

骸晶状ヘマタイトの還元過程における結晶内
均一歪みの測定

論文

浅田 実*・島 政司*・大森 康男*²

Measurement of Macro Strain in the Course of Reduction of the Skeletal Hematite in Sinter

Minoru ASADA, Masashi SHIMA and Yasuo OMORI

Synopsis :

In order to make clear the mechanism of the reduction degradation of iron ore sinter, the macro strain in the skeletal hematite during reduction was measured.

The results obtained are as follows :

- (1) The strain is scarcely remained in the skeletal hematite in the iron ore sinter.
- (2) The difference of the mechanism of the reduction degradation of iron ore sinter is made clear in some kinds of reducing gas such as carbon monoxide, hydrogen and the gas mixture of carbon monoxide and carbon dioxide (35%).
- (3) In the case of the reduction by CO and CO + CO₂ (35%), the crack is formed immediately after reaching the maximum strain, 0.5~0.6, in the crystal, but the strain curve is not obtained during reduction by H₂ gas.

Key words : agglomeration ; ironmaking ; degradation ; iron ore ; strength ; reduction.

1. 緒 言

焼結鉱の低温還元粉化現象に関しては、従来から多くの報告があるが^{1)~10)}、その発生源および発生機構等一部については、現象面的に一致した見解もあるが、まだ粉化とその原因の定量的な解明にまでは至っていない。すなわち、還元粉化は、焼結鉱中のカルシウムフェライトの分解溶解により生成したヘマタイトが、低温で急速還元をうけて発生することは、従来の多くの研究報告から明らかであるが、このようなヘマタイトの還元粉化に関する力学的挙動については報告も少なく^{11)~18)}、一致しているとみなすには疑義がある。したがって、焼結鉱の還元過程における力学的性質に関する知見は、焼結鉱の還元粉化機構の解明に資するところがきわめて大きい。

不均一歪みについては、マグネタイトへの還元試料による測定結果が報告されているが、還元により発生する歪みは、均一歪みと不均一歪みが考えられることから、

本研究は、還元粉化の原因と考えられている骸晶状ヘマタイトについて、均一歪みの検討を行つた。すなわち、微細結晶内の歪み測定をX線回折法により行うために、まず、装置および測定方法の検討を行い、ついで、焼結鉱中骸晶状ヘマタイトの各還元段階における結晶内の歪み測定を行つた。

2. 実験装置

2.1 歪み測定装置

本実験に使用の装置は、理学電機(株)製X線回折装置RAD-2A型で、ゴニオメーターは、マイクロディフラクトメーター(以後MDGと略記)を使用している。装置付属の試料ホルダーを使用した場合、回折角 2θ を高角にとることが困難であるため、Fig. 1に示す試料ホルダーを作成し、X線入射角が試料表面に対して垂直となるように試料の装着を行つている。なお、ホルダー上部には、ホルダー中心回転角を測定するため、ホルダー取付金具上部に角度目盛りを貼付している。試料は、垂

昭和61年4月本会講演大会にて発表 昭和62年3月12日受付 (Received Mar. 12, 1987)

* 富山工業高等専門学校 (Toyama National College of Technology, 13 Hongomachi Toyama 939)

*² 東北大学選鉱製錬研究所 工博 (Research Institute of Mineral Dressing and Metallurgy, Tohoku University)

直軸に対してX線入射方向に 37° 、反対方向に 55° 回転が可能であるが、回折角により、この回転角の幅は決定される。また MDG の受光スリット部は、円環状となっているため、本実験では Fig. 2 に示すごとく、円環状スリットを鉛板にて遮蔽し、スリット底部の鉛板に $2\text{mm} \times 3\text{mm}$ の受光窓を設け、受光するX線は、特定方向の結晶面からのX線となるように制限している。

2.2 還元装置

本実験では、目的視野内の結晶について段階還元を行うため、レーザー装置と光学顕微鏡を組み合わせた還元装置を製作した。Fig. 3 に装置の概略を示す。本還元装置は、 CO_2 レーザー装置（出力 4 W）、光学顕微鏡、顕微鏡用写真撮影カメラ、レーザー用ガス充填装置および

真空排気装置から構成されている。レーザー光線は、レーザーヘッドより水平方向に発射され、まず写真撮影カメラ内の反射プリズムにより顕微鏡鏡筒内に入射し、ついで、レーザー用対物レンズにより $0.1\text{mm}\phi$ に絞られたのち、還元容器内の試料表面に照射される。レーザー出力の測定は、顕微鏡試料ステージ直下の透過用反射ミラー取付け部に固定されたパワーメーターにて行う。また本装置は、一定時間使用により、レーザーヘッド内の充填ガス圧が変動し、出力が低下して基準値以下となるため、排気装置によりヘッド内のガスを排気したのちガス充填を行つている。

