

サブミクロン二次イオン質量分析装置を用いた 鋼中非金属介在物粒子の粒別分析

富安 文武乃進*・稲見 晃宏*・阿部 雅一*・二瓶 好正*

Individual Analysis of Nonmetallic Inclusions in Steel
by Using the Gallium Focused Ion Beam Secondary Ion Mass Spectrometry

Bunbunoshin TOMIYASU, Akihiro INAMI, Masakazu ABE and Yoshimasa NIHEI

Synopsis : Nonmetallic inclusions frequently exert a lot of unfavorable influences on the quality of steel. The size of nonmetallic inclusions in current steel products is less than a few μm in diameter. It is desirable to make clear the origin and generation process of such small particles of nonmetallic inclusion. In order to measure the shape, size, composition and inner elemental distribution, development of characterization methods for each inclusion particle is required.

By employing a gallium focused ion beam (FIB) as a primary ion beam of secondary ion mass spectrometry (SIMS), the particle analysis with high spatial resolution is easily achieved. In this paper, we present the novel individual analysis of nonmetallic inclusions in steel by gallium FIB SIMS.

We analyzed in two ways the nonmetallic inclusion particles segregated by electron beam melting. (1) By cross-sectioning of the particle using a gallium FIB, elemental maps of cross-section were obtained. The elements were distributed inhomogeneously on the cross-section. (2) We carried out the compositional analysis for several particles individually. Ten particles were analyzed by the shave-off analysis and the multivariate cluster analysis. Based on the composition of each particle, the inclusions were classified into six types.

Key words : individual analysis ; non metallic inclusion ; gallium focused ion beam ; secondary ion mass spectrometry ; multivariate cluster analysis.

1. 緒言

鋼中に含まれる介在物は、一般的に、鋼の清浄度を低下させ、鋼の品質に重大な影響を与える。具体的には、強加工時の割れ、薄板の疵、線材の断線など介在物を起点とした破壊の原因となる¹⁾。介在物は起源・生成過程により、一次の内生介在物と二次の内生介在物、および耐火材などの器壁からの溶損粒のような外来介在物とに分類される。一次の内生介在物は、溶鋼の脱酸・脱硫過程で生成し、砂疵の原因となる。また、凝固過程で生成する介在物を、二次の内生介在物という。一次の内生介在物と外来介在物は、粒径 $100\mu\text{m}$ 以下と比較的大きい粒子も含むが、二次の内生介在物の粒径は、数 μm 程度である²⁾。

鋼の清浄化に関する研究は、精錬技術の進歩とともに、その対象をマクロな粒子からミクロな粒子へと変えた³⁾。1950年代以降、取鍋精錬技術や連続鑄造技術の開発・発展により、鋼中非金属介在物の絶対量の低減ならびに鋼中分布の改善がなされた⁴⁾。近年は、より清浄度の高い鋼が要求されている。また、製鋼プロセスにより、例えば取鍋精錬時の攪はん速度⁵⁾⁶⁾や凝固時の温度制御⁷⁾⁸⁾による、介在物粒子の形状制御が期待されている。さらに、酸化物系介在物の粒

径、分布、組成を制御し、鋼の凝固時に析出核として作用させ、材質を向上させる試みがある⁹⁾。このような清浄化や形状制御を行うためには、数 μm 以下の小さな介在物粒子個々の化学組成と形状を明かにし、粒子の起源・生成過程を解明する必要がある。

鋼中非金属介在物粒子の分析法も、分析対象の大きさの変化にともない、大きく変化してきた。古くは、肉眼や光学顕微鏡により、砂疵や大型の介在物の観察がされた。また、これら大型の介在物の組成分析法として、酸やハロゲンにより鋼を溶解し介在物を抽出する分離法が開発された。最近では電解抽出分離法、特に非水溶媒系電解液を使用する定電位電解抽出分離法が開発され、微小介在物の簡便な分離手法として広く用いられている。1980年には、電子ビーム (EB) 溶解法が開発された¹⁰⁾¹¹⁾。EB溶解法は、電子ビーム照射により鋼を融解し、非金属介在物を分離、濃縮させる手法である。本手法は、低融点の介在物の再溶解という問題があるものの、介在物の形状や粒度分布を計測する上で簡易な処理法として大変有効である。また、鋼を機械研磨処理し、得られた研磨面に露出した介在物粒子を分析する、直接分析法がある。しかしながら、直接分析法においては、鋼中に占める介在物の絶対量が少ないため、研磨

