



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(45) 공고일자 2012년07월11일  
 (11) 등록번호 10-1165162  
 (24) 등록일자 2012년07월05일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
**G01N 15/02** (2006.01) **G01N 21/25** (2006.01)  
**G01N 1/38** (2006.01)  
 (21) 출원번호 10-2010-7023637  
 (22) 출원일자(국제) 2009년04월23일  
 심사청구일자 2010년10월22일  
 (85) 번역문제출일자 2010년10월22일  
 (65) 공개번호 10-2010-0137539  
 (43) 공개일자 2010년12월30일  
 (86) 국제출원번호 PCT/JP2009/058072  
 (87) 국제공개번호 WO 2009/131175  
 국제공개일자 2009년10월29일  
 (30) 우선권주장  
 JP-P-2008-114801 2008년04월25일 일본(JP)  
 (56) 선행기술조사문헌  
 JP평성05346387 A  
 JP2008039539 A  
 JP평성10026618 A  
 JP2008000724 A

(73) 특허권자  
**신닛뽀세이테쯔 카부시키카이사**  
 일본 도쿄도 지요다꾸 마루노우찌 2쥬메 6방 1고  
 (72) 발명자  
**미즈카미 가즈미**  
 일본 1008071 도쿄도 지요다꾸 마루노우찌 2쥬메 6방 1고 신닛뽀세이테쯔 카부시키카이사 내  
**무라카미 겐이찌**  
 일본 1008071 도쿄도 지요다꾸 마루노우찌 2쥬메 6방 1고 신닛뽀세이테쯔 카부시키카이사 내  
 (뒷면에 계속)  
 (74) 대리인  
**성재동, 장수길**

전체 청구항 수 : 총 9 항

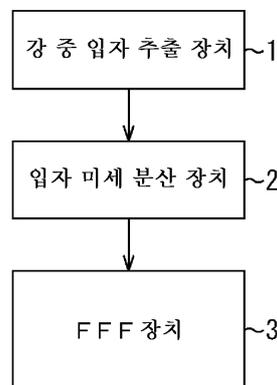
심사관 : 오창석

(54) 발명의 명칭 **금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법**

**(57) 요약**

본 발명은, 미립자 추출 수단을 사용하여, 측정 대상인 금속 재료 중의 미립자를 용액 중에서 분리 추출하는 공정과, 상기 분리 추출된 미립자를 용매에 분산시켜 분산액을 제작하고, 장 흐름 분획 장치를 사용하여, 상기 분산액을 소정의 사이즈마다 복수의 미립자 분산 용액으로 분리하는 공정과, 상기 소정의 사이즈마다 분리된 각 미립자 분산 용액에 레이저 광을 조사하여, 그 반사 강도의 각도 의존성으로부터 미립자의 사이즈의 절대치를 계측하는 동시에, 반사 강도의 강도로부터 개수 밀도를 계측하는 공정을 갖는다.

**대표도** - 도1



(72) 발명자

**아라이 사토시**

일본 1008071 도쿄도 지요다꾸 마루노우찌 2쵸메  
6방 1고 신닛뽀세이테쯔 카부시키카이사 내

**모리시게 노부사토**

일본 1008071 도쿄도 지요다꾸 마루노우찌 2쵸메  
6방 1고 신닛뽀세이테쯔 카부시키카이사 내

**구보 유우지**

일본 1008071 도쿄도 지요다꾸 마루노우찌 2쵸메  
6방 1고 신닛뽀세이테쯔 카부시키카이사 내

**혼마 호따까**

일본 1008071 도쿄도 지요다꾸 마루노우찌 2쵸메  
6방 1고 신닛뽀세이테쯔 카부시키카이사 내

**난바 에이이찌**

일본 1008071 도쿄도 지요다꾸 마루노우찌 2쵸메  
6방 1고 신닛뽀세이테쯔 카부시키카이사 내

**특허청구의 범위**

**청구항 1**

미립자 추출 수단을 사용하여, 측정 대상인 금속 재료 중의 미립자를 용액 중에서 분리 추출하는 공정과, 상기 분리 추출된 미립자를 용매에 분산시켜 분산액을 제작하고, 장 흐름 분획 장치를 사용하여, 상기 분산액을 소정의 사이즈마다 복수의 미립자 분산 용액으로 분리하는 공정과, 상기 소정의 사이즈마다 분리된 각 미립자 분산 용액에 레이저 광을 조사하여, 그 반사 강도의 각도 의존성으로부터 미립자의 사이즈의 절대치를 측정하는 동시에, 반사 강도의 강도로부터 개수 밀도를 측정하는 공정을 갖는 것을 특징으로 하는, 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법.

**청구항 2**

제1항에 있어서, 상기 미립자의 사이즈가 20 $\mu$ m 이하인 것을 특징으로 하는, 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법.

**청구항 3**

제1항에 있어서, 상기 용매가 유기 용매인 것을 특징으로 하는, 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법.

**청구항 4**

제1항에 있어서, 상기 용매로서 계면 활성제를 포함하는 것을 사용하는 것을 특징으로 하는, 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법.

**청구항 5**

제1항에 있어서, 상기 미립자의 분리 추출을, 비수용매계 전해법에 의해 행하는 것을 특징으로 하는, 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법.

**청구항 6**

제5항에 있어서, 상기 비수용매계 전해법이 비수용매계 정전위 전해법인 것을 특징으로 하는, 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법.

**청구항 7**

제5항에 있어서, 상기 비수용매계 전해법에 의한 미립자의 분리 추출을, 계면 활성제를 포함하는 비수용매계 전해액을 사용하여 행하는 것을 특징으로 하는, 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법.

**청구항 8**

제1항에 있어서, 상기 개수 밀도를 측정하는 공정 후에, 상기 미립자의 조성 분석을 행하는 공정을 더 갖는 것을 특징으로 하는, 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법.

**청구항 9**

제1항에 있어서, 상기 개수 밀도를 측정하는 공정 후에, 상기 미립자의 결정 구조 해석을 행하는 공정을 더 갖는 것을 특징으로 하는, 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법.

**명세서**

**기술분야**

본 발명은, 장 흐름 분획(FFF: Field Flow Fractionation)법을 이용한 금속 재료 중 미립자(석출물 및 비금속 개재물)의 입도 측정 방법에 관한 것이다.

