

## 論 文

UDC 543.51.062 : 669.15

## イオンマイクロアナライザーの鉄鋼分析への応用\*

角山浩三\*\*・大橋善治\*\*・鈴木敏子\*\*・鶴岡一夫\*\*

## Application of Ion Microprobe Mass Analysis of Iron and Steel

Kouzou TSUNOYAMA, Yoshiharu OHASHI,

Toshiko SUZUKI, and Kazuo TSURUOKA

## Synopsis:

Application of secondary ion analysis to iron and steel was investigated by using the ion microprobe mass analyzer. The method of sample preparation was compared, and the surface polished with  $Al_2O_3$  powder was found to be the most suitable for in-depth analysis. This technique was applied successfully to the analysis of surface segregation of Al in Fe-0.1%Al alloys. Quantitative analysis of alloy elements in steels was investigated by both of calibration curves and the theoretical correction method called CARISMA. In low alloy steels, it was found to be possible to perform quantitative analysis with good accuracy by means of calibration curves. However, when the concentration of an alloy element in steel exceeded a certain value, the analytical value determined by ion probe microanalysis was sometimes fairly larger than that by chemical analysis. It was confirmed that the over estimation was caused by the formation of secondary phases, such as carbides, in the matrix. The analytical value determined by CARISMA was not so accurate as that by calibration curves, but the precision of this correction method was not influenced by the formation of secondary phases.

(Received Feb. 28, 1974)

## 1. 緒 言

固体試料表面に数10eV～数10keVの運動エネルギーをもつたイオンを照射すると、試料中の原子は入射イオンの運動エネルギーの一部をもらい、その受け取った運動エネルギーが一定の値以上の時には、格子点からはじき出される。はじき出された原子は近くの原子とさらに衝突を重ね、いくつかの衝突鎖ができる。このような衝突の結果、試料表面の原子の運動エネルギーが周囲の原子との結合エネルギー以上であれば、その原子は試料から放出される。このような現象をスパッタリングという。放出された粒子の大部分は中性原子であるが、一部はイオン(2次イオン)として存在する。この2次イオンを試料表面に電場勾配をかけて取り出し、質量分析する方式の分析装置をイオンマイクロプローブ・マス・アナライザー(以下IMAと記す)という。

この装置は1949年HERZOG<sup>1)</sup>らによつて開発され、その後多くの研究者達によつて発展してきた。現在使用されているIMAは、質量分析器の部分およびイオン像の結像形式の違いから2つのタイプに分けられる。

第1のタイプはSLODZIAN<sup>2)</sup>らによつて開発され、

ROUBEROL<sup>3)</sup>らによつて改良が加えられたものである。この装置は主として試料表面の元素の2次元分布を得るために作られたものである。1次イオンの照射によつて試料からスパッタされた2次イオンは、静電界浸レンズで加速、収束され、直接特殊な質量分析器にはいる。ここでイオンは $m/e$ にしたがつて質量分離され、静電鏡にはいりエネルギー分離がおこなわれる。ここで反射されたイオンは再び質量分析器を通り、投射レンズ系によつてイメージコンバーターの上に2次イオン像として結像される。この像は電子顕微鏡と同じようにして蛍光板上ないしは写真乾板上に表示される。このような検出方法をとれば1次ビームを絞ることなしに2次イオン像を得ることができる。またこの蛍光板を取り除きシンチレーター・フォトマル型の検出器で計数することにより、試料上の特定の場所の質量スペクトルの測定も可能である。

第2のタイプはLIEBL<sup>4)</sup>らによつて開発されたものである。これは1次ビームを細く絞り、試料表面を走査さ

\* 昭和49年2月28日受付

\*\* 川崎製鉄(株)技術研究所

せることによつて試料上の広い領域の情報を得ようとするものである。デュオプラズマトロンで作られたイオンは1次の質量分析器で異種イオンを分離されたのち、レンズ系で試料表面に収束される。ビーム径はレンズ系を調節することによつて数 $\mu$ ~数百 $\mu$ まで変化させることができる。スパッタされた2次イオンは、二重収束型質量分析器にはいり  $m/e$  にしたがつて質量分離され、検出系に導びかれる。また細束化されたイオンビームは、CRTに同期させて試料表面上をラスタースさせることができ、これによつてCRT上に2次イオン像が作り出される。ところで、IMAは固体の微小領域の分析がおこなえるという点では従来のX線マイクロアナライザーに、また2次イオンの質量分析をおこなうという点ではスパーク型質量分析器にそれぞれ類似している。したがつてIMAを鉄鋼材料の分析に応用する場合、これらの機器との違いについて知つておく必要がある。

IMAはX線マイクロアナライザーと比較すると、以下のような特徴を持つている。

1) 検出感度が高く、軽元素(H, Bなど)でも高感度で検出できる。

2) ごく薄い表面層(~数Å)の測定が可能である。

3) 同位体比が測定できる。

X線マイクロアナライザーと比較するとき、IMAの欠点として、イオン源がX線源より不安定であること、またスパッタリングにより測定をおこなうので、ミクロ的にみれば破壊分析であることなどがあげられる。しかし前者についてはイオン源の改良により、安定度は $\pm 0.2\%$ 以下と、ほぼ満足する値が得られており、後者についてはむしろこれを積極的に利用すれば深さ方向の元素分析が容易におこなえるという特徴につながる。

また、スパーク型質量分析器と比較すると、次のような特徴があげられる。

1) 微小領域の分析がおこなえる。

2) 前述のように1次イオン源が安定であるので、2次イオンを電気的に検出することができる。

3) 表面層(~数Å)の分析が可能である。

このような優れた特徴をもつIMAを鉄鋼材料に利用したという報告はあまり多くない。OKANO<sup>5)</sup>らは、NB S標準試料を5keVのAr<sup>+</sup>イオンで照射し、Mn, Ni, Cr, V, Co, Tiなどの元素のFeに対する相対感度を求め、それから鉄鋼中のCrの検出限界は1ppmであると報告している。また、ANDERSEN<sup>6)</sup>らはあとで述べるような定量法を開発し、鉄鋼試料への応用を試みている。また、LEROY<sup>7)</sup>らは2元素の鉄合金をもちいて検量線を求め、これを3元素の鉄合金の定量分析に応用し、化学

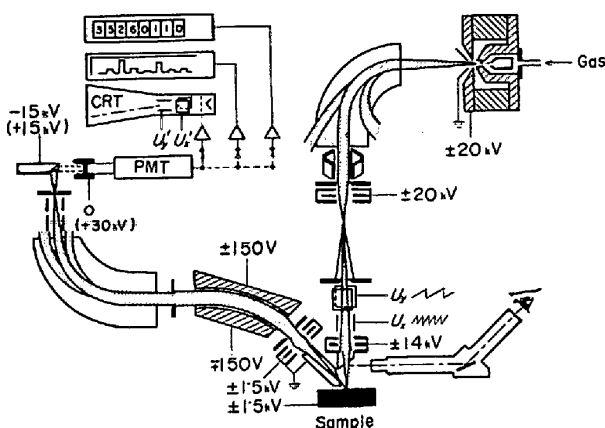


Fig. 1. Schematic diagram of ion microprobe mass analyzer developed by LIEBL<sup>4)</sup>.

