

特集 材料と分析技術 —分析事例紹介*—

Materials and Analysis Techniques —Introduction of Analysis Examples—

杉村 和男

Kazuo SUGIMURA

武藤 正誉

Masataka MUTOU

浅井 英雄

Hideo ASAI

川村 守男

Morio KAWAMURA

鍛治田 則幸

Noriyuki KAJITA

In recent years, the following developments have been made in an attempt to create an earth-conscious automobile; technology for more fuel-efficient cars, technology for various fuels such as biofuel, air-conditioners that consider global warming, etc. In this context, failures such as product malfunctions, the destruction of metal materials, the discoloration of coatings, and the breakage of electrical circuits, may happen at the material and/or product development stage. To determine the type of failure, it is important to first clarify what is happening and how it is happening, thus analysis is needed. In this paper, some examples of the analysis carried out in the past by the authors are reported.

Key words: Analysis techniques, Heat exchanger materials, Weld, Soldering, Surface treatment, Corrosion, Environmental

1. はじめに

近年、地球環境に優しいクルマづくりを目指し、低燃費車対応技術、バイオ燃料などの各種燃料対応技術、地球温暖化対策エアコンなどが開発されている。このような状況の中、材料、製品の開発段階で、製品が作動しない、金属材料が破損する、塗膜が変色する、電氣的導通がとれない等の事象が発生することがある。それらの原因を究明するためには、まず何がどのように起きているのかを明らかにすることが重要であり、分析が初動解析の第一歩となる (Fig. 1参照)。分析とは、『物質の確認・検出あるいは化学組成を明らかにし、物質、現象の真の姿を特定すること』であり、原因を特定するためには無くてはならない基盤技術である。本報では当社の材料と分析技術に関して、筆者らが過去に経験した分析調査解析事例を中心に紹介する。

2. 分析技術とは

分析技術は人、分析機器、情報の三つの要素により成り立っており (Fig. 2参照)、それぞれの能力が高いことが要求されるが、一つの能力が高くても、他の能力が低ければ、全体の分析技術力は低下する。分析作業の流れをFig. 3に示すが、試料の切断、研磨、溶解などの前処理作業、分析機器による測定作業、そして、最後に測定データの解析という手順で行われる。これらのすべての作業が確実に実行されることにより、真の分析ができる。高度な機能を有する分析機器を保有してい

ても、使いこなせなければ、分析機器の能力を100%発揮することはできない。宝の持ち腐れとなるわけである。また、測定はしたが、データを解析することができない場合も同様な結果となる。このように分析技術力を高めるためには、人の確保ならびに人材育成、分析機器の導入、最新分析技術情報の入手が重要となる。

人については、前処理などの加工や測定する能力と測定データを解析する能力を持ち合わせる必要がある。前処理などの加工や測定する能力にはカン・コツや経験が必要であり、どちらかという技能員が得意とする分野であり、腕のみせどころである。データ解析する能力は、技術員が得意とする分野であり、それぞれが協力し合うことにより、分析技術力は一層高くなる。

分析機器については、当社の製品開発、品質解析などの分析ニーズに必要な機器を導入することになる。材料技術部で保有する分析機器に関しては、次章で紹介する。分析技術情報については、社内外の分析機関や公立の研究機関、大学などとの技術交流等により、積極的に情報の収集に努めており、最近では、形態観察技術として3D-透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscopy: 以下TEMと略す) 等の最先端技術の導入を図っている。

3. 分析部署と保有機器

基盤技術である分析業務を実施している部署は、筆

* 2007年9月6日 原稿受理

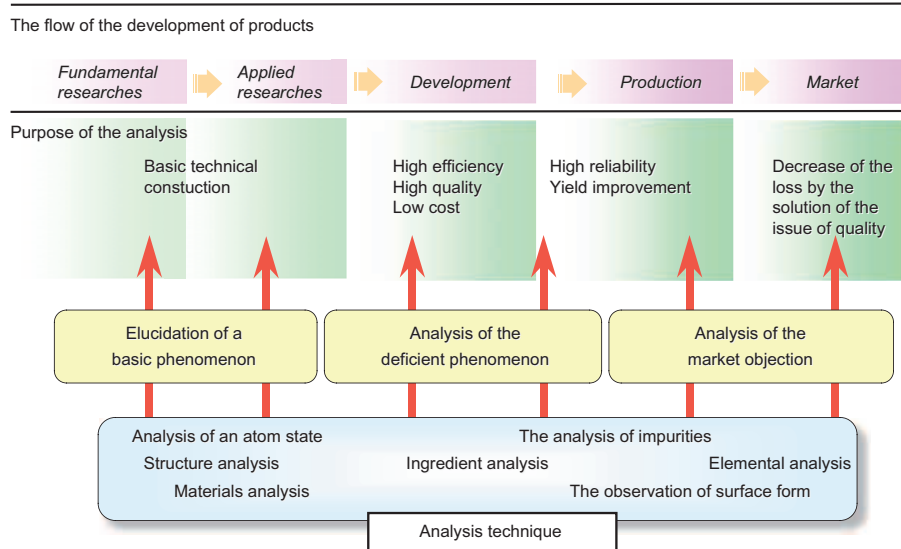


Fig. 1 The flow of the product in DENSO and a role of the analysis

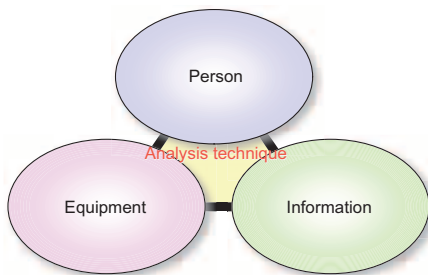


Fig. 2 Three elements of analysis technique

者らが所属する材料技術部以外にも基礎研究所，各事業部の品質保証部門などがある。それぞれの部署により分析の目的は違っているものの，分析技術については共通であり，技術交流などを実施して社内分析技術の共有化に努めている。