[0001]

**배경 기술**

- [0002] 최근, 금속 재료의 고품질화에의 요구가 높아지고 있다. 철강의 탈산 과정 등에서 생성되는 비교적 큰 개재물은, 강재의 품질을 현저하게 열화시키는 원인이다. 예를 들어, 알루미늄계 산화물은, 자동차용 박판 강판에서의 표면 흠집, 음료캔의 제관시의 균열, 선재 제품의 신선시의 단선 원인 등, 많은 폐해를 일으킨다. 따라서, 이러한 개재물의 양 및 사이즈를 저감시키는 많은 노력이 행해지고 있다.
- [0003] 한편, 인위적으로 미세 석출물의 양 및 사이즈를 증감시켜, 강재의 품질을 더욱 향상시키는 많은 노력도 행해지고 있다. 예를 들어, 열간 압연, 냉간 압연, 연속 어닐링, 왜곡 제거 어닐링, 용접 등의 많은 열처리 과정에 있어서, 강 중에 유의한 미세 석출물을 많이 석출시키거나, 강재의 결정 입경을 미세화시켜 강도 및 용접부 인성을 향상시키고 있다. 또한, 미세한 석출물을 적게 하고, 결정 입경을 조대화시켜, 철손을 향상시키고 있기도 있다.
- [0004] 따라서, 이들 고품질의 강을 재현성 좋게 산업적으로 대량 생산하기 위해서는, 종래의 성분 분석값만으로는 정확한 파악이 부족하여, 강재에 포함되는 미립자의 양 및 크기를 정확하고 또한 재현성 좋게 평가할 수 있는 미립자 입도 분포 측정 방법의 개발이 중요하다.
- [0005] 강 중 미립자의 종래의 검사 방법으로서, ASTM법, JIS법, MICHELIN사가 개발한 MICHELIN법 등의 현미경 시험법이 알려져 있다. 예를 들어, 비특허 문헌 1에 정해져 있는 현미경 시험법은, 금속 시료를 연마한 후, 현미경의 배율을 원칙 400배로 하여 적어도 시야수 60 이상을 관찰하여, 개재물 등의 미립자가 차지하는 면적률로부터 강의 청정도를 판정하는 것이다. 이들 종래의 방법에서는, 모두 광학 현미경에 의한 육안 검사를 행하므로, 검사 속도가 느리다. 또한, 개재물 등과, 진애, 연마 흠집, 녹 등의 오인 요인을 분별하기 위한 일정 척도가 명확하지 않으므로 오차가 커, 높은 정밀도로 측정을 행하기 어렵다고 하는 문제도 있다.
- [0006] 특허 문헌 1에서는, 이러한 현미경 관찰에 있어서의 개수 밀도가 낮은 것을 보충하는 것을 목적으로 한 방법이 기재되어 있다. 이 종래의 방법에서는, 우선 강을 전해하여, 추출한 잔사(殘渣)를 지지막 상에 적하 건조시켜, 극히 많은 잔사 입자를 갖는 시료를 작성하고 있다. 계속해서, 이 시료를 광학 현미경 분석, 주사형 전자 현미경(SEM) 분석, 투과형 전자 현미경(TEM) 분석 등에 제공하는 것으로 하고 있다. 또한, 특허 문헌 1에는, 이러한 방법의 효과로서, 다수의 입자를 포함하는 대표성이 높은 입도 분포 데이터를 얻을 수 있다고 기재되어 있다.
- [0007] 그러나 이 방법에서는, 시료에 큰 입자 및 작은 입자가 혼재한다. 따라서, 현미경 분석시에 각 사진으로부터 전체 사이즈의 입도 분포를 측정하기 위해서는, 수많은 사진 촬영 및 화상 처리가 필요해지고, 또한 사람에게 의한 개수 카운트도 필요해진다. 이로 인해, 검사 속도를 향상시킬 수 없고, 또한 개인차가 발생하기 쉬운 높은 재현성을 얻기 어렵다.
- [0008] 또한, 현미경 시험법과는 다른 별도의 평가 방법이 특허 문헌 2 및 비특허 문헌 2에 기재되어 있다. 이 평가 방법에서는, 금속 시료에 대해 약 2000 펄스의 스파크 방전 발광 분석을 행하여, 초기 수백 펄스의 예비 방전 데이터를 제거한 방전 데이터로부터 산화물 입경을 구하고 있다. 이 평가 방법에서는, 산화물 형성 원소의 매우 강한 발광(이상 발광) 강도는, 1개의 산화물이 발광하는 것이라 가정하고 있다.
- [0009] 비특허 문헌 3에는, 알루미늄 개재물의 크기 및 빈도를 구하는 다른 방법이 기재되어 있다. 이 방법에서는, 금속 시료에 대해 스파크 방전 발광 분석을 행하여, 얻어진 발광 분석 데이터 중, 어느 임계치를 초과한 펄스 데이터만이 개재물 등이라고 가정하여, 그 강도로부터 알루미늄 개재물의 크기 및 빈도를 구하고 있다.
- [0010] 이들 방법에서는, 발광 강도라고 하는 광학적 정보를 데이터 처리하고 있으므로 개인차가 적고, 다원소 동시 발광을 이용한 조성 해석을 행할 수 있다고 하는 이점이 있다.
- [0011] 그러나 특허 문헌 2 및 비특허 문헌 2에 기재된 방법에 있어서의 가정이 정확하지 않으므로, 정밀도가 높다고는 할 수 없다. 즉, 직경이 수 mm인 실제의 방전 흔적을 관찰하는 한 「1회의 펄스 발광은 복수개의 개재물(산화물)의 발광이다」라고 생각하는 것이 자연스럽고, 상기한 가정은 부정확하다.
- [0012] 또한, 이들 발광 분석법에서는, 발광에 기여하는 개재물 등의 미립자는, 원리상, 수 μm보다 큰 것이므로, 이러한 크기의 미립자가 아니면, 매트릭스에 포함되는 고용 성분과의 펄스 강도의 비교가 불가능하다. 즉, 수 μm보다 작은 미립자에는 발광 분석법을 적용할 수 없어, 정확한 분석을 할 수 없다.
- [0013] 이와 같이, 금속 재료의 품질 관리를 행함에 있어서, 금속 중의 미립자의 입경, 빈도, 조성을 신속하고 또한

정확하게 정량 해석하는 것은 매우 중요하지만, 종래의 기술로는 이것을 실현할 수 없다.

**선행기술문헌**

**특허문헌**

- [0014] (특허문헌 0001) 일본 특허 출원 공개 제2004-317203호 공보
- (특허문헌 0002) 일본 특허 출원 공개 평10-300659호 공보
- (특허문헌 0003) 일본 특허 출원 공개 제2005-62166호 공보

**비특허문헌**

- [0015] (비특허문헌 0001) JIS-G-0555
- (비특허문헌 0002) CAMP-ISIJ, 14권, 2001년, 813페이지
- (비특허문헌 0003) ISIJ International, 37권, 1997년, No.6, 637페이지
- (비특허문헌 0004) 일본 금속학회지, 43권 1068페이지(1979년 11월 20일 발행)
- (비특허문헌 0005) J.P.Wyatt,D.N.Villalpando, Langmuir, 13 (1997) 3913

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

- [0016] 본 발명은, 금속 재료 중에 포함되는 미립자의 사이즈 및 개수 밀도를 신속하고 또한 정확하게 정량 해석할 수 있고, 바람직하게는 미립자의 조성 및 결정 구조도 신속하고 또한 정확하게 정량 해석할 수 있는 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

