

川鉄テクノロジー(株)における分析・評価技術*

福田 文二郎*2

Chemical and Physical Analysis in Kawasaki Steel Techno-research Corp.

Bunjiro Fukuda

1 はじめに

川鉄テクノロジー(株)分析・評価センターは、1984年に川崎製鉄の分析業務を別会社組織として分離独立し、分析評価技術を川崎製鉄外からの要請にも応じられる体制として発足した。その後15年を経過し、川崎製鉄の鉄鋼生産を支える分析業務を担当するとともに、培った技術と多様な保有設備を活かして、各種鉄鋼製品やLSIなど多様な材料の元素および化合物の同定や定量分析のみならず、以下のような業務への展開を図ってきた。その結果、多くの企業、官公庁、研究機関などからの分析試験の受託は年を追って増加し、営業基盤も拡大している。

- (1) 金属、非金属材料や半導体などの微小領域の構造・形態の観察や解析
- (2) 大気、水質などの環境測定、土壌中の重金属、有機塩素系化合物(ダイオキシン類含む)などの分析
- (3) 金属材料を主体とした製品、構造物の機械試験や物理試験などの材料特性の測定ならびに機械部品や構造物などの非破壊試験
- (4) 各種電子部品の不良解析および電気的・光学的解析・評価
- (5) 分析技術の相談、コンサルタント業務および標準試料や分析装置の販売
- (6) 埋蔵文化財調査

本稿では上述の分野の中から主要な7分野の技術を紹介する。

2 分析分野

2.1 元素分析

川鉄テクノロジー(株)では、鉄鋼製品および原材料を中心に、非鉄金属、セラミックス、半導体関連材料を対象として熟練を要する化学分析から最新技術を採用した機器分析まで幅広い方法を駆使して対応している。川鉄テクノロジー(株)で実施している主な分析手法、分析対象元素および濃度範囲をTable 1に示す。重量法、容量法、吸光光度法などの湿式化学分析法は酸またはアルカリなどで試料を溶液化して分析する方法で、主成分含有量分析に適している。重量法、容量法は絶対値として含有量を求める手法であり、機器

分析が発達した現在でも鉄鉱石の全鉄、ステンレス鋼中のNi、Crの定量や基準分析法として必要不可欠である。誘導結合プラズマ発光分光分析法(ICP-AES)、原子吸光光度法(AAS)は不純物の分析などに用いられる。ICP-AESは微量域から比較的高濃度までの範囲で多元素を同時に、短時間で定量することが可能であり、鉄鋼試料に対してはルーチン分析での多成分同時定量に適している。電気加熱原子吸光法(ET-AAS)やICP質量分析法(ICP-MS)はppm-ppbオーダーの極微量分析に適用している。ファインセラミックスなどの難溶解性試料に対しては、加圧分解法やマイクロウェーブ分解法を用いて溶液化し、これらの手法と組み合わせで定量することができる。

シリコンウェハーなどの半導体関連材料などの極微量分析については前処理から分析まで一貫してクリーンルーム内で実施している。ICP-MSを用いる場合は、主成分の影響の除去および濃縮による感度向上を目的に、測定成分をマトリックスから分離して分析することが多い。たとえば、太陽電池用高純度シリコン中のppbオーダー不純物の分析では加圧分解容器内でフッ化水素酸-硝酸蒸気により試料を分解して不純物のみ回収して分析している。蛍光X線分析法とスパーク放電発光分光分析法(Spark-AES)などは固体試料に対する分析手法で、製鉄、製鋼現場での機側分析に威力を発揮している。製造現場から気送管により搬送されるブロック試料は、自動サンプリング装置により切断、研磨され、分析装置に送られる。また蛍光X線法では、スラグやセラミックスなどの粉末試料をフラックスとともに溶融してガラスビードを作製することにより分析を行っている。

2.2 物理分析

物理分析では材料内部の組織や形態の分析、表面や界面の分析および結晶構造の分析が行われる。形態分析ではSEM, EPMAを用いた試料の形状観察と、同時に発生するX線を利用したEDX, WDX分析による元素分析がしばしば行われる。TEMでは通常の薄膜観察に加え、FIB(focused ion beam)を用いて材料の特定位置で断面試料を作製することにより、任意位置における内部構造観察が可能となっている。

