

- 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.

ピーク強度から定量値に変換することが広く行われているが、これから得られる定量値の信頼性についてはあまり検討がなされていない。

基準元素のオージェピーク強度と着目する元素のオージェピーク強度との相対強度比の室間再現精度、さらにこの室間再現精度と両ピークのオージェ電子エネルギー差との関係を明らかにする。

(得られた知見) 基準元素と着目元素の AES ピークエネルギーが近接している Fe-Ni 合金と Fe-Cr 合金試料の Ni/Fe、および Cr/Fe ピーク強度比の室間再現性は良好であった。なかでも、表面汚染の影響を受けにくい Fe-Cr 合金試料の劈開破断面についての室間再現性は特に良好であった(相対誤差 $\pm 10\%$ 以内)。一方、基準元素と着目元素の AES ピークエネルギーが離れている Fe-B-P アモルファス合金の B/Fe 及び P/Fe ピーク強度比は所間で 2~3 の係数でばらついた。

上記の結果は、各所の装置の検出感度のエネルギー依存性に大きな差異があることに起因していると推定した。これは、特に低エネルギー領域で装置ごとに相対感度係数が異なっていることを意味する。一方、入射電子加速電圧、入射角などの測定条件の差は結果に大きな影響を及ぼさない。

2.3 X 線光電子分光(XPS)による定量分析の精度^{2,4)}

(WG リーダー: 住友金属中研 薄木智亮)

(目的) XPS は、固体表面の元素の化学結合状態の解明に主として用いられるが、特定の化学結合状態の元素の存在量定量が必要とされることも多い。実用的な定量法としては、検量線法が挙げられるが大気中での汚染が避けられない C や O などには適用できないという難点がある。相対感度係数を用いる定量法は、上記の難点を克服できるが、従来、所間の比較などの検討がほとんどなされていない。従って、相対感度係数を用いる定量法の信頼性を調査する。

(得られた知見) 相対感度係数を用いてバルク組成定量分析(この場合は表面酸化の影響を受けない)を行う場合、所間の相対誤差は $\pm 12\%$ 以内に収まる。

酸化皮膜の深さ方向分析では、定量分析結果に大きな差異が認められた。これは主としてスパッター深さの見積りが各所間で大きく異なったことに起因している。また、ピーク面積から定量化する場合とピーク高さから定量化する場合とで、酸化状態と金属状態の Fe と Cr の存在比に差が認められた。

2.4 X 線光電子分光(XPS)による化学シフトの測定の精度^{2,4)} (WG リーダー: NKK 中研 福田安生)

(目的) XPS では、着目する元素の特定のエネルギーレベルから放出される光電子の運動エネルギーを測定し、励起に用いた X 線のエネルギー(既知)から運動エネルギーを結合エネルギーに換算して求めて、その化学結合状態を推定する。

結合エネルギーに換算するに当たって、エネルギーの基準点が必要となる。清浄金属表面ではフェルミレベルに相当するピークの鋭い立ち上がりを利用することができる。しかし、半導体や酸化物など非導電性の試料ではフェルミレベルが明確でないので、これを基準点として利用することができない。

非導電性の試料の結合エネルギー基準点として、提案されているいくつかの代替法を比較評価する。

(得られた知見) 各所で金属 Fe, Ni, Al 試料について測定した結果は、文献値と良く一致し ± 0.4 eV のばらつきの範囲内であった。一方、酸化物試料について測定した Fe (2p_{3/2}), Ni (2p_{3/2}), Al (2p) の化学シフトの結果も、 ± 0.4 eV のばらつきの範囲内であった。両者につき、機種による差は認められない。

デシケーター内に試料を保管しても表面汚染は進行するので測定は直ちに行うべきである。汚染 C の結合エネルギーを常に 285.0 eV として基準にもちいるのは誤差を招く危険がある。また、酸化物試料を Ar イオンスパッター(短時間であっても)した場合には、化学結合状態が変化することを考慮すべきである。

3. 第 2 期 活 動

第 1 期活動により、それぞれの分野で課題が明確にされたのを受けて、第 2 期活動として、1) 深さ方向分析におけるスパッタリング収率の測定法の確立、2) オージェ電子分光定量分析における装置因子の補正法の確立、3) オージェ電子分光による状態分析法の可能性の探索、4) 酸化物試料の X 線光電子分光による定量分析法の確立、5) X 線電子分光による化学シフトの測定の精度の 5 テーマと、その後のニーズ検討にもとづいて追加した、6) シリコンウェーハの表面汚染元素の二次イオン質量分析による定量分析、ならびに 7) グロー放電発光分光法による表面分析の 2 テーマの合計 7 テーマを設定した。