分析値に非常に近い値が得られることを示している。彼らはまた、鉄鋼表面の酸化被膜中の元素分析もおこなっている。筆者らは昨年来、ARL社製IMAをもちいて鉄鋼材料の研究をつづけてきているが、ここではそのおもな結果を報告する。

## 2. 装置の概要と特性

ARL社製IMAの概略をFig. 1に示す。1次イオンは、ホローカソードタイプのデュオプラズマトロンイオン源で作られる。このイオン源によつて非常に安定した1次イオンビームが得られる。ここで作られたイオンは、20kVの電圧で加速され、1次の質量分析器を通る。通常イオン源に導入するガスは十分高純度のものを使用するが、イオン源の壁などに吸着されていた原子に由来する異種イオンがイオンビーム中に混在することが避けられない。1次マグネットによつてこれらの異種イオンを分離し、サンプル衝撃用の特定イオンを選択し純化することができる。この高純度イオンビームは2組のアイントゥエルレンズで小さく絞られ、試料表面に照射される。ビーム径は2~500 $\mu$ の間で連続的に変化させることができる。なお今回の実験では、1次イオンビームとしては20kVの電圧で加速されたO<sub>2</sub><sup>+</sup>イオンを使用した。

1次イオンの照射によつて試料表面からスパッタされた2次イオンは1.5kVの電圧で加速され、立体二重収束型質量分析器で分析される。これは通常の二重収束型質量分析器の磁場部分をくさび形にかえ、磁場と平行な方向にもビームを収束させるようになっていいる。その基本的な考え方は、LIEBL<sup>4)</sup>によつて示されている。この質量分析器では、2次イオンの入口スリットをもちいずにスパッタ領域の像を直接コレクタースリット上に結ばせ

ることができ、したがって発生した2次イオンの収率を向上させることができる。さらに質量分析器の入射立体角を大きくするために、アインツェルレンズが質量分析器の前におかれている。

質量分析器で分離された2次イオンは、Dalyタイプ<sup>8)</sup>の検出系で測定される。ここで2次イオンはターゲットで2次電子に変換され、この電子は加速され、シンチレーターにぶつかり、そこで光を放出する。最後にこの光が光電子増倍管によつて検出される。このような検出系は一般にゲインが高くノイズが少ないということでイオンの検出用として、近年注目されつつある。またターゲットとシンチレーター間のポテンシャルを適当に変えることによつて、正負両イオンとも検出することができる。このようにして検出されたイオン信号は、スケーラーによつて計数されるか、またはレコーダーに直接電流値として記録される。またこの装置には、質量分析器出口とコレクタースリットの間に静電偏向電極 (Ratio Switching) が取り付けられている (Fig. 2)。この偏向電極をもちいると磁場強度を一定に保つたまま、センターの質量数の $\pm 7.5\%$ 以内の質量数をもつイオンをターゲットに投射することができる。通常これは2種のイオンの比を自動的に測定するように設計されたもので、偏向電極に Fig. 2 に示したような矩形波を与えて2種のイオンを交互にコレクタースリットに導入し、別々に計数することによつておこなわれる。また偏向電極に鋸歯状波を与えると、それと同期したオシロスコープ上に、上記の質量範囲のマススペクトルをかかせることができる。

### 3. 深さ方向の分析

試料表面から2次イオンが放出される割合 (2次イオン放出能) は表面の凹凸や吸着ないし酸化膜の存在などによつて変化するので、鉄鋼中の合金元素の二次元分布の測定、定量分析および深さ方向の分析などをおこなう場合、試料表面の状態によつて測定結果が大きく変わってくる。したがってこれらの測定をおこなう前に、できるだけ平滑でコンタミネーションの少ない表面を再現性よく作り出す方法を開発しておく必要がある。そこで比較的平滑な表面を得やすい機械的研磨方法により試料を研磨し、深さ方向の分析をおこなうことによつて、コンタミネーションの度合、研磨面の平滑さなどを調べ、次いで化学研磨法との比較をおこなった。

#### 3.1 機械的研磨方法

まず機械的研磨方法として、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$  およびダイヤモンドペーストの3種類の研磨剤を使用した場合に

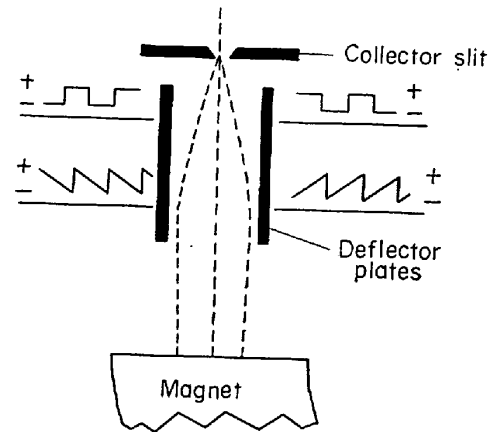
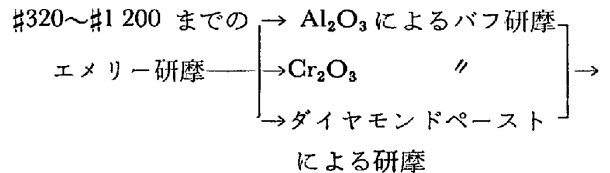


Fig. 2. Schematic diagram of ratio switching mechanism.

ついて比較した。 $\text{Al}_2\text{O}_3$  は粉末を水に浮かべることによつて比較的大きさの揃った微粒子を選び出して使用した。 $\text{Cr}_2\text{O}_3$  は光学顕微鏡試料の研磨に使用するものをそのまま使用した。またダイヤモンドペーストは粒子サイズ約  $3\mu\phi$  のものを使用した。実験条件を揃えるために、エメリー研磨の手順を一定とし、バフ研磨は自動研磨機によつておこなった。試料は Johnson Matthey 社製の直径  $6\text{mm}\phi$  の純鉄棒からマイクロカッターで切り出したものを使用した。

研磨洗浄方法は次のとおりである。



→エーテル、アルコールの順に超音波洗浄→ホットブラスト→真空乾燥 ( $\sim 10^{-2}$  torr)→測定

#### 3.2 測定方法

深さ方向の分析をおこなうためには、試料を均一にスパッタしなければならぬ。このため2つのレンズで細束化した1次イオンビームで一定領域 ( $130 \times 90\mu$ ) を走査する方法 (ラスタリング) を採用し、スパッタリング中に一定時間間隔で特定元素の2次イオンの計数をおこなった。なおこの方法で正確な深さ方向の濃度プロファイルを得るためには、スパッタされた領域のエッジの影響を除去する必要があるため、2次イオンの計数をおこなう際に1次イオンをラスタさせる範囲を、 $65 \times 45\mu$  に縮小させて測定し、その影響を除去した。

深さ方向の絶対値は、1個の入射イオンによつてスパッタされる原子の数 (スパッタリング効率) から推定した。この値は、1次イオンを一定時間ラスタし、スパッ

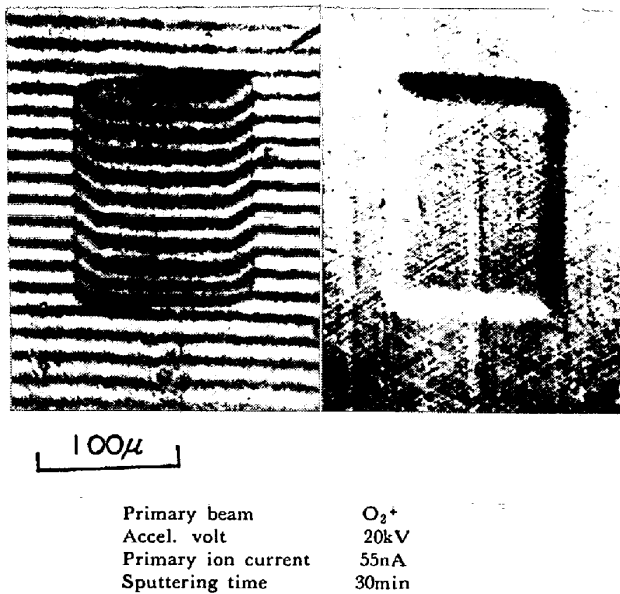


Photo. 1. Interferogram and scanning electron micrograph of a flat crater produced by rastering method.

タされた深さを干渉顕微鏡をもちいて測定することによつて求めた。Photo. 1 にスパッタ後の干渉顕微鏡像および走査型電子顕微鏡像を示す。入射イオンの数はファラデーカップをもちいて求め、スパッタされた Fe 原子の数は深さとラスタ面積から算出した。加速電圧 20kV のときのスパッタリング効率は約 0.6atoms/ion であった。

### 3.3 結果と考察

#### 3.3.1 機械的研磨方法の影響

研磨面上のおもな不純物元素は, Na, Mg, Al, Si, K, Ca, Cr であることが 2 次イオンのマススペクトルからわかった。このうち, Na, Mg, K および Ca は, たとえば Fig. 3 にみられるように常にごく表面層でのみ計数値が高く, 研磨方法による差はみられなかった。これらの元素は研磨時に使用した水の中の不純物の付着によるものと考えられる。

一方, Al, Si, Cr の深さ方向の分布は, 研磨方法によつて大きく変化した。Fig. 4 にそれぞれの方法で研磨した試料の分析結果を示す。いずれの場合にもみられるごく表面 (~20Å) のイオン強度のピークは表面に吸着物層ないし酸化膜などが存在することによつてイオン化効率が高くなっているためであると考えられる。したがつてこの領域では正しい濃度比較がおこなえないので, この部分を除いて考える。まず Fig. 4 (a) から, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> バフ研磨および Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> バフ研磨による試料では Al のイオン強度が低いが, ダイヤモンドペーストによる研磨で