面に露出する介在物粒子数が極端に少ないという問題がある。

近年、EB溶解法または直接分析法と、電子線マイクロアナリシス (EPMA) 法とを組み合わせた手法が³, 鋼中非金属介在物粒子の分析に広く適用されている¹²⁾¹³⁾¹⁴⁾。この手法により、微小な介在物粒子の形状と粒別組成が、より容易に計測できるようになった。しかしながら、EPMA法を用いた元素分布解析法において、面方向分解能は1 μm 程度である¹⁵⁾。したがって、今日の分析対象の大きさを考慮すれば、十分であるとは言えない。

著者らは、高電流密度を有し、かつ細束なガリウム収束イオンビーム (Ga-FIB) を、二次イオン質量分析 (SIMS) 装置の一次ビームとした、サブミクロンSIMS装置の開発を行った¹⁶⁾¹⁷⁾。本装置により、高い加工能力と0.1 μm 以下の高空間分解能SIMS法を実現した。さらに、数 μm 程度の微粒子に対する、定量分析手法の開発¹⁸⁾¹⁹⁾²⁰⁾ならびに三次元元素分布解析手法の開発²¹⁾²²⁾を行った。

本報においては、鋼中非金属介在物粒子の新しい化学計測手法の開発を目的として、サブミクロンSIMSによる定量分析ならびに三次元元素分布解析手法を数 μm の介在物粒子に適用し、その有効性に関する検討を行った。具体的には、EB溶解処理した鋼を試料とし、介在物粒子を粒別分析することにより、個々の介在物粒子ごとに化学組成と粒内元素分布を計測した。また、各介在物粒子の化学組成パターンにより、介在物粒子を分類した。得られた計測・解析結果より、鋼中非金属介在物粒子の起源または生成過程の解析に関し、本法の有効性を検討した。

2. 実験および方法

2.1 試料ならびに測定装置

供試鋼は、Al脱酸処理を行った、キルド鋼である。発光分光分析法により分析した、供試鋼の化学組成をTable 1に示す²³⁾。供試鋼の厚み方向のt/5相当部より切り出した、1~2gの角状鋼に対してEB溶解処理した。EB溶解は角状鋼を赤熱するまで3~5kVで予備加熱し、600~3000J/gで融解した²³⁾。冷却後のボタン状の鋼を試料とし、介在物集積帯にある非金属介在物粒子を分析した。

Fig. 1に、測定に使用したサブミクロンSIMS装置の概略図を示す。本装置の特徴は、微細でかつ高電流密度を有するGa-FIBを一次ビームとして用いることにより、材料の切断加工ならびに高い面方向分解能を実現した点、ならびに二次イオンのマルチチャンネル並列検出により、迅速でかつ

Table 1. Chemical component of the steel.

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	Al
1.015	0.23	0.35	0.009	0.001	0.04	1.47	0.01	0.07	0.016

(wt. %)

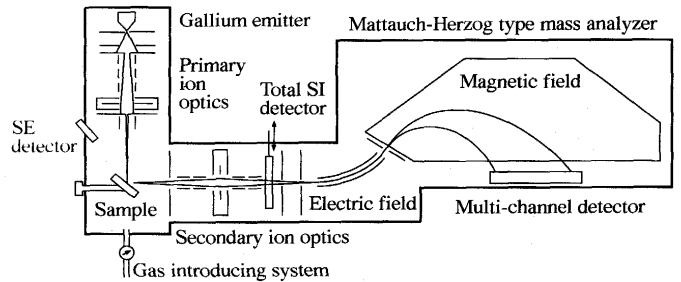


Fig. 1. Schematic diagram of the submicron secondary ion mass spectrometry.

正確なSIMS法を実現した点にある。本実験でのビーム条件は、ビーム直径0.2 μm ϕ , ビーム電流250pA, 加速エネルギー35keV, 照射エネルギー30keVである。

2.2 鋼中非金属介在物粒子の三次元元素分布解析手法

従来のSIMS法による三次元元素分布解析手法は、Fig. 2 (a)に示すように定義される。すなわち、一次イオンにより試料表面をスパッタしながら深さ方向分析 (一次元) を行い、同時に面方向の元素分布像 (二次元) を得、時間の関数としての三次元元素分布データを取得・解析するものである²⁴⁾²⁵⁾。しかしながらこの方法では、スパッタ効率の変化やノックオンミキシングの影響により、深さ方向の位置精度に問題がある。ところで、一般に必要とされる三次元元素分布データは、特定の断面であることが少なくない。著者らは、Ga-FIBの微細加工能力に注目し、Fig. 2 (b)に示した手法を新しい三次元分布解析手法と定義した。すなわち、一次イオンにより必要とする試料断面 (一次元) を正確に削り出し、断面の高空間分解能元素分布像 (二次元) を得、位置の関数としての三次元元素分布データを取得・解析するものである。本手法によれば、従来法と比較して、より迅速な測定が可能である。また、いかなる断面でも削り出せ、かつ正確な位置決めができる。