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。昭和 61 年以来約 4 年間に数多くの実験と十数回の討議を重ねて第 2 期の活動を完了し、その詳細を研究報告^{5)~12)}にまとめそれぞれ投稿中である。

3.1 深さ方向分析におけるスパッタリング収率の測定法の確立⁵⁾ (WG リーダー: 川崎製鉄 鈴木敏子)

(目的) スパッタリング収率の最適な測定方法を確立するために、入射イオン電流の測定上の問題点を明らかにし、その解決法を見いだす。また、スパッタリング収率の入射エネルギーおよび入射角依存性を明らかにする。

(実験) 入射イオンには Ar イオンを用い、試料分析位置に設けたファラデーカップでイオン電流を測定する。イオン電流密度の算出における、ファラデーカップ

の天板の孔の断面形状と入射角度によって決まる実効的透過率に対する補正の効果を明らかにする。

平滑な鋼板に Ni あるいは Zn のめっきをほどこしたものを試料とし、上記方法でスパッタリング収率を求め所間の比較を行う。

(得られた知見) 入射イオンが試料に対して斜めに入射する場合を含め、商用のファラデーカップを用いてイオン電流を測定して、この値に入射角による孔透過率変化に対する補正を加えると、イオン電流密度を正確に求めることが可能である。このイオン電流密度からイオンスパッタリング収率を求めることができる。

Ni および Zn のスパッタリング収率は、入射エネルギーおよび入射角依存性を持つ。各所の垂直入射換算したスパッタリング収率の室間誤差は、Ni で $\pm 23\%$ 、Zn で $\pm 17\%$ と第 1 期の値 (Ni で $\pm 40\%$ 、Zn で $\pm 100\%$) と比べると大幅に改善されている。また各所平均値を文献値と比較してみると、高エネルギー側でやや高め、低エネルギー側でやや低めとなっている ($\pm 20\%$ の誤差範囲内)。

深さ方向分析におけるイオンスパッタリング収率の測定法として、以下の手順を提案する。(1) 試料の分析位置の最適化 (入射電子の弾性散乱ピークが最大となるように)、(2) 最適分析位置へファラデーカップを移動、(3) 静止モードでファラデーカップ天板上の孔の中心にイオンビームを設定し、イオン電流が最大となるようにイオン銃のレンズ系を調整、(4) 走査モードでのイオン電流を、ファラデーカップを用いて測定、(5) 測定試料を取付けて位置合わせのあと深さ方向分析、(6) イオン電流密度の計算 (入射角度による実効孔面積の変化および孔の透過率 (天板の厚さ、孔径、入射角度の関数) に対する補正を行う)、(7) スパッタリング収率の算出。

3.2 オージェ電子分光定量分析における装置因子の補正法の確立⁶⁾

(WG リーダー: コベルコ科研 源内規夫)

(目的) 個々の装置の検出感度のエネルギー依存性を装置関数として把握し、相対感度係数に加えてこの装置関数も補正して定量化する方法を確立する。

(実験) Al, Ni, Au の各金属を試料として高エネルギーと低エネルギーのオージェピークの強度比のエネルギー依存性を調べる。また、試料に電圧を印加してオージェピーク強度比への影響を調べる。さらに、Cu を試料として N (E) スペクトルをとり、高エネルギーと低エネルギーのバックグラウンド信号の強度比のエネルギー依存性とオージェピーク強度比のエネルギー依存性との相関を調べる。

(得られた知見) 同一元素の高エネルギーと低エネルギー (特に 300 eV 以下) のオージェピーク強度比は装置間で 2~3 の係数でばらつく。この強度比のエネルギー依存性はリニヤーではなく、また装置ごとに異なる。

装置ごとの違いは測定位置や試料位置の不適正さに起因するものではなく分析器の特性の違いによる。

一方、試料への負の電圧印加は低エネルギーのオージェピーク強度を著しく変化させ、装置間のエネルギー依存性の相違を減少させるのに有効である。

また、N (E) スペクトルから得られるバックグラウンド信号を利用して個々の装置で得られるオージェピーク強度を補正すると装置間や測定条件の違いによるばらつきを相殺するのに有効である。この補正法を Fe-P-B 合金の P と B の定量分析に適用し良好な結果を得た。

3.3 オージェ電子分光 (AES) による状態分析法⁷⁾

(WG リーダー: 東北大金研 広川吉之助)

(目的) AES による状態分析の可能性を探索する。

(実験) Au 金属試料の三つのオージェピークのエネルギー値を測定し、所間の比較を行う。また、Al, Fe, Ni の金属及び酸化物試料についてオージェピークのエネルギー値と強度の変化を調べる。

