

α 線トラックエッチング法における推奨フィルムの探索

朝倉 健太郎*・柴田 浩司*・原澤 進*²・澤幡 浩之*³・川手 稔*³

Search for New Recommendable Film for Alpha-particle Track Etching Method

Kentaro ASAKURA, Koji SHIBATA, Susumu HARASAWA, Hiroyuki SAWAHATA and Minoru KAWATE

Synopsis : Alpha-particle track etching (ATE) method is widely used for the observation of boron distribution in steels. In this method, cellulose films are essential. The cellulose film named CN85 has been used in almost all boron observations by ATE method as a standard film. Recently, however, the production of this film was stopped and the stock seems to be almost exhausted. Therefore, finding the alternative films is urgently required. For this reason, in the present research, the quality of the ATE image, the activation by neutron irradiation and other properties of various kinds of films were examined and the following results were obtained. Industrial nitrocellulose (INC-2 and INC-3) films pre-processed in a lithium nitric acid showed suitable ATE images and can be recommended as the first candidate for the alternative film. Another industrial nitrocellulose (INC-4) film shows acceptable ATE images without any pre-process or pre-heat treatment for surface modification. But after the irradiation of neutron this film becomes radioactive through the generation of ^{60}Co . Therefore, it is necessary to handle this film in a hot laboratory as an activation material. Acetyl cellulose and cellulose triacetate films are the third candidate of the new recommendable film and the ATE images are inferior compared with the nitrocellulose films above mentioned.

Key words : observation of boron distribution; ATE method; nitrocellulose film; thermal neutron irradiation.

1. はじめに

α 線トラックエッチング (ATEと略) 法は、鋼中のボロン(B)の分布状態を観察できる非常に有用な方法である。我が国においては、これまで、このATE法のための中性子照射を立教大学の原子炉にのみ頼ってきた。しかし、この原子炉は2000年3月をもって閉鎖された。そのため、著者らは日本原子力研究所のJRR-4炉を用いて、立教大学原子炉と同じように鋼中Bの観察が可能となる諸条件を見いだすための研究を遂行してきた。その結果、照射条件については、ほぼ満足のいく結果を得た¹⁾。しかしATE法ではセルロースフィルムが必要不可欠であるが、これまでATE法によるほとんどすべてのボロン観察において、CN85と呼ばれる増感剤を塗布した硝酸セルロースフィルム (以後標準フィルムと呼ぶ) が用いられてきた。このフィルムはメーカーの都合により1990年頃に製造中止になった。そのため、ここにきて全国の利用者の手持ちのこのフィルム (便宜上ここでは標準フィルムと呼ぶ) が枯渇化してきており、代替フィルムの探索が急務になっている。

ATE用フィルムとしては、以下に述べる条件を満たさなければならない。すなわち、(1)ATE像が観察できる、(2)放射化しない、(3)熱中性子束の照射により変質、変色などを生じない、(4)平滑性を有する、(5)異物の付着がない、(6)適度な機械的性質を有する、(7)巻き癖

(カール)がない、(8)溶剤などによって変質しない、(9)温湿度に対して寸法安定性がよい、などである。これらのうち、どの1つが欠如しても使用することはできない。(1)の熱中性子束の照射によってATE像が観察されることは、最低の必須条件である。しかし現実には、この最低限の条件に関する情報すら明らかでなく、標準フィルム以外のフィルムを用いようとする、その都度、試行錯誤しなければならない。場合によっては、放射化するフィルムを知らずに扱ってしまう危険さえある。そこで著者らは、各種の工業用硝酸セルロースフィルムを入手し、ATE像に及ぼす照射時間、フィルム腐食時間、熱処理によるフィルム表面の改質、染色液および放射化の程度などの影響について調べた。さらに可能な限り他の高分子系フィルムをも入手して、同様な調査を行った。

2. 実験方法

2.1 ATE試料と観察手順

供試鋼の化学成分をTable 1に示す。ボロン量が19ppmの極低炭素1.7% Mn鋼である。熱間圧延材を1100°C、1h加熱後空冷し、Fig. 1に示す手順にしたがって試料調製した¹⁾。

ATEの原理は以下のとおりである。本実験で使用するフィルムを原子炉で照射すると、速中性子や熱中性子照射

平成14年7月1日受付 平成14年9月26日 (Received on July 1, 2002; Accepted on Sep. 26, 2002)

* 東京大学大学院工学系研究科 (Graduate School of Engineering, The University of Tokyo, 7-3-1 Hongo Bunkyo-ku Tokyo 113-8656)

* 2 立教大学原子力研究所 (Institute for Atomic Energy, Rikkyo University)

* 3 東京大学原子力総合研究センター東海分室 (Research Center for Nuclear Science and Technology, The University of Tokyo)

Table 1. Chemical composition of the steel (B10) used (mass%).