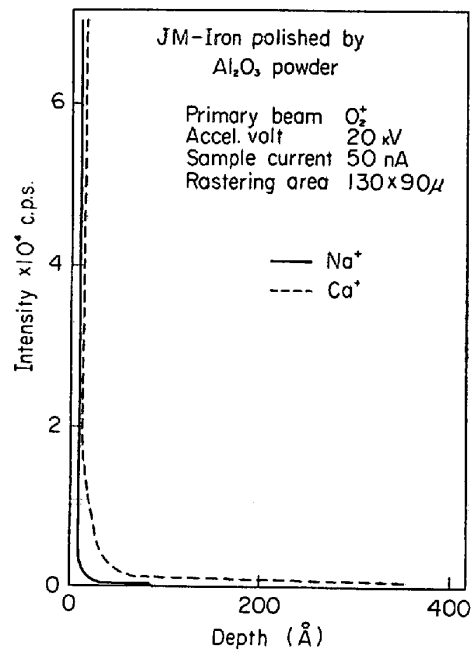


Fig. 3. In-depth profiles of Na<sup>+</sup> and Ca<sup>+</sup> in the pure iron polished with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder.

は Al がかなり高いことがわかる。Fig. 4 (b) からは, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> バフ研磨およびダイヤモンドペーストによる研磨の場合には Cr のイオン強度が低いが, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> バフ研磨では相当スパッタしても, Cr イオン強度が高いことがわかる。また Fig. 4 (c) からは, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> バフ研磨および Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> バフ研磨の場合には Si イオン強度が低いが, ダイヤモンドペースト研磨では Si のイオン強度がかなりスパッタしても高くなっていることがわかる。これらの結果から, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> バフ研磨, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> バフ研磨およびダイヤモンドペースト研磨の中では Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を使用したバフ研磨が, 深さ方向の濃度分布を測定するのに最も好ましい方法であることがわかった。このように Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> バフ研磨が最もよい結果を与えたのは, 使用した Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> が約 1 μφ 以下の微粒子であったこと, および Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> が超音波洗浄によつて表面から脱落しやすいことなどによるものと考えられる。これに対し, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (粒子サイズ約 1 μφ) で研磨した場合, Al や Si の測定結果が Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> で研磨したときとほぼ一致している。したがつて研磨面の平滑度は, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> バフ研磨の場合と大差がないものと思われる。Cr の測定値が Fig. 4 (b) のように非常に高かつたのは, おそらく Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> が超音波洗浄などによつても脱落しにくいためであろう。一方, ダイヤモンドペーストは粒子サイズが約 3 μφ と最も大きかつたために, 研磨表面の凹凸が最も大きいこと, およびペーストが洗浄によつて除去されにくいことなどのために最も悪い結果を与えたものと考えられる。

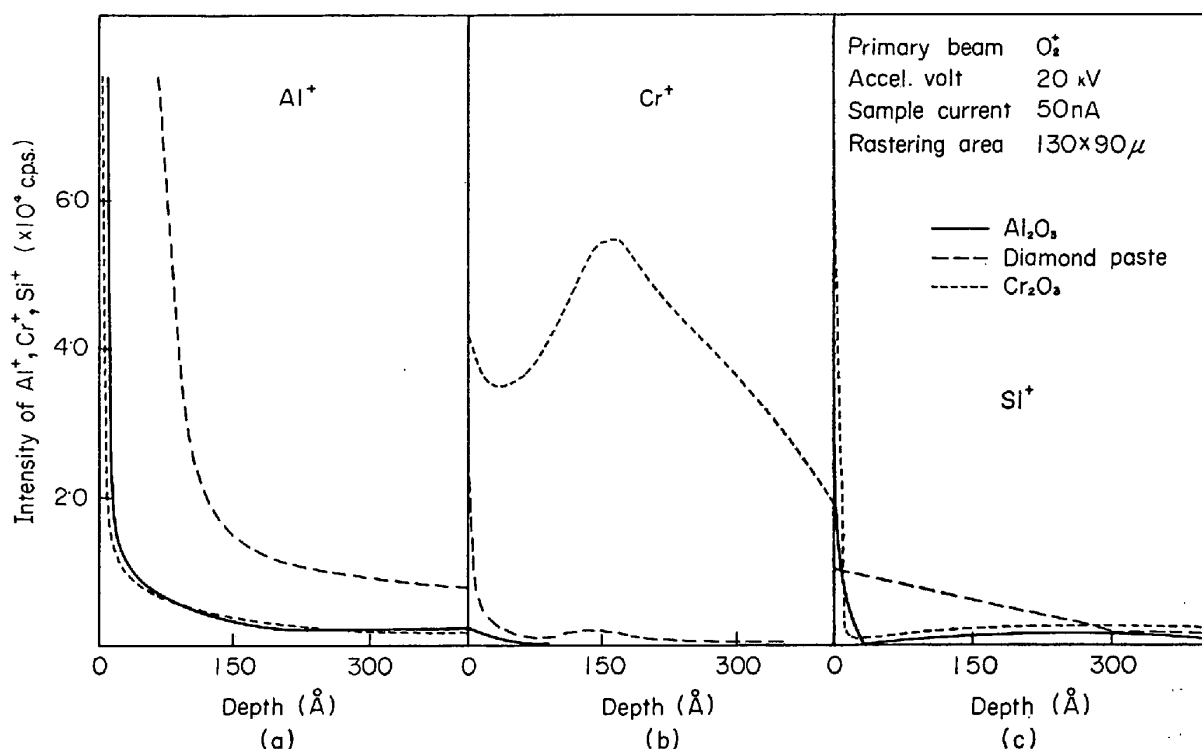
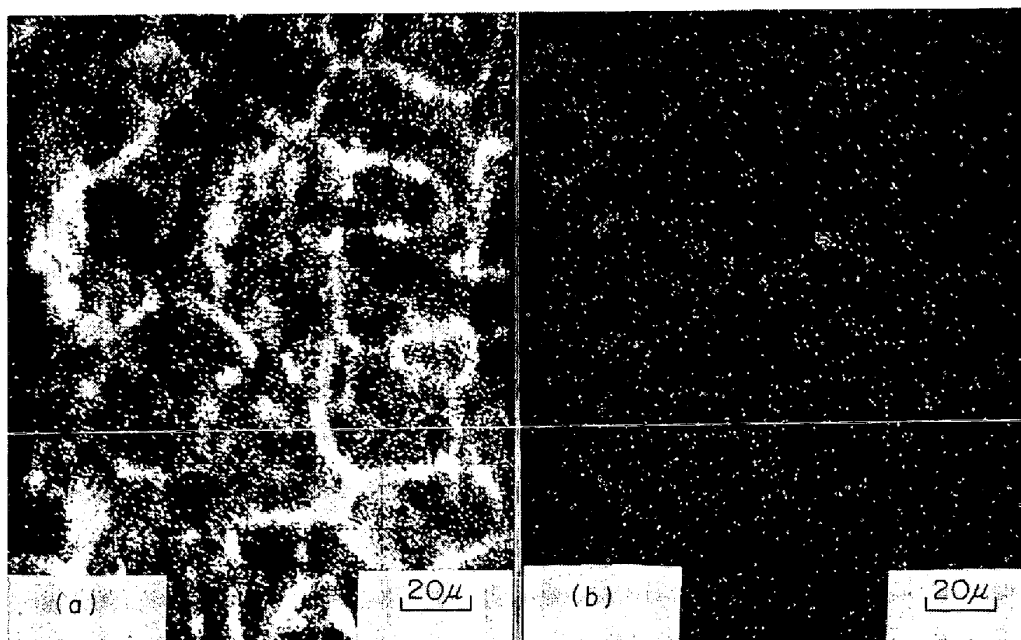


Fig. 4. In-depth profiles of (a) Al<sup>+</sup>, (b) Cr<sup>+</sup> and (c) Si<sup>+</sup> in the pure iron polished with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and diamond paste.