材料技術部では，全社で発生する分析業務を委託という形で受けて対応しており，2006年度では2,000件，検体数では15,000検体余りの分析を実施している。分析対象とする製品数が多く，材料も多岐にわたっているので，各種材料に対応できる分析設備を保有している。材料技術部が保有する分析設備の一例をTable 1に示す。組織としては，分析技術開発を主業務とする技術グループと既存の分析技術を駆使して分析実務を実施する技能グループに分かれている。ただし，技能グループにおいても，業務改善として新しい分析技能開発に励んでおり，その事例についても紹介する。技術・技能グループに分かれていると述べたが，常に交流を図っており技術技能の融合化により，材料技術部分析グループの総合力発揮に努めている。

4. 分析事例

4.1 材料の分析

4.1.1 熱交換器材料の分析

自動車用エアコン等の熱交換器に使用されている材料には，熱伝導性，軽量性，耐食性などの特性が要求されており，製品として小型薄肉化，高性能化を図るための製品開発が行われている。エバポレータを例にとると材料としては，ろう付け層を表面に形成したアルミ合金板をフィンに使用しており，チューブ材としては耐食性を向上させるために表層に犠牲腐食層として亜鉛拡散層を形成しており，その拡散層の表面濃度，拡散深さなどの出来具合管理を電子線マイクロアナライザー（Electron Probe Micro Analyzer: 以下EPMAと略す）により実施している。

亜鉛拡散層の出来が耐食性に大きく影響するため，製品ロットごとの管理が必要となる。EPMAによる分析方法としては，エバポレータなどの製品から一部を切り出して，樹脂包埋・研磨・導電処理を施した後，EPMAにより線分析を実施し，亜鉛拡散深さ，表面亜鉛濃度を求めている（Fig. 4参照）。

4.1.2 溶接部，はんだ付け部の分析

溶接部やはんだ付け部などの金属接合部の出来具合を判断するのに，通常，接合強度を測定するが，接合強度が不足したり，界面剥離したりすることがある。そのとき，原因を特定するために接合界面の観察分析が行われている。一例として，はんだと無電解ニッケルめっき界面で剥離する原因解析した事例を紹介する。

界面剥離が起きたものと起きないものの接合界面をTEMでnmレベルの微細構造観察をしたところ，界面

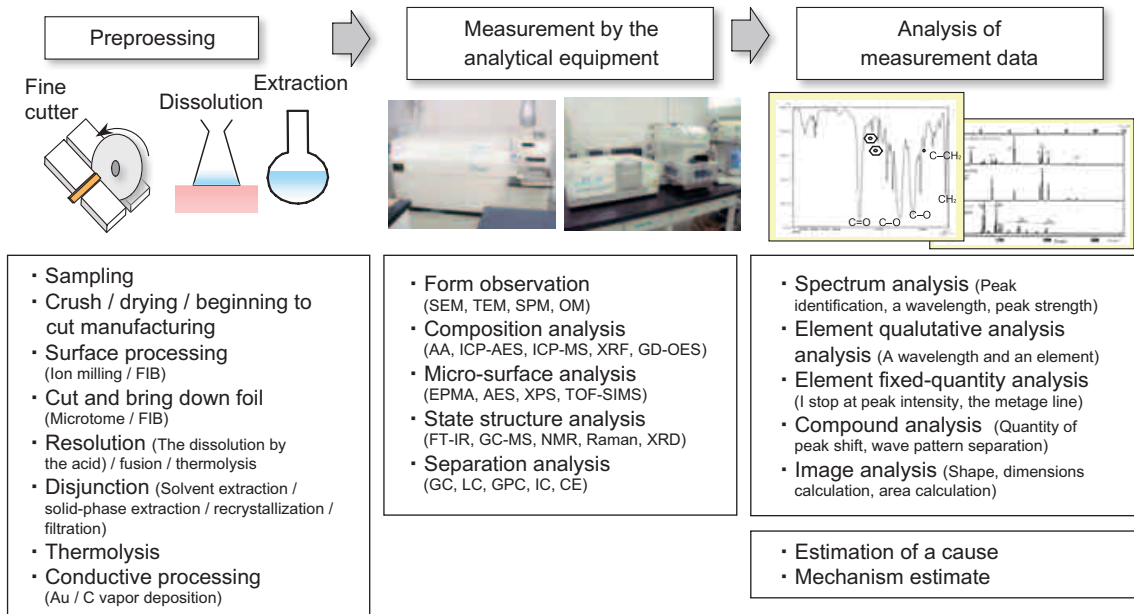


Fig. 3 Flow of the analysis work process

Table 1 The possession analysis equipment of the materials engineering department

Field	Equipment	Model	Maker name	Function / Characteristic
Micro-surface analysis	EPMA	EPMA1610	Sihimadzu	Micro-surface elemental analysis of the μm order
		EPMA1600 / EPM810	Sihimadzu	
	XPS	AXIS-ULTRA	Sihimadzu	It is chemical combination form analysis by a surface ultimate analysis of the severalnm order, chemical shift
		QUANTERA-SXM	Ulvac. phi	
	FE-AES	PHI690	Ulvac. phi	Micro-surface elemental analysis of severalnm order
	TOF-SIMS	TOF-SIMS IV	ION-TOF	Micro-surface ion analysis of the severalnm order
GD-OES	GDA750	Rigaku	The elemental analysis of the depth direction	
Form observation	FE-TEM	JEM-2010FEF	Jeol	Form observation of a minute department
	FE-SEM	S4200 / JSM-6700F etc.	Hitachi / Jeol	Form observation of the surface shape
	FIB	FIB210	Hitachi / FEI	Minute processing by the ion
Organic analysis	FT-IR	FT-IR 680PLUS / FT-IR 660PLUS	JASCO	Structure analysis / the functional group analysis of organic materials
		Microscope / Raman	NRS3300	
	GC / MS	JMS AX-505H	Jeol	Separation / the structure analysis of the organic matter
Inorganic analysis	AA	AA6600G	Sihimadzu	Elemental analysis of the solution (ppm)
	ICP	ICP8100	Sihimadzu	Elemental analysis of the solution (Sub ppm)
	XRF (EDX)	EDX700 etc.	Sihimadzu	Solid elemental analysis
	XRF (WDX)	ZSX-100e	Rigaku	Solid elemental analysis