(得られた知見) 入射電子の弾性散乱ピークが最大となるように試料の分析位置を最適化した後に、Au 金属試料の AES 測定を行うと、各所のオージェピークのエネルギー値はほぼ一致する (標準偏差 2% 以内)。また、金属および酸化物試料のオージェプロファイル (ピーク強度) は、装置や測定条件によってかなり変化する。Fe や Ni の LMM, LMV, LVV のように、スペクトルが狭いエネルギー範囲にあり、かつ尖鋭に現れるものについては、オージェピークのエネルギー値とプロファイルから状態分析を実施できる可能性がある。

3.4 酸化物試料の X 線光電子分光 (XPS) による定量分析⁸⁾

(WG リーダー: 住友金属鉄鋼研 薄木智亮)

(目的) 二元系酸化物基準試料から各元素の相対感度係数を求め、この相対感度係数を用いて酸化物試料の XPS スペクトルから定量分析を行う方法の信頼性を評価する。

(実験) 単結晶 Al_2O_3 のランダム面、単結晶 MgO の (100) 面、多結晶 SiO_2 の鏡面研磨面を基準試料として、各元素の O に対する相対感度係数を求め、この相対感度係数を用いて、三元系酸化物フォルステライト ($2\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$) の組成定量分析を行い、定量分析結果の所間比較を行う。

(得られた知見) 二元系酸化物基準試料から求めた相対感度係数は、装置のアナライザーモードに依存し大きく変動するが、同一のモードでは $\pm 20\%$ の誤差範囲内に収まる。実験から求めた相対感度係数と理論的に求めた相対感度係数を比較すると、高運動エネルギー側で前者が約 1.3 倍である。実験から求めた相対感度係数を用いて、各所で三元系酸化物試料を分析した結果は $\pm 10\%$ の誤差範囲内に収まる。しかし、定量結果は化学分析値とは若干異なる。これは、二元系酸化物基準試料

から求めた相対感度係数と三元系試料に用いるべき相対感度係数とが同一ではないことに起因している。

三元系酸化物試料の定量分析法として、以下の手順を提案する。(1)二元系酸化物基準試料から相対感度係数を求める、(2)求めた相対感度係数を用いて三元系酸化物試料を定量分析する、(3)二元系酸化物基準試料から相対感度係数を求めることのできない元素については、光-イオン化断面積、電子の非弾性散乱平均自由行程および装置関数の積として感度係数を求めて定量する。

3.5 X線光電子分光(XPS)による化学シフトの測定の精度⁹⁾

(WGリーダー: NKK 鉄鋼研 橋本 哲)

(目的) XPS による化学シフトの測定に関わる誤差因子を明らかにする。

(実験) Al_2O_3 , SiO_2 , MgO , TiO_2 , NiO の板状および粉末状のものを試料とし、Cl_s の光電子ピークが消失し試料元素の各光電子ピークのエネルギーと強度が一定になるまで Ar イオンスパッタリングを行い、その間の光電子ピークのエネルギーと強度の変化を測定する。

(得られた知見) 酸化物試料では X 線照射、イオンスパッタリングにより、XPS スペクトルにピークシフトやピーク形状変化が生じる。この変化量は試料や所間で異なる。イオンスパッタリングにより還元されることのない Al_2O_3 , SiO_2 , MgO などの試料では、結合エネルギー測定の見準として O_{1s} と金属元素の光電子ピークとの結合エネルギー差を用いると表面汚染に起因する Cl_s のエネルギー値を一定値として基準に用いた場合よりも所間のばらつきが小さくなる。X 線励起のオージェピークのエネルギーを基準として用いることも可能である。酸化物試料は、イオンスパッタリングによってその状態が (A) 変化しないもの、(B) 結晶損傷をうけるもの、(C) 還元されるものの 3 グループに分類される。酸化物が還元される反応の自由生成エンタルピー変化とイオン結晶性とを指標に用いてこの 3 グループの推定を行うことができる。

3.6 シリコンウェーハの表面汚染元素の SIMS による定量分析¹⁰⁾ (WGリーダー: 九州電子金属半導体研究センター 堀江 浩(藤野允克代理))

(目的) シリコンウェーハの表面汚染元素の二次イオン質量分析(SIMS)による定量分析の下限を明らかにする。

(実験) Al, Cr, Fe, Co, Ni および Cu の塩化物を純水で希釈し、鏡面研磨したシリコンウェーハの表面に一定量を滴下し、60 s 放置後スピコートで塗布した後に溶液を飛散させ乾燥したものを試料として用いる。ウェーハ表面の付着金属量は気相分解・原子吸光法により定量分析して求める。

