒸氣層長度)。

從上述公式(1)可以看出，光強度比 (I/I_0) 伴隨分析元素含量或濃度C的增加而急劇下降。當光強度比 (I/I_0) 過小時，則出現由於受吸收光以外的光的影響並顯示出測定裝置的測定值的不穩定性，其結果，使濃度的測定變得困難。故該分析元素的量或濃度C存在分析的上限。

為了擴大分析測定的量或濃度，根據公式(1)，降低 μ 、C、L各項參數中一個或幾個參數。例如，在熔化原子吸收光度法中稀釋試樣溶液降低元素量或濃度C，或者將原子化部 (燒嘴) 的光軸角度加以改變，縮短蒸氣層的長度L，可以使測定濃度的範圍擴大。

但是，對於熔煉中熔化金屬之測定，生成的蒸氣層的濃度C，由冶煉條件和熔化金屬中的含量確定，因此不能控制。所以，為了擴大測定濃度範圍，必須將蒸氣層長度L或吸光係數 μ 變小才行。但是，為了將蒸氣層的厚度穩定地變成適宜的薄層在工程上是一項很大的課題，因此把蒸氣層的長度L變小確實很難。另外，為了減小吸光係數



五、發明說明 (3)

μ ，對具有測定濃度範圍的的 μ 的吸收光並不是有限的，所以很難。例如對Mn（錳）的原子吸收光，只存在吸光係數 μ 大的279nm波長的光線和吸光係數 μ 小的403nm波長光線。Mn的濃度測定，即使採用吸光係數 μ 小的403nm的吸收光，在熔鋼溫度為1600℃時蒸氣層中Mn的濃度C很高，雖然蒸氣層L為很短（1mm左右），蒸氣層的吸光強度仍然很強。為此，對於濃度為0.1%Mn，上述的光強度比為1%以下，而不能測定0.1%以上的Mn含量。

對上述日本專利特開平9-500725記載的熔化金屬表面調整焦點的方法，在實際流動的熔化金屬面上的實用化是困難的。熔化金屬表面如果是靜止面，顯示出鏡面的行為，投射光的反射可以達到設計上的反射位置，可以獲得充分的反射強度。但是，在表面產生搖動波的狀態下，其反射方向返回到設計的反射位置是間歇式的。而且，反射強度與靜止面時相比非常小。這是由於反射面並不是平行面而是曲面、反射角沿著曲率擴大使測定位置的照度（光強度的密度）變小的緣故。如果能製作靜止面，則這類問題不會產生，但在冶煉過程中製作靜止面非常困難。即使使用光照射的感測器，由於感測器內使用惰性氣體，Ar或N₂氣處於流動狀態，導致熔化金屬表面波動，故製作不出靜止面。

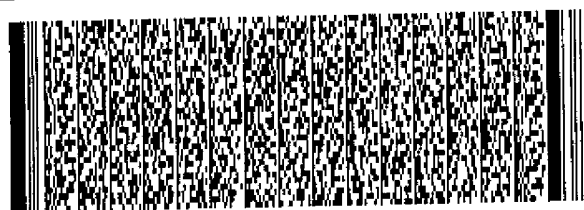
在熔化金屬表面，由於出現熔化金屬之流動、蒸氣層的熱對流、發生粉塵等的影響，要想始終將蒸氣層厚度保持一定是非常困難的，在測定過程中蒸氣層的厚度會發生波

五、發明說明 (4)

動，因此需要對此進行修正。

此外，通常的熔化金屬處於高溫狀態（例如熔鋼溫度約為 1600°C ），所以熔化金屬本身也會發出輻射光。該輻射光是從紫外線到紅外線的連續光，當然包括原子吸收光測定的波長的光在內，所以熔化金屬表面的光時時刻刻都在變化。因此，採用日本專利特開平9-500725記載的方法，實際上所測定的光量等於原子吸光後的光量與同一波長輻射光的光量之和，而不能測定出真正的原子吸光後的光量。此時，輻射光在熔煉過程中一旦發生波動，從表面看，就會錯誤地認為原子吸光後的光量在發生變化。

另一方面，在熔化金屬之上部產生的各元素蒸氣量，與該元素在熔化金屬中的濃度（活性量）和蒸氣壓力成正比例。由於飽和蒸氣壓是溫度的函數，熔化金屬之溫度如果是一定的，則根據原子吸收光度法求得的資訊（=蒸氣量）可以求出熔化金屬中該元素的濃度。日本專利特開平9-500725記載的方法，是將熔化金屬溫度保持在恒定狀態下進行測定。但是，在需要測定濃度的冶煉作業，通常熔化金屬之溫度是變化的，在煉鋼過程中溫度波動範圍高達 100°C 以上。伴隨熔化金屬溫度的波動，蒸氣量也發生變化。例如，從 1600°C 的熔鋼產生的Mn蒸氣量，溫度每變化 5°C ，則變化4%左右。因此，為了高精度進行分析，應該以 5°C 以下的精度測定熔化金屬之溫度，對蒸氣量的測定值進行修正。為了高精度地測定高溫溫度，最好使用鉑-銻熱電偶，但是溫度測定位置需要在雷射照射面的下部，



五、發明說明 (5)

使用熱電偶困難。尤其是為了控制氣氛等，在使用感測器的狀態下，將測定位置固定在雷射照射的下部更加困難。

日本專利特開平9-500725記載的方法，是用單色光譜儀或多色光譜儀受光後進行分光，測定光的強度。但是，該法在分光時，由於使用狹縫等產生光量的衰減，故出現測定精度不夠的問題。

【發明之揭示】

本發明的目的在於提供可以擴大測定濃度範圍的熔化金屬之分析方法。

本發明是使雷射通過熔化金屬之蒸氣時，根據穿過該蒸氣層的雷射強度的變化測定熔化金屬中含有的分析元素的濃度的熔化金屬之分析方法，可以提供該雷射從分析元素吸收波長的中心位置偏離0.001nm乃至0.03nm的位置調整波長為特徵的方法。

根據本發明可以提供以下的熔化金屬之分析方法，即：對含有一種或多種分析元素的熔化金屬表面附近的蒸氣層，根據被分析元素的測定濃度範圍，於該分析元素吸收波長的中心位置的偏離位置，使具有波長中心位置的測定光與不產生原子吸光的波長的標準光在同一光路重疊通過，測定通過光的測定光成分的強度和標準光成分的強度，從測定光成分和標準光成分的強度比、蒸氣層厚度、以及熔化金屬溫度之間已知的關係測定熔化金屬中分析元素的濃度為特徵的熔化金屬分析方法。

在本發明中，上述測定光的中心波長的偏離量，以測定



五、發明說明 (6)

濃度範圍最大值的吸光度 ($= -\log (\text{吸光後光強度} / \text{沒吸光時的光強度})$) 為2.5以下的值，設定在分析元素的原子吸光的波長半幅值2倍的以下的值比較適宜。

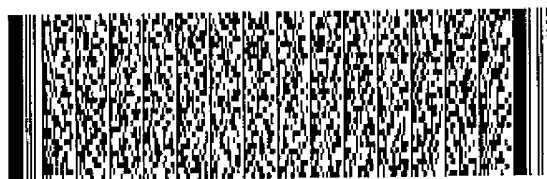
在本發明中，假定分析元素的原子吸光的波長半幅值為X、上述測定光的中心波長偏離量為Y，上述測定光的波長半幅值Z，最好能滿足 $Z < (2X - Y)$ 的關係。

在本發明中，最好是根據吸光的靈敏度，使波長的中心位置從熔化金屬之主成分元素的原子吸光的中心位置偏離的測定光、偏離上述分析元素用的波長中心位置的測定光、不產生上述原子吸收光的波長的標準光，在同一光路重疊，使其通過熔化金屬表面的蒸氣層，測定通過光的兩測定光成分的強度和標準光成分的強度，根據對應通過光的主成分元素的測定光成分與標準光成分的強度比、對應分析元素的測定光成分與標準光成分的強度比的已知的關係，修正蒸氣層的厚度。

關於本發明中，在分析中監視測定光的波長，測定原子吸光的中心位置與測定光波長的中心位置之間的偏離量，最好是根據測定的偏離量修正蒸氣通過光的測定光成分的吸光靈敏度。

在本發明中，最好是使用遮光器對測定光和標準光進行通過/截止，在截止時的光強度作為熔化金屬之輻射光強度，修正背底。

在本發明中，將測定光和標準光照射到熔化金屬表面，使其反射，通過蒸氣層後測定反射光的強度為佳。



五、發明說明 (7)

在本發明中，將測定光和標準光照射到熔化金屬表面的 $\phi 5\text{mm}$ 以上的區域為佳。

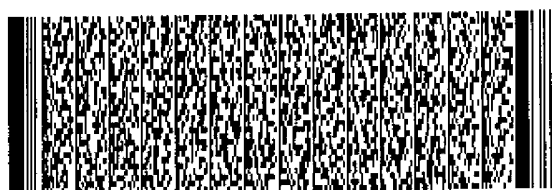
在本發明中，將標準光的反射強度為門檻值以上的場合的資料用於濃度測定為佳。

在本發明中，最好是用光導纖維接受反射光，對接受的反射光，通過波長包括分析元素在內的原子吸光波長，使其通過可通過波幅為 5nm 以下的帶通濾波器，選擇波長，測定通過帶通濾波器後的全光量。