剥離するものには接合界面にNi-Sn層, Ni-Sn-P層, Ni-Pリッチ層からなる3層構造ができており, 正常品にはみられないNi-Sn-P層の中に微小な球状ボイドが確認されている. このボイドは, はんだ付け時に界面で金属が拡散する際にできたものであり, これが起点となって界面剥離を起こしていると推定し, はんだ付け時の温度, 時間などの条件設定へ反映した (Fig. 5参照).

このような接合部の断面観察をするためには, 試料を加工する必要がある. 加工方法としては, はんだボイドで使用したウルトラマイクローム法やイオンを使用する集束イオンビーム装置 (Focused Ion Beam: 以下FIBと略す), 広い範囲を加工できるクロスセクションポリッシャー装置 (Cross-section Polisher: 以下CPと略す) などがある. それぞれに一長一短があり, 目的に応じて使い分けが必要である. FIBとCPを使った事例

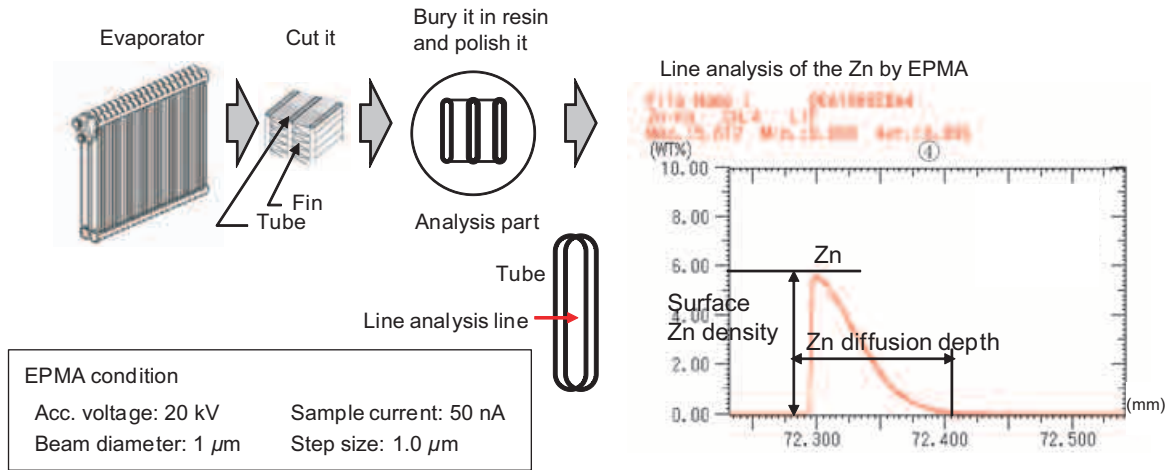


Fig. 4 The EPMA analysis example of heat exchanger materials

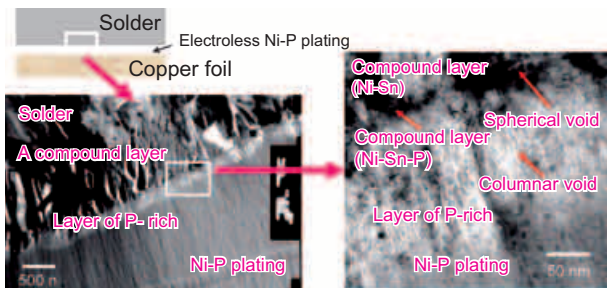


Fig. 5 The TEM observation of an interface of solder and the nickel plating

をFig. 6に示す。樹脂を積層構造にしたプリント基板の導体材料部を断面方向から観察した。通常の研磨紙による研磨を行った後、CP法により広い領域の加工を実施し、その後、更に微小部を加工するためFIBを用いて薄片を作成し、マイクロサンプリング法によりリフトアウトをしてTEM観察もできる。CPによる加工では、研磨紙での処理では隠されていた組織や界面のボイド等が鮮明に表われており、より正確な情報が観察できる。CP, FIBを組み合わせて使用することによりミリメートルオーダーの広域からナノメートルオーダーの微小領域までの観察が連続的に可能となる。

4.1.3 表面処理材料の分析

自動車部品製品には亜鉛めっき、ニッケルめっきなどの耐食性を向上させるための表面処理、あるいは耐摩耗性を向上させるためにDLC皮膜などの高硬度な表面処理が開発され、製品に適用されている。DLC皮膜の膜質、膜状態などを観察分析した例を示す。表面から深さ方向の元素分布をグロー放電発光分析（Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy: 以下GD-

