

1 学会部門会議報告 部会長 小熊幸一 (千葉大工)

1.1 平成 11 年度第 6 回学会部門会議

(1 月 24 日開催)

主な議題

1. 平成 11 年度事業報告・収支決算見込み (案) 及び平成 12 年度事業計画・収支予算 (案)
資料に基づき事務局から説明があり、一部修正の上承認された。
2. 専門分野別部会予算
7,000 千円を共通費とし、各部会への交付額 (収入分担を含む) の総額を 33,000 千円とすること、基本額と比例額の割合を 4:6 とすることが承認された。
3. 研究会
平成 12 年度活動を継続する研究会および新規発足予定の研究会の活動計画の要点および各研究会の予算年度別展開について了承された。
当部会関係の研究会としては、「製鋼工程管理分析技術の高速化と高感度化」[主査 石橋耀一 (鋼管計測)] が継続、「鉄鋼プロセス化学分析技術のスキルフリー化」[主査 山根 兵 (山梨大)] が新規に発足する。
4. 講演大会の運営方法
岡田委員より講演大会の運営方法の改革案に関する講演大会協議会での検討結果について、平成 13 年度以降徐々に春季と秋季の大会を性格分けする方向で進めること、国際セッションの運営方法について春季大会での開催を含め再検討すること、生産技術部門関連の発表については 1/2 ページの発表原稿を認める等の方向が打ち出されたこと、などの説明があった。これに対して意見交換が行われ、講演大会の運営方法については講演大会協議会にて引き続き検討願うことになった。

1.2 平成 12 年度第 1 回学会部門会議

(5 月 25 日開催)

主な議題

1. 学会部門における理事の選出方法
各学術部会で部会長の候補者を決め、各学術部会推薦の評議員の間で選挙により理事候補を決めることになった。

2. 学術部会共通運営費の取り扱い

今年度から学術部会の予算に組み込まれた共通運営費 7,000 千円は、下記 4 種の案件に分類して各部会から募集することになった。(1) 学会部門として戦略的に押し進めるべきプロジェクトの案件 (2,000 千円)、(2) 学術部会が連携して推進すべき案件 (2,000 千円)、(3) 各学術部会で推進すべき案件 (500 千円)、(4) 各学術部会での補足的な案件 (500 千円)(かっこ内は申請上限金額)。なお、申請書の名称は「学術部会共通費申請書」とすることとし、提出された申請書の採否決定方法については、次回部門会議にて検討することになった。

3. 研究会細則

標記について、5 月 24 日に開催された研究委員会にて、次のように変更されたことが事務局から報告された。(1) 研究会における委員の変更を認める、(2) 前記 (1) の委員変更も含め研究活動等の報告については、学会部門会議として審議を行うのではなく、報告を受けることとする。ただし、委員変更に伴う研究費の増額はないこと、委員や活動内容について安易に変更してよいということではないこと等のコメントが部門長からあった。

4. ホームページ上での論文誌等の検索

会員サービス向上の一環として、ホームページ上で鉄鋼協会の論文誌等の検索ができるようにする方向で検討した結果、最近のデータについてはアブストラクトも含めたデータを、それ以前のデータについては年間索引に載っているデータを検索できるようにすることとなったことが事務局から説明があり、了承された。なお、本件については今後の利用状況を見ながら本文の閲覧についても検討していく予定である。

1.3 平成 12 年度第 2 回学会部門会議

(7 月 5 日開催)

主な議題

1. 学術部会共通費申請書の採択方法
前回部門会議の議論を踏まえて事務局が作成した 3 案について検討した結果、学会部門長、副部門長で協議の上決定する、という案を採択した。
2. 学会部門と生産技術部門との交流
事務局から技術部会の活動状況について報告があり、今後より一層学術部会との交流を深める

ため課題提案、情報発信を積極的に進めていく方針である旨説明があった。

3. 学会部門における理事選出方法

標記について、学術部会長及び各組織の長に理事に就任願うための、具体的な選出方法と任期調整案が事務局から示され、了承された。

4. 研究会提案、採択、評価の手順と方法

研究会の採択方法について、研究委員会で実質審議を行う(A案)、学会部門会議で実質審議を行う(B案)の2案について事務局から説明があり、検討の結果、A案を採用することになった。

2 部会運営委員会報告 部会長 小熊幸一(千葉大工)

2.1 平成12年度第1回運営委員会 (6月12日開催)

主な議題

1. 部会運営体制

今回から生産技術部門第6グループ担当の東山馨理事(大同特殊鋼)が副部会長として参加されることが紹介された。また、第139回春季講演大会中に開催されたフォーラム座長会議で、研究会主査となった山根兵先生(山梨大)の後任として平井昭司先生(武蔵工大)が議長に選出されたことが報告された。また、広報・編集分科会委員のうち工藤善之先生(東理大)から板橋英之先生(群大)に交代となったことが承認された。

2. 各分科会活動経過

(a) 広報・編集分科会

(1) ニュースレターズ ホームページの更新を近いうちに行う。

(2) 「ふえらむ」入門講座 今年完結する分析法に関する入門講座を1冊の単行本にまとめて刊行する予定で、現在編集方針を検討している。

(b) 講演大会関連

プログラム編集委員の交代 高田九二雄先生(東北大)から千野淳氏(NKK)に交代することが了承された。

第140回秋季講演大会ポスターセッション・ISIJオープンパーティ担当者 上記担当が評価・分析・解析部会になったことに伴い、我妻委員と石橋副部会長にお願いすることになった。

講演大会の活性化について 講演大会発表件数の減少傾向に対する対策について協議した。国際セッションの企画 平成13年秋開催を目標に我妻委員が企画する。開催地が九州であることから韓国研究者を中心に、カナダからも招聘する。

3. 分析技術部会関連

日野谷委員の代理の蔵保氏から5月30日開催の分析技術部会について報告があった。

4. 研究会・フォーラム関連

石橋主査から「製鋼工程管理分析の迅速化と高速化」研究会の活動経過について報告があった。また、各フォーラムの報告書が紹介あるいは回覧された。なお、前回フォーラムに昇格した「鋼中微量ガス成分の新規分析法の開発」フォーラム(菊地 正座長)の趣意書が承認された。

5. 評価・分析・解析部会平成11年度決算

標記につき事務局から報告があった。

6. 学会部門会議関連

小熊部会長から5月25日開催の学会部門会議の報告があり、関連して下記の協議が行われた。

(a) 研究審議WG

従来の分析技術研究協議会に代わって、運営委員会の下部組織として研究審議WGを置くことになった。メンバーは、昨年見直した分析技術研究協議会のメンバーをそのまま移行することにした。また、WG細則については事務局と相談しながら案を作成する。

(b) 評価・分析・解析部会から選出するWG委員協会の組織変更に伴い、下記のWG委員を選出した。

一般表彰選考WG…石橋委員

鉄鋼振興助成一次選考WG…中原委員

(c) 学術部会共通費申請

7月末までに学会部門会議に申請する学術部会共通費について下記の提案があり、さらに検討した後、部会長を通して申請することになった。

(1) 「ふえらむ」分析特集シリーズの合本作成費

(2) トランプエレメント標準物質調査費

事務局から部会長の任期を理事の任期に合わせるよう調整したい旨説明があり、了承された。従って、小熊部会長の任期は平成13年度末までと

なる。

7. 「ふえらむ」ミニ特集

我妻委員の作成した企画案について協議し、ほぼ原案通りの方針で我妻委員にとりまとめ願うことになった。

8. 予算編成について

事務局から、積立金の繰入れ・繰越しを予算編成時に考慮されたい、フォーラム交付金については予算をたてて計画的に執行されたい旨の依頼があった。

9. 鉄鋼協会新体制について

本年度からスタートした生産技術部門との連携強化を目標とした新体制について事務局から説明があった。

評価・分析・解析部会は、生産技術部門の分析技術部会と品質管理部会の2部会と連携することになっているが、品質管理部会との連携は難しいと思われ、同部会から評価・分析・解析部会運営委員会への委員の派遣はさしあたり要請しないこととした。

10. 運営委員の追加について現在の当運営委員会に新日鐵の委員がいないため、石橋副部会長を通して推薦願うことになった。

3 総務・企画分科会報告(部会長 小熊幸一)

3.1 平成11年度第3回拡大総務・企画分科会報告(1月25日)

