

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2011 年 10 月 6 日(06.10.2011)



(10) 国際公開番号
WO 2011/122142 A1

- (51) 国際特許分類:
G01N 23/225 (2006.01) G01N 23/207 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2011/053269
- (22) 国際出願日: 2011 年 2 月 16 日(16.02.2011)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2010-077413 2010 年 3 月 30 日(30.03.2010) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): J
F E スチール株式会社(JFE STEEL CORPORA-
TION) [JP/JP]; 〒1000011 東京都千代田区内幸町
二丁目 2 番 3 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 松島 朋裕
(MATSUSHIMA, Tomohiro) [JP/JP]; 〒1000011 東京
都千代田区内幸町二丁目 2 番 3 号 J F E ス
チール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 臼
井 幸夫(USUI, Yukio) [JP/JP]; 〒1000011 東京都
千代田区内幸町二丁目 2 番 3 号 J F E ス
チール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 酒井 宏明(SAKAI, Hiroaki); 〒1006020
東京都千代田区霞が関三丁目 2 番 5 号 霞が

関ビルディング 酒井国際特許事務所 Tokyo
(JP).

- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保
護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA,
BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO,
CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI,
GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS,
KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS,
LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX,
MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL,
PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV,
SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC,
VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保
護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW,
MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア
(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ
(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR,
GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT,
NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI
(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR,
NE, SN, TD, TG).

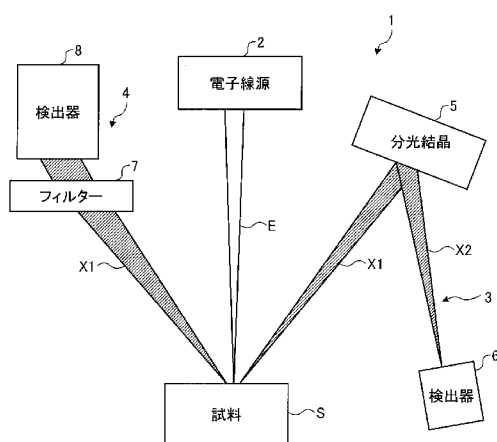
添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: ELEMENT-MAPPING METHOD, ELEMENT-MAPPING DEVICE, AND PROCESS FOR PRODUCING STEEL PRODUCT

(54) 発明の名称: 元素マッピング方法、元素マッピング装置、及び鉄鋼製品の製造方法

[図1]



S SAMPLE
2 ELECTRON BEAM SOURCE
5 ANALYZING CRYSTAL
6, 8 DETECTOR
7 FILTER

(57) Abstract: An electron beam source (2) irradiates an electron beam (E) upon a steel material (S). A WDX (3) detects X rays which generate in response to the irradiation of the electron beam (E), and the distribution of low-concentration elements which are contained besides the main-component element in the steel material (S) is determined on the basis of the detection. An EDX (4) detects X rays which have passed through a filter (7) constituted of a chromium foil, and the distribution of high-concentration elements other than the main-component element is determined on the basis of the detection. Thus, the distribution of both high-concentration elements and low-concentration elements, which are contained besides the main-component element in the steel material (S), can be determined at the same time with high accuracy.

(57) 要約: 電子線源 2 が、鉄鋼材料 S に電子線 E を照射する。WDX 3 が、電子線 E の照射に伴い発生する X 線を検出することによって、鉄鋼材料 S に含まれる主成分元素以外の低濃度元素の分布状態を測定する。EDX 4 が、Cr 箔からなるフィルター 7 を透過した X 線を検出することによって、主成分元素以外の高濃度元素の分布状態を測定する。これにより、鉄鋼材料 S に含まれる主成分元素以外の高濃度元素と低濃度元素との分布状態を同時、且つ、高精度に測定することができる。

明 細 書

発明の名称：

元素マッピング方法、元素マッピング装置、及び鉄鋼製品の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、鉄鋼材料に含まれる元素の分布状態を測定する元素マッピング方法及び元素マッピング装置と、この元素マッピング方法によって測定された元素の分布状態に基づいて鉄鋼製品を製造する鉄鋼製品の製造方法とに関するものである。

背景技術

[0002] 従来、試料に含まれる元素の分布状態を測定する元素マッピング装置としては、主に電子プローブマイクロアナライザ（E P M A）が用いられてきた。このE P M Aは、波長分散型X線検出器（W D X）から構成されている。すなわち、E P M Aは、電子線を試料に照射し、その時発生する様々な波長のX線の中から測定対象元素に対応する波長のX線（特性X線）を分光結晶によって選別し、選別された特性X線の強度を検出器によって計測することによって、試料に含まれる元素の分布状態を測定する。E P M Aには通常最大で5つのW D Xを搭載することができるため、E P M Aでは最大で5元素の分布状態を同時に測定することができる。

[0003] E P M Aを利用した測定方法では、試料中に濃度差のある元素（以下、高濃度元素と低濃度元素）が共存している場合、1回の測定で両方の元素の分布状態を同時に測定しようとする、以下に示す第1及び第2の問題が発生する。第1の問題は、検出器でのX線強度の数え落としが発生しないように、電子線の照射電流量を抑えて高濃度元素に最適な照射電流量にすると、低濃度元素の特性X線の強度が非常に小さくなるために、低濃度元素の測定精度が悪くなるという問題である。第2の問題は、低濃度元素の測定精度が良くなるように、電子線の照射電流量を大きくすると、高濃度元素の測定精度が悪くなるという問題である。これは、電子線の照射電流量を大きくすると

、高濃度元素の特性X線の強度が大きくなりすぎることによって、検出器でのX線強度の数え落としが発生し、特性X線の強度を正確に測定できなくなるためである。

[0004] 一般に、工程分析に使えるような高精度な測定はE P M Aを利用しなければ難しいが、上述のように、同一試料に対する複数条件の同時測定はE P M Aでは行うことができない。このため、E P M Aを利用した測定方法では、高濃度元素と低濃度元素との双方に対して高精度な測定が必要な場合には、測定条件を変えて2度測定を行わなければならない。しかしながら、一般に、元素の分布状態の測定には多くの時間を要することから、測定条件を変えて2度測定するようなことは実際には行われていない。すなわち、試料中に高濃度元素と低濃度元素とが共存する場合には、どちらかの元素に対する測定精度を犠牲にして元素の分布状態の測定が行われている。

