

7. 分析評価・解析技術

7.1 分析評価・解析技術のこの10年間の進歩

7.1.1 過去40年間の中での位置づけ

本題に入る前に、まず過去の大きな流れを概観し、その変化を明らかにした上で、この10年間の進歩の特徴を考えてみたい。1950年代からの約40年間は各々の時代の特徴からTable 7.1のように4期に分けられよう。

1950年代は第二次世界大戦で壊滅状態となった日本鉄鋼業の復興の時代であり、平炉の操業率を高めるため人海戦術で吸光度法などの湿式化学分析法を用いて、なるべく早く分析結果を出せるように、化学反応の知識を駆使し、また分析操作の経験豊富な分析者が競いあっていた「化学分析の時代」である。

1960年代に入る頃から高度経済成長の中核を担って鉄鋼業の急成長が始まり、鉄鋼先進国から技術導入しながら彼らを次々に追いついていった。特に、転炉操業では当時最新の真空型スパーク放電発光分光分析装置や蛍光X線分析装置を米国から導入したり国産化にも努め、多くの工夫を重ねて実用化して10数元素同時定量を数分間で行えるようにした。一方、少し遅れて原子吸光分析法も導入され、単元素定量ではあるが簡便で精度が良いため、湿式化学分析法に代わって普及した。またX線マイクロアナライザーの導入は鉄鋼材料の微小領域解析の嚆矢となった。この時代はエレクトロニクスの発展に裏づけられた「機器分析の時代」の初期である。

1970年代には、日本は自由世界第一の鉄鋼製造国となったが環境やエネルギー問題から成熟期を迎えることになる。分析分野でも環境分析に力を注ぎ、誘導結合プラズマ発光分光分析法を導入し、ppmレベルの多くの分析値を提供することや鉄鋼化学分析の合理化に貢献した。連続鋳造比率の拡大や鋼材の高品質化が進展する中で、発光分光分析法の高精度化やsol Al定量に貢献したパルス強度分布解析法など日本独自の開発も現れた。日本でも新しい鉄鋼材料の研究開発が活発になり、鉄鋼の表面や結晶粒界での微小領域の化学組

AAS: Atomic absorption spectrometry, AES: Auger electron spectroscopy, AP-FIM: Atom-probe field ion microscope, A-TEM: Analytical-TEM, ET-: Electrothermal, FE: Field emission, FT-IR: Fourier transfer infrared spectroscopy, GDS: Glow discharge spectrometry, HR-TEM: High resolution-TEM, HV-TEM: High voltage-TEM, ICP-MS: ICP-mass spectrometry, ICP-OES: Inductively coupled plasma-optical emission spectrometry, MAS: Molecular absorption spectrometry, PDA: Pulse height distribution analysis, SD-OES: Spark discharge-OES, SEM: Scanning electron microscopy, SIMS: Secondary ion MS, SNMS: Sputtered neutral atom ionization MS, SPEED: Selective potentiostatic etching by electrolytic dissolution method, SR: Synchrotron orbiter radiation, STM: Scanning tunneling microscopy, TEM: Transmission electron microscopy, XD: X-ray diffractometry, XPS: X-ray photoelectron spectroscopy, XRF: X-ray fluorescence spectrometry.

成、形状、構造を解析するための物理的解析技術が導入され、実際に成果をあげ始めた。この時代の特徴は分析・解析機器に計算機がつけられ、自動化や情報処理に威力を発揮し、全体としてシステム化を推進した「分析システム化の時代」である。

1980年代半ば、すなわち最近の10年間は日本鉄鋼業は将来の姿を模索して、既存の製鉄事業の合理化、高機能鋼材の研究開発、新しい事業領域への進出を積極的に推進した。分析技術も上記の3方向に対応して、多くの新技術を他の分野から導入し多様化していった時代である。まず材料の研究開発における典型的な例として、自動車用鋼材では強く、薄く、加工しやすく、安価で耐久性良く、さらにスクラップとして再利用しやすい高機能性鋼材の開発が進められ、極微量分析法や材料解析のための新しい解析手法を確立し研究開発に貢献している。鉄鋼プロセス開発や合理化では、製鉄所における分析室の自動化による人員削減に注力し、この10年間で労働生産性を約50%向上させている(Table 7.2を参照)。さらに無人化や情報の迅速化・連続化に向けオンライン分析法の開発などで世界の最先端を走っている。以上については7.2および7.3に具体的に述べられている。

