

討24

ティンフリースチールのクロム膜厚測定

東洋鋼板(株)下松

藤井義祐

1. まえがき

ティンフリースチールは、主としてクロム被膜を持って ぶりき における錫被膜の役目をさせるものであり、当然その被膜の特性をコントロールする上で被膜厚さの測定は重要である。

連続メッキラインではライン内で連続測定を行い、被膜厚さの調整を行うために、従来より分光型の蛍光X線膜厚計が設けられている。さらに生産された帶状のメッキ鋼板を一定寸法に剪断しシートの状態にしてユーザーに提供するシャーラインにおいてクロム膜厚計を設け、生産工程で発生する種々の要因による膜厚不良部分を検出し、自動的に取のぞきより高品質を保つために新たに測定器の小型化、高応答性を求められた。これに応じて開発実用化されたクロム膜厚計についてその概要を紹介する。

2. 蛍光X線厚さ計によるクロム膜厚測定

2.1 ティンフリースチール

被測定材であるティンフリースチールは、電解クロム酸処理をほどこされた鋼板であり、板の上面よりおおよそ次の層から形成されている。即ち表面はオキサイドクロムと云われる被膜でごく薄くおおわれてあり、その下に金属クロム層が存在している。

これらのクロム厚さは 200 mg/m^2 以下の薄い層であり厚さ測定が難かしい。また地鉄中にも若干のクロム成分が存在している。クロム膜厚計はこれらのクロム量の合成されたものを測定する。

2.2 メッキラインにおける高速処理と膜厚測定

従来よりメッキラインには非破壊で迅速に膜厚さを測定し製品のクロム膜厚さを適正に保つために、オンラインの分光型蛍光X線膜厚計をおきさらにオフラインの分光型蛍光X線分析計が品質保証を行なっている。最近メッキラインは処理速度が向上し設備としては 650 m 每分以上の能力を有するものがある、当然測定器も高応答性を求められることになり、応答時間1秒以下を必要とし、かつ被膜不良部分について鋼板自体にマーキング等による不良部分の明示を行い、巻取り後 次の工程でマーキングされた部分を何らかの方法で除去することが必要である。

2.3 シャーラインにおける高速剪断と膜厚測定

メッキラインにおいてコイル状に巻き取られたクロム処理鋼板は、ほとんどのものが必要な板幅、板長さに剪断される。剪断を行うシャーラインもメッキライン同様に高速化が進められ、 400 m 每分、程度の高速剪断が行われる。このような高速で剪断処理される製品に対して、クロム膜厚の不良部を除去するために、前述したようにメッキラインでマーキングされた膜厚不良部分を完全に除去するために次のような方法が考案られている。

1. 人が目視によりマーキング部分を見付け押釦スイッチなどで選別装置へ情報入力を行ふ、不良部分のシートを取除く
2. マーキング部分を光学的センサー等で検出し不良部除去情報を送する。
3. メッキラインで判定された不良部分の情報を別の方法。例えば磁気テープや其の他の記憶装置に帶状コイルの長さ方向の位置として記憶させておき、シャーリングされる時、とき出されて行く帶鋼に対応したタイミングで情報を取り出し不良部除去信号とする。
4. シャーラインにクロム膜厚計を設け連続測定を行いながら剪断を行ふ不良部分の検出を行う。

以上のような方法のうち、目視は高速度の対応に信頼性がなく、2・3項も若干信頼性に欠ける所があり、本来の目的である確実に不良部を除去するために、あえて再測定を行うクロム膜厚計を設けることにした。この方法を用いれば、製品に最も近い位置で膜厚の測定保証を行うことが出来、かつ測定された値を連続して記録することが出来、品質管理面でも確実な情報を得ることが出来る。

3. クロム膜厚計

3. 1 高速剪断を行うシャーラインにクロム膜厚計を設ける場合、おおよそ次のような点について条件を満たす必要がある。

3. 1. 1 設置条件

1. 現有ラインへの取付けを容易にするため、可能な限り小型であること。
2. 取付け、現地調整を短期間に行われるような設計をすること。
3. シャーラインは作業者の行動範囲が広く、かつ作業者と設備がごく接近した状態にあるため漏洩するX線を完全に防ぐこと。
4. 膜厚計自体及びライン改造に要する費用、及びランニングコストを低減すること。
5. 高速ラインに適応する応答速度を持ち、X線の統計変動幅も極力小さくすること。