C	Si	Mn	P	S	B	Ti	T.N
0.004	0.21	1.7	0.01	0.0045	0.0019	0.009	0.043

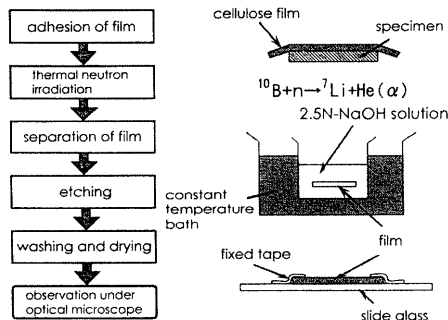


Fig. 1. Procedure of ATE method.

Table 2. Films examined and their abbreviations.

Films examined	Abbreviation	thickness (μm)
Standard film	CN85	100
Nitrocellulose film for industry	INC-1	100
"	INC-2	110
"	INC-3	170
"	INC-4	200
Acetyl cellulose	AC	80
Cellulose Triacetate	TAC	80
Polyethylene terephthalate	PET	100
Polyester	PE	100
Polyester nitrile	PEN	135
Polycarbonate	PC	170

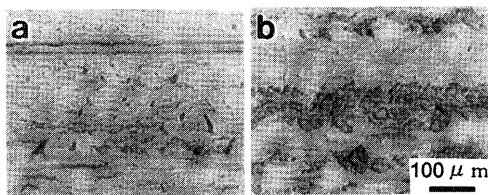
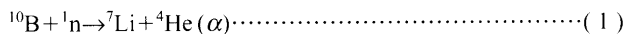


Fig. 2. Surface of INC-2 (a) and INC-3 (b) films.

による核反応により荷電粒子が発生し、フィルム内を走る。荷電粒子であるので飛跡に沿ってイオン化が密集して行われる。このイオン化がエッチングにより観測可能な痕跡となる。γ線によるフィルム構成原子のイオン化もあるが、荷電粒子に比べると、非常に小さい。ATEでは、以下の反応式で示すようなボロン原子核と熱中性子が核反応して発生する3価および2価の電荷をもっているリチウム核とヘリウム核(α)の飛跡に沿ったイオン化現象を利用している。ボロンが存在しないと生じない現象であるので、ボロンの存在位置を観測するのに適している。



この核反応で2.7MeVのエネルギーが発生するが、リチウム核とヘリウム核(α)の質量に逆比例して与えられるので、α粒子に70%ほどのエネルギーが与えられる。したがって飛程も長いので痕跡を作るのはα粒子によるものと考えられる。速中性子がフィルム内の水素原子核と衝突し、跳ばされた水素核(陽子)が飛跡に隣接している原子または分子をイオン化し、物質の結合状態を変える現象もあるが、水素原子の荷電量は1であり、また速中性子のエネルギーの一部を貰うのみでエネルギー発生はなく、普通のフィルム内では痕跡を作るまでに至らない。このことはボロンが入らない金属および合金試料にフィルムを貼り原子炉照射した結果、痕跡が認められないことから確認している。照射時間が長くなるとγ線が、とくにフィルムなどのような有機物全体の結合を変化させることも考えられるが、この現象は見かけ上痕跡を消すように働くとと思われる。なお中性子照射条件を適切に選択することにより、1ppm以下の微量ボロンの検出も可能である。