日本鉄鋼業の新しい動向として事業の多角化戦略があげられる。例えば、シリコンウエハやデバイスの製造事業、ファ

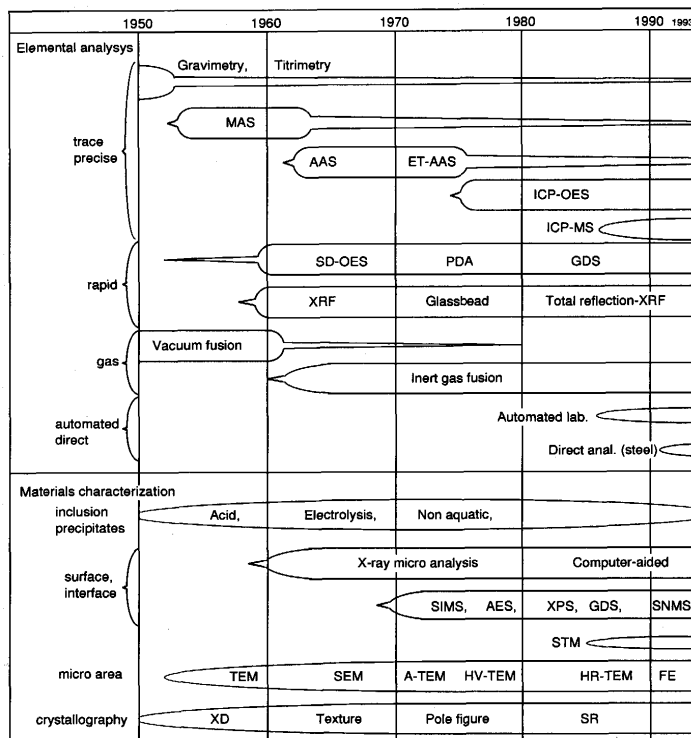


Fig. 7.1. Changes of analytical methods.

Table 7.1. Changes of technological trends of ferrous analysis.

Year	Features of the period			Characteristics of analytical information	Peripheral technologies
	Steel industry, Japan	Analysis	Methodologies		
1948 1959	Re-construction [Open hearth furnace]	Chemical analysis	MAS X-ray diffraction	Chemical composition	Chemical reaction
1960 1973	Expansion [Basic oxygen furnace]	Instrumental analysis	OES, XRF AAS, XMA	Rapid/mass produced chem. composition [chem. phase]	Electronics
1974 1984	Maturity [Continuous casting] [Environment control]	Systematized analysis	ICP-OES SD-OES (PDA) SEM (SPEED) UHV-TEM Surface analysis	Low cost, high precision, <i>in-situ</i> , chem. composition chem. phase topography	Computer
1985	Diversification [High performance products, New business lines, Rationalization]	Analytical sciences	ICP-MS, CMA HR-TEM μ -AES Automated analysis Direct analysis	Ultra trace, nm scale, Materials characterization	Micro-computer Micro-beam

Table 7.2. Changes of indicators in analytical laboratories of steel works.

	1982	1988	1992
[BOF steelmaking]			
Number of workers* per a laboratory	80	59	53
Labor productivity	537	765	818
[samples/worker, month]	(100%)	(142%)	(152%)
Analytical burden			
[samples/tonne crude steel]	0.14	0.13	0.12
[EF steelmaking]			
Number of workers* per a laboratory	23	19	18
Labor productivity	560	810	820
[samples/worker, month]	(100%)	(145%)	(146%)
Analytical burden			
[samples/tonne crude steel]	0.91	0.85	0.70

* Workers in charge of chemical and instrumental analysis.

インセラミックス、炭素繊維などの新素材事業では電子材料の表面分析、不純物の超微量分析、ナノ領域における結晶構造の解析、有機高分子の詳細な分子構造解析などで新しい解析技術に積極的に取り組み、新規事業の定着に大いに貢献している。また、分析分野自身でも社外からの分析・解析受託事業を行い、これまでに培った技術を活用し研究支援産業の一端を担うようになった。

現在の分析評価・解析技術は、多様化した対象に、多くの手法を駆使し、材料科学の一分野を構成する「解析科学の時代」にあると言える。

この40数年間における鉄鋼分析技術の変遷は多彩かつ急激なものであったが、これらを Fig. 7.1 に示す。

7.1.2 日本の鉄鋼分析評価・解析技術の特徴

日本鉄鋼業は技術面でも世界一であるが、分析技術についてはどうであろうか。鉄鋼分析に関して発表された技術論文の数量と内容について日本の特徴を調べてみると、数量では日本の論文数は漸増しているが、世界全体では最近は減少傾

