

## Quantitative analysis of iron ore sinter by X-ray powder diffraction method

Deock Nam Kim and Hyung Sun Kim

Department of Materials Science and Metallurgical Engineering, Suncheon National University, Suncheon 540-742, Korea

(Received March 28, 2000)

**Abstract** Quantitative analysis of iron ore sinter consisting of hematite, magnetite, calcium ferrite and slag was investigated by X-ray internal standard method. After selecting NaF and SiO<sub>2</sub> as internal standard materials, the calibration curves were determined and were applied to quantitative analysis of the internal standard method. Calcium ferrite was identified as a solid solution of CaO · 2Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> with 7 wt% and 3 wt% solubility of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and SiO<sub>2</sub>, respectively. The maximum deviation of quantitative analysis of synthetic iron ore was about ±5 wt%. The contents of each mineral calculated in industrial sinter were 27~40 wt% of hematite, 20~30 wt% of magnetite, 22~33 wt% of calcium ferrite and 10~20 wt% of slag.

## X선 분말 회절법을 이용한 소결광 구성광물상의 정량분석

김덕남, 김형순

순천대학교 재료·금속공학과, 순천, 540-742

(2000년 3월 28일 접수)

**요 약** 소결광을 구성하는 광물상(hematite, magnetite, calcium ferrite, slag)들을 X선 내부표준법을 이용하여 정량분석을 하였다. 분석에는 표준물질로 NaF와 SiO<sub>2</sub>를 선택하여 교정곡선을 작성하여 내부표준법에 적용하였다. 소결광내에 존재하는 calcium ferrite는 순수 CF(CaO · Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)의 X선 회절피크는 나타나지 않았으며, 순수 CF<sub>2</sub>(CaO · 2Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)에 근접하였으나 CF<sub>2</sub>에 소량의 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 SiO<sub>2</sub>가 고용된 4원계(Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>)에 보다 더 근접한 것으로 나타났다. 합성소결광의 정량분석은 두 표준물질 모두 상대오차가 ±5 wt% 내에서 일치하였다. 실제 소결광의 정량분석결과 hematite는 27~40 wt%, magnetite는 20~30 wt%, calcium ferrite 22~33 wt%, slag 10~20 wt% 범위에서 분포하였다.

### 1. 서 론

소결광은 제철산업의 고로 원료로서 강도, 입도, 열간 환원성 등의 물리적 성질 외에 화학성분이 고로 조업상 요구되는 목표치로서 관리될 필요가 있으며, 실제로 공장에서는 고로 조업에 각기 다른 방법으로 소결광 품질관리를 하고 있다. 소결광 품질관리 측면에서 품질정보를 조업에 feed back 하는 것이 늦어서 실제 조업과 결부시키기 어려우므로 Fe meter 등의 대응, 특성치 검출기의 개발 및 제품의 입도, 강도, 화학성분의 연속 자동 측정장치에 의한 정보의 신속화에 사용되고 있다. 소결광은 산화철광물(헤마타이트, 마그네타이트)과, 칼슘페라이트, silicate(슬래그) 등으로 구성되어 있으며 이들 구성비는 석회석의 배합량에 의존된다. 일반적으로, 석회석의 양이 증가하면, 헤마타이트, 마그네타이트가 감소하고 칼슘페라이트가 증가한다[1]. 제선 원료로

사용되는 소결광의 구성 광물상은 각종 철산화물 슬래그의 복합 상으로 구성되어 있으며 기존의 광물상 정량 평가방법으로는 광학현미경을 사용하여 광물조직 형상 및 휘도에 따라 광물조직을 정량적으로 분석하는 image analyser 법이 이용되고 있다[2]. 그러나 칼슘페라이트 경우 형상에 따라 주상(CaO · 2Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), 침상(CaO · Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), 판상(2CaO · Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)으로 구분하여 정량분석을 하고 있어 분석에 따른 오차를 수반하고 있다. 또한, 시편준비 과정이 복잡하며 고가의 장비사용비와 전문기술을 필요로 한다.