3. 2 開発

従来より使用されている分光型螢光X線膜厚計では、X線が照射された鋼板より発生するクロムの特性X線($\text{Cr}-\text{K}\alpha$)及び地鉄の特性X線($\text{Fe}-\text{K}\alpha$)をそれぞれの分光角度を持った分光結晶に当て、2倍の分光角度に設定されたシンチレータにより電気信号に変換し、 $\text{Cr}-\text{K}\alpha/\text{Fe}-\text{K}\alpha$ としたレシオを取りクロム量として表示するものであり、通常50 KV, 40 mA程度のパワーをX線管に求めしており、X線管自体の発熱のため冷却水を要し、検出器自体も分光系の角度と長さにより大型となりエネルギー効率も低く、イニシアルコスト及びランニングコスト共に必ずしも良いと言えない状態にある。そこで前述した条件に合致するような具体的な条件を従来の型式と対比させ設計を進めた。

3. 2. 1 低エネルギー化

鉄及びクロムを励起するに必要なレベルのエネルギーを求め、これに適したパワーの管球を選択することにより、まずX線発生部を小型化することに努めた。その結果 管電流1~3 mA、管電圧10~15 KV 空冷小形X線管で充分な条件を得ることが出来た。

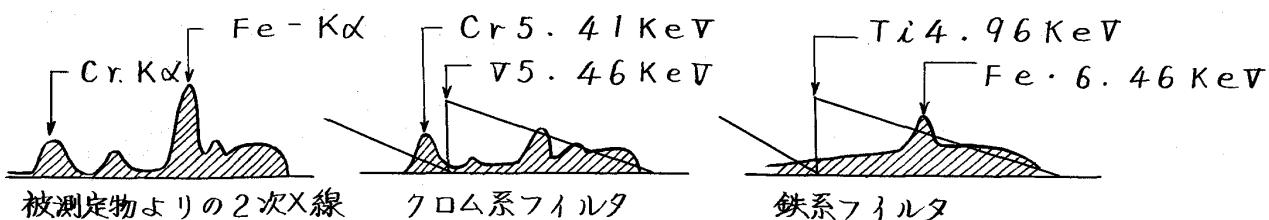
ちなみに鉄及びクロムより励起される二次X線は次のようないべるである。

$$\begin{array}{ll} \text{Fe}-\text{K}\alpha : 6.40 \text{ KeV} & \text{Fe}-\text{K}\beta : 7.06 \text{ KeV} \\ \text{Cr}-\text{K}\alpha : 5.41 \text{ KeV} & \text{Cr}-\text{K}\beta : 5.95 \text{ KeV} \end{array}$$

3. 2. 2 金属フィルタによる必要性分の分離検出

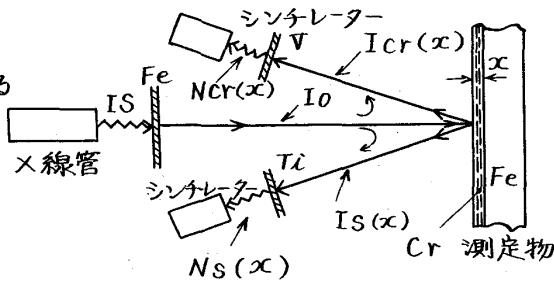
励起された特性X線を電気信号に変換するには、信頼性、直線性等の点よりシンチレータが安定して使用出来る。要は入射される特性X線のうち必要なものをどのように分離するかが重要である。この装置では、一次X線に鉄、2次X線のうちクロム系にバナジウム(V)、鉄系にチタン(Ti)又はバッカスキャタをアルミニウム(Al)の金属フィルタの吸収端の差を用いて分離した。

