

GAめっき鋼板の合金化度分析法

森 茂之*・武内 孝一*²・松本 義朗*³

Alloying Degree Analysis Method for Galvannealed Steel Sheets

Shigeyuki MORI, Koichi TAKEUCHI and Yoshiro MATSUMOTO

Synopsis : One of the advantages of galvannealed (GA) steel sheet over electroplated one is that the thick coating is realized in lower cost. The increase of the alloying degree, the iron concentration in GA coating is favorable for coating adhesion and corrosion resistance after painting, whereas accelerates powdering in the press forming process. Therefore, it is important to control the alloying degree in the production of GA steel sheet.

The accuracy σ_a of the alloying degree analytical method applicable to on-line analysis is reported as 0.6 mass% using the analytical curve, i.e., the relationship between the alloying degree and the X-ray diffraction (XRD) intensity ratio of (633) plane of Γ alloy phase in the coating to the background. However, the accuracy is not good enough and little is known about the influence of GA steel sheet production condition, e.g., temperature and Al concentration in galvanizing bath, oxidizing degree and temperature of steel sheet before galvanizing and the galvanizing time on the alloying degree analysis. Moreover, few reports deal with the comparison of correlation between the alloying degree and several XRD intensity ratios.

We found out that the XRD intensity ratio most correlated was $\Gamma(633)/\xi(160)$ and that the analytical curve using $\Gamma(633)/\xi(160)$ intensity ratio shifted according to the production condition due to the change of the thickness ratio Γ/ξ . Therefore, we introduced the standard analytical curve that predicts the alloying degree from the corrected XRD intensity ratio; corrected according to the production condition. By using this curve and the corrected XRD intensity ratio $\Gamma(633)/\xi(160)$ for the unknowns, the alloying degree was analyzed with the accuracy σ_a of 0.46 mass%.

Key words : on-line analysis ; alloying degree ; galvannealed steel sheet ; X-ray ; X-ray diffraction ; accuracy.

1. 緒言

合金化亜鉛めっき(GA)鋼板は、電気めっき鋼板に比べ、安価に厚めっきできるといふ特徴を有する¹⁾。GA鋼板の溶接性・耐フレーキング性向上にはめっき層中の合金相(地鉄側より Γ , δ_1 および ξ)のうち ξ 相の、耐パウダリング性向上には Γ 相の厚さ低下が有効であると言われており^{2,3)}、製造における各合金相の厚さの管理が重要となる。

我々はGA各合金相の厚さのオンライン分析法を報告した^{4,5)}が、間接的ではあるもののより簡便にはめっき皮膜中平均鉄含有率(合金化度)を管理することによっても特性の良いGA鋼板を製造できる。合金化度のオンライン分析法として、伊藤らは δ_1 および ξ 相に着目し、 ξ/δ_1 回折X線強度比と合金化度とを関係づける検量線による方法⁶⁾を、川辺らは Γ 相に着目し Γ の回折線強度とバックグラウンド(BG)強度との比から同様に合金化度を求める方法⁷⁾を報告している。

これらの方法は、めっき層中の各合金相の厚さが合金化度と相関があること⁷⁾、合金化初期を除き各合金相の配向を無視できること⁶⁾を根拠としている。

合金化度分析の正確度 σ_a は、 $\Gamma(633)/BG$ 強度比を用いる場合にのみ0.6mass%(以下%と記す)との川辺らの報告⁷⁾があるが、この値は十分に低いとは言い難く、目付量の他、亜鉛めっき浴の温度・Al濃度および母材の組成・前酸化¹⁾・浴浸入温度・浴浸入時間等のGA製造因子の検量線およびめっき層中各合金相の占める割合への影響についてはほとんど知られていない。また、合金化度と各合金相の回折X線強度比との相関の比較も充分ではない。

そこで我々は、合金化度と最も相関の強い回折X線強度比を見出し、この強度比を試料の製造条件毎に補正した補正強度比と合金化度とから合金化度分析用の“基準検量線”を作成した。次に、製造因子のうちめっき浴の温度・Al濃度および母材の前酸化・浴浸入温度・浴浸入時間が検量線

平成8年4月15日受付 平成8年7月15日受理 (Received on Apr. 15, 1996; Accepted on July 15, 1996)

* 住友金属工業(株)総合技術研究所 (現:(財)造水促進センター) (Corporate Research and Development Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd., now Water Re-use Promotion Center, 2-3-4 Akasaka Minato-ku Tokyo 107)

* 2 住友金属工業(株)総合技術研究所 (Corporate Research and Development Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd.)