さらにこの場合には、FE-TEMを用いると1nmφ程度の領域の元素分析が可能である。言い換えれば、分析評価領域がナノサイズに達していることになる。表面分析ではAES, SIMS, XPS, GDSなどの専用の分析装置を用いてそれぞれ極表面の微小領域(〜μm)分析、微量分析(〜ppm)、結合分析、深さ方向分析が行われる。結晶構造分析ではX線回折装置を用いて通常の解析とともに薄膜

*1 平成11年4月14日原稿受付

*2 川鉄テクノロジー(株) 分析・評価センター営業・企画部長 取締役

Table 1 Analytical method and measurable content range

Analytical method	Analyzed elements	Measurable content range ($\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)				
		1	10^{-3}	10^{-6}	10^{-9}	10^{-12}
Gravimetric method	Si, W, Cu etc.		(1%)	(1 ppm)	(1 ppb)	(1 ppt)
Volumetric method	Fe, Ni, Cr etc.					
Spectrophotometric method	P, Si, B etc.					
Flame AAS ¹⁾	Na, K, Cr etc.					
Electrothermal AAS ¹⁾	Na, Fe, Ca etc.					
ICP-AES ²⁾	Mn, Cu, P etc.					
ICP-MS ³⁾	B, Mo, U etc.					
X-ray fluorescence method	Al, Si, Ca etc.					
Spark discharge AES ⁴⁾	C, Al, Mn etc.					
IR ⁵⁾ method	C, S, O etc.					
Thermal conductivity method	H, N etc.					

1) AAS: Atomic absorption spectrometric method

2) ICP-AES: Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

3) ICP-MS: Inductively coupled plasma mass spectrometric method

4) AES: Atomic emission spectrometric method

5) IR: Infrared absorptiometric

LSI. 2

LSI. 2 (Cl > 0.20)

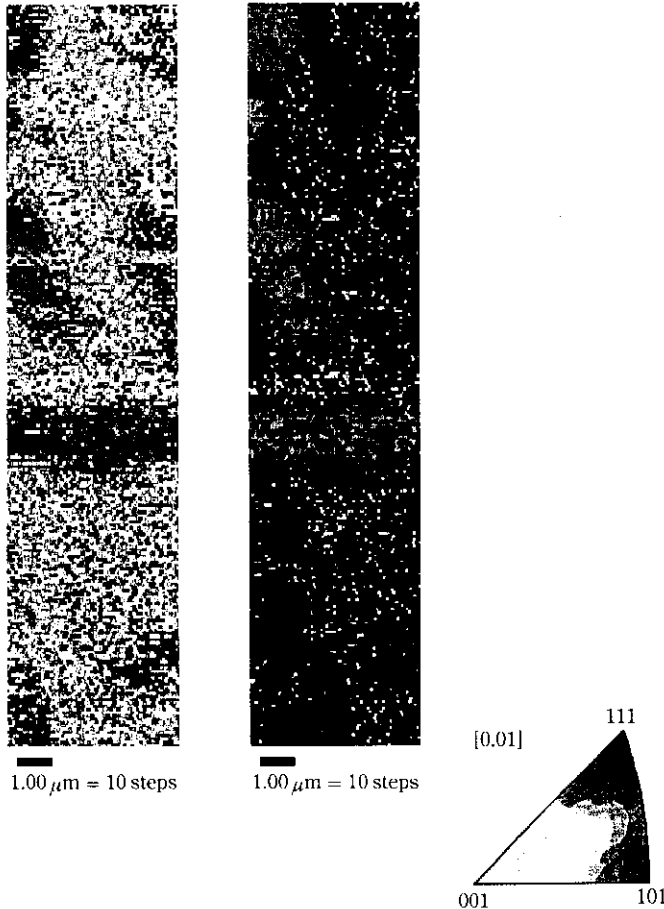


Fig. 1 Orientation mapping of aluminum line in LSI by use of EBSD

回折、微小回折、応力解析が行われる。このようにさまざまな分析法を組み合わせることによって形態観察、表面分析などに対する基礎データが得られる。特殊な分析として EBSD (electron backscatter diffraction) 法も開発しており、Fig. 1 に示すように微細部の迅速結晶方位分析に威力を発揮している (Fig. 1 は線幅が $1\mu\text{m}$ 程度

の LSI における Al 結晶の方位分布測定例)。配線表面の凹凸の影響も受け、方位の不明瞭な部分もあるが、(111) を中心にずれ 15° 未満で粒径 $1\mu\text{m}$ 程度の結晶が確認されている。右側の図は解析の際、各測定点の EBSD パターンにおいて方位解析が信頼できるもののみを示している。測定間隔が $0.1\mu\text{m}$ なので、サブミクロンの線幅のものでも測定可能である。