在本發明中，照射的測定光和標準光是雷射，調整照射光的強度，最好是使反射光通過帶通濾波器後的測定光和標準光的強度，是通過該帶通濾波器波長區的熔化金屬之輻射光強度的10倍以上。

在本發明中，最好是熔化金屬之主成分元素是鐵，分析元素是Mn。

按照本發明，可以提供裝設有以下手段為特徵的熔化金屬分析裝置，即裝設有使用發射出的雷射波長和半幅值及其強度可變的許多個雷射光源、檢測該雷射的波長及強度的手段、從該許多個雷射光源發射出的波長不同的許多個雷射被重疊於同一光路的光學系統、使重疊於該同一光路的雷射以一定的週期通過和截止的遮光器、端部設置於熔化金屬附近使重疊於同一光路的雷射導入熔化金屬附近的光導纖維、從光導纖維放出的光能照射熔化金屬表面 $\phi 5\text{mm}$ 以上範圍的光學系統、受光部設置於熔化金屬附近並接受熔化金屬表面的反射光導入光檢測部的一個或許多個



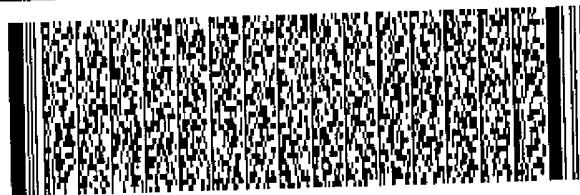
五、發明說明 (8)

受光用光導纖維、由受光用光導纖維導出的反射光被分離成包括各自雷射波長的波長區的高通濾波器和/或低通濾波器、通過高通濾波器和/或低通濾波器以後的反射光被分離成包括各自的雷射波長的狹窄波長區的帶通濾波器、通過帶通濾波器後的全光量測定用的光檢測器、測定熔化金屬溫度的手段、以及運算測定結果的運算裝置為特徵的熔化金屬分析裝置。

【發明之最佳實施形態】

本發明的分析方法，包括使雷射通過熔化金屬蒸氣層的作業、求出通過該蒸氣層產生的雷射強度變化的作業、以及根據強度變化測定熔化金屬中包括的分析元素的濃度的作業。

對於使用的雷射，調整雷射的波長，使其從分析元素的吸收波長的中心區偏離0.001乃至0.03nm的位置。將該雷射導入熔化金屬表面附近，使其通過熔化金屬蒸氣層，測定通過的雷射的強度變化。首先求出強度變化量與金屬中的成分元素的濃度（例如單位為wt%）的關係式，用該關係式根據測定強度的變化量求出分析元素的濃度。關於強度變化的測定，通過比較通過雷射前後的強度也可以，製作校準線後只測定通過後的雷射強度也可以。強度變化量，通過測定強度求出也可以，通過對蒸氣層非常薄的可以忽略的狀態與蒸氣層存在的狀態進行比較也可以，與進入同一光學系統的沒產生吸收光的狀態進行比較也可以。比較值可以是直接比較數值，也可以是以對數表示。



五、發明說明 (9)

分析元素的吸光譜線，受吸收物質的溫度的影響，對於光的波長有一定的波幅。即，吸光強度的變化在吸光中心波長最大，隨著偏離吸光中心波長位置的偏離量的增加吸光強度變化減小。即，測定用雷射波長位置偏離吸光中心波長時，可以減小因分析元素吸光引起的強度變化。

將測定用雷射波長位置發生偏離時透過光（檢測）對入射光的變化實例示於圖1。從該圖可以看出，當使雷射的波長位置與原子吸光波長的中心位置一致時，幾乎不存在透射光，故不能進行光的檢測，只有當波長偏離時才能通過透射光進行檢測。

波長的偏離量根據分析元素（檢測物件元素）的濃度、原子吸光的種類進行調整。於測定濃度範圍的最大值的吸光度（ $= -\log(\text{吸光後強度} / \text{沒有吸光時的光強度})$ ）高達2.5時高濃度側的靈敏度下降，很難進行準確的分析。因此需要設定偏離量，使測定濃度範圍的最大值的吸光度在2.5以下，比較好的測定濃度範圍的最大值的吸光度應該在2.0以下。這樣，吸光度隨濃度的變化，在測定濃度範圍內可以成直線關係。當偏離量過大時，不容易產生吸光，因此偏離量的上限設定在原子吸光波長的半幅值的2倍以下。最好是設定偏離量的上限，使測定濃度範圍的最大值的吸光度在0.5以上。這是由於如果吸光度不足0.5則測定濃度全範圍的靈敏度不夠的緣故。

採用上述手法，用原子吸光光度法可以使測定的元素濃度範圍擴大。正確地控制雷射的波長使其偏離分析元素的



五、發明說明 (10)

中心波長，可以根據分析元素的濃度設定適宜的吸光所引起的強度變化。

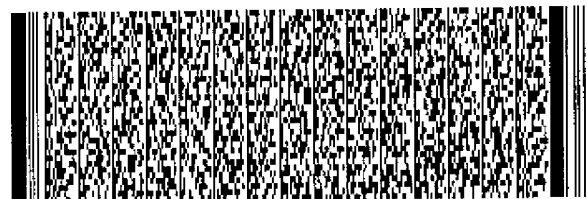
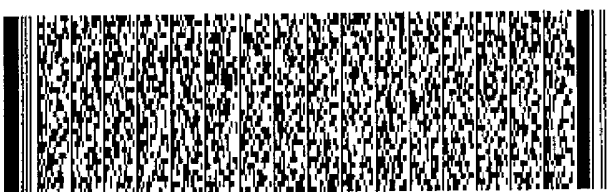
作為可以做該種測定的光源，用光譜儀對連續光進行分光，取出目的波長的光，也可以將取出的光作為光源。但是，從光的強度考慮，使用雷射較為適宜。尤其是振盪波長的位置可任意調整的所謂波長可調雷射更為合適。

但是，並非所有的波長可調雷射都適用，要求輸出光的波幅要小。如果波幅大，偏離吸光幅的比例增加。即，沒被吸收的光（光測定背底的光）增多，因此，隨著元素濃度變化其光強度的變化減小，導致測定精度下降。

通過對測定光的輸出光（光源光）的波幅進行下述規定，可以限制沒被吸收光的比例，保持良好的測定精度。即，以構成高溫熔化金屬之分析元素的原子吸光波長的半幅值為 X 、以測定光的中心波長偏離該原子吸光中心位置的偏離量為 Y ，則測定光的中心波長半幅值 Z ，最好是滿足 $Z < (2X - Y)$ 的關係式。

參照圖2進行說明。當把分析元素的吸光譜線的波長分佈當作是高斯分佈時，其擴展的指標的標準偏差 σ 與半幅值 X 的關係為 $X = 2.35\sigma$ 。通常，高斯分佈的中心強度為1，偏離中心區2倍的半幅值（ $2X = 4.7\sigma$ ）的位置的強度為 10^{-5} 。即，該波長位置之吸光度，相對於中心波長之吸光度呈 10^{-5} ，當試樣濃度高、在中心波長的吸光度為100以上時，該波長位置可以看作是幾乎沒有吸光的波長區。

另一方面，偏離分析元素的原子吸光的中心位置為 Y 的部



五、發明說明 (11)

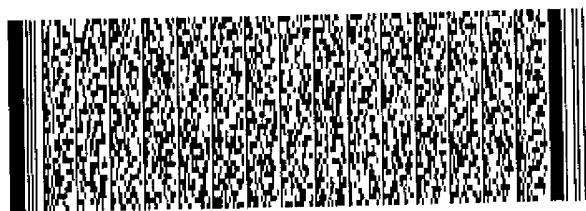
位，可以看作具有中心波長的半幅值 Z 、標準偏差 σ 的分散的高斯分佈。從偏離中心波長 Y 進一步偏離半幅值($Z=2.35\sigma$)以上的波長位置($X+Y$)測定光量，減少1%，這種程度的光沒被分析元素所吸收而殘留下來，產生的影響很小。

因此，作為測定光的半幅（波長幅）值，從測定光的中心波長 Y 起偏離半幅值（ $Z=2.35\sigma$ ）的波長位置（ $Y+Z$ ）在離開吸光譜線的中心2倍於半幅值的波長位置（ $2X$ ）的內側為好，可以認為，這一偏離量不會被吸收，殘留光的影響較小。即 $Y+Z < 2X$ 。因此導出 $Z < 2X - Y$ 。

這一測定光與不產生原子吸光的波長的標準光，根據波長的特性採用反射或者透射的光學濾波器使其重疊於同一光路，通過高溫的熔化金屬表面的蒸氣層。

在熔化金屬之表面，不僅是蒸氣層吸光，就連發生的粉塵等也能使光的強度衰減，因此，為了修正這一影響，有必要使用不產生原子吸光的標準光。作為標準光，最好是不被蒸氣層吸收的光，而是接近測定波長的光。

通過蒸氣層的光的測定光的成分與標準光成分的光強度，根據波長的特性採用反射或者透射的光學濾波器進行分光檢測。根據獲得的各種波長的光強度求出標準光強度比（ R ：測定光強度/標準光強度），然後求出沒有蒸氣層或蒸氣層很薄因此可以忽略的狀態下的強度比的變化量（ R/R_0 ）。此時，強度比變化量的倒數的對數（ $= -\log(R/R_0)$ ）被定義為吸光度（ A ）。該吸光度可由熔化金屬中的分析元素（測定成分）的濃度、熔化金屬之溫度以



