

Recent Activities in Research of Analysis and Material Science



吉岡 啓一
Keiichi Yoshioka
技術研究所 分析・物性研究部門長・工博

志村 眞
Makoto Shimura
技術研究所 分析・物性研究部門 主任研究員(課長)・理博

山本 公
Akira Yamamoto
技術研究所 分析・物性研究部門 主任研究員(課長)

要旨

川崎製鉄における化学分析、工程分析、表面分析、結晶構造解析などについてこの 10 年の技術の潮流を概説した。また、分析の開発技術として、鋼やシリコン材料中の不純物元素の極微量分析技術およびスパーク放電を用いた高精度発光分光分析技術を、新しい材料評価技術として電界放射型オージェ電子分光法 (FE-AES) や二次イオン質量分析法 (SIMS) を用いた表面分析応用例、電界放射型透過電子顕微鏡 (FE-TEM) の材料評価への応用例、X 線回折法およびラマン分光法を用いた高温でのその場分析装置とその応用例を紹介した。

Synopsis:

This article reviews the research trends during the last decade in chemical analysis, process control analysis, surface analysis and microscopic characterization in Kawasaki Steel. The analytical methods, such as the highly accurate ultra-trace analysis for steels and silicon materials and the spark discharge optical emission spectroscopy for gaseous constituents in steels, have been developed in order to meet the requirements from the material developments and manufacturing process. It is demonstrated that field emission gun Auger electron spectroscopy (FE-AES) and field emission gun transmission electron microscope (FE-TEM) have become novel powerful tools for the surface and structure characterization. The application of X-ray diffraction and Raman spectroscopy to in-situ analysis at high temperature are also described.

1 はじめに

分析技術および材料評価技術は、新しい分析評価装置の出現はもとより、製品開発およびプロセス開発の動向にともなって進歩発展を遂げてきた。

当社においても、IF 鋼に例をみるように高純度化により種々の特性を向上させた鋼種が近年多数開発され、さらには一層の高純度鋼の開発も視野に入れた研究も検討されている。これにともない元素によってはサブ ppm レベルの分析定量下限が要求されている。また、製造工程分析においても、生産性向上の点から迅速かつ正確な分析技術が求められてきている。当研究部門では、これらの要求に応え種々の分析技術の開発を行ってきた。

材料評価技術については、材料の品質の安定化の点からはもちろんのこと、製品開発の指針を得るために、より高度なキャラクタリゼーション技術が要求され、これに応えるために最新鋭の分析装置や結晶構造解析装置を用いた応用研究も行ってきた。また、これらの要求に応えるためには市販の分析評価装置のみでは限界があり、独自に装置を製作し、新しい材料評価も行ってきた。

ここでは、当社の化学分析、工程分析、材料評価技術などの分

析・物性研究分野におけるこの 10 年間の技術潮流を概説し、開発された分析技術と、近年導入あるいは開発した装置とそれを用いた材料評価の応用例のいくつかを紹介する。

2 分析・物性研究分野での技術潮流

2.1 鉄鋼の分析

2.1.1 微量元素分析

微量分析技術におけるこの 10 年の大きな進歩の一つとして、誘導結合プラズマをイオン源とする質量分析法 (ICP-MS) の装置性能が向上し、微量元素分析の分野で実用化されたことがあげられる¹⁾。ICP-MS は多元素を同時に定量でき、多くの元素で誘導結合プラズマ発光分析法 (ICP-AES) に比べさらに高い検出感度が得られるため、鉄鋼中の微量元素の分析には大変有効な手法である。

当研究部門では ICP-AES および ICP-MS の鉄鋼材料分析への応用について早くから検討をはじめ、マトリックスの分離および汚染の抑制を実現する前処理法と ICP-MS または ICP-AES による高感度測定を組み合わせる一連の分析方法を開発した²⁾。

一方、ICP-AES、ICP-MS は C、N、O などの軽元素に対しては感度が低い。これらの元素の分析には燃焼・融解法が広く用いられているが、シングル ppm レベルの定量になると表面汚染の影響が無視