Fe 及び Cr 系はおおよそ次のようにフィルターで分離される。



3.2.3 レシオ方式

測定系は図のように考えられる



右の図において

$$I_0 = I_S \mu_{Fe} \quad (1)$$

$$I_{Cr}(x) = I_s(x)$$

$$= (K_{Cr} \cdot x + K_{Fe} + K_x) I_0 \quad (2)$$

$$N_{Cr}(x) = \mu V \cdot I_{Cr}(x) \quad (3)$$

$$= I_S \cdot \mu_{Fe} (\mu V K_{Cr} \cdot x + \mu V K_{Fe} + \mu V K_x) \quad (3')$$

$$N_s(x) = I_S \cdot \mu_{Fe} (\mu_{Ti} K_{Cr} \cdot x + \mu_{Ti} K_{Fe} + \mu_{Ti} K_x) \quad (4)$$

クロム膜厚を計るには $N_{Cr}(x)$ の特性X線強度を計れば良いことになる。しかし(3')式のようにX線管よりの強度 I_S と 測定物と検出器の距離に影響される。そこで $N_{Cr}(x)$ と $N_s(x)$ との比 $R(x)$ を測定演算すれば (3')(4) より $\mu V K_{Cr} > \mu_{Ti} K_{Cr}$ であり かつ $0 \leq x \leq 2$ のとき、

$$R(x) = \frac{\mu V K_{Cr}}{\mu_{Ti} K_{Cr}} \cdot x + \frac{\mu V K_{Fe} + \mu V K_x}{\mu_{Ti} K_{Fe} + \mu_{Ti} K_x} \quad (5)$$

となり右図のような値を得ることが出来る。

レシオ方式をとることにより、次の効果が得られる。

1. 被測定物との距離変動に対する指示誤差が小さくなる。

2. X線線源の電圧、電流変動に対して安定である。

3. X線管球の経年劣化に対して安定が保ち易い。

又、統計的変動は

$$\sigma_{Cr} = N_{Cr}(x) \pm \sigma_{Cr}(x) = N_{Cr}(x) \pm \sqrt{N_{Cr}(x)} \quad (6)$$

$$\sigma_s = N_s(x) \pm \sigma_s(x) = N_s(x) \pm \sqrt{N_s(x)} \quad (7)$$

レシオによる変動は

$$r(x) = \frac{\sigma_{Cr}}{\sigma_s} = \frac{N_{Cr}(x)}{N_s(x)} \left(1 + \sqrt{\frac{1}{N_{Cr}(x)} + \frac{1}{N_s(x)}} \right) \quad (8)$$

統計的変動による

ノイズ Δx_1 は 1% で

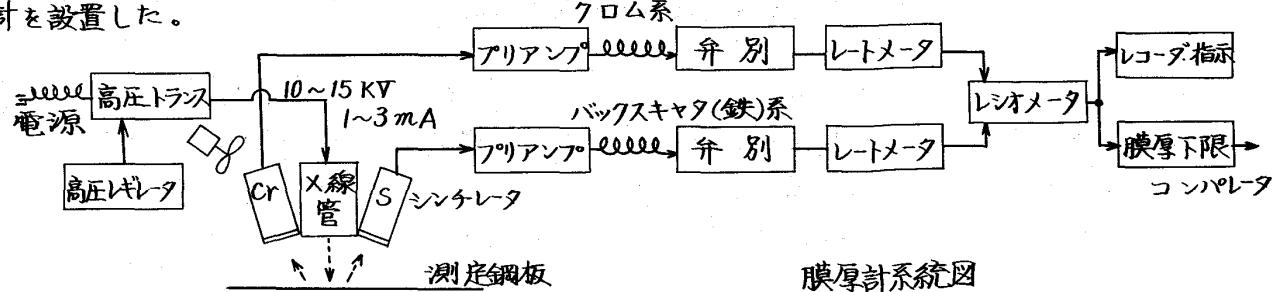
$$\Delta x_{1,\sigma} = x \left(1 + R(x) - R(0) \right) \sqrt{\frac{1}{N_{Cr}(x)} + \frac{1}{N_s(x)}} \quad (9)$$

測定感度はすべて統計的変動と関係し性能向上には次のことに留意を要する。

1. X線強度を上げる。

2. フィルターの選択につとめ $R(x) - R(0) / R(0)$ (S/N) を向上さす。3. 検出器と測定物を近づけ I_0 , $I_{Cr}(x)$, $I_s(x)$ のロスを防ぐ。