エッチング時間の影響についてはまず標準フィルムを用いて調べた。他のフィルムについてはエッチング時間の変

化(1~5h)の影響だけでなく、NaOH溶液の濃度変化(2.5~7.5N)、エッチング温度の変化(30~50°C)の影響についても調べた。

2.2 供試フィルム

供試フィルムとしては11種類を準備した。それらの名称と略称をTable 2に示す。これらとは別に、標準フィルムに近い材質とみられるフィルム(LR1155)についても一部実験を行った。このフィルムは標準フィルムと同じメーカーで製造され、やはり生産中止となったもので、本報では便宜的に準標準フィルムと呼ぶことにする。工業用硝酸セルロース(INCと略)は4種類を入手した。INC-1~INC-4フィルムの違いは入手先の違いである。フィルム厚さは100~200μmの範囲にあり、表面疵の形態から製造工程も異なると考えられる。INCフィルムはセルロイド、硝酸纖維素、綿葉とも呼ばれ、無臭・無色であり、透明性は供試フィルム中最上である。

硝酸セルロース(NC)にもっとも近いものに三酢酸セルロース(TAC)がある。TACの歴史は古く、1930年代の後半から不燃性の写真用支持体として使われている。それまでは硝酸セルロースフィルムが使われていたが上映中や、保存中に変質したフィルムが自然発火したトラブルなどが続いたことから、代替品として登場したフィルムである。とくに高温・高湿下でもきわめて安定である。また適度な吸水性によってカールを回復し、平滑性がとりもどせるなどの理由から多用されている²⁾。そのほかにアセチルセルロース(AC)、ポリエステル(PE)、ポリエチレンテレフタレート(PET)、ポリカーボネート(PC)フィルムも用いた。

2.3 熱処理と加圧による表面改質

INC-2フィルムおよびINC-3フィルムの表面性状を示す光顕像をFig. 2に示す。両フィルムともに表面には凹凸や線条痕が認められる。これらは試料にフィルムを貼り付けるとき、溶剤によって多少は溶解されるため緩和されるが消失することはなく、ATE像の像質を大きく劣化させる。そこで熱処理あるいは加圧による効果を期待して、主としてINC-2およびINC-3フィルムでそれらの影響について調べた。フィルムの熱処理には室温~300°Cの範囲の温度を制御できる恒温装置を用いた。加圧は、溶剤たとえ酢酸メチルを試料に滴下した後、フィルムを試料上にのせたの

ち圧力を加える方法である。

2.4 染色処理

ATE像のコントラストをあげる方法として、1%ピクリン酸($C_6H_2(NO_2)_3O$)水溶液と1%オスmium酸(OsO_4)水溶液による染色の影響を調べた。所定の手順でATEフィルムをエッチング処理した後、これらの酸に30 minないしは60 min浸漬させた。金属蒸着を施す方法もあるが、熱輻射によりフィルム表面に小さなピットが認められ、トラック像と判別がつかない場合がある。これらの影響を避けるために染色法(常温)の効果について調べた。

2.5 硝酸リチウム($LiNO_3$)処理

$LiNO_3$ 処理の効果についての詳細な報告はない。CN85フィルムの概説には LiB_2 を被覆したとあったが、特許の関係から LiB_2 の使用は好ましくない。そこで著者らは類似した $LiNO_3$ を入手し、ATE像形成および表面性状に及ぼす影響について調べた。純水に $LiNO_3$ を5~15%適量溶解した中にフィルムを0.5~15h浸漬し、強制乾燥(自然乾燥は $LiNO_3$ が再結晶化するため不可)後、試料に貼り付けた。

2.6 中性子照射条件と中性子放射化分析

INC-2およびINC-3フィルムの熱処理と染色の効果については、立教大学原子炉(以下立教炉と略)TRIGA Mark IIを用いて照射(熱中性子束 $6.5 \times 10^{14} n \cdot cm^{-2}$)し、代替フィルムのそれらの効果については日本原子力研究所のJRR-4医療用照射設備(以下原研炉と略)を用いて照射(熱中性子束 $6.9 \times 10^{14} n \cdot cm^{-2}$)した。

放射化分析は試料に含まれる対象元素に放射能をもたせ、その放射を測定することにより元素分析を行う方法である。この分析の特徴は、分析感度がきわめて高く、放射線の1粒子あるいは1光子を測定することが可能である。放射化分析のための照射条件は以下のとおりである。

- ・照射設備：JRR-4(気送管)
 - ・熱中性子束： $3.2 \times 10^{13} n \cdot cm^{-2}$
 - ・照射時間：90 s
 - ・全熱中性子束(熱中性子束×照射時間)： $2.9 \times 10^{15} n \cdot cm^{-2}$
- 気送管による照射後、24h冷却し、Ge(Li)γ線測定器によりγ線のエネルギースペクトルを検出した。