X선 분말회절법을 이용한 소결광의 정량분석은 일본 Osaka 대학의 Usui 등에 의해 소결광의 환원 초기과정에서 광물상인 단일 입자의 헤마타이트에서 마그네타이트로 변환되는 과정에 대해서 EPMA(Electron Probe Micro-Analysis) 및 X선 내부표준법을 사용하여 정량분석을 시도하여 각 광물상을 정량화 하였다. EPMA 분석결과 칼슘페

Table 1  
Experimental conditions to make calcium ferrites

Types	CF(CaO · Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	CF <sub>2</sub> (CaO · 2Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	CF <sub>2</sub> (solid solution)
JCPDS No.	32-0168	19-0221	33-0250
Composition	CaO(27 wt%) Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (73 wt%)	CaO(15 wt%) Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (85 wt%)	CF <sub>2</sub> (90 wt%) Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (7 wt%) SiO <sub>2</sub> (3 wt%)
Holding temperature (°C)	1200	1200	1250
Holding time (h)	50	30	10

라이트는 CF<sub>2</sub>(CaO · 2Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)에 SiO<sub>2</sub> 6%, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2%로 존재한다고 보고하였다[3, 4]. 일본 Kobe 제강 회사의 철강 기술센터에서 X선 내부표준법을 이용한 소결광 광물상의 정량법을 시도한 연구는 내부표준 물질로 CaF<sub>2</sub>를 첨가하여 헤마타이트, 마그네타이트, 칼슘페라이트의 상을 정량 시도 하였으나 그 결과는 알 수가 없었다[5]. Matsuno 등은 내부표준 물질 NaF를 이용하여 소결광 광물상의 정량분석을 하였으나 결과는 보고되지 않았다[1]. 기존의 연구에서는 X선 회절법을 이용한 정량분석에서 각 각의 다른 형태로 존재하는(2CaO · Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO · Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO · 2Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 칼슘페라이트에 대한 결과는 없었으며, 소결조건에 따른 칼슘페라이트의 변화 또한 언급되지 않았다.

본 연구에서는 소결광을 구성하는 광물들을 X선 회절법을 통하여 쉽게 정량적으로 비교 평가할 수 있는 방법을 연구하며, 지금까지 형상만으로 구분이 가능한 주상형의 CaO · 2Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>), 침상형의 CaO · Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(CF), 판상형의 CaO · Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(2CF) 칼슘페라이트 상들을 구분하여 소결광 구성광물인 헤마타이트, 마그네타이트, 칼슘페라이트를 정량적으로 나타내고자 한다. 위 정량분석을 바탕으로 제선원료로 사용되는 소결광 광물조직의 정량분석을 경제적으로 소결광 품질을 해석함으로써 소결광 광물상 적정화를 위한 슬래그 및 열량 제어를 가능하게 하고자 한다.

## 2. 실험 방법

### 2.1. 시편준비 및 방법

본 실험에서 사용한 표준시료는 헤마타이트(Junsei Co. Japan), 마그네타이트(Junsei Co. Japan)를 사용하였으며, 내부 표준물질은 NaF(J. T. Baker, Inc. USA)와 SiO<sub>2</sub> (Junsei Co. Japan)를 사용하였다. 또한, 칼슘페라이트 제조에 필요한 표준시료로 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>는 위와 같은 시료를 사용하였으며, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>은 Aldrich Co. Inc. USA 것을 사용하였다. 칼슘페라이트는 CF(CaO·Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)의 경우 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: CaO(73 : 27 wt%), CF<sub>2</sub>(CaO·2Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)는 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: CaO(85 :