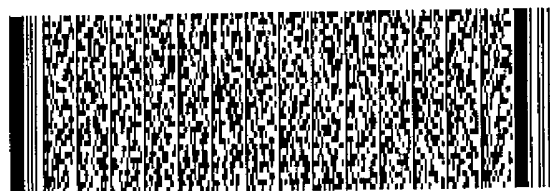
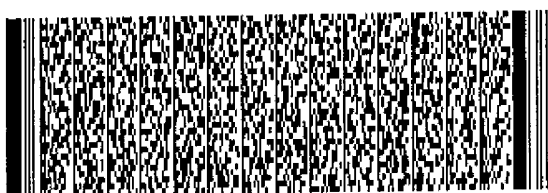
五、發明說明 (12)

及蒸氣層的厚度的函數表示。因此，通過對熔化金屬之溫度以及蒸氣層的厚度的修正，可以求出熔化金屬中分析元素的濃度。

首先說明蒸氣層厚度的修正方法。為了測定熔化金屬中主成分元素的測定光，與分析元素用的測定光、標準光作為同一光路通過高溫的熔化金屬表面的蒸氣層。通過蒸氣層的光用光學濾波器分光，檢測出主成分元素測定光、分析元素測定光及標準光等各種光的強度。根據所獲得的各種光強度，求出主成分元素的標準光強度比 (R_{IS}) 及分析元素的標準光強度比 (R)，在沒有蒸氣層或蒸氣層非常薄且可以忽略的狀態下分別求出各個強度比 (R_{IS0} 、 $R0$) 的變化量。然後，對主成分元素也求出與分析元素同樣的強度比的變化量的倒數的對數 ($= -\log (R_{IS}/R_{IS0})$)，作為主成分元素的吸光度 (A_{IS})。

關於蒸氣層的厚度修正，可以將分析元素的吸光度 (A) 與主成分的吸光度 (A_{IS}) 的比 (A/A_{IS}) 作為分析元素的蒸氣層厚度修正後的吸光度。關於主成分元素及分析元素，其吸光現象的上述公式 (1) 成立。因此，通過得到該2元素的吸光度之比，蒸氣層厚度 (長度) L 變數項不再存在，可以用分析元素濃度的函數表示。

對熔化金屬之主成分元素的測定光的波長的中心位置，根據該主成分元素的原子吸光的吸光靈敏度，可望從該主成分元素的原子吸光的中心位置偏移。其理由在於：測定光的波長中心位置與原子吸光的中心位置如果相同，當吸

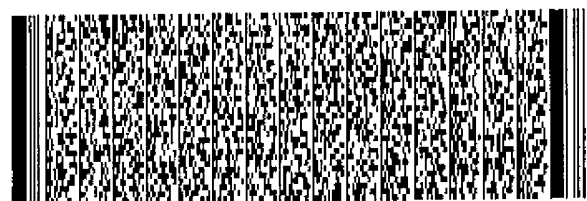


五、發明說明 (13)

光靈敏度高時，信號變小，因此信噪比 (S/N) 變差。後文將要介紹，在測定中監視測定光的波長，一邊修正該波長變化引起的吸光度的變化，一邊進行測定，使測定精度更加提高。

其次，說明熔化金屬之溫度修正方法。熔化金屬表面產生的各種元素的蒸氣量與其該元素在熔化金屬中的濃度（活性量）和蒸氣壓（飽和蒸氣壓）成正比例。飽和蒸氣壓可用熔化金屬之溫度函數表示。因此，以熔化金屬標準溫度 T_0 °C 下的分析元素的飽和蒸氣壓 (P_0) 及主成分元素的飽和蒸氣壓 (P_{is0}) 為標準，求出測定時的溫度 T °C 的各個飽和蒸氣壓 ($P(T)$ 、 $P_{is}(T)$) 之比 ($P_0/P(T)$ 、 $P_{is0}/P_{is}(T)$)，用於校正上述吸光度 (A 及 A_{is})。各溫度的飽和蒸氣壓的變化參考文獻值也可以。

此時，作為波長可變雷射，輸出光的波幅非常小，可正確地設定波長的中心位置，並要求波長位置不隨時間變化。吸光靈敏度與光源光的波長位置呈函數關係，所以上述的波長位置不隨時間變化當然是最好的，但是，雷射的設置環境（尤其是溫度變化）如果想嚴格地管理，使構成雷射的各部件不發生波動等的控制是很難的，現實情況也很難達到。作為對策，事先改變波長位置，求出吸光靈敏度與波長的關係，在氣體的在線檢測時一邊監視發出的雷射波長，一邊測定吸光量，在線修正因波長位置的變化而引起的吸光靈敏度的變化，求出氣體中的成分量，由此可以實現現實情況下的氣體中成分的在生產線上分析。



五、發明說明 (14)

圖3表示為實施本發明實施形態的裝置結構的一例。

在圖3中，從雷射源1發出的雷射通過光學系統2照射到熔化金屬3的表面的金屬蒸氣層4。通過金屬蒸氣層4的雷射再通過光學系統5導入檢測器6測定光的強度。

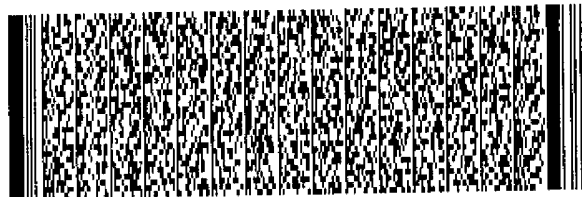
作為光學系統2和5，最好是使用光導纖維，這樣，雷射源1及光檢測器6等可以與熔化金屬表面隔離開進行配置。

雷射源1是將波長可以任意設定的波長可調雷射，分析元素的吸收波長的中心位置在文獻中都有記載，因此在偏離中心位置 $0.001\text{nm} \sim 0.03\text{nm}$ 處設定發光波長。

波長的最佳偏離量可用下述方法求得。首先考察吸光強度變化隨波長的依存關係，即，製作測定系統後，改變雷射波長，對熔化金屬3的目標濃度測定數點，然後，找到金屬蒸氣4吸光後的雷射強度為最佳狀態的雷射波長的位置。並且，用通常的原子吸光分析裝置以熔化試樣進行原子吸光分析時，作為光源使用該分析系統的雷射，事先考察了吸光強度的變化與波長的依存性。其次，對於分析元素濃度較小的熔化金屬3，進行了分析元素的吸收波長的中心位置的測定，求出該中心位置的測定極限。然後，根據事先進行的吸光強度的變化與波長的依存性的考察結果，求出測定濃度範圍適宜的波長。

吸光的強度變化伴隨發光波長的半幅值而變化，因此不僅是改變波長的偏離量，改變波幅也可以使靈敏度調整到適宜程度。

雷射只是測定元素的吸光測定波長的光也可以，包含有



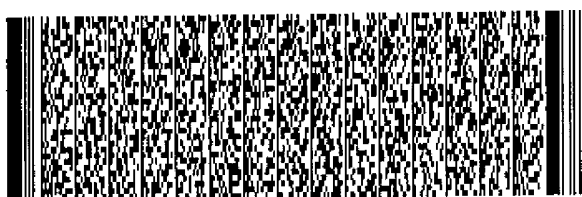
五、發明說明 (15)

其他分析元素的吸收波長及分析元素不能吸收的標準光等也可以。通過這些光的同時照射，可以逐一測定各分析元素的光強度。

為了使蒸氣層4穩定，在感測器內配設光學系統2及5、在感測器內充入惰性氣體也可以。

在光檢測器6的前面，設置光譜儀或帶通濾波器也可以，這樣，只測定目的波長的光強度，可以減低熔化金屬3的熱輻射光和照明引起的不利影響。

為了使熔化金屬3的表面起著雷射反射鏡的作用，配置光學系統2及5也可以。即，從光學系統發出的雷射通過表面附近層在熔化金屬3的表面反射後進入光學系統5也可以。圖4表示熔化金屬3的表面作為雷射的反射鏡使用時光學系統配置的一例。在圖4中，雷射光源1a、（分析元素測定用）、1b（主成分元素測定用）以及1c（標準光用）發出的雷射，用聚光光學系統7內的光學濾波器（高通濾波器）8a~8c使其成為同一光路的光。從光導纖維11a的端部發出的光20，通過照射光學系統22後，穿過蒸氣層4照射到熔化金屬表面3上。熔化金屬表面3反射出的光21再次穿過蒸氣層4後，通過受光用光導纖維傳送出去。受光用光導纖維11b發出的光通過透鏡12後變成平行光，通過光學濾波器13a和13b（高通濾波器）分成各種不同波長的雷射後通過帶通濾波器14a和14b導入光檢測器6a和6b，測定其強度。被測定各種波長的強度，連同熔化金屬之溫度感測器16發出的溫度資訊、對雷射源的雷射測定的波長測