光学顕微鏡は三眼鏡筒で、接眼レンズの一方より光源をとり、他方の接眼レンズにて観察を行う。本体レボルバーには、対物レンズが4個装着されているが、この付属の対物レンズはレーザー光線を吸収するため、レーザー用対物レンズ（Ge 製）を取り付け、さらに、他の対物レンズ1個を取り外して、レーザー出力測定用窓としている。なお、鏡筒部に入射したレーザー光線は、試

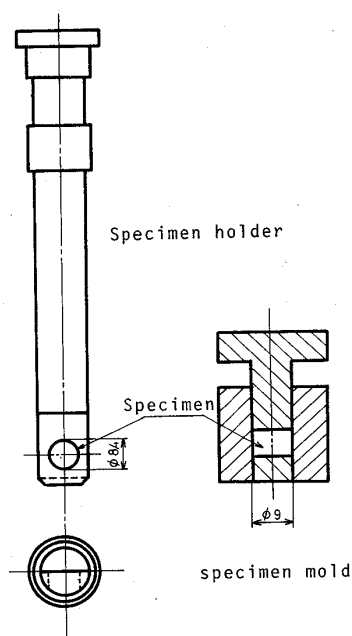


Fig. 1. Specimen mold and specimen holder for X-ray diffraction.

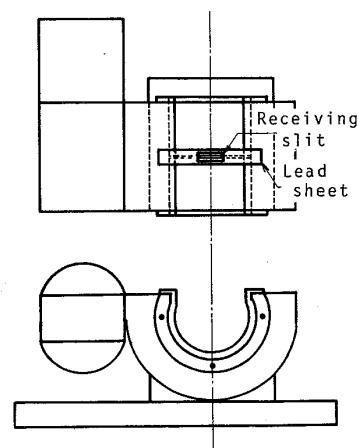


Fig. 2. Goniometer of microdiffractometer for measuring the strain.

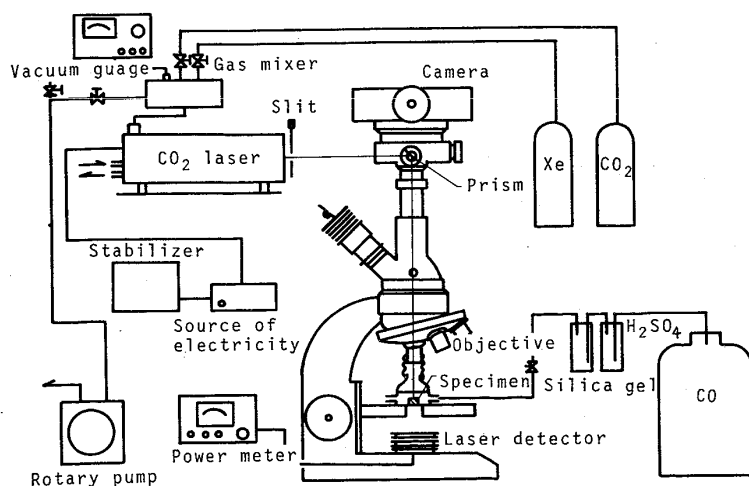


Fig. 3. Schematic diagram of reduction apparatus with a laser.

料表面に到達するまでに、レーザー光線通路に存在する鏡筒内およびレボルバー内部の各種レンズ類により吸収をうけるため、これらレンズ類はすべて取り除いている。またカメラ内のプリズム表面は、Au 蒸着を行つている。

還元容器はプラスチック製で、試料収納容器と密封上ぶたで構成され、容器両端には、内部雰囲気調整用ガス導入管を取り付けている。密封上ぶたは、レーザー用対物レンズとゴム管で接続し、上ぶたの密封は、シリコングリースにより行う。

本装置の特徴は、一定時間ごとに段階還元を行う場合、試料の加熱冷却が迅速で、しかも取扱いが容易であり、また、各還元段階での試料の反応状況の観察や測定が正確かつ簡便である。

3. 実験方法

3.1 試料

供試試料は、均一歪み測定法の検討用標準試料として、純鉄板を用い、また、歪み測定用試料として焼結鉄を使用している。純鉄試料は、5 mmφの形状に成形したのち、歪み取り焼鈍を行い、60% H₂SO₄ 溶液にて電解研磨を行う。焼結鉄は、還元粉率 RDI=42% の実際焼結鉄を使用し、5 mm 立方体に成形後、ダイヤモンドペースト 1/4 μm にて鏡面仕上げを行つている。また、歪み測定は、各還元段階ごとに行うため、試料取付位置の再現性を考慮して、Fig. 1 の試料成形器により木節粘土で成形後、粘土表面に標線を印している。Table 1 に焼結鉄試料の化学分析値を示す。