[0005] 高濃度元素と低濃度元素との分布状態を同時に、且つ、高精度に測定するために、特許文献1や特許文献2に記載の技術をE P M Aに適用することが考えられる。詳しくは、特許文献1記載の技術は、W D Xとエネルギー分散型X線検出器（E D X）とを1つの装置に搭載したX線マイクロアナライザーと呼ばれる装置に関するものであり、軽元素のフィルターを利用してE D Xに入射するX線の強度を減少させることによって、同一分析条件でW D Xによる測定とE D Xによる測定とを行うものである。一方、特許文献2記載の技術は、蛍光X線分析装置に関するものであり、S iより原子番号が1つ小さいA lのフィルターによってシリコンウェーハの主成分元素であるS iから発生するX線を減衰させることによって、S i以外のF eやN iの濃度を検出するものである。E D Xとは、試料に電子線を照射し、その時発生する様々なエネルギーのX線を同時にエネルギー毎に検出するものである。E D Xによれば、特性X線のエネルギーが検出するエネルギー範囲内に存在するすべての元素の分布状態を測定できる。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特開昭60-257051号公報

特許文献2：特開2000-55839号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] しかしながら、特許文献1、2記載の技術をEPMaに適用して鉄鋼材料に含まれる主成分元素であるFe以外の高濃度元素と低濃度元素との分布状態を測定する場合には、以下に示すような問題が発生する。すなわち、特許文献1記載の技術をEPMaに適用して鉄鋼材料に含まれる元素の分布状態を測定した場合、EDXによって検出されるX線強度の大部分がFeの特性X線の強度で占められる。このため、鉄鋼材料に含まれるFe以外の元素の分布状態を明確に検出するためには、X線強度の積算時間を少なくとも秒のオーダー以上の時間にして測定しなければならない。従って、1点あたりの積算時間が数十ミリ秒のオーダーで行われるEPMaに特許文献1記載の技術を適用したとしても、Fe以外の元素の分布状態をほとんど検出することができず、Fe以外の高濃度元素と低濃度元素との分布状態を測定することができない。

[0008] また、特許文献2記載の技術をEPMaに適用して鉄鋼材料に含まれる元素の分布状態を測定する場合、FeやNiの特性X線の強度もフィルターを透過することによって減少するために、元素の分布状態の測定に十分なX線強度が得られない。特に、鉄鋼材料に含まれる高濃度元素ではあるけれども、主成分であるFeよりは圧倒的に濃度の小さいMnの分布状態を測定するためには、Feの特性X線の強度を大幅に減少させてMnの特性X線の強度を増加させる必要がある。しかしながら、特許文献2記載の技術を応用して例えば単純にFeより原子番号の1小さいMnをフィルターに用いたとしても、Feの特性X線であるFeK α 線のエネルギーに対するMnの質量吸収係数が小さいため、Feの特性X線の強度を大幅に減少させてMnの特性X線の強度を増加させることができない。また、Mnよりもさらに低濃度の元素を同時測定することはさらに困難であることはいうまでもない。

[0009] このため、特許文献2記載の技術をE P M Aに適用して鉄鋼材料に含まれる元素の分布状態を測定した場合、X線強度の大部分がF eの特性X線の強度で占められ、さらには特許文献2記載の装置が蛍光X線分析装置であるため、F e以外の元素の分布状態を明確に検出するためにはX線強度の積算時間を少なくとも秒のオーダー以上の時間にして測定しなければならない。従って、1点あたりの積算時間が数十ミリ秒のオーダーで行われるE P M Aに特許文献2記載の技術を適用したとしても、F e以外の元素の分布状態はほとんど検出することができず、F e以外の高濃度元素と低濃度元素との分布状態を測定することができない。

[0010] 以上のことから、鉄鋼材料に含まれるF e以外の高濃度元素と低濃度元素との分布状態を同時、且つ、高精度に測定可能な技術の提供が期待されていた。なお、本明細書中において、高濃度元素とは、低濃度元素の濃度に対して質量%で少なくとも2倍以上の濃度を有する元素のことを意味する。但し、より効果的に本発明の効果を奏するためには、高濃度元素の濃度は、低濃度元素の濃度に対し、質量%で10倍以上であることが好ましい。また、高濃度元素としてはM n, C r, M o等を例示することができ、低濃度元素としてはN b, S, P, S i, C u, V等を例示することができる。

[0011] 本発明は、上記課題に鑑みてなされたものであって、その目的は、鉄鋼材料に含まれる主成分元素以外の高濃度元素と低濃度元素との分布状態を同時、且つ、高精度に測定可能な元素マッピング方法及び元素マッピング装置を提供することにある。また、本発明の他の目的は、鉄鋼製品の歩留まりを向上させることが可能な鉄鋼製品の製造方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0012] 上記課題を解決し、目的を達成するために、本発明に係る元素マッピング方法は、鉄鋼材料に電子線を照射するステップと、前記電子線の照射に伴い発生するX線を波長分散型X線検出器で検出することによって、前記鉄鋼材料に含まれる主成分元素以外の第1の元素の分布状態を測定する第1のステップと、クロム箔からなるフィルターを透過した前記X線をエネルギー分散

型X線検出器で検出することによって、前記鉄鋼材料に含まれる主成分元素以外の元素であって、前記第1の元素より濃度が高い第2の元素の分布状態を測定する第2のステップと、を含み、前記第1のステップと前記第2のステップとを同時に実行する。

[0013] 上記課題を解決し、目的を達成するために、本発明に係る元素マッピング装置は、鉄鋼材料に電子線を照射する電子線源と、前記電子線の照射に伴い発生するX線を検出することによって、前記鉄鋼材料に含まれる主成分元素以外の第1の元素の分布状態を測定する波長分散型X線検出器と、クロム箔からなるフィルターを透過した前記X線を検出することによって、前記鉄鋼材料に含まれる主成分元素以外の元素であって、前記第1の元素より濃度が高い第2の元素の分布状態を測定するエネルギー分散型X線検出器と、を備える。

[0014] 上記課題を解決し、目的を達成するために、本発明に係る鉄鋼製品の製造方法は、連続鋳造機により鉄鋼製品を製造するステップと、本発明に係る元素マッピング方法を使用して前記鉄鋼製品に含まれる主成分元素以外の元素の分布状態を測定するステップと、前記元素の分布状態の測定結果に基づいて前記連続鋳造機の操作条件を制御するステップと、を含む。

発明の効果

[0015] 本発明に係る元素マッピング方法及び元素マッピング装置によれば、鉄鋼材料に含まれる主成分元素以外の高濃度元素と低濃度元素との分布状態を同時、且つ、高精度に測定することができる。また、本発明に係る鉄鋼製品の製造方法によれば、鉄鋼製品の歩留まりを向上させることができる。