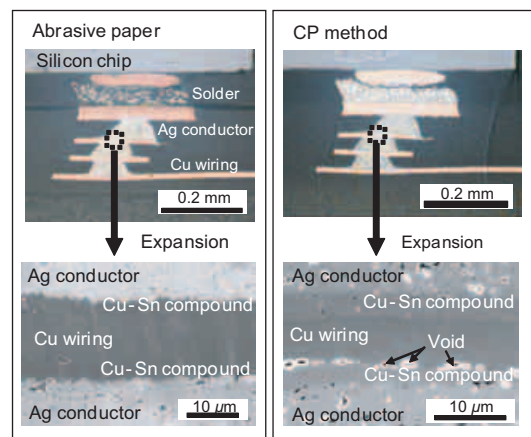


Fig. 6 The observation example of the joining interface

OESと略す) を用いて分析した結果をFig. 7に示す。GD-OESはアルゴンガス雰囲気中でグロー放電によりエッチングしながら、発生した発光スペクトルを測定するものである。エッチングスピードが早く数ミクロンオーダーの深さ方向分析を短時間(数分)にて測定することができる。測定事例に示したDLC皮膜は膜厚としてはGD-OESでの測定では約1.6 μmであり、FIB加工による断面からの観察結果と良く一致している。

その他の表面処理皮膜の観察分析事例としては、アルマイト皮膜を観察した事例を紹介する。アルマイト皮膜は、アルミニウム材料を電解処理して、柱状の酸化皮膜を生成させ耐摩耗性を向上させている。アルマイトの柱状酸化物を観察するには、低温下でアルマイト皮膜を破断して観察する (Fig. 8参照)。

また、アルマイト皮膜を断面方向から観察するには通常の機械的な研磨方法ではなく、FIB加工をするこ

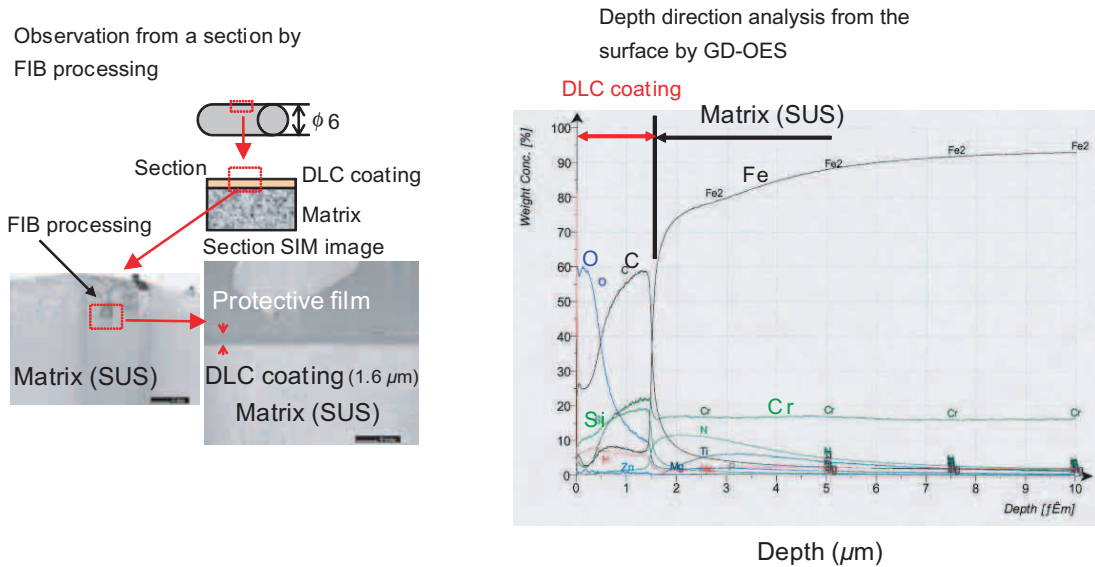


Fig. 7 Depth direction analysis example of the DCL coating by GD-OES

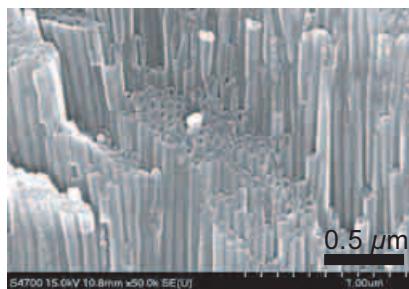


Fig. 8 The break side of the alumite film

とにより明瞭な観察が可能となる。アルマイト皮膜は、軟らかいアルミニウム母材と硬くて脆いアルミ酸化物から成り立っており、機械研磨では硬さの違いにより研磨時にダレが生じ、正確な観察が難しくなる。FIB加工では、細く絞ったイオンを試料に当てて、加工することができ、硬さにより若干のエッチングスピードの差が生じるものの明瞭な断面が観察される。機械研磨では確認できない、アルマイト皮膜にできた亀裂なども、FIB加工により詳細に観察でき、亀裂発生箇所の特異や発生原因解析に反映することができる (Fig. 9参照)。

4.2 現象解析の分析

4.2.1 金属の破損・腐食原因調査分析

自動車部品の多くは、金属材料から構成されており、それらの材料では応力負荷の繰り返しによる疲労破壊や自動車排気ガス雰囲気等の各種環境で使われるために腐食する。その際に金属破損部や腐食部位を顕微鏡

観察や分析をして、原因を特定しメカニズム解析を行い対策へつなげている。その際によく使われているのが、走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscopy: 以下SEMと略す) やEPMAである。これらの方法は、いずれも真空中で試料表面に電子線を照射し、発生する二次電子線や特性X線を検出し、表面形状観察や微小部の元素分析を行うものであり、破損部の表面形状により破壊原因を特定、腐食部の検出元素により腐食の発生原因を解明するのに役立っている。最近では更に微小部を観察するために電界放射型走査型電子顕微鏡 (Field Emission Scanning Electron Microscopy: 以下FE-SEMと略す) や電界放射型オージェ分光分析計 (Field Emission Auger Electron Spectroscopy: 以下FE-AESと略す)、走査型プローブ顕微鏡 (Scanning Probe Microscopy: 以下SPMと略す) 等が使われるようになっている。

