

分析技術の維持, 改善及び標準化を共通課題として分析部門の機能向上, 生産性向上, コストダウンに寄与できる分科会活動を目指すと共に, 国内外の関連する機関との協力体制を考えながら活動を推進していく予定である。

最後になったが各事業所のこれまでの協力に感謝の意を表するとともに, 今後の更なる積極的な活動を期待している。

文 献

- 1) 日本鉄鋼業における分析技術(日本鉄鋼協会共同研究会

鉄鋼分析部会編)(1982), p. 181

- 2) 岸高 寿, 針間矢宣一: 鉄と鋼, **67** (1981), p. 54

- 3) 岩田英夫: 鉄と鋼, **73** (1987), p. 1103

- 4) 針間矢宣一: 鉄と鋼, **74** (1988), p. 1540

- 5) 秋吉孝則: 鉄と鋼, **76** (1990), p. 1248

- 6) コベルコ科研: 日本鉄鋼協会共同研究会鉄鋼分析部会第13回化学分析分科会提出資料(化学-324)(1990)

- 7) 住友金属工業: 日本鉄鋼協会共同研究会鉄鋼分析部会第13回化学分析分科会提出資料(化学-323)(1990)

- 8) 科学技術庁金属材料技術研究所: 日本鉄鋼協会共同研究会鉄鋼分析部会第13回化学分析分科会提出資料(化学-316)(1990)

— 機 器 分 析 分 科 会 —

小 野 昭 紘*

— Report of Instrumental Analysis Subcommittee —

Akihiro ONO

1. 機器分析分科会活動の経過

1.1 分科会設置の経緯

日本鉄鋼協会共同研究会機器分析分科会は, 歴史が古くその前進が1963年(昭和38年1月)に発光分光分析分科会および蛍光X線分析分科会が発足したことに始まる。当時は転炉製鋼法が普及し始め, 鉄鋼分析に機器分析の導入が進められている状況下であり, 当分科会は機器分析を能率よく現場作業に移行できるようにし, 迅速化, 合理化を鉄鋼各社が協力して当たることをまず第一の目的とした。

その後, 両分科会は1984年(昭和59年11月)日新製鋼(株)呉製鉄所で開催された第45回発光分光分析分科会, 第46回蛍光X線分析分科会まで後述のように精力的な活動を展開した。この時期は両分科会が発足してから実に約20年の長い年月が経過しており, 発光, 蛍光両分析技術は鉄鋼製造の工程管理分析法として必要不可欠な確固たる地位を築いていた。一方, 製鉄現場の分析部門の合理化も進められ, スタッフ要員の削減の影響により当時鉄鋼分析部会に設置されていた5分科会, 2小委員会全体の活発な活動の維持が苦しい状態となっていた。また, 分科会における検討課題も単に共同実験

のみでは解決できないような難題が多くなっている状況にあった。

以上のような状況から, 1985年から発光, 蛍光両分科会は組織を一つに統合して機器分析分科会として活動することになった。第1回機器分析分科会は1985年5月神田学士会館で開催され, 新分科会の運営方針として, (1)共同研究活動を通して新しい技術の評価および普及, 技術的課題の解決, 情報の交換, (2)標準化の推進, (3)分析設備, 組織, 要員, 管理体制についての情報交換が承認された。また具体的な進め方としては, 各テーマごとにワーキンググループ(WG)を設けて研究, 検討する体制が採用された。このような方針および研究体制のもとで, 現在までの7年間活発な活動を続けてきている。

1.2 分科会の組織と運営

発光分光分析分科会, 蛍光X線分析分科会および機器分析分科会の運営は, それぞれ特徴をもって遂行されてきた。発光, 蛍光両分科会は, 多少の差はあるものの基本的には主査および直属幹事と数名の幹事からなる幹事会によって方針が決められ, 各社の現行分析法の実態や自発研究から問題点を把握し, 共同実験の方法を検討して素案を作り, これを全体会議である分科会で再検討

* 機器分析分科会主査 新日本製鉄(株)先端技術研究所主任研究員 理博(Advanced Materials & Technology Research Laboratories, Nippon Steel Corp., 1618 Ida Nakahara-ku Kawasaki 211)

Key words: instrumental analysis; emission spectrochemical analysis; fluorescent X-ray analysis; iron and steel.