3.2 均一歪みの測定方法

X線回折による結晶内の歪みの検出は、結晶格子面間隔 d の変位量 Δd を回折角 θ の変化量 $\Delta\theta$ で測定することによりえられ、 x 方向の応力 σ_x は、次式(1)¹⁹⁾により表される。

$$\sigma_x = \frac{E}{1+\nu} \cdot \frac{\partial(\varepsilon_{\phi x})}{\partial(\sin^2\psi)} \\ = -\frac{E}{2(1+\nu)} \cot \theta_0 \frac{\partial(2\theta_x)}{\partial(\sin^2\psi)} \quad (1)$$

ただし、 E : ヤング率, ν : ポアソン比, ψ : 試料面法線と結晶子面法線のなす角, θ_0 : 無ひずみ状態の結晶の回折角, θ_x : 結晶子面法線方向の回折角

本実験は、上記応力測定原理を応用し、MDG 使用により微細結晶の応力測定を行うが、MDG は、入射 X 線

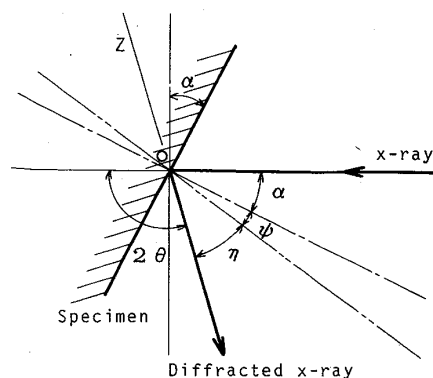


Fig. 4. Principle of measurement with a microdiffractometer.

Table 2. Conditions of X-ray diffraction with a microdiffractometer for strain measurement.

Accelerating voltage	40 kV
Tube current	35 mA
Collimator	0.1 mm
Slit	0.2 mm
Reflection	(300)
α -angle	$-15^\circ \sim +37^\circ$
Preset time	20~40 s
Step width	4/100°
Rate meter	200~5 000 cps
Chart speed	80 mm/min

角度が水平コリメーターにより固定されている。このため、試料は入射 X 線に対して垂直位置に取り付け、試料の回転により、入射 X 線角 ϕ_0 を変えることが必要となる。Fig. 4 に MDG 反射法による測定法の原理を示す。いま試料を垂直軸に対して α 回転した場合、試料面法線と結晶子面法線のなす角 ψ は、式(2)のごとくなる。

$$\psi = 90 - (\theta + \alpha) \quad (2)$$

したがって、 α 回転を OZ 面から 37° までの間で行い、この間で 3~4 点について測定を行い、 $2\theta - \sin^2\psi$ 線図を作成し、式(1)から応力値を算出する。

測定は、まず成分均一な純鉄試料を使用して、MDG による応力測定方法について予備実験を行い、測定精度に及ぼす 2, 3 の因子について検討を行つたのち、ついで、実際焼結鉄について測定を行う。すなわち、まず装置の光学系軸を調整したのち、所定の電圧、電流にて回折を行う。試験片は試料ホルダーに粘土にて装着後、表面平行を確認したのち装置に取り付ける。光学顕微鏡にて目的視野を選定し、試料表面が入射 X 線方向に垂直となるよう鏡下観察下にて回転軸の調整を行う。ついで、 α 回転角を 0° にとり、ゴニオメーターを回折位置に固定する。この回折角にて X 線を照射し、試料ホルダーを揺動するとともに、同時に α 回転角を操作し、回折線が所定数存在することを確認する。なお、回折線が十分に認められない場合には、測定位置を変えて同様操作を繰

Table 1. Chemical composition of sinter (%).

Specimen	T.Fe	FeO	SiO ₂	CaO	Al ₂ O ₃	MgO	TiO ₂
Sinter	56.70	6.18	5.70	9.66	2.01	1.08	0.38

り返す。所定の回折線を確認後、各 α 角にてプロファイルを測定し、式 (1) から応力値を算出する。ヤング率、ポアソン比は、前報²⁰⁾ でえたヘマタイト鉱石の値を使用し、また、回折条件は、Table 2 に一括示す。

3.3 還元方法

3.3.1 光学系軸の調整

本実験では、微細結晶の還元を行うため、レーザー光線は、試料表面上で $0.1\text{ mm}\phi$ 以下に絞っている。レーザーヘッドから放射された光線が、顕微鏡鏡筒内を通過し対物レンズに到達する場合、これらの光学系軸が完全に一致している必要があり、この時にレーザー光線は真円状に絞られ、しかも出力が最大となる。このため、レーザーヘッド、顕微鏡用写真撮影カメラおよび顕微鏡相互の位置調整により、光学系軸を一致させるが、使用のレーザー光線は非可視光線のため、レーザー光線照射位置の確認は、プレパラート上に貼付した方眼紙を顕微鏡試料ステージ上に固定し、方眼紙の十字線上にレーザー光線を照射したのち、照射痕を顕微鏡にて観察することにより軸調整を行う。