15 wt%), CF<sub>2</sub> 고용체인 경우 CF<sub>2</sub>: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: SiO<sub>2</sub>(90 : 7 : 3 wt%)로 각 각 배합하여 건식법으로 혼합하였다[7]. 소결은 전기로를 이용하여 CF와 CF<sub>2</sub>는 1200°C까지, CF<sub>2</sub> 고용체는 1250°C까지 승온한 후, CF는 50 h, CF<sub>2</sub>는 30 h, CF<sub>2</sub> 고용체는 10 h 동안 노에서 유지시킨 후 급냉 시켰다. 칼슘페라이트 제조 조건을 Table 1에 나타냈다. 헤마타이트, 마그네타이트 그리고 각각의 칼슘페라이트를 내부표준 물질을 여러 무게비(wt%)로 혼합하여 마노유발(agate mortar)에서 30여분간 혼합한 후, 적분강도를 이용하여 각 광물상의 교정곡선을 작성하였다. 각 시료의 분말크기는 헤마타이트, 마그네타이트, NaF, SiO<sub>2</sub>는 각각 5 μm 이하로 택하였고, 제조한 각 각의 칼슘페라이트는 400 mesh(38 μm)에서 체걸음을 하였다. 분말 회절법에서 중요한 균일한 혼합을 위해서 소량의(0.5 g) 표준샘플과 내부 표준물질의 혼합물을 충분히 혼합하였으며 각 상의 강도는 3회 반복한 평균값을 취하여 정량분석에 사용하였다.

### 2.2. 정량분석 방법

본 연구에서 사용된 X선 회절기는 일본 SHIMADZU사의 XD-D1으로 타겟은 Co Kα(Fe filter)를 사용하였다. 피크의 중첩에서 오는 적분강도의 오차를 줄이기 위해 시간 상수에 따른 회절피크의 변화를 조사하였다. 본 연구에서는 1°/min의 주사속도에 0.15°의 수광슬릿을 사용하였고, 시간 상수는 시간 폭의 반 이하인 4.5 sec로 하였다. X선 회절에 의한 정량분석은 혼합물 중의 어떤 상의 회절무늬 강도가 그 상의 농도에 의존한다는 사실에 기초를 두고 있다. Klug & Alexander[8]에 의한 내부표준물질을 이용하여 정량분석하는 방법을 수학적으로 나타낸 식(1)을 이용하였다.

$$\chi_i = K \frac{I_i}{I_s} \quad (1)$$

여기서  $i = 1, 2, 3, \dots, n$ ,  $K =$  상수,  $I_i/I_s =$  내부표준 물질( $I_s$ )과 분석시료 강도비( $I_i$ )를 나타낸다. 따라서 교정곡선을 이용하여 얻은  $K$  값을 식(1)에 대입하면 원하는 성분 의 정량분석이 가능하다.

### 3. 결 과

#### 3.1. 각 광물상의 정성분석

실제 소결과정에서 생성되는 칼슘페라이트의 화학조성은 dicalcium ferrite( $2\text{CaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ ), monocalcium ferrite( $\text{CaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ ), hemicalcium ferrite( $\text{CaO} \cdot 2\text{Fe}_2\text{O}_3$ )의 이원계와  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 와  $\text{SiO}_2$ 를 소량 고용한 4원계 칼슘페라이트 등이 있다 [9-13]. Fig. 1에서는 Table 1에 따라 제조한 칼슘페라이트를 비교하였다. 세 형태의 칼슘페라이트 모두 가장 강한 회절선이 2개의 중첩되는 회절형태를 가지며, CF의 경우

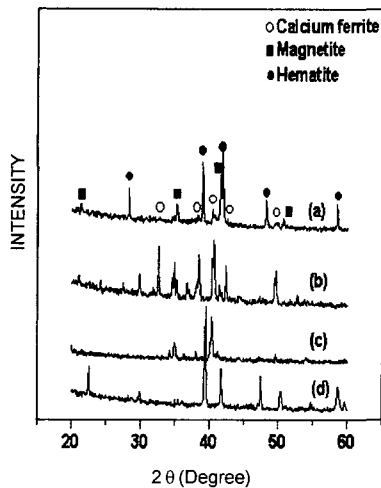


Fig. 1. XRD patterns of (a) industrial sinter, (b) solid solution of  $\text{CF}_2$ , (c)  $\text{CF}_2$  and (d) CF.

