

工業分析における新しい分析・解析方法の研究動向

研究代表者

東洋大学・工学部・岡本 幸雄

研究分担者

東北大学・金属材料研究所・我妻 和明

1. はじめに

金属素材産業においては、分析・解析技術が工程制御や品質管理において重要な情報を提供している。最近の素材製造技術の高度化に対応するため、その分析特性の大幅な向上が緊急の研究課題となっている。例えば鉄鋼製造においては、アジア諸国の急速な経済成長に支えられて粗鋼は空前の需要拡大が続いているが、大量生産鋼の生産に関しては早晚激しい国際競争にさらされることも予想されている。このような環境を克服するためには各工程の効率化によるコスト削減が重要である。工程管理分析の高度化は特に重視されるべきであり、そのキーは分析結果のオンライン応答の実現である。試算では、分析所用時間の秒単位での縮減は数億円規模のコスト削減をもたらすことが報告されている。また、高級鋼種の開発および製造には、素材中の成分元素の含有量を精密に制御することが求められている。この用途においては工程管理分析の高精度化が求められている。また、国際競争において優位を保つためには、材料特性の優れた、付加価値の高い鋼製品の研究開発が求められているが、鋼組織のナノスケール解析を簡便に行うことのできる解析装置が必要とされている。このような対象には高速応答が可能な分析・解析装置が不可欠であるが、現在使用されている汎用分析法では応答時間・分析感度・分析精度共に不十分であり、新しい分析装置の開発が求められている。

本研究課題は、金属材料研究所研究部共同研究の場を最大限活用して、“金属素材産業に資する分析・解析法の研究”に携わっている研究者が一同に会する機会を提供し、研究討論ができるワークショップを開催することを目的とする。ワークショップ開催を通じて研究者コミュニティの維持拡大を図ると共に、国内の素材産業において日常分析を担当している分析技術者に対して有益な情報発信を行う。

2. 研究経過

平成20年12月1-2日にわたり、ワークショップを金研講堂にて開催した。講演件数27件からなり、工程管理の効率化とリサイクル技術向上を目指したオンライン・オンサイト分析（プラズマ分光・レーザ発光分析）に関する研究を中心に、化学分析、ガス分析、さらには素材特性の発現メカニズムの理解につながる最新のX線、電子線を利用した表面分析・構造解析に関する研究報告がなされた。参加者は総数が133名であり、大学および研究機関以外に、素材開発に立ち会う企業から33名の参加があった。

3. 研究成果

以下個別の講演内容について紹介する。

本研究課題の代表研究者である、岡本幸雄（東洋大・工学部）により“微粒子分析のためのヘリウム大気圧マイクロ波プラズマの諸特性”と題する講演があった。微粒子素材は、医薬品や電子材料等

で広範に使用されており、その加工技術の高度化に伴い製造制御に資する計測技術の開発が必要とされている。特に、サブミクロン以下の微粒子の組成、結合状態、粒径や個数をリアルタイムで解析できる技術が求められている。ヘリウム気圧マイクロ波プラズマ(2.45 GHz, 1kW)を用いた発光分析法はこの分析対象に適用するための基本的特性についての研究成果が報告された。

河原伸幸(岡山大・自然科学研究科)により“火花誘起ブレイクダウン分光法を利用した混合ガス濃度計測”と題する講演が行われた。点火プラグを利用した放電プラズマから発生する分子ラジカル種の発光強度を計測し、その測定よりエンジン燃料中の気体種の濃度が簡便に決定できることを示した。

伊藤真二(物質・材料研究機構)による“アルゴングロー放電質量分析法における相対感度係数”と題する講演では、固体試料中に極微量含まれる元素の定量分析を行うための、感度補正方法について述べられた。様々なマトリックス構成の標準試料群を用いて、相対感度係数を求め比較したところ、相対感度係数に大きな差はなくその値を一元化する可能性について報告された。

津越敬寿(産業技術総合研究所)により“リアルタイムモニタリングとしての発生気体分析”と題する講演が行われた。セラミックス素材の原料はバインダ等の役割を果たす有機物質を含有し、これらは製造過程に経る加熱プロセスにおいて熱分解・除去されるが、様々な種類の有害ガスを放出する場合があります、その in-situ なモニタリングは生産現場において重要である。また、セラミックス材料においては、その製造過程に大きな温度変化を伴う焼結プロセスがあるため、製造管理を行うために in-situ な分析方法が必要とされる。これらに適する方法として発生気体分析は極めて有効であることが報告された。