実際に行った測定手順を以下に述べる。まず、介在物集積帯の中心部分に位置する、直径50 μm の単一非金属介在物粒子について、イオン励起二次電子像、二次イオン像により形状観察した。また、同一介在物粒子表面の質量スペクトル測定を行った。またAl, Ca, Feの各元素について、粒子表面での元素分布像観察を行った。

ついで、Fig. 3に示した手順により、介在物粒子の三次元

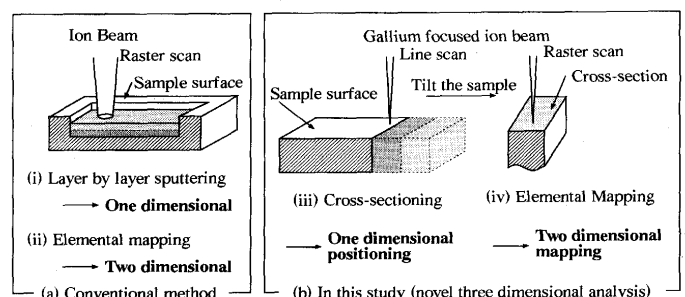


Fig. 2. Schematic diagram of the three dimensional analysis.

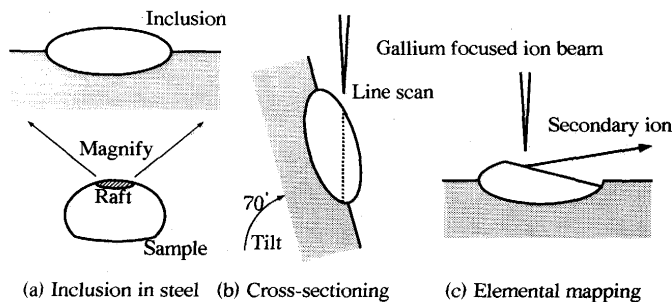


Fig. 3. Procedure of cross-sectioning of single inclusion.

Table 2. Relative sensitivity factor for each element in oxide matrix.

Element	Mg	Al	Si	Ca
Relative sensitivity factor	6.8	9.4	1.0	25.1

元素分布解析を行った。すなわち、(a)EB溶解処理により表面に露出した、単一非金属介在物粒子を顕微視野内で観察しながら、(b)鋼ごと70°傾斜し、1 A/cm³程度の高い電流密度を有する、Ga-FIBを加工用ツールとして用い、一次イオンによる影響を最小限に押さえた、任意の粒子断面を得た。具体的には、Ga-FIBを粒子上方よりライン走査することにより、非金属介在物粒子を切断した。(c)切断後、鋼表面を水平にし、Ga-FIBを分析用プローブとして用い、介在物粒子断面の分析を行った。すなわち、粒子断面のイオン励起二次電子像、二次イオン像観察を行い、Ga-FIBの加工能力を評価した。また、断面のAlとCaの各元素について、高空間分解能元素分布像を得た。

同一粒子断面内で、特定した10 μ m²の3領域において面分析を行い、微小分析部位ごとの二次イオン強度比を得た。また、非金属介在物粒子を酸化物と仮定することにより、Ga-FIBを一次イオン種とするSIMS法における、酸化物マトリクス中でのSi元素に対する相対感度係数¹⁹⁾を用いて、分析部位ごとの化学組成を得た。本研究で用いた、相対感度係数をTable 2に示す。

2・3 鋼中非金属介在物粒子の粒別分析手法

直径数 μ mの単一非金属介在物粒子、合計30粒子に対してShave-off分析法¹⁸⁾により定量分析した。Fig. 4 (a)にShave-off分析法の概略図を示す。従来のSIMS法による微粒子分析では、一次ビーム径が1 μ m程度であるため、Fig. 4 (b)に示した方法が一般的であった。しかしながら、この方法では、入射角によりスパッタ効率が増減するため、またノックオンミキシングやスパッタ再付着の影響を排除できないため、微粒子内部の形状評価精度ならびに定量精度に問題がある。

著者らは、これらの問題を解決する定量分析法として、Shave-off分析手法を開発した。具体的には、対象とする単一微粒子全体を含む面において、一次ビームのY方向走査速度を、X方向走査速度に対して、通常10,000分の1程度の十

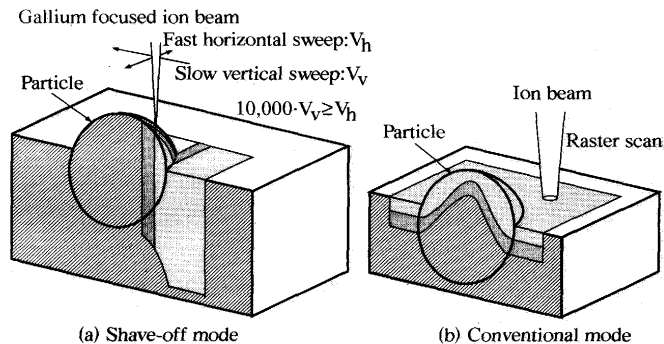


Fig. 4. Comparison of Shave-off mode with conventional mode.