レーザー出力の測定は、パワーメーターにより行うが、まずレーザーヘッド直前および試料表面上で行い、還元開始後は、主として試料表面上の出力を測定する。パワーメーター検出器は、顕微鏡試料ステージ直下に固定し、還元前後において出力の測定を行っている。

3.3.2 試料の還元

試料は、顕微鏡試料ステージ上の還元容器内にコンパウンドにて固定し、鏡下観察により目的視野を選定したのち、試料微動調整つまみにより、結晶をレーザー光線軸に一致させる。ついで、還元容器上ぶたをレーザー用対物レンズとともに回転し、シリコングリースにて容器を密封する。その後、顕微鏡の光軸切換ノブにより、光軸を試料観察からレーザー照射に切り換えたのち CO ガスを流入する。レーザー光線は、放射直後は出力がかなり不安定で出力変動が大きいため、還元開始直前にレーザー光線を放射し、出力の安定を確認したのち試料表面に照射する。また出力調整は、レーザーヘッド出口部に取り付けたスリットにより行っている。レーザー光線照射開始と同時に計時を行い、所定時間還元を行う。還元条件は、レーザー出力: 1.3 W 、還元時間: 2 min 、還元ガス: CO 、 $\text{CO} + \text{CO}_2$ (35%) および H_2 各 50 ml/min である。

3.3.3 微小領域の温度測定

骸晶状ヘマタイトの還元は、 $0.1\text{ mm}\phi$ に絞られたレーザービーム加熱下において行うが、加熱面積が微小で、しかもレーザー光線の試料表面への直接照射による加熱

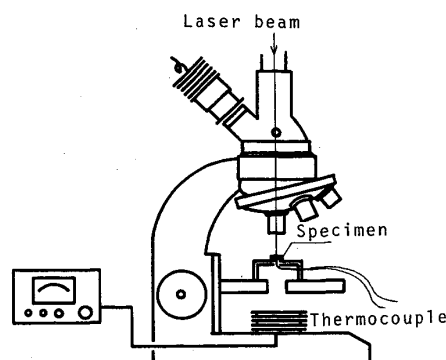


Fig. 5. Schematic diagram of apparatus for measuring the temperature.

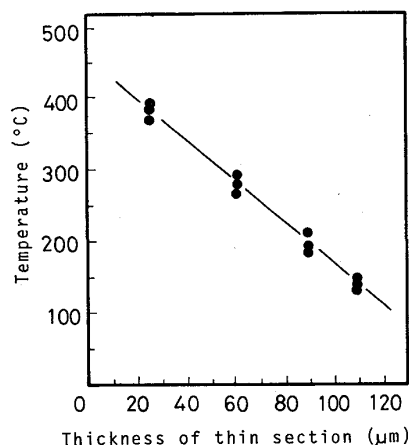


Fig. 6. Calibration curve between the temperature and the thickness of thin section.

のため、目的領域の熱電対による試料表面温度の測定は困難である。このため、光吸収が類似の緻密赤鉄鉱を使用して、所定の厚みの薄片試料を作成し、薄片下部より温度測定を行い、温度検量線を作成して還元時の試料表面温度を推定している。

Fig. 5 は、温度測定装置の概略を示すが、まず顕微鏡により、レーザー光線軸と目的視野の一致を確認したのち、さらに熱電対位置の確認を行う。その後レーザー光線を照射し、測温を行う。なお、測温に使用の熱電対は、 $0.3\text{ mm}\phi$ アルメル-クロメル熱電対である。また、薄片試料の厚みは、 $26, 62, 90, 110\text{ }\mu\text{m}$ である。Fig. 6 に測温結果から作成した温度検量線を示すが、今回還元で用いたレーザー出力 1.3 W での試料表面温度は、同図から約 460°C と推定された。

4. 結果および考察

4.1 結晶内均一歪みの測定結果

応力測定は、一般に多結晶試料について行われてお

り、粗大結晶では回折線がえられにくいため、格子面間隔 d 値の正確な決定が困難であるといわれている。まずはじめに骸晶状ヘマタイトの測定を行い、回折図形がえられることを確認したのち、純鉄試料を用いて測定方法の検討を行った。測定は MDG により行うが、MDG が歪み測定用に開発されていないため、試料ホルダー、ゴニオメーターなど装置固有の検討をはじめ、測定方法についても、以下の項目について詳細な検討を行い、測定方法を確立後、目的結晶の測定を行った。

- 1) 繰返し測定精度
- 2) α 回転角設定時の誤差
- 3) 試料揺動法と試料固定法の比較
- 4) 試料取付位置の回折 X 線強度に及ぼす影響
- 5) 測定中の試料微動