(a) Chemically polished (b) Mechanically polished  
Primary beam O<sub>2</sub><sup>+</sup>, Accel. volt 20kV, Beam dia. 2μφ

Photo. 2. Ion image of Al<sup>+</sup> on the surface of Fe-0.1%Al alloys polished chemically with HF(3%)+H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> solution and mechanically with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

### 3.3.2 化学研磨の影響

次に、化学研磨と機械的な研磨とを比較した。ここでは通常よく使用される HF(3%)+H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 混合液による方

法を採用した。機械的研磨法は Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> パフ研磨とし、試料は Fe-0.1% Al 合金を使用した。研磨、洗浄方法は上記と同じ手順によつておこなつた。Photo. 2 の (a) お

よび(b)は、それぞれ化学研磨および Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> バフ研磨した試料のごく表面の Al<sup>+</sup> の 2 次イオン像である。Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> バフ研磨では Al が比較的均一に分布しているのに対し化学研磨による試料では粒界に沿って Al の 2 次イオン強度がみかけ上高くなっている。表面粗度の測定から、化学研磨の場合には粒界が選択的に腐食されていることがわかった。したがって、Photo. 2 (a) は、フラットな面よりも凹凸のある部分の方が 2 次イオン放出能が大きいという現象(エッジ効果)、あるいは粒界における選択的な酸化によるものであると考えられる。Fig. 5 は、Al の深さ方向の分布を示したものである。Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> バフ研磨では Al がほぼ均一であるのに対し、化学研磨では 1 次イオンの照射によつて粒界の凹凸がきえるまで (~3000 Å) Al の濃度がみかけ上高くなっている。以上の結果から化学研磨法は粒界の凹凸があるために深さ方向の測定をおこなうための研磨方法としては不相当であるとわかった。

3.3.3 測定例

上の結果から Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 微粉末でバフ研磨するのが最もよい試料研磨方法であるとみなされたので、その方法を利用して合金元素の表面濃化現象を調べた。上記の実験にもちいた Fe-0.1%Al 合金を純水素雰囲気中で 700°C × 10hr 焼鈍して、再び Al の深さ方向の分布を測定した。Fig. 6 から焼鈍によつて試料表面に Al が濃化した

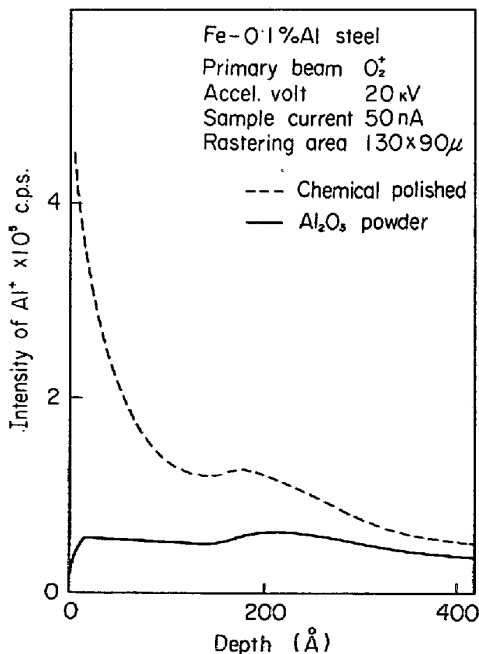


Fig. 5. In-depth profiles of Al<sup>+</sup> in Fe-0.1%Al alloys polished chemically with HF(3%) + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> solution and mechanically with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder.

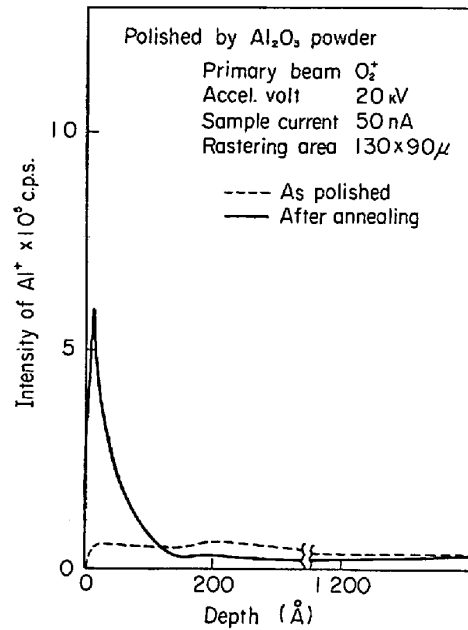


Fig. 6. In-depth profile of Al<sup>+</sup> in Fe-0.1%Al alloys.

ことがわかる。深さ 100~1200 Å のところで Al の濃度が焼鈍前に比べて低くなっているが、これは denuded zone ができていることを意味しているものと思われる。

4. 定 量 分 析

4.1 定量分析の方法

1 次イオンビームを照射した試料表面からは、中性原子、2 次イオン、電子などが放出されるが、そのうちスパッタされた正の 2 次イオンの一部は、まわりの電子と結合して電気的に中性化される。この中性化される割合は、主として試料から電子が放出される割合、すなわち仕事関数で決まると考えられ、この仕事関数はマトリックスや表面状態によつて変化する。いま単位時間に試料に入射する 1 次イオン数を  $n_p$  とすると、ターゲットに単位時間に流れ込む元素 X の同位体イオン i の数  $n_{i,X^+}$  は、従来の考えによれば次式で与えられる。

$$n_{i,X^+} = n_p \eta_X \cdot S_X \cdot a_{i,X} C_X e^{-W/kT} \dots\dots (1)$$

したがつてその元素のイオン強度  $N_{X^+}$  は

$$N_{X^+} = \frac{\zeta_X \cdot n_{i,X^+}}{a_{i,X}} \dots\dots (2)$$

となる。ここで  $C_X$  は元素 X の濃度 (at%)、 $a_{i,X}$  は同位体比、 $\eta_{X^+}$  は 2 次イオン検出系に流入するイオンの全発生イオン ( $X^+$ ) に対する割合であつて、2 次イオンの引き出し方法、引き出し電圧などによつて変わってくる。 $\zeta_{X^+}$  はターゲットに入射した 2 次イオンの数からスケラーで計測されるパルス数への変換効率である。 $\eta_{X^+}$ 、 $\zeta_{X^+}$  はともに装置によつて値が異なる。 $S_X$  は元

素  $X$  のイオン化効率で元素に固有のものであり、 $e^{-W/kT}$  は上に述べた仕事関数の影響を考慮に入れた項である。実際に鉄鋼中の元素分析をおこなう場合、次の2つの方法が考えられる。第1の方法は、合金元素  $X$  のイオン強度  $N_{X^+}$  を、標準物質（たとえば  $X$  の純物質）から求めた  $X$  のイオン強度と比較する方法であり、第2の方法は同一の照射条件のもとで  $X$  と別の元素  $Y$  のイオン強度を測定して比較する方法である。第1の方法はX線マイクロアナライザーなどでよく使用されているが、IMA ではマトリックスおよび表面状態などの違いによつてイオン化効率が大きく変わることなどの理由から使用することはできない。第2の方法では  $Y$  として主成分の Fe をもちいることが多い。このときイオン強度の比は(1)および(2)式から次のようになる。

$$\frac{N_{X^+}}{N_{Fe^+}} = \frac{\zeta_X \cdot \eta_{X^+}}{\zeta_{Fe} \cdot \eta_{Fe^+}} \cdot \frac{S_{X^+}}{S_{Fe^+}} \cdot \frac{C_X}{C_{Fe}} \cdot \frac{e^{-W/kT}}{e^{-W/kT}} \dots\dots\dots (3)$$

ここで、元素  $X$  と Fe を同一条件で測定すれば  $\eta_{X^+} = \eta_{Fe^+}$  となり、また測定中にマトリックスや表面状態が変化しなければ  $e^{-W/kT}$  はその間は一一定である。さらに  $\zeta_X$  は元素の種類によらないと考えられる。したがつて(3)式は次のように書くことができる。

$$\frac{N_{X^+}}{N_{Fe^+}} = K_X \frac{C_X}{C_{Fe}} \dots\dots\dots (4)$$

つまり  $X$  と Fe のイオン強度比は濃度化に比例する。ここで  $K = S_{X^+}/S_{Fe^+}$  で、Fe に対する  $X$  の相対イオン化効率を示すものである。この方法を使用すると適当な標準試料をもちいてあらかじめ  $K_X$  の値を求めることによつて、 $N_{X^+}/N_{Fe^+}$  の値から  $C_X/C_{Fe}$  を計算することができる。