2.3 環境分析

環境分析は水質分析、大気分析および廃棄物分析に大別される。このうち水質分析では工場排水やプラント内の循環水など主に液体試料を対象とし、大気分析では排ガスや環境大気などの気体試料を、廃棄物分析は汚泥や一般・産業廃棄物など固形物を対象としている。それぞれ対象試料の汚染指標や有害汚染物質の量などを測定している。ここ数年、環境問題の高まりとともに、ダイオキシンなど新規物質の分析が必要になり、高精度な分析技術が求められている。川鉄テクノロジー(株)においては川崎製鉄と共同でダイオキシン分析についての技術を確立した。今後とも幅広く顧客ニーズに応えるべく技術開発を進めている。

2.4 有機分析

有機化合物の主成分組成や化学構造の解析、同定を行っている。FT-IR を用いた分析では試料の持つ官能基の種類やおおまかな材料の系列を判定し、さらに詳しい化学構造情報が必要な場合には NMR 分析を行う。有機化合物でその構成単位や繰り返し数を知るために GC/MS, FD-MS など質量分析を実施する。樹脂など溶剤に不溶性の場合は Py-GC/MS などを用いる。Py-GC/MS は試料を瞬間的に加熱分解して生じた分解ガスを GC/MS で分析する方法である。有機分析ではひとつの方法ですべてがわかることは稀であり、豊富な経験をもとにして種々の方法を組み合わせてお客様のニーズに答えている。

3 材料評価

3.1 破損解析

破損解析では材料の変形や破壊の状態観察調査から材料に加わる

力学的条件(形状,外力の種類,負荷速度など)や環境条件(温度,腐食性など)を類推し破損発生原因を推定する。特に金属性の機械部材の破損解析は,SEMによる破面の詳細な観察,EPMAなどによる微小部の成分分析などにより定量的な議論も可能となっている。材料評価で重要な強度試験(引張・硬さ・衝撃・曲げ・疲れ・高温強度)は川鉄テクノロジー(株)技術支援センター所有の大型構造物試験機を含めて多数の試験機を保有しており,お客様のニーズに応えている。

3.2 非破壊検査

川鉄テクノロジー(株)が実施している非破壊検査の種類は(1)放射線透過,(2)超音波探傷,(3)磁気探傷,(4)浸透探傷,(5)渦流探傷の5種類であり,日本非破壊検査協会認定の資格を有する非破壊検査技術者が各種の試験装置を用いて業務を行っている。川鉄テクノロジー(株)では単なる非破壊検査だけでなく,たとえば傷の検査では分析,材料試験,物性評価などの破壊試験を併用することにより,使用されている材料の適・不適の評価,製造技術の改善を含めた品質改善および各種装置,設備など構造物の保守管理と寿命評価のためのアドバイスも行っている。

3.3 電子デバイス解析

川崎製鉄グループが保有する電子デバイスの開発,品質保証技術と長年培った分析技術を用いて電子部品(LSI,個別電子部品,回路基板)の不良解析を行っている。中でも実装不良については高感度X線解析やこれまでに培ったはんだ関連の解析に注力し,お客様のニーズに的確かつ迅速に応えている。

4 技術販売

(1) 標準試料販売

(社)日本鉄鋼連盟の委託を受け,日本鉄鋼認証標準物質(JSS)の販売を行うとともに,鉄鋼,鋳鉄の製造の工程管理に用いられる発光分光分析,蛍光X線分析の機器標準化用試料の製造・販売も行っている。

(2) 技術支援

分析装置の利用技術を持たない企業に対し,分析装置の選択から導入,操業指導を行うとともに,周辺設備も含めたメンテナンス業務も行い,分析技術全般にわたる支援を実施している。国外においても,製鉄所建設の分析試験部門のコンサルティング業務も行っている。

5 むすび

川鉄テクノロジー(株)分析・評価センターの受託業務の概要を紹介した。目覚ましい技術革新の時代において,より高度な技術・信頼性がお客様より要求されており,それらに対処すべく各分野のみならず総合的な判断力を持ってデータを提供している。

川鉄テクノロジー(株)分析・評価センターは1998年6月にISO9002を取得し,「最高の品質,サービスを提供する」を品質方針として優秀な技術者を揃え,あらゆるニーズに短期間でかつ的確に応えられるように日々努力している。今後とも時代の流れに遅れることなく常に分析技術の向上に努め,安心してご利用いただけるようにしたいと考えている。