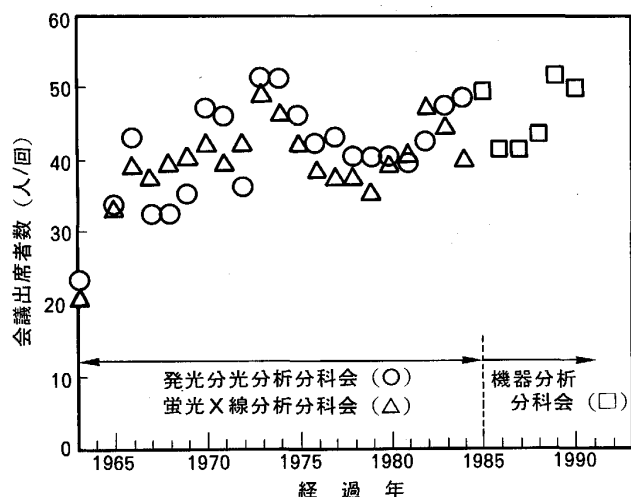


図 1 機器分析分科会会議出席者数の推移

して共同実験を実施し、問題点の解明に当たるという運営方法をとってきた。新組織の機器分析分科会の、具体的な進め方としては、各テーマごとにリーダーおよび 10 名程度の委員による WG 体制を採用し、WG における活動内容を分科会に逐次報告して討議する方法をとってきた。このように各分科会は、主査を中心にこれを直属幹事、分科会幹事、WG リーダーが補佐して基本方針を立て、分科会全体で共同実験結果等の審議を行うという全員参加の方法をとってきたことが大きな成果を得てきている一因と考えられ、評価される点である。

各分科会組織の発展の様子を分科会会議の出席者数から見てみる。図 1 には年 2 回開催された各分科会会議の出席者数の平均を示した。発光分光分析分科会の規模は、発足した 1963 年には出席者数 23 名 (18 事業所) であったが、その後急速に増加し 10 年後の 1973 年には 51 名のピークに達した。その後、1973 年に起こったオイルショックの影響で暫時減少し 40 名程度となり 1984 年の最終会議では 48 名 (44 事業所) と復活してきた。蛍光 X 線分析分科会もほぼ同様な傾向を示し、発足した 1963 年には会議出席者数は約 20 名 (7 事業所) であったが、1973 年には出席者数 49 名と増加し、その後暫時減少し 38 名程度となり 1984 年の最終会議では 39 名 (38 事業所) であった。

1985 年から発足した機器分析分科会は、1990 年までの 6 年間参加事業所数は 44 か所で変わらないが、出席者数は当初約 40 名であったものがここ 2 年間は 50 名で増加傾向にある。発光、蛍光両分科会発足から 28 年間を経過した現在、合理化による分析要員の削減がなされたにもかかわらず大きな規模である。今後も機器分析分科会はこの規模で維持されていくものと考えられ、これだけの事業所が一丸となって分析研究を行っている組織は他に例を見ない貴重なものである。

2. 分科会活動の成果

2.1 分科会活動のあらまし

発足当初からの発光・蛍光両分科会の活動状況は 1973 年までは「鉄と鋼」の分析特集号¹⁾に、またそれ以降 1980 年頃までは鉄鋼分析部会 50 回記念誌として発行された「日本鉄鋼業における分析技術」²⁾に報告されている。

ここでは 1980 年までの活動の概要を述べ、続いてそれ以降の活動について紹介する。これまでの活動の全体観をつかむために発光、蛍光両分科会が発足した 1963 年以降の活動および機器分析分科会組織となって現在までの活動の概要を表 1 にまとめて示した。

2.1.1 発光分光分析分科会の活動

(1) 規格の整備, 改正 (JIS G 1203, 1253)

分科会発足当初から各事業所の現行分析法の実態調査等により把握した JIS 法についての問題点を共同実験により明確にし、JIS 法の裏づけデータあるいは改正点とする地道な活動を続けた。