* 3 住友金属工業(株)総合技術研究所 (現:(株)イオン工学研究所) (Corporate Research and Development Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd., now Ion Engineering Research Institute Corporation)

に及ぼす影響を調べ、めっき層断面観察による各合金相の内訳と対比した。その結果、製造因子の変化によるめっき層中の各合金相の内訳の変化に呼応して検量線がシフトすることが判明した。そこで、製造条件毎に検量線を使い分ける代わりに、製造条件を構成する製造因子毎に補正した $\Gamma(633)/\xi(160)$ 強度比と上記基準検量線とを用いることにより、 $\sigma_d=0.46\%$ の正確度(化学分析値基準)で合金化度が分析可能となったので報告する。

2. 実験

2.1 供試料

供試料には、Table 1の条件で調製した溶融亜鉛めっき鋼板を塩浴法(500°C×4~60s)により合金化し、得られたGA材を25mm角に切り出したもの147点を用いた。供試料の合金化度は7.0~13.8%、合金化後の目付量は30~100g/m²であった。

2.2 X線回折—皮膜分析法

X線回折強度は、理学電機社製集中光学系X線回折装置RU-200を用い、65°<2 θ_{Co} <102°におけるピークプロファイルを用いた。Table 2の条件で測定後、スムージングした。(C_K α 線での回折角65°は、ライン分析計で角度分解能向上のために用いられるCrK α 線では80°に相当する。CrK α 線での回折角80°以上の高回折角域の回折線を測定対象としたのは、本法の適用先である平行光学系を用いたライン分析計において、回折強度への鋼板のばたつきの影響を軽減するためである。)各ピークでのBG強度は、2つのBG基準点(2 $\theta=67.30^\circ, 98.02^\circ$)における散乱線強度を内挿して求めた。

X線回折強度測定後の試料の非測定面をシールし、インヒ

Table 1. Specimen preparation condition.

Substrate steel	Ti-killed super-low carbon steels
Pre-oxidation degree of substrate	0, 0.64, 1.06, 5.07 g/m ²
Substrate temperature before galvanizing	430, 460, 490 °C
Al concentration in Zn-bath	0.041, 0.094 mass%
Zn-bath temperature	430, 460, 500 °C
Galvanizing time	1, 3, 6 s

Table 2. XRD ($\theta-2\theta$) measurement condition.

Tube	Co
Irradiation condition	35kV - 150mA
Incident & diffraction angles	$\theta, 65^\circ < 2\theta < 102^\circ$
Slits	DS 1°-SS 1°-RS 0.45mm-RS _M 0.15mm
K β reduction	Graphite (0002) monochromator
Detector	Scintillation counter
2 θ Scan.Speed-Sampling step	0.1°/min - 0.02°
Specimen spin	on

ビターを0.1vol%添加した10%塩酸20mlを用いてめっき皮膜を溶解した。溶液中ZnおよびFeをICP発光分光分析にて定量し、合金化度をFe×100/(Zn+Fe)(%)により、目付量を(Zn+Fe)(g/m²)により求めた。

一部の試料につき、めっき層断面の光学顕微鏡観察を行った。

3. 結果および考察

3.1 回折線強度と合金化度との相関

本節では、強度が合金化度と相関の強い回折線を見出した結果を述べる。Fig. 1(a)~(c)に、それぞれ合金化が不足、適度、過度の試料のX線回折プロファイルを示す。回折線のうち強度が大きく、比較的重なりが小さかつ角度再現性のあるものは、矢印で示した14本であった。これら回折線強度と合金化度との相関を調べた結果(4次多項式で回帰)、相関が強かったのは2 $\theta=68.0^\circ$ (合金化度が回帰曲線±2%を外れた供試料:147点のうち15点), 86.0°(同20点), 88.9°(同26点), 90.4°(同0点)および94.2°(同9点)の計5本の回折線であった。