*平成10年11月17日原稿受付

できなくなり、また、標準化にも問題が生じる^{6,7)}。この分野では解決すべき技術的課題も多く、さらに今後検討していく必要がある。

2.1.2 介在物・析出物分析、めっき層の分析

鉄鋼材料の特性向上のために介在物・析出物の形態把握、形態制御は重要であり、鋼種に応じたこれらの形態分析および定量分析方法の検討を行ってきた⁸⁻¹⁰⁾。鋼中酸化物の定量についても微量分析の必要性が大きくなり、シングル ppm レベルの微量酸化物を定量する方法を確立した。また、抽出した鋼中酸化物の粒度分布をレーザー回折散乱法で測定する手法を確立し、材料特性を新たな視点から評価できるようにした。

めっき層の分析についても新たなめっき系の開発と並行してめっき層分析法の検討を行い、主に亜鉛系めっきの合金組成、めっき付着量を求めるため各種めっき層の化学的、電気化学的溶解挙動の解明、また、亜鉛めっき浴中ドロスの抽出分離定量法を確立した^{11,12)}。

2.2 シリコン材料の分析

当社のシリコン材料関連事業への展開にともないシリコン材料中微量不純物元素分析法の検討を行い、Al, Cu, Fe, P, B などの不純物元素の定量法を確立した^{13,14)}。

2.3 工程分析

発光分光分析法は迅速性、簡便性および定量性に優れた分析法であり、製鋼工程管理分析法として広く定着している。しかし、微量 C, N は従来の発光分光分析法および装置では分析精度が低いため、燃焼・融解法などにより分析されている。

一方、極低炭素鋼板の製造比率の増大、二次精錬の高度化など近年の製鋼技術の進歩により、微量 C, N 分析の一層の迅速化が必要になってきた。これを受けて当研究部門では、水平型発光スタンドを開発し、分析精度低下の最大の要因であるバックグラウンドを低減させることにより高精度分析技術を確立した¹⁵⁾。

鋼中の O や介在物は、鉄鋼の加工性、溶接性、耐疲労性や表面性状などの品質特性に大きな影響を与える。鉄鋼の高純度化を必要とする用途は拡大しており、今後とも O や介在物の一層の低減に対する要求は強い。鋼中の O については不活性ガス融解赤外線吸収法、また介在物の粒径分布あるいは組成の評価法として、化学溶解抽出分離法、光学顕微鏡観察法、電子ビーム溶解分離法およびレーザー回折法などが用いられてきたが、これらの方法は測定結果が判明するまでに長時間を要し、より迅速な分析法の開発が要求されていた。これを受けて当研究部門では、発光分光分析における各放電ごとの O および介在物形成元素の発光強度から酸化物系介在物への放電を分離抽出し、抽出された放電の O の積算発光強度から O 濃度を分析する方法を開発し、高精度分析技術を確立した¹⁶⁾。

さらに、上述した放電分離抽出法によるアルミナ系介在物の粒径分布測定¹⁷⁾や介在物の組成分析法を開発し、これまで長時間を要していた化学分析の迅速化が可能になった。

また、従来、蛍光 X 線分析法で分析されていたステンレス鋼中の Ni, Cr の発光分光分析法を確立し、分析時間を短縮した。

製鋼スラグの組成は操業管理上重要な指標であり、従来ガラスビード蛍光 X 線分析法により分析されていた。しかし同法はガラスビードの作製に長時間を要するため、分析結果を操業にフィードバックできなかった。そこでスラグの直接蛍光 X 線分析装置を開発し大幅な分析時間短縮を実現した¹⁸⁾。

圧延工程においても HAP, CAP の酸洗液のオンライン自動分析装置を開発し、分析時間の短縮および連続モニタリングを実現した。

2.4 表面・界面分析

種々の鋼板では表面の被膜やスケールが製品特性を左右する場合がある。このような点から表面・界面および表面からの深さ方向分析から得られる情報は材料、プロセス開発の指針を得る点から重要であり、さまざまな分析法が活用されている。