(2) 検出限界の明確化

低濃度標準試料を対象に共同実験を実施 (1970~1974 年) し、各試料の標準偏差の回帰から濃度ゼロの標準偏差を推定し、この 3 倍を検出限界とした。

(3) C, P, S の予備放電時間の検討

鉄鋼中の C, P, S について、定量精度が最もよくなる予備放電時間を共同実験を実施して見出した。

(4) 共存元素の影響の調査

試料中に共存する元素の影響を明確にし、各所で行っている補正法の妥当性を知るために、鉄基二元系試料を用いて共同実験を実施した。

(5) 分析精度の調査

低合金鋼 (1964 年, 1980 年) および高合金鋼 (1966 年, 1978 年) の分析精度を共同実験を実施して求めた。また、1979 年には PDA (Pulse Distribution Analyzer) を組み込んだ装置が普及してきたので、鋼中 Al の定量精度を確認するための共同実験を実施した。その結果、酸可溶性 Al の精度は原子吸光法に及ばないものの現場分析的な迅速分析法としての有効性を確認した。

(6) 標準試料に関する調査

市販標準試料の利用状況調査を 1979 年に、JSS 低合金鋼シリーズの評価の共同実験を 1980 年に実施した³⁾。C 定量における標準試料と実用鋼との不一致について 1984 年にまとめが報告されたが、熱処理履歴 (急冷処理) の差が C 定量値に鋭敏に現れ、予備放電の工夫によってもそのバイアスは解消困難であるとした。

2.1.2 蛍光 X 線分析分科会の活動

(1) 規格の制定, 改正 (JIS G 1204, 1256)

分科会発足当時は、JIS 制定作業を第一に取り上げ、JIS 原案の作成に着手し、JIS G 1204 (1966), JIS G

表 1 機器分析分科会の活動経過の概要

期 間	分科会 名 称	発光分光分析法	蛍光 X 線分析法
1963 年 (昭和 38 年)	発 蛍 光 光	(1) JIS G 1253, 1203 (鉄および鋼の光電測光発光分析方法, 同通則, 1963 制定) に対する意見聴取および現行分析方法の実態調査 (2) 炭素鋼, 低合金鋼分析方法の共同実験の実施 (所間誤差, 共存元素の影響) (3) 高合金鋼分析方法の実態調査, JIS G 1253 の高合金鋼への適用の決定 (4) 微量元素分析方法の実態調査 (Al, B, As など) (5) ステンレス鋼分析方法の共同実験の実施 (共存元素の影響, 所内, 所間精度調査)	(1) JIS G 1204 (鉄および鋼の蛍光 X 線分析方法の通則) JIS G 1254 (ステンレス鋼の蛍光 X 線分析方法, 1966 年制定) 原案作成, 共同実験の実施 (2) JIS G 1255 (鋳鉄, 炭素鋼および低合金鋼の蛍光 X 線分析方法) の原案作成, 共同実験の実施 (広範囲濃度域での正確さの把握, 適用可能元素の決定) (3) 標準試料の作製 (4) 鋼種別 JIS 制定方法の改善案審議
1970 年 (昭和 45 年)	分 X 光 線 分 析 分 科 会	(1) 炭素鋼, 低合金鋼分析方法の共同実験の実施 (2) 分析装置の保守についての実態調査 (3) 微量元素分析方法の実態調査 (定量元素, 定量下限決定方法) (4) 共存元素の影響調査のための共同実験の実施 (5) 微量元素分析方法の共同実験の実施 (16 元素の検出限界調査) (6) JIS Z 2611 制定に伴う JIS G 1253 改正案の作成 (1973 年改正)	(1) d_j 補正定量法検討のための共同実験の実施, d_j 値決定のための共同実験の実施 (2) d_j 補正定量法の確立 (3) d_j 補正定量法を原則とし, 鉄鋼材料全体に適用可能とする JIS G 1256 (鉄および鋼の蛍光 X 線分析方法, 1973 年制定, JIS G 1254, 1255 は本規格に吸収) の原案作成 (4) 鉄鉱石のブリケット定量法の検討, 共同実験の実施 (湿式粉碎, Co 内標準)
1975 年 (昭和 50 年)	分 科 会	(1) PDA 法による鋼中 Al 分析評価のための共同実験の実施 (2) 高合金鋼の分析精度の確認のための共同実験 (第 2 次) の実施 (3) 標準試料利用状況のアンケート調査の実施	(1) 鉄鉱石のガラスビード定量法の共同実験の実施, 鉄鋼協会法 ISIJ-201 (1977) に制定, JIS M 8205 (1983 年制定) 原案作成 (2) 検出限界, 定量精度確認の共同実験の実施 (3) JIS G 1204 (1966), 1256 (1973) 改正案の作成 (1978 年, 1982 年改正)
1980 年 (昭和 55 年)		(1) JIS G 1253 (1976) 改正案の作成 (1983 年改正) 共同実験の実施 (2) 低合金鋼標準試料の評価 (均質性, 熱履歴等実用鋼との違い) のための共同実験の実施 (3) ICP 発光分析法の精度等現状把握のための共同実験の実施	(1) 鉄鉱石/微量元素成分定量目的で, ブリケット法の再検討, 共同実験の実施 (2) d_j 補正法と α 係数補正法の比較, 検討, 共同実験の実施 (3) ISO TC102/SC2 で検討中の鉄鉱石のガラスビード定量法の検討
1985 年 (昭和 60 年)	機 器 分 析 分 科 会	(1) 発光分析による微領域 (C, P, S, B, Al, Ca) 定量精度確認 WG 活動 (1988 年終了) (2) 鉄鋼分析部会 ICP 分析 WG 活動 (1986 年終了) (3) 鉄および鋼の ICP 発光分光分析法の規格化 (JIS G 1258, 1989 年制定) (4) 微量 C (<100 ppm) の発光分光分析法の精度向上 WG 活動 (1990 年終了) (5) 鉄および鋼の発光分光分析法の規格改正 WG 活動 (継続中)	(1) ISIJ-201 (1977) 改正 WG 活動 (規格改正 WG へ移行) (2) 鉄鉱石の蛍光 X 線分析方法の規格改正 WG 活動 (継続中) (3) 高炉スラグの蛍光 X 線分析方法検討 WG 活動 (継続中) (4) Ti 合金の蛍光 X 線分析方法検討 WG 活動 (継続中) (5) 鉄および鋼の蛍光 X 線分析方法の規格改正 WG 活動 (継続中)
1990 年 (平成 2 年)			