上本道久(都立産業技術研究センタ)による“鉄鋼材料における粒界浸潤性抑制機構解明に向けた銅鉄界面近傍のホウ素の分析”と題する講演では、鋼組織の粒界に偏析し、材料の加工性や機械的特性を劣化させるホウ素の分布を調べるため、レーザーアブレーションによる固体試料の直接サンプリング-ICP発光分析法の開発が述べられた。偏析元素の同定やその存在量を in-situ に評価できる分析方法としての実用化が期待できることが論じられた。

廣瀬潤(堀場製作所)により“EDS自動粒子解析と多変量解析を用いたアルミニウム合金中析出物の分析”と題する講演が行われた。アルミニウム素材中の合金析出物は、その機械的特性等に重大な影響を及ぼすため、その粒径や形状、個数等を簡便に評価できる解析方法の開発が必要とされてきた。走査電子顕微鏡像中に現れる析出物を EDS 分析によりその種類を判別し、さらに多変量解析の手法を用いて、材料全体の析出物の構成を推定する方法について論じられた。

相本道宏(新日鐵・先端技術研究所)により“鉄鋼スラグの海洋藻場造成利用における溶出鉄の分析”と題する講演が行われた。日本沿岸域における有用海藻類の育成のため、栄養素としての鉄供給が有効な手段であると考えられており、この目的のため、鉄鋼スラグと腐食土を混合した施肥剤を実際環境に投入し、その効果について海水中の鉄溶出量を長期間モニタリングすることにより観察した結果が報告された。

板橋英之(群馬大・工学部)による“フローシステムを利用した溶液中の微量成分分析”と題する講演では、新規な方法としてオールインジェクション分析法が紹介された。この方法は流路内に試料と試薬を循環混合させるプロセスを実現するもので、通常フローインジェクション法と比較して、試薬の消費量と廃液量を低減することができ特にオンサイト分析法として有用なものである。

芦野哲也(東北大・金属材料研究所)により“燃焼-赤外線吸収法による鉄試料中微量炭素の定量”と題する講演が行われた。鉄鋼中に 10^{-6} g/g レベルで含まれる微量炭素を燃焼赤外線吸収法により定量するための試料前処理方法について論じ、試料表面に吸着する炭素の除去方法、及び燃焼用磁器容器や燃焼促進剤に起因する炭素成分の低減方法について検討された。

渡辺充(リガク・応用技術センタ)は“蛍光X線分析法による高合金の分析”と題する講演を行った。パーセントオーダーの高い濃度で含まれる合金元素の含有量を評価するため、ファンダメンタルパラメータを用いた補正法が有効であることを示した。

北川邦行(名大・エコトピア科学研究所)により“エネルギーシステムの分光化学計測”と題する講演が行われた。近赤外レーザー吸光分光法による燃料電池内で起こる反応のその場計測や、多チャンネル高速ビデオカメラ分光システムを用いた小型トカマク装置における電子温度・密度の計測に関する研究成果が発表された。

葛谷幹夫(中部大・工学部)による“レーザーマイクロプローブ複合分析システム”と題する講演においては、レーザー照射による固体試料の局所サンプリングと発光分析法、質量分析法、およびガスク

ロマトグラフィ分析法を組み合わせた分析装置が紹介された。本装置の実際分析への適用例として、各種プラスチック試料中に含まれる RoHS 指令有害重金属の定量分析が報告された。

沖野晃俊（東工大・総合理工学科）により“微量元素分析用マイクロプラズマ源の開発”と題する講演が行われた。微量試料の高感度元素分析を目的として開発された、体積が極めて小さい、パルス動作の直流放電プラズマ励起源の特性や実際分析への応用が報告された。

太田貴之（和歌山大・システム工学部）による“レーザープラズマ発光分光分析法による金属微粒子を用いた発光増強効果の検討”と題する講演では、植物体中に含まれる金属元素をフィールド観察できる分析装置として、レーザー誘起プラズマ発光分析装置の開発が報告された。金属微粒子を植物体に塗布することにより発光強度が増大する現象に関して、その機構解明のための実験検討が発表された。

若井田育夫（原子力研究開発機構）により“ブレイクダウン発光分光法とアブレーション共鳴分光法を組み合わせた非接触遠隔分析技術開発”と題する講演が行われた。原子炉燃料の分析においては、リモートセンシング可能な分析技術が不可欠であり、レーザー誘起プラズマを用いた発光分析法は最も有力な方法である。本報告では、レーザーアブレーションによりプラズマ中に導入された試料原子に、選択的に吸収が起こる波長のレーザー光を入射することにより起こる、レーザー励起共鳴蛍光法や共鳴吸収法の分析特性について論じられている。

