

- 7) 望月一雄, 番 典二, 原田俊一: 鉄と鋼, 65 (1979) 11, S 952 (特に発表の際の著者コメント)
- 8) ハドソン et. al: 特開昭 52-63815
- 9) たとえば KAMM, WILLEY, BEESE, and KRICK-EL: Corrosion 17 (1961), p. 106
- 10) 椿原 治, 早野 成, 細野和典, 石飛精助, 江坂一彬, 豊田和臣, 長澤元夫: 鉄と鋼, 65 (1979) 11, S 753

V. 鉄鋼業における機器分析の今後の課題

日本鋼管(株) 技術研究所

座長 井 樋 田 陸

本討論会では大別するとX線分析法2, 発光分光分析法4の講演が行われた。参加者は約70名, 終始熱心に講演と討議が行われた。

まずX線分析法では超軟X線域の蛍光X線分析法の活用として, ロジウム蛍球の窓材をできるだけ薄くし, 分光素子として全反射ミラーを用いて軽元素の強度が得られるようにした装置で, 鋼中のC 0.2~1.0% を定量した。また超軟X線の高真空蛍光X線装置を用い, スラグ中の弗素0.1~20% を精度よく定量した。討議の対象となつた項目はC分析のとき W, Mo, Nb の補正法について, 単なるスペクトルの重り補正だけでなく, 炭化物の析出の影響も考慮すべきであろうということと, 滓中の弗素分析においてガラスビードの熔融温度が低すぎるという指摘があり, ビードの温度測定法について意見が交換された。超軟X線の使用については従来装置上の制約が多かつたが, エレクトロニクスや真空技術, その他周辺技術の進歩によつて改良が加えられ, 酸素, 窒素の分析, その他状態分析の可能性など利用域の拡大が期待できる。

次に鉄鋼業へのX線分析法の活用と題して, 蛍光X線分析法とX線回折法の幅広い応用例が示された。

蛍光X線分析による鋼の表面分析, すなわちめつき被膜厚さの測定, 鋼板表面の炭素, 珪素による汚れ, リンの表面濃化, 化成処理被膜厚さ等の測定原理と方法が紹介され, またオンライン分析法として非分散方式による鋼種弁別, 異材混入の判定, めつき液の分析が, さらにX線回折法による鋼のフェライト相及びオーステナイト相の定量法が紹介された。X線分析の各種の手法を巧みに駆使して, 現場分析にも研究分析にも有効活用が可能であることが示された。

質疑では鉄石の d_j 測定法のモデルについて, また複合めつき(Zn, Cr)の厚さ測定法における吸収法について討議された。今後の課題としてはサンプル処理の問題, X線吸収状態分析等が示唆された。

発光分光分析では4講演が行われた。ICP 1, PDA 2, ICP を含む総括的講演Iであつた。

ICP は各種の分野で急速に普及しつつある溶液発光

分光分析法で, 2講演とも定量下限について従来の原子吸光光度法または吸光光度法と比較し, 小数の例外を除けばICPが従来法より1/10~1/100の優れた定量下限をもつことを示した。また使用酸の影響や, 鉄鉱石を Na_2CO_3 と $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ で融解して HNO_3 水溶液で抽出後各成分を分析する方法も紹介された。

主な討議項目は, 遠紫外域スペクトル線の利用の可否, Fe以外の内標準線の利用の可否, 試薬を用いる標準化の可否についてのものでいずれも可能の見込みのことであつた。またネブライザーのつまり等具体的質問もあつた。

ICPは従来法より感度もよく, 多元素同時分析可能という優れた利点を持つので, 製鉄原材料, 銑, 鋼, 滓類と幅広く利用でき, 近い将来原子吸光法, 吸光光度法に取つて代わる湿式分析方法の主力として普及発展する見通しである。