**과제의 해결 수단**

- [0017] 본 발명은, 상술한 문제를 해결하기 위해 이루어진 것이며, 그 요지는 이하와 같다.
- [0018] (1) 미립자 추출 수단을 사용하여, 측정 대상인 금속 재료 중의 미립자를 용액 중에서 분리 추출하는 공정과,
- [0019] 상기 분리 추출된 미립자를 용매에 분산시켜 분산액을 제작하고, 장 흐름 분획 장치를 사용하여, 상기 분산액을 소정의 사이즈마다 복수의 미립자 분산 용액으로 분리하는 공정과,
- [0020] 상기 소정의 사이즈마다 분리된 각 미립자 분산 용액에 레이저 광을 조사하여, 그 반사 강도의 각도 의존성으로부터 미립자의 사이즈의 절대치를 측정하는 동시에, 반사 강도의 강도로부터 개수 밀도를 측정하는 공정을 갖는 것을 특징으로 하는 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법.
- [0021] (2) 상기 미립자의 사이즈가 20 $\mu$ m 이하인 것을 특징으로 하는 (1)에 기재된 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법.
- [0022] (3) 상기 용매가 유기 용매인 것을 특징으로 하는 (1) 또는 (2)에 기재된 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법.
- [0023] (4) 상기 용매로서 계면 활성제를 포함하는 것을 사용하는 것을 특징으로 하는 (1) 내지 (3) 중 어느 하나에 기재된 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법.
- [0024] (5) 상기 미립자의 분리 추출을, 비수용매계 전해법에 의해 행하는 것을 특징으로 하는 (1) 내지 (4) 중 어느 하나에 기재된 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법.
- [0025] (6) 상기 비수용매계 전해법이 비수용매계 정전위 전해법인 것을 특징으로 하는 (5)에 기재된 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법.
- [0026] (7) 상기 비수용매계 전해법에 의한 미립자의 분리 추출을, 계면 활성제를 포함하는 비수용매계 전해액을 사

용하여 행하는 것을 특징으로 하는 (5) 또는 (6)에 기재된 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법.

[0027] (8) 상기 개수 밀도를 측정하는 공정 후에, 상기 미립자의 조성 분석을 행하는 공정을 더 갖는 것을 특징으로 하는 (1) 내지 (7) 중 어느 하나에 기재된 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법.

[0028] (9) 상기 개수 밀도를 측정하는 공정 후에, 상기 미립자의 결정 구조 해석을 행하는 공정을 더 갖는 것을 특징으로 하는 (1) 내지 (8)에 기재된 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법.

**발명의 효과**

[0029] 본 발명에 따르면, 금속 재료에 포함되는 미립자의 사이즈 및 개수 밀도를 신속하고 또한 재현성 좋게 정량할 수 있다. 이로 인해, 입도 분포를 정확하게 측정할 수 있다.

**도면의 간단한 설명**

[0030] 도 1은 본 발명의 일 실시 형태에 관한 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법의 기본 플로우를 나타내는 흐름도이다.

도 2는 강 중 입자 추출 장치(1)의 일례를 도시하는 도면이다.

도 3은 입자 미세 분산 장치(2)에 사용하는 용액의 작성법의 일례를 도시하는 도면이다.

도 4는 FFF법의 사이즈 분리 원리를 도시하는 도면이다.

도 5는 입자 사이즈와 개수 밀도 분포의 관계의 측정 결과를 나타내는 그래프이다.

도 6은 본 발명의 실시 형태와 종래의 방법의 개수 밀도 해석 소요 일수의 비교 결과를 나타내는 그래프이다.

도 7은 나노 사이즈마다 체계로운 미립자의 조성 분석 결과를 나타내는 그래프이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0031] 이하에 첨부 도면을 참조하면서, 본 발명의 적합한 실시 형태에 대해 상세하게 설명한다. 또한, 본 명세서 및 도면에 있어서, 실질적으로 동일한 기능 구성을 갖는 구성 요소에 대해서는, 동일한 번호를 부여함으로써 중복 설명을 생략한다.

[0032] 본 발명에 있어서 중요한 사항은, 측정 대상인 금속 재료에 포함되는 미립자의 입경 및 개수 밀도를 신속하고 또한 정확하게 정량 해석할 수 있도록 하는 것이다. 종래의 관능 검사 특유의 오차와 시간이 걸린다고 하는 문제점을 극복하는 동시에, 발광 분석법에 의한 추정법으로는 검지할 수 없는 수  $\mu\text{m}$  이하의 미립자의 개수 밀도를 명확하게 파악하는 방법을 제공하기 위해서는, 높은 재현성으로 사이즈 및 개수 밀도를 측정할 수 있도록 하는 것이 중요하다.

[0033] 미립자를 포함한 현미경 사진으로부터, 개수를 카운트하는 작업을 고려하면, 매우 큰 입자와, 매우 작은 입자가 복수 사이즈 혼합되어 1매의 사진에 들어 있어, 개수를 카운트할 때에는, 작업자는 각 입자의 사이즈를 1개씩 측정하는 동시에, 최종적으로는 그 수를 측정해야 한다. 또한, 시료 대표성을 고려하면, 1매의 사진 중에서, 매우 큰 입자가 검출될 확률은 낮아, 수많은 시야를 촬영할 필요가 있다. 한편, 매우 작은 입자인 경우는, 1매의 사진 중에서도 수천개 이상에 달하는 경우도 있어, 불필요한 수고를 들여 동일 면적 중에 존재하는 개수를 카운트할 필요가 있다. 또한, 사이즈에 따라서는 nm로부터 수십  $\mu\text{m}$ 까지의 넓은 다이내믹 레인지에 걸쳐 있으므로, 배율을 바꾸면서 사진 촬영을 할 필요도 있다. 이들 작업을 반복하는 동안에 무엇이 작업 효율을 가장 저해시키고 있는 것인지를 생각하여 밝혀낸 결과, 발명자들은 복수 사이즈의 미립자를 하나의 사진 중에서 촬영하여 카운트하는 것 자체에 무리가 있다고 생각할 수밖에 없는 것에 이르렀다.

[0034] 즉, 큰 사이즈의 입자는, 배율을 낮게 하여 보다 많은 시야를 확보하지 않으면, 통계적으로 대표성이 있는 데이터는 채취할 수 없다. 작은 입자는, 보다 배율을 높여 촬영하지 않으면 정확한 사이즈와 개수를 판별할 수 없지만, 큰 입자의 그림자 등에 방해가 받아 정확한 값을 얻는 것이 곤란해진다. 이들의 모순점을 해결하기 위해서는, 미리 입자를 사이즈마다 나눈 후, 각각을 사이즈에 맞춘 방법으로 측정 평가하는 것이 정확하고 또한 신속하게 평가하는 데 중요하다고 생각하는 것에 이르렀다.