大場正規（原子力研究開発機構）による“ダブルパルス LIBS法による金属及び酸化物のレーザープラズマ発光特性”と題する講演では、2種類のパルスレーザーに遅延時間を加えて照射する方法を用い、一方をプラズマ励起源、もう一方をアブレーション源として用いる発光分析法の分析特性に関して報告している。

赤岡克昭（原子力研究開発機構）により“LIBSによるウラン酸化物中の不純物測定法の開発”と題する講演が行われた。ウラン原子力燃料中に不純物レベルで含まれる元素群を高感度・高精度で定量するための、レーザー照射条件や計測条件の最適化に関して検討が行われた。

我妻和明（東北大・金属材料研究所）により“パルスバイアス電流変調法を用いたグロー放電発光分析法の高感度化”と題する講演が行われた。高周波グロー放電プラズマを励起源とした発光分析法において、バイアス電流を導入することにより発光強度の増大が観察される。さらにパルス化したバイアス電流を導入することにより、励起される原子発光を変調し、FFT検出器を用いて変調成分を選択的に検出することにより、発光分析の高精度化が実現された。

吉川孝三（北大・工学研究科）による“防腐剤（CCA）処理木材のLIBSによる判別方法”と題する講演では、木材中に含まれる防腐剤の種類を構成金属元素の違いから判別するために、オンサイトで迅速識別が可能な特性を有するレーザー誘起プラズマ発光分析法の適用が報告された。

辻典宏（新日鐵・先端技術研究所）により“真空紫外レーザーを用いた1光子イオン化による多塩化ベンゼンの検出”と題する講演が行われた。ダイオキシシン前駆体として知られる塩化ベンゼン類の高感度検出を実現するため、1波長レーザー照射によるイオン化による質量分析計の開発が報告された。塩化ベンゼン化合物を1段でイオン化するための、真空紫外線領域の可変波長レーザーの設計が述べられている。

義家亮（名大・工学研究科）により“ガス中気相水銀の直接分析”と題する講演が行われた。レーザー誘起プラズマ発光分析法による、廃ガス中の水銀の直接分析法について報告されている。水銀原子の高感度検出を実現するために、レーザー照射条件や測定条件の最適化が検討された。

大津直史（北見工大・機器分析センター）により“その場処理を利用したXPS分析による表面反応の精密解析”と題する講演が行われた。高真空装置中での試料処理および測定の前を行って分析手法について報告されている。鉄およびマンガン-シリサイドの初期参加挙動の解析およびレーザー照射によるチタン表面窒化現象の解析結果について紹介された。

今福宗行（日鐵テクノリサーチ）により“鉄単結晶表面および内部のひずみ・応力分布測定”と題する講演が行われた。鉄単結晶の応力状態が磁区構造に及ぼす影響を解明するため、新たに考案したX線応力解析法について紹介された。鉄単結晶内の三軸応力の応力分布の解析事例の報告があった。

篠田弘造（東北大・多元物質科学研究所）により“X線吸収分光法を利用した雰囲気を選ばない元素識別・表面深さ分解化学状態分析”と題する講演が行われた。新たな表面構造解析法として考案・開発した斜出射蛍光収量法による深さ分解X線吸収端微細構造解析に関する報告が行われた。鉄基合金における合金元素の表面濃集と酸化の解析事例について紹介された。

佐藤成男（東北大・金属材料研究所）により“X線構造解析法を用いたCu-Ti合金のナノ析出物形成過程の追跡”と題する講演が行われた。Cu-Ti合金の時効特性に対する析出物形成過程をX線小角散乱

法および X 線吸収端微細構造解析から解明した報告がなされた。時効に伴い析出物は成長するが、特定の時効ステージから析出密度が増加から減少に転ずることが報告された。

浅田敏広（日産アーク）により“透過電子顕微鏡を用いた ZnMnGaO_4 薄膜の組織解析”と題する講演が行われた。 ZnMnGaO_4 薄膜を作製し、透過電子顕微鏡観察から組織解析を行った結果に関する報告がなされた。 ZnMnGaO_4 に現れた特徴的なナノ柱状組織の観測と組織と結晶の関わりについて詳細に述べられた。

4. まとめ

27 件の講演は、様々な試料を対象とした分析・解析に関するものであり、個々の課題に対処するための新たな分析・解析装置に必要性が認識された。それぞれの講演に対し、産学間での積極的な意見交換が行われ、この討論にもとづき、現在抱える”工業分析”の課題を鮮明化し、今後の技術開発の方向性および研究テーマが明確化された。