1254 (1966) が公布された。続いて JIS G 1255 (1970) が当分科会の共同研究結果をもとに完成して公布された。その後鋼種別 JIS 制定を見直し, d_j 法による共存元素の補正法を確立して, 鉄鋼材料をすべて網羅する JIS G 1256 (1973) を制定した。また, その後上記 JIS の改正を行い, JIS G 1204 (1978), JIS G 1256 (1982) として制定された。

(2) d_j 補正法の確立

これまで対象鋼種ごとに定めていた JIS 法は, 鋼種間に共通な補正法を規定できれば, 鉄鋼材料全体に適用可能となるとのニーズから本補正法を検討した。共同実験により補正法を確立し, また d_j 値を求めた。

(3) 検出限界の明確化

第 3 次にあたる共同実験を実施し, 検出限界を求めた。本実験結果をもとに 29 元素の定量下限も求め, JIS G 1256 (1982) に記載した。

(4) d_j 補正法と α 補正法の比較⁴⁾

両補正法の意味付けを整理し, ステンレス鋼中の Ni, Cr 定量を例に両補正法の正確さの比較評価を行った。

(5) 鉄鉱石の分析法

最初に検討した湿式粉碎/Co 標準ブリケット法の問題点を解消するためにガラスビード融解法の共同実験を実施し, ブリケット法より精度, 作業性が優れることを明らかにした。数次の共同実験結果を盛り込んだ分析手法を案文し, 1977 年に鉄鋼協会法 (ISIJ-201-1977) に制定した⁵⁾。また融解剤, 温度, ビード内成分の偏析等について改善を加え, JIS M 8205 (1983) の原案を作成した。

(6) 標準試料の整備

JSS 低合金鋼シリーズの評価の共同実験および市販標準試料の比較検討などを行った。大部分の元素については標準値と蛍光 X 線強度とに十分な相関があるが, 炭化物や硫化物等析出物として存在しやすい元素は対応が悪いとしている。 d_j 補正法の検討の共同実験で必要となった鉄基二元系, 三元系合金試料は溶製して用いたが, 一部は JSS FXS シリーズ標準試料となっている。