向にあるため、日本の寄与は1980年代までの約15%から最近の34%へと増加していることがわかる（Analytical Chemistry 誌のReviewからの調査結果をTable 7.3に示す）。論文の内容では、発光分光分析法や炭素、酸素定量法の高感度、高精度化および最先端のICP-MSなど微量分析方法の改善が多く、また最も特徴的なものは溶鋼オンライン分析法（起電力法や分光分析法）の研究開発とその実用化であり、日本の論文が全体の2/3を占め最も突出した技術となっている。多年の夢がたとえ一部でも実現しつつあることは喜ばしく、さらに今後を期待させる。一方で、古典的ではあるが元素分析技術の基幹をなす化学分析法や原子吸光法での論文が少なくなり、日本も欧米の鉄鋼先進国の仲間入りをしたようであり、今後の懸念材料でもある。この領域での研究開発は中国が活発で1981年からの10年間に中国で発表された無機分析化学の論文約2万件のうち、約5,500件（28%）が分光光度法であり、その内容は新発色試薬、高感度・自動化、多元素同時測定が多いと言われているが、鉄鋼分析でも同じ傾向である。また、日本の分析研究組織が元素・状態分析法

Table 7.3. Contribution of Japanese papers in ferrous analysis. (1990-1991)

Area	Main subjects	Number of papers		Contribution*
		Total	Japanese	
General considerations	Review	26	8	Med.
Atomic absorption	F-AAS, ET-AAS	31	5	Low
Optical emission	Spark	14	6	Hi.
	ICP	28	9	Med.
	GDS, etc.	28	9	Med.
X-ray fluorescence	Bulk, TR-XRF	32	9	Low
Mass spectrometry	ICP-MS, GD-MS	18	8	Hi.
Thermal extraction	C, S, O, N, H	12	5	Hi.
Chemical methods	MAS, Titrimetry, FIA, etc.	13	2	Low
Inclusions, phases	Electrolysis, etc.	15	3	Low
Surface techniques	SIMS, SNMS, etc.	24	8	Med.
Molten metal analysis	Spectroscopic	14	11	Hi.
	Gas extraction	6	3	Hi.
	Electrochemical	24	16	Hi.
Miscellaneous	HP-LC, CRM, etc.	33	6	Low
Total		318	108 (34%)	

* Share of Japanese papers; over 40%: Hi., 30-40%: Med., below 30%: Low.

の研究だけでなく、表面分析法、ナノ領域構造解析法および有機分析法の研究や、これらの材料研究への適用など、総合的キャラクターゼーションを行える体制を持つことも特徴である。

鉄鋼分析における研究開発活動は、日本では各社の研究部門や製鉄所を中心に、大学や国立研究所でも行われ、その上本会の共同研究会や日本学術振興会などの共同研究もあり活発であるが、欧州では各社単独でのそれは減り、EC委員会からの援助による研究や共同研究が多く、米国では研究発表がほとんどなくなり、旧ソ連はこれまで研究発表が多かったが最近では激減し、アジアに中心が移った感がある。

分析値は材料の研究開発や原料の検収、製造における品質管理、品質保証、環境管理に寄与しているが、その信頼性を維持、向上させることは分析技術開発と同様に重要なことで

ある。1980年代から物や技術の国際交流の増大に伴って分析値の重要性が再認識され、その信頼性を第三者にもわかる形で保証する体制を国際的に確立する動きが起こり、1990年代から欧米で実施され始めた。すなわち、ISOなど分析方法の国際標準化活動の活性化、分析の品質システムを審査する分析所の認定(Laboratory accreditation)、標準物質の認証(Certified reference material)、分析所が出す分析値の水準をチェックする共同実験(Proficiency testing)などの体制を国際的基準に合わせて作り、実行し始めた。日本では分析における品質管理を実際に良く実行してきたが、それは分析値の製造者の立場であり第三者に見える形のものではなく、これらの欧米の動きには対応が遅れている。一刻も早く国全体としての体制の確立をはかり実行すべきであると考えている。

7.2 材料開発に寄与した技術の成果

分析、評価分野において、この約10年間に材料開発に寄与した技術成果は材料開発分野で要求が生ずる以前に開発された技術と、要求に応じて開発された技術、あるいは、材料開発のための研究に必要な技術と材料生産に必要な技術などに分けられる。この10年間におけるマイクロコンピューターを初めとする情報機器の発達、そして真空技術、ロボッ

ト技術などの発達が同時に進行していたことも考え併せる必要がある。材料生産に必要な技術として生産現場からの要望も加味すると我が国においては蛍光X線法に加えて発光分光分析におけるパルス分布測定法を初めとする各種分析法が出現、発展し、オンライン分析や製鋼分析室の無人化を可能とした。これらに関しては7.3に詳しく触れられる。