

低温分光法の宝石鑑別への応用

山下久雄

Application of Low-Temperature Spectroscopy to Identification

Hisao YAMASHITA

1. はじめに

一般に不純物が光の吸収波長特性に影響することはよく知られており、吸収スペクトルから分析または構造の推定あるいは同定が行われている。宝石鑑別においても、着色成分として含有される遷移金属元素などを確認することは、識別で有効なことが多いので、分光検査が行われる。宝石用分光器は、一般にプリズム型直視分光器が用いられているが、検出器に光電子増倍管を備えた分光光度計は、各物質の特有な吸収スペクトルが正確に解析でき、観察範囲を可視から紫外や赤外領域に拡げることができるなど多くの利点を有するので、今まで以上に、分光学が宝石鑑別手段として利用できることをみいだした。

吸収スペクトルは、温度の変化に対し、著るしい変化を示し、温度が低くなると吸光度を増し微細構造が明瞭になるなどが知られている。これは、吸収スペクトルの低温効果と呼ばれ、一般に微量分析法として注目されている。イギリスのK・SCARRATT氏は、この方法によってダイヤモンドの色の原因究明に役割を果たしている。この低温分光学を、宝石鑑別に適用すべく、既設の分光光度計の試料測光路中に置く、低温測定装置の試作開発を試みた。この結果について測定例を含めて報告する。

2. 測定装置の試作

測定装置は、低迷光、高分解能から試料をなるべく光電子増倍管に近づける仕様として試作を進めた。図1に装置の概要を示す。構造は二重室、内室は液体窒素または液体窒素から発生する低温ガスを満す低温室、外室は真空室として低温室を囲い熱の伝導を妨げ、同時に外側の光路窓の結霜

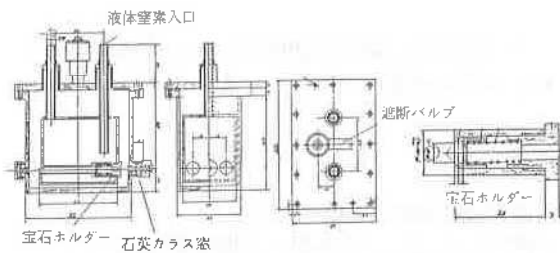


図1 試作測定装置の仕様図

を防ぎ、光束が妨げられないようにした。試料は、宝石ホルダーで保持、真空室から低温室の孔部に挿入して間接冷却した。同室に3孔部を設け、本体装置試料切り換えノブによって、マルチ測定を可能にした。

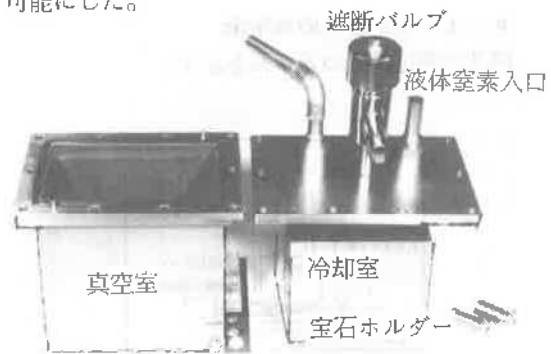


写真1 試作測定装置

3. 測定方法

試料の冷却手順を次に示す。

- 1) 試料を光束がペリオン側から通し、クラウン側から出るように宝石ホルダーに保持する。
- 2) 宝石ホルダーを低温室の孔部に挿入する。
- 3) 低温室を外室(組み立て後は真空室)に取付ける。
- 4) 真空室を排気する。
- 5) 冷却室に液体窒素を満す。

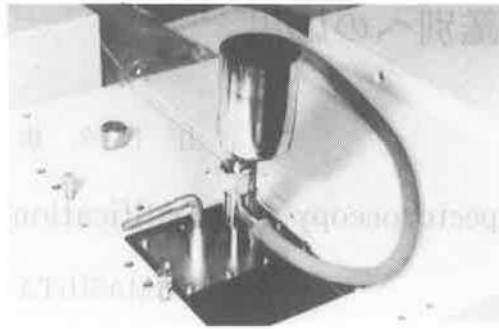


写真2 分光光度計に装備した測定装置

分光測定は、透過率曲線として、横軸に波長単位、縦軸に透過率をとった。表1に測定条件を示す。

表1 測定条件

測定波長範囲	340~740nm
測光方式	復光束、2検出器
検出器	エンドオン形光電子増倍管
記録速度	3分
測定レンジ	透過率レンジ0~10, 0~100%
測定温度	室温、低温(液体窒素温度)

4. 結果と考察

4-1 測定装置の光学系

図2に測定装置の光学系を示す。

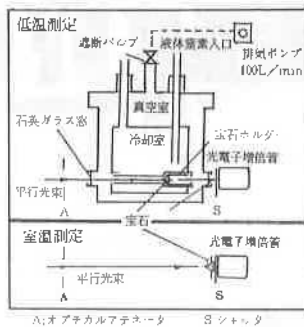


図2 測定装置の光学系

測定装置は、冷却効果から試料を低温室の中央部に置いたため、光電子増倍管との間に距離をおいた。このために吸収特性をもった透過光は光電子増倍管に達するまでに減衰、特にファセットカット石は、パビリオンとクラウン面による反射、屈折に伴う迷光が多く、平行な平面をもつ試料より