SIMS 測定は表面からの深さ方向分析で、汚染元素の二次イオン強度が十分に低下して基準とするバルク元素

(Si) の二次イオン強度が安定するまで行い、バルク元素(Si)の二次イオン強度で汚染元素の二次イオン強度を規格化した値を化学分析値と比較する。

(得られた知見) シリコンウェーハの表面の Al, Cr, Fe, Co, Ni, Cu について各所ではほぼ 10^{10} atoms/cm² まで定量可能である。バックグランド信号は、主として ²⁸Si あるいはその同位体を含む分子イオンおよび炭化水素系残留ガスのイオンに起因するものである。定量下限を低減させるためには、質量分解能を高める(約 2000)のが有効である。同一の試料を用いた実験によれば、 $10^{11} \sim 10^{13}$ atoms/cm² の範囲内で全反射蛍光 X 線分析による測定結果は SIMS 分析結果と良好な相関関係が得られた。

3.7 グロー放電発光分光法(GDOS)による表面定量分析¹¹⁾¹²⁾

(WGリーダー: 新日本製鉄第一技研 鈴木堅市)

(目的) GDOS による深さ方向定量分析の基礎となる発光強度とスパッター速度の放電条件依存性を明らかにする。

(実験) 平滑な鋼板に Ni, Zn, Sn をそれぞれ単独に電気めっきしたものを試料として用い、GDOS の放電条件(放電電圧、電流および Ar ガス圧力)を変えてめっき層の深さ方向分析を行い、各試料の発光強度とスパッター速度を測定する。

(得られた知見) 各元素の GDOS 発光強度プロファイルの特徴は所間で共通している。すなわち、Ni めっき層の Ni の発光強度は非常に安定しているのに対し、Zn めっき層の Zn の発光強度はうねりが見られ、Sn は地鉄との境界近傍で測定中の温度上昇による合金形成に起因すると考えられるティリング現象が見られた。

めっき金属のスパッター速度は、いずれも定電圧放電では放電電流に、定電流放電では放電電圧に比例する。スパッター速度は測定条件や装置特性の影響が強いため測定結果の所間差が大きい($0.01 \sim 10 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$)が、Ni のスパッター速度で規格化した各所の Zn と Sn の相対スパッター速度は両者ともに 1~10 の範囲内に収まる。放電条件を一定にすれば、各所での各元素ごとの単位スパッター質量あたりの発光強度は組成に依存せず一定の値になる。

4. 結 言

昭和 57 年に発足して以来、本委員会は約 7 年間にわたり共同研究をおこない、「鉄鋼業における表面分析技術の現状把握(第 1 期活動)とそれに基づく改善策の探索・提案(第 2 期活動)」という所期の責務を完遂した。第 2 期活動としては、専門テーマ別に、深さ方向分析におけるスパッタリング収率の測定法、AES 定量分析における装置因子の補正法、AES による状態分析法、酸化物試料の XPS による定量分析、XPS による化学シ

フトの測定, シリコンウェーハの表面汚染元素の SIMS による定量分析, GDOS 分析の 7 WG を設け, WG のリーダーのもとにそれぞれのテーマに最も適した実験計画をねり, 全メンバー参加により共同研究を実行し, 精度向上のための改善策の成案を得た。すでに報告済みの第 1 期成果に加えて, このたび第 2 期の各 WG の研究成果をそれぞれ「鉄と鋼」に発表する運びに至ったことは誠に喜ばしい限りである。直接研究に参画された本委員会の WG リーダー各氏, メンバー各氏, 委員長直属幹事鈴木堅市氏, 歴代協会部会幹事各氏に深甚の謝意を申し上げるしだいである。また, 本委員会の活動を暖かく見守り, 絶えず激励をいただいた前部会長川村和郎氏, および現部会長佐伯正夫氏に御礼を申し上げます。