3.2 回折線の帰属

合金相 ξ, δ_1 のX線回折パターンについては、Gellingsら^{8,9)}の報告およびJCPDSカードNo.34-1314, 13-578に見られるものの、高回折角域においては報告がない。また δ_1 相の単位胞が不明のため、結晶系および格子定数のみから回折線の位置・相対強度を予測できない。

一方我々は既に⁵⁾、合金相固有の電位に達するまでGA鋼板を定電流電解後、表層の結晶構造に敏感な斜入射X線回折(GIXD)により高回折角域においてもGA各合金相のX線回折プロファイルを得ている。

そこで、前節の5本の回折線の帰属は、回折角を各合金相のGIXDプロファイル⁵⁾と比較することにより、また Γ 相に

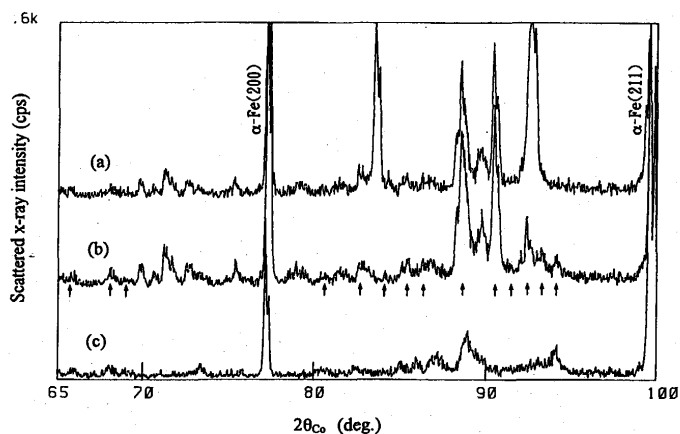


Fig. 1. X-ray diffraction profiles of GA steels with (a) poor, (b) moderate and (c) excess alloying degree.

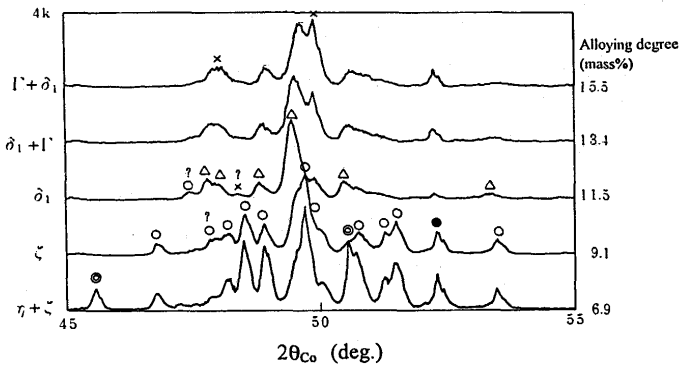


Fig. 2. Change of X-ray diffraction profile as a function of alloying degree of GA coating.

●: α -Fe, ×: Γ , Δ : δ_1 , ○: ζ , ⊙: η

についてはこの他に報告値^{10,11)}と比べることにより行った。さらに、 ζ , δ_1 および Γ 相の回折線は互いに重なることが多いことから、個々の回折線強度が合金化度増大とともに単調増加するのか、或いは合金化度何%において極大を持つのかを、全ての供試料を用いて調べた。

このための準備として、回折線の帰属が可能な低回折角域において、各合金相の回折線強度と合金化度との関係を調べた。Fig. 2に示すとおり、 η 相は合金化度9.1%以上では見られないこと、 ζ 層は11.5%以上では見られないこと、 δ_1 相は9.1~15.5%で見られ11.5%でX線回折強度が最大になること、および Γ 相は9.1%以下では見られないことがわかった。これらの結果は川辺らの示した合金化度と合金相の内訳との関係⁷⁾とほぼ一致する。GAめっきでは他に Γ_1 相が見られることがあるが、 Γ , Γ_1 はともに立方晶系に属し、 Γ_1 の格子定数は Γ の格子定数の約2倍である¹⁰⁾ため、 Γ の回折線は全て Γ_1 の回折線に重なる。そこで以後 Γ の回折線と呼ぶ時には、 Γ と Γ_1 の重なった回折線を意味するものとする。