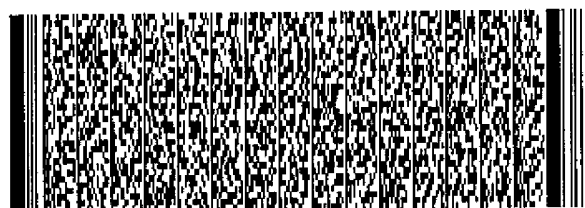
五、發明說明 (16)

定器19發出的雷射波長資訊、以及光束取樣器17與光檢測器18測定的雷射光源的雷射輸出功率資訊一起輸送到運算裝置(電腦)15。

根據上述資訊，用運算裝置對雷射功率的波動、雷射輸出波長的波動、蒸氣層厚度的波動以及溫度等參數進行校正，可以求出熔化金屬中分析元素的濃度。

當熔化金屬表面振動形成波紋時，其波紋是隨機性的，波動方向也是隨機性的，而且波面的曲率也時時刻刻在變化。當照射到這樣的熔化金屬表面上某一點時，熔化金屬表面的特定點發出的反射光有時達不到受光部，但是稍微離開該特定點的部位產生的波面的變化也同樣是隨機性的，因此，這一部位發出的反射光達不到受光部的機率則很小。因此，增加反射點數可使反射光到達受光部的期望值增加。即，對熔化金屬表面的雷射照射，不是採用日本專利特開平9-500725號公報記載的在熔化面上聚焦的方式，相反使被照射部分的面積增大以增加反射光到達受光部的機會。

由於熔化金屬面的搖動使表面產生的波紋的曲率半徑，多數情況下在1~2mm左右。搖動傳播使表面產生複雜的凹凸狀態。當注意到凸部時發現，光照射到凸部時如果接受凸部某一點的反射光，則接受不到靠近該點以外部位發出的反射光。為了獲得更多的受光次數，作為必須條件需要在其他的凹凸部位照射雷射，使其能接受從凹凸部位發出的反射光。作為這類的凹凸部位，至少在關注的凸部前後



五、發明說明 (17)

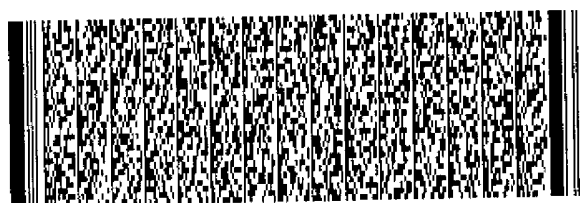
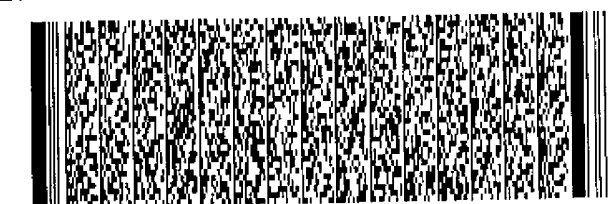
取與凸部相同的寬度，在該寬度範圍照射光可以增加受光次數。

凸部代表性的寬度尺寸為1~2mm，因此在其前後取同樣寬度以上的區域進行照射，在實際操作中雷射的照射區為 $\phi 5\text{mm}$ 以上。通過規定照射面積，對測定極其有利。

由於反射效率不是一定的，因此測定光的受光量變化（減少）很難判斷究竟是因為吸光的原因或是因振盪引起反射率的變化的原因。這裏，通過同時照射和測定比較用光和測定光，對反射率的變化部分進行補償，在測定中是必要的。所謂比較用光，是指反射效率的變化與測定光在任何微小的時間都相等、光路和照射面積都相同的比較用的光而言。

關於受光強度的測定方法，分割成微小的時間測定光的強度，通過濃度測定上只使用反射光強度在門檻值以上時的信號，提高測定精度。反射光的強度，對於低信號幾乎都是輻射光，不能正確地測定吸光量。因此，通過濃度測定上只使用反射光（特別是標準光的反射光）強度在門檻值以上時的信號，可以改善S/N，提高分析精度。

上述熔化金屬本身發出的輻射光，可按如下手續從測定光中分離。即，在一定的週期內，遮斷雷射照射，測定遮斷時的輻射光強度（ I_f ），將雷射照射時的測定光強度（ I_r ）與遮斷時輻射光強度（ I_f ）之差（ $I_r - I_f$ ）作為雷射反射光的強度。根據這樣測定的反射光的強度可以正確地測定原子吸光強度。



五、發明說明 (18)

當輻射光隨時間變化時，以一定的週期遮斷雷射的照射，按以下方式測定遮斷時的輻射光，考慮輻射光隨時間的變化。即，根據雷射照射時的輻射光強度 (I_r) 以及在此前後雷射遮斷時的輻射光強度 (I_{f1} 、 I_{f2}) 計算的雷射遮斷時的輻射光強度 ($= (I_{f1} + I_{f2}) / 2$)，求出光強度之差 ($I_r - (I_{f1} + I_{f2}) / 2$)。將該光強度之差作為雷射反射光的強度，測定原子吸光強度。這樣，即可正確地修正輻射光。

遮斷雷射照射的週期，應該在1乃至1000Hz的範圍內。

為了測定熔化金屬發出的輻射光並以一定的週期遮斷雷射，在雷射照射熔化金屬表面之前使其通過旋轉式遮斷機（以下稱遮光器）。雷射的照射和遮斷交互進行，在照射時測定雷射反射光與輻射光之和，在遮斷時只測定輻射光。這樣，可以較為容易地測定真正的雷射反射光。此時，雷射的遮斷時間應該比光的測定時間長一些。例如，如果光的測定週期時間為0.002s時，雷射遮斷時間為0.02s，雷射照射時間為0.08s（週期0.1s）較為適宜。不一定要求遮斷時間與照射時間一致，在遮斷中可以充分地進行包括輻射光波動在內的測定時，為了提高雷射反射光的測定精度，希望照射時間長一些。這樣，在對熔化金屬之光進行分光的分光測光部，只要設置簡單的帶通濾波器和光電倍增管就可以準確地測定輻射光。

熔化金屬之輻射光是連續光，作為簡便的測定方法，把反射光和輻射光合計的光用光譜儀分光，通過測定入射的

五、發明說明 (19)

雷射波長及其附近的波長的輻射光，推測與雷射相同波長的輻射光也可以。

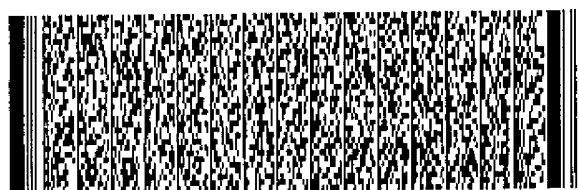
例如，首先求出紅外線等的特定波長的輻射光與反射測定光的輻射光的關係，通過測定該特定波長的輻射光，推測與雷射相同波長的輻射光。

作為反射光的檢測方法，例如使用單色光譜儀或多色光譜儀對受光進行分光、測定光強度的方法。但是，使用該方法進行分光時，由於狹縫等使光量衰減，導致測定靈敏度不夠。使接受的光，通過波長包括反射光波長、波幅為5nm以下的帶通濾波器，選擇波長後，檢測出全光量信

號。例如，配置直徑 $\phi 1\text{mm}$ 受光用光導纖維，接受從熔化金屬表面發出的反射光，從光導纖維的另一端出來的光通過透鏡變成平行光，通過測定波長為中心波長的帶通濾波器後將全光量導入光電倍增管，測定光的強度。這樣，可以提高測定靈敏度。此時包括帶通濾波器的半幅值內測定的波長，並且希望其半幅值儘量小一些。

經過熔化金屬元素的原子吸光後的光、主成分元素的原子吸收後的光、標準光等多種反射測定光在同一光路時，對 45° 角入射的光，特定波長範圍的光發生反射、其他的特定波長範圍的光用透光的光學濾波器對雷射分光，穿過測定波長為中心波長的帶通濾波器後，導入光電倍增管，測定強度也可以。

熔化金屬處於高溫時，輻射光增大，很難檢測熔化金屬表面發出的輻射光。這裏，調整照射光的強度，使檢測的



五、發明說明 (20)

反射光的強度達到輻射光的10倍以上。特別是蒸氣層吸收波長的反射光，由於吸光使反射光的強度減小，因此沒被吸光時的反射光強度，希望通過調整入射光強度使其達到輻射光的100倍以上。

當輻射光較強時，反射光與輻射光之比變小，反射光的測定精度變差，因此為了不檢測出熔化金屬發出的輻射光，希望遮蔽部分熔化金屬之表面。

關於熔化金屬之溫度變化，其修正的必要性及修正方法與上述相同。熔化金屬之溫度測定，預先求出特定波長的輻射光強度與熔化金屬之溫度之間的關係式，由特定波長輻射光的強度的測定值計算也可以。此外，不用特定波長的輻射光強度，而是使用特定的2各波長的輻射光的強度比也可以。輻射光強度設置另外的測定裝置進行測定也可以，由遮光器遮斷測定光時使用測定的光量求出也可以。

本發明的方法是諸如主成分為鐵、分析元素為Mn（錳）等的熔鋼等系統的測定方法。傳統的原子吸收光度法，對熔鋼中Mn的含量達到0.2wt%以上時因吸光飽和而不能測定，但使用本發明的方法時，即使熔鋼中Mn含量高達2wt%也能測定。