[0035] 따라서, 발명자들은 입자의 사이즈마다 체계로운 후, 촬영하는 것을 검토하였다. 그러나 종래의 금속제 체망이라면, 최소라도  $20\mu\text{m}$  정도가, 현재 입수되는 가장 작은 것이며, 이보다 작은 사이즈는 사이즈마다 나누는 것이 곤란하다. 따라서, 본 발명자들은 측정 대상은  $20\mu\text{m}$  이하의 미립자를, 사이즈마다 체계로운 방법으로

특화하여 연구를 거듭하였다.

- [0036] 또한, 질량수가 다른 원자, 분자이면, 그대로 이온화하여 질량 분석법으로 행하거나, 이온 크로마토그래피법으로 분리 추출함으로써 사이즈와 양을 결정하는 것이 가능하다. 그러나 강 중의 미립자는, 생체 시료에 비해 훨씬 커, 소프트 이온화하는 것은 곤란하다. 또한, 이온화하기 위해 용해하면, 사이즈에 관한 정보가 없어져 버린다. 이로 인해, 용해할 수는 없다. 또한, 통상은 용액 중에서 플러스 이온 및 마이너스 이온으로 명확하게 하전되어 있지 않으므로, 이온 크로마토그래피 등으로 분리하는 것도 불가능하다.
- [0037] GPC(겔 침투 크로마토그래피)에 의한 사이즈 분리법도 검토하였지만, 미소량의 고정밀도 분리에는 부적합하다. 이것은, 측정 가능한 분자량 범위가, 수백 내지 수천만으로 넓지만, 실제의 금속 재료 중의 미립자는, 수 nm로부터 위로는 수십  $\mu\text{m}$ 까지 있으므로, 분자량이 수천만 오더에서는 지나치게 낮아 분리하는 것이 불가능하고, 또한 시료 필요량이 많기 때문이다.
- [0038] 이와 같이 하여, 복수의 분리 분석 수단을 실제로 시도하면서, 최종적으로 사이즈마다 체가름하는 방법으로서 실용화할 수 있는 것이, 장 흐름 분획(FFF : Field Flow Fractionation)법인 것에 도달할 수 있었다.
- [0039] 본 발명에서는, 금속 재료 중의 미립자의 개수 밀도를 신속하고 또한 재현성 좋게 정량하기 위해, 미리 미립자를 사이즈마다 체가름한다.
- [0040] 도 1에 본 발명의 일 실시 형태에 관한 금속 재료 중 미립자의 입도 분포 측정 방법의 기본 플로우를 나타낸다. 본 실시 형태의 실시 사용되는 미립자 분석 장치는, 강 중 입자 추출 장치(1)와, 입자 미세 분산 장치(2)와, FFF 장치(3)를 주로 구비한다. 본 실시 형태에 관한 입도 분포 측정 방법에서는, 우선 강 중 입자 추출 장치(1)를 사용하여 금속 재료 중에 함유되는 미립자를 안정적으로 추출한다. 다음에, 입자 미세 분산 장치(2)에 의해, 상술한 금속 재료 중의 미립자를 용액 중에 응집시키는 일 없이 미세 분산시킨다. 그리고 용액 중에 미세 분산시킨 금속 재료 중의 미립자를 FFF 장치(3)에 넣고, 미립자의 사이즈별 체가름과 사이즈 측정과 개수 밀도 측정을 행한다. 이 FFF 장치(3)의 작용의 예를 이하에 나타낸다.
- [0041] 예를 들어, 비특허 문헌 5에 개시되는 FFF법을 사용한 사이즈별 체가름법에 의해, 용액 중의 미립자를 FFF 장치에 주입하여, 포커싱으로 사이즈마다 나눈 후, 순차 작은 입자로부터 큰 입자의 순으로 유출시킨다. 얻어진 용액에 레이저 광을 조사하여, 그 반사 강도의 각도 의존성으로부터 사이즈의 절대치를 결정하고, 반사 강도의 강도로부터 개수 밀도의 절대치를 결정한다.
- [0042] 이하, 상기 지식을 근거로 하면서, 본 실시 형태에 관한 금속 재료 중의 미립자 분석 방법에 대해 상세하게 설명한다.
- [0043] 강 중 입자 추출 장치(1)는, 금속 중으로부터 미립자를 안정적으로 추출하는 장치이다. 도 2는 강 중 입자 추출 장치(1)의 일례를 나타내는 도면이다. 본 실시 형태에 있어서의 금속 시료 중의 미립자의 추출 방법은, 예를 들어 산 용액 중에서 철강 시료의 철 매트릭스를 용해하는 산 분해법, 요오드 메탄올 혼합 용액 혹은 브롬 메탄올 혼합 용액 중에서 철강 시료의 철 매트릭스를 용해하는 할로젠 용해법, 비수용매계 정전류 전해법, 또는 비수용매계 정전위 전해법(SPEED : Selective Potentiostatic Etching by Electrolytic Dissolution Method) 등이다. 이들 중, SPEED법은 용매 중에 미립자가 분산되었을 때에, 조성이나 사이즈의 변화가 일어나기 어려워, 불안정한 미립자라도 안정적으로 추출할 수 있으므로 적합하다. SPEED 법의 내용은, 예를 들어 비특허 문헌 4에 기재되어 있다. 본 실시 형태에 관하여, 비수용매계 정전위 전해법(SPEED법)에 의한 철강 재료 중의 미립자의 평가 방법을 예로 취하여 설명을 행하지만, 본 발명에 있어서의 추출 방법은 SPEED법에 한정되는 것이 아니고, 또한 금속 재료는 철강 재료에 한정되는 것이 아니다.
- [0044] 우선, 금속 시료(4)를, 예를 들어  $20\text{mm} \times 40\text{mm} \times 2\text{mm}$ 의 크기로 가공하여, 표층의 스케일 등의 산화 피막 등을 화학적 연마 또는 기계적 연마 등에 의해 제거하여, 금속층을 노출시켜 둔다. 반대로, 산화 피막층에 포함되는 미립자를 해석하는 경우는, 그대로의 형태로 남겨 둔다.
- [0045] 다음에, 이 금속 시료(4)를, SPEED법을 사용하여 전해한다. 구체적으로는, 전해조(10)에 전해 용액(9)을 채우고, 그 중에 금속 시료(4)를 침지시켜, 참조 전극(7)을 금속 시료(4)에 접촉시킨다. 백금 전극(6)과 금속 시료(4)를 전해 장치(8)에 접속한다. 일반적으로 상기 전해법을 사용하면, 금속 시료(4)의 매트릭스가 되는 금속 부분의 전해 전위에 비해, 석출물 등의 강 중 미립자의 전해 전위는 높은 전해 전위를 갖는다. 따라서, 전해 장치(8)를 사용하여 금속 시료(4)의 매트릭스를 용해하고, 또한 석출물 등의 미립자를 용해하지 않는 전해 전위의 사이에 전압을 설정함으로써 매트릭스만을 선택적으로 용해하는 것이 가능해진다. 전해 추출 입자(5)가 금속 시료(4)의 표층부 및 전해 용액(9) 중에 분산된다.