2・1・3 機器分析分科会の活動

(1) ICP 発光分光分析法の規格化

1980 年前後の ICP 分析法の急速な鉄鋼分析への導入に伴い、発光分析分科会で実施した ICP 分析の現状調査と共同実験結果を 1983 年に報告した。その後、ICP 分析法の化学分析法と機器分析法との両面性を考慮し、化学、機器両分析分科会との合同 WG を発足させ、規格化に取り組んだ。ICP 分析 WG の第 1 期の活動として行った共存元素や試料溶液調製時の誤差要因調査などの共同実験結果から、低合金鋼までの鋼種で Si, Mn, P, Ni, Cr, Mo, Cu, V, Co, Ti, Al の 11 元素に限定した標準分析法を確立した。これを JIS 法原案とし、室内および室間許容差を求める共同実験を実施して分析精度を確認し、1989 年に JIS G 1258「鋼の誘導結合プラズマ発光分光分析方法」として制定された。

(2) 発光分析における微量域元素の定量精度の確認⁶⁾

高純度鋼の生産指向が活発になり、微量成分濃度の制御が鋼の品質管理に重要な意味をもつために微量域成分の分析精度の改善の要求が高まった。このような状況にあった第 2 回会議 (1985. 10) において、本 WG は 11 事業所をメンバーとして発足した。C, P, S, Al, Ca, B の 6 元素を対象に分析条件、精度の実態調査および精度向上のための最適分析条件の技術的検討を行い、1988 年 5 月に共同実験結果などのまとめを報告して終了した。現状の分析精度については P, Ca, S は要求精度を満たしているが、C, Al, B は不十分であり、定量下限については特に C, Al が生産鋼種の下限値をカバーできていないことなどを明らかにした。また、精度向上のための検討結果および今後の課題についてもまとめた。

(3) 微量 C の発光分析法の精度向上⁷⁾

上記微量域元素の定量精度確認 WG の活動結果として C の定量感度、精度の向上が課題としてあげられた。この課題に取り組むために第 8 回会議 (1988. 11) において、本 WG が 7 事業所をメンバーとして発足した。分科会で提案された長時間予備放電法が本研究課題解決に有効な手段となり得ることを確認する目的で活動を開始し、第 11 回会議 (1990. 6) に共同実験結果のまとめを報告し終了した。C 濃度 5~100 ppm の 7 試料を対象に行った共同実験の結果は、放電回数 4000~10500 パルスの長時間予備放電の場合の正確さ (σ_d) および精度 ($\sigma_n - 1$) は、放電回数 2000 パルス以下の予備放電の場合に比べていずれも向上することなどを明らかにした。

(4) 鉄および鋼の発光分析 JIS 法の改正

発光分光分析関係の JIS 規格の見直しの必要から、第 8 回会議 (1988. 11) で本 WG が 8 事業所をメンバーとして発足した。第 9 回会議 (1989. 5) で活動方針を報告すると共に、機器分析分科会全メンバーを対象に関連 JIS 改正に対するアンケート調査を実施した。また、写真測光法による発光分光分析装置の設置事業所数の調査

を実施した。これらの調査結果を参考に審議し、JIS G 1202-1975「鉄鋼の発光分光分析方法通則」、JIS G 1251-1976「銑鉄及び鋳鉄の発光分光分析方法」、JIS G 1252-1975「炭素鋼及び低合金鋼の発光分光分析方法」の各規格については廃止し、本 WG は JIS G 1253-1983「鉄及び鋼の光電測光法による発光分光分析方法」の改正に取り組むことにした。その後現在までに、5 回の委員会を開催すると共に約 30 事業所の参加を得て、(1)炭素鋼、低合金鋼、銑鉄および鋳鉄、ステンレス鋼を対象とした定量精度、定量下限の確認、(2)溶製した二元系、三元系試料による共存元素補正係数の算出を目的とした共同実験を実施中である。1993 年の次期改正を目標に全面的な改正をはかるべく活動中である。