現在說明關於本發明的熔化金屬分析裝置。圖4表示裝置的一例。在圖4中，雷射光源1a、（分析元素測定用）、1b（主成分元素測定用）以及1c（標準光用）發出的雷射，通過聚光光學系統7內的光學濾波器（高通濾波器）8a~8c使其成為同一光路的光。雷射光源使用發出雷射

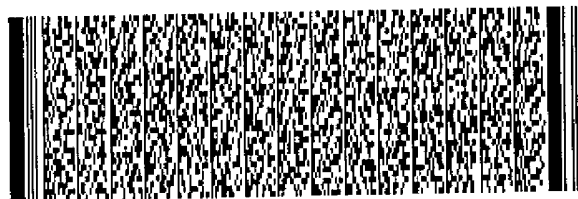


五、發明說明 (21)

波長和半幅值及強度可調的雷射光源。同一光路的光通過透鏡9導入光導纖維11a，傳送到熔化金屬3表面附近。為了測定熔化金屬之輻射光，將雷射導入光導纖維11a之前通過遮光器10。從光導纖維11a的端部發出光通過照射光學系統22，再穿過蒸氣層4照射到熔化金屬3的表面上。照射光學系統22具有調節機構，借助於安裝在透鏡上的透鏡位置調節器，調節光導纖維11a的端面與透鏡之間的距離，使雷射變成平行光或者發散光，照射到熔化金屬之表面上。熔化金屬3的表面上反射的光再次通過蒸氣層4，穿過受光用光導纖維11b被傳送出去。該光導纖維有一根即可，多根也可以。從受光用光導纖維11b發出的光通過透鏡12，變成平行光，通過分離波長區的光學濾波器13a、13b分成各自的雷射波長後，通過帶通濾波器14a~14c，導入測定全光量的光檢測器6a~6c，測定強度。被測定各種不同波長的強度，連同熔化金屬之溫度感測器16發出的溫度資訊、對雷射源的雷射測定的波長測定器19發出的雷射波長資訊、以及光束取樣器17與光檢測器18測定的雷射光源的雷射輸出功率資訊一起輸送到運算裝置（電腦）15。

根據上述資訊，用運算裝置對雷射功率的波動、雷射輸出波長的波動、蒸氣層厚度的波動以及溫度等參數進行校正，可以求出熔化金屬中分析元素的濃度。

用圖4所示的裝置，首先對雷射輸出功率、雷射輸出波長、蒸氣層厚度和溫度進行修正，通過求出分析元素的吸



五、發明說明 (22)

光度與熔化金屬中的分析元素濃度 (例如wt%) 的關係式 (校正線), 可以進行良好精度的分析。

(實施例1)

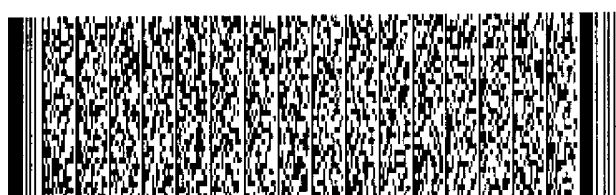
使用圖3所示的測定裝置, 測定熔化金屬3中的Mn含量。

熔化金屬3是採用高頻熔煉爐在炭坩堝內熔煉的5kg熔鋼。然後, 在熔鋼中添加Mn。使熔鋼中Mn含量控制在0~1wt%。Mn的測定是在熔鋼溫度1600℃下進行的。

測定用的波長可調的雷射是按照下述條件輸出的。即, 根據YAG雷射的第2高次諧波的振盪光(0.53nm)激發出Ti發射雷射, 得到波長連續的雷射。調整波長, 使該波長連續雷射的第2高次諧波振盪, 作為波長可調的雷射而輸出。振盪波長的調整, 是以Mn的原子吸光波長403.307nm為中心, 以0.001nm單位進行偏離。輸出雷射的能量為10mW, 波長半幅值為0.002nm。

作為光學系統, 使用了2根光導纖維(雷射入光用2和雷射受光用5)。雷射用光導纖維2的一端置於能夠會聚雷射光源1發出雷射的部位。入光用光導纖維2的另一端進入感測器, 每個感測器都放在靠近熔化金屬之表面附近。為了防止混入空氣引起的氧化, 在感測器內充滿了N₂氣。在感測器內, 入光用光導纖維2發出的光通過蒸氣層4後, 被送到受光用光導纖維5的一端。受光用光導纖維5的另一端安放在50cm艾伯特光譜儀的入射狹縫處。到達入射狹縫的光被光譜儀分光, 由發光二極體6測定強度。

使用上述系統, 偏離雷射的波長, 對於各個偏離量測定



五、發明說明 (23)

Mn 含量與吸光引起的強度變化的關係。將測定結果的實例示於圖5。從圖5可以看出，把雷射波長對在吸光波長的中心時，沒能夠測定出Mn含量為0.2wt%以上的吸光強度的變化。但是，將雷射波長從Mn的吸光波長的中心偏離0.05nm以上，即使Mn的含量提高到1wt%，也能充分測定吸光引起的強度變化。

這樣，根據本發明，通過控制雷射波長位置可以控制測定靈敏度，其結果，可以克服原子吸收光度法的測定範圍較窄的缺點，拓寬原子吸收光度法在熔化金屬分析中的通用範圍。

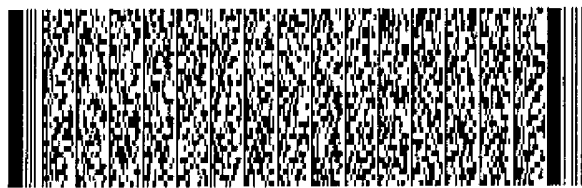
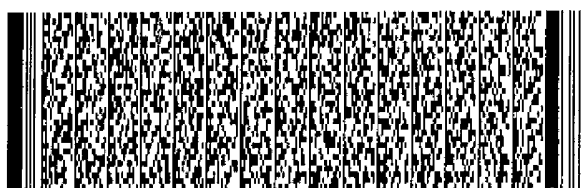
(實施例2)

使用圖4所示的測定裝置，測定熔化金屬中的Mn含量。

熔化金屬3是採用高頻熔煉爐在炭坩堝內熔煉的5kg熔鋼。然後，在熔鋼中添加Mn。使熔鋼中Mn含量控制在0~1.5wt%。Mn的測定是在熔鋼溫度1550℃~1650℃範圍內進行的。

按照圖4的裝置的分析元素測定用雷射光源1a，根據YAG雷射的第2高次諧波的振盪光(0.53nm)激發出Ti發射雷射，得到波長連續的雷射，對該波長連續的雷射的第2高次諧波調整波長，使用振盪的波長可調的雷射。振盪波長是從Mn的原子吸光波長中心(403.307nm)，調成偏離0.006nm的403.313nm。雷射的波長半幅值為0.002nm，輸出功率為10mW。

圖6表示用該雷射根據波長位置測定Mn的吸光靈敏度變



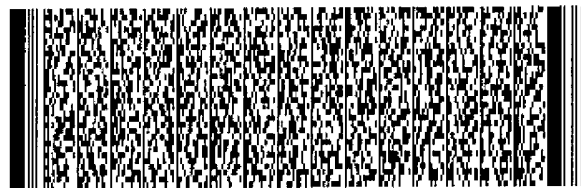
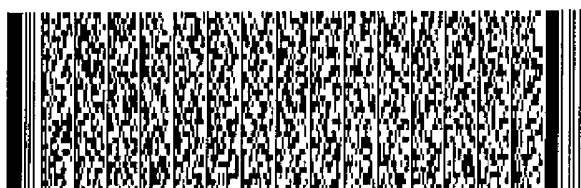
五、發明說明 (24)

化的結果例。從圖6可以看出，在Mn的原子吸收波長403.307nm處得到吸光靈敏度的峰值。

圖4裝置的主成分元素測定用雷射光源1b，使用上述波長可變雷射，將振盪波長調整到熔化金屬主成分的Fe的原子吸收波長中心(386nm)附近。雷射的輸出為10mW。

圖4的標準光用雷射光源1c，使用振盪波長430nm附近的藍色半導體雷射。

上述3種雷射呈90°角的位置關係佈置，在雷射的交叉點配置後文將要敘述的光學濾波器8a~8c，將其用於雷射照射用光學系統，3種雷射集於同一光路。即，從雷射光源1a產生的雷射由光學濾波器8a使其發生反射後，與雷射光源1b發出的雷射呈90°角交叉。該交叉點上，裝設對45°角入射的光能透過403nm(光源1a)的光、對386nm(光源1b)的光能反射的光學濾波器8b。這樣，可以使光源1a、1b發出的雷射會聚於同一光路。其次，從同一光路的光源1a、1b發出的雷射，與雷射光源1c發出的雷射交叉成90°角。在該交叉點上，設置能透過403nm(光源1a)的光和386nm(光源1b)的光以及使430nm(光源1c)的光能反射的光學濾波器8c。這樣，403nm(光源1a)、386nm(光源1b)的雷射和430nm(光源1c)的雷射可以作成同一光路狀態。將同一光路的3種雷射用會聚透鏡9聚光，導入0.3mm孔徑的光導纖維11a。導入光導纖維11a之前使雷射通入旋轉式遮光器10。光導纖維11a的反向側端面由端子固定，借助於微調透鏡22的位置的微調機構調整透鏡22