3. 実験結果と考察

3.1 立教炉における中性子照射⁹⁾

3.1.1 標準フィルムを用いたエッチング時間の影響の検討

エッチング時間の違いによるATE像の変化をFig. 3に示す。前述したように、1つのトラック像(痕跡)は1つの $^{10}B(n, \alpha)^7Li$ 反応に対応しているため、基本的にはエッチング時間はトラック像の数に影響は受けない。しかしエッチング時間が短すぎると、Fig. 3(a)に示すようにトラックは

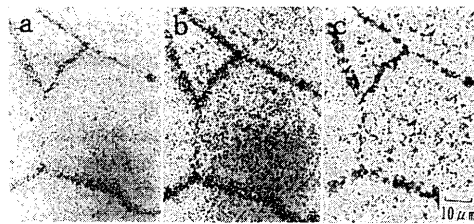


Fig. 3. Change of ATE image with etching time. (a) etching time: 1.5 h, (b) etching time: 2 h, (c) etching time: 3.25 h.

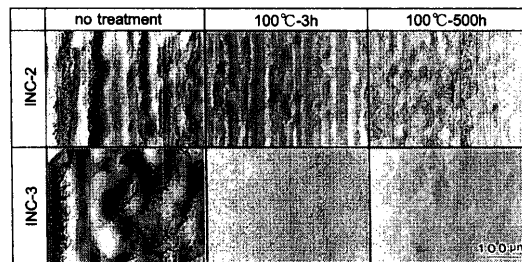


Fig. 4. Effect of heat-treatment on the surface flatness of INC films.

観察しにくい。逆にエッチング時間が長すぎると、Fig. 3(c)に示すようにトラックが大きくなり、ATE像のシャープさが劣化する。このようにエッチング時間の違いは、ATE像の現れ方の違いとなって現る。したがってボロンの分布を比較する際には、エッチング条件の違いによってATE像に差が生じないようにエッチング時間および照射時間を揃えることは重要である。

3.1.2 INCフィルムにおける表面改質効果

(1) 熱処理による方法

INCフィルムは120°Cまで変質しなかったが、130°Cを越えると変質してしまった。そこで実用を考え、適用温度を100°Cとし、INCフィルムを恒温装置の中で1~500h加熱(単純加熱)したときの表面性状に及ぼす影響を調べた。未処理、3h加熱、500h加熱後における表面性状の変化をFig. 4に示す。INC-2フィルムは500h加熱でも表面の凹凸は改善されなかった。一方、INC-3フィルムは3h加熱で、INC-2フィルムの500h加熱相当に改善され、500hではほぼ平坦な状態になった。

(2) 加圧による方法

試料の表面積より一回り大きく切ったINCフィルムを試料に貼り、透明なアクリル樹脂(厚さ1mm×長さ150mm×幅25mm)を上において、フィルムの上から15~20s押さえた。圧力のかけかたは、試料の上から力を加えるのではなく、樹脂の両端を押さえる程度が最適であった。透明なアクリル樹脂を用いることにより、試料とフィルム間に気泡が生じるのも検知できる。圧下の時間は15~20sよりも短くても、長すぎても不具合であった。スライドグラスとクリップを用いて熱処理することにより、その効果は著しく改善された。クリップの圧力をスライドガラスが割れない程度に大きくすると、100°C、1~3h加熱で十分

な効果が得られることが明らかになった。

3・1・3 INCフィルムにおける熱処理と照射時間の効果

熱処理により表面性状を改善した後、加圧法でフィルムを試料に貼り付けた。INC-2フィルムにおける熱処理と照射時間の影響をFig. 5に示す。未処理、3h加熱ではATE像は観察できなかったが、500h加熱でATE像が観察された。しかしバックコントラストが高く、ATE像は観察しにくかった。500h加熱後における照射時間の影響は6h照射($3.24 \times 10^{14} \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2}$)ではトラック像は観察しにくく、24h照射($8.64 \times 10^{14} \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2}$)ではトラック像の穴が大きくなりすぎて観察しにくかった。

