

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

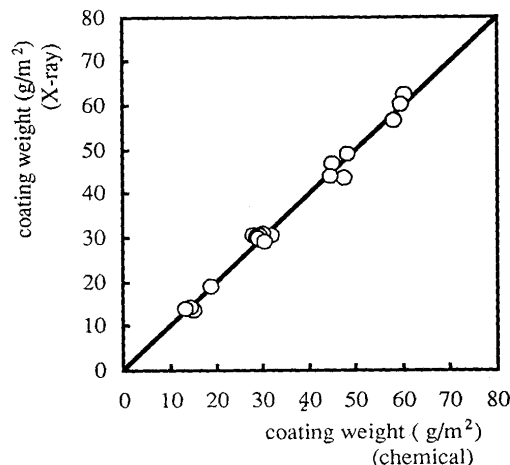


Fig. 7.21. Analytical result of Zn-Fe coating weight.

(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

ことが必要であるし、また、析出や偏析などの挙動を動的に解析することが重要になっている。7.2.2 で放射光を利用した実用化例が述べられているが、今後いっそう、動的変化を解析する技術の開発が進められるであろう。

(3) 表面分析法の標準化

表面分析や微細構造解析が汎用化されるにつれて、その分析結果の普遍性や定量性の向上が望まれている。そのために、分析方法の標準化が進められているが、早期の実現が期待される。

7.4.2 プロセス管理のために

(1) 極微量域の工業的分析

高純度鋼や高純度鋼の生産、精錬技術の進歩、新製鋼法（スクラップ精錬）の開発などは、分析の定量下限の引下げを要求する。現状における分析の定量下限は、7.2.1 で述べられているように、時間（数時間単位）をかければ ppb レベルは、ICP-MS（高周波誘導結合プラズマ質量分析）、GF-AA（電熱原子吸光分析）、ETV-ICP（電熱高周波誘導結合プラズマ分析）などで可能となった。一方、日常の生産管理に対応するためには、分析時間は数分以内が必要である。現状の工業的分析技術（発光分光分析、蛍光 X 線分析および加熱抽出分析法）の定量下限は、大略 10 ppm レベルであり、その分析技術の限界にきている感がある。

現在、現状技術の改善と新技術の研究（新しい励起源など）が進められているが、早期の実現化を目指すことになる。

また、鋼の清浄化や高級化が進むにつれて、介在物・析出物も微細化、複雑化しており、これらの分析・解析法の実現も進められるであろう。さらに、これまでは、試験研究レベルで行われていた分析も、生産管理に対応すべく、現場的な

迅速分析法の開発が進められるであろう。

(2) 分析のオンライン化

製品の高級化や高付加価値化は、製造技術の高度化を促し、結果として、化学成分分析情報の迅速なフィードバックを要求する。分析要求時間は、現状の最短（数分）では満足されず、限りなくゼロが目指される。

7.3 に述べられているように、一部の生産プロセスでは分析のオンライン化が実現している。今後はさらに、熔融状態の鋼の完全な分析技術の開発が進められるであろうし、それ以外にも、いろいろなプロセスに適合するオンラインやオンサイト分析技術の開発が行われるであろう。

このように分析のオンライン化が進むと、これまでの製鉄所分析システムの様相が変わり、よりいっそう生産システムの中に入り込むことになる。新たな分析システムが構築され、そのための要素技術開発も進むであろう。

(3) 分析能率の向上

分析コストの低減は、分析要員の合理化が最も効果があり、これまでも進められてきた。今後も、要員ミニマムの技術開発が精力的に進められるであろう。製鉄所現場における分析の 90% 以上は、同時多元素分析法（発光分光分析および蛍光 X 線分析）およびこれらで分析がむずかしい元素（N, O, H, C, S）の単独分析法（加熱抽出分析法）によって処理されるが、分析システムがやや複雑である。全元素の同時分析を目指した研究が進められるであろう。

また、残り約 10% は湿式化学分析法で処理されるが、多くの要員と高度の熟練を必要とする。化学分析法のシステム化、自動化、無人化、新分析法の開発なども活発に行われるであろう。