主な議事

1. H12年度春季講演大会シンポジウム

「有害試薬を用いない新高感度分析技術」研究会の成果報告シンポジウムのプログラムが紹介された。

2. H12年度予算について

H12年度交付金額は前年度比約85万円減となるが、H11年度からの繰越金を使用する予算案を作成した。

3. 新規フォーラム設立の件

新規フォーラムの申請「極限分析を志向する新しい物理分析法の創案」(河合潤(京大))について協議し、分科会として承認した。

4. H12年度フォーラム活動計画

各フォーラム座長へのアンケート結果が報告された。H12年度フォーラムは5件、自主フォー

ラムは1件の予定である。3年間で活動の区切りとなるので継続のものは名称を変更する。

5. 講演大会関連

研究会、フォーラムは必ず講演大会で討論会・シンポジウムをおこなうこととし、H12年秋以降の計画案を作成した。また、国際セッションをH13年秋に開催する計画で準備を進めることとした。

4 講演大会報告 我妻和明(東北大金研)

1. 第139回春季講演大会

平成12年3月29-31日、横浜国立大学工学部キャンパスにて開催されました。当部会関連では、一般講演12件及び「有害試薬を用いない新高感度分析技術」研究会シンポジウム(講演件数8件)、学生ポスターセッション1件の研究発表が行われました。さらに、本年度白石記念賞受賞者である住友金属工業(株)、日野谷重晴氏より「材料特性と分析」と題する受賞講演がありました。研究会シンポジウムは、上記研究会活動のまとめとして企画されたものです。化学分析において解決が迫られている分析試薬の問題に関して、さまざまなアプローチにより新たな分析方法を提案するもので、熱心な討論がなされました。

2. 今後の講演大会

本年秋季講演大会より、講演申し込みに際して、予稿原稿も含めたインターネット受け付けを実施しております。従来の郵送による申し込みも可能です。詳細は「ふえらむ」2000年5月号をご覧ください。

- 平成12年秋季(第140回)12年10月1日～3日 名古屋大学

当部会関連では、一般講演の他に討論会「極限分析を志向する新しい物理分析法の創案」が開催される予定です。

- 平成13年春季(第141回)13年3月28日～30日 千葉工業大学(津田沼)校舎
- 平成13年秋季(第142回)13年9月22日～24日 九州産業大学
- 平成14年春季(第143回)14年3月28日～30日 上智大学

3. 講演大会の運営について

講演大会は学会活動の柱の一つであり、その活性化、講演件数の増加、参加者の増加を図ることが重要であることは言うまでもありません。当部会では、フォーラムや研究会における研究成果を中核とする討論会、シンポジウムの開催を推進して、より活発な講演大会を運営する方針です。数多くの方の参加を期待いたしております。

5 研究会報告

5.1 「有害試薬を用いない新高感度分析技術」研究会最終報告

小熊幸一（千葉大工）

平成 11 年度はまどめの年にあたり、平成 12 年 3 月報告書を完成した。また、この報告書を講演要旨集代わりとして、平成 12 年 3 月 30 日に春季講演大会会場（横浜国立大学）でシンポジウムを開催した。多数の参加者のもと 8 件の講演があり、活発な質疑応答が行われた。

なお、当研究会の成果の一部は、平成 11 年度に分析技術部会内に設置された「有害試薬を用いない分析法の実用化技術検討会」にすでに引き継がれている。

本研究会の終了にあたり、研究会の設置申請時から、ご支援とご協力を戴いた関係者各位に厚くお礼申し上げたい。

5.2 「製鋼工程管理分析の高速化と高感度化」

主査 石橋耀一（鋼管計測）

平成 12 年度は 5 月 31 日に研究会を開催した。平成 11 年度活動報告書の確認を行った。今後のスケジュールとして平成 13 年春の講演大会で最終まとめのシンポジウムを開催することを決めた。研究進捗発表では我妻委員よりグロー放電発光分析による鋼中窒素分析の研究結果が報告された。170 nm 付近の分析線を用いて印加電圧変調回路法により発光強度の大幅な向上が達成された。発光セル、分析線の最適化を図ればシングル ppm の鋼中窒素の GDS による定量は十分可能との知見が得られた。また Laser ablation 支援グロー発光法の研究結果が報告された。この方法の研究が進展すれば GDS の革新的な技術展開が期待される。北森委員（日立松井氏）よりレーザープラズマ X 線発光法の研究結果が報告された。鉄鋼サンプルによるスペクトルの帰属の確認など基礎検討を継続して行く。

5.3 「鉄鋼プロセス化学分析技術の

スキルフリー化」主査 山根 兵（山梨大）

第 1 回研究会を平成 12 年 4 月 24 日に日本鉄鋼協会会議室で開催した（出席者 16 名）。研究会として最初の会議であるため、事務局より、研究会細目と研究会の運営上の諸注意についての説明があり、会員の確認が行われた。また、山根主査より、本研究会の活動計画の概要や研究費配分の基本的な考え方などについて説明が行われた。この研究会は大きなテーマとして「鉄鋼プロセス化学分析技術のスキルフリー化」をかかげているが、各委員が担当する具体的な研究テーマを設定することが重要なので、第 1 回の会議に加えて次回会議においても引き続き検討し、今年秋には決定したいこと、平成 13 年度に本研究会主催の討論会を、また、平成 15 年度にはシンポジウムを開催する予定である等が報告された。なお、研究テーマ設定のための議論に入る前に石橋委員（鋼管計測）より鉄鋼分析における化学分析の必要性、鋼中化学成分と材料特性、化学分析の現状等について詳しい解説があった。今回はまた、高田九二雄氏（東北大学金属材料研究所）を講師に迎え、鋼の性質と微量元素、鉄鋼分析の現状と問題点等についての講演が行われた。

平成 12 年 7 月 14 日には日本鉄鋼協会会議室で幹事会を開催し（出席者 6 名）、来る 7 月 31 日に開催予定の第 2 回研究会の議題整理と、諸準備について話し合った。研究テーマを設定するための議論の資料として、鉄鋼プロセスにおける化学分析法の現状と問題点を企業側委員で分かりやすくまとめてもらい次回の研究会に提出してもらうことにした。

6 プロジェクト報告

6.1 「組成標準プロジェクト」の

活動状況について 石橋耀一（鋼管計測）

科学技術庁の知的基盤整備事業の一部を鉄鋼協会が受託し金属材料の組成評価に関する研究活動を実施している。今年は 4 年目で平成 13 年度まで継続する。共同実験は武蔵工業大学平井先生のフォーラム「金属標準物質の微量分析法の開発及び評価」が中心となって実施している。ICP-MS による鉄鋼中微量元素分析の共同実験は平成 11 年度で終了した。平成 11 年度の LSI 用高純度 Al の共同実験結果をベースに平成 12 年度は三菱化学が作成したシングル ppm レベルの金属元素を添加した高純度 Al 試料を追加

し、約 20 事業所が参加して ICP-MS を主とした共同実験を実施している。真空融解法による鉄鋼中水素、酸素の基準分析法の検討、予備加熱法による鋼中極微量酸素定量法の検討も実施している。

7 生産技術部門/分析技術部会報告 蔵保浩文 (住金)

2000 年 5 月 30 日 (火) 本郷学士会館において第 11 回分析技術部会が開催された。出席者は約 45 名。冒頭部会長より開会挨拶及び鉄鋼協会の新運営組織 (技術部会から学術部会への課題発信力強化, 担当理事の配置 etc.) の説明があった後、分析技術部会参加事業所の中間的実態調査要領の説明、当部会/技術検討会の進捗報告、鉄鋼連盟/鉄鋼分析に関する JIS 規格及び ISO 規格の最新動向の紹介、評価・分析・解析部会/研究会及びフォーラムなどの活動紹介が行われた。

当部会/技術検討会の進捗状況は以下の通り。「フレームレス AAS」技術検討会ではニッケル基合金中 Sn 定量に関する共同実験結果が報告された。一ヶ所で溶解した試料溶液を用いると各所で溶解した場合に比べて大幅に精度が改善されることが判明。「有害試薬を用いない分析法の実用化」技術検討会では 2/29 に第 1 回会議を開催しイオン交換分離法の解説及びデモンストレーションを実施したことが報告された。「鋼中酸素の発光分光分析法の開発」技術検討会では最終報告が行われた。酸素定量の装置的能力はあるが鋼中酸素は介在物として存在するため定量は難しい。「スクラップ利用に伴う鉄鋼中微量元素の発光分光分析」技術検討会でも最終報告が行われた。トランプエレメント (As, Sb, Pb, Sn, Bi, Zn) についての現状調査及び最適分析条件探索を行い、Sn, Pb, Zn については定量下限 0.001% 程度の値が得られたが、他の元素についてはこのレベルの定量は難しかった。また、トランプエレメントの微量域における現状の化学分析法及び標準試料には問題が残る。