図面の簡単な説明

[0016] [図1]図1は、本発明の一実施形態である元素マッピング装置の構成を示すブロック図である。

[図2]図2は、Cr箔を載置しない場合に得られるX線スペクトルの一例を示す図である。

[図3]図3は、Cr箔を載置した場合に得られるX線スペクトルの一例を示す

図である。

[図4] 図4は、本発明の一実施形態である元素マッピング装置を利用したNbの元素マッピング結果を示す図である。

[図5] 図5は、Nbの特性X線の強度を三次元的に表示した図である。

[図6] 図6は、本発明の一実施形態である元素マッピング装置を利用したMnの元素マッピング結果を示す図である。

[図7] 図7は、Mnの特性X線の強度を三次元的に表示した図である。

[図8] 図8は、連続鋳造工程において用いられる連続鋳造機の概略構成を示す模式図である。

発明を実施するための形態

[0017] 以下、図面を参照して、本発明の一実施形態である元素マッピング方法及び元素マッピング装置について説明する。

[0018] [元素マッピング装置の構成]

始めに、図1を参照して、本発明の一実施形態である元素マッピング装置の構成について説明する。

[0019] 図1は、本発明の一実施形態である元素マッピング装置の構成を示すブロック図である。図1に示すように、本発明の一実施形態である元素マッピング装置1は、電子線源2、波長分散型X線検出器(WDX)3、及びエネルギー分散型X線検出器(EDX)4を主な構成要素として備えている。電子線源2は、鉄鋼材料Sに向けて電子線Eを照射するものである。電子線Eの照射電流量は、WDX3の検出能に応じて調整される。

[0020] WDX3は、分光結晶5と検出器6とを備えている。分光結晶5は、鉄鋼材料Sに電子線Eを照射することによって発生するX線X1の中から鉄鋼材料Sに含まれる測定対象元素に対応する波長のX線(特性X線)X2を選別し、選別された特性X線X2を検出器6に供給するものである。検出器6は、特性X線X2の強度を検出することによって、測定対象元素の分布状態を測定するものである。検出器6としては、特性X線X2を高計数率で測定可能にするため、不感時間の短い比例計数管を用いることが好ましい。こ

の場合、比例計数管の計数率は、60000 cps程度あることが望ましい。

[0021] EDX 4は、フィルター7と検出器8とを備えている。フィルター7は、鉄鋼材料Sに電子線Eを照射することによって発生するX線X 1中に含まれるFeの特性X線の強度を減少させるためのものである。フィルター7としては、Cr箔を用いることが望ましく、Feの特性X線であるFe K α 線に対する質量吸収係数が463 cm²/gであり、Mnの特性X線であるMn K α 線に対する質量吸収係数が62.3 cm²/gであり、厚さが5～50 μ mの範囲内にあるCr箔を用いることが好ましい。フィルター7の載置方法は、フィルター7が検出器8の受光面を覆う限り、どのような載置方法であってもよい。

[0022] 例えば厚さ30 μ mのCr箔をフィルター7として載置した場合、Feの特性X線であるFe K α 線の強度は、入射強度1に対してCr箔透過後は0.000046となり、大幅に減少する。これに対して、Feより元素番号が1つ小さい鉄鋼材料Sの主要元素であるMnの特性X線であるMn K α 線の強度は、入射強度1に対してCr箔透過後は0.26となり、Fe K α 線と比較してその減少量は小さい。このため、Cr箔を載置しない場合、図2に示すように、X線X 1の全強度に占めるMn K α 線の強度の割合は約3%であるのに対して、Cr箔を載置した場合には、図3に示すように、X線X 1の全強度に占めるMn K α 線の強度の割合は約21%に増加する。すなわち、Cr箔を載置することによって、Mn K α 線の強度を7倍の大きさに増加させることができる。これは、Cr箔によってFeの特性X線であるFe K α 線、Fe K β 線、及びFe L線の強度が大幅に減少されるのに対して、Mnの特性X線であるMn K α 線の強度は小幅な減少に抑えられるためである。

[0023] 検出器8は、フィルター7を透過したX線X 1をそのエネルギー毎に検出することにより、鉄鋼材料Sに含まれる測定対象元素の分布状態を測定するものである。検出器8としては、計数率が50000 cps以上のシリコン

ドリフト検出器（SDD）を用いることが望ましい。従来のEDXでは、半導体検出器（SSD）が検出器として用いられていた。しかしながら、SSDの計数率は約10000 cps程度あり、WDX3の計数率（約60000 cps）より低い。また、WDX3は1つの元素に対して約60000 cpsのX線強度測定が可能であるのに対して、SSDは全エネルギー範囲での全強度、つまり、鉄鋼材料S中の全元素強度の計数率が10000 cpsとなる。このため、1つの元素に注目すると、SSDの計数率は、濃度にも依存するが、WDX3の計数率の2桁以上小さくなる。

[0024] このため、検出器8としてSSDを用いた場合、WDX3と同レベルの測定が困難になる。これに対して、SDDを検出器8として用いた場合、SDDの計数率がSSDの計数率より1桁以上大きいため、EDX4の計数率をWDX3の計数率に近づけることができる。なお、EDX4の計数率が50000 cps以上であれば良いとした理由は、50000 cps以上の計数率であれば、WDX3を構成する分光結晶の中でも計数率が低い分光結晶と最低限同レベルの計数率を確保することができるためである。100000 cps以上の計数率であれば、分光結晶の中で計数率が高い結晶と同レベルまで計数率を確保することができるため、さらに好適である。但し、検出器8はSDDに限定されることはなく、上述の計数率の条件を満足するものであれば、どのようなタイプでも良い。

[0025] 検出器8としてSDDを用いることによりEDX4の計数率を向上させることができるが、その計数率はWDX3の計数率と比較するとまだ不十分である。しかしながら、上述のように、この元素マッピング装置1では、鉄鋼材料SとEDX4との間にフィルター7が配設され、フィルター7がX線X1中に含まれるFeの特性X線の強度を減少させることによって、測定対象元素の強度割合を増加させている。このため、この元素マッピング装置1によれば、EDX4は、WDX3と同レベルの測定時間（少なくとも倍以下の時間）で工程分析等に耐えうる精度及び時間で測定を行うことができる。具体的には、フィルター7によって測定対象元素の強度割合を7倍増加させ、

さらには検出器 8 として S S D の 1 0 倍以上の計数が可能な S D D を用いることによって、従来の C r 箔フィルターがなく、検出器として S S D を用いた装置と比較して、同一測定時間において約 1 0 0 倍の強度測定が可能になり、元素の分布状態を短時間で測定することができる。