合金化度変化時の各回折線強度の変化および回折角を比較した結果、前節で強度が合金化度と相関が強いと認められた $2\theta=68.0^\circ, 86.0^\circ, 88.9^\circ, 90.4^\circ, 94.2^\circ$ の5本の回折線はそれぞれ $\Gamma(440)$, $\Gamma_1(13\cdot3\cdot3)+\Gamma_1(995)+\delta_1(4\cdot5\cdot16)$, $\delta_1(554)$, $\zeta(160)$ および $\Gamma(633)$ と帰属できた。ここで δ_1 相については単位胞が不明のため、格子定数⁹⁾と面指数のみから面間隔を予め算出し、X線回折で観測された面間隔に最も近い面間隔を与える面指数を示した。

3.3 回折線強度比と合金化度との相関

標準的な製造条件(Table 1中()内の条件)で調製した試料28点を用い、前節で得た5本の回折線相互の強度比 Γ/δ_1 , Γ/ζ , ζ/δ_1 およびBGとの強度比 ζ/BG , δ_1/BG , Γ/BG と合金化度との相関を調べた。その際回折線強度にしめるBG強度の割合が高い場合は、BG差引きの方法が強度比に大きく影響するため、回折線強度としてBG込の強度を用いた。強度比を用いたのは、測定チャンス毎のX線照射強度およびX線パス雰囲気のみならず変動を低減すると同時に、実

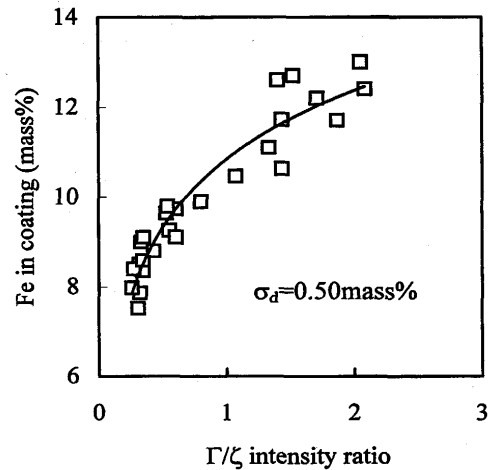


Fig. 3. Relationship between alloying degree of GA coating and X-ray diffraction intensity ratio $\Gamma(633)/\zeta(160)$.

Specimens were prepared under standard production condition.

Table 3. Analytical curve coefficients and accuracy in alloying degree determination (n=28).

Diffraction intensity ratio	Analytical curve coefficients*		Accuracy σ_d (mass%)
	a	b	
$\Gamma(633)/\zeta(160)$	2.201	10.84	0.50
$\Gamma(633)/BG$	6.054	7.387	0.82
$\zeta(160)/\delta_1(554)$	-2.749	8.289	0.66

*Analytical curve used was " $(\text{alloying degree})=a \cdot \ln(\text{intensity ratio})+b$."

用的にはGA製造ラインにおける鋼板のばたつきの影響を低減するためである。また、 Γ/δ_1 , Γ/ζ を検討したのは、Fig. 2からわかるとおり、合金化度7%以上で合金化度増大とともに増大する合金相強度を分子に、減少する合金相強度を分母にすることにより、合金化度に対する感度増大が期待できるためである。