なお、秋の部会大会は 10 月又は 11 月に日新・呉製鉄所で開催予定。

8 関西分析研究会報告 中原武利 (阪府大院工)/ 取材:高山 透 (住金)

平成 11 年度第 3 回例会・見学会を平成 12 年 2 月 9 日 (水) に山陽特殊製鋼 (株) 社員会館で、さらに平

成 12 年度第 1 回例会・見学会を平成 12 年 5 月 10 日 (水) に大阪大学基礎工学部シグマホールにおいて開催し、それぞれ 2 件の講演が行われ、それぞれの機関 (阪大では極限科学研究センター) の見学会が実施された。それらの講演の概要は下記の通りである。さらに、平成 12 年秋に (株) 松下テクノリサーチにおいて平成 12 年度第 2 回例会・見学会の開催が予定されている。

平成 11 年度第 3 回例会・見学会

1. 「分析試験所認定における我社の取り組みについて」 山陽特殊製鋼 (株) 技術研究所分析課長 大石隆司氏
修正ファスナー品質法 (FQA) における要求事項の概要、認証登録を受けるために取り組んできた内容を紹介。今後も品質の維持と認証範囲を広めていくために取り組みを継続。
2. 「鉄鋼分析技術者の述懐と今後への期待」 富士物産 (株) 代表取締役社長 佐伯正夫氏
鉄鋼分析技術者としての 40 年、鉄鋼業における分析技術、分析技術開発における成否の鍵、分析受託会社の四半世紀、今後の課題とその対応の項目立てで講演。スタッフ、ベテランの減少にある今、企業側は学際交流、国際交流を図っていくことが重要。

平成 12 年度第 1 回例会・見学会

1. 「凝固プロセスにおける強磁場利用と組織制御」
大阪大学大学院工学研究科助教授 安田秀幸氏
強磁場の凝固プロセスへの応用は配向組織形成、対流制御が考えられ、配向組織・層状組織制御を紹介。急冷凝固組織などの非平衡組織の急速加熱では半熔融状態を実現でき、この過程で磁場を印加することにより、磁性材料 BiMn でも磁気異方性を有した配向組織形成が可能。
2. 「微粒子泳動分析法の新原理」 大阪大学大学院理学研究科教授 渡會 仁氏
環境中あるいは生体における多くの化合物は微粒子を形成して存在しており、そのまま分離することが望まれる。最近、様々な物理的作用場を利用して、1) 誘電泳動法、2) レーザー光泳動法、3) 電磁泳動法、4) 磁気泳動法のような泳動分離法を開発。その有用性を概説。

9 フォーラム・自主フォーラム活動紹介

★フォーラム活動紹介

フォーラム名	概要
金属標準物質の微量分析法の開発及び評価 座長 平井昭司(武蔵工大)	鉄鋼分野およびその他の金属分野において、それぞれの金属材料中の微量元素がその金属の特性に大いに影響することが知られ、微量元素を除去あるいは添加する技術と微量元素を高感度かつ精確に分析する技術が要求されてきている。また、材料のリサイクル化により従来想定していなかった微量元素が混入することと、環境規制を遵守するために該当する微量元素を評価しなければならないことでも、信頼性高い微量元素の分析技術が必要となってきている。 しかし、鉄鋼標準物質を含めた金属標準物質の微量元素成分に注目したとき、SI単位にトレサブルな金属標準物質は非常に少なく、分析の現場からトレサビリティが保証された標準物質が要望されている。本フォーラムでは、微量元素の評価に使用できる新しい基準分析法を開発するとともに、従来認証されている金属標準物質を基準分析法や審判分析法等で分析し、比較分析法の妥当性と金属標準物質の信頼性の評価を行なうことを目的とする。そのためには、多くの分析機関が参画し、種々の分析法を雑えて共同分析を中心に活動する。
材料の原子環境構造・マイクロ構造解析 座長 松原英一郎(東北大)	放射光 X 線源を用いた鉄鋼などの各種材料における材料評価技術は、筑波高エネルギー研究機構にある放射光施設フotonファクトリーの充実、次世代大型放射光 Spring8 の共同利用の開始、各地の小型放射光施設の存在および建設予定などに伴って、重要な材料評価技術としてその地位を確立してきた。そして、21 世紀においてその利用はますます増加すると予想される。このような背景を踏まえ、本フォーラムでは、放射光 X 線源を用いた材料評価技術の 1 つとして重要な X 線吸収端を利用した材料の環境構造解析技術を取り上げる。具体的には、X 線異常散乱法、吸収端微細構造、回折 XAFS 法、X 線ラマン法、X 線ホログラムなどについて、現状、具体的応用、問題点と解決法、将来展望などについて討論する。このフォーラムを通して、我々はこれら環境構造解析技術の普及と共に、新しい材料への応用開拓を目指す。
鋼中介在物の分析・評価技術の高度化 座長 月橋文孝(東大)	鉄鋼製造における鋼中介在物の問題は、鉄鋼製造を続ける限りつきまとう解決の難しい課題である。プロセス技術の発展とともに介在物量は少なくなり、また鉄鋼製造上問題となる大きさはミクロンオーダーにまで小さくなるなど、超清浄鋼の製造が可能となっている。そのため介在物が微細、微量になるにしたがい、その評価・分析技術の高度化が不可欠となっている。本フォーラムでは鋼中の介在物・析出物の分析・評価法として、抽出方法、形態および量の分別定量法、分析限界、信頼性の向上法などについて議論、情報交換を行う。さらに介在物の組成、分布の迅速測定法、センサー技術の応用によるオンラインでの分析・評価法などについて検討する。介在物・析出物の分析・評価法の発展を、鋼材の性能向上や製造プロセス開発へフィードバックするために、評価・分析・解析部会のみならず広い分野からの参加を希望する。
鋼中微量ガス成分の新規分析法の開発 座長 菊地 正(山口東京理科大)	高性能鉄鋼材料の設計・製造を実現化して行くには、材料中に含有するガス成分を ppm~0.1 N ppm レベルまで正確に、かつ迅速に評価する必要がある。これまで、多くの研究者らは鉄鋼中のガス成分分析法の高感度化、高性能化、迅速化を目的とした機器分析法の開発を行ってきた。しかし、これらの機器分析法での定量は、標準試料で作成した検量線から求めるのが一般的であり、標準試料の基準値が正確であることを前提としている。今後、鉄鋼材料において極微量ガス成分をより高感度、高精度の分析技術の開発が必要不可欠であり、極微量ガス成分分析法を確立するには含有量が正確で偏析の無い基準標準試料の作製と基準分析法の開発の必要がある。本フォーラムでは、基礎的なデータを作成し、基準となる新規の極微量ガス成分分析法の開発を進める。あわせて、分析技術を継承して行くために技術の数値化も進めて行く予定である。
極限分析を志向する新しい物理分析法の創案 座長 河合 潤(京大)	鉄鋼など各種材料分析では、時間(迅速分析)、空間(局所分析)、濃度(超微量分析)、大量・高温等の極限条件での分析が求められ、多くの分析法が実用化されてきた。製鋼プロセスにおいて実用化された分析法は、最適化・自動化され、高い信頼性を有する工業分析法の最先端技術として完成されている。しかしこれらの分析法もその初期においては信頼性も低く、原理も良くわからない方法として出発した。そこで本フォーラムでは、分析の信頼性が低かったり、実用化されるかどうか怪しい分析技術であっても、これまでになかった新しい分析法・すぐには役に立たないかもしれないがプローブと検出方法の変った組み合わせ・分光のための新しい光源やプローブなどを数多く提案し、その中から次世代の鉄鋼分析として生き残る技術を探査・創案することが目的である。