本共同研究成果が, 鉄鋼材料の表面分析およびひろく表面科学の進展に貢献することを確信して筆をおきたい。

文 献

- 1) 大坪孝至, 広川吉之助, 福田安生, 大橋善治, 薄木智亮, 源内規夫, 石田英明, 吉田鎮雄, 関本靖裕, 鈴木堅市: 鉄と鋼, 73 (1987), p. 259
- 2) 大坪孝至, 広川吉之助, 福田安生, 大橋善治, 薄木智亮, 源内規夫, 石田英明, 吉田鎮雄, 関本靖裕, 鈴木堅市: 鉄と鋼, 73 (1987), p. 437
- 3) T. OHTSUBO, K. HIROKAWA, Y. HUKUDA, Y. OH-HASHI, N. USUKI, N. GEN-NAI, H. ISHIDA, S. YOSHIDA, Y. SEKIMOTO and K. SUZUKI: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., 27 (1987), p. 60
- 4) T. OHTSUBO, K. HIROKAWA, Y. HUKUDA, Y. OH-HASHI, N. USUKI, N. GEN-NAI, H. ISHIDA, S. YOSHIDA, Y. SEKIMOTO and K. SUZUKI: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., 27 (1987), p. 145
- 5) 鈴木敏子, 広川吉之助, 福田安生, 鈴木堅市, 橋本 哲, 薄木智亮, 源内規夫, 吉田鎮雄, 甲田 満, 堀江 浩, 田中彰博, 大坪孝至: 鉄と鋼, 投稿中
- 6) 源内規夫, 広川吉之助, 福田安生, 鈴木堅市, 橋本 哲, 鈴木敏子, 薄木智亮, 吉田鎮雄, 甲田 満, 堀江 浩, 田中彰博, 大坪孝至: 鉄と鋼, 投稿中
- 7) 広川吉之助, 福田安生, 鈴木堅市, 橋本 哲, 鈴木敏子, 薄木智亮, 源内規夫, 吉田鎮雄, 甲田 満, 堀江 浩, 田中彰博, 大坪孝至: 鉄と鋼, 投稿中
- 8) 薄木智亮, 広川吉之助, 福田安生, 鈴木堅市, 橋本 哲, 鈴木敏子, 源内規夫, 吉田鎮雄, 甲田 満, 堀江 浩, 田中彰博, 大坪孝至: 鉄と鋼, 投稿中
- 9) 橋本 哲, 広川吉之助, 福田安生, 鈴木堅市, 鈴木敏子, 薄木智亮, 源内規夫, 吉田鎮雄, 甲田 満, 堀江 浩, 田中彰博, 大坪孝至: 鉄と鋼, 投稿中
- 10) 堀江 浩, 広川吉之助, 福田安生, 鈴木堅市, 橋本 哲, 鈴木敏子, 薄木智亮, 源内規夫, 吉田鎮雄, 甲田 満, 田中彰博, 大坪孝至: 鉄と鋼, 投稿中
- 11) 鈴木堅市, 新日本製鉄第 1 技研: 日本鉄鋼共同研究会分析部会表面分析小委員会提出資料 (表面-111) (1986 年 5 月)
- 12) 鈴木堅市, 新日本製鉄第 1 技研: 日本鉄鋼共同研究会分析部会表面分析小委員会提出資料 (表面-134) (1987 年 5 月)

— 析 出 物 分 析 小 委 員 会 —

松 村 泰 治*・船 橋 佳 子*²

— Report of Subcommittee on Study of Analysis of Fine Precipitates in High Alloys and Steels —

Yasuharu MATSUMURA and Yoshiko FUNAHASHI

1. 緒 言

鉄鋼協会における鋼中介在物・析出物の抽出分離定量法に関する共同研究は, 昭和 39 年, (故)前川静弥博士のもとに開始された。鋼中酸化物の抽出分離定量法に関する研究¹⁾を経た後, 昭和 45 年に成田貴一博士に受け継がれ, 窒化物, 炭化物²⁾, 硫化物³⁾, 酸化物⁴⁾に関する共同研究が実施された。この間, 20 年余りにわたって,

詳細な分析化学的検討が続けられ, 分析法の体系化, 部会推奨法の確立および標準試料⁵⁾の作製という多大な成果を挙げ, 昭和 61 年にその活動を終了した。

その後, 製鋼技術の進歩と製造鋼種の多様化に伴い, 鋼中の析出物はますます微細化・複合化し, また, 材料研究の対象も高合金・超合金に拡大されるなど新たな析出物についての分析ニーズが高まってきた。

一方, 不況に伴う技術者の不足から, 前述した共同研

* 析出物分析小委員会委員長 川崎製鉄(株)分析・物性研究センター主任研究員 (Analysis and Material Science Research Center, Kawasaki Steel Corp., 1 Kawasaki-cho Chiba 260)

*² 析出物分析小委員会直属幹事 川崎製鉄(株)分析・物性研究センター主任研究員 (Analysis and Material Science Research Center, Kawasaki Steel Corp.)

Key words : analysis ; phase analysis ; nickel-base alloy ; super alloy ; stainless steel ; intermetallic compounds ; σ phase ; γ' phase ; γ'' phase ; δ phase ; Laves phase ; η phase ; carbides ; potentiostatic electrolysis ; extraction.