

Technical Report A 化学分析 総説

現代社会は、カーボンニュートラルやSDGsの実現に向けた急速な科学技術の進展など、世界規模のさまざまなメガトレンドのうねりの中で、これまでの既成概念が覆されるような大きな転換点において、産業界でも迅速な変化への対応が求められている。産業の基礎となる科学技術の発展において「化学分析」は常に重要な役割を果たしてきており、その役割は今後もより一層大きくなると思われる。

化学分析は、現在でも古典的な技術が多く利用され、定量値など結果は数字の羅列となることが多いため、見た目には地味な技術と見られがちであるが、あらゆる産業分野において活用されている。特に定量分析は、質量、質量比、物理量などを求める有効な手法である。よって社会活動にとって必要不可欠な技術であり、緑の下の力持ち的存在として活躍していることをご理解いただきたい。

今回の特集号では、主として化学的手法や物理的手法による定性分析、定量分析、構造解析をもちいた、素形材料や機能性材料の開発、製造工程、品質管理に寄与する評価や解析技術を紹介する。



技術本部
化学分析センター
主任 乾 道春

A-1 化学分析の役割

1.1 素形材料[鉄鋼材料¹⁾]

化学分析の歴史は古く、製鉄工程で例えると、昭和9年12月に創立された日本学術振興会製鋼第19委員会では、「鋼材に生ずる各種の欠点の発生状態を明らかにし、発生原因を調査研究し、その防止対策を研究し実験して製鋼技術の進歩を測り、よりすぐれた鋼材を生産し、国の基幹産業を急速に進歩発展させる」ことを目的として、研究・議論されてきた。具体的には、鋼材に発生する「白点」の本性を明らかにするために「真空加熱法による鋼中水素分析方法」を開発・標準化し、工場における白点発生防止について重要な指針の数々を与え、大きな業績につなげた。そこから高度成長期と共に化学分析の役割も大きくなり鉄鋼業の発展に寄与した。高炉メーカーで例えると「鉄鋼製造」、「研究開発」、「新規事業推進」に必要な技術とされ現在に至っている(第1表)。

「鉄鋼製造」の中でも代表的な化学分析技術を紹介する。第1図に示す通り、鉄鉱石から鉄を取り出し鋼材となって出荷するまで

にさまざまな工程において分析技術が活用されている。具体的には、原料受入分析、製鋼操業管理分析(成分調整)、ミルシート用レール分析、製品チェック分析、出荷検査分析などが主要な分析であり、これらについて以下に概説する。