$d = 2.668 \text{ \AA}$ ,  $d = 2.675 \text{ \AA}$ 을  $\text{CF}_2$ 인 경우  $d = 2.605 \text{ \AA}$ ,  $d = 2.628 \text{ \AA}$ ,  $\text{CF}_2$ 에 7%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 와 3%의  $\text{SiO}_2$ 를 고용한 고용체  $\text{CF}_2$ 는  $d = 2.597 \text{ \AA}$ ,  $d = 2.605 \text{ \AA}$ 의 회절피크를 나타내었다. (c)  $\text{CaO} \cdot 2\text{Fe}_2\text{O}_3(\text{CF}_2)$  경우, 주회절선을 제외한 다른 피크는 소결광내 칼슘페라이트의 회절패턴과 근접하지 않는 이유로 칼슘페라이트는 순수  $\text{CF}_2$  자체로 존재하지 않는다고 여겨진다. 또한 소결광내에 CF (d)의 회절피크가 나타나지 않은 것으로 보아 소결광내에서 CF는 존재하지 않는 것으로 여겨진다.

#### 3.2. 내부 표준물질 영향 및 교정곡선

지금까지 소결광 정량분석에 사용되었던 표준물질들은  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{CaF}_2$ ,  $\text{NaF}$ 이었으며 이들의 질량 흡수계수는 Co 타겟일 때 각각  $106.6 \text{ cm}^2/\text{g}$ ,  $106.9 \text{ cm}^2/\text{g}$ ,  $15.52 \text{ cm}^2/\text{g}$ 였다 [14]. 본 연구에서 선정된 새로운 내부물질인  $\text{SiO}_2$ 의 질량 흡수계수는  $31.82 \text{ cm}^2/\text{g}$ 이다. 표준물질의 조건 중 하나는 흡수계수가 작아야 한다 [15]. 따라서 낮은 흡수계수를 갖는  $\text{NaF}$ 를  $\text{SiO}_2$ 와 함께 선정하여 두 표준물질의 차이를 비교하였다. Fig. 2는 내부표준 물질인  $\text{NaF}$ 와  $\text{SiO}_2$ 를 합성 소결광 광물상과 일정비율로 혼합하여 측정된 X선 회절 패턴 결과이다.  $\text{NaF}(200)$ 와  $\text{SiO}_2(101)$ 의 주회절선들이 다른 광물상의 피크와 중첩되지 않으며 강한 회절피크를 가지고 있다. 교정곡선 작성에 필요한 각 광물상들의 회절피크는 헤마타이트(104), 마그네타이트(220), 칼슘페라이트(240)로 선정하였다. 실제 소결광 회절피크에는 존재하지 않는 CF와 순수  $\text{CF}_2$ 의 교정곡선을 작성하여 칼슘페라이트의 적용범위를 넓혔다.

Fig. 3은 두 표준물질을 이용하여 작성한 각 광물상들의

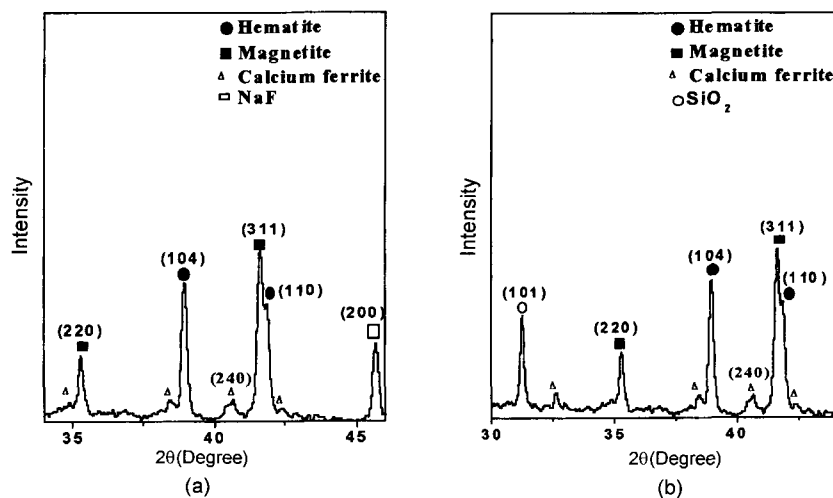


Fig. 2. Specified peaks of hematite, magnetite and calcium ferrite with  $\text{NaF}$  and  $\text{SiO}_2$ , applied to the internal standard method. (a) 35% of hematite, 35% of magnetite, 20% of calcium ferrite and 10% of  $\text{NaF}$ , (b) 3.5% of hematite, 35% of magnetite, 20% of calcium ferrite and 10% of  $\text{SiO}_2$  (as an internal standard material).

