

る。

溶鋼中 Mn 分析結果：本分析法によって得られた転炉吹錬中の溶鋼中の Mn 定量結果を，採取した試料の従来の発光分光分析法による定量結果と併記して Fig. 7.14 に示した。従来法との定量精度の差は，標準偏差 (σ) で 0.04% で十分に実用できた。Mn 濃度は 15 秒間隔の短時間で連続的に測定され分析時間は大幅に短縮された。

(2) 二次精錬における溶鋼中水素オンライン分析法

目的：RH における真空脱ガス処理の操業管理。常時 H 濃度を測定することにより，オーバーアクションを防止して処理時間を短縮し，炉材およびエネルギーの損失を最小限に抑える。

原理：溶鋼中に Ar ガス気泡を吹き込み，気泡中に溶鋼中の水素を拡散放出させ，溶鋼と平衡に達したガスを回収する。回収ガス中の水素分圧を熱伝導度検出—ガスクロマトグラフィーによって測定し， $[H] \text{ (wt\%)} = K \sqrt{P_{H_2}}$ で示される Sieverts の式より溶鋼中水素濃度を求める。

分析システム：本分析システムの概略を Fig. 7.15 に示した。真空脱ガス処理設備の取鍋溶鋼中に浸漬する耐火物製水素回収用プローブ，同昇降装置，Ar ガス供給用配管，水素回収用配管，ガスクロマトグラフ，データ解析装置から構成さ

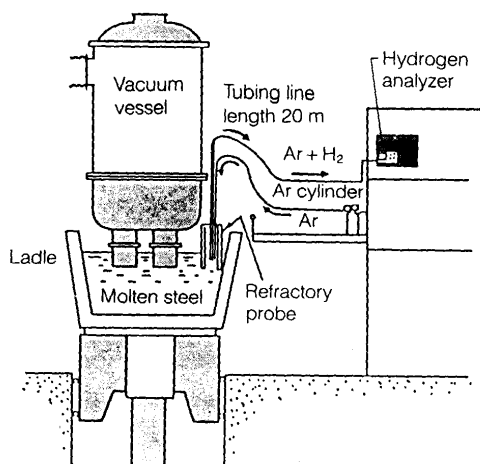


Fig. 7.15. On-line analytical system of hydrogen in RH. (*Tetsu-to-Hagané*, 77 (1991), p. 1528)

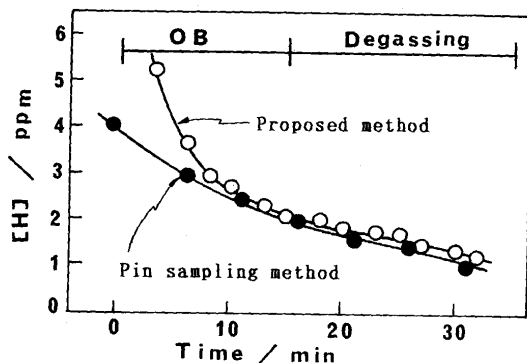


Fig. 7.16. Change with time in hydrogen content of molten steel during vacuum degassing. (*Tetsu-to-Hagané*, 77 (1991), p. 1531)

れる。

溶鋼中 H 分析結果：本分析法によって得られた RH 脱ガス処理中の溶鋼中の H 定量値を，従来のピンサンプリング法による定量結果と併記して Fig. 7.16 に示した。定量精度は従来法と比べほぼ同程度であり，分析所要時間は従来法の約 1/10 の 2.5 分間隔で連続して分析でき，十分に実用できる。

7.3.3 めっき鋼板オンライン分析法の実用化

X 線回折法と蛍光 X 線法を併用して，Fe-P/Zn-Fe 二層型合金電気めっき鋼板の上層・下層付着量と下層 Fe 含有率を同時にオンライン分析する方法を開発し，良好な分析精度を得た。

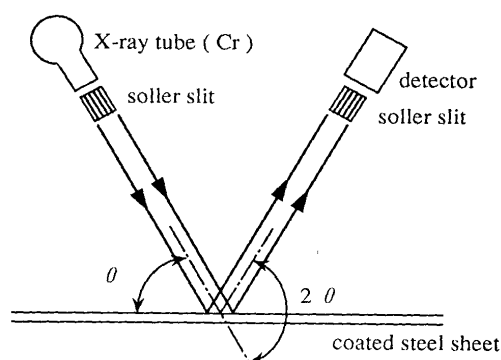


Fig. 7.17. Parallel beam X-ray diffractometer.

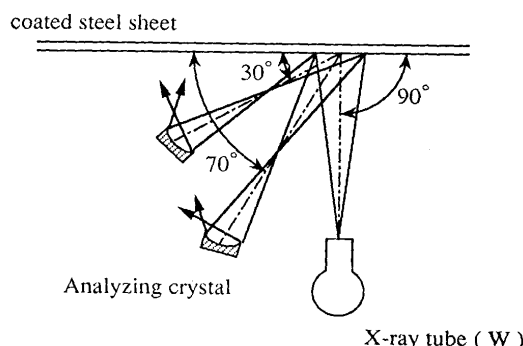


Fig. 7.18. Fluorescent X-ray spectrometer with two take off angles.

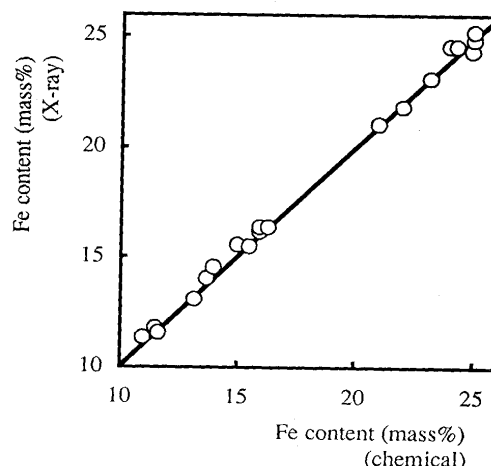


Fig. 7.19. Analytical result of Fe content.