★自主フォーラム活動紹介

自主フォーラム名	概要
ICP-MS の材料評価分析への応用 座長 千葉光一(名大)	誘導結合プラズマ質量分析法(ICP-MS)は、現在もっとも高感度な元素分析法として、また、絶対分析法である同位体希釈分析が簡便に行なえる質量分析法として注目されている。本自主フォーラムでは、ICP-MS を使用する様々な分野の研究者懇談の場として、高純度金属材料中超微量元素の多元素分析、同位体希釈分析と高精度定量、超微量元素の関連解析と材料解析、金属材料の環境負荷と環境影響の解析、金属製造プロセスから排出される金属元素の環境影響の解析などをテーマに、材料の総合的な評価を行なう上での ICP-MS の利用と新展開について議論することを目的とする。



10 フォーラム終了報告

10.1 フォーラム活動終了報告の概要 フォーラム

座長会議議長 平井昭司 (武蔵工大)

平成 11 年度に終了したフォーラムは 4 フォーラムある。活動終了報告書が提出されたので、フォーラム名・座長・参加人数・活動期間・活動経費・活動成果の概要をここで示す。

- 鉄鋼微量分析法の開発及び評価 座長:平井昭司 (武蔵工大) 参加人数: 80 名 期間: 平成 9 年 3 月-平成 12 年 2 月 経費: 1,268,015 円

鉄鋼の高清浄度化やクリーンステール化が進展し、それに伴う微量元素レベルの分析技術の開発が近年要求されている。本フォーラムでは、新しい鉄鋼生産に深く関わりある微量元素を取り上げ、各種分析技術による分析値の確保及びその信頼性を評価することを目的とした。そのため、鉄鋼標準試料 (高純度鉄) を用いて各種分析方法により特定の微量元素を定量し、評価のためラウンドロビンテストを行い、各分析結果のクロスチェックとその信頼性を追及することを主たる目的とした。

平成 9 年度、平成 10 年度、平成 11 年度の三カ年を 1 年度づつ区切り、鉄鋼標準試料、軸受鋼及び高純度アルミニウム標準物質の共同分析を行なった。この内軸受鋼は炭素及び酸素の分析法の開発に関し、鉄鋼標準試料及び高純度アルミニウム標準物質はこのガス成分以外の元素分析法に主眼を置いた。

平成 9 年度 鉄鋼標準試料 (JSS001-4 及び JSS003-4) を用いての共同分析 (ICP-MS、NAA、FIA、GD-MS、即発γ線分析法、ポルタンメトリー、原子吸光分光法、吸光光度法、ICP-AES、HPLC) の結果では、参加するメンバーの得意とする方法で微量元素の定量を行い、各分析手法ごとによる微量元素の定量下限の現状を把握した。特に、微量元素を多元素分析する ICP-MS に関し、前処理方法等を統一しなければならない等の問題点を提起した。

平成 10 年度 平成 9 年度の成果を参考に、JSS001-4 では、Ni、Cr、Mo、Cu、W、Co、As、Sn、Pb、Zn、Bi、V、Sb、Na の 14 元素を、新たな JSS1006-1 では、さらに Ti、Zr、Nb、Mn、Al を追加した 19

元素を指定して共同分析した。共同分析は主に ICP-MS を用いたが、ICP-AES あるいは NAA 等も行い、これらとの比較を行った。前者の試料では 9 元素が定量され、そのうち W、Co、As、Zn は方法による違いがなかった。後者の試料では 16 元素が定量され、Ni、Cr、Mo、Cu、W、Co、V、Ti、Zr、Nb は方法による違いがなかった。

酸素分析においては不活性ガス融解法と荷電粒子放射化分析法を用いた。不活性ガス融解法は予備加熱法の検討を行い、予備加熱を行わなかった場合との結果を比較したが、実施した機関が少なく、明確な違いが分からなかった。また、放射化分析法では、放射化後の表面のエッチングの深さが足りないことと分析精度が多少悪いことが示され、検討の余地があることが分かった。

平成 11 年度 平成 10 年度実施した JSS1006-1 での共同分析において ICP-MS と NAA とで差が大きかった Mn と Al および ICP-MS と ICP-AES と差が大きく今後管理が必要とされる Sn、As、Zn について再度共同分析 (ICP-MS のみ) した結果、As と Sn は昨年度と変わらなかったが、MnAlZn は昨年度より低い値になるとともに、各分析機関ごとのバラツキも小さく、また、Al については残渣処理の関係で NAA より低かった。

高純度アルミニウムについては、Si、Fe、Cu、Mn、Mg、Zn、Ti、Cr、Zr、B の 10 元素を指定したが、10 元素全てを定量した機関が無かった。分析した試料が非常に高純度のためいくつかの問題があったが、マトリックスの除去・ブランク値の低減・スキマーコーンのつまりやネプライザーのつまり・溶解の方法・内部標準物質の選定等の問題があった。

- 鋼中介在物・析出物分析評価 座長: 雀部 實 (千葉工大) 参加人数: 18 名 期間: 平成 8 年 10 月-平成 12 年 3 月 経費: 722,715 円

1. 介在物の抽出方法

これまで問題とされていた CaO 系介在物の抽出方法について川上 (豊橋技科大) らが研究を紹介した。川上らの研究は、CaO 系介在物はヨウ素メタノール法では溶液に溶解するので抽出は困難であり 10%AA-1%TMAC-メタノール系電解液を用いた電解抽出で、CaO 含有量が 210 ppm 以上であれば抽出が可能であることを明らかにした。

2. 介在物の評価方法

製造技術の進歩により介在物の大きさが小さくなってきたこと、また数も少なくなってきたことから介在物の評価方法として現状の JIS 法、ASTM 法に代るものが要望されるようになってきた。これに関連する報告は次の 2 つに分類できる。

1. 介在物を集団として扱いこの集団の特徴を定量的に表現しようとするもの。

これには極値統計法を用いる研究とフラクタル次元解析法を用いる研究がある。極値統計法は一つの鋼片から複数のサンプルを採取し、各サンプル中の介在物の最大径を測定し、この最大径を持つ介在物の存在が統計的分布に従っていることを仮定して試料全体に存在する介在物の最大径を推定しようとするものである。新日鐵室蘭の草野らおよび山特技研の加藤らが鋼中非金属介在物にこの方法を適用した研究結果を紹介した。川鉄の戸澤らは試料断面を研磨してアルミナ系介在物を写真撮影した個々の介在物を半径の小さい粒子がいくつも合体してできている凝集体として取扱い、この凝集体を球体とみなしてこの球体の相当直径 D を定義する。この相当直径を持つ凝集体を構成している小粒子の数 N を写真上で数え、視野内全体の介在物の特徴を定量的に表現する方法を提案している。

2. 個々の介在物の特徴を定量的に表現しようとするもの。

画像解析を利用する方法とフラクタル次元解析法を用いる提案がある。画像解析法を利用する研究には名大工の髙部らが提案しているものと豊橋技科大の川上ら

が提案しているものがある。鱗部らの方法は、光学顕微鏡あるいはSEM観察した介在物画像の個々についての投影面積と外周長さを測定しこれから1ヶ毎の介在物についての相当直径と真円度を求めて評価するものである。川上らの方法は、介在物画像から測定できる投影面積、長径、外周長さから介在物の大きさを示すインデックスと複雑さを示すインデックスを定義し、これで評価する方法を提案している。これら二つの方法は鉄鋼協会自主フォーラム「分散析出相の定量評価」フォーラムにおいても検討されている。千葉工大の山下らは小型つば内で溶解凝固した試料からアルミナ系介在物を抽出し、SEMで観察した介在物の写真の外周に注目した。介在物の凹凸のある外周上に一辺dの正方形を連続的に並べて外周を覆いつくすに必要な正方形の数をNとする。同一の介在物に対してdの大きさをいろいろ変えてNを数える。これにフラクタル次元解析を適用するとうすと個々の介在物の特徴を定量的に評価できるとしている。山下らの研究は凝固直前の溶鋼中の酸素濃度とフラクタル次元解析結果に1対1の対応があることを見出ししている。

3. 最近の分析事情の調査

依頼講演として分析手法の応用例、表面構造評価への放射光の利用、将来の鉄鋼中不純物濃度予測についての研究発表、最近の固体発光分析に関する紹介があった。

- フローインジェクション分析法の鉄鋼関連分析への応用
座長: 山根 兵 (山梨大) 参加人数: 25名 期間: 平成9年4月-平成12年3月 経費: 1,200,444円

