

造が変わらず、コントラストが異なる約 4 nm の極微細な析出相が観察される。この析出相は AP-FIM から Cu であることが確認されている。このようなナノオーダーの析出相の構造まで含めた解析は従来の透過電子顕微鏡では不可能であった。HRTEM により初めてマトリックスと整合して析出する準安定の bcc-Cu が時効硬化の要因となっていることが理解された。

HRTEM は電子ビームを数 nm に集束可能なため EDS や EELS と組み合わせナノプローブとして組成分析も可能である。特に、電界放射型の電子銃を備えた FE-HRAEM では

Fig. 7.8 に示すように 1 nm 以下の空間分解で組成分析が可能であり、高張力鋼の析出強化の理解を助けている。

鉄鋼材料へのナノ領域分析技術の応用は緒についたばかりである。空間分解能が極めて高い STM は超高真空のみならず、大気、溶液中での観察が可能であり、今後試料調整法を含めた利用技術の開発が進めば、鉄鋼材料への適用が増加するものと思われる。さらに、従来の表面分析法を含めたナノ領域分析技術が多様な機能を持つファインスチールの開発にますます寄与することが期待される。

7.3 プロセス管理に寄与した技術の成果

この 10 年間における鉄鋼製造プロセスの進歩は著しい。溶銑予備処理、一次精錬、二次精錬、連続鋳造、鋼板の表面処理等各プロセスの多段化、高精度操業化により、分析分野にはこれまで以上の迅速化、高精度化が要求された。また、分析作業量の増大による省力化の必要性も加わり、分析作業の迅速化、省力化を緊急課題として取り上げ、世界をリードする先駆的技術を確立した。一方、各プロセスで微量元素の量をより厳密に管理することが必須となり、微量元素の定量精度の向上が研究課題となった。

(1) 溶銑予備処理プロセス

脱 Si, 脱 P, 脱 S などの溶銑予備処理が多段できめ細かく行われるようになり、オンサイト分析による迅速分析が要求された。特に脱 Si 処理における迅速分析が課題となり、起電力法を基本とする各種の Si センサーが開発され実用された。Si 以外にも S, P, Mn などのセンサー技術の研究が行われた。また、オンライン分析法としては、溶銑中に Ar ガスをバブリングして発生させた鉄微粒子を ICP トーチに導入する Si 発光分析法やレーザーを照射する Si, P, S の発光分析法などの現場実験が行われた。定量精度向上の検討例として、部会機器分析分科会「蛍光 X 線分析法による銑鉄中 C の定量精度調査 WG」による C の定量精度向上の研究活動などが挙げられる。

(2) 製鋼プロセス

転炉精錬プロセスにおいては、高精度の吹錬制御による品質管理、操業時間短縮や操業の適正化による炉材、エネルギーの節約による生産性の向上などが取り組まれ、分析分野では迅速化、自動化、高精度化の研究開発が精力的に行われた。転炉に繋がる RH, DH による真空脱ガス処理などの二次精錬および連続鋳造など各プロセスにも同様な分析技術の進歩があった。

自動化：発光分光分析、蛍光 X 線分析による工程管理分析の自動省力化（試料の切断、研磨、搬送、分析、含有率計算、分析値の判定と伝送、装置校正などの全自動化）は、85 年頃から世界に先駆け各社一斉に取り組みを始めた。この自動化

は世界に広まり、近年は特にヨーロッパでの研究開発が活発で、試料調製から分析結果を得るまでの全操作を行うコンパクトな自動発光分析システムが販売されている。我が国の最先端の自動化例として、発光分析、蛍光 X 線分析および微量 C, N, H のガス分析の完全無人化システムの開発を 7.3.1 に紹介した。

迅速化：工程管理分析法における正味の分析時間は極限まで短縮された状況にある。したがって、迅速化の壁を打ち破る方法として、試料の搬送時間をなくすために分析装置を製鋼現場に持ち出し、その場分析するオンサイト分析法あるいは試料を採取しないで直接溶鋼を分析対象とするオンライン分析法が研究対象となった。オンサイト分析では、高熱、振動、塵埃に耐えられ、製鋼オペレーターが容易に操作でき、メンテナンスが簡易な現場設置型の発光分析装置の開発が進められ、転炉や RH の製鋼現場で実用化された。

溶鋼サンプリングを必要とするオンサイト分析法は、分析所要時間を 3 分以下に短縮することが困難である。そこで、サンプリングを必要とせず、しかも一般に連続して分析値が得られる溶鋼オンライン分析法が理想的な迅速分析手法として認識され、研究開発が積極的に取り組まれた。各国で、各種手法による実験が多く行われたが、80 年以降で実炉実験段階の分析手法としては、レーザー照射—発光分析法、酸素吹錬—火点発光分析法、微粒子生成（レーザー照射、ガスバブリング、ガスアトマイズ）—ICP 分析法、排ガス微粒子—原子吸光分析法、ガス平衡分圧測定法などが挙げられる。また、転炉排ガスの質量分析法あるいは熱伝導度法によるオンラインガス分析法が各社で導入され、酸素吹き止め終点判定やスロッピング防止などの吹錬制御への活用が試みられた。また、これまでガス分析法により別途定量されていた N 分析の迅速化として、部会機器分析分科会「発光分光分析法による鋼中 N 定量法研究 WG」の活動で発光分析法による他元素との同時定量の可能性を明らかにしたことは特筆される。