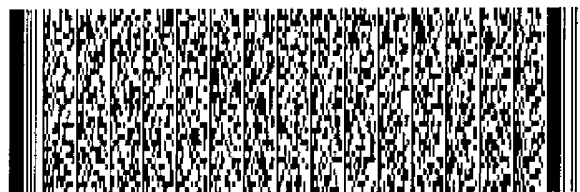
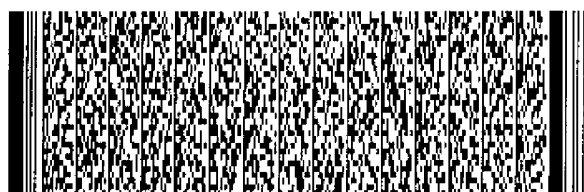


五、發明說明 (25)

與光導纖維11a端面的距離，把雷射變成平行光20後照射到熔鋼表面。照射到熔鋼表面上的照射直徑為 $\phi 5\text{mm}$ 。

作為受光光學系統，只使用了光導纖維11b，並使用了光學濾波器13a及13b的分光系統。即，在熔鋼表面附近安裝了直徑 $\phi 1\text{mm}$ 的受光用光導纖維11b，接受熔鋼表面的反射光21。從光導纖維11b的另一端發出的光由透鏡12變成平行光以後導入光學濾波器13a進行分光。光學濾波器13a，是對 45° 角入射光能透過 430nm （光源c）的光、並能對 403nm （光源1a）的光和 386nm （光源1b）的光能夠反射的濾波器。反射的雷射由光學濾波器13b再次分光。光學濾波器13b，是對 45° 角入射光能透過 403nm （光源1a）的光、並能對 386nm （光源1b）的光反射的濾波器。將這類分光的各種測定波長雷射，分別通過各波長為中心波的半幅值 2nm 的帶通濾波器14a、14c，導入光電倍增管6a～6c，以 2ms 的單位測定了光強度。以 2s 的間隔進行測定，收錄了1000個資料。

採用Pt-Rh熱電偶測定溫度。首先，用Pt-Rh熱電偶對鋼液表面正下方與測溫位置的關係進行了測定，並求出關係式。遮光器10的週期為 100s ，遮斷時間為 25ms ，照射時間為 75ms ，反復進行。如上所述，被遮光氣10遮斷時的光強度為輻射光強度。按照時間序列求出遮斷時輻射光強度的平均值，如上所述，測定反射光時的輻射光強度，可將反射光測定前後遮斷時的輻射光強度取其平均值而求得。從測定反射光時的測定值減去輻射光強度，可以求出真正的



五、發明說明 (26)

反射光的強度。分別求出標準光、測定用光的反射光強度。

圖7表示標準光、Mn測定用光由遮光器10遮斷光求出的反射光的一例。

關於吸光度的資料，按照強度順序排列標準光強度時達到50%以上的時間的資料定為有效資料。求出該時間內Mn測定光與標準光的平均值之間的強度比(R)與未通過銅液面接受雷射時Mn測定光與標準光的平均值之間的強度比(R0)之比(R/R0)，其倒數的對數($= -\log(R/R0)$)定為Mn的吸光度，對主成分元素Fe的吸光度，可用同樣方法求出。

熔化金屬3的溫度修正，使用蒸氣壓隨溫度變化的參考文獻值。以1600℃的蒸氣壓的Mn、Fe的吸光度的值為標準，進行修正。

關於蒸氣層4的厚度修正，計算Mn和Fe的吸光度比，將該吸光度比作為蒸氣層厚度4修正後的Mn吸光度。

將測定Mn吸光度(實際上是與Fe的吸光度之比)與熔鋼中Mn濃度的關係實例示於圖8。從圖8可以看出，根據本發明的實施形態，Mn吸光度與鋼液中Mn濃度之間具有良好的相關性，可以高精度地分析Mn的濃度。

本實施例的測定時間較短，因此雷射的輸出波長穩定，沒有發生變化。但是，在實際的長時間測定中，雷射的輸出波長是變化的。當雷射的輸出波長變化時，使用圖6所示的波長位置引起的吸光度變化例，修正吸光度，可以進



五、發明說明 (27)

行高精度的分析。

【元件編號之說明】

- 1：雷射光源
- 1a：雷射光源（測定分析元素用）
- 1b：雷射光源（測定主成分元素用）
- 1c：雷射光源（標準光用）
- 2、5：光學系統
- 3：熔化金屬
- 4：金屬蒸氣層
- 6a、6b、6c：光檢測器
- 7：聚光光學系統
- 8a、8b、8c：光學濾波器（高通濾波器）
- 9：會聚透鏡
- 10：遮光器
- 11a：照射用光導纖維
- 11b：受光用光導纖維
- 12：透鏡
- 13a、13b：光學濾波器（高通濾波器）
- 14a、14b、14c：帶通濾波器
- 15：運算裝置
- 16：溫度感測器
- 17：光束取樣器
- 18：光檢測器
- 19：波長測定器



五、發明說明 (28)

20 : 測定光及標準光

21 : 反射光

22 : 照射光系統



圖式簡單說明

圖1是本發明原理的說明圖。

圖2是本發明原理的說明圖。

圖3是表示關於本發明熔化金屬分析裝置實例的圖。

圖4是表示關於本發明熔化金屬分析裝置另一實例的圖。

圖5是表示本發明實施例的熔化金屬分析結果實例圖。

圖6是本發明原理的說明圖。

圖7是表示本發明實施例的熔化金屬分析時間系列檢測結果的實例圖。

圖8是表示本發明實施例的熔化金屬分析結果的實例圖。



四、中文發明摘要 (發明之名稱：熔化金屬之分析方法及其裝置)

本發明係關於一種熔化金屬之分析方法及其裝置；也就是說，使雷射通過熔化金屬之蒸氣層，根據通過該蒸氣層的雷射強度的變化測定熔化金屬中含有的分析物件元素的濃度。於偏離分析元素吸收波長的中心位置為0.001乃至0.03nm的部位調整該雷射的波長，可以擴大測定濃度的範圍。

英文發明摘要 (發明之名稱：ANALYZING METHOD OF MOLTEN METAL AND APPARATUS THEREFOR)

Concentration of analyzing element is determined from the intensity variation of laser beam which passed through the vapor layer of molten metal. The wavelength of the laser beam is adjusted to the position which is deviated from the center position of absorption wavelength of the analyzing element by 0.001-0.03 nano-meter. It is possible to expand the measuring concentration range.



六、申請專利範圍

1. 一種熔化金屬之分析方法，由下述作業構成：

使雷射通過熔化金屬蒸氣層的作業、把雷射的波長從分析元素的吸收波長中心位置調整到偏離0.001乃至0.03nm位置的作業、根據通過該蒸氣層的雷射強度變化測定熔化金屬中含有的分析元素的濃度的測定作業。

2. 一種熔化金屬之分析方法，由以下作業構成：

根據分析元素的測定濃度範圍，從該分析元素的吸收波長的中心位置偏離的位置具有的波長中心位置的測定光與不產生原子吸光的波長的標準光在同一光路重疊並使其通過至少含有一個分析元素的熔化金屬之表面附近的蒸氣層的作業、對通過光的測定光成分的強度與標準光成分的強度進行測定的測定作業、從測定光成分與標準光成分的強度比和蒸氣層厚度同熔化金屬溫度之間的已知關係測定熔化金屬中分析元素濃度的測定作業。

3. 如申請專利範圍第2項之熔化金屬之分析方法，其中，在測定濃度範圍的最大值的吸光度($= -\log(\text{吸光後光強度} / \text{沒有吸光時的光強度})$)為2.5以下的數值時，上述測定光偏離中心波長的偏離量設定在分析元素的原子吸光的波長半幅值的2倍以下數值。

4. 如申請專利範圍第2項之熔化金屬之分析方法，其中，上述測定光波長半幅值 Z 滿足分析元素的原子吸光波長的半幅值為 X 、上述測定光的中心波長的偏離量為 Y 時的 $Z < (2X - Y)$ 的關係。

5. 一種熔化金屬之分析方法，由以下作業組成：



六、申請專利範圍

根據吸光靈敏度使波長中心位置從熔化金屬之主成分元素的原子吸光的中心位置偏離的測定光、使上述分析元素用的波長位置偏離的測定光、不產生上述原子吸光的波長的標準光等上述光重疊於同一光路使其通過熔化金屬表面的蒸氣層的作業；測定上述兩測定光成分的強度與標準光成分的強度的測定作業、根據測定光成分與標準光成分的強度比和蒸氣層厚度同熔化金屬溫度之間的已知關係測定熔化金屬中分析元素的濃度的測定作業；根據通過光對應的主成分元素的測定光成分與標準光成分的強度比，與對應分析元素的測定光成分與標準光成分的強度比之間存在的已知關係，修正蒸氣層厚度的作業。

6. 如申請專利範圍第2項之熔化金屬之分析方法，其中，在分析中監視測定光的波長，測定原子吸光的中心位置與測定光波長的中心位置的偏離量，根據測定的該偏離量對蒸氣通過光的測定光成分的吸光靈敏度進行修正。