当フォーラムの大学関係委員はFIA研究の専門家ではあっても大多数が鉄鋼関係にはなじみが薄く、理解に乏しいものが大多数であった。そのために最初の1年目は鉄鋼分析の特質や問題点を理解するために企業関係委員の詳しい説明を受けたり、製鉄現場や工場内の分析室の見学などを含めてかなりの時間をかけて議論した。さらには、現在の鉄鋼化学分析の問題点と新しい分析手法への要望についてアンケート調査を実施した。アンケート調査によれば(28の各社、各事業所や大学研究室から回答をいただいた)、現在行われている鉄鋼化学分析の多くについて省力化や迅速化などへの要求が強いこと、また、ICP-AESなどの機器分析では感度や精度において限界があるような成分元素については、シングルppm、あるいは、サブppmレベルまで迅速、簡便に、しかも精度良く定量できる新しい高感度分析法の開発が必要とされている状況が明らかにされた。これらの調査研究を基にFIAに何を期待するか、FIAによってどのような問題が解決できるかについて更に議論を重ね、当面の研究課題として鉄鋼中のB、S、N、Pの高感度定量法の開発を取り上げることにした。したがって、研究に着手したのは2年目からである。FIAシステムによる鉄鋼中のこれら成分の分析法を開発するに当たっての留意事項としては、高感度、人手をできるだけ必要としない自動化、または半自動化システム、精度が高い、設置場所を余り選ばないことなどであった。メンバー各自の自由な発想と手法を用いた研究が開始され、フォーラムのスタートから3年目にはいくつかの興味深い結果も出てきたので、フォーラム活動の締めくくりとして平成11年11月21日に日本鉄鋼協会第138回秋季講演大会(金沢工業大学)において当フォーラム主催により「FIAの鉄鋼関連分析への応用」を主題とする討論会を開催した。この討論会では上述のように鉄鋼中のB、S、N、Pの高感度定量法に関して8件の研究発表があった。我々の取り組みに対して後押しをして下さるような暖かいご意見やアドバイスを多く賜わり、今後の研究を進めるうえで得るところの多い討論会であった(参加者:約60名)。B、S、N、Pの新しい高感度分析法についてその実証的な検討まではこのフォーラムの活動期間である3年間で終わることができなかった。また、アンケート調査などから見ると鉄鋼化学分析においてFIAを活用できるような対象や分野はまだ他にもたくさんあるものと考えられるが、本フォーラムではほんの一部を取り上げたにすぎない。これらは新しく発足した研究会に引き継がれ、さらに研究が進められることを期待して

いる。

- 材料の微細組織と組成の解析 座長: 鈴木 茂 (新日鉄)
参加人数: 84名 期間: 平成9年度-平成11年度 経費: 827,498円

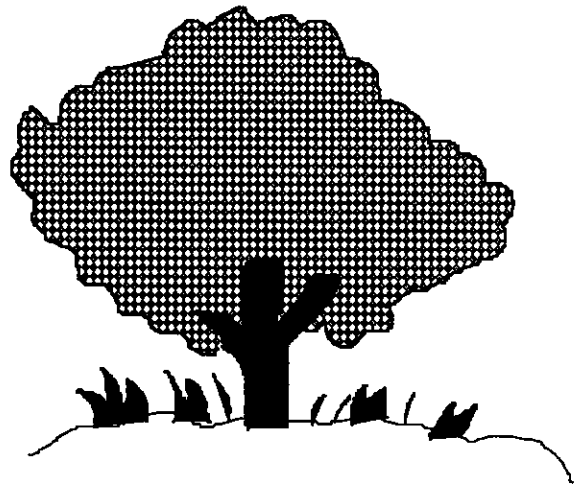
微細組織は材料特性と密接に関係するものの、材料中の微細組織の挙動については、まだ明らかにされていない点が多い。一方、それらを評価する方法は年々進んでおり、新たな事実も得られている。本フォーラムでは、いろいろな材料・プロセスの評価の分野で活躍されている研究者の方々から、最近の話題を提供して頂き、実験で得られる情報の内容や材料において起こるミクロな現象などについて討論した。

これらの趣旨に基づき、各シンポジウムでは、鉄鋼などの各種材料中の微細組織や成分元素の分布が、それらの特性に大きく影響する例などについて示して頂いた。さらに、それらの特性発現を解明するための、微細組織や表面・界面における元素の状態や組成、局所的な構造などを評価する方法の現状を中心に紹介して頂いた。フォーラムでは、それらの先端的な材料評価法の現状についての情報交換を行うとともに、その将来についても討論した。さらに、具体的な解析対象の結果については、材料組織のミクロオーダー、ナノメートルオーダーの実体や特性発現の機構についても考えてきた。

☆ ☆ ☆

☆ ☆

☆



☆ ☆ ☆

☆ ☆

☆

11 研究室紹介

11.1 科学技術庁金属材料技術研究所 物性解析研究部第5研究室 小林 剛 (金材研)

1956年に中目黒に開設された当研究所は1995年にクリープデータシート研究の一部を残し、つくば市に移転し、基盤研究5研究部、総合研究5研究グループ、極限場及びフロンティア構造材料の2研究センターで組織される大型研究機関となっています。物性5研は研究テーマ「物質材料の分析解析技術の高度化に関する研究」のもと、金属材料を初めとする種々の構造用材料や機能性材料の研究開発に対応した各種の化学、機器分析法の定量感度の向上と高精度化について検討を加え、微小領域解析法の開発や元素分析法の適用範囲の拡大を目指しています。研究室は大別して物理分析と化学分析とからなり、研究所全体の研究支援と分析研究の両者をこなしています。物理分析にはSEM、TEM、EPMA、XRD、AESなど充実した装置が取り揃えられ、7名の人員で対応しています。化学分析は9名の人員が配属されており、固体試料分析ではGDMS、XRF、LA/ICP-MSが、溶液試料分析ではICP-OES、ICP-MS、AASを用い、種々の試料導入法と分離濃縮法の開発を図っています。各種ガス分析装置を含め、金属材料の元素分析に必要な装置はほとんど整備されていますが、定員の補充や湿式化学分析の技術の伝承など、多くの問題を抱えています。物理分析装置自由予約及び依頼予約をLANの施設予約によって管理し、初心者への技術指導も行っています。また、化学分析では依頼試料の種類、濃度、形状によって最適な分析方法を選択し、信頼性の高い分析結果を提供しています。新材料開発であるがゆえ、依頼試料といえども公定法で対応できるものは少なく、多くの場合、研究的要素があります。特に、微量試料であれもこれも分析したいなど、担当者はその度毎に頭を悩ませています。最後に当研究所は2001年1月に文部科学省に、更に同年4月には無機材質研究所と統合し、新たな組織として独立行政法人「物質材料研究機構」へ移行します。

☆

11.2 東北大学金属材料研究所分析科学研究部門 我妻和明 (東北大金研)

本部門は、金属材料研究所示性分析学講座として後藤秀弘教授、広川吉之助教授が部門担当として研究指導にあられた研究室です。その間、一貫して鉄鋼材料における構成元素分析法を主要な研究課題とし、両先生とも鉄鋼協会の分析研究において指導的役割を果たされました。平成9年より、筆者が部門担当の責にあり現在に至っております。

現在、本研究部門では「元素分析の定量化を主目的とした、新たな機器分析法の開発」をメインテーマとして研究を推進しております。具体的には、次の3点を柱とした研究活動を行なっています。

1. 現在問題となっている分析課題の解決に積極的に取り組むという観点から、

- 工程/品質管理のための新たな固体試料直接分析法の開発

を重要研究テーマとして取り組んでいます。

工程/品質管理のための固体試料直接分析法は、基準分析法ほどの真値保証は必要としないものの、製造ライン内で固体試料を迅速に分析することが要求されるものです。素材中の不純物元素の低減化に伴い、この分野で現在使用されているスパーク放電発光分析法に代わる高感度分析法が求められています。レーザ誘起プラズマやグロー放電プラズマを励起源とする発光分析法は次世代の工程管理分析法として有力であり、さらなる励起源の特性向上を図り実用分析法としての確立を旨とする研究を推進しています。