次に標準試料を必要としない定量法を述べる。この方法は、1次イオンを試料に照射した場合、試料表面上に熱的に平衡なプラズマが局部的に生成しているという考えにもとづくものである。この考え方は ANDERSEN<sup>6)</sup> らによつて提唱されたものであるが、その後ローカルプラズマの存在が SHIMIZU<sup>9)</sup> らによつて確認されている。

いまプラズマ中のある元素  $M$  の濃度は試料中の  $M$  の濃度に比例していると考えられる。プラズマ中に含まれる元素  $M$  の全個数は、中性原子、イオン、分子などのすべての和としてあらわされるが、分子状のものとしてはあとで述べるような理由から、 $MO$ 、 $MO_2$  のみを考えればよいものとする。この場合元素  $M$  の単位体積当たりの全原子数  $n_M$  は一次近似的に次の式であらわされる。

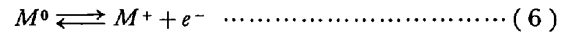
$$n_M = n_{M^+} + n_{M^-} + n_{M^0} + n_{MO} + n_{MO_2} \dots\dots\dots (5)$$

ここで、 $n_{M^+}$ 、 $n_{M^-}$ 、 $n_{M^0}$ 、 $n_{MO}$ 、 $n_{MO_2}$  はそれぞれ  $M$  の

陽イオン、陰イオン、中性原子、一酸化物、二酸化物の単位体積当たりの個数である。これらの値は以下のように計算される。

(1) 陽イオン

熱平衡のもとでは、イオン化プロセスは解離反応として書くことができる。



この反応の解離定数は

$$K_{n^+} = \frac{n_{M^+} \cdot n_{e^-}}{n_{M^0}} \dots\dots\dots (7)$$

与えられる。ここで  $n_{e^-}$  は電子の単位体積当たりの個数である。平衡状態における各粒子の存在する割合は、熱力学的に記述することができる。反応(6)の場合には解離定数  $K_{n^+}$  は以下の式であらわされる。

$$K_{n^+} = \left( \frac{2\pi}{h^2} \cdot \frac{m_{M^+} \cdot m_{e^-}}{m_{M^0}} kT \right)^{3/2} \frac{B_{M^+} \cdot B_{e^-}}{B_{M^0}} e^{-E/kT} \dots\dots\dots (8)$$

この式を Saha-Eggert のイオン化式<sup>10)11)</sup> という。ここで  $h$  はプランク定数、 $K$  はボルツマン定数、 $T$  は絶対温度、 $m$  は質量、 $B$  は内部分配関数、 $E$  は解離エネルギーである。(7)式と(8)式をもちいて書き直すと次のようになる。

$$\log \frac{n_{M^+}}{n_{M^0}} = 15.38 + \log \frac{2B_{M^+}}{B_{M^0}} + 1.5 \log T - \frac{5040(I_p - \Delta E)}{T} - \log n_{e^-} \dots\dots\dots (9)$$

ここで右辺第2項の2は自由電子の分配関数、 $I_p$  は  $M^0$  のイオン化ポテンシャル、 $\Delta E$  は荷電粒子の相互作用によるイオン化ポテンシャルの補正項である。この式から分配関数とイオン化ポテンシャルがわかつていれば、 $T$  と  $n_{e^-}$  を与えることによつて、元素  $M$  の中性原子に対する1価陽イオンの比が決定されることがわかる。なお  $\Delta E$  は Debye-Hückel モデル<sup>12)</sup> で計算される。

(2) 陰イオン

現在の実験条件のもとでは、プラズマの中でほとんどの物質は中性原子か1価の陽イオンになつている。しかし電子親和力の高い元素の場合にはかなりの量が陰イオンとして存在しうる。この場合も陽イオンと同じように Saha-Eggert の式を使つて以下のような関係が成立する。

$$\log \frac{n_{M^-}}{n_{M^0}} = -15.38 + \log \frac{g_{M^-}}{2g_{M^0}} - 1.5 \log T + \frac{5040E_a}{T} + \log n_{e^-} \dots\dots\dots (10)$$

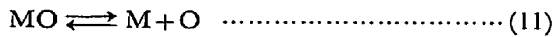
ここで  $g$  は原子の基底状態における分配関数、 $E_a$  は電

子親和力である。この場合も陽イオンの場合と同じく、 $T$  と  $n_{e^-}$  がわかれば  $n_M/n_{M^0}$  を計算で求めることができる。

(3) 分子イオン

プラズマ中に存在する各種分子の数を予知することは、分子の種類が非常に多いことから原理的には不可能である。しかし入射イオンに酸素イオンを使用すると、大部分の分子は一酸化物 (MO) であることが実験的にわかっている<sup>6)</sup>。これはプラズマ中の酸素原子の数が全原子数の 50% 以上になること、および酸化物分子が一般に安定であることによるものであると考えられる。酸素原子の数が非常に多い場合には、酸素はあたかもケミカルバッファのように作用し、酸素原子以外の元素同士による結合を減少させていると予想される<sup>6)</sup>。

さて一酸化物の分子は、熱平衡条件のもとでは以下の解離反応にしたがう。



この解離反応の解離定数は

$$K_{n_1} = \frac{n_M n_O}{n_{MO}} \dots\dots\dots (12)$$

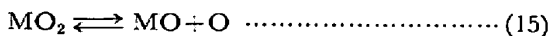
$n$  は単位体積当たりの個数である。解離定数は Guldberg-Wagge の式で与えられる。

$$K_{n_1} = \left( \frac{2\pi}{h^2} \cdot \frac{m_M m_O}{m_{MO}} kT \right)^{3/2} \frac{B_M B_O}{B_{MO}} e^{-E/kT} \dots\dots\dots (13)$$

ここで  $E$  は 2 原子分子の解離エネルギー、 $B_{MO}$  は分子の分配関数で振動、回転および電子の各項を含んでいる。分子の分配関数として HERZBERG<sup>13)</sup> の近似解をもちいると、解離定数の計算式は次のようになる。

$$K_{n_1} = 2.70 \times 10^{20} \frac{B_e}{g} \left( \frac{m_M m_O}{m_{MO}} \right)^{3/2} B_M B_O T^{1/2} \times (1 - 10^{-0.625w/T}) \times 10^{-5.044Vd/T} \dots\dots\dots (14)$$

ここで  $B$  は各原子の分配関数である。また、 $B_e$ 、 $w$  および  $g$  は MO 分子の分配関数に関する項で、 $B_e$  は MO 分子の回転の分配関数、 $w$  は MO 分子の振動数、 $g$  は電子の基底状態の分配関数である。また  $Vd$  は MO 分子の解離エネルギーである。また二酸化物 (MO<sub>2</sub>) の解離反応は次のようになる。



その解離定数は、一酸化物の解離定数 ( $K_{n_1}$ ) をもちいると、

$$K_{n_2} = \frac{n_{MO} \cdot n_O}{n_{MO_2}} = \frac{n_M \cdot (n_O)^2}{K_{n_1} n_{MO_2}} \dots\dots\dots (16)$$

となる。これらの式から、酸素原子の濃度がわかれば、解離定数  $K_{n_1}$  および  $K_{n_2}$  から  $n_{MO}/n_M$  および  $n_{MO_2}/$

$n_M$  の比を決定することができる。酸素原子の濃度は、MO<sup>+</sup> と M<sup>+</sup> のイオン強度と MO の解離定数  $K_{n_1}$  とから実験的に求められる。

以上の(9), (10), (12), (13), (16)式から  $n_M$  の値を求めることができる。このとき  $T$  と  $n_{e^-}$  を与えてやる必要がある。それには 2 種類以上の元素を内部標準として求めた値が、別の方法から求めた分析値と一致するように、 $T$  と  $n_{e^-}$  を決めればよい。

以上の考え方をもとにして、測定された M<sup>+</sup> からその濃度を計算するための計算機プログラムが、ANDERSEN らによつて考案されており、CARISMA (Corrections to Applied Research Laboratories Ion Sputtering Mass Analyzer) と名付けられている。

4.2 実験および結果

4.2.1 Fe-X 2 元系合金による検量線の作成

鉄鋼協会で作成したけい光 X 線分析用標準試料をもちいて検量線を作成した。この試料はいろいろな合金元素についてほぼ Fe-X 2 元系と考えられる組成をもっており、また C, N といった成分が比較的 low 約 0.002% 程度におさえられている。X としては Si, Mn, P, S, Al, Ni, Cr, Mo, W, V, Nb, Ti の各元素を選んだ。それらの化学分析値を Table 1 に示す。試料は 3 章に述べた方法で研磨、洗浄し試料室に装入した。測定に際しては表面の影響を取り除くため、1 次イオンビーム径を 500 μφ 程度にして約 10 min スパッタし、その後ビームを 100 μφ、試料電流 300 nA にしぼり、あらかじめスパッタした領域の中央にビームを照射し、各元素イオンを計数した。以下に述べる実験はすべてこの試料調整方法および測定方法でおこなった。Fig. 7 と Fig. 8 に測定結果を示す。縦軸は Fe イオン強度に対する合金元素のイオン強度の比 ( $N_X/N_{Fe^+}$ ) であり、横軸は化学分析値をもちいて計算した試料中の原子数の比 ( $N_X/$

Table 1. Chemical composition of Fe-X binary alloys.