分に小さい速度で走査し、一回の面走査により粒子全体をスパッタする手法である。

本分析法の特徴は、一次ビームの試料に対する入射角が一定に保持されていることにある。すなわち、形状効果の影響やスパッタ再付着ならびにノックオンミキシングの影響が排除でき、化学組成の定量性が維持できる。

得られたShave-offプロファイルから、個々の鋼中非金属介在物粒子の粒径と粒内元素分布に関する情報を得た。また、第2・2節で述べた酸化物マトリクス中での各元素のSi元素に対する相対感度係数を用いて、非金属介在物粒子個々の化学組成を得た。

介在物粒子個々の化学組成パターンに基づき、多変量解析法の一つであるクラスター解析法²⁶⁾を用いて、介在物を分類した。具体的には、測定した全粒子の主成分であるMg, Al, Si, Caの各元素の重量濃度に対して、元素ごとに平均0、標準偏差1となるように正規化を行い指標値を得た。各粒子を、得られた指標値を座標とする4次元空間上の点とし、Median法による階層的クラスター解析を行った。また、各クラスター分類された粒子群の平均組成を、それぞれのクラスターに含まれる介在物粒子の粒径と化学組成より算出した。

3. 結果および考察

3・1 三次元元素分布解析

Fig. 5に、介在物集積帯の中心部分に位置する、直径50 μ mの単一非金属介在物粒子の形状観察結果を示す。イオン励起二次電子像(a)に関して、視野中心に位置する介在物粒子の周囲の様子は、EB溶解処理の際にできた鋼表面の凹凸である。視野内には、中央の大きな介在物粒子とその周りにある粒径数 μ mの小さな介在物とが観察される。観察された介在物粒子をスケッチ(b)に示す。中央の大きな介在物粒子は部位Hのような比較的大きな角張った塊部分と、部位Iのような滑らかな部分、および部位Jのような小さな粒子の集合塊の部分から成っていることがわかる。したがって、視野中心に位置する介在物粒子は、起源または生成過程の異なる、多数の鋼中非金属介在物粒子が集まって形成され

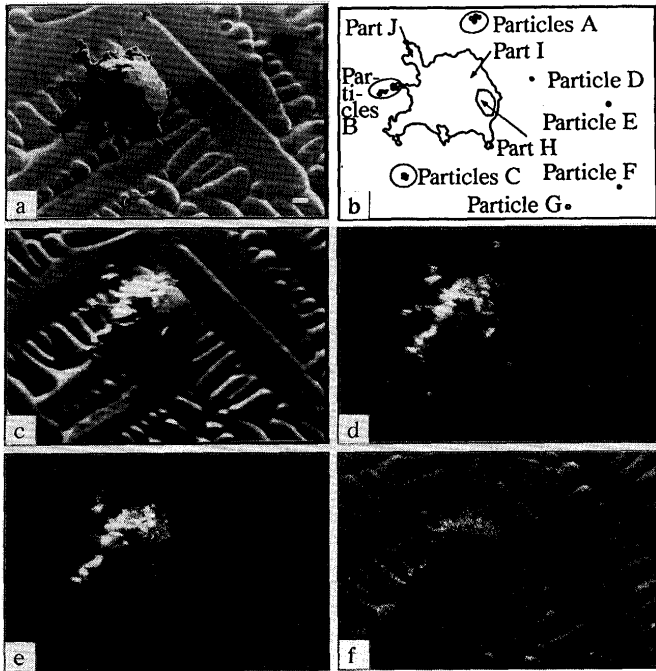


Fig. 5. Images of a single inclusion before cross-sectioning. (a)Secondary electron image, (b)Sketch of the image(a), (c)Total secondary ion image, (d)²⁷Al⁺ image, (e)⁴⁰Ca⁺ image, (f)⁵⁶Fe⁺ image., Scale bar = 10 μm.

た複合粒子であると推察される。

全二次イオン像(c)より、二次電子像(a)と同様に、中央の大きな介在物粒子とその周りにある粒径数μmの小さな介在物とが観察される。ここで、二次イオン検出系は全二次イオン像(c)の上方に位置する。そのため、表面の凸部上方の二次イオン強度が、形状効果の影響でより強くなっており、より明るく観察された。

Fig. 5 (d) ~ (f) に²⁷Al⁺、⁴⁰Ca⁺、⁵⁶Fe⁺の元素分布像を示す。⁵⁶Fe⁺元素分布像(f)より、介在物粒子表面にFe元素が含まれていないことがわかる。さらに、²⁷Al⁺、⁴⁰Ca⁺元素分布像(d)、(e)の信号強度より、スケッチ(c)で示した各部位(A) ~ (J)において、Table 3 に示した特徴があることがわかった。すなわち、視野中心に位置する介在物粒子表面においてCa、Alの各元素が不均一に分布していることが明らかとなった。さらに、視野中心に位置する大きな粒子の周り

Table 3. The characteristic of inclusions observed in Fig. 5.