[0026] 〔元素マッピング方法〕

次に、上記元素マッピング装置 1 を利用した本発明の一実施形態である元素マッピング方法について説明する。

[0027] 本発明の一実施形態である元素マッピング方法では、始めに、電子線源 2 が鉄鋼材料 S に電子線 E を照射する。次に、W D X 3 が、電子線 E の照射に伴い発生する X 線 X 1 の中から低濃度元素の特性 X 線 X 2 を分光結晶 5 によって選別し、選別された特性 X 線 X 2 の強度を検出器 6 によって計測することによって、低濃度元素の分布状態を測定する。低濃度の元素としては、N b, S, P, S i, C u, V 等を例示することができる。また、この時同時に、E D X 4 が、フィルター 7 を透過した X 線 X 1 をエネルギー毎に検出することによって、高濃度元素の分布状態を測定する。高濃度の元素としては、M n, C r, M o 等を例示することができる。これにより、鉄鋼材料 S に含まれる主成分元素以外の高濃度元素と低濃度元素との分布状態を同時、且つ、高精度に測定することができる。

[0028] なお、電子線 E の照射電流量は、低濃度元素の特性 X 線の強度が十分得られるような大きさに調整するとよい。但し、この際、検出器 8 の X 線強度の数え落としが発生し、E D X 4 側の測定精度が低下する場合には、フィルター 7 の厚さを適宜調整することによって、検出器 8 の X 線強度の数え落としが発生することを抑制するとよい。また、本実施形態では、W D X 3 側及び E D X 4 側でそれぞれ低濃度元素及び高濃度元素の分布状態を測定することとしたが、E D X 4 の計数率を W D X 3 の計数率より大きくすることができれば、W D X 3 側及び E D X 4 側でそれぞれ高濃度元素及び低濃度元素の分布状態を測定するようにしてもよい。

[0029] 〔実験例〕

次に、本発明の一実施形態である元素マッピング装置 1 と、フィルター 7 を設置せず、且つ、EDX 4 の検出器 8 として SSD を用いた従来装置とを利用して、鉄鋼スラブに対し元素マッピングを行った実験結果を以下に示す。なお、元素マッピングとは、測定する領域を一定サイズの格子に分割し、各格子点における X 線の強度又は検量線等によって X 線の強度から求められる濃度の分布を 2 次元的に求めることを意味する。

[0030] 本実験では、鉄鋼スラブの C 断面の中心偏析部から厚さ 10 mm、幅約 80 mm の領域を切り出して研磨したものを鉄鋼材料 S として用いた。また、フィルター 7 を構成する Cr 箔の厚さは 30 μ m とした。また、分析条件は、電子線 E の加速電圧、照射電流、及びビーム径はそれぞれ 25 kV、5 μ A、100 μ m とし、1 測定点当たりの積算時間は 10 msec とした。また、WDX 4 及び EDX 5 の分析対象元素をそれぞれ Nb、Mn とした。測定に要した時間は約 13 分であった。

[0031] 図 4 は、本発明の一実施形態である元素マッピング装置を利用した Nb の元素マッピング結果を示す図である。図 5 は、図 4 に示す領域 R1 における Nb の特性 X 線の強度を三次元的に表示した図である。図 4 及び図 5 に示すように、本発明の一実施形態である元素マッピング装置 1 を利用することにより、鉄鋼材料 S の領域 R1 において Nb の中心偏析を確認することができた。また、Nb の特性 X 線の強度から求められた Nb の濃度は 0.01 ~ 5 質量% であった。

[0032] 図 6 は、本発明の一実施形態である元素マッピング装置を利用した Mn の元素マッピング結果を示す図である。図 7 は、図 6 に示す領域 R2 における Mn の強度を三次元的に表示した図である。図 6 及び図 7 に示すように、本発明の一実施形態である元素マッピング装置 1 を利用することにより、鉄鋼材料 S の領域 R2 において Mn の中心偏析を明瞭に確認することができた。

[0033] 一方、従来装置を利用した元素マッピングでは、X 線強度の大部分を Fe の特性 X 線の強度が占め、且つ、SSD の計数率が低いため、Mn の特性 X 線の強度は 1 測定点当たり数カウント ~ 数 10 カウント程度しか得られず、

結果として、Mnの中心偏析を確認することができなかった。

[0034] これにより、本発明の一実施形態である元素マッピング装置1によれば、低濃度のNbの元素マッピングと高濃度のMnの元素マッピングとを迅速、且つ、高精度に実行可能であることが確認された。但し、元素マッピングができる元素の組合せはNbとMnとの組み合わせに限定されることはなく、例えばWDX3によりS、P、Si、Cu、V等の元素、EDX4によりCr、Mo等の元素を元素マッピングすることができる。この場合には、測定条件を適宜選定すればよい。

[0035] [応用例]

本発明の一実施形態である元素マッピング方法は、例えば連続鋳造工程の工程分析に用いることができる。図8は、連続鋳造工程において用いられる連続鋳造機の概略構成を示す模式図である。図8に示すように、連続鋳造機10は、図示しない取鍋から溶鋼11が注入されるタンディッシュ12と、浸漬ノズル13を介してタンディッシュ12から注がれた溶鋼11を表面の凝固シェル14が樹枝状晶に成長するまで成形しつつ半凝固させる銅製の鑄型15と、鑄型15から半凝固状態の鑄片16を垂直下方に引き抜きつつ冷却する鑄片支持ロール17aと、鑄片支持ロール17aによって引き抜かれた鑄片16を冷却搬送する鑄片支持ロール17bと、鑄片支持ロール17bによって搬送された鑄片16を水平方向に冷却搬送する鑄片支持ロール17cと、鑄片支持ロール17cによって搬送された鑄片16を所定の長さに切断することによって鉄鋼スラブ19を製造するガス切断機18と、を備えている。

[0036] このような連続鋳造機で鋳造される鉄鋼スラブのうち、中心偏析の評価が必要とされる代表的な鉄鋼スラブの数は1日に3～4枚程度である。しかしながら、従来のEPMAを利用して鉄鋼スラブに含まれる元素の分布状態を測定する場合、1スラブに約20時間程度の測定時間が必要になる。このため、従来のEPMAでは1日に約1スラブしか元素の分布状態を測定することができず、連続鋳造工程の工程分析に適用することができなかった。これ

に対して、本発明の一実施形態である元素マッピング方法によれば、鉄鋼スラブの品質評価に必要な約2m幅のスラブ断面における元素の分布状態を従来のEPMAによる測定時間の約4分の1に相当する約5時間で行うことができる。

[0037] 従って、本発明の一実施形態である元素マッピング方法によれば、1日に3～4枚の鉄鋼スラブの評価が可能になり、連続鋳造工程の工程分析に適用することができる。また、このような連続鋳造機10によって製造される鉄鋼スラブの元素の分布状態は、冷却速度や搬送速度等の連続鋳造機10の操業条件に応じて変化する。従って、本発明の一実施形態である元素マッピング方法によって測定された鉄鋼スラブの元素の分布状態とその時の連続鋳造機10の操業条件とを関連付けしてデータベースに記憶しておき、データベースに記憶されている情報に基づいて所望の元素の分布状態が得られるように連続鋳造機10の操業条件を制御することによって、所望の元素の分布状態を有する鉄鋼製品を製造し、鉄鋼製品の製造歩留まりを向上させることができる。