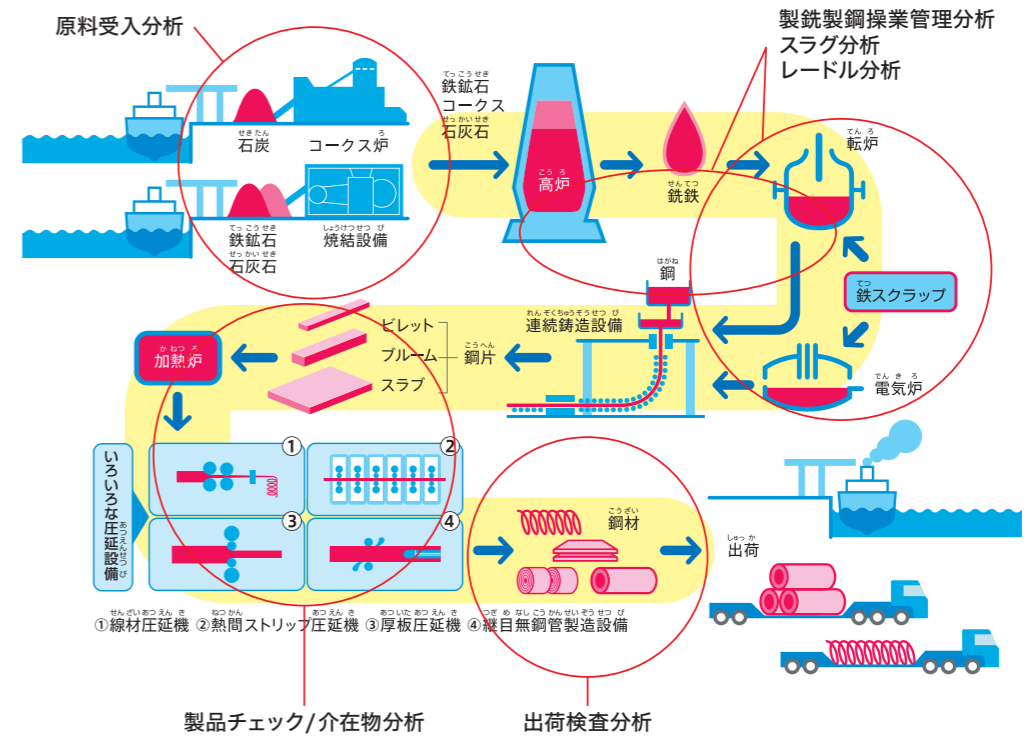
1.1.1 鉄鉱石の受入検査

鉄鉱石は、石炭、石灰石と並んで製鉄の3大原料と言われ、中でも高価な原料とされている。日本では鉄鉱石をオーストラリアなど海外より輸入している。そこで受入時に鉄の含有量によって取引価格が決定されるが、鉄の含有量を測定するのが化学分析である。分析方法は、JIS M 8212「鉄鉱石—全鉄定量方法」³⁾で規定されている塩化チタン(III)還元二クロム酸カリウム滴定法をもちいる。20万トン級の運搬船で運ばれた場合、鉄含有量1%の定量誤差が価格[161.71 USドル/ton(DMTU)2021年度平均価格]⁴⁾に換算されるとどうなるか分析技術者の緊張感をご理解いただけるだろう。

第1表 鉄鋼分析の役割¹⁾

領域	業務・品質管理・改善 品質保証 原料受入検査 環境管理	製鉄、製鋼での分析 製鋼レール分析、製品分析 鉄鉱石、石炭のサンプリング分析 排ガス、排水、廃棄物の分析
研究開発	材料の分析技術による支援 分析解析技術の研究開発 製鉄所分析の技術指導	介在物、析出物の分析、微細構造解析 鋼中極微量成分定量法、迅速分析法 分析精度管理、新分析法の適用
新規事業推進	事業開発、事業の支援 社外分析事業の推進	半導体材料などの分析解析 金属材料の分析解析、環境分析

第1図 鉄鋼分析の役割²⁾



1.1.2 製鋼操業管理分析

製鋼操業管理分析とは、「高炉から出鉄された鉄鉄の分析」、「脱りん、脱硫などの予備処理工程分析」、「予備処理後の溶鉄やスクラップから溶鋼を得る転炉や電気炉において目標通り成分が調整されているかを迅速に定量する炉中分析」、「連続製造時の溶鋼を採取して鋼塊の代表値を決定するレール分析」などに相当する。ここで炉中分析は、限られた時間内で溶製を完了させる必要があり、試料到着から分析結果報告まで数分から数十分で対応する迅速性が要求されている。また、近年の高品質鉄鋼製品は成分によっては狭い濃度範囲で設計されており、それにとまない高精度な分析技術も要求される。

ここで化学分析の品質保証について鉄鋼分析を例に紹介する。化学分析による品質管理では定量値が結果であり、その数字の重要度は非常に高い。特にミルシートに記載されるレール値は、鉄鋼製品の最終成分値である。分析を行う事業所では、JIS Q 17025:2018 (ISO/IEC 17025:2017)「試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項」⁵⁾の認証を受け、分析事業の“妥当な結果を出す能力があることを実証”を対外的に示している(第2図)。また、分析技術者も熟練技術を駆使して分析操作を実施しているが、熟練技術だけでは説得力に欠ける。そこで一般的には化学分析は毎回分析試料と並行して組成が近似した標準物質などを分析し、その分析値が例えばJIS記載の許容差との比較において妥当かどうかを判断して分析値を評価している。化学分析では各分野の標準物質が用意されている。標準物質の中でも特に認証機関による認証書の付いた認証標準物質は、その濃度などの特性値が一定のルールのもと保証されているものである。鉄鋼分

野では歴史が長いこともあり、原料種や鋼種ごとに標準物質が用意されており、それをもちいて分析値を保証している。国内では国立研究開発法人産業技術総合研究所の計量標準総合センター(NMIJ)の標準物質総合情報システムが産業ごとの標準物質を管理紹介しているのでご活用いただきたい。