	Intensity of signal ²⁷ Al ⁺	Intensity of signal ⁴⁰ Ca ⁺
Particles A	○	×
Particles B	○	×
Particles C	○	×
Particle D	×	△
Particle E	×	○
Particle F	○	△
Particle G	△	○
Part H	○	△
Part I	△	○
Part J	○	△

○High intensity, △Middle intensity, ×Low intensity.

る小さな介在物粒子において、²⁷Al⁺または⁴⁰Ca⁺のいずれか一方の信号のみ検出された粒子の存在が確認された。したがって、介在物の化学組成を議論する際には、介在物の一括分析による平均化学組成だけでなく、粒別に分析することの必要性が示唆された。

Fig. 6 に第2・2項で述べた手順により得られた視野中心の大きな介在物粒子断面の観察結果を示す。粒子断面のイオン励起二次電子像(a)ならびに二次イオン像(b)において、粒子の上方の凹部は、粒子切断加工時にGaイオンにより削られた部分である。また、介在物粒子断面内上方の塊は、削り残した加工前の粒子表面に相当する。各像から、得られた介在物粒子断面は凹凸の少ない、平滑な面であることがわかる。

Fig. 6 (c)、(d)に、介在物粒子断面の²⁷Al⁺、⁴⁰Ca⁺元素分布像を示す。各元素分布像から、それぞれの元素が介在物粒子内部において、不均一に分布していることがわかる。スケッチ(e)中に示した面は、10μm²の微小領域で面分析を行った分析部位である。Table 4 に、各微小領域の面分析定量結果を示す。分析部位により化学組成が異なり、粒子内部にAl元素が比較的多く、粒子表面近くにCa元素が多く

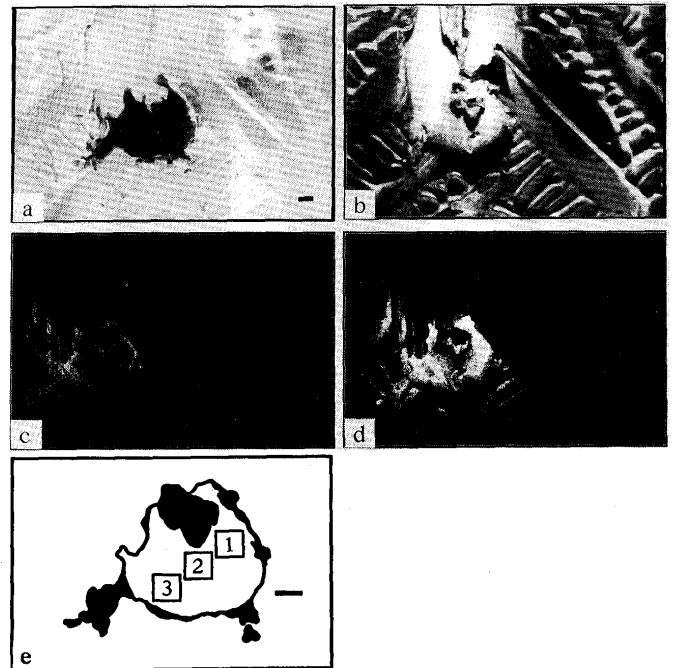


Fig. 6. Images of a cross-section of single inclusion. (a)Secondary electron image, (b)Total secondary ion image, (c)²⁷Al⁺ image, (d)⁴⁰Ca⁺ image, (e)Sketch of the cross-section., Scale bar = 10 μm.

Table 4. Analytical results of each area on the cross-section of Inclusion.