[0038] 以上の説明から明らかなように、本発明の一実施形態である元素マッピング方法及び元素マッピング装置によれば、鉄鋼材料Sに電子線Eを照射し、電子線Eの照射に伴い発生するX線を検出器6で検出することによって、鉄鋼材料Sに含まれる主成分元素以外の低濃度元素の分布状態を測定し、Cr箔からなるフィルター7を透過したX線を検出器8で検出することによって主成分元素以外の高濃度元素の分布状態を測定するので、鉄鋼材料Sに含まれる主成分元素以外の高濃度元素と低濃度元素との分布状態を同時、且つ、高精度に測定することができる。

[0039] 以上、本発明者によってなされた発明を適用した実施の形態について説明したが、本実施形態による本発明の開示の一部をなす記述及び図面により本発明は限定されることはない。すなわち、本実施形態に基づいて当業者等によりなされる他の実施の形態、実施例および運用技術等は全て本発明の範疇に含まれる。

産業上の利用可能性

[0040] 本発明は、鉄鋼材料に含まれる主成分元素以外の高濃度元素と低濃度元素との分布状態の測定に適用することができる。

符号の説明

- [0041]
- 1 元素マッピング装置
 - 2 電子線源
 - 3 波長分散型X線検出器（WDX）
 - 4 エネルギー分散型X線検出器（EDX）
 - 5 分光結晶
 - 6 検出器
 - 7 フィルター
 - 8 検出器
 - E 電子線
 - S 鉄鋼材料
 - X 1, X 2 X線

請求の範囲

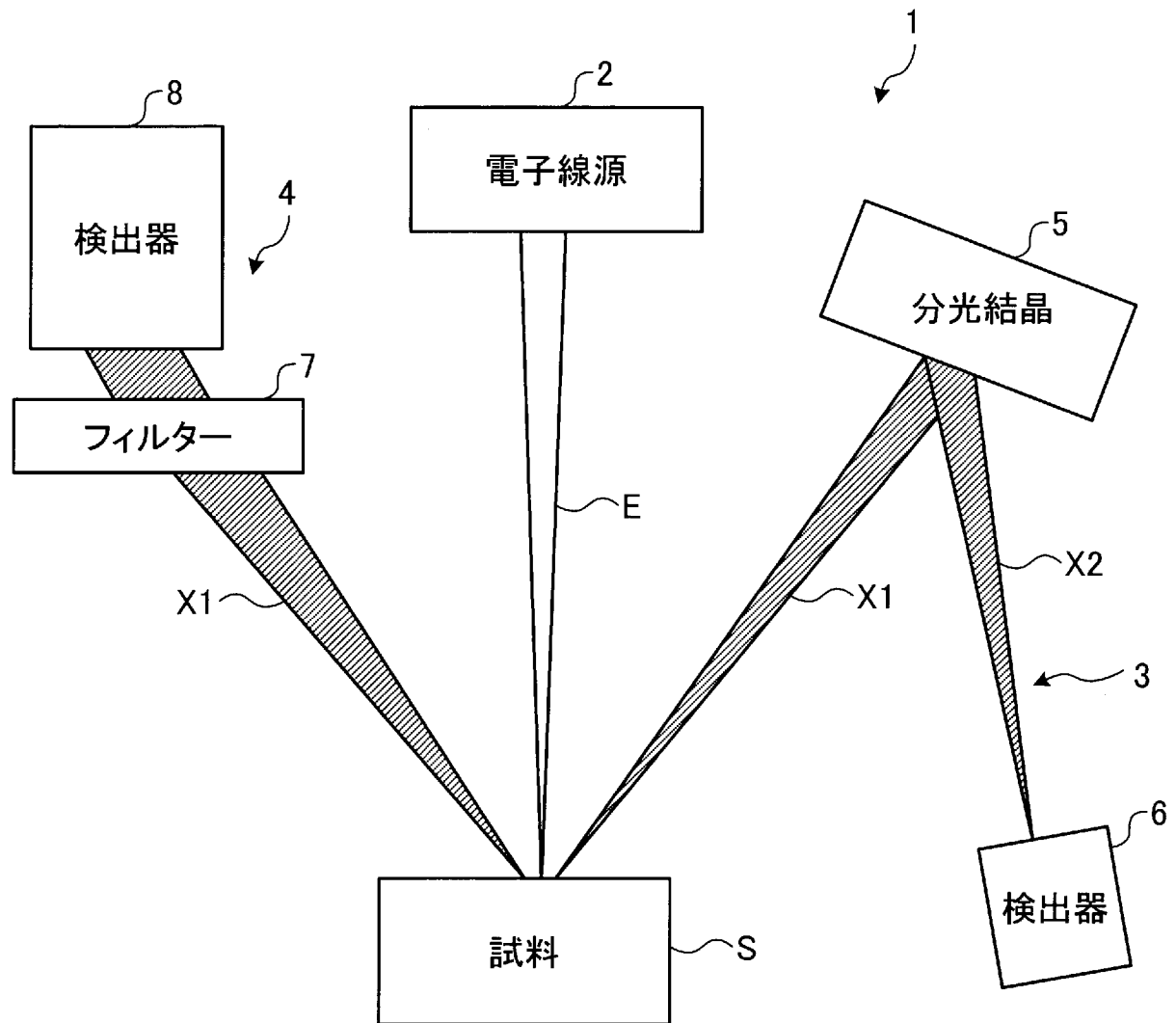
- [請求項1] 鉄鋼材料に電子線を照射するステップと、
前記電子線の照射に伴い発生するX線を波長分散型X線検出器で検出することによって、前記鉄鋼材料に含まれる主成分元素以外の第1の元素の分布状態を測定する第1のステップと、
クロム箔からなるフィルターを透過した前記X線をエネルギー分散型X線検出器で検出することによって、前記鉄鋼材料に含まれる主成分元素以外の元素であって、前記第1の元素より濃度が高い第2の元素の分布状態を測定する第2のステップと、
を含み、前記第1のステップと前記第2のステップとを同時に実行することを特徴とする元素マッピング方法。
- [請求項2] 前記エネルギー分散型X線検出器の計数率が50000cps以上であることを特徴とする請求項1に記載の元素マッピング方法。
- [請求項3] 前記エネルギー分散型X線検出器がシリコンドリフト検出器を備えることを特徴とする請求項1又は2に記載の元素マッピング方法。
- [請求項4] 前記波長分散型X線検出器が比例計数管を備えることを特徴とする請求項1～3のうち、いずれか1項に記載の元素マッピング方法。
- [請求項5] 鉄鋼材料に電子線を照射する電子線源と、
前記電子線の照射に伴い発生するX線を検出することによって、前記鉄鋼材料に含まれる主成分元素以外の第1の元素の分布状態を測定する波長分散型X線検出器と、
クロム箔からなるフィルターを透過した前記X線を検出することによって、前記鉄鋼材料に含まれる主成分元素以外の第2の元素の分布状態を測定するエネルギー分散型X線検出器と、
を備えることを特徴とする元素マッピング装置。
- [請求項6] 前記エネルギー分散型X線検出器の計数率が50000cps以上であることを特徴とする請求項5に記載の元素マッピング装置。
- [請求項7] 前記エネルギー分散型X線検出器がシリコンドリフト検出器を備え