2. 新しい分析方法・技術の研究、将来の分析法のシーズの検討という観点から、本研究部門では、多くのテーマについて先駆的研究を行なっています。例えば、

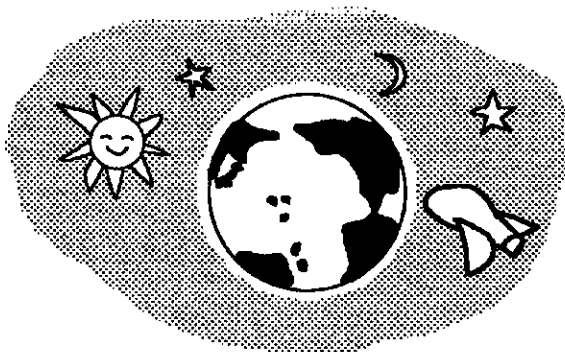
- 斜入射・斜出斜蛍光X線分析法
- 電子線励起の斜出斜X線分析法
- 40.68 MHz 高周波グロー放電プラズマ励起源などの発光分析用の新しい励起源
- 変調測光法などのプラズマ励起源の制御法の開発
- 高速電子源、X線源としてのグロー放電プラズマの応用
- 特定の物質(スペクトル線)に対して選択的な励起手段の開発

これらの成果をさらに発展させ、次世代の機器分析法を展望できる研究を行っております。

3. 分析法のメカニズム等の基礎的データを重視するという観点から、

- グロー放電プラズマにおける電離・励起メカニズムの解明。
- XPS, Auger 電子分光法のスペクトル励起機構の解明、その定量化のためのデータ解析法

電子スペクトルの定量化のためには、その励起機構を明らかにすることが必要であるがこれらの基礎的研究は不明の部分があるのが現状です。材料物性に対して表面特性は重大な影響を及ぼすことがあるため、電子分光法により得られる情報は極めて利用価値が高く、その定量化を確立するための研究を進めております。



12 コラム：四季折々

12.1 電子顕微鏡解析の今昔

谷野 満 (新日鐵技術開発本部)

筆者が1957年に大学院に進学したとき恩師(故)芥川武先生から与えられたテーマは抽出レプリカ法による「鋼中炭化物の研究」であった。当時、材料研究の分野における主な観察手段は光学顕微鏡による組織観察であったが、最高倍率はたかだか1500倍程度にすぎなかった。また、鋼中炭化物の研究では酸分離や電解分離残渣をX線回折によって同定する手法が主流であり、鋼中における分布状態はよくわかっていなかった。一方、光学顕微鏡の分解能の壁を突破する「超顕微鏡(Ultra-microscope)」の光源として電子を利用する試みは1930年代から始まり、1939年には世界初の商用電子顕微鏡がSiemens社から発売されたが、それは現在の高性能・多機能の電子顕微鏡からは想像もつかないような素朴な電子顕微鏡であった。

筆者が使用したのは加速電圧50kV、磁界の制御を永久磁石で行うユニークな設計のHS-5型電子顕微鏡(日立製作所製)であり、公称分解能2.5nm、倍率2000-20,000、(実際の性能はそれぞれ20nm,10,000倍程度)、写真撮影はキャビネ縦半截のガラス乾板1枚(2視野撮り)毎に交換するという非能率的なものであった。現在の電子顕微鏡は加速電圧では最高3000kV以上、点分解能では0.1nm以下、さらに元素分析機能、非弾性散乱波除去、電子記録、電子線ホログラフィ、など様々な機能が付与され、材料研究分野ならびに医学・生物学分野における最も重要な解析機器の一つとなっており、将に隔世の感がある。

ここで、鉄鋼材料分野における半世紀の電子顕微鏡利用の変遷を振り返ってみたい。初期の電子顕微鏡は加速電圧が低いために内部組織の観察は困難で、当初はレプリカによる表面組織観察や粉末試料の外形観察などに利用されるにすぎなかったが、1955年頃になるとようやく金属への応用が盛んになってきた。Bollmannによるステンレス鋼薄膜、HirschによるAl薄膜の透過観察が行われたのは1956年であり、転位その他の格子欠陥の存在が確認されて金属学は新しい時代を迎えた。筆者の場合、加速電圧50kVでは薄膜観察は困難であったため抽出レプリカ法を採用することにした。この方法は残渣法に比べて、鋼中における析出物の分布状態とその形状、大きさが

かなり詳しくわかる利点があり、世界各国で体系的な研究が行われた。1960年代に入ると100kV級の電子顕微鏡の普及と薄膜作製法の改善によって薄膜試料の直接観察が次第に一般的になり、鉄鋼材料の内部微細組織、析出相と格子欠陥の関係などが詳細に理解できるようになり、鉄鋼組織学は飛躍的に進歩した。

また、これと並行して電子線の透過能力を高める努力も積み重ねられてきた。筆者が電子顕微鏡観察を始めた当時、すでに日立中研にはVan de Graaf型電源を用いた300kVの超高圧電子顕微鏡(HVEM)が稼働しており、筆者も利用させて頂いた。加速電圧はその後1MV超級まで増加し、種々の分野で活用されている。筆者らも1975年より1MV-HVEMを用いた高温現象(相変態、再結晶など)の動的観察を行った。現在では大阪大学において3MV級のHVEMが稼働している。

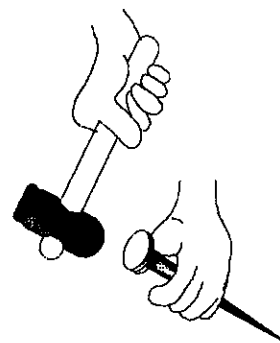
一方、材料の表面構造・破面観察や生物の立体観察の手法として走査型電子顕微鏡(SEM)が急速に発達したが、その技術が取り入れられた走査型透過電子顕微鏡(STEM)は、エネルギー分散型半導体検出器(EDX)による分析機能を備えた分析電子顕微鏡として電子顕微鏡活用の分野を著しく拡大した。分析電顕法の発展により、微小領域の化学組成に関する情報を得ることが可能になり、析出相の解析では形態、分布状態、結晶構造、化学組成などの総合的な情報が得られるようになったし、合金元素や不純物元素のミクロ偏析、相間の分配など金属組織学的に重要な知見が次々に解明された。すなわち、分析機能を具備することによって電子顕微鏡の応用分野は飛躍的に広がった。

さらに、電界放射型電子線源の進歩によって、電子線の可干渉性は著しく高まり、高性能電子レンズや超高真空技術の発達に支えられて、電子顕微鏡の分解能は0.1nmを切るレベルに到達した。その結果材料中の原子配列の観察が可能になり、複雑な無機化合物、酸化物超伝導体、準結晶などの構造解析に威力を発揮している。最近では電子顕微鏡の構造は更に進歩し、鏡体内部で原子レベルのマニピュレーションを行いながら、その過程を動的に観察できる所まで水準が上がっている。

なお、試料作製技術の分野における画期的な最近の進歩は収束イオンビーム法(FIB)とそれを利用したマイクロサンプリング法の開発である。この方法では狙った場所から薄膜試料をつくること

ため、材料中の特定の場所、たとえば粒内変態核周辺の元素濃度分布、旧オーステナイト粒界近傍の元素偏析挙動などの情報が得られ、従来技術で未解決のまま残されていた課題をブレイクスルーすることが可能になった。さらに、狙った場所から電界イオン顕微鏡用のチップを切り出すなどの応用も期待できる。

このようにいまや電子顕微鏡は材料研究には欠かせないのである総合的な解析機器であり、しかも誰でも使える便利な装置になっている。そのため研究室に配属されたばかりの学生が電子顕微鏡を使うことも簡単にできる。しかしながら、電子顕微鏡はあくまで材料の細部の情報を知るための機器にすぎないことを忘れてはならない。ハイテク材料はいざ知らず、鉄鋼材料のようなバルク材料は元素偏析、ヒートパターンや、塑性変形量のむらなどの原因により、本質的に不均質なものである。それゆえ、自分が解析しつつあるサンプルの材料全体における位置づけを理解しつつ研究することが極めて重要であり、解析結果と材料特性の関連性についての慎重な考察が不可欠である。また、電子顕微鏡解析法特有の短所、たとえば球面収差による電子線の回り込み、多重回折現象、元素定量分析誤差などを十分に理解しておくことが必要である。とくに元素分析において、電子顕微鏡付属のコンピュータに内蔵されたk因子による濃度分析結果を鵜呑みにすることは厳に慎まなければならない。極言すれば、電子顕微鏡によって何が出来るかということと同等、あるいはそれ以上に電子顕微鏡では何が不得手であるか、何が出来ないかという認識が重要であるといえよう。なお、世の中はIT時代に突入しようとしているが、盲目的な情報の過信が危険であることは実験の分野に限ったことではない。



