

(株)神戸製鋼所 鉄鋼技術センター ○沢田峰男 志垣一郎
 神戸製鉄所 吉岡邦宏 高橋 佐

1. 緒 言

焼結鉍の品質は主として構成鉍物相とその量で決まるため、品質を評価し、管理するためには鉍物量を精度よく定量することが重要である。本報では、X線内部標準法を用い、①被検試料と同じ結晶度の標準物質の使用②重畳波形の計算機による分離、により高精度の測定法を確立したので以下に報告する。

2. 実験方法

試験鍋焼結鉍から還元・磁選処理をして Fe_2O_3 、 Fe_3O_4 とCFを分離し標準物質とした。回折線は、 Fe_2O_3 (024)、 Fe_3O_4 (400)、CF($d=2.14$)と内部標準物質 CaF_2 の(220)を選択した。測定は $CoK\alpha$ による定時測定法により行った。回折波形を関数近似するためには、関数 f のピーク高さ、曲線の中心座標および曲線の拡がり k の値を決める必要がある。そのため評価関数 E を以下のように定義した。

$$E = \sum_i (y_i - f_{ji})^2 \quad j = 1, 2 \text{ or } 3 \quad \text{ここに } y \text{ は回折強度の実測値}$$

この評価関数 E の極小値をニュートン法により求め、3変数を決定し積分強度を求めた。

3. 実験結果

1) Fe_2O_3 結晶の実測値と3種の関数近似の結果をFig. 1に示す。関数 $1/(1+k^2x^2)^2$ の近似が最良であり、このことは他の結晶についても同様であった。

2) Fe_2O_3 の検量線をFig. 2に示す。図に示すように検量線の直線性は高濃度まで保たれており、相関係数は0.999と高い。 Fe_3O_4 、CFについても同様であった。

3) 重畳した3波形について、9変数を決定して波形分離を行った結果をFig. 3に示す。曲線の拡がりは一単一曲線の場合と同程度であり、精度の良さを示している。

4. 結 言

X線内部標準法による焼結鉍鉍物相の定量法を確立し、品質評価に活用している。

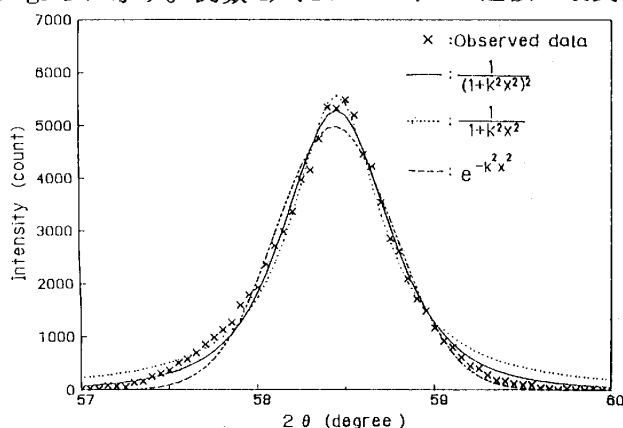


Fig.1 Comparison of the diffraction curve of hematite with the three functions.

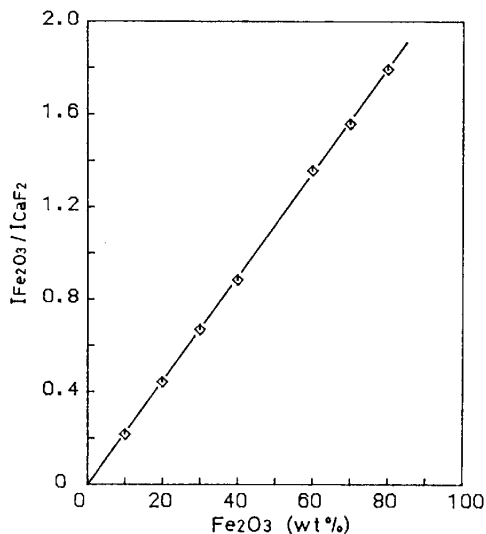


Fig.2 Intensity ratio of x-ray diffraction lines of Fe_2O_3 (024) to CaF_2 (220).

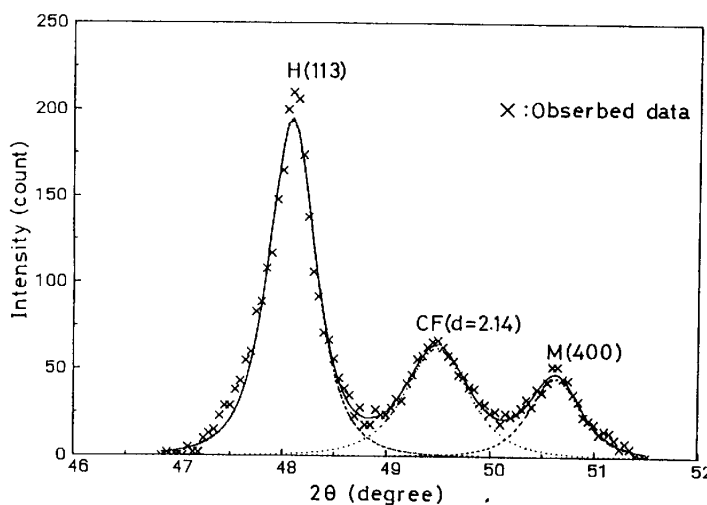


Fig.3 Separation of lapped x-ray profiles by the Newton's method.