少ない量の透過光となった。この結果、光電子増倍管に捕そくされる光の分量が少なく、吸収の分解能を悪くした。従って低温下の観察は、平行な平面をもつ試料を用いた。

4-2 冷却時間と吸収スペクトルの変化

試料は、徐々に液体窒素温度(150°C以下)の低温にするが、確かな低温効果を確認しなければならない。図3にダイヤモンドの吸収スペクトルの低温効果を示す。

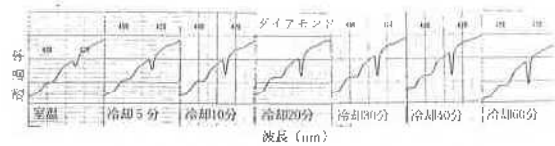


図3 冷却時間と吸収スペクトルの変化

紫外から青色部の波長領域に観察される一連の吸収は、時間の経過にしたがい暫時吸光度を増して、微弱な吸収はだいに鮮明化した。このことは、試料の大きさにもよるが、30~40min経過で-150°C以下の低温下に保たれたものと推測される。

4-3、ダイヤモンドの低温分光

図4にケーブ系ダイヤモンドの紫外から青色部の波長領域に観察される吸収スペクトルを示す。

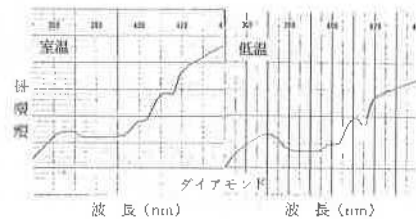


図4 ダイヤモンドの吸収スペクトル

顕著な特徴を有する一連の415.5nmの主吸収、385、394、403nmの吸収がつくる幅広い吸収帯は、低温効果によって吸光度が増加し、微細構造が明確化した。

4-4 ルビーの低温分光

図5にベルヌイ法による合成ルビーの可視領域に観察される吸収スペクトルを示す。特徴ある赤色部に現われる655、667、689nm、青色部の467、475nmのクロム吸収は、低温によって吸光度の増加と黄色部の約587、597nmに室温下では見られなかった新しい吸収を確認した。

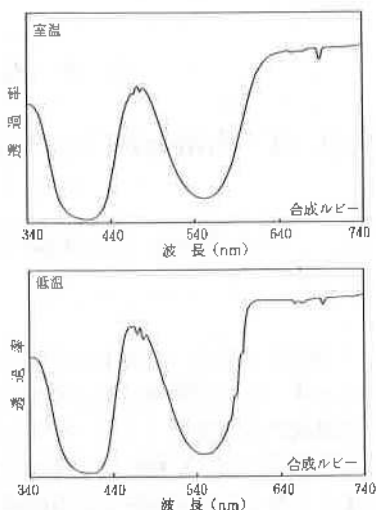


図5 ルビーの吸収スペクトル

4-5 青色サファイアの低温分光

図6に青色サファイアの紫外から可視波長領域に観察される吸収スペクトルを示す。第二鉄の状

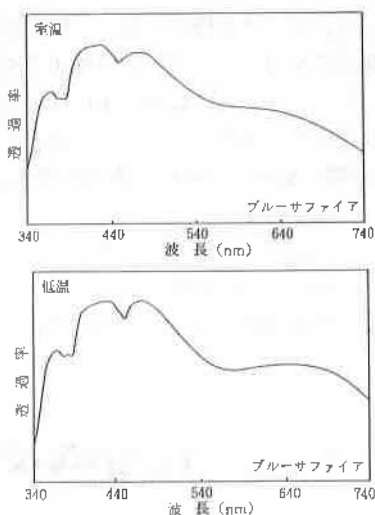


図6 サファイアの吸収スペクトル

態で含まれている鉄分に起因する吸収は、紫外から青色部の3本である。室温での約377、385nmを中心とした不明瞭な吸収は、低温下では微細構造として認められ、450nmの吸収は強く、そして黄色部に新しい幅広い吸収が認められた。

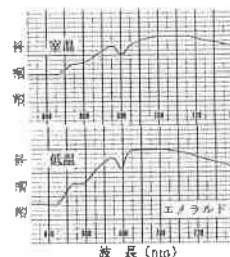


図7 エメラルドの吸収スペクトル

4-6 エメラルドの低温分光

図7にエメラルドの橙色から赤色部の波長領域に観察される吸収スペクトルを示す。クロム着色による典型的な吸収は、試料の色調が弱く約465、660そして680nmの微弱な吸収は、低温下では吸光度を増してより明確化した。

5. おわりに

試料を液体窒素温度近くまで冷却して観察すると、吸収の微細構造が認められる、新しい吸収が認められる、吸光度が著るしく増加するなど、室温測定より質の高い情報を提供してくれた。低温分光法は、宝石特性を明らかにする上で、質の高いデータを得ることができるので、その重要性は増大するものと思われる。試験装置から試料位置が光電子増倍管との間に距離を置いたため、ファセットカット石などは屈折、反射などにより迷光が多く、光電子増倍管に捕そくされる光の強さが不足したので、観察は平行な平面をもつ試料に限定された。測定実用化に向けて、試料を光電子増倍管に近づける、試料から透過光をレンズによって光電子増倍管の受光面に焦点を結ぶなどの多くの透過光が捕そくできるような光学系の改良が必要である。

参考文献

- K : SCARRATT:Gems&Gemology, SUMMER, 72~73 (1982)
- A. T. コリンズ : ジュモロジィ, 3, 68~70, 4, 88~89, 5, 120~125 (1983)