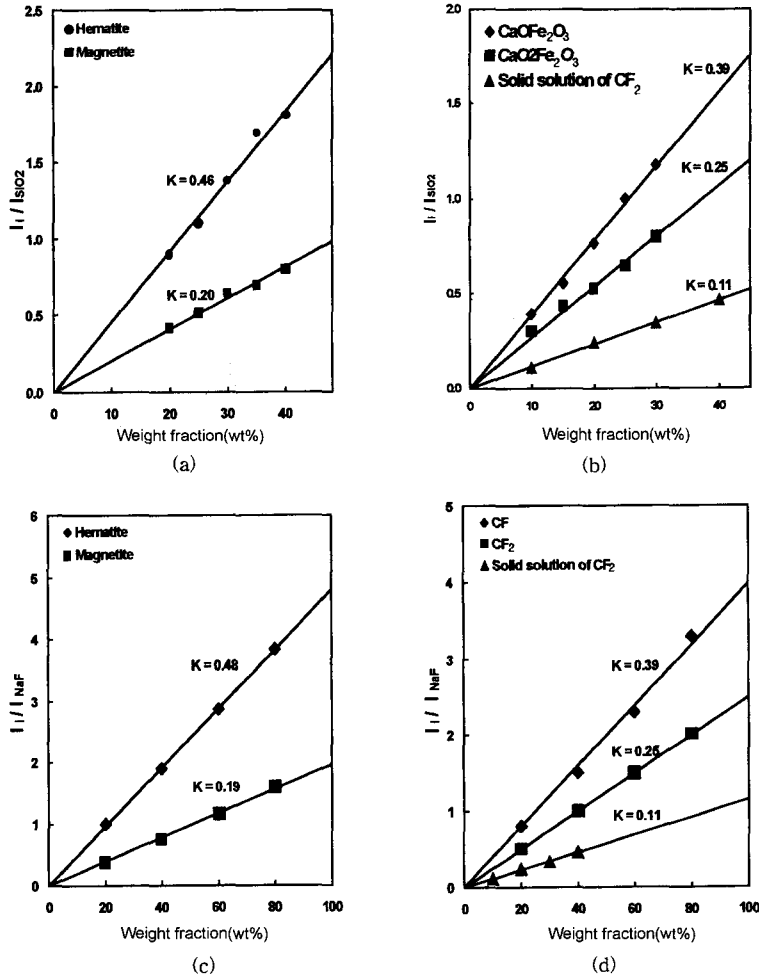


Fig. 3. Calibration curves of (a) hematite, magnetite and (b) calcium ferrite by  $\text{SiO}_2$ , and (c) hematite, magnetite and (d) calcium ferrite by NaF.

교정곡선이다. 식(1)로부터 구한 각 광물상의 K 값은  $\text{SiO}_2$ 가 표준물질인 경우 헤마타이트 : 0.46, 마그네타이트 : 0.20, CF : 0.39,  $\text{CF}_2$  : 0.25,  $\text{CF}_2$  고용체 : 0.11의 값을 가지며, NaF 경우 칼슘페라이트는  $\text{SiO}_2$  경우와 동일한 값을 가졌

다. 헤마타이트와 마그네타이트는 각각 0.48과 0.19로 두 표준물질이 근사한 K 값을 나타내었다.

### 3.3. 정량분석

Table 2  
Quantitative analysis of synthetic iron ore sinter determined by the internal standard method using  $\text{SiO}_2$

Sample	Hematite			Magnetite			Calcium ferrite		
	K	F	$\Delta$	K	F	$\Delta$	K	F	$\Delta$
A	30	30	0	30	30	0	30	27	-3
B	35	34	-1	35	37	+2	20	20	0
C	40	40	0	40	41	+1	10	16	+6

K : Known (wt%), F : Found (wt%),  $\Delta$  : Difference (%).

Table 3  
Quantitative analysis of synthetic iron ore sinter determined by the internal standard method using NaF

Sample	Hematite			Magnetite			Calcium ferrite		
	K	F	$\Delta$	K	F	$\Delta$	K	F	$\Delta$
A	30	32	+2	30	32	+2	30	28	-2
B	35	39	+4	35	35	0	20	21	+1
C	40	43	+3	40	37	-3	10	13	+3

K : Known (wt%), F : Found (wt%),  $\Delta$  : Difference (%).