4.2.2 電気機器の接触抵抗増加原因調査分析¹⁾

最近の自動車は、各種制御機能の進展により、センサー、電子機器および配線が増加する傾向がみられ、



Section SIM image (Tilt 45°)

Fig. 9 The section of the alumite film by FIB

それらを接続するためにコネクタが数多く使用されている。また、接点・電機ブラシ等においても、小型化、超寿命化などが要求されており、高信頼性の確保が重要な課題となっている。これらの接点、コネクタ等の電氣的接続部品においては、接触部の接触抵抗の変化が製品性能に大きく影響するため、接触部でおきる金属表面変化を解析し、接触抵抗増加現象を明らかにすることが重要である。本事例については、本誌、別報にて報告しており、詳細は参照されたい。

4.2.3 ゴム部品の膨潤原因調査分析

排気、吸気ガスなどのバルブに使用されているシール用ゴム材料が膨潤や粘着することがある。ゴムの膨潤の場合は、膨潤ゴムの細かく切断して、クロロホルムなどの溶剤で膨潤の原因となるオイルを抽出し、溶剤を揮発させて残留した液をフーリエ変換赤外分光分析法 (Fourier Transform Infrared Spectroscopy: 以下FT-IRと略す) で分析してオイルの種類を特定する。更にガスクロマトグラフィー (Gas Chromatography: 以下GCと略す) により、分子量の違いを測定することにより、より詳細な種類を特定することが可能となる。ゴムの膨潤の原因としては、エンジンオイルなどの鉱物油などが浸透した場合におきるが多い。ゴムとオイルの化学構造が似ているためにゴムの中へ浸透すると推定されている。粘着の場合も粘着物をFT-IRにより分析し、粘着成分を特定する。単純な系の粘着物であ

れば、FT-IRだけで特定することが可能であるが、混合物などの場合はガスクロマトグラフィー質量分析法 (Gas Chromatography -Mass Spectroscopy: 以下GC-MSと略す) や液体クロマトグラフィー (Liquid Chromatography: 以下LCと略す) などを用いて単純な成分に分離して、それぞれの成分を特定する。

4.3 分析技術技能開発事例

4.3.1 TOF-SIMSによる表面付着物の高感度分析²⁾

TOF-SIMSは非常に高感度な分析法であるが、導電性が無い樹脂やセラミックスなどの表面分析では、感度が悪くなり、特に高分子量領域の測定では、顕著に現れる。その対策法を検討した事例を紹介する。

試料はセラミックス基板にカーボン抵抗体を印刷焼成した部品で、その上に塗布されたフッ素系オイルの分子量を測定した。まず、カーボン抵抗体上フッ素系オイルの直接分析を試みたが、フッ素オイルに起因するスペクトルは、検出されなかった。次に感度を上げる技法として、金属上にオイルを転写することを検討した。金属上にオイルを塗布して、感度よく測定できるかを確認した。

金属の種類としては、アルミニウム、銅、金、銀、チタン、タングステンなどについて確認した。金属の中で一番感度よく測定できた金属は銀であったので銀を選定し、次に転写する方法について、検討を試みた。試料面を転写するには、軟らかくて試料形状に合わせた形で変形することが求められるので、アルミホイルを用いて、その片面に銀を蒸着した。この銀箔を用いて、試料に銀の面を一定荷重で押し付けて転写を試みた結果、フッ素系オイルの分子量に起因するスペクトルが感度良く測定できることを確認した (Figs. 10&11参照)。本法は当社独自の方法であり、銀箔転

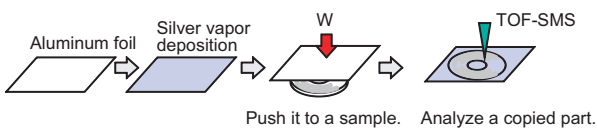


Fig. 10 Method of copy to silver foil

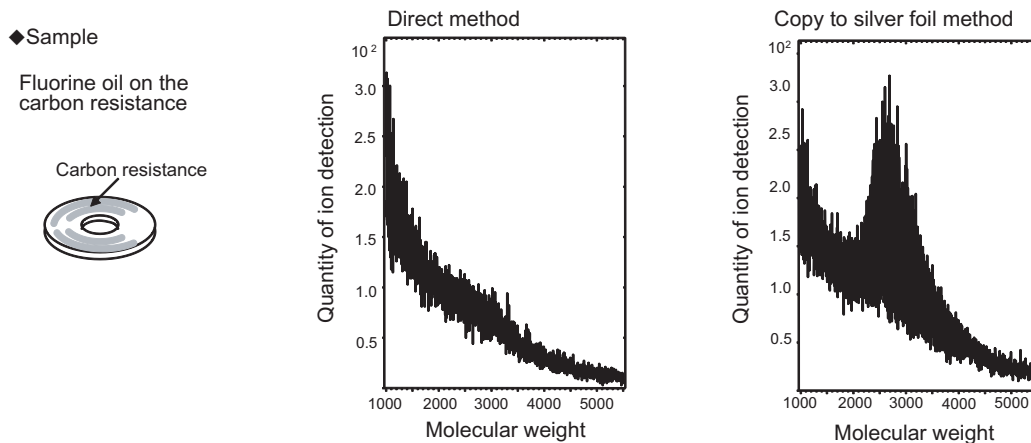


Fig. 11 The molecular weight measurement of the oil by the copy to the silver foil / TOF-SIMS