これら表面分析法は 1970 年代より主に表面処理鋼板の分析に用いられてきたが、1990 年代に入って空間分解能、感度が大幅に向上し、分析対象も広がっている。特に、オージェ電子分光法 (AES) では電界放射 (FE) 型電子銃の搭載により電子線径 15 nm での分析が可能になり、析出物中の軽元素分析¹⁹⁾、高張力鋼板焼鈍材表面に析出する酸化物の分析²⁰⁾などに広く利用されている。

また、従来困難であった厚い酸化皮膜や有機被膜などの絶縁被膜の深さ方向分析法も開発されている。グロー放電発光分光分析法 (GDS) では放電電源に高周波を用い、試料表面に自己バイアス電圧を発生させることにより絶縁被膜に対してもグロー放電が持続し、スケールや電磁鋼板絶縁被膜中の深さ方向元素濃度分布の分析が可能になっている。二次イオン質量分析法 (SIMS) では試料にイオンと同時に電子線を照射し帯電を中和することにより絶縁被膜中の微量元素の定量分析が可能になった²¹⁾。

試料を所定雰囲気中で加熱しながら X 線回折あるいはラマン分光法、赤外分光法を用いてその場分析する方法、装置も開発され、合金化溶解亜鉛めっき鋼板の合金化挙動の解析²²⁾や、ステンレス鋼板のスケール生成挙動の解析²³⁾に利用されている。

2.5 ミクロ組織・結晶構造解析

材料研究の高度化にともなって、結晶粒界や微小析出物など極微小領域での結晶構造、結晶方位および化学組成が材料特性に及ぼす影響の評価が重要になり、このような極微小領域の観察ができる透過電子顕微鏡 (TEM) は材料開発において不可欠な役割をはたしている。

装置の性能も近年大幅に向上し、特に高輝度電子線源である電界放射型電子銃を搭載した TEM (FE-TEM) が開発、実用化され、原子レベルでの構造解析、欠陥評価が可能になっている。

また、集束イオンビーム加工装置 (FIB) が TEM 観察用薄膜試料の作製装置として汎用的に用いられている。FIB は従来薄膜試料の作製が困難であった試料も薄膜にすることができ、当研究部門でも TEM の適用対象を大きく拡大している。

一方、走査電子顕微鏡 (SEM) においては反射電子を四分分割検出器で検出することにより、試料表面の凹凸や元素組成を三次元で高空間分解能測定できる SEM を導入し、各種鋼板の表面性状の測定に用いている。

3 新しい分析技術の開発

3.1 微量分析

3.1.1 鋼中微量元素分析法

ICP-MS を用いて素材中の極微量成分を高感度・高精度に定量するには、目的成分を汚染の少ない状態で溶液化し、マトリックスから分離・濃縮することが重要である。さらに前処理操作の簡便化と空試験値の低減という観点から、できるだけ多くの元素に適用できる前処理法の開発が重要になる。以下に目的とする分析元素に応じて当研究部門で開発した前処理法を記す。

Al, Cr, Ni などの鋼中金属不純物分析では試料を少量の塩酸、硝

Table 1 Determination limits of trace elements in iron and steel

Element	Determination limit (ppm)	Method	Element	Determination limit (ppm)	Method
Be	0.05	1	Zr	0.01	2
B	0.05	4	Nb	0.01	2
Mg	0.3	1	Mo	0.01	2
Al	0.3	1	Cd	0.01	2
Si	0.05	3	Sn	0.1	2
P	0.5	3	Sb	0.05	2
Ca	0.3	1	Ba	0.01	1
Ti	0.1	1 or 2	La	0.01	1
V	0.1	1	Ce	0.01	1
Cr	0.3	1	Ta	0.01	2
Mn	0.01	1	Te	0.01	2
Co	0.01	1	Hf	0.01	2
Ni	0.1	1	W	0.01	2
Cu	0.02	1	Pb	0.01	1
Zn	0.07	1	Bi	0.01	1