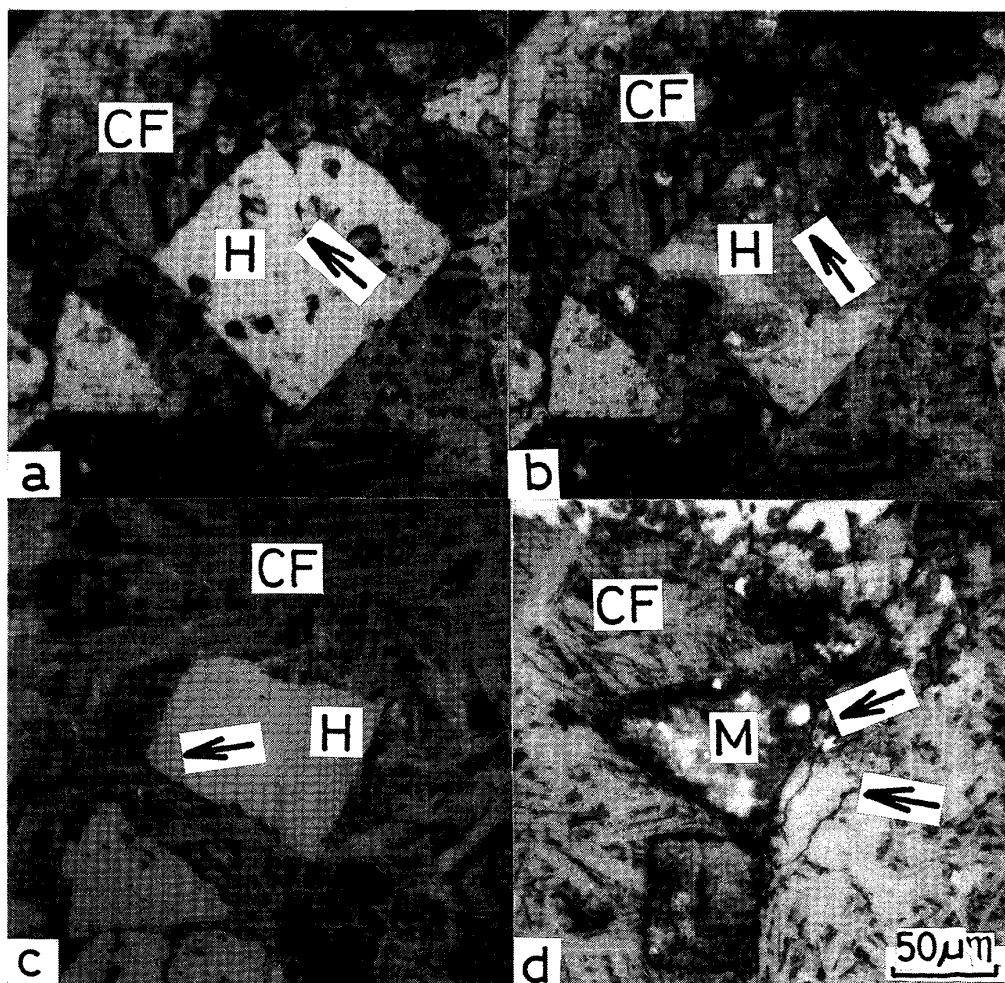
その結果、MDG 使用では、試料ホルダー設定時、 α 回転角の回折線位置への影響および測定位置の影響はさわ

めて大きいこと、また、X 線照射面積が $100\ \mu\text{m}\phi$ と小さいため、回折線強度が弱く測定誤差が大きくなるため、回折線強度が最大となる位置にまで試料の回転、移動を行う必要があることが明らかとなった。ついで骸晶状ヘマタイトについて測定を行ったが、この場合には任意の結晶について測定しても回折図形がえられるとは限らず、またえられた場合でも試料を傾斜した場合、所定数の回折図形がえられない場合がある。多数の測定から解析に十分な回折図形がえられたものについて、 $2\theta\text{-}\sin^2\psi$ の回帰直線から勾配を求めた。

骸晶状ヘマタイト結晶の歪み測定から応力値を算出し

Table 3. Stress in skeletal hematite crystal.

No.	Stress (kgf/mm ²)	No.	Stress (kgf/mm ²)
1	2.5	6	7.4
2	10.8	7	2.6
3	6.5	8	0.1
4	0.6	9	1.6
5	1.8	10	4.2



a : CO, 2 min reduction b : CO, 12 min reduction c : CO+CO₂ (35%), 46 min reduction d : H₂, 24 min reduction
H : Skeletal hematite M : Magnetite CF : Calcium ferrite ↓ : Crack

Photo. 1. Crack propagation in sinter structure during reduction at 460°C.