12.2 SIMS 事始 角山浩三 (川鉄テクノ)

1973年2月の寒い日、川崎製鉄技術研究所に大きな装置が搬入された。東北大学から移ってこられた三本木先生のご指示で、ARL社製二次イオン質量分析装置 SIMS が据付けられたのである。当時私は時効析出の研究を担当していたのでただ驚いて眺めているだけだったが、数ヶ月後にこの装置を担当する運命が待っていた。専門外の者としてゼロからのスタートだったが、共同研究者の大橋君(現アルバック・ファイ社長)がその道の達人なのに助けられ、少しずつ結果を出していけるようになった。

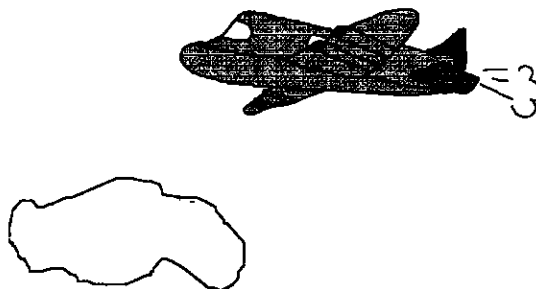
はじめは装置の故障に悩まされ、修理のたびに島津の技術陣と議論し、解体作業にもしつこく立ち会った。結局それが、ハードウェアの理解に役立った。その後しばらくは得られたデータの高感度さに喜んでいたら、しだいにその不安定さが気になり、再現性に自信がもてなくなった。これは利用者の立場からすると大きな問題になると思い、ほぼ1年を費やして、少なくとも2次イオン強度比だけは安定して取れる条件範囲を見出した。結局これが、SIMSにおいて定量分析が可能であることを皆さんより少し早く示す幸運となった。

この定量分析への取り組みがやがて学振141委員会における低合金鋼のラウンドロビン試験に結びつき、それが日米のFe-Cr合金およびガラスの共同分析試験に発展していった。その後SIMSの分野は応用研究が盛んになり、分析対象も金属から半導体に移っていった。私も薄鋼板の開発に担当がかわり、この分野からすっかり遠ざかってしまった。学振145委員会でGaAs中の不純物元素についてラウンドロビン試験が行われたことをもれ聞いて、ついに半導体分野にも広がったかと他所ながら喜んでた。

ところが1991年の春、表面化学分析のISO化について日本が提案国になるので手伝え、との連絡が突然通産省から入ってきた。長年SIMSから離れていたし、対象が半導体とのことなのでずいぶん躊躇したが、国内第一線のみなさんが協力してくださることからISO/TC201/SC6のchairmanをお引き受けした。いろいろ紆余曲折はあったものの、昨年ようやくISO14237(Surface chemical analysis - Secondary ion mass spectrometry - Determination of boron in silicon using uniformly doped materials)として発行できるまでにたどりついた。今後この活動はNTTの本間氏が引き継いでくださることになったので、鉄鋼で培ったISOに関する知識を半導体分

野に伝承するという当局のご希望にも応えできるとなった。

思えばこの間実にさまざまな方に巡り合い、ご指導、ご協力をいただいた。この間の人の輪が、私の何よりの財産となっている。ここでは皆さんのお名前をあえて伏せさせていただいたが、この紙面をお借りして御礼申し上げたい。また、この道を進むようにご指導くださった故三本木先生に、感謝の意を奉げたい。



12.3 分析とともに半世紀！思い出すまに -その2- 畑 俊彦 (川鉄テクノ)

(3) 水島製鉄所・分析課時代(第1次)

1967年3月水島製鉄所・分析課に移った。4月第1溶鉱炉火入れ。水島での2年半は高炉、焼結工場、転炉工場、電気炉工場の稼働に対し、新鋭製鉄所にふさわしい分析設備、装置(オートマチックサンプラー、気送管、各種分析装置など)の導入計画、導入、実用化など建設業務に明け暮れた時期であった。当時は、まだ若く、仕事に情熱を燃やし、張切った時代であった。

1. 4月転炉の稼働に対し、製鋼分析では発光分光分析装置(島津製作所製カントバック:QV)1台で対応する(第2高炉稼働前まで)いわゆる片肺運転であった。これは分析担当者にとって悩みの種であった。若し、装置がダウンして分析不能となれば大問題に発展する。とくに、転炉初稼働の日は分析室に詰めて、トラブルが無いよう祈った。その日は問題なく終り、胸を撫で下ろしたことがあった。QVは2号機設置まで順調に稼働し、一つの悩みを解消でき一安心した。

2. 水島製鉄所では分析機能を一か所に集中し、他の生産設備からは気送管で結ぶ集中管理方式をとった。ところで、電気炉工場と分析センターを結ぶ気送管工事に当たり、方式は圧送式を採用することにしたが、距離が2.8kmと長いので、気送管を単管方式にするか、途中で中継所を設けるかが論議の的となった。当時は直送式3kmという日本でははじめてで、前者では失敗すれば大問題に発展するし、後者では安全ではあるが建設費が高くなる。一時、どちらを選択するかで悩んだものです。決断を迫られることになりました。高炉系の気送管で1.6kmの実績と建設業者の提言とくに業者の責任感と決意を認め、責任覚悟で課長と相談し、気送管を単管方式にすることに決めました。結果的にはこの方式の採用が良く、現在も順調に稼働しており、これは良い決断だったと今でも思っています。後で聞いた話ですが、当時の製鋼部長(故八木社長)は単管方式の採用には心配されていたようであった。

会社生活も10数年たち、開西出身であり、諸般の事情から自分ながら水島に落着くものと考え、家を建てた。『家を建てると転勤する』とよく言われていますが、私も案の定、半年後に転勤することになりました。水島で新しい担当も決まっていたが、丁度その頃、千葉に新しく技術研究所ができ、分析研究室強化ということで転勤の命がおり、急遽、再び千葉に行くことになった。

(4) 技術研究所時代

1. 1969年10月分析研究室に配属され、非鉄特殊分析を担当する事になった。この頃から環境問題が世間で取り上げられるようになって来た。その時使用している分析法にも環境保全上問題になるものがあった。そのため鉄鋼、鉄鉱石のJISを見直し、クリーンアナリシスの検討を考えた。まず最初に手掛けたのが全鉄分析法で、従来の塩化スズ還元法は有害物質である水銀を使用しているため、水銀を使用しないアルミ還元法を検討した。この方法は鉄とチタンの含量が分析されてしまうので、鉄とチタンを連続滴定により別個に定量できる指示薬はないかと種々調査、実験したが、なかなか良い方法が見つからなかった。そのため、時には実験を中断しようかと思っただこともあった。種々検討の末、タングステン

酸ナトリウムを指示薬としたところ、連続滴定によっても鉄とチタンの分別定量が可能となり、この時ほど開発実験の喜びを感じた事はなかった。この方法は自社で当分の間使用された。その後、新日本製鐵から三塩化チタン還元法が提案された。この方法は原理的にもJISの塩化スズ還元法と類似していることもあって、JIS法として採用された。

その後もクリーンアナリシスの検討を続けようと考えていたが、環境科学研究室の新設により、そちらへ移ることになり中断した。少々残念であった。

2. 1972年10月に新設の環境科学研究室に配属され、6高炉建設に関連して焼結排ガスの脱硝技術開発のため脱硝触媒の検討、PCB、NO_xの分析を初めとして廃水、排ガス、粉塵などの環境対策実験を行った。研究推進には各種の分析装置が必要となったが、時代の要請で、環境予算は承認されやすく、普通であれば分析研究室が導入すべき最新式の分析装置、例えば、各種ガスクロマトグラフ、イオンクロマトグラフ、液体クロマトグラフ、ガスクロマトグラフ質量分析装置なども揃えられ、各研究員が精力的に研究に励み、成果を上げることが出来ました。

13 若い声

13.1 学会発表で得られたもの 古堀貴史 (淀川製鋼・元東理大修士課程)