Area No.	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	SiO ₂
1	62.0	35.7	0.2	2.1
2	73.5	23.7	0.1	2.7
3	61.1	37.0	0.1	1.8

(wt.%)

分布していることがわかる。

以上の結果より、視野中心に位置する介在物粒子は、多数の非金属介在物粒子が凝結して形成された、複合非金属介在物粒子であると結論された。また、介在物粒子ごとの特徴の把握、例えば起源や生成過程に関する情報の取得のためには、粒子の化学組成のみを解析するだけでなく、粒子内部での元素分布を計測する必要性が示唆された。

3・2 粒別分析

3・2・1 粒内元素分布

Fig. 7に、代表的なShave-offプロファイルを示す。測定した30粒子は、主成分とする元素の粒内分布が均一な9粒子(a)と、不均一な21粒子とに大別された。さらに、粒内元素分布が不均一な粒子は、粒子内全体に各元素が分布しながらも、その分布が不均一である14粒子(b)と、核となる粒子を組成の異なる膜で包んだ、二重構造のような微細な構造を有する7粒子(c)、(d)とに分類された。

粒内元素分布が均一な粒子(a)において、 $^{24}\text{Mg}^+$ 、 $^{27}\text{Al}^+$ 、 $^{40}\text{Ca}^+$ の各信号出現位置と消失位置が一致しており、かつ粒内分布パターンが一致している。このことから、粒子中の元素分布が均一であることがわかる。また、各信号の出現位置と消失位置から、測定した介在物粒子の粒径は $1.15\mu\text{m}$ と算出された。

粒内元素分布が不均一な粒子(b)に関して、 $^{24}\text{Mg}^+$ 、 $^{27}\text{Al}^+$ 、 $^{40}\text{Ca}^+$ 、 $^{27}\text{Al}^{14}\text{N}^+$ の信号出現位置と消失位置は一致している

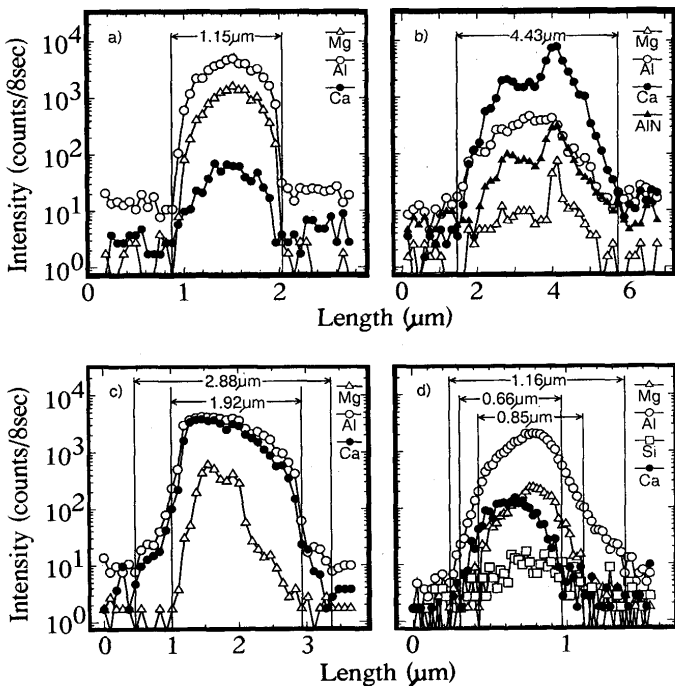


Fig. 7. Shave-off profiles of a single inclusion particle.

(a) Homogeneous, (b) Heterogeneous, A part of inclusion consists of Nitride, (c) Heterogeneous, A core (Mg, Al, Ca) encapsulated by shell (Al, Ca), (d) Heterogeneous, A core (Al, Ca) and a core (Mg, Al, Si) encapsulated by shell (Al).

が、粒内分布パターンは各信号ごとに大きく異なる。したがって、測定された粒子の粒内元素分布は、不均一であることがわかった。また、測定した30粒子中1粒子(b)において、 $^{27}\text{Al}^{14}\text{N}^+$ 分子イオンが粒子の成分として検出され、粒子の一部が窒化物であることが確認された。ただし、他の非金属介在物粒子では、 $^{27}\text{Al}^{14}\text{N}^+$ 分子イオンは、粒子の成分としては検出されなかった。またMg, Al, Si, Caの各元素の酸化物イオンならびにMg, Si, Caの各元素の窒化物イオンは、それぞれ互いに信号が妨害し合い、同定できなかった。

粒内元素分布が不均一で、かつ二重構造を有する粒子(c)に関して、 $^{27}\text{Al}^+$ と $^{40}\text{Ca}^+$ の信号が出現した後、 $^{24}\text{Mg}^+$ の信号が出現している。また、 $^{24}\text{Mg}^+$ の信号消失後、 $^{27}\text{Al}^+$ と $^{40}\text{Ca}^+$ の信号が同時に消失している。一方、 $^{27}\text{Al}^+$ の粒内分布パターンと $^{40}\text{Ca}^+$ の粒内分布パターンはよく一致している。したがって、この介在物粒子(c)はMg, Al, Ca元素を主成分とする核を、AlとCa元素を主成分とする均一な組成の膜で包む、二重構造粒子であることがわかる。さらに、その膜の厚さは平均 $0.48\mu\text{m}$ と算出された。