(5) 鉄鉱石の蛍光 X 線分析 JIS 法の改正

第 1 回会議 (1985. 5) において、ISIJ-201-1977 改正 WG が 6 事業所をメンバーとして発足した。当時 ISO 法 (TC102/SC2/WG15 Draft) の審議が進んでおり整合性の問題から JIS 法の改正が必要となる状況にあったが、JIS M 8205-1983 の改正に先立って ISIJ 法の改正を進めておくとの考えからであった。その後、第 5 回会議 (1987. 5) において WG の名称を標記のように変更した。ISO 法制定のための審議は SC2/WG15 では終了したものの SC2/WG27 で現在も継続中であり、JIS 改正作業はその動向を見守るかたちで現在に至っている。

(6) 高炉スラグの蛍光 X 線分析方法の検討⁸⁾

第 8 回会議 (1988. 11) において、溶融ビード法および粉末ブリケット法での共同実験による定量精度の確認および鉄鋼スラグ協会の依頼に応えることを目的に本 WG が 8 事業所をメンバーとして発足した。WG メンバーを対象に現状分析法の問題点についてアンケート調査を実施し、第 9 回会議 (1989. 5) で活動方針を報告すると共に、各事業所の現行分析法の定量精度を確認する目的の第 1 回共同実験を実施した。各事業所で採取した高炉スラグ試料を対象に、T, Fe, CaO, SiO₂, Al₂O₃, MgO, MnO, S, TiO₂ の 8 成分について、溶融ビード法、粉末ブリケット法および化学分析法で実施した。精度向上のために検量線作成試料を含めてできるだけ分析方法を統一して第 2 回共同実験を実施した。その結果、(1) 所内精度は全体的には粉末ブリケット法の方が溶融ビード法より優れる、(2) 所間精度は成分によって良否が別れる。SiO₂, Al₂O₃, CaO, TiO₂, MnO は溶融ビード法が優れるが、MgO, T, Fe, S は粉末ブリケット法の方がやや優れる、(3) 正確さは各成分共溶融ビード法が優れる等の点を明らかにした。また、標準試料は現在 JIS の 5 本きりなく、成分の濃度範囲が広い標準試料の整備が必要との提言を行った。本 WG は、粉末ブリケット法における試料粒度等若干の検討を追加し、本年中に終了報告書を作成して解散の予定である。

(7) Ti 合金の蛍光 X 線分析方法の検討

第8回会議(1988.11)において、共同実験を通して分析条件や定量精度の実態の把握および標準試料の問題等を明らかにする目的から本WGが10事業所をメンバーとして発足した。最初にWGメンバーを対象にTi合金分析の実状調査を行った。その結果、分析対象品種はTi-6%Al-4%V、純Ti、Ti-6%Al-2%Sn-4%Zr-2%Mo、Ti-6%Al-2%Sn-4%Zr-6%Mo、Ti-5%Al-2.5%Snおよびその他12品種で、分析件数は大略各所100~200件/月であることを明らかにし、また分析上の問題点を整理した。第9回会議(1989.5)で活動方針を報告すると共に、各所で手持ちの標準試料を用い、Al、V、Sn、Fe、Cr、Mo、Zr、Mn、Cu、Ni、Siの11元素を対象に研磨紙の材質等試料調製の影響および定量精度に及ぼすマスク径の影響についての予備共同実験を実施した。その後、二元系試料(Ti-Al、V、Sn、Zr)の溶製を行い、検出下限と重なり補正係数および共存元素の補正係数を求める共同実験を現在実施中である。

(8)鉄および鋼の蛍光X線分析JIS法の改正

第8回会議(1988.11)において、JIS G 1256-1982「鉄及び鋼の蛍光X線分析方法」の見直しを目的に本WGが5名のメンバーで発足した。本分科会メンバーを対象にJIS改正に対するアンケート調査を実施し、その結果を第11回会議(1990.6)に報告して改訂方針を定め、現在活動中である。

3. 今後の展望

以上概括的に本分科会の活動状況について紹介した。発光、蛍光両分析分科会発足当初は、これらの分析技術を従来の化学分析法にかわって能率のよい工程管理分析法として軌道にのせるための活動を続け、現在の世界一の技術の確立を果たした。その後機器分析分科会と改称後の現在まで、発光、蛍光分析技術を中心に各テーマについてWGを組織し、分析法の問題点の検討および規格の制定、改正作業を精力的に推進してきた。