第2図 試験所認定証例



1.1.3 鉄鋼スラグ製品の分析

100トンの鋼塊を製造するときに、副産物として約40トンの鉄鋼スラグが発生する。鉄鋼スラグとは、けい素、カルシウム、アルミニウムなどで構成される酸化物のことである。また、製造工程別に高炉スラグ、転炉系スラグ、電気炉系スラグに分類され、それぞれのスラグ性状に応じて再利用の用途が異なる。高炉スラグはセメント材料など、転炉系スラグや電気炉系スラグは道路用路盤材などに再利用されている。ただし、鉄鋼スラグを出荷する場合でも品質を保つために分析技術が必要となる。特に道路路盤材用スラグとしてもちいられる場合は全カルシウム(Ca)の含有量だけでなく、形態別Caの定量分析が要求される。具体的には、鉄鋼スラグの主成分であるCaは、ダイカルシウムシリケート(2CaO・SiO₂)、トリカルシウムシリケート(3CaO・SiO₂)、ダイカルシウムフェライト(2CaO・Fe₂O₃)、ライム(CaO)などさまざまな化合物として存在している。その中でもフリーライム(Free-CaO)と呼ばれる成分は時間経過とともにCaO+H₂O→Ca(OH)₂と反応が進み、最終的に体積膨張が発生し、アスファルト道路の隆起の原因の一つとされている。そこで化学分析技術をもちいて鉄鋼スラグ中のFree-CaOだけを分離して定量・評価する分析技術も近年開発された⁶⁾。

1.1.4 製品の介在物分析

鉄鋼製品はレドール値が最終製品の代表値としてミルシートに記載されているが、鉄鋼製品によっては出荷検査も実施されている。特に線材などは、成分チェック以外に介在物の評価も化学分析で実施している。介在物とは、溶鋼段階や凝固過程において鋼中に発現する酸化物、炭化物、硫化物などを指す。これらの量や形状によっては鉄鋼製品の不良につながるおそれがあり、出荷前に事前チェックする必要がある。ただし、全ての介在物を定量するのではなく、不良につながる介在物の成分(形態)のみを抽出する必要がある。これには化学分析の目的成分のみ抽出する非水溶媒電解抽出、酸抽出、ハロゲン抽出などが利用されているが、目的の化合物のみを分離抽出し、化学分析に供する評価技術の組み合わせがノウハウであり、現在も分析技術の開発が行われている。

1.2 機能性材料における化学分析

例えば半導体分野では、デバイスの微細化、高集積化、高性能化が極めて速いスピードで進展する中、その製造環境やプロセスにおける汚染の制御レベルもますます厳しくなっている。半導体製造プロセスにおける化学分析をもちいた評価の一例を第2表に示す。金属や無機化合物、有機化合物などの各種汚染物質は、その汚染レベルや汚染形態もさまざまであり、分析・管理すべき対象や目的によってもちいる手法も異なる。その中で化学分析は比較的マクロな分析を得意とし、さらに得られる分析結果の精度も高いことから、現在でも半導体製造プロセスのあらゆる管理や問題解決に必要不可欠な技術となっている。当社では、クリーンルームエアの評価から、清浄度評価、汚染状況の把握、汚染物質の発生源・発生プロセスの解析、汚染対策の効果の確認など、半導体製造プロセスの開発・管理・改善に役立つ分析・評価サービスを提供している(写真1)。

半導体の他にも、光学的、磁氣的、電氣的、熱的などのさまざまな物理・化学的機能を発現させる機能性材料があり、それらは

第2表 半導体製造プロセスにおける化学分析をもちいた評価の例

目的	内容
クリーンルーム環境評価	<ul style="list-style-type: none"> 工場立地環境由来の汚染成分分析 クリーンルーム構成部材からの発生成成分分析 製造装置からの発生 漏洩成分分析 作業からの発生成成分分析
装置部材・器具の清浄度評価	<ul style="list-style-type: none"> 表面清浄度評価(全体、内表面、局所部位) 溶出試験(使用条件※を模擬した実験評価)
薬液・超純水の純度・組成分析	<ul style="list-style-type: none"> 薬液の純度分析 超純水の不純物分析 混合薬液の組成分析(使用前後など)
装置プロセスの汚染評価	<ul style="list-style-type: none"> ウェハ表面汚染分析(全体または局所) ウェハ膜中の金属汚染分析 ウェハバルク中の金属不純物分析 装置稼働時の材料・部材からの発生成成分分析
部材の変質、異物調査	<ul style="list-style-type: none"> 長期使用による劣化・付着・堆積物分析 劣化・付着・堆積物の由来・プロセス特定
排液・排ガス分析	<ul style="list-style-type: none"> 排液・排ガスの組成・含有成分分析 環境管理のための分析