粒内元素分布が不均一で、かつ微細な構造を有する粒子(d)について、 $^{27}\text{Al}^+$ の信号出現位置と消失位置は、その他の3つの信号の出現・消失位置と異なる。また $^{40}\text{Ca}^+$ の信号の出現・消失位置は $^{24}\text{Mg}^+$ 、 $^{28}\text{Si}^+$ の信号の出現・消失位置と異なる。さらに $^{24}\text{Mg}^+$ の信号パターンと $^{28}\text{Si}^+$ の信号パターンとは一致していない。したがって、介在物粒子(d)はMg, Si元素を主成分とする不均一な核と、Ca元素を主成分とする核の2つの核を、Mg, Al, Si, Ca元素を主成分とする膜で包む、複雑な微細構造を有する粒子であることがわかる。

3・2・2 粒別定量分析と化学組成パターン分類

得られたShave-offプロファイルより、鋼中非金属介在物粒子の粒径ならびに元素強度比を得た。ここで、本研究で用いた鋼は、Al脱酸処理を行った、キルド鋼である。したがって、介在物の主成分は酸化物または硫化物であると考えられる²⁷⁾。一般に、Alキルド鋼中の介在物は、鋼塊肌近くで酸化物が、鋼塊中心付近の不純物の偏析部で硫化物が、それぞれ支配的である²⁷⁾。本実験で使用した角状鋼は、切り出し位置が厚み方向の $t/5$ 相当部であり、鋼塊肌近いことから、含まれる非金属介在物粒子の主成分は酸化物であると考えられる。

したがって、著者らは測定した非金属介在物粒子を酸化物粒子と仮定し、粒子ごとに元素強度比から重量濃度比を算出した。重量濃度比に基づき、計測した30粒子をクラスター解析した結果をFig. 8に示す。樹形図中の実線の長さの和は、各粒子あるいは各クラスター間の距離を示す。ここで、距離の近いものほど、化学組成が類似している。樹形図より介在物粒子は、6つのクラスターに分類された。各クラスターの、粒径を重みとした平均重量濃度比をTable 5に示す。ここで、測定した介在物の粒径は $1.2\sim 7.0\mu\text{m}$ 、平均 $3.6\mu\text{m}$ 、分散2.8であった。樹形図ならびに平均重量濃度

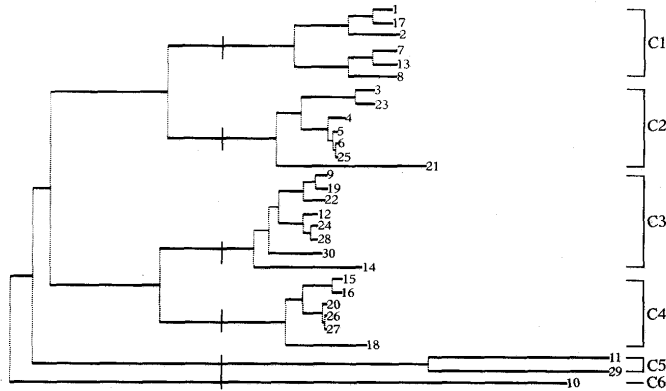


Fig. 8. Results of median cluster analysis for 30 inclusion particles.

Table 5. Cluster analysis of several different kinds of inclusions.

Cluster	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	CaO	Number of particles
1	15.	76.	0.0	8.88	6
2	0.0	76.	0.0	24.2	7
3	8.4	74.	6.7	10.8	8
4	0.0	70.	6.1	24.1	6
5	16.	77.	6.6	0.00	2
6	1.9	25.	0.0	73.6	1

(wt.%)

比より介在物粒子は、Al元素を最も多く含むAl系介在物(C 1～C 5)と、Ca元素を最も多く含むCa系介在物(C 4)とに分類された。またAl系介在物はMg元素をより多く含む介在物(C 1, C 5)と、Ca元素をより多く含む介在物(C 2～C 4)とに分類された。現在、各粒子の起源の特定または生成過程の解析はできていないが、上述の粒内元素分布に関する情報ならびに粒別化学組成またはクラスター解析結果に関する情報は、鋼中非金属介在物粒子の起源または生成過程に関する重要な情報を含むものと考えられる。

4. 結論

Alキルド鋼の厚み方向のt/5相当部位をEB溶解処理したボタン状の鋼を試料とし、サブミクロンSIMS装置により、単一の鋼中非金属介在物粒子について三次元元素分布解析を行った。また、Shave-off分析法を用いて、介在物粒子を粒別に定量分析した。さらに、得られた個々の介在物粒子の化学組成パターンに基づきクラスター解析を行った。