X	X Contents (%)			
Si	0.21 <sub>0</sub>	0.63 <sub>5</sub>	1.06	4.02 <sub>2</sub>
Mn	0.23 <sub>3</sub>	0.96 <sub>8</sub>	2.00 <sub>0</sub>	
P	0.014	0.037	0.056	
S	0.018	0.033	0.050	6.00 <sub>0</sub>
Ni	0.51 <sub>8</sub>	1.05 <sub>7</sub>	3.24 <sub>3</sub>	
Cr	0.50	0.98	(2.99)	
Mo	0.20 <sub>0</sub>	0.49 <sub>8</sub>	1.00 <sub>2</sub>	6.04
Al	0.17 <sub>5</sub>	0.45 <sub>7</sub>	0.83 <sub>2</sub>	
Nb	0.20 <sub>8</sub>	0.55 <sub>0</sub>	0.89 <sub>0</sub>	
W	0.51	0.97	2.87	
V	0.21	0.49	1.00	



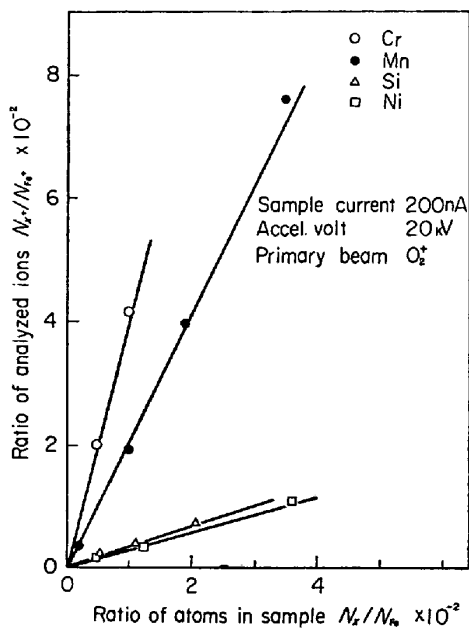


Fig. 7. Calibration curves for alloy elements in Fe-X binary alloys (X : Cr, Mn, Si and Ni).

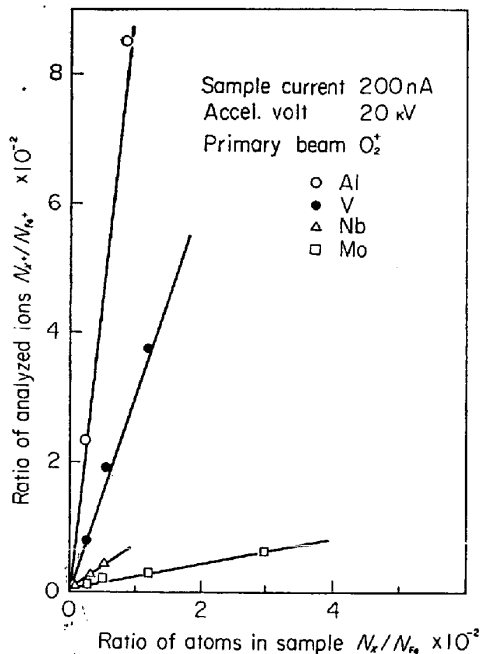


Fig. 8. Calibration curves for alloy elements in Fe-X binary alloys (X : Al, V Nb and Mo).

$N_{Fe^+}$ ) である。図に示すような低濃度領域では、各元素ともかなりよい直線性を示している。直線の傾き  $K_X$  は Fe に対する各元素のイオン化効率をあらわし、したがってこの値が大きいほど検出限界が高いことになる。Table 2 に各元素の傾き  $K_X$  を示す。これから Al, Cr, V, Mn などは Fe に対してイオン化しやすく、P, S, W などはイオン化しにくいことがわかる。

Table 2. Relative ionization yield ( $K_X = S_X / S_{Fe^+}$ ) of alloy elements in steels.

Elements	$K_X$	Elements	$K_X$
Al	9.6	Ni	$3.3 \times 10^{-1}$
Cr	4.4	Mo	$2.1 \times 10^{-1}$
V	3.2	P	$3.3 \times 10^{-2}$
Mn	2.1	S	$2.4 \times 10^{-2}$
Nb	$8.3 \times 10^{-1}$	W	$4.4 \times 10^{-3}$
Si	$3.4 \times 10^{-1}$		

この検量線から未知試料の定量分析をおこなうには、存在するすべての元素のイオン強度を測定し、同位体補正をし、図から Fe に対する原子数の比を求めて、これを重量比 ( $C_i$ ) に直せば、次式から鉄鋼中の元素の重量濃度  $C_{io}$  が求まる。

$$C_{io} = C_i / (\sum_i C_i + 1) \dots\dots\dots (17)$$

4.2.2 NBS 試料の測定

このようにして作成した検量線および 4.1.2 項で述べた定量法 (CARISMA) をもちいて、数種の NBS 標準試料の分析をおこなった。その結果を Table 3 に示す。CARISMA で定量をおこなう場合、先に述べたようにプラズマ温度  $T$  と電子密度  $n_e$  を決めるために内部標準元素が 2 種類以上必要であるが、これらの測定で内部標準として使用した元素は Table 中に \* 印で明示してある。検量線法による結果をみると、ほとんどの元素についてかなり精度よく定量できることがわかる。特に Mn, Cr, Ni, V, Al などはすべての試料において標準値と測定値の誤差がほぼ数%から 10% 程度とよい一致を示している。検量線法においては、P, Si, Mo, Nb などが比較的あいにくい元素であるが、Si に関しては測定値のバラツキが大きかった。また Mo に関しては、その理由は現在のところあきらかではないが、あとで述べるような析出相の影響も多分に受けているのではないかと考えられる。一方、CARISMA による分析では、いずれの試料においても Nb, Al, Co などは標準値 (standard value) に比較的近い値が得られたが、P, Si などは 1 桁程度異なる値しか求められなかった。

次にこの NBS 標準試料をもちいて Fig. 8, 9 と同様の関係を調べた。このような測定をおこなったのは、標準試料をかえることによつて検量線の傾き ( $K_X$ ) がどのように変わるかを調べるためである。NBS 標準試料は他の試料に比べて均質であり、化学分析値の信頼性が高いといわれている。しかしながら、炭素量が 0.07~0.15 wt% と比較的高いという欠点ももっている。さて、これらの試料から求めた Fe に対する各元素のイオン強度比と原子数の比を両対数表示にしたのが、Fig. 9 であ

Table 3. Quantitative analysis of NBS standards 461, 466 and 467 using calibration curves and CARISMA.