Method 1: 4-methyl-2-pentanone extraction/ICP-MS

Method 2: Anion-exchange chromatography/ICP-MS

Method 3: Gel adsorption/ICP-MS

Method 4: Borate specific ion exchange chromatography/ICP-MS

酸で分解後、4-メチル-2-ペンタノンを用いた溶媒抽出法によりマトリックスである Fe を分離した³⁾。Cr 含有率の高い試料では Cr を $\text{Cr}_2\text{Cl}_2\text{O}_2$ として揮散除去した³⁾。この方法では Be, Al (酸可溶性分のみ)、Ca, Ti, V, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Ba, Pb, Bi および希土類元素 (La, Ce など) の定量が可能である。

上記の抽出法で Fe との分離が困難な Mo, Sn, および塩酸・硝酸の混酸では溶解困難な W, Zr などの定量には試料の分解にフッ化水素酸を用い、目的元素をフッ化物錯体あるいはオキソ酸イオンとして強塩基性陰イオン交換樹脂に捕集してマトリックスと分離した⁴⁾。この方法では As, Zr, Nb, Mo, Sn, Te, Hf, Ta, W が同時に定量できる。

Si, P はモリブデン酸錯体を形成させ、デキストランゲルに選択的に吸着させて鉄と分離後、溶液中の Mo を測定して間接定量した⁴⁾。

B は試料中の BN を硫酸-リン酸白煙処理により完全分解した後、多価アルコール基を有する弱塩基性陰イオン交換樹脂 (Amberlite IRA-743) を用いて鉄と分離した。

以上の方法による高純度鉄中金属不純物元素の定量下限 (空試験値の 10 σ) の一例を Table 1 に示す。B, Si, P 以外の約 30 元素がわずか 2 種類の前処理法によってサブ ppm レベルまで定量可能となった。

3.1.2 高純度シリコン材料中の微量元素分析手法の開発

LSI や太陽電池などに用いられる高純度シリコン材料中の ppb レベル以下の極微量不純物評価のためには、できる限り汚染の少ない試料調製法と高感度な検出法を組み合わせることが必要である。そこで加工分解容器に分解酸を入れ、その中に試料を入れたミニカップを入れて加圧酸蒸気で分解する前処理法¹³⁾を開発した。この方法では試料を酸に浸漬しないので酸中の不純物の影響が最小限に抑制される。マトリックスである Si は SiF_4 として揮発し、外側の分解酸中に捕集されるので、ミニカップ内には試料中の不純物が濃縮されて残存する。目的元素の揮散抑制には極少量の硫酸あるいはリン酸の添加が有効であった。ミニカップ内に残った不純物を少量の水で希釈して ICP-MS で定量する。なお ICP-MS では十分な感度の得られない P の分析には、P をモリブドリン酸とした後、陽イオン界面活性剤とイオン対を生成させてフィルターで捕集し、溶解後、溶

液中の Mo を測定して間接定量した¹³⁾。

これらの方法によりシリコン材料中 ppb~10 ppb レベルの Al, Cu, Fe, P, B などが通常の実験室環境で簡便に定量できるようになった。

3.2 製鋼工程分析

3.2.1 発光分光分析による鋼中微量 C, N 分析法¹⁴⁾

極微量 C および N の定量においては、まずバックグラウンド強度の低減が重要になる。そこで従来の傾斜型発光スタンドにかえて水平型発光スタンドを開発し、試料直上で発生するバックグラウンド光を分光器視野から除外することを可能にし大幅なバックグラウンド低減を実現した。

さらに、回折格子の中心を C, N の測定波長近傍 (150 nm 周辺) に設定した極紫外線専用分光器を新たに設置することにより、極紫外線領域のスペクトル分解能を向上させた。この極紫外線専用分光器では 170 nm 以下のスペクトル線を、従来装置のように反射させてから検出器に導くのではなく、直接検出器で受光できる構造とすることにより大幅な測定強度の増大を達成できた。

開発装置における C および N の繰り返し精度 (σ) は、それぞれ 0.5, 0.8 ppm であり、従来装置にくらべて大きく向上した。また C, N の定量下限 (10σ) はそれぞれ 5 ppm, 8 ppm であり、従来燃焼・融解法で行っていた微量 C および N の分析を発光分光分析法で行うことが可能になり現在一部工程化している。