発光、蛍光両分科会発足当初は、平炉から転炉への移行に代表される製鋼技術の大変革があったが、オイルショック以降現在にかけてはこれまでの量産体制にかわって、一般鋼材のいっそうのコストダウンと高級鋼材の多品種生産のニーズから各種取鍋精錬の採用に見られるような製鋼技術の変革と進歩が起こっている。従って、本機器分析分科会に要求される検討課題も広範囲となり高度の技術開発を必要とするようになってきている。例えば、高純度鋼の生産においてはきわめて低濃度域のC、P、S等の微量元素を従来より更に迅速に分析することが要求されている。特にCについては、発光分析による工程管理分析では10 ppmレベルのような低濃度域の定量精度が不足し、化学分析による確認が必要となっておりニーズに十分応えていない状況にある。

このように、今後の本分科会の研究対象は難問ばかり

が残された状況にあることを認識しなければならない。微量Cの高精度、迅速分析法の確立、ガス分析手法に頼っている微量N、O分析の迅速機器分析化、微量成分の高精度化と迅速化に密接に関係する溶鋼サンプリングおよび試料調製技術の開発、迅速化の極限を追求するオンサイト分析法あるいはオンライン分析法の開発など難題は山積みされている。

これらの問題解決への取り組み姿勢としては、WG中心の進め方を基本的に採用するにしても、より掘り下げた研究的な対応が必要である。特に共通基盤の技術である分析分野においては、むしろ製鋼等他分野のように各企業間の競争も必要だが、共通する課題に対してはむしろ共同で研究開発を進めていくのが得策である。各事業所における分析分野の要員合理化もかなり進められており、事業所間で同じ課題に対する重複した研究は極力なくし、総合的に本分科会で対応することにした。ニーズに対して後追いの対応を避けるためには、分科会の指導性、先見性が要求される。各事業所で発生している問題点を常時把握し、その中から共通性の強い課題を的確な時期に取り上げることが重要である。これには分科会の幹事会組織を有効に機能させる等の工夫をしたい。更に突っ込んだ研究開発を行う際に、必要に際して大学等他の研究機関との共同研究あるいは分析装置メーカーの協力を得るなど柔軟な対応が望まれる。

本分科会のもう一つの大きな任務に標準化がある。これは時代に即応した分析規格を制定する重要な作業である。作業量が多く分科会活動業務のかなりの部分を占めているが、今後とも従来と同様に積極的な対応が必要である。しかし、近年の国際化の流れから、これまでのJIS中心からISO中心の考え方に切り替える必要が生じてきており、その対応の仕方は今後かなり異なったものとなる。JIS法の制定や改正はISO法との整合性を第一に考え、ISO法の規格制定動向と歩調を合わせ、ISO等他の委員会との連携を密にして効率よく作業に当たる必要がある。本分科会の活動は、鉄鋼業全体の研究活動から見ると地味であるが、鉄鋼業の経済面、技術面においてきわめて多大の貢献をしてきたことを確信している。分科会各位の地道な努力、各種の自発研究および膨大な共同実験作業におしめないご協力の賜であり、深く感謝するしだいである。日本各地の50事業所が一同に会して分析の研究活動を行っている本分科会組織は、他に例を見ない貴重なものである。今後もこの規模を維持し、鉄鋼関連機器分析技術の発展に貢献していきたいものである。

文 献

- 1) 井樋田睦, 河島磯志: 鉄と鋼, **60** (1974), p. 1752, 川村和郎: 鉄と鋼, **60** (1974), p. 1760
- 2) 日本鉄鋼業における分析技術(日本鉄鋼協会共同研究会鉄鋼分析部会編)(1982), p. 347, p. 375

- 3) 井樋田睦, 佐藤利光: 鉄と鋼, **68** (1982), p. 362
- 4) M. ITO, S. SATO, M. NARITA: X-Ray Spectrometry, **10** (1981), p. 103
- 5) 佐藤秀之: 鉄と鋼, **63** (1977), p. 1200
- 6) 日本鉄鋼協会共同研究会鉄鋼分析部会機器分析分科会, 発光分析における微量域元素定量精度の確認 WG 活動結果報告書, IA-70 (1983)
- 7) 日本鉄鋼協会共同研究会鉄鋼分析部会機器分析分科会, 微量炭素の発光分光分析精度の向上 WG 活動結果報告書, IA-116 (1990)
- 8) 日本鉄鋼協会共同研究会鉄鋼分析部会機器分析分科会, 高炉スラグの蛍光 X 線分析方法 WG 活動経過報告, IA-128 (1990)