世界に先駆けてオンラインリアルタイム分析の現場実用化

を実現した転炉操業における溶鋼中 Mn 分析法および RH での真空脱ガス処理操業における溶鋼中 H 分析法の開発について 7.3.2 に紹介した。

高精度化：上記の自動化、迅速化とは異なる側面として、IF 鋼など高付加価値製品の生産に伴い、特に微量の非金属元素のピンポイントコントロールの要請に基づいた迅速分析の高精度化の研究が行われた。部会機器分析分科会「発光分析における微量域元素定量精度の確認 WG」が、C, P, S, Al, Ca, B の 6 元素を対象に精度向上の技術的検討を行った。これに引き続いて、特に重要な微量 C の定量精度、定量下限をさらに向上する緊急課題への取り組みが部会機器分析分科会「微量 C の発光分光分析方法の精度向上 WG」で実行された。このような活動の成果として、各元素の定量下限、定量精度の向上が図られたが、その詳細は例えば現在改正中の JISG 1253 (鉄及び鋼のスパーク放電発光分光分析方法) を参照されたい。

(3) 表面処理プロセス

表面処理浴および表面処理鋼板のオンライン分析は、各社とも導入し、著しい進歩があった。表面処理浴のオンライン分析としては、バランスフィルター法、エネルギー分散法、ろ紙点滴法などによる蛍光 X 線分析法、ICP 分析法あるいは電位差滴定法による Fe^{2+} 、 Fe^{3+} の形態別定量法などが開発された。溶融 Zn めっき浴分析には、固体電解質 Al セン

サー、レーザー発光分析法が検討された。表面処理鋼板のオンライン分析法としては、Zn-Ni、Zn-Fe めっき鋼板の蛍光 X 線分析法、Zn-Fe/Zn-Ni 二層合金めっき鋼板などの GDS による付着量あるいは深さ方向分析、溶融 Zn めっき鋼板の X 線回折分析法などによる合金化度測定法、有機被覆鋼板の赤外線吸収法などによる樹脂付着量測定法など各種測定法が開発された。7.3.3 に Fe-P/Zn-Fe 電気二層めっき鋼板のオンライン分析法の開発について紹介した。

7.3.1 製鋼工程管理分析の全自動化

新日本製鐵(株)名古屋製鉄所では製鋼工程管理分析作業を FA (Factory Automation) 化し、発光分光分析法およびガス分析法 (N, C, H) の両分析法を初めて完全自動化し、平成 5 年 10 月稼働させた。このシステムでは従来、専門知識と経験を兼ね備えた 5 名 (一直当たり) の作業員で行っていたオンライン分析作業が 1 名 (一直当たり) で可能となり、分析時間も数十秒短縮され、分析精度の向上が図られている。また従来作業に対して作業の安全性および作業環境改善も十分配慮したシステムである。

(1) このシステムは、製鋼工程から搬送されてきた熱塊試料を気送管設備により冷却し、次にメタルソーによりブロック試料とスライス片に切断する。ブロック試料は発光分光分析に、スライス片はパンチング後 N および C 分析を行う。ま

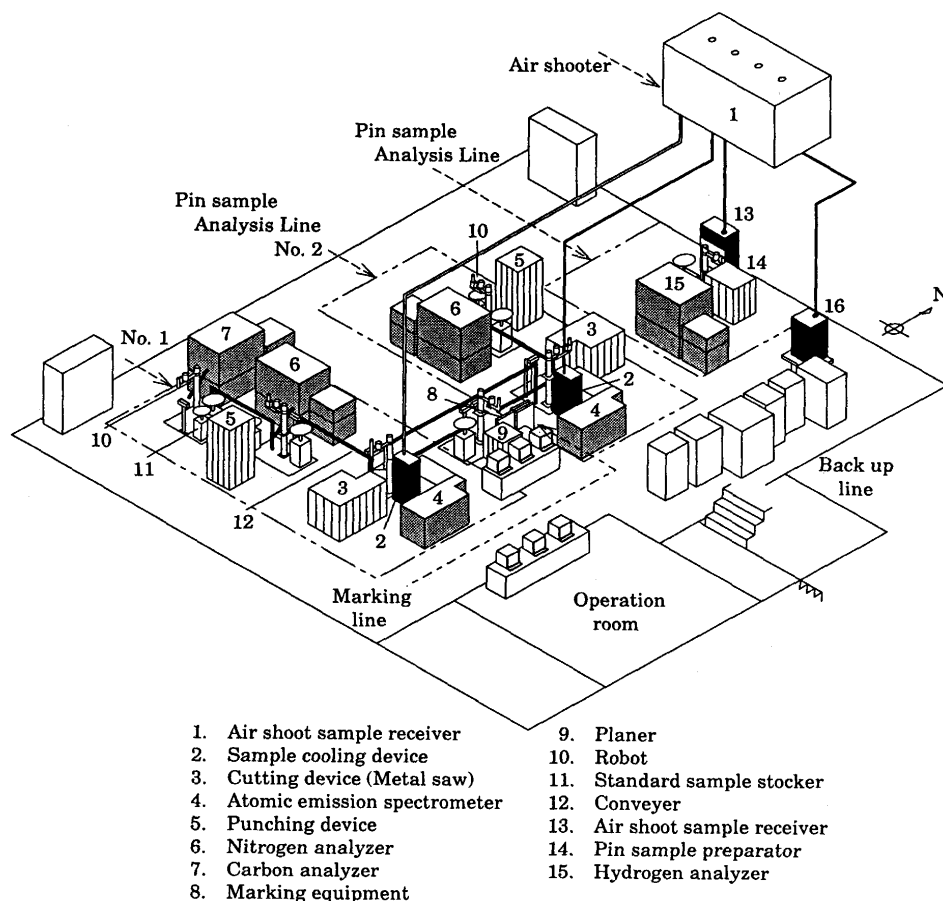


Fig. 7.9. Layout of automatic analysis system.