3.2.2 発光分光分析法による O, 介在物粒径分布および組成分析法

発光分光分析法では、Al や Ti などの酸化物系介在物に放電がおこると、介在物形成元素および O の非常に強い発光 (異常発光) が生じる。そこでこれら介在物形成元素および O の異常発光が認められる放電を酸化物系介在物への放電として分離抽出する。一方、異常発光がない放電は酸化物系介在物がない地鉄への放電であり、この時の O の平均発光強度を O のバックグラウンド強度とする。酸化物系介在物への放電として分離抽出された放電における O の発光強度からこのバックグラウンドを差し引いた後、検量線法により O 濃度を求める。この方法によりバックグラウンドは大幅に低減し高精度で O 分析が可能になった¹⁶⁾。開発法の分析正確さ (σ) は 4 ppm であり、現在その工程化を検討している。

さらに、この異常発光強度は介在物の粒径と良い相関があることを見出し、発光分光分析法による迅速な介在物粒径分布分析法¹⁷⁾、介在物組成分析法を開発した。介在物粒径分布分析については、異常放電での蒸発 Al 量を Al_2O_3 量に換算し、球相当径を算出することにより介在物粒径を求めるものである。Fig. 1 に低炭素鋼の粒径

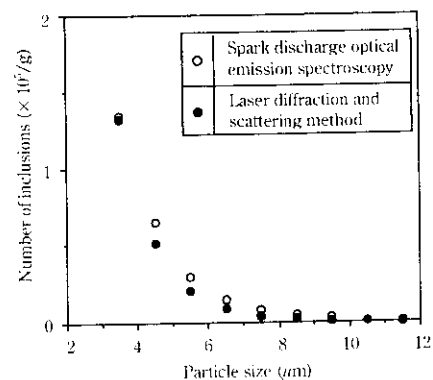


Fig. 1 Particle size distribution of Al_2O_3 inclusions in a low carbon steel

分布を開発法とレーザー回折散乱法で測定した結果を比較して示す。両者の粒径分布はよい一致を示した。さらに開発法での測定を 10 回行い極値統計法により最大粒径 (試料 1g 相当) を推定すると $25\mu\text{m}$ となり、レーザー回折で得られた最大粒径 (試料 1g 相当) $27\mu\text{m}$ とよく一致する結果が得られた。

Ca, Mg などの介在物形成元素についても介在物形成元素および酸素が異常発光を示す放電を抽出することにより、同様に定量でき複合介在物を含む介在物の組成を分析することができた。

4 新しい分析・評価装置の鉄鋼材料研究への応用

4.1 表面分析

表面分析には SIMS, AES, XPS をはじめとする多くの方法があるが、近年の製品開発の高度化にともなってこれらの方法から得られる情報を総合的に解析することが重要になっている。ここでは近年能力が大きく向上した微小領域分析、絶縁皮膜分析への応用例を紹介する。

自動車車体の軽量化のために開発された Si, Mn 添加高張力鋼板では、溶融 Zn めっき工程前の焼鈍によってサブミクロン程度の大きさの粒状析出物が生成し、めっき性や合金化挙動に影響を及ぼす。そこで鋼組成や焼鈍条件を変化させたときの粒状析出物の組成を、微小領域分析が可能な FE-AES を用いて分析した。得られたオーグメントを Fig. 2 に示すが、粒状析出物は Si, Mn, O からなる複合酸化物であることがわかった。このように FE-AES によりサブミクロンレベルの表層析出物を下地鋼板の影響なく直接分析することができる。さらにこの複合酸化物の組成は Si, Mn 添加量などにより変化することが明らかになった²⁰⁾。

一方、絶縁性皮膜の分析にも有効な手法が確立された。自動車排ガスコンバーター用 Fe-20Cr-5Al 合金の耐高温酸化特性向上メカニズム解明を目的として、SIMS による表層 Al_2O_3 被膜内の微量 Fe, Cr, La の深さ方向定量分析法を開発した。従来 SIMS による絶縁性被膜の分析においては、表面が帯電するためイオンの軌道が不安定になり、定量分析が困難になるという問題があった。これに対して、電子線を用いた帯電中和法の中和機構を解明し、電子線の照射条件を最適化することにより、約 $5\mu\text{m}$ の Al_2O_3 被膜中の微量元素の分析を可能にした。その結果 H_2 雰囲気中で焼鈍すると Al, La の濃化した酸化皮膜が生成し、その後の高温酸化においてこの酸化皮膜によって酸素の内方拡散が抑制されることにより、耐酸化性が向上することを明らかにした²⁰⁾。