PDA (Pulse Height Distribution Analyser)では, まずスペクトル線の強度パルス分布解析装置を試作し, パルス強度の分布から種々の情報を取り出し, 態別分析, 分析精度の向上を試みた。鋼中に存在する元素の固溶または微細析出物のスペクトル線強度の分布はシンメトリーになるのに対し, 大型介在物のそれは非対象となり, スペクトル強度の高い方にテーリングするので, 強度分布を解析することにより, 態別分析の可能性が期待できる。とくに放電初期の時間帯を利用するとスペクトル線の強度の差は大きく現れる。鋼中のSol, Al, Al_2O_3 の状態分析の検討結果が示されたが, 十分な精度で態別分析するにはなお検討が必要と思われる。しかし分布の解析を上手に行えば, Sol, Al分析の精度向上は期待できる。鋼中のAlのほか, 低圧スパーク発光分光分析(通常法)で精度の悪いS, B, Ca, REM, Pb等も同様なスペクトル強度パターンを示すので, そのパターンを解析し, 異常パルスを除去すれば定量精度の向上が期待できることが示唆された。質疑は態別分析の可否とその精度の現状, PDAを用いた時の各成分の精度向上の具体策についてのものであつた。

また次の講演では市販のPDA装置であるS社のR-11を利用し, 従来カントバックで精度の悪い銑鉄について, 異常スペクトル線のカットを行うことにより精度が向上することが示された。また鋼中の微量Ti, Zrについて, 従来の積分法(SPQ-80)と比較して, PDAは2倍の精度向上が可能となつた。さらに層別検量線を用いると高合金鋼の精度も向上する。しかし高合金鋼の場合各グループごとのレベルセット, 標準化, 検量線作成等のため作業量の負荷が増大する欠点がある。この欠点を除去できればPADは迅速分析が可能であり, 分析精度も向上する。質疑としては, レベルカット等の具体的オペレーションと作業量負荷についてのものがあつた。

両講演を通じて, PDA測光法は将来期待の持てる有

力な方法ではあるが、技術の開発はいまだ緒についたばかりで、とくに態別分析については期待されるほど精度の良いものではなく、これからの技術開発にかかっているという印象を受けた。

最後の講演は発光分光分析の各種の新しい励起源についての総括的講演で、先ず純直流高圧スパーク放電 (ECWS) を備えた発光分光分析装置 (Atom Comp.) を用い、従来法より C, S, Al, B の定量精度が良くなることを示した。また高合金鋼中の Ni, Cr の最適スペクトル線を検討して選択し、Ni, Cr の分析精度の向上を可能とした。次に予備放電に高静電容量をもつ励起源を用いて大電流を流し、いわゆる高エネルギー予備放電処理を行って鋼中の S, Mn, C の強度を安定させ、とくに高硫黄の硫黄快削鋼中の S の定量精度が顕著に向上することを示した。またグリムグロー放電について検討し、迅速性には欠けるが S/N が大きく、広い含有量域にわたって検量線の直線性がよいので、研究所等の分析には有効な方法であると述べた。討論において、日本の発光分光分析の水準はかなり高いレベルにあるという意見も

あつた。

以上の全講演、質疑応答を通じての所見を要約して述べることにする。

一般には鉄鋼業における機器分析、それは光電測光式発光分光分析装置 (いわゆるカントバック) や蛍光 X 線分析装置によつて代表されるが、既に主力の分析機器として定着し、一応の水準に達し、もはや問題は既に解決されたと思われがちであるが、実際には組織や共存元素、成分の状態によつて大きな影響を受け、常に安定して十分な精度が得られるとは限らない。またいつばうでは状態分析等の新しい要望も現れて来ている。

最近これ等の問題を解決するために幾つかの新方法が芽生え始め、これ等の問題解決への明るい期待がもてるようになった。それが今回の討論会の講演によつて紹介、討議された訳であるが、各講演別々に説明したように、これ等の方法の中にはいまだ検討が緒についたばかりで今後の研究に負うものも多い。このような時期にこのような討論会が開かれたことは、現実を踏まえ将来の発展を示唆するうえで大いに意義のあることであつた。