た結果を Table 3 に示す. 本測定結果から, 骸晶状ヘマタイトの結晶内には, 応力はきわめて小さく, まれに 10 kgf/mm^2 程度の応力が存在することが確認された.

4.2 還元試験結果

Photo. 1 a は, CO 還元 2 min の組織写真を示す. レーザー光線は, このヘマタイト結晶中央部に照射し, ヘマタイト結晶とその周辺部のカルシウムフェライトの還元を行う. 還元開始と同時に, ヘマタイト結晶周辺のカルシウムフェライト部に, わずかに炭素析出が観察される. Photo. 1 b は, 12 min 還元の組織写真を示すが, 視野全面に炭素析出が起こるとともに, クラックの成長が認められる. 以上のごとく, CO 還元の場合には, 還元開始とともにまずカルシウムフェライト部に炭素析出が起こり, さらに還元の進行にともない, 炭素析出量が増大するとともに, 結晶内にクラックが発生している. Photo. 1 c は, $\text{CO} + \text{CO}_2(35\%)$, 46 min 還元の組織写真である. $\text{CO} + \text{CO}_2(35\%)$ 還元の場合には, CO 還元に比し, 炭素析出がきわめて少なく, また, クラックの発生時期の時間的ずれがあるのが特徴的であるが, クラックの発生は, CO 還元の場合と同様に, まずヘマタイト結晶粒内に起こっている. 一方, H_2 還元の場合には, Photo. 1 d に示すごとく, ヘマタイト結晶がマグネタイト相に相転移が完了したにもかかわらず, 目的結晶粒内にクラックの発生をみていない. しかし, マグネタイト化した結晶は, 顕微鏡観察により膨張現象が確認され, このため, 結晶周辺のカルシウムフェライト部に多数のクラックが観察されている.

4.3 還元進行にともなう結晶内の均一歪み変化

Fig. 7 に骸晶状ヘマタイト結晶の CO および $\text{CO} + \text{CO}_2(35\%)$ 還元の際の結晶内の歪み変化曲線の一例を示す. また, 参考までに, これら歪み量を前報でえたヘマタイト鉱石の物性値を使って応力換算した曲線も示

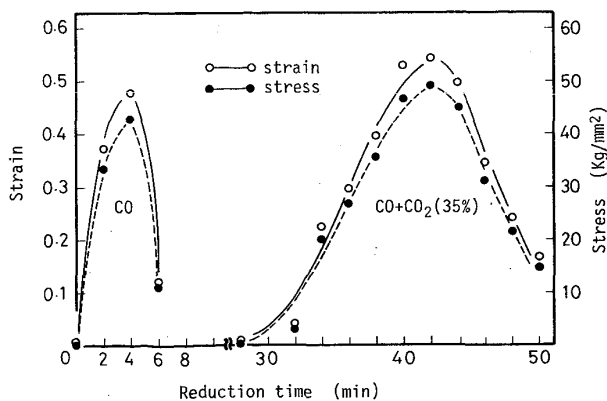
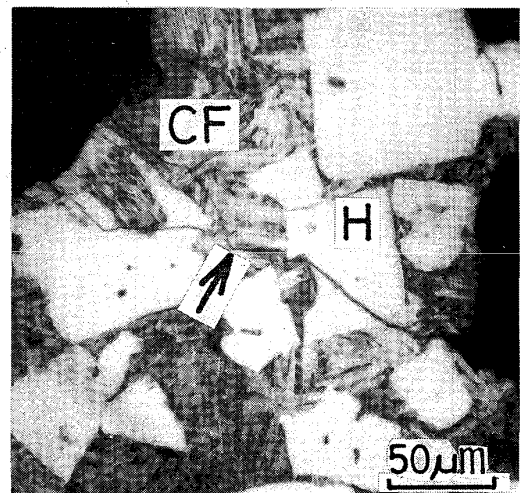


Fig. 7. An example of the change in stress in the course of reduction of skeletal hematite.

す. 還元は 460°C で行っているため, この熱による物性値の影響を考慮する必要があるが, ヘマタイトの温度依存のデータが見あたらないため, 他の酸化物の値を参照し²¹⁾, 温度による影響を 10% と仮定して計算したものである. CO 還元の場合, 還元開始後結晶内の歪みは, 急激な増大を示し, 還元時間 6 min で最高値に到達し, 同時にクラックの発生をみている. また, クラック発生にともない, 歪みの解放は急激で, 曲線はシャープな形状を示している. さらに, クラック先端部について, クラックの伝播にともなう歪みの追跡測定を行った結果, 歪みは約 0.5~0.6 で推移しており, その後, クラックが結晶内を通り抜けたのち, 隣接結晶から成長してきたクラックと, カルシウムフェライトを通して結合しているのが確認されている (Photo. 2).