4.2 電子顕微鏡による化学組成分析、結晶構造解析

4.2.1 集束イオンビーム加工装置 (FIB)

FIB は Ga イオンの照射によるスパッタリング加工を行うもの

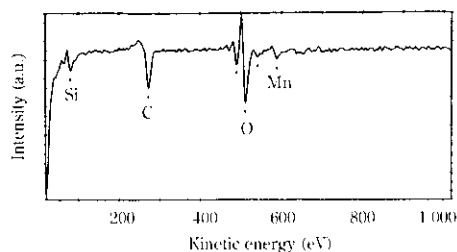


Fig. 2 Auger spectrum of a granular precipitate formed on the Si and Mn-added ultra-low-carbon steel sheet

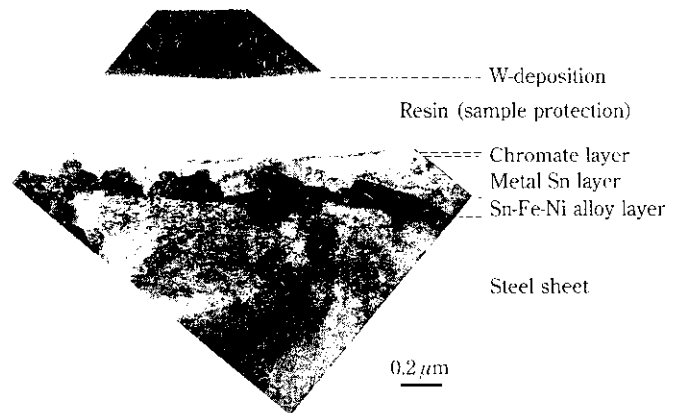


Photo 1 Cross-sectional micrograph of the low tin plated steel with FIB-TEM technique

で、半導体デバイスの不良部の解析や修正などを目的に開発された。近年、大電流密度での迅速加工や、極微細ビームによる精密加工が可能になり、TEM 観察用薄膜試料作製に適用されている²⁹⁾。FIB は観察対象部分を SIM (scanning ion microscopy) 像により観察しながら加工することができるほか、従来のイオンミリング法では作製が困難であった異種物質界面や、軟質材と硬質材が混合した材料などの薄膜化が可能である。

当社においても FIB を亜鉛めっき鋼板²⁶⁾、すずめっき鋼板²⁷⁾、ステンレス鋼スケール^{28, 29)} といった積層材の断面観察などに適用している。Photo 1 に示すすずめっき鋼板の観察例では、クロメート層、金属 Sn 層、合金層および鋼板からなる積層構造が観察されている。また、FIB 加工は、熱間圧延用ロール材のように、硬質でスパッタリング速度の小さい第 2 相 (炭化物) と軟質でスパッタリング速度の大きいマトリックスが混合した材料の薄膜化においても有効である³⁰⁾。

4.2.2 電界放射型透過電子顕微鏡

TEM は約 0.2nm の分解能をもち、極微小領域の形態観察が可能な装置として鉄鋼材料の研究・開発において大きな役割を果たしている。特に FE-TEM は従来の熱電子放出型電子銃 (LaB₆) に比べ約 100 倍の輝度が得られるようになったうえ、微小プローブが得られることから 1nm 以下の極微小領域の分析が可能になった。

当社でも FE-TEM を導入し、鋼材中の極微小領域の構造解析や組成分析に活用している。当社の FE-TEM はエネルギー分散型 X 線分析装置 (EDX)、および電子エネルギー損失分光器 (EELS) を付属させ、分析電子顕微鏡としての機能を有している。また走査透過像観察装置 (STEM) を付属させた装置も稼働しており、EDX 装置との併用により、組成像を得ることができる。さらに、ホストカラムには電子エネルギー損失を利用したエネルギーフィルタを装備し、B, N といった EDX 分析では非常に困難な軽元素の分析や組成像を得ることができる。