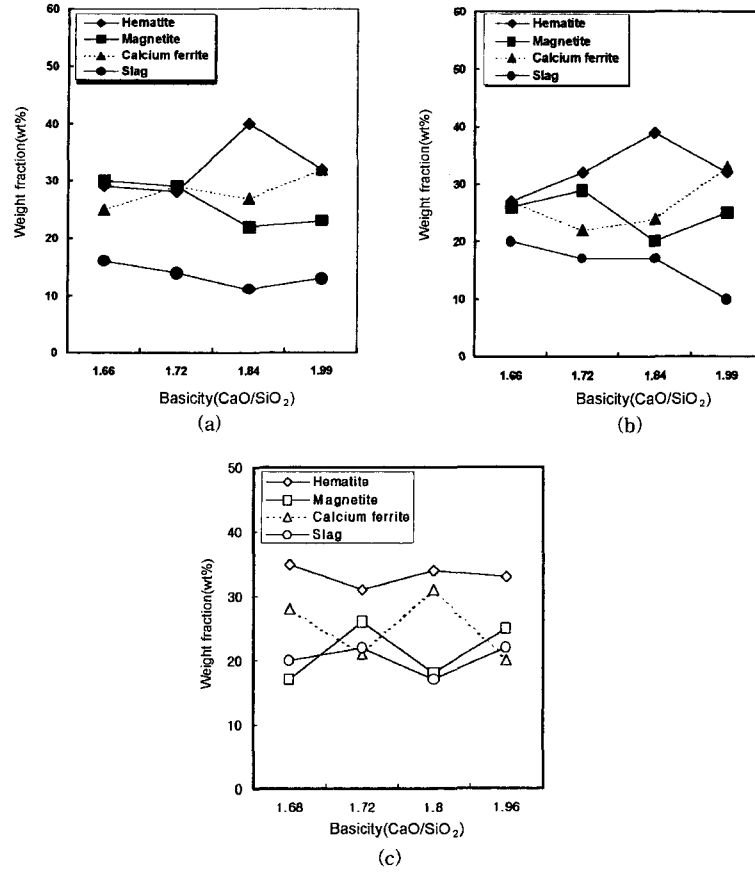


Fig. 4. Mineral component changes of industrial sinter by basicity (CaO/SiO<sub>2</sub>) for different standard materials (a) SiO<sub>2</sub> (b) NaF and (c) published data.

소결광 광물상의 대략적 분포는 염기도에 따라 다소의 차이는 있으나, 주로 세 광물상(헤마타이트, 마그네타이트, 칼슘페라이트)이 10~40 wt% 범위에서 존재한다는 전제하에 실제 소결광과 비슷한 조성을 가진 합성 소결광을 두 표준물질을 이용하여 내부표준법에 따라 정량분석을 하였다. Table 2와 3은 표준물질을 10 wt%로 고정된 후 헤마타이트 30~40 wt%, 마그네타이트 30~40 wt%, 칼슘페라이트 10~30 wt%로 변화를 주어 적분강도를 이용하여 표준물질과 혼합하여 만든 합성 소결광을 정량분석한 결과이다. Fig. 4에 실제 소결광을 정량분석한 결과를 염기도에 따라 작성한 소결광 광물상 양의 변화추세를 나타내고 있다. (c)는 염기도 변화에 따른 소결광 광물상을 화상해상법으로 정량한 결과이다[2]. 헤마타이트는 27~40 wt%, 마그네타이트는 20~30 wt%, 칼슘페라이트는 22~33 wt%, 슬래그는 10~20 wt% 범위에서 존재하였다. 그리고 같은 교정상수(K) 값을 갖는 두 표준물질은  $\pm 4$  wt% 오차범위 내에서 주로 나타났다.