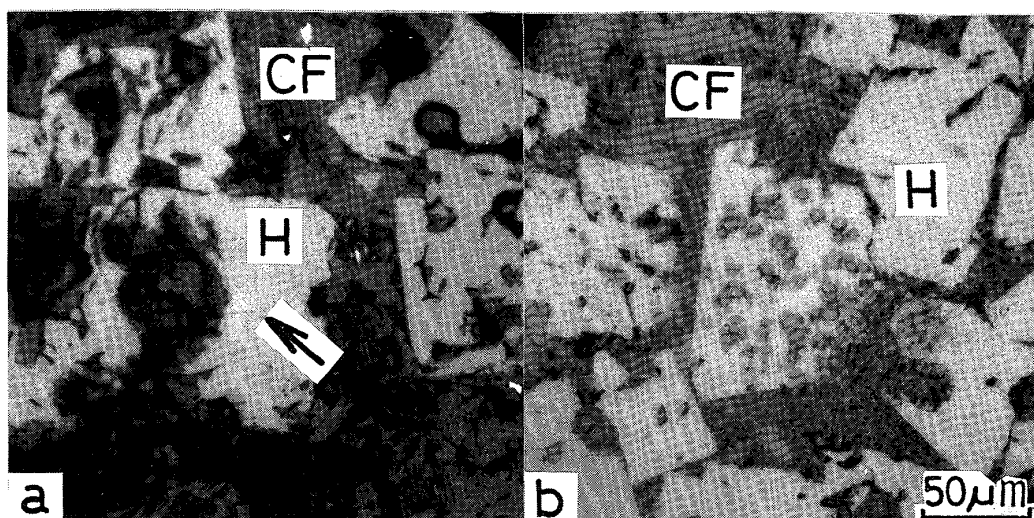
$\text{CO} + \text{CO}_2(35\%)$ 還元では, 還元にとまなう結晶内の歪みの増大および最高到達値は, CO 還元の場合とはほぼ類似の傾向を示したが, 歪み発生開始時期に大きなずれが生じ, しかも, 歪みの増大およびクラック発生後のその位置における歪み解放現象が緩慢となっているのが特徴的である.

一方, H_2 還元の場合には, 還元にとまなう結晶内の歪みの挙動は, 前二者の場合とは相違し, 明瞭な歪み変化曲線をえるまでには至っていない. しかし, 還元過程における結晶内の歪みはかなり変動しており, 反応にとまなう歪みの変化は推定されるが, H_2 還元の場合には, 反応が結晶面全域にわたって比較的均一に進行しており, CO 還元のごとく結晶内の一点に歪みが集中されなかつたため割れに至らなかつたものと思われる. すなわ



H : Skeletal hematite CF : Calcium ferrite
↓ : Crack

Photo. 2. Crack propagation through the calcium-ferrites during reduction by CO.



a : CO, 4 min reduction b : H₂, 10 min reduction H : Skeletal hematite CF : Calcium ferrite ↓ : Crack
Photo. 3. Micrograph of surface appearance of the sinter immediately after reduction.

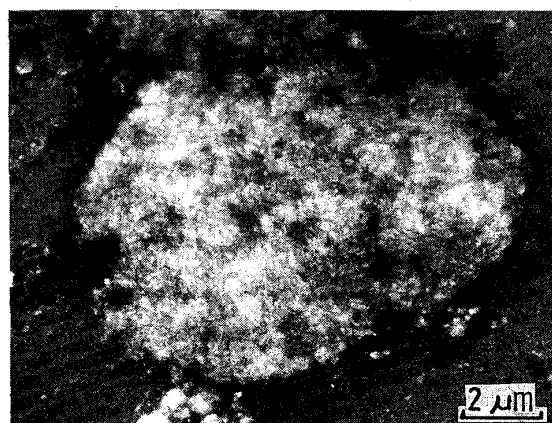


Photo. 4. Fine structure in the reduced part of skeletal hematite observed by SEM.

ち、Photo. 3 a, b は、CO と H₂ 還元開始後の結晶内の組織変化の一例であるが、CO 還元の場合は、結晶内のある一点から還元が開始して割れの発生をみているのに反し、H₂ 還元の場合には、結晶内全域にわたって反応が進行していることが明瞭である。いま Photo. 3 b の反応点の二次電子像を示せば、Photo. 4 のごとくである。写真から明らかなごとく、反応点は、微細気孔が多数発生し、多孔質体となつていことから、H₂ 還元では、発生した歪みが、この気孔の形成により解放されたものと推定される。