有機系から無機系に至るまでさまざまな物質で構成され、ときには複数の異なる物質を組み合わせた複合材料となっている。具体的には、超電導体、セラミック材料、磁性材料、発光ダイオードや光ファイバーなどの光関連材料、原子力や水素といったエネルギー関連材料、形状記憶合金、二次電池や燃料電池、触媒などの化学関連材料、人工骨など生体関連材料などが機能性材料としてあげられる。これらの機能を最大化するために化学組成や構造の最適化に向けた研究開発が日夜進められており、合わせて生産・製造技術の開発も進められている。このような中では、機能発現の本質と製造プロセスにもちいられる要素反応・要素過程を理解することが重要である。そのため、材料の精密な組成分析や、不純物の同定・定量、構造決定など、目的に適した種々の手法を組み合わせる必要があり、その一端を担う化学分析はキーテクノロジーとして今後もその存在価値が薄れることはない。

A-2 化学分析の展望

一昔前までの化学分析は、分析の目的に応じて大量の検体数を処理して膨大な分析値を取得して、それを一つひとつ確認した上で利用していた。近年、機械学習を中核とするAI(Artificial Intelligence)などの情報処理技術が大きく発展し、効率化や迅速化が常に求められる研究・開発や生産プロセスに大きな影響を与えている。化学分析もMI(Materials Informatics)などの発展を受け、分析項目や分析検体数の減少が顕著である。特に、近年では、現物を直接分析する従来の化学分析だけでなく、現象を

写真1 クリーンルームによるウェハ表面汚染分析



高分解能ICP質量分析装置

理論で予測するCAEの活用が進み、より効率的かつ多角的な考察やアプローチが可能となっている。ただし、新しい分析種や受入/出荷検査においては化学分析の発展が今後も必要である。さらに、日本政府は2050年までに温室効果ガスの排出を全体としてゼロにするカーボンニュートラルを目指すことを宣言し、それに伴い今後、CCS(Carbon dioxide Capture and Storage)やCCUS(Carbon dioxide Capture, Utilization and Storage)などの技術開発も進展することが予想され、そこにも化学分析の発展が必

要不可欠である。また、循環経済をはじめとする持続可能な社会の構築に向かって急速に進んでおり、世界中で、環境、エネルギー、材料、食料、医療など幅広い分野に大きな変化をもたらしている。このような目まぐるしい社会の変化の中では、従来の分析技術単独での評価だけでなく、あらゆる環境や条件を想定した化学実験と評価分析を組み合わせるより多面的な分析解析を行う技術などの重要性が増し、お客様の課題や目的に沿ったテーマを精緻かつ迅速に取り組むことが必要である。

当社は、分析技術を産業の発展には欠かせないマザーツールと認識し、長年培った古典的技術と先端技術を組み合わせながらさまざまな課題解決に取り組んできた。今後も化学分析の役割が重要な技術キーワード、例えば、「環境分野の革新的技術開発に関わる触媒評価分析」、「燃料電池、二次電池、水素エネルギーの発展に寄与する評価分析」、「製鉄グリーンイノベーションへの取り組み支援」、「スクラップ&リサイクルに貢献する分析技術」を提供する所存である。

- 参考文献 *1) 佐伯正夫：鉄鋼の迅速分析 速さ、精度、信頼性への挑戦、地人書館、(1998)
 *2) 日本鉄鋼連盟 編：「ハツラツ鉄学」、p10
 *3) 日本産業規格 JIS M 8212:2005「鉄鉱石—全鉄定量方法」
 *4) https://ecodb.net/commodity/iron_ore.html
 *5) 日本産業規格 JIS Q 17025：2018 (ISO/IEC 17025：2017)「試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項」
 *6) 鉄鋼スラグ中フリー CaOのキャラクタリゼーション技術の標準化研究会：鉄鋼スラグ中フリー CaOのキャラクタリゼーション技術の標準化、(一社)日本鉄鋼協会、(2013)