INC-3フィルムにおける熱処理と照射時間の影響をFig. 6に示す。ATE像に及ぼす熱処理の影響は未処理~3h加熱、ないしは6~18h照射の間で比較的鮮明なATE像が観察できたのに対し、24h照射ではATE像が観察できない。これは24h照射では中性子数が増えたため未処理、3h加熱に比べてバックグランドが高くなり、ATE像が見かけ上、見えなくなったためと考えられる。またトラック像の穴が大きくなったのは、フィルム(有機物)の結合状態が変化したためと考えられる。

以上の結果より、比較的すぐれたATE像が得られたフィルムはINC-2では500h加熱、INC-3では照射時間6~18hの場合、無加熱ないし3h加熱であった。

3・1・4 INCフィルムにおける染色の効果

1%オスミウム酸水溶液による顕著な差は認められなかったが、1%ピクリン酸水溶液ではFig. 7に示すように、染色の効果が認められた。6h照射後、所定のエッチング処理を施したINCフィルムを、さらに1%ピクリン酸水溶液中に約30min浸漬した。染色しないときに比べて、染色したATE像はバックグランドが薄くなり、粒界が鮮明に観察されるようになった。とくにINC-2の試料は、非染色状態では全体的に黒くなり、Bの分布が観察されない。このようにフィルムを染色することにより、コントラストが改善されることが明らかになった。

3・2 原研炉における中性子照射¹⁾

3・2・1 供試フィルムにおける放射化分析結果

中性子照射後にフィルムが放射化するかしないかを、中性子放射化分析法により評価した。その結果の一例をFig. 8, 9に示す。

(1) 標準フィルム(CN85)

標準フィルムの放射化分析の測定結果をFig. 8に示す。バックグランドの測定結果(コントラストの濃い曲線=下側)も併せて示しているが、ほとんど重なっている。検出された²²Naは、放射化分析装置を設置している原研ホットラボ内で²²Naを用いた陽電子消滅実験を行っているための影響であり、⁴⁰Kは天然に存在する核種である。²⁴¹Biは天然のRa系列からの影響であり、比較的長時間測定した際や、検出器の検出効率を高くして測定したときには必ずと

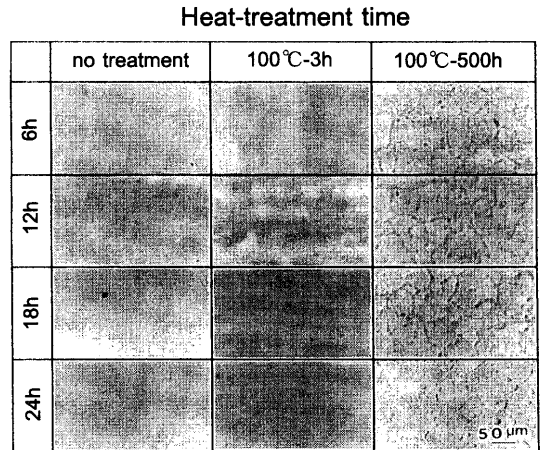


Fig. 5. Effect of irradiation time and heat-treatment time on ATE image of INC-2 film.

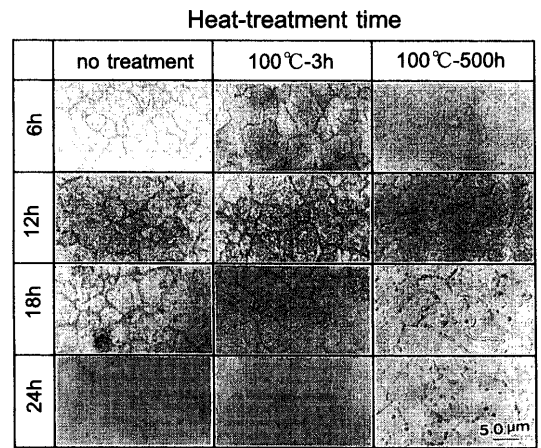


Fig. 6. Effect of irradiation time and heat-treatment time on ATE image of INC-3 film.