写法とし、樹脂などの導電性が無い材料上の微小付着物の分析に適用している。

4.3.2 薄片化法によるEPMA分解能向上

表面を分析する方法として、最も利用されているEPMAは、分析精度、感度には優れるが、空間分解能がFE-AESなどと比べると劣っている。EPMAの分解能を向上させる方法としては、第一に照射する電子線の径を小さくすることがある。これは、装置の電子銃に依存しており、装置を変えることが必要となる。それ以外の方法としては、試料を薄くして、電子線により発生するX線の領域を小さくすることが考えられる (Fig. 12参照)。

筆者らは、この方法により分解能の向上を検討した。試料としては、電子部品のプリント基板上の銅基板・ニッケルめっき・はんだ付け部を用いた。薄片化する方法としては、ウルトラマイクロトームによる方法で行った (Fig. 13参照)。膜厚を0.5 μmから0.3, 0.2, 0.1 μmと振って効果を確認した。結果としては、予想どおり、0.1 μmが最も分解能が良好であった。分解能としては、0.8 μmであり、通常バルク試料の1.6 μmに対して半減できることを確認した。この手法を用いて、ニッケルめっきはんだ付け界面に生成する1~2 μmの金属化合物の組成を正確に分析し、化合物組成を明らかにすることが可能となった (Fig. 14参照)。

4.3.3 ピンポイント抽出EPMA分析

微小部の付着物により、バルブとストッパが粘着して作動しない、ニードルの作動が悪いなどの現象が起きることがある。通常、それら分析するには、EPMAによる元素分析、FT-IRによる構造解析などを行い、付着物がどの元素で構成されており、どんな化合物であるかを特定して原因を明らかにする。ただし、元素の絶対量が付着、粘着に大きく影響することを証明するための分析は、EPMA、FT-IRでは困難なことが

多い。絶対量の測定をするには、付着物を温水などに抽出して、イオンクロマトグラフィーやICP発光分析 (Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy: 以下ICP-AESと略す)などで、イオンの定量や元素の定量をすることが行われる。ただし、それらの方法では、微小な部分の分析には感度的に不十分が多い。

そこで、筆者らは、微小部付着物の絶対量分析を検討し、開発した。方法としては、微小部付着物を温水によりマイクロシリンジを使ってピンポイントで抽出し、その抽出液をシリコンウエハ上に滴下させて、液だけを蒸発させて残存物をEPMAで元素の分析を行い、検量線法により定量する。検量線は、段階的に作った濃度既知の溶液をマイクロシリンジで一定量採取し、試料操作と同様にシリコンウエハ上に滴下して、乾燥した残渣物をEPMAで分析して、X線検出量と元素量の関係を求めたものを使用した。この方法により、付着量と粘着の関係が定量的に評価することが可能となり、再現試験を実施する際の再現付着量に反映し、より正確な再現試験を実施することが可能となった (Figs. 15&16参照)。

4.3.4 誘導体化XPS法による樹脂表面分析

樹脂の劣化は、一般的に表面から起き始めると考えられるので、表面の劣化を高感度に分析することができれば、劣化の初期状態で見つけることができる。最表面分析手法の一つであるX線光電子分析法 (X-ray