— 表面分析小委員会 —

大 坪 孝 至*

— Report of Surface Analysis Subcommittee —

Takashi OHTSUBO

1. 緒 言

本委員会は、昭和 57 年 6 月、当時の鉄鋼協会共同研究会鉄鋼分析部会部会長の示唆を受け約 3 か月間の準備検討を経て、同年 9 月に正式に設立された。

委員会の設立にあたり、部会メンバーのうち研究所メンバーに限定して参加希望者を募り、東北大金研、新日本製鉄第一技研、日本鋼管中研（現在 NKK 鉄鋼研）、川崎製鉄技研、住友金属中研（現在 鉄鋼研）、神戸製鋼中研（現在 コベルコ科研）、日新製鋼市川研（現在 鉄鋼研）、大同特殊鋼中研、日立金属磁性材料研をメンバーとして発足した。第 2 期の活動には、上記のメンバーに加えて、(株)アルバックファイ分析センター、九州電子金属(株)半導体研究センター、静岡大学電子研が参加した。

以下に第 1 期および第 2 期の研究活動内容の概略を報告する。

2. 第 1 期 活 動

第 1 期活動のテーマとして、1) スパッタリングの精度、2) オージェ電子分光による定量分析の精度、3) X 線光電子分光による定量分析の精度、4) X 線光電子分光による化学シフトの測定精度の四つを設定した。

各テーマごとにワーキンググループ (WG) を設け、各 WG リーダーの計画に基づき共同研究を進めた。約 3 年間に数多くの実験と十数回の討議を重ねて第 1 期の活動を完了して、その成果の一部を日本鉄鋼協会の昭和 61 年春期討論会において発表し、さらにその詳細を委員会活動報告^{1)~4)}として報告した。

2.1 スパッタリングの精度¹⁾³⁾

(WG リーダー: 川崎製鉄 大橋善治)

(目的) AES 分析や XPS 分析で、試料を深さ方向にスパッタリングしながら分析した場合に、スパッターした時間を表面からの深さに変換して表示することを求められる場合が多い。スパッター条件や分析所が異なっても、スパッター時間から深さに変換した値が互換性をもちうるように、スパッタリング収率の決定法の標準化を最終目的とし、その前段階としてイオンビーム径が 100 μm ϕ 程度のイオンガンを備えた AES 装置を用い、スパッタリング収率決定値の各所間の相違の現状把握をおこなう。

(得られた知見) 各所で得られたスパッタリング収率 (絶対測定法) の室内再現精度は良好であったが、室間再現精度は非常に不良であった。Ar イオンの入射角の各所間の相違を補正すると所間の差異はある程度減少するものの、Ni で 1~3, Zn で 1~8, Sn で 1~3, Fe で 1~3 と大きなばらつきを示した。

一方、厚さ既知のめっき試料を用いてそれぞれの金属のスパッター速度をあらかじめ求めておき、このスパッター速度と厚さ未知のめっき試料のスパッター時間とからめっき層の厚さを推定した場合 (相対測定法) には、 $\pm 30\%$ の精度で所間のデータ比較が可能となった。

上記の絶対測定法と相対測定法での精度の相違は、前者での各所のイオン電流測定の精度が不良なこと (後者ではそれが相殺される) に起因していると推測された。

2.2 オージェ電子分光 (AES) による定量分析の精度¹⁾³⁾ (WG リーダー: 神戸製鋼中研 源内規夫)

(目的) AES では、相対感度係数を用いてオージェ

* 表面分析小委員会委員長 新日本製鉄(株)解析科学研究所 (現: (社)日本鉄鋼連盟) 主幹研究員 工博 (Materials Characterization Research Lab., Nippon Steel Corp., Now The Japan Iron & Steel Federation, 1-9-4 Otemachi Chiyoda-ku, Tokyo 100)

Key words: surface analysis; AES; GDOS; SIMS; XPS; sputtering.