3.2.4 これらの検討項目をまとめ具備した、オンライン連続測定できる非分散型の螢光X線膜厚計を設置した。



膜厚計系統図

3.3 測定性能

設置を完了した膜厚計について性能試験を行なった結果、充分に使用可能なデータを得た。

3.3.1 機械的再現性、測定位置でのくり返し再現性は 被測定板幅方向の移動に対して±0.5 mmの範囲、測定距離 ±0.2 mmについて最大 0.5 mg/m^2 であり測定ヘッド部の移動装置について注意をして製作し好結果を得た。

3.3.2 正確度、機械的再現性その他の変動要因を含めて、膜厚さの異なるサンプルを測定し、従来より標準として使用されている、オフラインX線分析計によりクロム量を測定した結果と比較を行い次の結果を得た。

正確度(1σ)		統計ノイズ(0.5秒 100 mg/m ² 1σ)		ドリフト(12時間)	距離特性±3 mm
表測定用	5.0 mg/m ²	2.7 mg/m ²	0.3 mg/m ²	2.0 mg/m ²	
裏測定用	4.4 mg/m ²	2.6 mg/m ²	0.4 mg/m ²	1.2 mg/m ²	

3.3.3 検量線、正確度試験と同じ比較方法を36点のサンプルについて行い検量線を求めた。

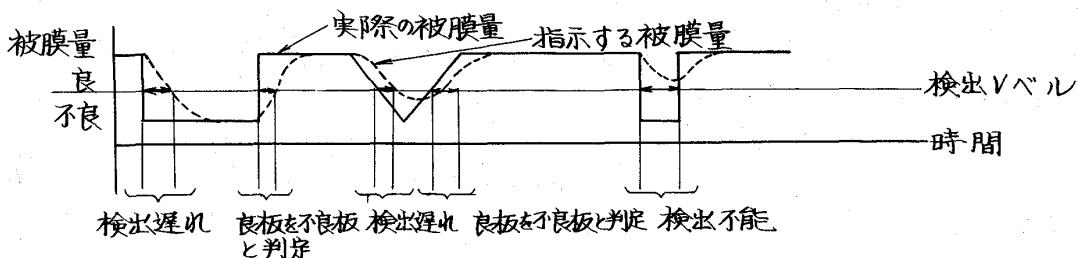
表測定用	回帰線 $y = Cr/S$	0.103590 Cr + 0.17554
裏測定用		0.084966 Cr + 0.14179

3.4 性能確認

被膜不良部分の確実な自動選別と、これを行うための皮膜量連続測定が正しく行われるかについて、QC部門により、膜厚不良部分を含む帯鋼コイルを剪断し自動選別されたシートのX線分析計測定値との対比を行い、選別性能が計画通りであることが確認された。

3.5 応答性

この膜厚計は時定数0.5秒の遅れを持っていて、クロム膜厚を連続測定する時、過渡的に測定値の遅れをともない、不良部検出の遅れ、検出不可能、良板を不良板として測定するなどの現象が生じる。おおよそ次の図のようなパターンで測定され、遅れについては選別装置でカバー出来るが、ごく短い長さの不良部分についての検出不能はカバー出来ないので他の方法で排除しなければならない。



3.6 漏洩X線

X線障害防止のため、X線発生検出部の周囲は厚さ2.3 mmの鉄板で覆い、出入口は錠とリミットスイッチによるX線遮断の二重化を計った。その結果、測定帶鋼入口のフード内で0.2ミリレム/時以下の値であり、作業者が接近する部分は漏洩量は検知出来ない値である。

4. 今後の課題

当初計画した条件をほぼ満足させた膜厚計を完成させることができた。しかし高速処理ラインへの適応のためにさらに早い応答時間の要求や被測定材質、成分等の影響を解消しS/Nを向上させることにより精度を高めていく必要がある。最後にこの装置の開発に当られた、理学電機工業(株)の方々及び(株)第二精工舍井上氏に深く感謝の意を表します。