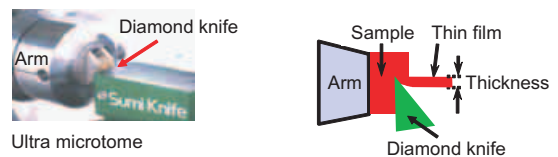


Fig. 13 Thinning by the ultra microtome

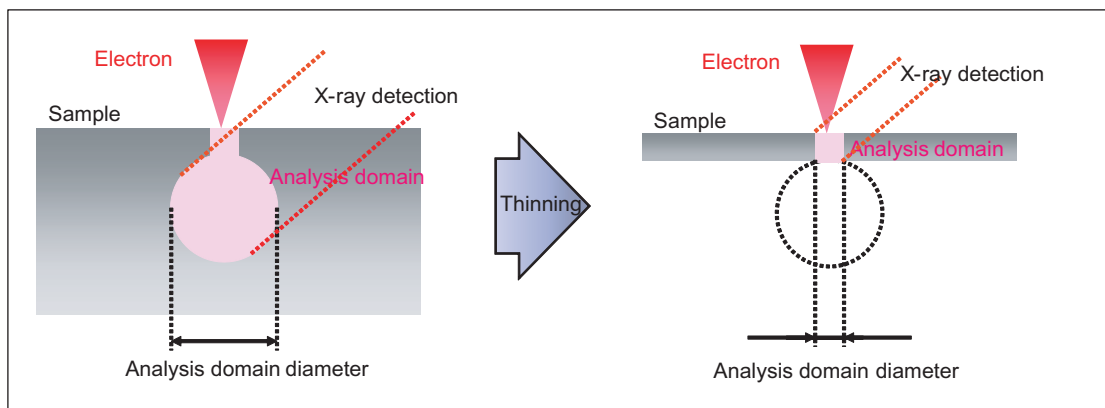


Fig. 12 Improvement of the resolution of EPMA by thinning method

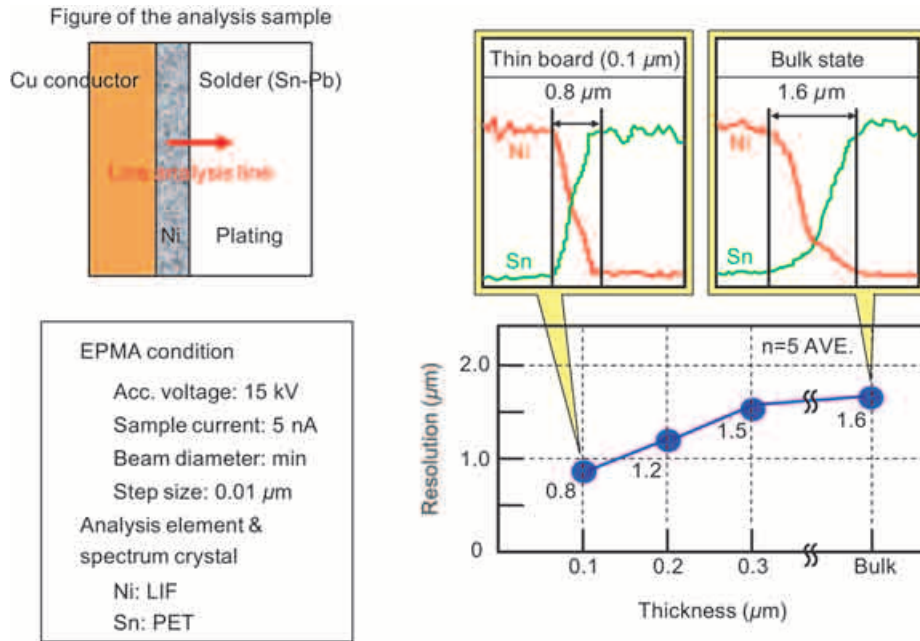


Fig. 14 Improvement of the resolution by thinning method

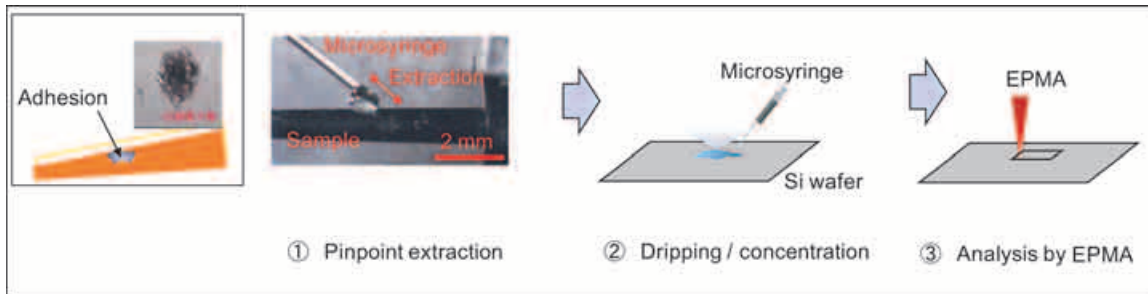


Fig. 15 Pinpoint extraction EPMA method

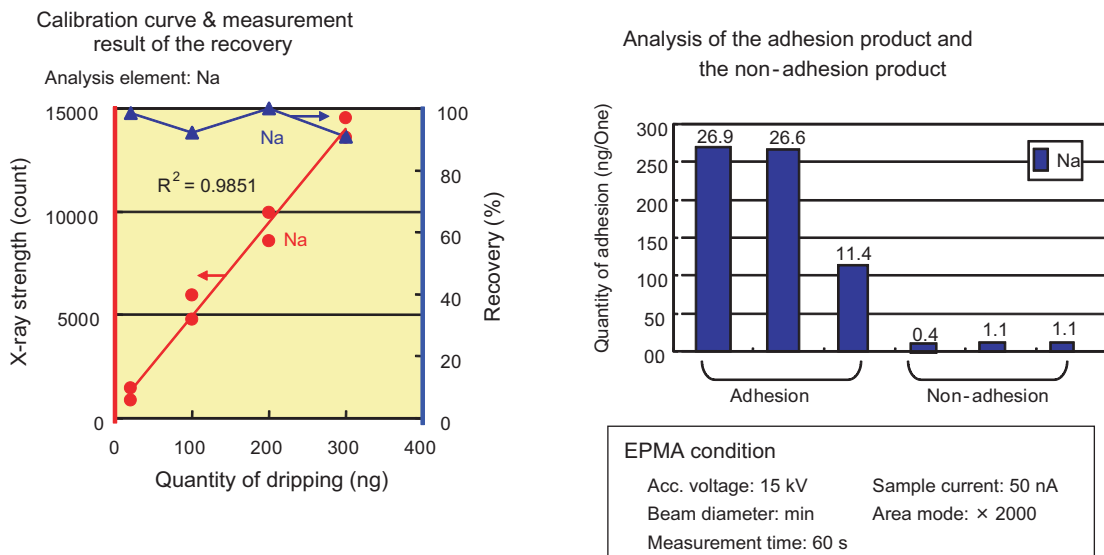


Fig. 16 Absolute quantification by pinpoint extraction EPMA method

Photoelectron Spectroscopy: 以下XPSと略す) により分析した事例を紹介する。XPSでは表面から数ナノメートルの表層部の分析をすることができ、元素分析の他に元素が結合することによりスペクトルがシフトすることを利用して結合状態を知ることができる。Fig. 17は、エポキシ樹脂とアクリル樹脂のCとOのスペクトルを測定した事例であるが、CとOの結合状態によりピークがシフトし、同じC元素でもCOO、COあるいはCC結合が存在することが分かる。このシフトすることを利用して、劣化により生成するCOO基やOH基を測定し劣化程度を把握することができる。しかし、そのままでは劣化により生成するわずかなCOO基やOH基を測定するのは感度が不十分である。そこで、XPS分析で感度の高いFを劣化により生成するOH基と選択的に反応させ、生成したF量つまりOH基量を高感度に定量する方法として誘導体化法がある。

具体的には試料を低湿度の中で無水トリフロロ酢酸[(CF₃CO)₂O]と気相反応させ、OH基にFを付加させ、XPSにてFの強度を測定する。この方法によれば、劣化の初期に起きる表面層の微細な劣化現象を捉えることができる (Fig. 18参照)。