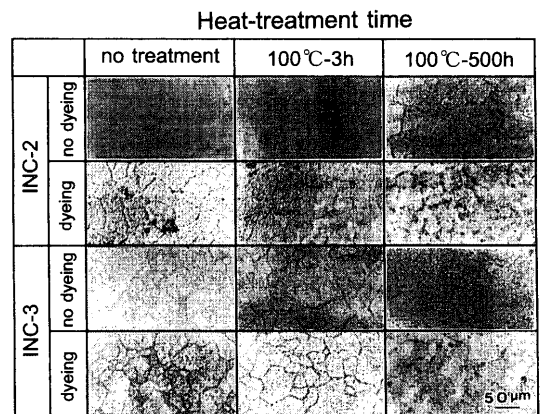


Fig. 7. Effect of dyeing on ATE image using a 1% picric acid solution.

いてよいほど検出されるものである。これらの結果から、標準フィルムはバックグランドのピークと重なっており、放射化されるような元素は添加されていないと考えられる。

(2) INCフィルム, TACフィルム, ACフィルム

INC-1の放射化分析の測定結果は、²¹⁴BiピークがFig. 8に比べてわずかに高いが、標準フィルムとほぼ同じ結果で

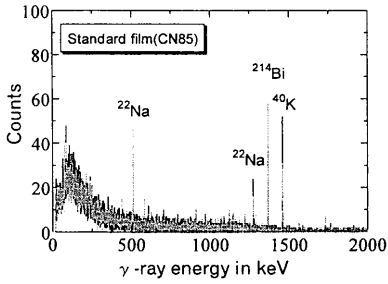


Fig. 8. Result of activation analysis of the standard film (black; background).

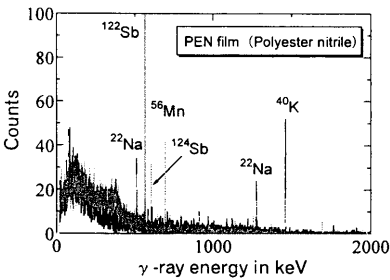


Fig. 9. Result of activation analysis of PEN film (black; background).

あり、放射化されるような元素の添加がないことがわかった。なお図示していないがINC-2およびINC-3の結果も、ほとんど同じであった。またTACとACフィルムの結果もFig. 8とほとんど同じであり、放射化元素は含んでいなかった。

(3) PENフィルム

PENフィルムの放射化分析の測定結果をFig. 9に示す。バックグラウンドに比べると ^{122}Sb 、 ^{124}Sb および ^{56}Mn の特異ピークが認められた。なお ^{56}Mn の半減期は2.58 days、 ^{122}Sb は2.8 days、 ^{124}Sb は60.1 daysあり、現在では試料冷却時間（中性子照射後、フィルムをばく離するまでの時間）が72~96hであるので、実質的に大きな問題はないが、放射化フィルムと判定した。フィルムの所外持ち出しなどを考えた場合には、このフィルムの使用は不都合である。

(4) PEフィルム

PEフィルムの放射化分析の測定結果はFig. 9と同じように、 ^{122}Sb 、 ^{124}Sb 、 ^{56}Mn および ^{40}K の特異ピークが認められ、PEフィルムも放射化フィルムと判定した。

3.2.2 各種フィルムのATE像

(1) LiNO_3 無処理における各種フィルムのATE像

LiNO_3 処理していない供試フィルムのATE像をFig.10に示す。標準フィルムおよび準標準フィルムでは、ATE像がきれいに観察できた。しかしINC-2フィルム、ないしはACフィルムで見られたATE像は、コントラストがきわめて薄かった。PC、PETの表面には球形構造が観察され、ATE像はまったく観察できなかった。田口³⁾は、ポリカーボネートもATE用に使われていると指摘しているが、本研究の照射条件ではATE像を観察することはできなかった。そのほかの供試フィルムでは、後述するTACを除い

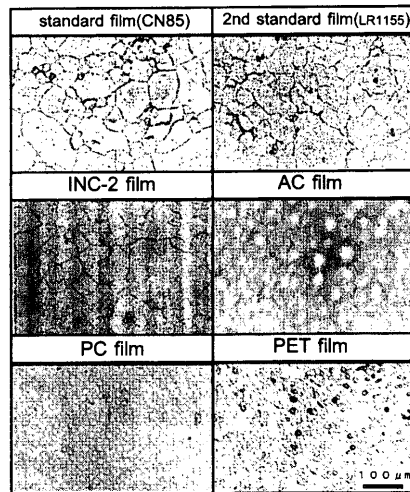


Fig. 10. ATE image of each film (no LiNO_3 treatment).