これら強度比のうち、合金化度7~13%において合金化度との相関が最も強かった $\Gamma(633)/\zeta(160)$ (以下 Γ/ζ と記す)につき合金化度との相関をFig. 3に示す。合金化度との相関は、 Γ/ζ および $\zeta(160)/\delta_1(554)$ で強いものの(それぞれ $\sigma_d=0.50\%$, 0.66%)、 $\Gamma(633)/BG$ および $\Gamma(633)/\delta_1(554)$ では弱いこと(それぞれ $\sigma_d=0.82\%$, 1.1%)、 $\zeta(160)/BG$ および $\delta_1(554)/BG$ はそれぞれ合金化度7%, 9%で極大値をとるため強度比から合金化度を一意に求められないことがわかった。さらに、強度比xから合金化度yを求める検量線は、種々の一次回帰式のうち次式で最も良く近似できた。

$$y=b \cdot \ln(x)+c \quad (b, c: \text{定数}) \quad (1)$$

(1)式を用い最小二乗法で求めた検量線定数b, cの値およびこの検量線定数を用いて合金化度を分析した際の正確度をTable 3に示す。正確度は Γ/ζ を用いた場合に最も良く、0.50%となった。そこで次節では、 Γ/ζ を用いる合金化度分析法を、個々のGA鋼板製造因子が標準的な製造条件から変

化した場合にも適用可能とする方法を検討する。

3・4 検量線に及ぼす製造因子の影響

3・4・1 亜鉛浴中Al濃度の影響

亜鉛浴中Al濃度の増大は、耐パウダリング性向上および亜鉛浴中ドロスの低減に効果的である。Fig. 4に Γ/ξ 強度比から合金化度を求めるための検量線を示す。浴中Al含有率が0.041%から0.094%に増大すると、 Γ/ξ は合金化度10.5%以下では減少し、10.5%以上では増大した。この結果は、Mackowiakら¹²⁾、池田ら¹³⁾の結果と一致する。

そこで浴中Al含有率レベルを変化させた場合でも、標準的な製造条件における検量線(基準検量線)を使えるように予め製品仕様により決められている数種のレベル毎に Γ/ξ 測定値を既報¹⁴⁾に示した方法で補正した。ただし今の場合、浴中Al含有率レベル0.041%、0.094%での検量線をb, c, b', c'を定数としてそれぞれ

$$y = b' \cdot \ln(x) + c' \quad [\text{Fig. 4 中実線}] \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$y = b \cdot \ln(x) + c \quad [\text{Fig. 4 中破線}] \quad \dots\dots\dots (3)$$

と表し、(2)式を

$$Y = b \cdot \ln(X) + c$$

のように変形した場合、行列式

$$\begin{pmatrix} X \\ Y \end{pmatrix} = S \begin{pmatrix} x \\ y \end{pmatrix} + C \quad \dots\dots\dots (4)$$

において、

$$S = \begin{pmatrix} b/b' & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \quad C = \begin{pmatrix} (c' - c)/b \\ 0 \end{pmatrix}$$

である。この方法によれば異なる製造条件で調製されたより多数の試料の補正強度比から、既報¹⁴⁾(5)式に従って1つの基準検量線を求めるため、特定の製造条件で調製された試料のみの測定強度比から該製造条件での検量線を個々に求める場合に比べ、検量線がより正確となる。

GA鋼板製造時に浴中Al含有率を特定レベルに変化させる際には、以上述べた方法で各レベルにおける検量線が標準レベル0.094%における基準検量線に一致するように、予め Γ/ξ 測定値を、浴中Al含有率レベルに固有の検量線定数を成分とする行列S, Cで補正することにより、合金化度を正確に求められる。

3・4・2 亜鉛浴温の影響

一般に、亜鉛浴温の上昇はドロス増大を、下降は浴周辺部の凝固をもたらすため、亜鉛浴温は母材毎に適切な温度に管理される。そこで、浴温が Γ/ξ の強度比、膜厚比に及ぼす影響を検討し、以下の検量線を得た。

$$(\text{合金化度}) = 2.645 \cdot \ln(\Gamma/\xi) + 10.79$$

[亜鉛浴温: 430°C, サンプル数: 12, 相関係数: 0.92]