4.4 環境負荷物質の分析

2000年9月に採択された欧州廃車規制 (End of Life Vehicle: 以下, ELV規制と略す) により、2003年7月以降に欧州で販売される車両については、環境負荷物質である鉛 (Pb)、カドミウム (Cd)、水銀 (Hg)、6価クロム (Cr6+) を含まないことが義務付けられた。ELV規制を遵守するためには、すべての製品についての4成分の分析が必要となり、当社でも各事業部を中心に実施している。分析方法としては、蛍光X線分析 (X-ray Fluorescence/Energy Dispersive X-ray

Spectroscopy: 以下XRF-EDXと略す) で定性・定量分析を実施し、あるレベル以上の含有が確認されたときには、詳細分析を実施している。詳細分析としては、樹脂・金属などを酸溶解して、その溶液をICP-AESにより測定し、正確な定量値を求めている。これらの分析方法については基準化し、グループ会社を含む全社で実施している。

最近、4成分以外の規制として、自動車室内の揮発性有機化合物 (Volatile Organic Compound: 以下VOCと略す) の発生量がある。新築の家などで問題となっているシックハウス現象が自動車でも問題となっており、自動車工業会では自主規制というかたちで、発生量を規制している。シックハウス現象とは壁などの合板から発生するホルムアルデヒド等のVOCがアレルギー発症など人体に悪い影響を与えるというものであり、現在、厚生労働省ではホルムアルデヒド、トルエンなど13成分を規制対象物質に指定しており、それらの発生ガスを定量する方法としては、発生ガス量がマイクログラムからナノグラムと非常に微量であり、そのままでは検出できないのでゼオライト等の吸

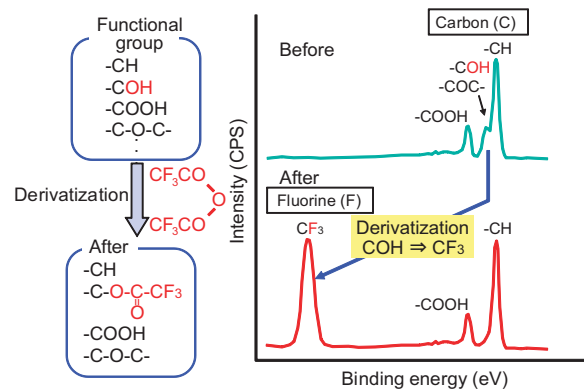


Fig. 18 The analysis of the OH basis by derivatization XPS method

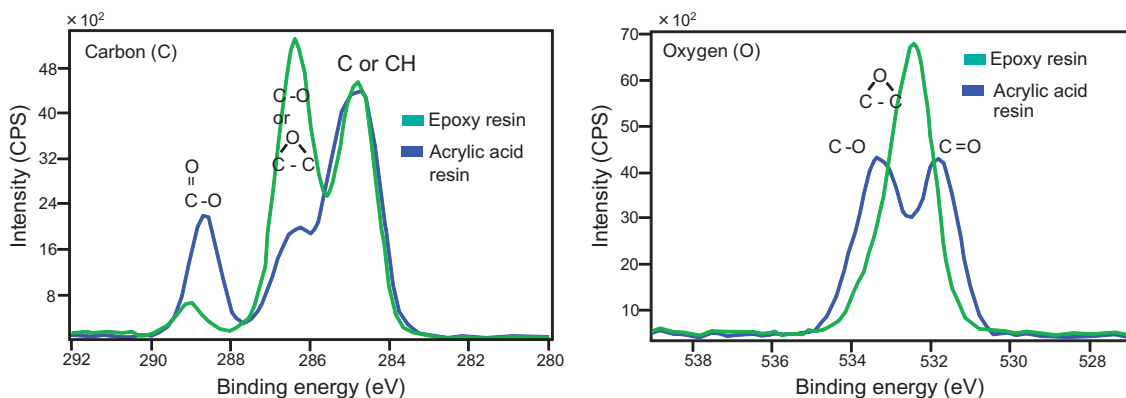


Fig. 17 A resinous XPS analysis example

着剤などで濃縮してGC-MSによる高感度分析が行われている。この方法で、車室内の構成部品から発生するVOC濃度を測定し、発生源の解明、更に低減対策へと結びつけている。

5. 分析技術とは

材料と分析技術という内容で筆者らが過去に実施してきた分析事例を中心に紹介してきたが、最近の分析に望まれているのは、より微小に、より高感度に、より正確に、より高精度にという分析技術の基本的な面での要求は当然であるが、今までの「材料分析」から「メカニズム解析」へと進み、更に「静的な観察分析技術」から「動的な観察分析技術」へと要求されてきている。それらの要求に応えるためには、人材の育成、技術・技能の融合化、最新分析機器の導入などにより分析技術力を向上させるだけではなく、各種製品や処

理加工技術の知識を習得すること、更に社内の分析部署との連携を図り、総合力を発揮するとともに他の固有技術グループとも連携を密にとり、当社の製品開発、品質解析へ貢献できるようにすることが重要であると認識している。

<参考文献>

- 1) 杉村和男：表面分析による電氣的導通現象の解析事例紹介（第21回電子線マイクロアナリシス研究懇談会講演要旨集）（2003），p. 9-1.
- 2) 武藤正誉：TOF-SIMSを用いたフッ素系潤滑剤の分子量測定（題5回高分子分析討論会講演要旨集）（2000），p. 29.

<著 者>



杉村 和男
(すぎむら かずお)
材料技術部
材料分析業務に従事



武藤 正誉
(むとう まさたか)
材料技術部
トライボロジー研究業務に従事



浅井 英雄
(あさい ひでお)
材料技術部
材料分析業務に従事



川村 守男
(かわむら もりお)
材料技術部
材料分析業務に従事



鍛冶田 則幸
(かじた のりゆき)
材料技術部
材料分析業務に従事