#### 4. 고 찰

소결광의 정량분석에는 주로 화상해상법이 사용되고 있으나, 시편준비(마운팅, 연마, 현미경관찰등)와 시편의 채취(불균일조성)가 복잡하여 많은 시간과 인력을 필요로 한다. 따라서, 경제적이고 쉽게 간단히 시편을 준비할 수 있는 X-선 회절 분석을 이용한 소결광의 구성광물상의 정량화가 연구되었다. X-선 회절 분석은 종래의 방법(편광현미경 및 EPMA 사용) 보다는 분석용 채취의 시편량이 크므로 측정치의 신뢰도가 높다고 할 수 있다. X-선 회절 분석을 이용한 소결광 광물상의 정량분석에서 가장 어려운 부분은 칼슘페라이트의 분석이다. 헤마타이트와 마그네타이트 경우 불순물이 존재하나 그 양이 미미하여 무시할 수 있으나, 칼슘페라이트 경우 동질이상(polymorphism)으로 구성되어 그 형태가 소결조건에 따라 변하므로 정확한 상을 구분하는데 많은 어려움을 가지고 있다. Usui는 CaCO<sub>3</sub>를 표준물질로 하여 분석한 결과 헤마타이트 53.9 wt%, 마그네타

이트 12.3 wt%, 칼슘페라이트 19.7 wt% 로 존재한다고 하였다[4]. Matsuno 등은[1] 표준물질을 NaF로 선택하여 소결광을 정량분석을 시도하였으나 결과는 보고되지 않았다.  $\text{CaF}_2$ 를 표준물질로 사용하여 정량분석에 적용한 경우도 있으나 그 결과 또한 알 수 없었다[5]. 칼슘페라이트를 X선 회절법으로 정량분석할 경우 먼저 정확한 칼슘페라이트의 분석과 실제 소결광의 칼슘페라이트에 근접한 칼슘페라이트 제조가 필요하나 선행되었던 연구에서는 중요한 칼슘페라이트의 조성에 대한 언급이 부족하였다.

실제 소결광에서 칼슘페라이트는  $\text{CaO}$ 와  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 가 반응하여 칼슘페라이트를 형성하는 경우에는 석회석의 입자 주위에  $\text{CaO}$ 가 많은 경우 dicalcium ferrite( $2\text{CaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ )가 형성되며,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 가 많은 경우 hemicalcium ferrite ( $\text{CaO} \cdot 2\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) 생성된다고 알려져 있다[6]. Fig. 1에서  $\text{CF}_2$ 에  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 를 7%,  $\text{SiO}_2$ 를 3% 첨가하여 만든  $\text{CF}_2$  고용체(b)의 경우 소결광내의 칼슘페라이트회절 패턴과 잘 일치하는 것으로 보아 실제 소결광내의 칼슘페라이트는  $\text{CF}_2$ 에 소량의  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 와  $\text{SiO}_2$ 가 고용되어 있다고 여겨진다. 만일  $\text{CF}_2$ 가 존재하더라도 소량(5% 미만)으로 인해 X선 회절피크를 얻는데 어려움이 있는 실험방법의 문제점을 가진다.  $\text{CF}_2$  고용체의 생성은  $\text{CF}_2$  사면체 자리에 위치해 있던  $\text{Fe}^{3+}$ (0.69 Å) 이온들이  $\text{Si}^{4+}$ (0.40 Å)과  $\text{Al}^{3+}$ (0.53 Å) 이온들로 치환되면서 원자간 거리가 작아져, 낮은 d-value를 갖는 쪽으로 이동한 것으로 여겨진다[7].

Table 2와 3은 합성 칼슘페라이트와 헤마타이트, 마그네타이트에 선정한 두 표준물질  $\text{SiO}_2$ 와 NaF를 첨가하여 정량분석을 행한 것이다.  $\text{SiO}_2$ 가 내부표준물질인 경우, 헤마타이트와 마그네타이트는 계산치가 작은 오차범위에서 일치하고 있으나, 칼슘페라이트 경우 상대적으로 큰 오차 범위를 가졌다. 그 이유는 헤마타이트와 마그네타이트의 평균입경이  $5\mu\text{m}$  이하인 반면, 칼슘페라이트는 400 mesh( $38\mu\text{m}$ ) 이하의 평균입경에 따른 원인으로 생각되어진다. 또한, 칼슘페라이트의 함유량이 10 wt% 미만인 경우 피크와 노이즈의 구별과 분리의 어려움이 존재하였다. NaF 경우 각 광물상은  $\text{SiO}_2$ 와 비슷한 오차 범위 내에서 존재하였으며, 두 표준물질을 비교했을 때 최고 5 wt%의 오차범위를 가졌다.