- [0046] 그 후, 전해 용액(9) 중에 분산된 전해 추출 입자(5)를 여과에 의해 분리 포집하고, 이 전해 추출 입자(5)를, 금속 시료(4)와 함께 청정한 용매 중에 넣는다. 그리고 이들에 초음파 조사 등을 행함으로써, 금속 시료(4)의 표층 부분에 부착되어 있었던 전해 추출 입자(5)를 금속 시료(4)로부터 이탈시킨다. 이 결과, 금속 시료(4)로부터 추출된 전해 추출 입자(5)를 포함하는 입자 추출 용액이 얻어진다. 용매로서는, 수계, 유기 용매 계 등 상관없지만, 개재물 등의 전해 추출 입자(5)를 용해하지 않고 안정적으로 유지하기 위해 유기 용매가 바람직하다. 유기 용매 중에서도, 특히 알코올계 용매, 예를 들어 메탄올 및 에탄올 등은 용이하게 입수할 수 있고, 안정성이 높다.
- [0047] 종래의 정전위 전해법에서는, 예를 들어 10질량% 아세틸아세톤(이후 "AA"이라 칭함)-1질량% 테트라메틸암모늄클로라이드(이후 "TMAC"라 칭함)-메탄올 용액, 또는 10질량% 무수말레산-2질량% TMAC-메탄올 용액이 전해 용액으로서 사용되고 있다. 또한, 살리실산메틸 등의 금속 이온과 킬레이트 착체를 형성하는 킬레이트 시약과, 테트라메틸암모늄클로라이드(TMAC) 등의 전류를 흘리기 위한 전해질을, 비수용매인 메탄올 용매에 녹인 전해 용액으로서 사용되는 경우도 있다. 이들 전해 용액은, 작업성 및 추출 안정성의 관점에서 바람직하므로, 다용되고 있다.
- [0048] 본 발명자들은, 이들 전해 용액 중에, 후술하는 계면 활성제를 주체로 하는 분산제를 더 첨가한 것을 전해 용액(9)으로서 사용함으로써, 개재물 등의 전해 추출 입자(5)를 더욱 안정적으로 포획할 수 있는 것을 새롭게 발견하였다. 계면 활성제가 첨가되어 있으면, 금속 매트릭스로부터 분리되어 전해 용액(9)에 방출된 직후의 전해 추출 입자(5)의 주위를, 계면 활성제가 안정적으로 보호하여 감싼다.
- [0049] 이와 같이, 비수용매 전해액인 전해 용액(9) 중에도 분산제를 미리 넣어 둬으로써, 강 등의 금속 재료(9)로부터 이격된 개재물 등의 전해 추출 입자(5)가 공기와 접촉하기 전에 분산제에 안정적으로 도입되어 추출 효과가 향상된다. 또한, 개재물 등의 전해 추출 입자(5)를 그 후에 용매 중에 재분산할 때에도, 빠르게 단일 입자로 분산시키기 쉽다고 하는 효과도 얻어진다. 그것을 위해서도, 전해 추출 입자(5)의 추출로부터, 후술하는 각 입자 사이즈로의 분리까지의 처리를, 전해 추출 입자(5)가 공기와 접촉하지 않도록 모두 액 중에서 행하는 것이 중요하다.
- [0050] 이 작용에 의해, 전해 추출 입자(5)가 예를 들어 약제 및/또는 수분 등에 매우 불안정한 것이라도, 안정적이고 또한 효율적으로 추출하는 것이 가능해진다. 첨가하는 계면 활성제의 농도는, 0.0001질량% 내지 10질량%인 것이 바람직하다. 농도가 0.0001질량% 미만이면 지나치게 희박하여 작용이 약해진다. 또한, 농도가 지나치게 짙으면, 거품이 생성되기 쉬워지므로 작업상 바람직하지 않다.
- [0051] 도 3은 입자 미세 분산 장치(2)에 사용하는 용액의 작성법의 일례를 도시하는 도면이다. 상술한 바와 같이, 초음파 조사 등을 거쳐서 제작된 입자 추출 용액(13), 즉 강 중 입자 추출 장치(1)를 사용하여 금속 시료(4)로부터 추출한 전해 추출 입자(5)를 포함하는 입자 추출 용액(13)을, 용액 유지 용기(11)에 넣고, 또한 전해 추출 입자(5)를 미세하게 분산시키기 위해 분산제(12)를 첨가한다. 분산제로서는, 예를 들어 계면 활성제를 사용한다. 또한, 제타 전위를 PH로 조정하거나 함으로써, 전해 추출 입자(5)의 표면의 전위를 높여 분산시키는 것도 가능하다. 단, 분산제로서 주로 계면 활성제를 사용하는 쪽이 효과적이다.
- [0052] 계면 활성제는, 분자 내에 물에 용화되기 쉬운 부분(친수기) 및 기름에 용화되기 쉬운 부분(친유기?소수기)을 구비하고 있다. 일반적으로, 용액 중에 입자를 분산시키는 경우는, 입자의 표면에 계면 활성제를 부가하여, 입자의 주위를 플러스 또는 마이너스 전하로 바꾼다. 이 결과, 입자끼리가 동일한 극성끼리의 반발력을 얻게 되어 개개의 입자가 분산되게 된다. 계면 활성제는, 친수성 부분이 이온성(카티온성?아니온성)인 것과 비이온성(노니온성)인 것으로 크게 구별된다.
- [0053] 아니온성 계면 활성제는, 수중에서 해리되어 음이온이 되고, 그 친수기의 구조로서는 카르복산 구조, 술폰산 구조 및 인산 구조 등이 대표적이다. 카르복산계 계면 활성제로서는, 비누의 주성분인 지방산염 및 콜산염이 대표적이고, 술폰산계 계면 활성제로서는 직쇄 알킬벤젠술폰산나트륨 및 라우릴황산나트륨 등이 대표적이다.
- [0054] 카티온성 계면 활성제는, 수중에서 해리되어 양이온이 되고, 그 친수기로서 테트라알킬암모늄을 갖는 것이 대표적이다. 예를 들어, 알킬트리메틸암모늄염, 디알킬디메틸암모늄염, 알킬벤질디메틸암모늄염 등이 대표적이다.
- [0055] 그리고 이들 다종의 계면 활성제의 유효성에 대해 각종 검토를 행한 결과, 아니온성 계면 활성제 및 카티온성 계면 활성제의 양쪽 모두, 분산제(12)로서 유효한 것이 판명되었다. 그 중에서도, 비교적 입수하기 쉽고, 생물 화학 분야 등에서 활용되고 있는 라우릴황산나트륨[C<sub>12</sub>H<sub>25</sub>NaO<sub>4</sub>S : SDS(sodium dodecyl sulfate)] 등의 황산

의 모노 장쇄 알킬에스테르의 나트륨염이 바람직하다. 치약, 샴푸 등의 일용품으로서도 사용되고, 인체에 안전하며 저렴하기 때문이다.