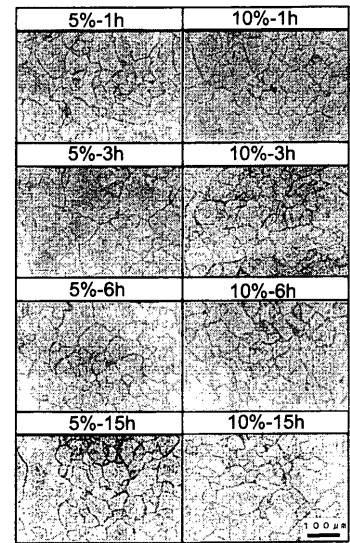


Fig. 11. ATE image of INC-2 film with LiNO_3 treatment (concentration: 5% and 10%).

てATE像を観察することができなかった。

(2) LiNO_3 処理した供試フィルム

前述したように表面改質をしないフィルムのATE像には問題があった。しかし LiNO_3 処理することによってATE像は改善される。 LiNO_3 処理したINC-2フィルムのATE像をFig.11に示す。左側が濃度5%の LiNO_3 溶液中に1~15h浸漬させたフィルム、右側が濃度10%の LiNO_3 溶液中に1~15h浸漬させたフィルムである。 LiNO_3 無処理のINC-2フィルムには、Fig.10に示したINC-2のATE像に認められたような線条痕が上下方向に残存していたが、 LiNO_3 処理することによって、線条痕は消失する。1~15h浸漬させたフィルムの間で浸漬時間の効果を見ると、より長時間(15h)浸漬したフィルムにおいて、ATE像の鮮明度が高かった。

LiNO_3 処理したINC-2フィルムの表面性状をFig.12に示す。 LiNO_3 無処理フィルムの表面は凹凸が顕著であるが、 LiNO_3 処理することにより表面は平坦になる。 LiNO_3 の濃度が表面の凹凸に及ぼす影響は、5%よりも10%の方が大きかった。また1hよりも15h浸漬したフィルムの方が平坦さにすぐれていた。フィルムの表面が平坦になった理由として、①フィルムと LiNO_3 の化学反応によるのか、②フィルム作製時の鏡面ドラムから受けた表面きずを機械的に埋めたのか、③その他が考えられるが、いずれによるかは明らかではない。

同じように LiNO_3 処理したTACフィルムのATE像をFig.13に示す。解像度はINC-2フィルムに比べて多少低いがATE像を観察することができる。

(3) 表面平坦性にすぐれたフィルムの熱中性子照射特性

INC-4フィルムは工業用硝酸セルロースフィルムであるが表面平坦性にすぐれている。そこで熱中性子照射を試みたところFig.14に示すように、熱処理や LiNO_3 処理などし

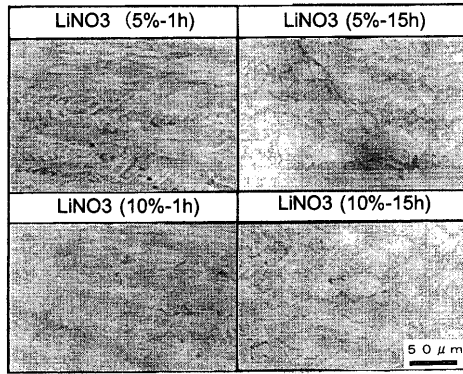


Fig. 12. Surface of INC-2 film with LiNO₃ treatment.

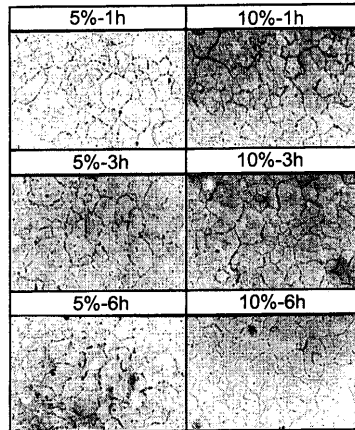


Fig. 13. ATE image of TAC film with LiNO₃ treatment (concentration: 5% and 10%).