$$(\text{合金化度}) = 2.332 \cdot \ln(\Gamma/\xi) + 10.94$$

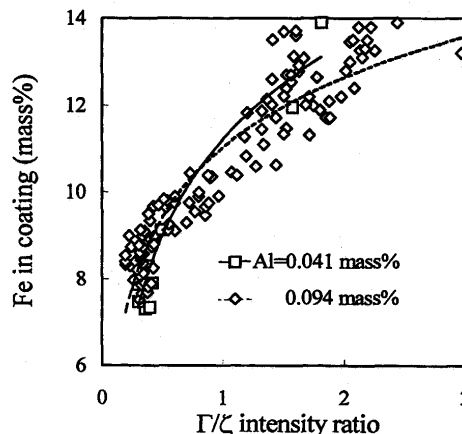


Fig. 4. Relationship between alloying degree of GA coating and X-ray diffraction intensity ratio Γ (633) / ξ (160) as a function of Al concentration in Zn bath. Specimens were prepared under several production conditions. Analytical curves were $(\text{Fe mass}\%) = 3.194 \cdot \ln(\Gamma/\xi) + 11.22$ for 0.041 mass% Al and $(\text{Fe mass}\%) = 2.323 \cdot \ln(\Gamma/\xi) + 11.03$ and $(\text{Fe mass}\%) = 12.23 \cdot \ln(\Gamma/\xi) + 9.231$ for 0.094 mass% Al.

[亜鉛浴温: 460°C, サンプル数: 128, 相関係数: 0.82]
(合金化度) = $2.690 \cdot \ln(\Gamma/\xi) + 11.49$

[亜鉛浴温: 490°C, サンプル数: 7, 相関係数: 0.91]

合金化度が9.5~10.7%とほぼ一定のレベルにおいては、 Γ/ξ 強度比は浴温の上昇とともに低下した。一方、断面観察の結果、 Γ/ξ 膜厚比は浴温430°C, 460°Cではほぼ同一であったが、500°Cでは ξ 相の膜厚増大のために低下し、 Γ/ξ 強度比の変化とほぼ一致した。そこでGA鋼板製造時に浴温を変化させる際には、各浴温における検量線が460°Cにおける基準検量線に一致するように予め Γ/ξ 強度比測定値を前節で述べた方法で補正することにより、合金化度を正確に求められる。

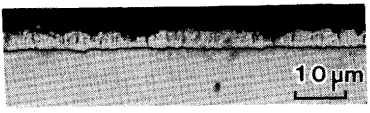


3・4・3 母材の亜鉛浴浸漬時間の影響

母材の亜鉛浴浸漬時間すなわちラインスピードは、単位時間当りの母材の処理重量がほぼ一定となるように決められる。Fig. 5に、母材の亜鉛浴浸漬時間が Γ/ξ の強度比、膜厚比に及ぼす影響を示す。合金化度が8.5~9.7%とほぼ一定のレベルにおいては、 Γ/ξ 強度比は浸漬時間の増大とともに低下した。一方、断面観察の結果、 Γ/ξ 膜厚比は浸漬時間の1sから3sへの増大に伴う ξ 層の成長により低下したものの、3sから6sではほぼ一定で、 Γ/ξ 強度比の変化とほぼ一致した。そこでGA鋼板製造時に浸漬時間を変化させる際にも、3・4・1節と同様に予め Γ/ξ 強度比測定値を補正することにより、合金化度を正確に求められる。

3・4・4 母材前酸化の影響

母材前酸化は、ラインスピードの低下により増大する。そこで、母材前酸化が Γ/ξ の強度比、膜厚比に及ぼす影響を調べ、以下の検量線を得た。

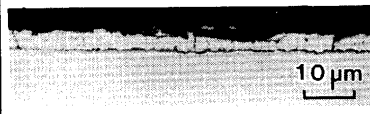
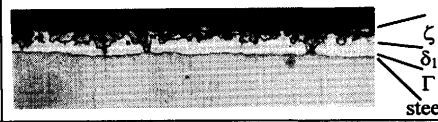

(Alloying degree: constant (8.5-9.7 mass%))

Galvanizing time	X-ray diffraction		Photos	
	Linear regression analysis*	Γ/ζ ratio low high	Γ/ζ ratio low high	Cross section
1s	a=2.552 b=10.90 n ^{*2} =123 r ^{*3} =0.85			
3s	a=2.023 b=11.47 n=12 r ² =0.93			
6s	a=1.859 b=11.28 n=13 r ² =0.91			

* (alloying degree)=a·ln(Γ/ζ)+b, *2 Number of specimens used., *3 Correlation coefficient

Fig. 5. Effect of galvanizing time in Zn bath on X-ray diffraction intensity ratio Γ (633)/ ζ (160) and thickness ratio Γ/ζ .