- [0056] 그 밖에, 분자 내에 아니온성 부위와 카티온성 부위의 양쪽을 갖고 있는 양성 계면 활성제나, 친수부가 이온화되지 않는 친수성 부분을 갖는 비이온성 계면 활성제 등도 분산제(12)로서 사용할 수 있다.
- [0057] 강 등의 금속 재료(4)로부터 추출한 개재물 등의 전해 추출 입자(5)를 포함하는 입자 추출 용액(13)을, 약 1 ml 내지 20ml, 바람직하게는 10ml 정도 시험관 등의 용액 유지 용기(11)에 채취하여, SDS의 농도가 0.0001질량% 내지 10질량%, 바람직하게는 0.05질량% 이하의 분산액(12)을 2ml 첨가하여, 초음파를 1분 내지 10분, 바람직하게는 3분 정도 조사하여 분산시킨다. 입자 추출 용액(13)은, 매우 높은 밀도의 경우와 매우 낮은 밀도의 경우가 있고, 측정 장치에 과부하를 부여하므로, 최적이 되는 개수 밀도 범위에 들어가게 하는 것이 바람직하다. 그로 인해, 적어도 1ml, 많아도 20ml 정도에 들어가게 하는 것이 바람직하다. SDS의 농도는, 전해 추출 입자(5)를 분산시킬 수 있는 능력을 유지할 수 있는 범위 내이면 좋지만, 가능한 한 희박한 쪽이 바람직하다. 단, 0.0001질량%보다 희박하면 분산 효과가 낮고, 지나치게 농후하면 비용이 들고, 거품이 발생하기 쉬워지는 등의 폐해도 발생한다.
- [0058] 초음파의 조사 시간은, 출력과 액체량에 따라서도 바뀌지만, 10분을 초과하여 방치하면 열을 띠어 버려, 입자 추출 용액(13) 및 분산제(12)의 혼합액의 내용이 변화될 가능성이 높다. 한편, 1분 미만에서는 분산이 불충분해지는 경우가 있다.
- [0059] 이와 같이 하여 전해 추출 입자(5)가 분산된 용액이 얻어지지만, 이 용액에 포함되는 전해 추출 입자(5)의 사이즈는 폭이 넓어, 측정 방법에 따라서는, 조대한 전해 추출 입자(5)가, FFF 장치(3)의 내부의 작은 구멍을 막거나, 필터를 막을 가능성이 있다. 이로 인해, 사전에 조대한 전해 추출 입자(5)를 제거하는 것이 바람직하다. 예를 들어, 수 $\mu$ m 메쉬의 필터로 사전 여과해도 좋다. 또한, 원심 분리 장치에서 수분 이상 분리하여, 1 $\mu$ m 이상의 조대한 입자를 하방으로 침강시키고 얻어진 액의, 상방의 상정액을 채취하여, FFF 장치(3)에 보내도 좋다.
- [0060] 도 4를 사용하여, FFF법의 사이즈 분리 원리를 설명한다. FFF 장치(3)의 용리(溶離) 유출액으로서, 계면 활성제를 포함하는 분리 용액을 사용하여, 우선 크로스 플로우(14)라 불리는 액의 흐름을 셀의 상방으로부터 하방 셀을 향해 발생시키면서, 분리 셀(16)의 좌측과 우측으로부터도 액을 흘리고, 그 사이에 미립자를 포함하는 샘플 용액(15)을 첨가한다. 그러면, 하방의 분리막(21)에는 큰 사이즈의 대입자(20)가 크로스 플로우(14)의 흐름에 의해 압박되어 부착되고, 한편 비교적 사이즈가 큰 중입자(19) 및 작은 소입자(18)는 크로스 플로우(14)의 흐름을 극복할 만큼의 브라운 운동을 일으키므로, 분리 셀(16)의 하측에 위치하는 분리막(21)에 압박되는 일 없이, 분리 셀(16) 중에 사이즈마다 부유하는 상태로 된다. 이것을 포커싱이라 한다. 이 상태로 함으로써, 분리 셀(16) 중에 입자가 사이즈마다 채배열되게 된다. 그 후, 분리 셀(16)의 좌우로부터 압박하고 있었던 흐름을 바꾸어, 채널 플로우(17)에 의해, 예를 들어 도 4의 좌측으로부터 우측을 향해 분리 셀(16)에 존재하는 입자를 우측으로 밀어내어 간다.
- [0061] 이때, 상부로부터 분리막(21)을 향해 압박하는 역할의 크로스 플로우(14)의 압력을 서서히 제로까지 줄여가면, 분리막(21)에 압박되어 있었던 입자가, 서서히 작은 입자로부터 큰 입자의 순으로 우측으로부터 배출된다.
- [0062] 또한, 여기서는, 분리하기 위해 크로스 플로우액에 의한 압박력과 브라운 운동을 조합함으로써 사이즈 분리하는 예를 나타냈지만, FFF의 분리 원리로서는, 이 밖에도 중력, 전장, 자기장, 온도 구배 등을 가함으로써, 보다 정밀하게 입자를 분리할 수 있다.
- [0063] 사이즈마다 분리된 액은, 그대로 FFF 장치(3)의 내부에 배치된 레이저 광 조사 검출부로 유도되어, 복수 각도로 설치된 광검출기로부터 레이저 광 산란된 광 강도를 얻는다. 작은 입자인 경우는, 각도 의존성이 매우 적어 전방위 산란 현상을 나타낸다. 한편, 조대한 입자로 됨에 따라, 전방 산란 현상이 강해지므로, 이 각도 의존성의 기울기를 취함으로써 전해 추출 입자(5)의 사이즈를 일의적으로 결정할 수 있다.
- [0064] 보다 상세하게는, 예를 들어 Zimm 플롯법을 이용하여, 각도 의존성으로부터 전해 추출 입자(5)의 사이즈를 산출하는 것이 가능하다. 이하에, Zimm 플롯법에 대해 간단히 설명한다. 산란 각도, 농도, 분자량 및 입자의 분산 상태를 나타내는 제2 비리알 계수의 관계는, 이하의 레일리식으로 나타내어진다.
- [0065]  $KC/Ra = (1/M + 2A_2)P(\theta)$