三次元元素分布解析により、介在物粒子の平均化学組成だけでなく、粒内元素分布を計測することが、介在物の特徴を把握する上で大変重要であることがわかった。

Shave-off分析により、介在物粒子の粒子内元素分布が計測された。測定した粒子は粒内元素分布パターンにより、均一な組成の粒子と不均一な組成の粒子ならびに粒子内部に二重構造のような微細な構造を有する粒子の3種類に大

別された。また、Shave-off分析より得られる粒別平均組成に基づいたクラスター解析により、起源または生成過程が異なると考えられる、6種類のクラスターに分類された。したがって、本研究で用いた手法は、鋼中非金属介在物粒子の解析に有効であることがわかった。

本研究費の一部は、日本学術振興会製鋼第19委員会ならびに鋼中非金属介在物小委員会より交付された。ここに記し、謝意を示す。データ解析について貴重な御助言を頂いた、東京大学環境安全研究センターの尾張真則助教授に感謝いたします。

文 献

- 1) 村上敬宣：鉄と鋼, 75 (1989), p.1267
- 2) 第2版鉄鋼材料便覧 (日本金属学会・日本鉄鋼協会編), (1967), p.475 [丸善]
- 3) 鋼中非金属介在物研究の最近の展開 (日本学術振興会製鋼第19委員会・非金属介在物小委員会編), (1993), p.22
- 4) 第3版鉄鋼便覧II 製鉄・製鋼 (日本鉄鋼協会編), (1979), p.611 [丸善]
- 5) 谷口尚司, 菊池 淳：鉄と鋼, 78 (1992), p.527
- 6) 奥村圭二, 平澤政廣, 佐野正道, 森 一美, 袴田成彦, 北澤真：鉄と鋼, 80 (1994), p.107
- 7) M.Myers and M.C.Flemings: Metalurgical Transactions, 3 (1972), p.2225
- 8) 後藤裕規, 宮沢憲一, 山田 亘, 田中和明：鉄と鋼, 80 (1994), p.113
- 9) 溝口庄三, 高村仁一：材料とプロセス, 3 (1990), p.277
- 10) W.H.Sutton, G.E.Maurer, J.A.Domingue and I.D.Clark: 29th Annual Meeting of the Investment Casting Institute, Scottsdale, (1981), p.16
- 11) 塗 嘉夫, 梅沢一誠：鉄と鋼, 75 (1989), p.1897
- 12) 浜田広樹, 田口 勇, 佐々木礼二：鉄と鋼, 70 (1984), p.1051
- 13) 鋼中非金属介在物研究の最近の展開 (日本学術振興会製鋼第19委員会・非金属介在物小委員会編), (1993), p.233
- 14) 千野 淳：ぶんせき, 1995 (1995), p.50
- 15) 副島啓義：電子線マイクロアナリシス, (1987), p.24 [日刊工業新聞社]
- 16) Y.Nihei, H.Satoh, S.Tatsuzawa, M.Owari, R.Aihara, K. Azuma and Y.Kammei: J.Vac.Sci. & Technol., A5 (1987), p.1254
- 17) 二瓶好正, 佐藤仁美, 尾張真則：応用物理, 56 (1987), p.746
- 18) H.Satoh, M.Owari and Y. Nihei: J.Vac.Sci. & Technol., B6 (1988), p.915
- 19) H.Satoh, M.Owari and Y. Nihei: Jap.J.Appl.Phys., 32 (1993), p.3616
- 20) B.Tomiyasu, N.Mie, M.Owari and Y.Nihei: Secondary Ion Mass Spectrometry IX, ed.by A.Benninghoven, Y.Nihei, R. Shimizu and H.W.Werner, (1994), p.848 [John Wiley & Sons]
- 21) 富安文武乃進, 佐藤仁美, 尾張真則, 二瓶好正：分析化学, 40 (1991), p.629
- 22) B.Tomiyasu, M.Owari and Y.Nihei: Secondary Ion Mass Spectrometry IX, ed.by A.Benninghoven, Y.Nihei, R.Shimizu and H.W.Werner, (1994), p.565 [John Wiley & Sons]
- 23) 鋼中非金属介在物研究の最近の展開 (日本学術振興会製鋼第19委員会・非金属介在物小委員会編), (1993), p.206
- 24) イオン励起のスペクトロスコーピーとその応用 (合志陽一, 前田浩五郎, 佐藤公隆編), (1987), p.120 [学会出版センター]
- 25) M.Grasserbauer and H.Hutter: Secondary Ion Mass Spectrometry IX, ed.by A.Benninghoven, Y.Nihei, R.Shimizu and H.W.Werner, (1994), p.545 [John Wiley & Sons]
- 26) J.A.Hartigan: Clustering Algorithms, (1975), [John Wiley & Sons]
- 27) 鉄鋼製造法第1分冊製鉄・製鋼 (日本鉄鋼協会編), (1972), p.694 [丸善]