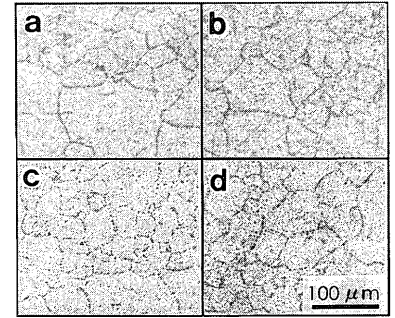
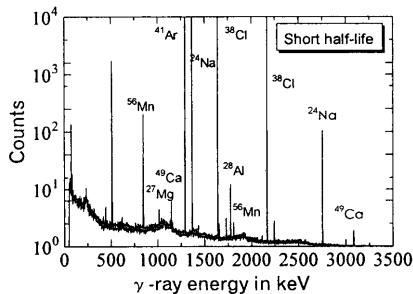
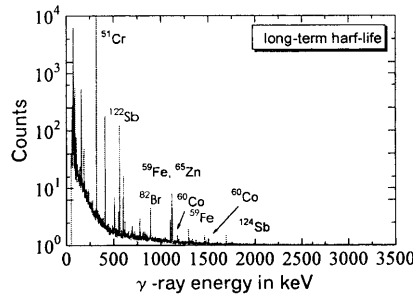


Fig. 14. ATE image of INC-4 film. (a, b: Surface side of film, c, d: Reverse side of film, a, c: without LiNO₃ treatment, b, d: with LiNO₃ treatment.)



(a) measured after 200s.



(b) measured after 50,000s.

Fig. 15. Results of activation analyses of INC-4 film. (a) and (b) exhibit isotopes of short half-life and long-term half-life, respectively.

なくてもこれまで述べてきた供試フィルムに比較してもっとも鮮明な ATE 像が得られた。

しかし放射化分析結果を Fig.15 に示すが、照射 200s 後の短い半減期の放射化元素は Fig.15(a) に示すように ⁵⁶Mn (半減期 2.6 h), ²⁷Mg (同 9.5 min), ⁴⁹Ca (同 8.7 min), ²⁴Na (同 15h), ³⁸Cl (同 37 min), ²⁸Al (同 2.2 min) でまったく問題ない。しかし長い半減期 (照射 50,000s 後) の測定では ³⁸Cl (同 37 min), ²⁴Na (同 14.9 h), ⁴²K (同 12.3 h), ⁵¹Cr (28 day), ⁸²Br (1.5 day), ¹²²Sb (2.7 day) に加え、⁶⁰Co (同 5.3 年) が検出された。とくに半減期の長い ⁶⁰Co を定量計算すると 1 kg あたり 140 mg 存在することになる。実際に試料 1 個 (10 mm²) に貼るフィルムの重量は約 26 mg であるので、1 枚あたりの ⁶⁰Co 生成量は 3.72 μg となる。きわめて少ない量といえるが放射化されることには間違いはない。そのためホットラボ内での作業が必要となる。

4. まとめ

これまで ATE 法によってボロンの分布状態を観察する際に用いてきた標準フィルムが枯渇してきたため、それに替わるフィルムを探し出す目的から、各種フィルムの ATE

像、放射化、表面性状などを調べ、以下の結果を得た。

(1) 総合的に考えて第一候補の推奨フィルムは、硝酸リチウム (LiNO₃ 溶液) 処理した工業用硝酸セルロース INC-2 および INC-3 フィルムである。

(2) 工業用硝酸セルロース INC-4 は表面性状にすぐれ、表面改質や LiNO₃ 処理の必要がない。しかし中性子照射により ⁶⁰Co が生成して放射化する。したがって、INC-4 フィルムを ATE 用に使うのであればホットラボ内で作業を行わなければならない。

(3) 次候補のフィルムとして AC および TAC が推奨できるが、解像度は INC-2 および INC-3 と比較して劣る。

供試フィルム、アクリルに関する相談と提供をいただいた日本原子力研究所の鈴木富男氏、帝人 (株) の平坂雅男氏、コニカ (株) の長澤忠広氏、三菱レイヨン (株) の森次 礼氏、ダイセルファインケム (株) に感謝する。

文 献

- 1) K.Asakura, K.Shibata, H.Sawahata, M.Kawate and S.Harasawa: *Tetsu-to-Hagané*, **89** (2003), 369.
- 2) Y.Nishiura: *Functional Materials*, **20** (2000) Aug., 42.
- 3) I.Taguchi: 最新の鉄鋼状態分析, 鎌田 仁編, アグネ, 東京, (1979), 277.