7. 如申請專利範圍第2項之熔化金屬之分析方法，其中，用遮光器使測定光和標準光通過/截止，把截止時的光強度作為熔化金屬發出的輻射光強度進行修正背底的作業。

8. 如申請專利範圍第2項之熔化金屬之分析方法，其中，對測定光成分的強度和標準光成分的強度進行測定的作業是將測定光和標準光照射到熔化金屬表面使其反射通過蒸氣層後測定反射光強度。

9. 如申請專利範圍第8項之熔化金屬之分析方法，其



六、申請專利範圍

中，測定光和標準光對熔化金屬之表面照射時其測定光和標準光照射熔化金屬表面的區域為 $\phi 5\text{mm}$ 以上。

10. 如申請專利範圍第8項之熔化金屬之分析方法，其中，標準光的反射光強度在濃度測定中使用門檻值以上的測定資料。

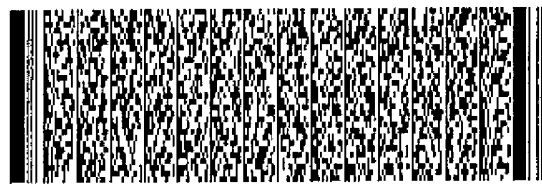
11. 如申請專利範圍第8項之熔化金屬之分析方法，其中，由光導纖維接受反射光，使接受的反射光通過波長包括分析元素的原子吸光波長、通過波幅為 5nm 以下的帶通濾波器，選擇波長，測定通過帶通濾波器後的全光量。

12. 如申請專利範圍第11項之熔化金屬之分析方法，其中，照射的測定光和標準光是雷射，為了使反射光通過帶通濾波器後的測定光及標準光的強度為通過該帶通濾波器的熔化金屬之輻射光強度的10倍以上而調整照射光強度。

13. 如申請專利範圍第1項之熔化金屬之分析方法，其中，熔化金屬之主成分為Fe、分析元素為Mn。

14. 一種熔化金屬之分析裝置，由以下部分構成：

發出的雷射波長和半幅值以及強度可以調整的許多個雷射光源、檢測該雷射的波長及強度的手段、從該許多個雷射光源發出的波長不同的許多種雷射被重疊於同一光路的光學系統、使重疊於同一光路的雷射以一定的週期通過和截止的遮光器、端部設置於熔化金屬附近而重疊於同一光路的雷射被導入熔化金屬附近的光導纖維、為了使光導纖維放出的雷射照射到熔化金屬表面的 $\phi 5\text{mm}$ 以上的範圍的光學系統、受光部設置於熔化金屬附近而接受熔化金屬表



六、申請專利範圍

面的反射光並將其導入光檢測器的一個或許多個受光用光導纖維、由受光用光導纖維導出的反射光被分離成含有各個雷射波長的波長區的高通濾波器和/或低通濾波器、從通過高通濾波器和/或低通濾波器的反射光分離成含有各個雷射波長的狹窄波長區的帶通濾波器、對通過帶通濾波器後的全光量進行測定的光檢測器、測定熔化金屬之溫度的手段以及對測定結果進行運算的運算裝置。