Element	NBS standard 461			NBS standard 466			NBS standard 467		
	Standard value	Analytical value		Standard value	Analytical value		Standard value	Analytical value	
		CARISMA	Calibration curve		CARISMA	Calibration curve		CARISMA	Calibration curve
C	0.15			0.065			0.11		
Mn	0.36	0.363*	0.35	0.11	0.108*	0.09	0.27 <sub>5</sub>	0.267*	0.26
P	0.053	1.13	0.033	0.012			0.033	0.781	0.024
S				(0.01)			(0.01)		
Si	0.047	0.146	0.015	0.025	0.223	0.036	0.26	2.83	0.30
Cu	0.34			0.033			0.067		
Ni	1.73	1.17*	1.72	0.051			0.088	0.071	0.113
Cr	0.13	0.120*	0.13	0.011	0.009*	0.009	0.036	0.034*	0.033
V	0.024	0.017	0.026	0.007	0.005*	0.008	0.041	0.036*	0.048
Mo	0.30	0.031	0.44	0.011	0.002	0.032	0.021		0.065
Sn	0.022			0.005			0.10		
Ti	(0.01)	0.012		0.057	0.063		0.26	0.387	
B	0.000 <sub>2</sub>			(0.000 <sub>2</sub> )			(0.000 <sub>2</sub> )		
As	0.028			0.014			0.14	0.261	
W	0.012			(0.006)			0.20		
Zr	(0.005)	0.023		(<0.005)			0.094	0.066	
Nb	0.011	0.008	0.017	0.005	0.003	0.009	0.29	0.295	0.55
Ta	0.002			0.002			0.23		
Al	(0.005)	0.009	0.005	0.01 <sub>5</sub>	0.015	0.007	0.16	0.270	0.14
Co	0.26	0.233		0.04 <sub>6</sub>	0.040		0.07	0.067	

(wt %)

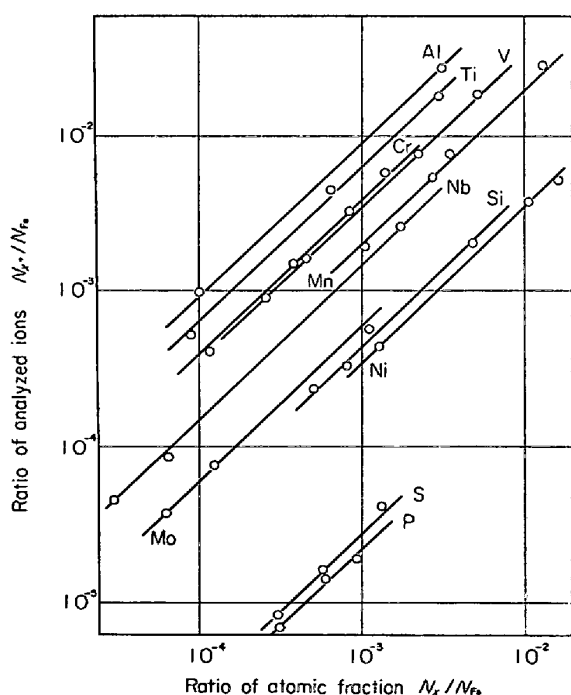


Fig. 9. Calibration curves for alloy elements in the NBS steels. (Sample current 300nA. Accelerating voltage 20kV. Primary beam O<sub>2</sub><sup>+</sup>).

る。各元素とも非常によい直線性を示している。これらの検量線は、けい光X線分析用標準試料から求めた検量線と比較的よく一致したが、P, Si, Mo, Nbなどはや

Table 4. Quantitative analysis of NBS standard 464 using calibration curves and CARISMA.

Element	Standard value	Analytical value	
		CARISMA	Calibration curve
		NBS standard 464	
C	0.54		
Mn	1.32	0.829*	1.30
P	0.017	0.970	0.12
S	(0.02)		
Si	0.48	5.00	6.3
Cu	0.096		
Ni	0.135	0.343	0.146
Cr	0.078	0.040*	0.073
V	0.295	0.154	0.56
Mo	0.029	0.058	1.6
Sn	0.043		
Ti	0.004	0.016	
B	0.005		
As	0.018		
W	0.022		
Zr	0.010	0.064	
Nb	0.037	0.247	2.6
Ta	0.069		
Al	0.005	0.086	0.068
Co	0.028	0.087	

(wt %)

はりその傾きにかなりの差が認められた。

4.2.3 イオン強度比におよぼす析出相の影響

Table 4は、NBS 標準試料 464 を上記の手法で定量

Table 5. Chemical composition of Fe-X binary alloys.

	C	Mn	Ni	V	Nb	Si	P	S	O	N
Fe-Ni	0.020	<0.001	0.22	—	—	0.004	0.002	0.003	0.0056	0.0001
Fe-Mn	0.019	0.20	—	—	—	0.008	0.003	0.003	0.0036	0.0011
Fe-V	0.012	<0.001	—	0.18	—	0.008	0.003	0.002	0.0033	0.0001
Fe-Nb	0.010	0.008	—	—	0.36	0.014	0.002	0.103	0.0033	0.0001

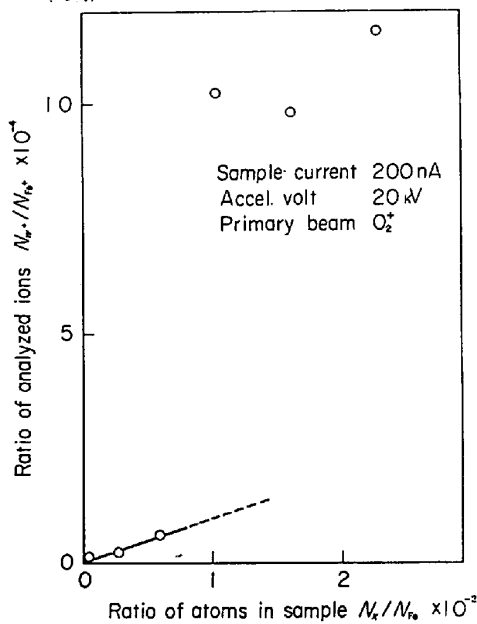


Fig. 10. The relation between the ion intensity ratio ( $N_{W^+}/N_{Fe^+}$ ) and the atomic fraction of W ( $N_W/N_{Fe}$ ) in Fe-W binary alloys.

分析をおこなった結果である。この試料では、検量線法による分析値と標準値が異なるものが多い。たとえばVは他のNBS試料では、誤差がほぼ10%程度であるのに対し、NBS試料464では、標準値のほぼ倍の値を示しているし、Si, Mo, Nbなどは1~2桁も異なる値を示している。なお検量線は、けい光X線分析用標準試料から求めたものである。これは試料464の中のC量が0.54 wt%と他の試料の0.07~0.15 wt%に比べて著しく高いために試料中に析出相が存在し、それによつて合金元素のイオン化効率が変わったことが原因であると推定される。

同様の現象が、先に述べたけい光X線分析用標準試料のFe-W合金についても観察された。Fig. 10にこのときのWとFeの原子数の比とイオン強度比の関係を示す。合金量が少ない場合には、イオン強度比はWの重量の増加とともに直線的に増加するが、5 wt%以上になるとイオン強度比が急激に大きな値になっている。これらの試料では、C量が0.002%以下と低いが、Wが5 wt%以上になるとε相があらわれる。イオン化効率の

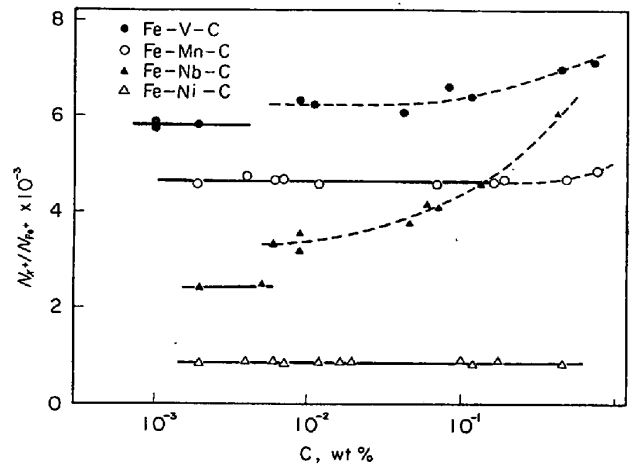


Fig. 11. The relation between the ion intensity ratios ( $N_{X^+}/N_{Fe^+}$ ) and the concentration of C in Fe-Nb, Fe-V, Fe-Mn and Fe-Ni alloys.