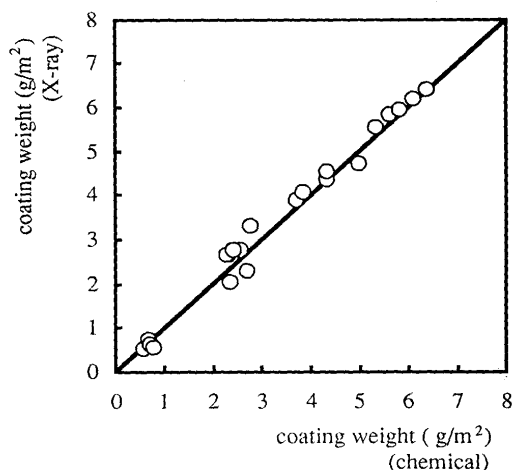


Fig. 7.20. Analytical result of Fe-P coating weight.

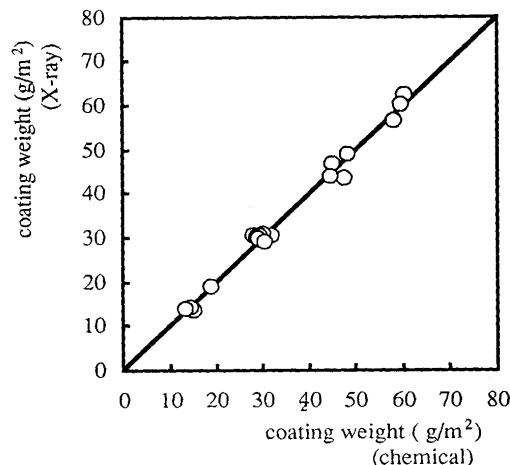


Fig. 7.21. Analytical result of Zn-Fe coating weight.

(1) Fe含有率分析法

Fig. 7.17 に示す平行ビーム X 線回折装置を用いて、塩化物浴めっきで形成された Fe-P/Zn-Fe 二層めっき鋼板の X 線回折プロファイルを測定した。その結果、Zn-Fe 層の Fe 含有率によって特定の回折角がシフトすること、さらにそのシフト量と Fe 含有率の間に強い相関があることがわかった。そこで回折角を測定し、この相関を用いることにより Fe 含有率を求めた。

(2) 上層・下層付着量分析法

Zn-Fe 層から発生する Zn の一次励起蛍光 X 線の理論強度式を級数展開し、高次項を省略することにより Zn の理論強度近似式が導かれる。この理論強度近似式の各項の係数を、多数の試料の Zn 蛍光 X 線測定強度と化学分析値を用いた重回帰分析により求め、上層・下層付着量、Fe 含有率を未知数とする Zn 蛍光 X 線強度の近似式が得られる。強度近似

式において Fe 含有率は X 線回折法により既知なので、未知数は上層・下層付着量だけである。そこで Fig. 7.18 に示すように 30°、70° の二つの取りだし角で Zn 蛍光 X 線強度を測定する。得られた測定強度をそれぞれの取りだし角の強度近似式に代入し、連立方程式を解くことにより上層・下層付着量を算出した。

(3) 結果

Fig. 7.19 に X 線回折法による Fe 含有率分析結果を化学分析値と比較して示す。Fig. 7.20, Fig. 7.21 も化学分析値と比較して上層・下層付着量の分析結果を示す。本法による分析正確さ (σ_d) は Fe 含有率、上層・下層付着量について、それぞれ 0.16%, 0.23 g/m², 0.59 g/m² であり、操業のニーズを満足する分析精度が得られた。

本法を用いたオンライン分析装置も開発され、ラボ実験と同等の分析精度が得られている。

7.4 今後の展望

日本の鉄鋼技術は、技術導入期、技術成熟期および技術高度化期を経て、技術革新期に入っていると言われている。その一翼を担う分析・解析技術は、その時々の厳しい要求に応えながら鉄鋼技術の発展に貢献してきた。

革新的な鉄鋼技術の創造に挑戦する時代を迎え、ますます今後は、分析・解析に対する技術開発要求が高度化・多様化・困難化してくることは必至である。いっそうの新技術開発に努力しなければならない。

以下に、今後予想されるニーズと開発課題について述べる。

7.4.1 材料開発のために

(1) 原子・分子レベルの表面・構造解析

いよいよ原子・分子レベルで表面や界面を分析したり化学構造を解析することが必要になりつつある。材料の組織や構

造を原子・分子レベルで解析できれば、物性発現のメカニズムがよりいっそう明確になる。そしてそのレベルでの組織・構造制御によって、新しい物性を持った材料の開発が期待できる。

表面分析や微細構造解析は、その目的に応じて、各種の大型機器が複合応用される。最近では、STM (トンネル顕微鏡)、FE-TEM (電界放出型電子顕微鏡)、AP-FIM (アトムプローブ電界イオン顕微鏡) などによって、nm レベルの解析も可能となってきた。今後更に、より微細域の解析を目指して精力的にハード (ビームの細束化、高輝度化など) や利用技術 (試料作製、画像処理など) の開発研究が進められるであろう。

(2) *in-situ* 解析および動的解析

材料物性の発現をより確実に把握するために、材料が置かれた環境条件下での、その場における組織や構造を直接知る