4.4 ヘマタイト鉱石の圧縮試験結果

Fig. 8 にヘマタイト鉱石の圧縮強度測定結果を示す。X線法では、ある特定の結晶面の強度を測定するのに対し、力学的測定は試料の平均的な強度となつていするため、

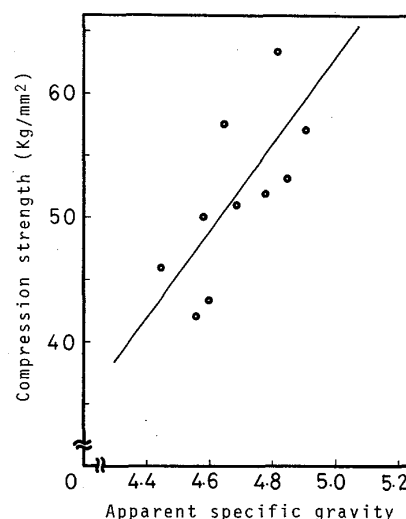


Fig. 8. Compression strength of hematite ore.

直接の比較はできないが、参考までに結果を示したものである。鉱石の圧縮試験は、前報²⁰⁾と同様方法で行い、鉱石の見掛け比重に対して図示した結果、えられたデータは、強度値 40~70 kgf/mm² に集中しているが、データの中には最高 100 kgf/mm² を示したのものもある。

5. 結 言

微小部X線回折装置を使用して、均一歪みの測定方法の検討を行つたのち、骸晶状ヘマタイトおよびその周辺部の微小領域の還元を行い、還元過程における結晶内の歪みを測定し、以下の結果をえた。

- 1) 骸晶状ヘマタイトは、均一歪みがきわめて小さい。
- 2) 還元ガス種による骸晶状ヘマタイト結晶の還元挙

動には、必ずしも類似の傾向が認められず、CO および CO+CO₂(35%) と H₂ の間には、クラックの発生に至る還元割れ機構に相違が認められた。

3) 還元過程における結晶内の歪み変化は、CO および CO+CO₂(35%) では、結晶内に歪みが 0.5~0.6 に到達後、クラックの発生が認められたが、H₂ 還元の場合には、結晶内に歪みの発生は認められたが、明瞭な歪み曲線はえられていない。

文 献

- 1) 小島鴻次郎, 永野恭一, 稲角忠弘, 品田 功一: 鉄と鋼, **57** (1971), S17
- 2) 城本義光, 金山有治, 奥野嘉雄, 磯山 正: 鉄と鋼, **57** (1971), p. 1606
- 3) 川辺正行, 和栗真次郎, 稲角忠弘, 富井良和, 高松信彦: 鉄と鋼, **66** (1980), S698
- 4) 蟹沢秀雄, 和島正巳, 相馬英明, 三国 修, 伊藤幸良: 鉄と鋼, **67** (1981), S48
- 5) 春名淳介, 鈴木章平, 高崎 誠, 佐藤勝彦: 鉄と鋼, **67** (1981), S683
- 6) 井上勝彦, 林 秀高: 鉄と鋼, **68** (1982), S89
- 7) 春名淳介, 宮本国昭, 高崎 誠, 鈴木章平, 佐藤勝彦: 鉄と鋼, **68** (1982), S735
- 8) 井上勝彦, 林 秀高, 神野淳平, 南雲 博: 鉄と鋼, **68** (1982), S737
- 9) 林 秀高, 井上勝彦, 吉岡邦宏, 高橋 佐: 鉄と鋼, **68** (1982), S738
- 10) 井上勝彦, 池田 孜: 鉄と鋼, **68** (1982), p. 2190
- 11) R. BAUKLOH: Stahl Eisen, **27** (1956), p. 95
- 12) 佐々木稔, 榎戸恒夫, 近藤真一, 中沢孝夫: 鉄と鋼, **59** (1973), p. 1209
- 13) K. GREBE, H. KEDDEINIS and K. P. STRICKER: Stahl Eisen, **100** (1980), p. 973
- 14) 佐々木稔, 肥田行博: 鉄と鋼, **68** (1982), p. 563
- 15) 志垣一郎, 沢田峰男, 前川昌大, 成田貴一: 鉄と鋼, **68** (1982), p. 1513
- 16) 稲角忠弘, 品田功一, 川辺正行: 鉄と鋼, **68** (1982), p. 2207
- 17) 井上勝彦, 林 秀高, 西田 功, 吉岡邦宏: 鉄と鋼, **69** (1983), A17
- 18) 坂本 登, 福与 寛, 岩田嘉人, 宮下恒雄: 鉄と鋼, **70** (1984), p. 512
- 19) 日本材料学会, X線材料強度部門委員会, X線応力測定法標準 (1982)
- 20) 浅田 実, 大森康男: 鉄と鋼, **69** (1983), p. 739
- 21) G. V. SAMSONOV: 最新酸化物便覧 (遠藤敬一訳) (1978), p. 25 [日ソ通信社]