著しい増加はちょうどε相の析出に対応している。

このようなFeイオンに対する目的元素イオンの強度の比が析出相によつて変化するという事実をさらに詳しく検討するために、目的元素濃度を一定にしてC量を変化させたときのFeに対する目的元素のイオン強度比を測定し、炭化物の析出との関連性を調べた。もちいた試料は、電解鉄を素材として真空溶解により作成した、Fe-0.22%Ni, Fe-0.20%Mn, Fe-0.18%V, Fe-0.36%Nbの4合金である。Table 5にそれらの化学組成を示す。これらを脱炭ないし浸炭処理することによつてC量を変化させたときFeに対する目的元素のイオン強度比が変化するように元素によつて異なっている。C量の増加とともにイオン強度比がFe-Nb合金の場合は $2.45 \times 10^{-3}$ から $6.11 \times 10^{-3}$ まで、またFe-V合金の場合は、 $5.75 \times 10^{-3}$ から $7.05 \times 10^{-3}$ まで大きく変化している。これに対してFe-Mn合金とFe-Ni合金の場合には、それぞれ $4.70 \times 10^{-3}$ および $8.30 \times 10^{-4}$ とほぼ一定値を示している。710°Cで焼鈍したとき、Fe-V合金ではこの間に $V_4C_3$ および $(Fe,V)_3C$ が析出しており<sup>14)</sup>、またFe-Nb合金ではさらに複雑な析出相がある<sup>15)</sup>ことから考えて、このようなイオン強度比の変化

は、フェライト素地および析出相中に存在する合金元素の量、Fe や C との結合状態、結晶構造などの影響によるものと思われる。また Ni, Mn においてはセメンタイトが析出しているにもかかわらず一定の値を保っているが、なぜ Ni, Mn の場合にはセメンタイトがイオン強度比に影響をおよぼさないかは、現在のところ明らかではない。

### 4.3 察 考

これまで述べてきたように、鉄鋼中の合金元素量が変化し析出相があらわれてくると、鉄に対する合金元素のイオン強度比が変化する元素があるということは検量線法によつて定量分析をおこなおうとする場合、非常に大きな問題となる。この現象は4.1.1項の(1)および(2)式では無視されており、その意味ではこれらの式は、正確に  $N_{X^+}$  をあらわすものではない。また相変化は、仕事関数にも影響をおよぼすが、仕事関数の項は測定されるすべての元素に共通のものであるから比をとるときえるので、この現象をあらわす項ではないといえる。したがって厳密に言えば(1)式は次のように書きあらわされるべきである。

$$N_{i,X^+} = n_p P_{X^+} n_{X^+} S_{X^+} a_{i,X} C_{Xe}^{-W/kT} \dots\dots\dots (17)$$

ここで  $P_{X^+}$  は、相変化によつてイオン化効率が変わるのを補正するために導入された項で、一般に合金元素量の関数となる。(17)式と(2)式をもちいると、前述の(4)式は次のようになる。

$$\frac{N_{X^+}}{N_{Fe^+}} = K_X \frac{P_{X^+}}{P_{Fe^+}} \frac{C_X}{C_{Fe}} \dots\dots\dots (18)$$

したがって検量線法によつて定量をおこなおうとする場合は、 $P_{X^+}/P_{Fe^+}$  がほぼ一定となるような合金元素濃度の範囲でしか適用できないということになる。このような理由から、検量線法では正確な値が得られないという1つの例として、NBS 標準試料 464 の結果を前に Table 4 に示したが、ここには CARISMA による結果もあわせて示してある。CARISMA による計算結果は、他の NBS 標準試料における結果 (Table 3) と比較すると、検量線法による場合と比べてその精度にはほとんど差がなかった。このことは CARISMA においては、この析出相による影響をすでにその定量式の中で補正していることを意味していると考えられる。これを確かめるために Fe-Nb 系で C 量を変化させて測定し、CARISMA によつてプラズマ温度  $T$  と電子密度  $n_{e^-}$  を調べた。その結果、C 量が多くなると  $T$  は 4500°K から 8500°K まで、また  $n_{e^-}$  は、 $10^{19}$  個/cm<sup>3</sup> から  $10^{18}$  個/cm<sup>3</sup> まで大きく変化した。このことから考えて CARISMA においては、析出相の影響は  $T$  と  $n_{e^-}$  の変化としてとらえられ

ていると考えられる。このような補正方法が物理的にどのような意味をもっているのかは不明であるが、プラズマが局部的に熱平衡状態にあると仮定して作られた CARISMA は、定量法に対するアプローチとしては本質的にまちがつてはいないと考えられるので、このような問題に関してさらに検討をつけ、より正確な定量法を確立するように努力していく必要があると思われる。

## 5. 結 論

IMA は感度が非常に高く、表面層(～数 Å) や微小領域の測定が可能であり、しかもスパッタリングによつて深さ方向の分析がおこなえるなど優れた特徴をもつていことから、これの鉄鋼分析への応用を試み、種々の実験をおこなつた結果、次のような結果を得た。

(1) ごく薄い表面層の深さ方向の分析をおこなう場合、試料を Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 粉末でパフ研磨することにより、平滑でコンタミネーションの少ない表面を再現性よく作り出すことができた。また、この方法によつて Fe-0.1%Al 合金中の Al の表面濃化を測定することができた。

(2) 検量線をもちいて定量分析をおこなつた結果、合金元素濃度が低いときは、かなりよい精度で定量分析がおこなえた。

このように IMA は鉄鋼表面の測定においては、かなり有力な手段であるが、元素分析という限定された機能しかもっていない。一方、鉄鋼表面の物性についてはまだまだ未知の分野が多く、したがって IMA から得られたデータだけで表面物性すべてを論ずることはできないので、ESCA や LEED などと組み合わせた総合的なデータから鉄鋼表面物性を解析していく必要があると考えられる。

## 文 献

- 1) R. K. F. HERZOG and F. P. VIEHBOECH: Phys. Rev., 76(1949), p. 855
- 2) R. CASTAING and G. SLODZIAN: J. Microscopie, 1(1962), p. 395
- 3) J. M. ROUBEROL et al.: Proc. 16th Annual ASTM Conf. Mass Spec., Pittsburgh, Pa., (1968), p. 216
- 4) H. J. LIEBL: J. Appl. Phys., 38(1967), p. 5277
- 5) H. NISHIMURA and J. OKANO: Japan. J. Appl. Phys., 8(1969)11, p. 1335
- 6) C. A. ANDERSEN and J. R. HINTHORNE: Anal. Chem., 45(1973), p. 1421
- 7) V. LEROY, J. P. SERVAES, and L. HABRAKEN: C.R.M. No 35(1973) June, p. 69
- 8) M. R. DALY: Rev. Sci. Inst., 31(1960), p. 264
- 9) R. SHIMIZU, T. ISHITANI, and Y. UEMURA:

- Japan. J. Appl. Phys., 13(1974), p. 250
- 10) J. EGGERT: Z. Phys., 20(1919), p. 570
- 11) M. N. SAHA: Proc. Roy. Soc., A99(1921), p. 135
- 12) H. W. DRAWIN: Reactions Under Plasma Conditions, ed. by M. Venugopalan, (1971), p. 94 {Wiley, N.Y.}
- 13) G. HERZBERG: Molecular Spectra and Molecular Structure. I, Spectra of Diatomic Molecules, (1950), p. 123, 125, 467 {D. van Nostrand}
- 14) F. WEVER, A. ROSE, and H. EGGERS: Mitt Kaiser-Wilhelm-Inst. Eisenforsch, 18 (1936), p. 239
- 15) H. EGGERS and W. PETER: ibid., 20 (1938), p. 205

### 「分析研究の立場」

分析技術者の功献なくしては近代鉄鋼業の発展はあり得なかつたといつても過言ではないであろう。一般に科学の進歩は、その重要な部分を測定技術の進歩に負っており、測定技術の最高の水準を駆使することによつて実験研究者は、思考過程に新たな視野を持つことができると考えている。

今回企画された鉄鋼分析に関する特集は、一般冶金研究者あるいは技術者の蒙を開き、さらに一段の飛躍の機会を与えるものとして、正に時宜に適したものといえよう。

最近では技術の進歩とともに、研究対象の分化が進み、広い視野に立つて研究を進めることがややもすればおろそかになり勝ちであるが、いわゆる学際的な研究活勝が重視されるようになったのも、この傾向を裏書きするものと考えられる。冶金研究者と分析研究者との間にも同様の関係があると考えられるが、両者のコミュニケーションを密にすることが研究効率を高めるために重要であろう。

冶金研究者は、従来ややもすればあり勝ちであつた単に分析技術者を利用するといつた考え方をあらためるとともに、分析研究者においても冶金研究者の悩みに常に關心を持ち、相互の理解と協力のもとに研究の効率化をはかるべきである。

分析技術については、現場分析の自動化は当然さらに進められるとして、微量分析、微小部分の局所分析、元素分析から状態分析への要望が高まると考えられるので分析研究者の一層の奮闘を期待するものである。

—(株)神戸製鋼所浅田基礎研究所所長, 現日本高周波鋼業(株)専務取締役 菅野 五郎—