私は、昨年の秋季講演大会(金沢工大)の一般講演で研究発表しました。学生ポスターセッションと異なり、一般講演は20分という短い時間で発表が終わるため、たいしたことないと思っていましたが、いざ会場に入ると“シーン”とした静けさのなか、大勢の聴講者が目に入り、一気に緊張の度合いが高まりました。学生の姿はほとんどなく、発表者を含めて大多数が企業の方々でした。質疑応答のレベルも高く、私にはまったく理解できませんでした。会場に入る前には、リラックスして発表に臨もうと思っていましたが、事前に作成しておいた発表原稿と質疑応答対策用のメモに目を配るのがやっとなりました。発表がはじまると思ったよりもすらすらと発表原稿が頭に浮かんできました。私が学生ということもあって質疑の内容もやさしく、私なりに適切な応答ができた

と思います。発表が終わると安堵感と共に達成感で胸がいっぱいになりました。研究者にとってプレゼンテーションは切っても切り離せないものです。学生のうちにできるだけ多く学会に参加して発表に慣れておくことは、非常に重要なことと思います。学会発表で得られたものは、大勢の先生や企業の方々の前で発表できたという“自信”です。最後に、このような貴重な経験を与えて下さいました先生に深く感謝します。

13.2 学会発表は地元で 合津周治 (日立化成・元東理大修士課程)

鉄鋼協会の春季講演大会で学会発表することが決まったとき、私は非常に喜びました。もちろん自分の研究成果が認められ、大勢の人々の前で発表ができることを誇りに感じていましたが、むしろ私にとっては別の期待のほうが大きかったです。地方で開催される学会ならば研究発表後に1週間ぐらい休みをもらい、ついでに観光旅行をしておいしいものをお腹いっぱい食べてこようと考えていたのです。しかし、次の瞬間、大きな期待は消えて無くなりました。発表会場が東京工業大学大岡山キャンパスだったからです。観光旅行どころか日帰りで研究発表ができる距離でした。先輩や同期の学生達から“学会発表は楽しいぞ、ついでに旅行ができるからなあ”という言葉聞いていた私は自分だけついてないと思いました。しかし、発表が近づくにつれ、地元での学会発表のほうが良いのではないかという気持ちに変わってきました。地方で開催される学会に参加するとなると事前に宿泊施設や交通機関の切符を予約しなければなりません。また、発表の前日には現地入りしなくてはならないため、研究発表の準備も早めに済ませておかなければなりません。一方、日帰りが可能な地元の学会発表では、直前まで実験や準備ができるし、普段の生活のリズムを崩さずにそのまま発表することができるのです。私は今後も地元での学会発表に大いに参加したいと考えております。

14 学会部門事務局から

14.1 評価・分析・解析部会フォーラム参加方法

評価・分析・解析部会に登録している会員の方ならどなたでもフォーラム・自主フォーラムにメンバー登録をして参加することができます。ご希望の方は日本鉄鋼協会学会部門事務局(本ニューズレター末尾

参照)までご希望のフォーラム名、参加者氏名、会員番号、連絡先、所属をご連絡下さい。

14.2 部会集会開催のお知らせ

第140回秋季講演大会中に行われる評価・分析・解析部会集会において、下記の特別講演会を開催致します。お誘い合わせの上、多数ご出席下さい。

1. 日時: 平成12年10月2日(月) 11:00~12:00
2. 場所: 名古屋大学 第140回秋季講演大会第20会場
3. 講師: 原口紘丞先生(名古屋大学大学院工学研究科)
4. 内容: 原子スペクトル分析法の最近の進歩-全元素分析への挑戦-
原子スペクトル分析法の最近の進歩として、ICP-AES(誘導結合プラズマ発光分析法)及びICP-MS(誘導結合プラズマ質量分析法)の研究動向について概説する。これらの分析法はいずれも高感度・多元素同時分析が可能であるので、両法を併用することによって、1 ppt~1000 ppmの濃度範囲にある元素の定量ができる。ゆえに、試料の前処理法として適当な分離・濃縮を行うことにより、主成分から超微量成分までの全元素分析を実現しつつある。講演では、地球化学試料及び生物試料を中心に全元素分析の可能性と、それを実現した場合の全元素化学の意義について言及する。

14.3 協賛行事のお知らせ

研究講演会「オンライン・オンサイト分析のための新たな分光分析・計測法の展開」

1. 主催: 東北大学金属材料研究所
2. 協賛: 日本分析化学会東北支部、日本鉄鋼協会
3. 日時: 平成12年11月9日(木) 13:00~17:00、10日(金) 9:30~17:00
4. 場所: 東北大学金属材料研究所2号館1階講堂 〒980-8577 仙台市青葉区片平2-1-1
5. 問合せ先: 中原武利(阪府大院工)
TEL: 0722-54-9284
e-mail: nakahara@chem.osakafu-u.ac.jp
我妻和明(東北大金研) TEL: 022-215-2130
e-mail: wagatuma@imr.tohoku.ac.jp

平成 12 年 9 月～平成 13 年 3 月

月	日	行事等	場所
9 月	7 日(木)～8 日(金)	日本分析化学会・日本鉄鋼協会共催分析信頼性実務者レベル講習会 -第 2 回金属分析技術セミナー-	ゆうぼうと五反田
10 月	1 日(日)～3 日(火) 2 日(月) 26(木), 27 日(金)	第 140 回日本鉄鋼協会秋季講演大会 評価・分析・解析部会部会集会 分析技術部会「評価・分析・解析部会活動報告」	名古屋大学 秋季講演大会会場 日新興
11 月	9 日(木), 10 日(金)	講演会「オンライン・オンサイト分析のための新たな分光分析・計測法の展開」(東北大金研主催, 本会協賛)	東北大金研
3 月	中旬(予定) 28 日(水)～30 日(金)	ニュースレター 8 号発刊 第 141 回日本鉄鋼協会春季講演大会	千葉工大津田沼

今後の講演大会スケジュール

年月	日	行事等	場所
13 年 3 月	28 日(水)～30 日(金)	第 141 回日本鉄鋼協会春季講演大会	千葉工大(津田沼)
13 年 9 月	22 日(土)～24 日(月)	第 142 回日本鉄鋼協会秋季講演大会	九州産業大
14 年 3 月	28 日(木)～30 日(土)	第 143 回日本鉄鋼協会春季講演大会	上智大学

< PEMAC-NL 編集後記 >

本ニュースレターも 7 号となり、4 年目に突入。内容や様式など、いまだに試行錯誤の連続ですが、「より良いものを」と頑張っております。皆様のご意見を頂ければ幸いです。[M.N.]

ニュースレターズの創刊からはや 4 年。今や本誌は部会の重要な情報発信源となっています。今後も内容の濃い記事を読者の皆様に提供します。[T.I.]

いよいよ 21 世紀、材料の評価・解析・分析は一層重要な役割を担っていくはずですが、皆様の activity を部会内外に発信すべく努力していきます。[Y.M.]

☆☆☆

コラム欄へのご寄稿をお待ちしております。電子メール、フロッピーディスク出力（プリントアウト出力添付のこと）、手書き原稿いずれの形でも結構ですから、事務局（所在地などは本号末尾参照のこと）にご送付下さい。原稿の長さに特に制限は設けておりませんが、これまでの掲載例を目安として下さい。写真などを含む場合は、事前に事務局にご連絡下さい。

☆☆☆

本号のカットは岡田往子先生（武蔵工大）の作によるものです。

☆☆☆

評価・分析・解析部会ニュースレターズ第 7 号 (PEMAC NEWSLETTERS, No.7)

発行日：平成 12 年 9 月 22 日 発行：(社) 日本鉄鋼協会評価・分析・解析部会

編集担当：広報・編集分科会

主査 平井昭司 (武蔵工業大学工学部) TEL: 03-3703-3111 内線 3835, FAX: 03-5707-2109

E-MAIL: hirai@atom.musashi-tech.ac.jp

委員 石山 高 (東理大)・板橋英之 (群馬大)・井田 巖 (NKK)・小熊幸一 (千葉大)・

高山 透 (住友金属)・西藤将之 (新日鐵)・花田一利 (川崎製鉄)・薬袋佳孝 (武蔵大)

事務局：(社) 日本鉄鋼協会学会部門事務局学術企画 Gr. 藤原裕美子

100-0004 東京都千代田区大手町 1-9-4 経団連会館 3F

TEL: 03-3279-6022, FAX: 03-3245-1355, E-MAIL: fujiwara@isij.or.jp