- [0066] K : 광학 상수
- [0067] C : 농도
- [0068] Ra : 용매의 레일리비
- [0069] M : 분자량
- [0070] A<sub>2</sub> : 제2 비리알 계수
- [0071] P(θ) : 각도에 의존하는 함수
- [0072] 이 식은, 상기와 같이 농도 및 각도에 관한 변수를 갖고 있어, 농도를 고정한 경우에는 비례식이 된다. 여기서, 농도와 산란 각도 변화에 의한 산란 광량 변화를 측정할 경우에는, 각도 0도, 농도 0의 값이 분자량을 나타내고, 이들 값을 플롯한 것을 Zimm-Berry 플롯이라 칭한다.
- [0073] 본 실시 형태에 관한 입도 측정 방법에서는, 농도 일정이며 각도 θ를 0으로 외삽한 점이, 분자량의 역수가 되고, 플롯의 기울기가, 제곱 평균 관성 반경을 나타내는 것이 된다. 이것으로부터, 각도 의존성의 기울기를 취함으로써, 전해 추출 입자(5), 즉 금속 재료(4) 중의 미립자의 사이즈를 일의적으로 결정할 수 있다.
- [0074] 또한, 반사되어 오는 산란 강도는, 포함되는 전해 추출 입자(5)의 개수 밀도에 비례하여 높아지는 것을 알고 있으므로, 미리 산란 강도와 개수 밀도의 관계식을 작성해 두면, 용이하게 용액 중의 개수 밀도를 알 수 있다.
- [0075] 또한, FFF 장치(3)의 적용 사이즈의 하한치는, 예를 들어 1nm이다. 이것보다도 작은 입자의 경우는, 전해 추출 입자(5)와 용액을 분리하는 재생 셀룰로오스막의 분리 성능과 가까워져, 재생 셀룰로오스막을 통과할 가능성이 많아지므로 적용은 어려워진다.
- [0076] 또한, 본 실시 형태에 관한 입도 측정 방법에서는, 입도 측정이 행해진, 사이즈마다 분리된 용액에 대해, 다시 전해 추출 입자(5), 즉 금속 재료(4) 중의 미립자의 조성 분석을 행하는 것이 가능하다. 미립자의 조성 분석을 행하는 방법으로서, 예를 들어 각종 질량 분석법, 분광 분석법 및 화학적인 분석 방법 등의 임의의 방법을 적용하는 것이 가능하다. 입도 측정 후의 용액에 대해 조성 분석을 행함으로써, 측정된 입도를 갖는 미립자가, 금속 재료(4) 중의 어느 성분에 유래하는 것인지를 명확하게 하는 것이 가능해진다.
- [0077] 실시예
- [0078] 다음에, 본 발명의 실시예에 대해 설명한다. 단, 본 발명은 실시예에서 채용한 조건에 한정되는 것은 아니다.
- [0079] 도 1에 나타내는 플로우에 따라서, 철강 재료 중의 미립자를 추출하여 용액 중에 분산한 후, FFF 장치에 의해, 본 실시 형태에 관한 미립자 분석 방법으로 사이즈와 개수 밀도를 측정하였다.
- [0080] 고Si계 철강 시료(Si:3질량%, Mn:0.1질량%, S:0.03질량%, Al:0.03질량%, N:0.01질량%)를 20mm×40mm×0.3mm의 크기로 가공하여, 표층의 스케일 등의 산화 피막 등을 화학적 연마에 의해 제거하고, 금속층을 노출시켰다. 이때, 고Si계 철강 시료는, 제조 공정에 있어서의 가열 온도를, 통상 온도(1000℃)와, 통상보다 약 100℃ 높은 고온(1100℃)으로 한 조건으로 제조한 강재로부터 각각 샘플링하고, 2종류의 제조 조건이 다른 금속 시료편을 작성하였다.
- [0081] 도 2에 나타내는 강 중 입자 추출 장치를 사용하여, 이 금속 시료편을 SPEED법으로 전해하였다. 전해액으로는, 황화물계를 안정적으로 전해할 수 있는 3질량% 살리실산메틸 + 1질량% 살리실산 + 1질량% TMAC + 0.05질량% SDS분산체계를 사용하였다. 전해 후에 금속 시료편을 가볍게 메탄올로 세정하여, 다른 청정한 메탄올을 넣은 비이커 내에 정치하였다. 전해 용액을 필터로 여과하고, 얻어진 필터도 상기 비이커 내에 넣어 초음파를 약 1분 조사하여, 금속 시료편의 표층에 석출되어 있었던 미립자를 메탄올 용액 중에 분산시켰다.
- [0082] 도 3에 나타내는 미세 분산용 용액 유지 용기에, 상기에서 제작한 용액을 8ml 넣고, 0.05질량% SDS 분산 용액을 2ml 첨가하여, 초음파로 약 5분간 조사하여 분산을 행하였다.
- [0083] 도 4에 도시하는 FFF 장치에, 분산한 용액을 100 μl 첨가하여, FFF로 측정을 행하였다. 결과를 도 5에 나타낸다. 도 5의 횡축은 입경을 나타내고, 종축은 개수 밀도를 나타낸다. 도 5에 나타내는 바와 같이, 시료의 가열 온도를 통상과 고온의 2종류로 비교한 결과, 통상재는 50nm 이하로 미세한 입자가 수많이 발생되어 있는 것에 대해, 고온에서 처리한 재료는, 온도가 지나치게 높았기 때문에, 50nm 이하의 미세한 입자가 합체 성장

하여 조대화되어 있는 것이 판명되었다.

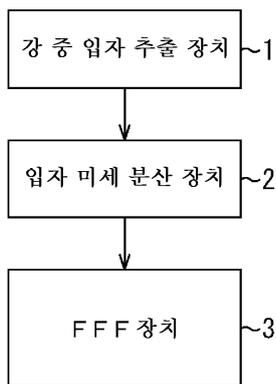
- [0084] 동일한 용액을 사용하여 TEM 관찰하여 실제로, 입도 분포 그래프를 작성한 결과, 도 5의 측정 결과가 정확한 것이 뒷받침되었다.
- [0085] 도 6은 미립자의 사이즈, 개수 밀도 분포 함수를 측정하는 데 필요한 시간을 비교한 결과를 나타낸다. 종래의 현미경 관찰하여 사진 관정으로부터 개수 밀도 분포를 측정하는 방법은, 약 30일 필요하여, 작업을 담당하는 사람에게는 고도의 TEM 관찰 조작 능력이 필요하였다. 이에 대해, 상기한 실시 형태에서 행한 경우의 시간은, 용해 작업도 포함하여 약 1일이었다.
- [0086] 도 7은 FFF 장치로 사이즈마다 분리하여 사이즈, 개수 밀도 계측을 마친 후에 배출되는 용액을, 통상의 ICP(inductively coupled plasma) 질량 분석 장치를 사용하여 성분 분석을 한 결과의 예를 나타낸다. 횡축은 미립자의 사이즈를 나타낸다. 도 7에 나타내는 바와 같이, 약 10nm 피치마다, Al, Cu, Mn의 성분 변화가 일어나 있는 것을 명료하게 파악할 수 있었다. 또한, 여기서 얻어진 사이즈마다의 배출 용액은, 용액을 건조시킨 후에, 통상의 X선 결정 구조 해석 장치(XRD)로 해석하면, 마찬가지로 사이즈마다 추출된 미립자의 결정 구조에 관하여 정보를 얻을 수 있다.
- [0087] 이상 설명한 바와 같이, 본 발명에 의해 강재에 포함되는 미립자의 개수 밀도 분포를 고정밀도로, 또한 신속하게 얻는 것이 가능해진다. 따라서 고품질 강의 제작이나, 공장 조업 조건에 있어서의 바람직한 미립자의 밀도, 사이즈를 신속하게 피드백하는 것이 가능해진다. 그리고 신상품의 대량 생산 프로세스를 실기화(實機化)하는 경우나, 통상의 해석법으로는, 막대한 노동력, 비용이 드는 경우라도, 본 발명의 적용에 의해 신속하고 저렴한 재료 평가를 할 수 있다. 따라서, 본 발명은, 산업상의 이용 가치가 큰 것이다.
- [0088] 또한, 미리 분석 조건을 정해 두면, 작업을 표준화할 수 있어 작업 효율을 대폭으로 향상시킬 수 있다. 또한, 종래의 방법에서는, 사람에 의해 카운트 방법에 차이가 발생하는 등, 관능 시험 특유의 개인차가 발생하기 쉽지만, 본 발명에 따르면, 분석 조건만 결정되어 있으면, 이러한 개인차가 발생하기 어려워 입도 분포 해석 결과를 재현성 좋게 얻을 수 있다. 따라서, 금속 재료 중의 미립자의 분석을 필요로 하는 많은 분석 개소에 기술 트랜스퍼하는 것이 가능하다.
- [0089] 이상, 첨부 도면을 참조하면서 본 발명의 적합한 실시 형태에 대해 설명하였지만, 본 발명은 이러한 예에 한정되지 않는 것은 물론이다. 당업자라면 특허청구의 범위에 기재된 범주 내에 있어서, 각종 변경예 또는 수정예에 상응할 수 있는 것은 명백하고, 그들에 대해서도 당연히 본 발명의 기술적 범위에 속하는 것이라고 양해된다.

