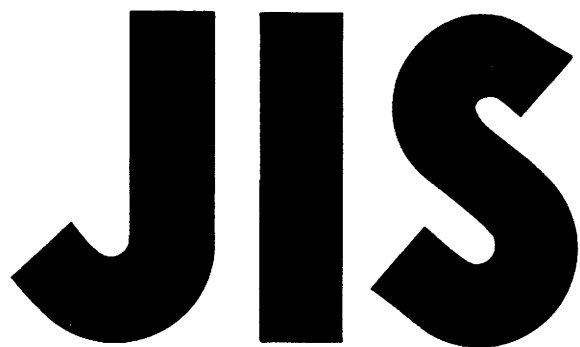




窒化けい素の相組成分析方法

JIS R 1640 : 2002

(2007 確認)

平成 14 年 1 月 20 日 制定

日本工業標準調査会 審議

(日本規格協会 発行)

著作権法により無断での複製、転載等は禁止されております。

まえがき

この規格は、工業標準化法に基づいて、日本工業標準調査会の審議を経て、経済産業大臣が制定した日本工業規格である。

この規格の一部が、技術的性質をもつ特許権、出願公開後の特許出願、実用新案権、又は出願公開後の実用新案登録出願に抵触する可能性があることに注意を喚起する。主務大臣及び日本工業標準調査会は、このような技術的性質をもつ特許権、出願公開後の特許出願、実用新案権、又は、出願公開後の実用新案登録出願にかかわる確認について、責任はもたない。

JIS R 1640には、次に示す附属書がある。

附属書1(参考) 窒化けい素の回折図形

附属書2(参考) ガザーラ法

附属書3(参考) プロファイルフィッティング法

附属書4(参考) リートベルト法

主 務 大 臣：経済産業大臣 制定：平成 14.1.20

官 報 公 示：平成 14.1.21

原案作成協力者：社団法人 日本ファインセラミックス協会

審 議 部 会：日本工業標準調査会 標準部会（部会長 杉浦 賢）

審議専門委員会：窯業技術専門委員会（委員長 松尾 陽太郎）

この規格について意見又は質問は、経済産業省 産業技術環境局標準課[〒100-8901 東京都千代田区霞が関 1 丁目 3-1 TEL 03-3501-1511(代表)]にご連絡ください。

なお、日本工業規格は、工業標準化法第15条の規定によって、少なくとも 5 年を経過する日までに日本工業標準調査会の審議に付され、速やかに、確認、改正又は廃止されます。

窒化けい素の相組成分析方法

Methods for the quantitative phase analysis of silicon nitride

1. 適用範囲 この規格は、X線回折装置を用いた窒化けい素の相組成分析方法について規定する。

備考 この規格でいう窒化けい素は、 α 形及び β 形窒化けい素を意味し、以下においてそれぞれを α 相及び β 相と称する。また、この規格でいう相組成分析は α 相及び β 相の質量百分率の分析に適用され、これら両相以外の結晶相又は非晶質相が含まれる場合は、相組成分析はそれら α 相及び β 相の相対的な質量比の分析となる。

2. 引用規格 次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版(追補を含む)を適用する。

JIS K 0131 X線回折分析通則

JIS R 1600 ファインセラミックス関連用語

JIS Z 8401 数値の丸め方

3. 定義 この規格で用いる主な用語の定義は、JIS K 0131又はJIS R 1600によるもののほかは、次による。

- a) ガザーラ法(the Gazzara method) 個々の回折線強度を観測データとして用いた、窒化けい素の相組成分析方法の一つである。この方法は、個々の回折線強度から結晶構造及び回折角(回折線位置)に依存した部分を取り除いて規格化し、更にそれらの平均値を用いることによって統計誤差を減少させ、相組成分析の精度を向上させたものである。個々の回折線強度として、ピーク強度又は積分強度を使用する。
- b) プロファイルフィッティング法(the individual profile-fitting method) 粉末回折パターンにおいて重なった回折線を個々のブラッグ反射成分に分解するパターン分解法の一つである。各反射の積分強度、回折線位置、及びプロファイルの幅・形状などに関するパラメータが得られる。比較的狭い 2θ 範囲の分解に適用され、原理的に格子定数、構造パラメータなどの予備知識を必要とせず適用できる特徴をもつ。この規格においては、ガザーラ法で用いる積分強度を求める方法として使用する。
- c) リートベルト法(the Rietveld method) 結晶構造モデル及びプロファイルモデルに基づいて計算された理論粉末回折パターンを、最小二乗法を用いて観測パターン全体にフィッティングすることによって、結晶構造パラメータを精密化することを目的とした方法である。試料が複数成分の場合、フィッティングによって精密化される各成分のスケール因子が被照射体積に比例することを用いて相組成分析を行うことができる。

4. 装置 JIS K 0131によって規定されたX線回折装置のうち、集中方式に基づいた回折装置を用いる。

5. 試料及びその調整方法 試料は粉末試料とし、JIS K 0131に記された方法によって試料ホルダーへ充てんする。試料が焼結体の場合は、分析精度の観点から、粉碎によって粉末試料とすることが望ましい。

6. 回折強度の測定 プロファイル強度を測定する。測定は、JIS K 0131によるほか、次の項目について条件を設定