ることを特徴とする請求項 5 又は 6 に記載の元素マッピング装置。

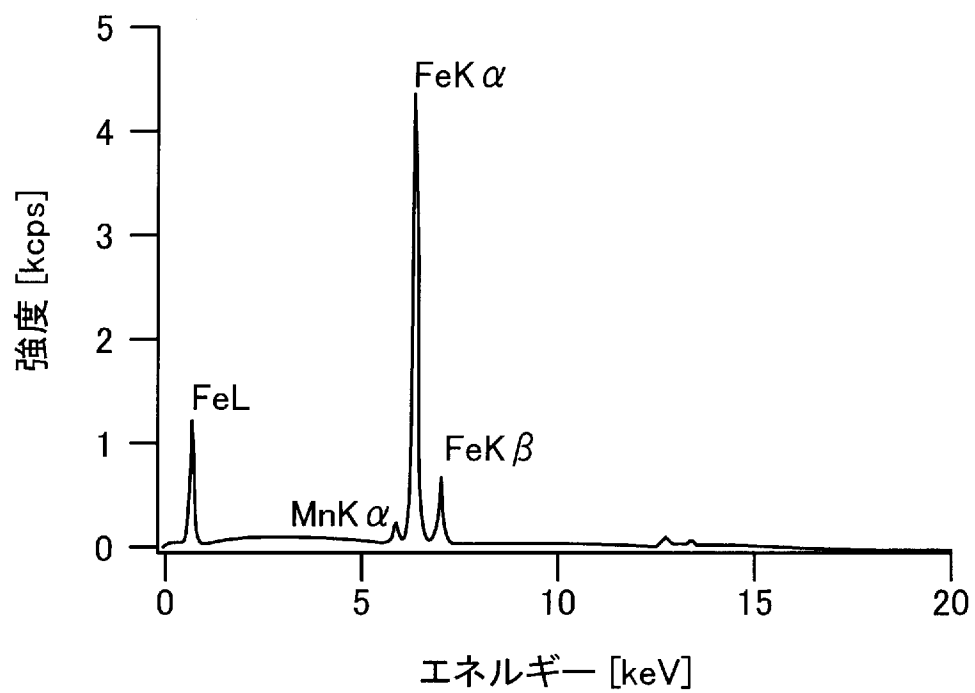
[請求項 8] 前記波長分散型 X 線検出器が比例計数管を備えることを特徴とする請求項 5 ～ 7 のうち、いずれか 1 項に記載の元素マッピング装置。

[請求項 9] 連続鋳造機により鉄鋼製品を製造するステップと、
請求項 1 ～ 4 に記載の元素マッピング方法を使用して前記鉄鋼製品に含まれる主成分以外の元素の分布状態を測定するステップと、
前記元素の分布状態の測定結果に基づいて前記連続鋳造機の操作条件を制御するステップと、
を含むことを特徴とする鉄鋼製品の製造方法。

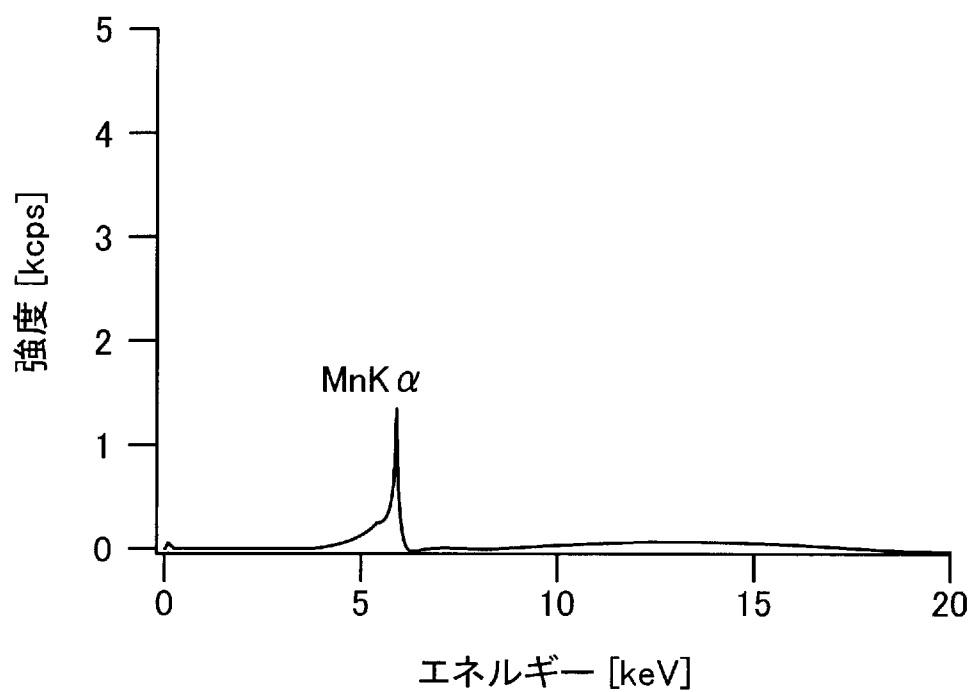
[図1]



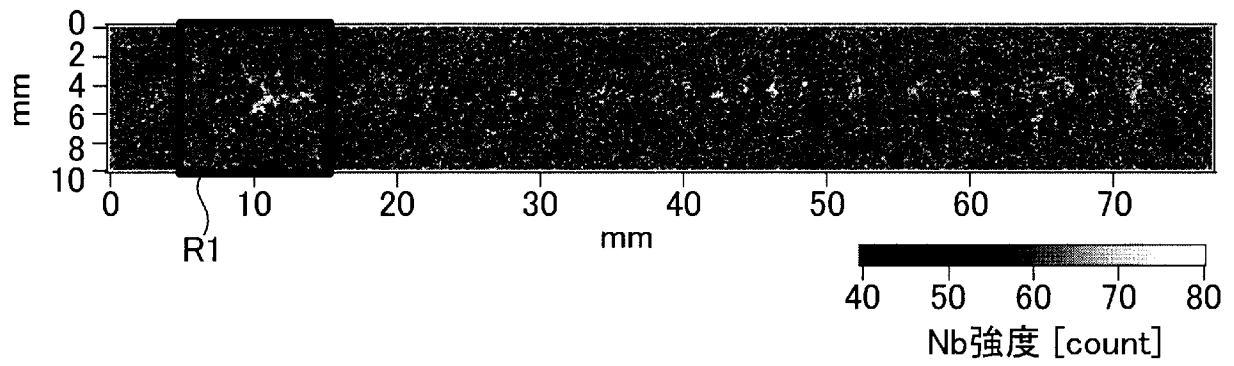
[図2]