鉄鋼材料への応用例として、高純度 18%Cr 鋼を用いた粒界近傍の組織解析³¹⁾ では、C, N 添加量および鋭敏化処理にともなう粒界析出挙動の違いを詳細に解析し、粒界近傍に形成されるナノメートルオーダーの Cr 欠乏層の存在を明らかにした。また、Fe-20Cr-5Al 合金の酸化皮膜の解析³²⁾ では、前節で述べた FIB 法との組み合わせにより、La, Zr 添加による皮膜の構造変化および皮膜中での添加元素の偏析状態を明らかにし、耐酸化性向上機構を解明した。

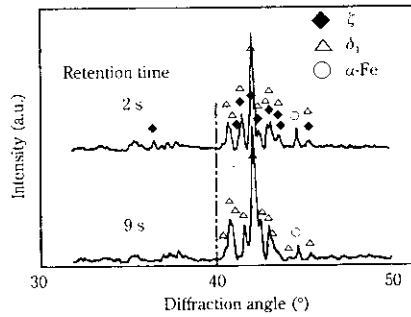


Fig. 3 X-ray diffraction patterns of galvanized steel sheets retained at 470°C for 2 s and 9 s

4.3 その場 (in-situ) 分析技術

4.3.1 X線回折による in-situ 分析

Znめっき鋼板の合金化過程や鋼板スケールの生成挙動など鉄鋼材料の高温における反応過程を、高時間分解能で in-situ 分析することを目的として高温X線回折装置を開発した。

開発装置の検出系には Seeman-Bohlin カメラおよび二次元検出器であるイメージングプレート (IP) を用い、高感度測定を可能にしている。試料加熱は直接通電方式であり、露点制御された不活性ガス、水素ガスなどのガス雰囲気および低真空雰囲気でも測定できる。

溶融 Znめっき鋼板を室温から 1 s で 470°C に昇温した後、2 s および 9 s 保持したときの測定結果を Fig. 3 に示す。2 s 保持では Zn-Fe 合金の ζ 相 (FeZn_{13}) と δ_1 相 (FeZn_7) が共存するが、9 s 保持後には δ_1 単相に変化することがわかる²³⁾。現在、開発装置を用いてステンレス鋼をはじめ、種々の鋼板の高温での酸化挙動あるいは還元

挙動などの研究が進められている。

4.3.2 レーザラマン分光法による in-situ 分析

生成初期の酸化皮膜形態およびその形態変化の動的解析を目的として、薄膜に対する感度があり、また非晶質の分析も可能であるレーザラマン分光法を用いた in-situ 分析装置を開発した。

開発装置は、高感度かつ短時間でのスペクトル測定を可能にするため、レイリー光除去にノッチフィルターを用いたシングル分光器とし、検出器には高感度測定ができる液体窒素冷却型の CCD 検出器を用いた。試料加熱は赤外線照射により行い、約 60 s で 1000°C までの昇温が可能である。また試料室は真空排気が可能で、露点制御された雰囲気ガスを導入し測定することができる。

開発装置は、ステンレス鋼の鋼種や表面仕上げの違いによる初期生成酸化皮膜形態および酸化皮膜生成温度の違いの解析²⁴⁾などに適用されている。

5 おわりに

この 10 年間の当社における分析・物性研究分野の技術潮流を概説した。分析技術では微量元素分析に代表される分析定量下限の拡大と、製鋼工程分析に代表される高精度、迅速化に大きな進歩がみられた。また、材料評価技術に関する進歩は、FE-AES および FE-TEM などの利用による微小領域での材料キャラクタリゼーションと、in-situ 分析による現象変化の動的解析に集約される。

これらの技術課題は今後も引き続き重要な課題であると考えられるが、21 世紀の研究開発は一層の質の向上とスピードが要求されることは言うまでもない。したがって、技術力の強化に努めることはもとより、種々の分野における研究開発の動向をいち早く把握し、将来を見据えた研究を迅速に展開していきたいと考える。