**산업상 이용가능성**

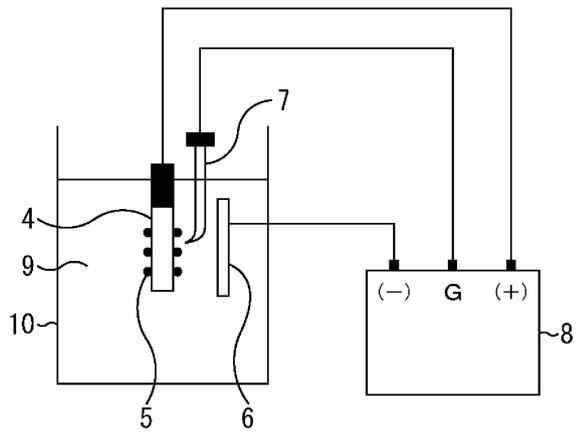
- [0090] 본 발명은, 예를 들어 금속 재료의 품질 관리용 시험 및 공장의 조업 조건의 적정화의 검사 등에 적합한 측정 기술로서 산업상의 가치가 매우 높다.

**도면**

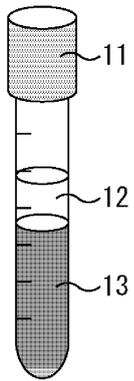
**도면1**



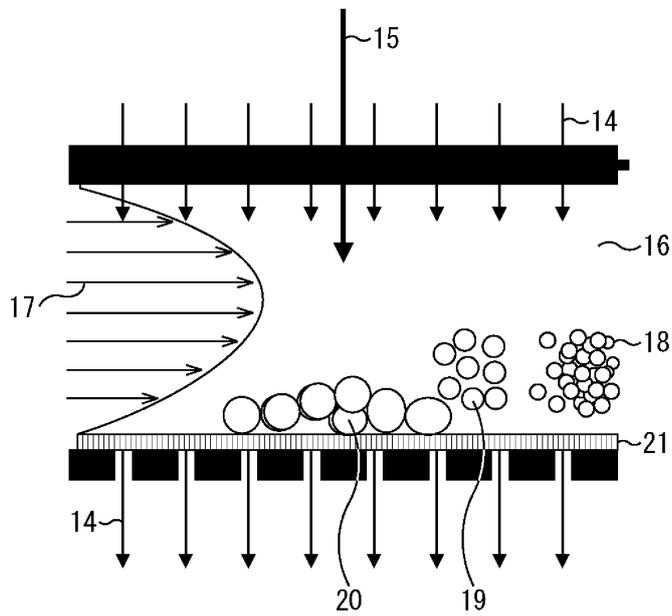
도면2



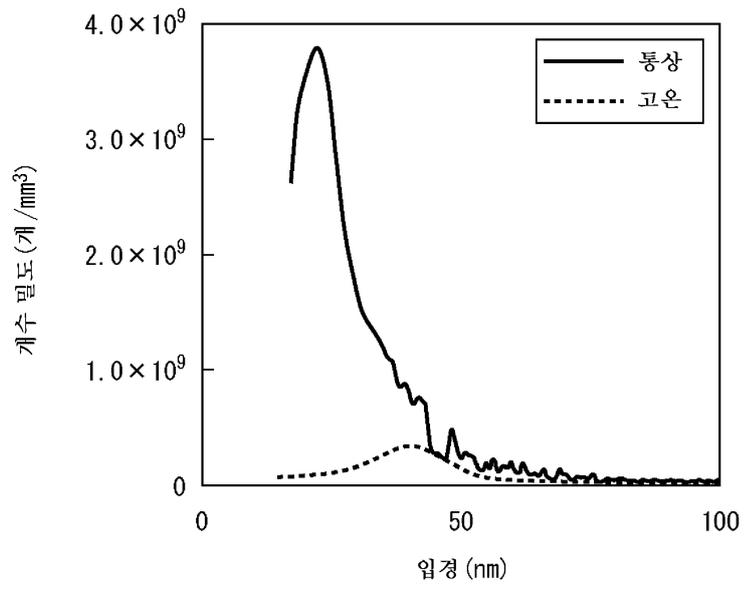
도면3



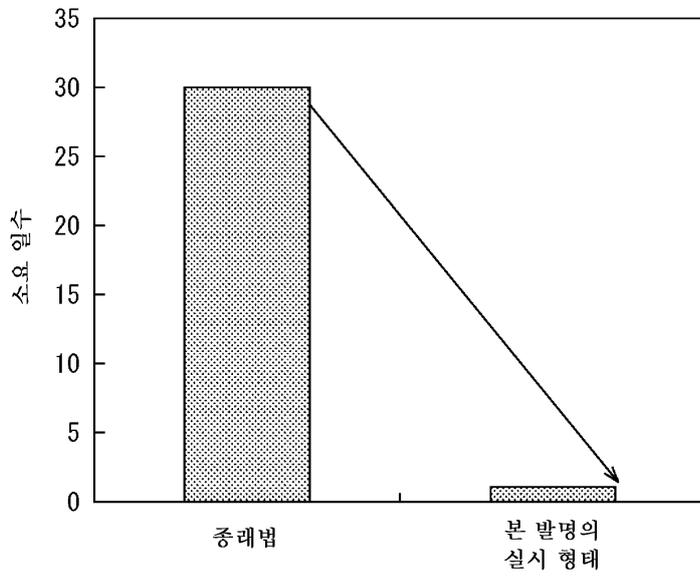
도면4



도면5



도면6



도면7