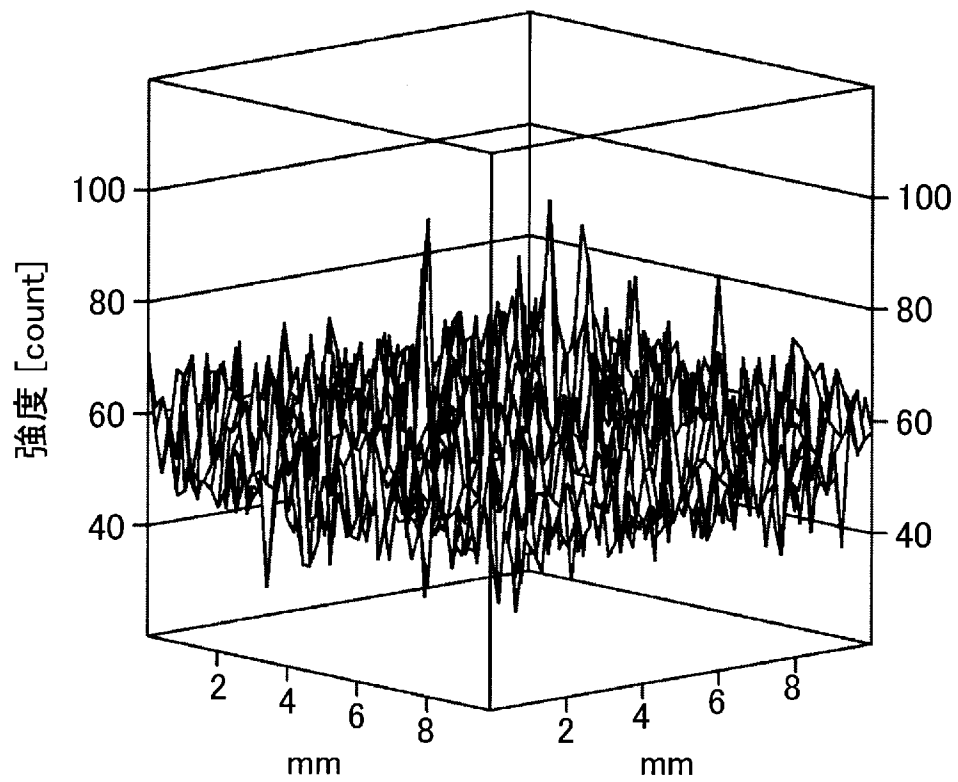
[図3]



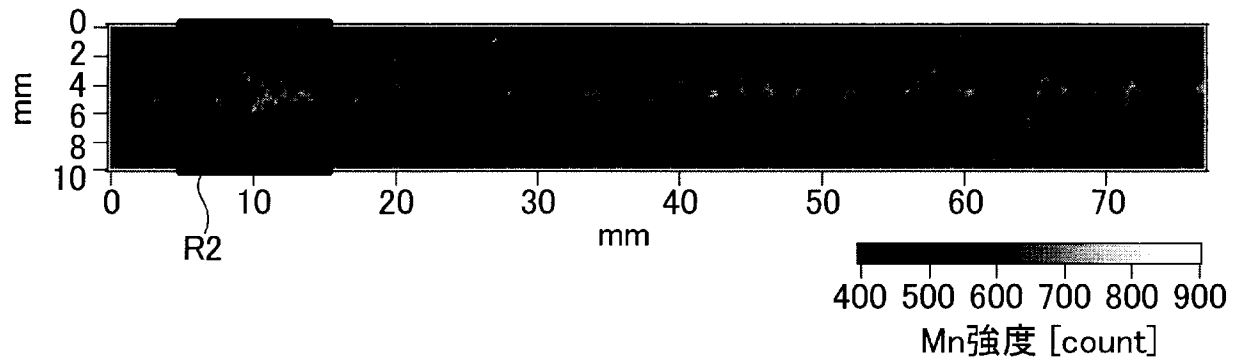
[図4]



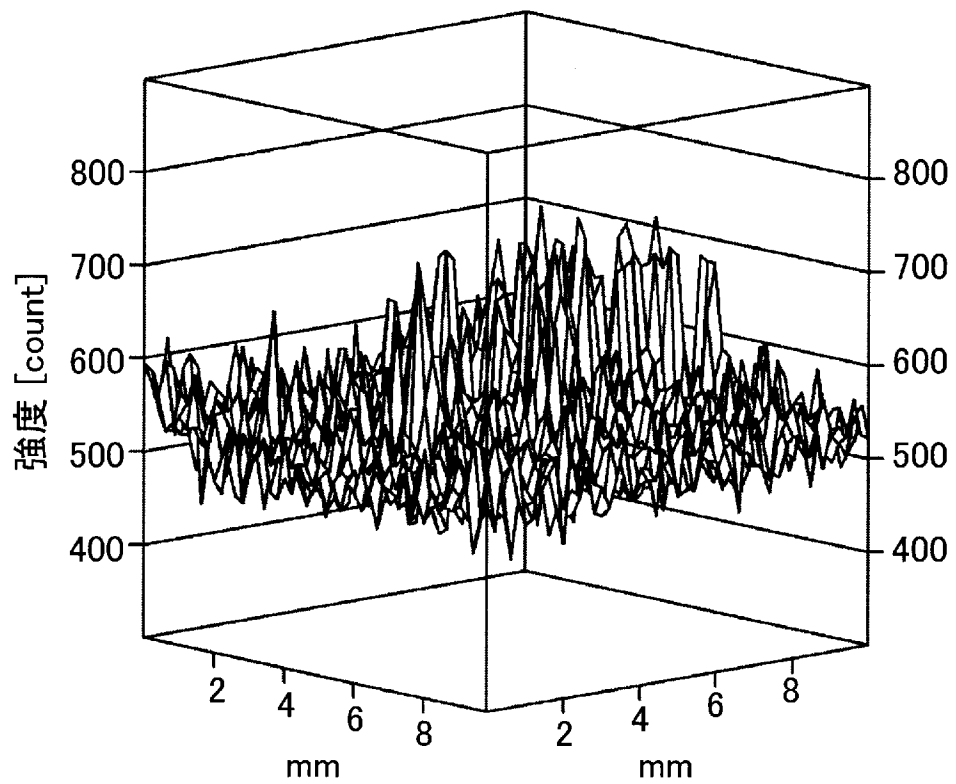
[図5]