(Alloying degree: constant (8.0-8.2 mass%))

Steel temperature	X-ray diffraction		Photos	
	Linear regression analysis*	Γ/ζ ratio low high	Γ/ζ ratio low high	Cross section
430°C	a=3.662 b=11.00 n ^{*2} =9 r ^{*3} =0.74			
460°C	a=2.295 b=10.94 n=132 r ² =0.84			
490°C	a=3.359 b=10.98 n=6 r ² =0.93			

* (alloying degree)=a·ln(Γ/ζ)+b, *2 Number of specimens used., *3 Correlation coefficient

Fig. 6. Effect of steel temperature before galvanizing on X-ray diffraction intensity ratio Γ (633)/ ζ (160) and thickness ratio Γ/ζ .

$$(\text{合金化度}) = 2.384 \cdot \ln(\Gamma/\zeta) + 10.98$$

[前酸化：なし， サンプル数：121， 相関係数：0.82]

$$(\text{合金化度}) = 3.588 \cdot \ln(\Gamma/\zeta) + 10.36$$

[前酸化：0.64g-Fe/m²， サンプル数：6， 相関係数：0.85]

$$(\text{合金化度}) = 2.341 \cdot \ln(\Gamma/\zeta) + 11.05$$

[前酸化：1.06g-Fe/m²， サンプル数：9， 相関係数：0.95]

$$(\text{合金化度}) = 1.991 \cdot \ln(\Gamma/\zeta) + 10.48$$

[前酸化：5.07g-Fe/m²， サンプル数：11， 相関係数：0.84]

合金化度が8.1~8.8%とほぼ一定のレベルにおいては、 Γ/ζ 強度比は母材前酸化0.64g-Fe/m²レベルで極大値を示し、1.06g-Fe/m²レベルでは前酸化なしの時の値にまで低下し、さらに5.07g-Fe/m²レベルまで前酸化を進めても強度比は一定であった。一方、断面観察の結果、母材前酸化量変化時の Γ/ζ 膜厚比の変化は、 Γ 相の厚さがほぼ一定であったため ζ 相の厚さの変化を反映し、 Γ/ζ 強度比の変化とほぼ一

致した。そこでGA鋼板製造時に母材前酸化量が変化する際にも、3・4・1節と同様に予め Γ/ζ 強度比測定値を補正することにより、合金化度を正確に求められる。

3・4・5 亜鉛浴浸入時の母材温度の影響

母材は比較的迅速に昇降温できることから、亜鉛浴浸入時の母材温度コントロールは、ラインスピード変化による合金化の遅延・促進状況からの復帰に有効である。Fig. 6に、亜鉛浴浸入時の母材温度が Γ/ζ の強度比、膜厚比に及ぼす影響を示す。合金化度が8.0~8.2%とほぼ一定のレベルにおいては、 Γ/ζ 強度比は母材温度430°C、460°C、490°Cのうち460°Cで極小値を示した。一方、断面観察の結果、母材温度が430°Cから460°Cに上昇すると ζ 相が成長し、460°Cから490°Cに上昇すると ζ 相が消失すると同時に Γ 相が成長することがわかった。すなわち、母材温度上昇に伴う Γ/ζ 膜厚比の変化は Γ/ζ 強度比の変化とほぼ一致した。そこでGA鋼板製造

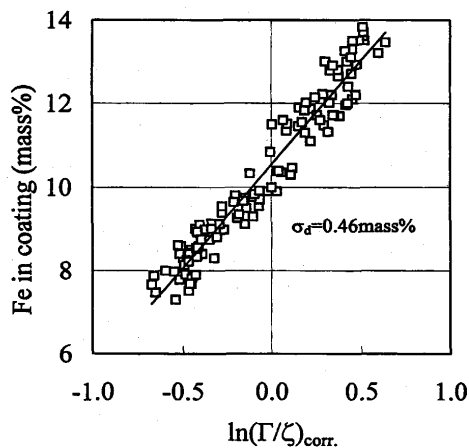


Fig. 7. Relationship between alloying degree of GA coating and corrected X-ray diffraction intensity ratio $\Gamma(633)/\xi(160)$. Specimens were prepared under several production conditions.