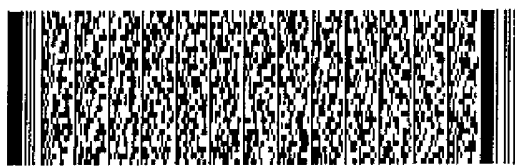


圖 1

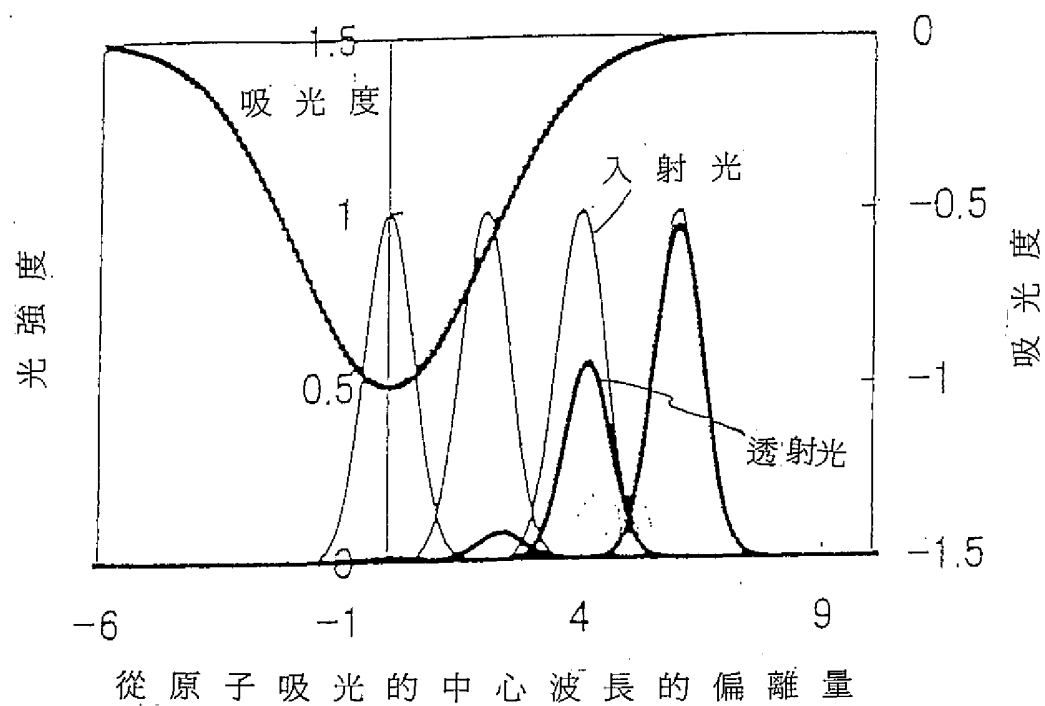


圖 2

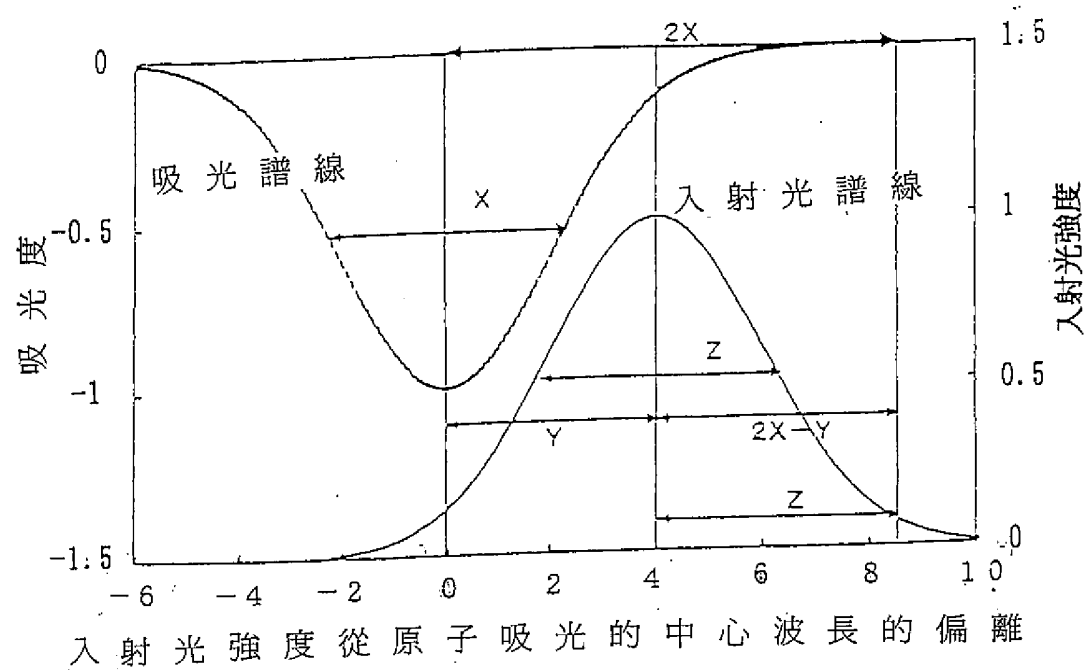


圖 3

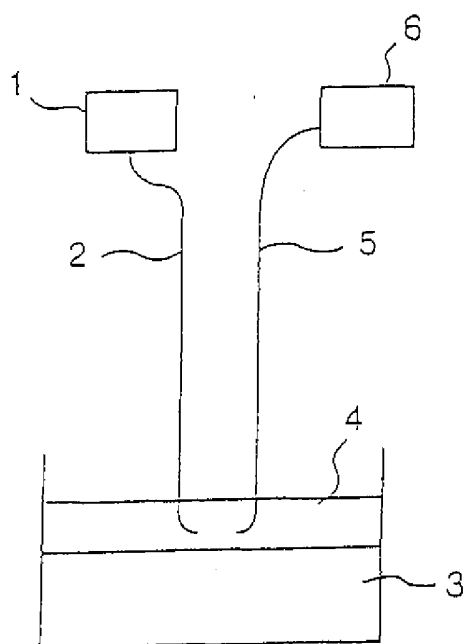


圖 4

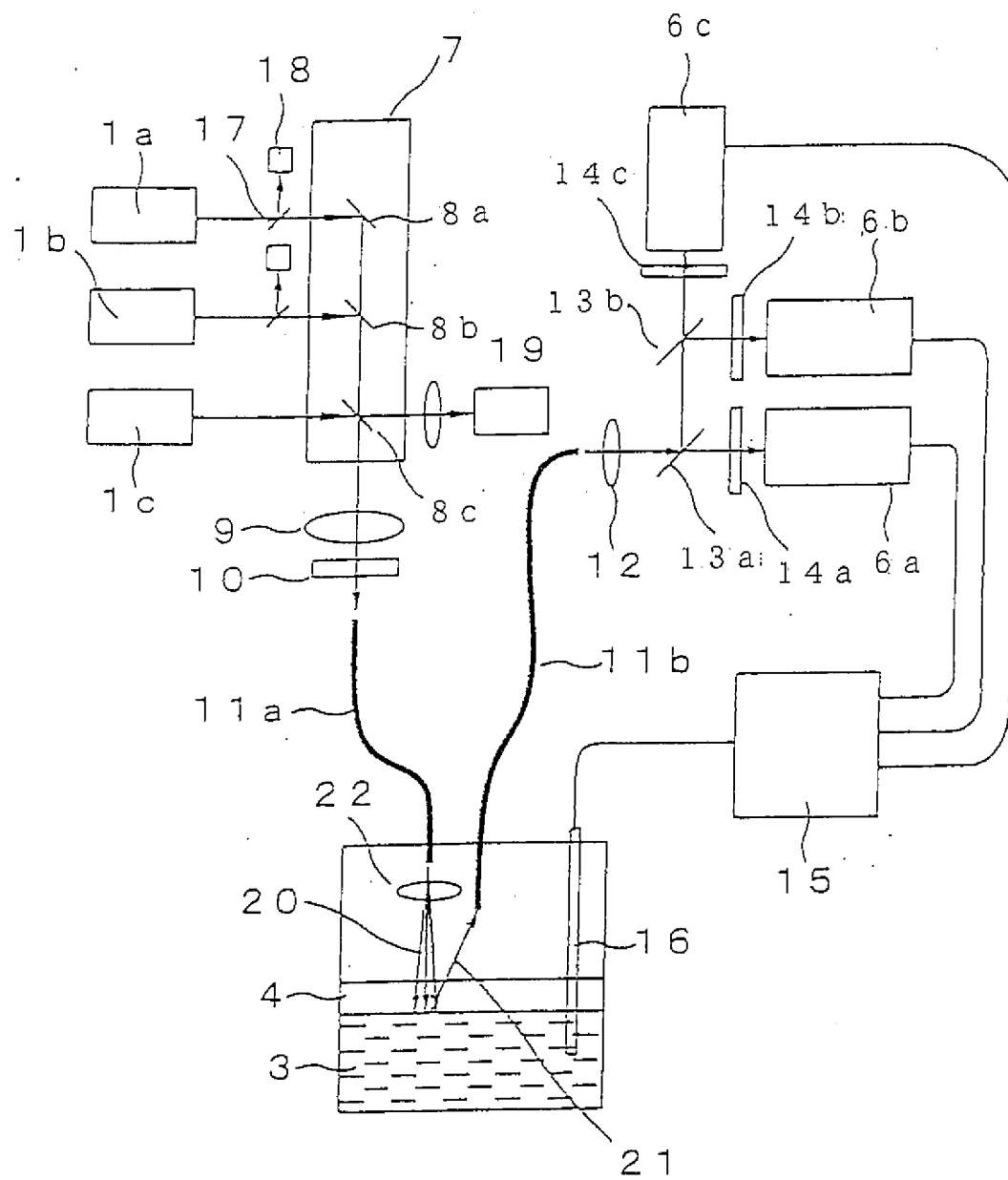


圖 5

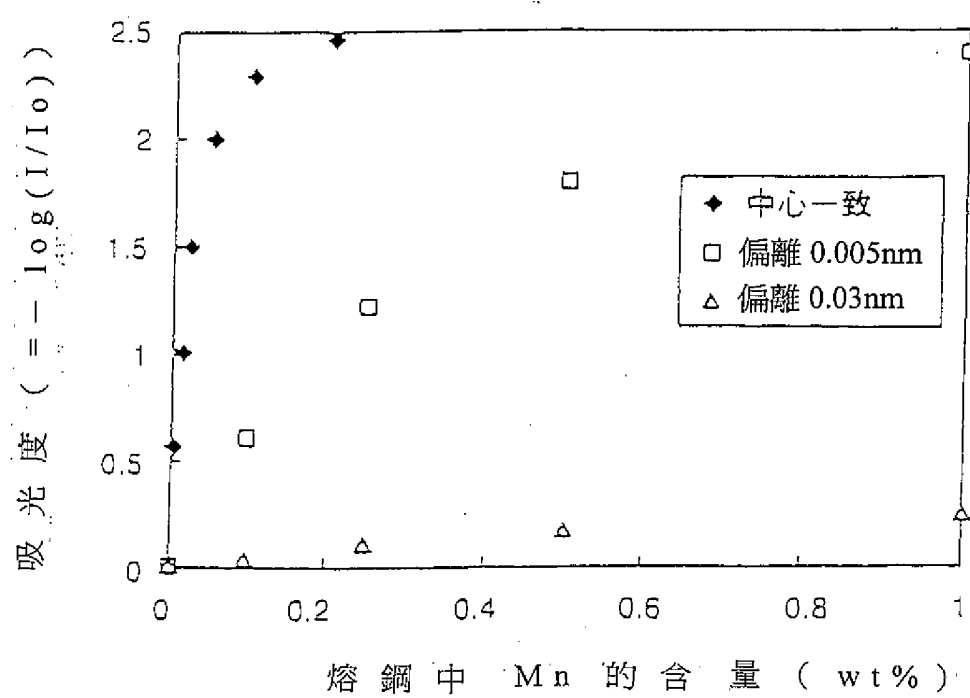


圖 6

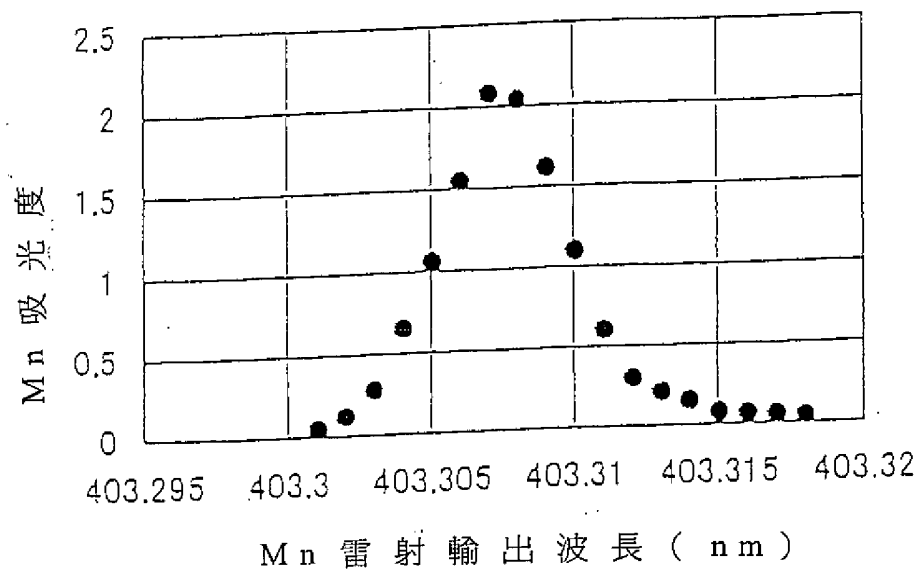


圖 7

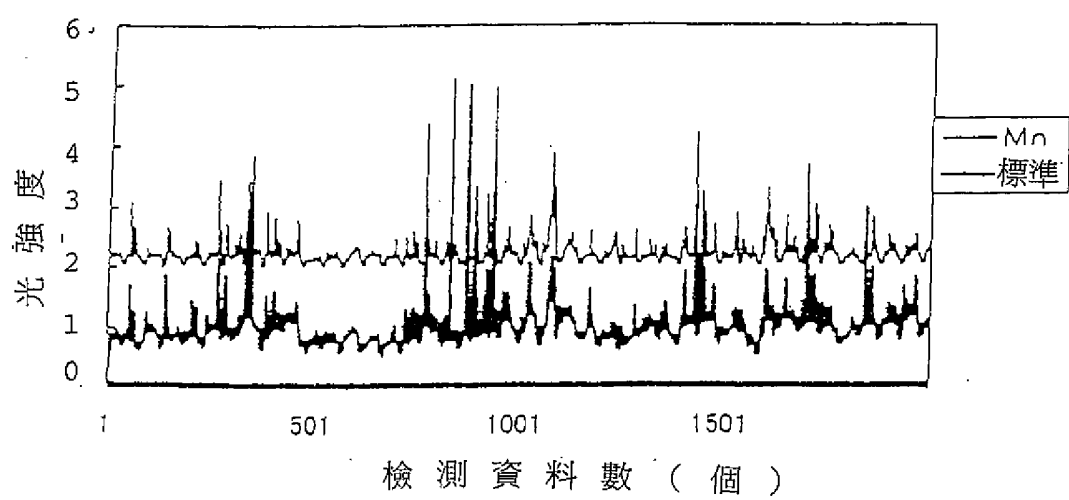


圖 8