参考文献

- 1) 島村 匡: ぶんせき, (1997), 644
- 2) 岡野輝雄, 松村泰治: 鉄と鋼, **77**(1991), 1951
- 3) 花田一利, 藤本京子, 志村 眞: 材料とプロセス, **10**(1997), 685
- 4) 花田一利, 藤本京子, 志村 眞, 吉岡啓一: 分析化学, **46**(1997), 749
- 5) K. Hanada, K. Fujimoto, M. Shimura, and K. Yoshioka: *Phys. Stat. Sol. (A)*, **167**(1998), 383
- 6) 安原久雄, 船橋佳子, 妻鹿哲也, 山本 公: 材料とプロセス, **7**(1994), 382
- 7) H. Yasuhara, M. Shimura, and K. Yoshioka: *Phys. Stat. Sol. (A)*, **160**(1997), 575
- 8) 船橋佳子, 松村泰治: 材料とプロセス, **4**(1991), 383
- 9) 船橋佳子, 谷本幸子, 吉田直志, 松村泰治, 佐々木晃史: 鉄と鋼, **78**(1992), 1472
- 10) 安原久雄, 志村 眞, 吉岡啓一: 材料とプロセス, **11**(1998), 655
- 11) 谷本幸子, 船橋佳子, 松村泰治: 鉄と鋼, **77**(1991), 1908
- 12) 藤本京子, 志村 眞, 吉田直志, 船橋佳子: 鉄と鋼, **83**(1997), 187
- 13) 藤本京子, 岡野輝雄: 分析化学, **42**(1993), T135
- 14) 藤本京子, 伊東征夫, 志村 眞, 吉岡啓一: 分析化学, **47**(1998), 187
- 15) T. Sugihara, Y. Funahashi, I. Fukui, and T. Miyama: Proc. of the 4th Int. Conf. on Progress in Analytical Chemistry in the Steel and Metals Industry, (1996), 229
- 16) 谷本 匡, 山本 公, 萬田浩史: 材料とプロセス, **11**(1998), 1352
- 17) 松村 孝, 山本 公: 材料とプロセス, **11**(1996), 784
- 18) 横石規子, 山本 公, 萬田浩志, 岡山秀雄: 材料とプロセス, **11**(1998), 1348
- 19) 横石規子, 山本 公, 吉岡啓一: 鉄と鋼, 投稿中
- 20) A. Yamamoto, T. Yamashita, and J. Shimomura: Proc. of the 1st China-Japan Joint Sym. on Microbeam Analysis, (1994), 245
- 21) 白井幸夫, 山本 公, 下村順一, 河野雅昭, 石井和秀, 吉岡啓一: 分析化学, **45**(1996), 625
- 22) 藤村 亨, 下村順一, 五味修二, 片山道雄, 小林勇二: までりあ, **34**(1995), 783
- 23) 白井幸夫, 谷本 匡, 山本 公: 材料とプロセス, **10**(1997), 698
- 24) 山田 圭, 鯨井 修, 長谷川良佑: 日本分析化学会年会講演要旨集, **3A13**(1991)
- 25) たとえば, 作石敏幸, 佐々木勝寛, 黒田光太郎, 坂 公恭: 第 116 回日本金属学会春季大会講演概要, (1995), 229
- 26) 前田千寿子, 星 亨, 松島朋裕, 下村順一, 磯部 誠, 佐藤昭一: 材料とプロセス, **8**(1995), 992
- 27) 太田裕樹, 福永章子, 吉岡啓一: 材料とプロセス, **10**(1997), 701
- 28) 石川 伸, 河野雅昭, 前田千寿子, 石井和秀, 下村順一, 吉岡啓一: 日本金属学会誌, **60**(1996), 463
- 29) 福田國夫, 宇城 工, 佐藤 進, 太田裕樹: 鉄と鋼, **84**(1998), 345
- 30) 太田裕樹: 川崎製鉄技報, 投稿予定
- 31) 石川 伸, 藤澤光幸, 下村順一: 材料とプロセス, **8**(1995), 1403