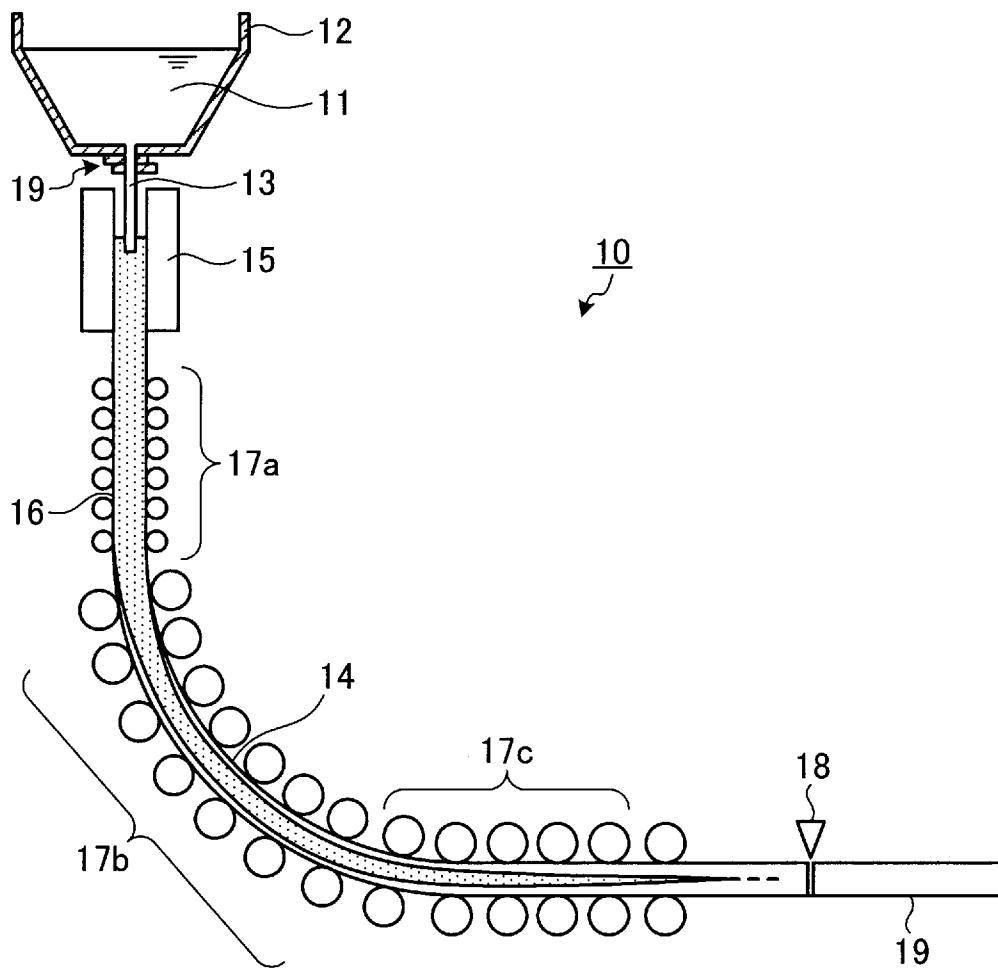
[図6]



[図7]



[図8]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/053269

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G01N23/225(2006.01) i, G01N23/207(2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G01N23/00-G01N23/227, H01J37/00-H01J37/36, G01B15/00-G01B15/08

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2011

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2011 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2011

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus (JDreamII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2007-178445 A (JEOL Ltd.), 12 July 2007 (12.07.2007), paragraphs [0021] to [0028]; fig. 1 (Family: none)	1-9
Y	Tomohiro MATSUSHIMA et al., "EPMA ni yoru Gyoko Soshiki no Teiryo Mapping", Current advances in materials and processes, 01 March 2010 (01. 03.2010), vol.23, no.1, page 300	1-9
Y	Masaaki SUGIYAMA, "Mapping Techniques of Element Distribution in Material Microstructure", Journal of the Japan Welding Society, 05 December 1999 (05.12.1999), vol.68, no.8, pages 571 to 575	1-9

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
25 April, 2011 (25.04.11)Date of mailing of the international search report
24 May, 2011 (24.05.11)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/053269

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2007-285786 A (JEOL Ltd.), 01 November 2007 (01.11.2007), paragraph [0003] & US 2008/0067379 A1	1-9
Y	JP 2000-55839 A (Nippon Steel Corp.), 25 February 2000 (25.02.2000), paragraph [0011]; fig. 1 (Family: none)	1-9
Y	JP 2007-78616 A (Sony Corp.), 29 March 2007 (29.03.2007), fig. 9 (Family: none)	1-9
Y	JP 2009-276191 A (SII NanoTechnology Inc.), 26 November 2009 (26.11.2009), paragraph [0002] (Family: none)	4, 8

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））
Int.Cl. G01N23/225 (2006.01) i, G01N23/207 (2006.01) i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. G01N23/00-G01N23/227,
H01J37/00-H01J37/36 ,
G01B15/00-G01B15/08

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 1 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 1 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 1 年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

JSTPlus (JDreamII)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2007-178445 A（日本電子株式会社）2007.07.12, 【0021】 －【0028】，図1（ファミリーなし）	1-9
Y	松島朋裕，外，E PMAによる凝固組織の定量マッピング，材料と プロセス，2010.03.01, V o l . 2 3 , N o . 1 , P . 3 0 0	1-9
Y	杉山昌章，材料組織の元素マッピング，溶接学会誌，1999.12.05, 第68巻，第8号，P . 5 7 1 - 5 7 5	1-9

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

2 5 . 0 4 . 2 0 1 1

国際調査報告の発送日

2 4 . 0 5 . 2 0 1 1

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

比嘉 翔一

2W

4005

電話番号 03-3581-1101 内線 3292

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2007-285786 A (日本電子株式会社) 2007. 11. 01, 【0 0 0 3】 & US 2008/0067379 A1	1-9
Y	JP 2000-55839 A (新日本製鐵株式会社) 2000. 02. 25, 【0 0 1 1】, 図1 (ファミリーなし)	1-9
Y	JP 2007-78616 A (ソニー株式会社) 2007. 03. 29, 図9 (ファミリー なし)	1-9
Y	JP 2009-276191 A (エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社) 2009. 11. 26, 【0 0 0 2】 (ファミリーなし)	4, 8