時に母材温度を変化させる際にも、3・4・1節と同様に予め Γ/ξ 強度比測定値を補正することにより、合金化度を正確に求められる。

3・5 製造因子の変化を加味した検量線による合金化度分析

前節に示した検量線定数を用い、3・4・1節に示した方法で個々の製造因子につき、各レベルでの Γ/ξ 強度比測定値を基準レベルでの Γ/ξ 強度比に一致するように補正した。その結果、Fig. 7に示すとおり Γ/ξ 補正值による合金化度分析の正確度 σ_d は0.46%となり、 Γ/ξ 測定値(未補正)による $\sigma_d=0.70\%$ に比べ大幅に向上した。すなわち各製造因子のレベルが変化する際には、予め Γ/ξ 測定値を3・4・1節に示した方法で補正し、この補正值と基準検量線とから合金化度を正確に求められる。

4. 結論

GAめっき鋼板の合金化度オンライン分析法について検討

し、以下の知見を得た。

(1) ライン分析に使用可能な回折線のうち、強度が合金化度と相関が強いのは、 $\Gamma(444)$ 、 $\Gamma_1(13\cdot3\cdot3)+\Gamma_1(995)+\delta_1(4\cdot5\cdot16)$ 、 $\delta_1(554)$ 、 $\xi(160)$ および $\Gamma(633)$ の5本であった。

(2) これら回折線相互の強度比のうち、標準的な製造条件において合金化度を求める際の正確度 σ_d は、BG込の強度比 $\Gamma(633)/\xi(160)$ を用いる場合が最も良く0.50mass%であった。

(3) 標準試料の $\Gamma(633)/\xi(160)$ 測定値を全ての製造因子につき補正し、この補正強度比と合金化度標準値とから予め基準検量線を求めておく。次に未知試料の前記補正強度比と基準検量線とから合金化度を求めることにより、 $\sigma_d=0.46\text{mass}\%$ と未知試料の製造条件が変化しても正確度の悪化を抑えることができた。

文 献

- 1) Y.Hisamatsu: GALVATECH, (1989), 3.
- 2) C.Kato, H.Koumura, Y.Uesugi and K.Mochizuki: The Physical Metallurgy of Zinc Coated Steel, (1993), 241.
- 3) 青木智久, 板橋雅巳, 橋高敏晴: 材料とプロセス, 5 (1992), 1673.
- 4) 森 茂之, 松本義朗: 第30回X線分析討論会講演要旨集, (1994), 49.
- 5) 森 茂之, 松本義朗: X線分析の進歩, 27 (1996), 71.
- 6) 伊藤武彦, 広瀬祐輔, 井田文博: 日新製鋼技報, 36 (1977), 39.
- 7) 川辺順次, 藤永忠男, 木村 肇, 押場和也, 安部忠廣, 高橋俊雄: 川崎製鉄技報, 18 (1986), 129.
- 8) P.J.Gellings, E.W.de Bree and G.Gierman: Z.Metallkde, 70 (1979), 315.
- 9) P.J.Gellings, E.W.de Bree and G.Gierman: Z.Metallkde, 70 (1979), 312.
- 10) G.F.Bastin, F.J.J.van Loo and G.D. Rieck: Z.Metallkde, 65 (1974), 656.
- 11) P.J.Gellings, G.Gierman, D.Koster and J.Kuit: Z.Metallkde, 71 (1980), 70.
- 12) J.Mackowiak and N.R.Short: International Metals Reviews, (1977), Review237.
- 13) 池田卓穂, 岡田 広, 末宗義広, 川口勝徳: 材料とプロセス, 4 (1991), 663.
- 14) 森 茂之, 松本義朗, 阿部 賢: 鉄と鋼, 81 (1995), 1067.