소결광 생성 과정에 의하면, 염기도가 증가함에 따라 칼슘페라이트가 증가하며, 나머지 광물상인 헤마타이트, 마그네타이트, 슬래그양은 감소한다고 알려져 있는 반면[1], image analysis 분석결과에 의하면 염기도가 증가함에 따라 마그네타이트와 슬래그는 감소하고 헤마타이트와 칼슘페라이트는 증가한다고 보고하였으며, 염기도가 1.33 미만인 경우 칼슘페라이트는 판상형의  $\text{CaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3(\text{CF})$ 만 존재하며 1.33 이상이 되면 주상형  $\text{CaO} \cdot 2\text{Fe}_2\text{O}_3(\text{CF}_2)$ 가 생성되어 두상이 공존한다고 보고하였다[2]. 그러나 Fig. 2 결과에 의하면 1.6~2.0 염기도 범위에서는 판상형의 CF는

존재하지 않고 주상형( $\text{CF}_2$ )의 X선회절 패턴만 얻을 수 있었다. Fig. 4의 전체적인 경향은 두 표준물질(a와 b) 모두 칼슘페라이트와 헤마타이트가 염기도에 따라 증가하는 경향을 나타내며, 마그네타이트와 슬래그는 감소하는 경향을 나타내었다. (c)의 경우 규칙적인 변화는 찾을 수 없었다. 소결광 광물상의 생성과정에서 각 광물 상들이 생성되는 온도와 시간의 차이가 있으며, 소결광의 깊이에 따라 광물 상들의 형태와 조성이 변하게 된다. 따라서, 같은 층이라도 조성이 균일하지 않기 때문에 정량분석시 상대적 오차가 있다고 여겨진다. 또한, 분말의 거칠음과 표준 시료와의 순도차이(특히 칼슘페라이트)에서 기인하는 오차도 고려해야 한다. 본 연구에서 사용된 헤마타이트와 마그네타이트경우 순수 시약(순도 99% 이상)을 사용하여, 불순물( $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 0~2 wt%)을 함유하고 있는 소결광내의 헤마타이트, 마그네타이트와 순도차이가 존재하는 것으로 여겨지며, 실험실에서 제조한 칼슘페라이트도 실제 소결광내의 칼슘페라이트와 결정화도, 순도, 생성조건 등의 차이를 가지고 있다고 생각된다.

## 5. 결 론

소결광내에 존재하는 칼슘페라이트는 순수  $\text{CF}$ 의 X선 회절피크는 나타나지 않았으며, 순수  $\text{CF}_2$ 에 근접하였으나  $\text{CF}_2(\text{CaO} \cdot 2\text{Fe}_2\text{O}_3)$ 에 소량의  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 와  $\text{SiO}_2$ 가 고용된 4원계가 보다 가까운 것으로 나타났다. 적분강도를 이용하여 구한 각 광물상들의 K 값은  $\text{SiO}_2$ 인 경우 헤마타이트 = 0.46, 마그네타이트 = 0.20,  $\text{CF}_2$  고용체 = 0.11, NaF 경우 헤마타이트 = 0.48, 마그네타이트 = 0.19,  $\text{CF}_2$  고용체 = 0.11로 각 각 나타났다. 합성소결광의 정량분석은 두 표준물질 모두 상대오차가  $\pm 5\text{ wt\%}$  내에서 일치하였다. 실제 소결광의 정량분석결과 헤마타이트는 27~40 wt%, 마그네타이트는 20~30 wt%, 칼슘페라이트 22~33 wt%, 슬래그 10~20 wt% 범위에서 분포하였다.

## 감사의 글

본 연구는 1998년도 포항종합제철 주식회사의 연구비지원으로 수행되었음.

## 참 고 문 헌

- [1] F. Matsuno, S. Nishikida and H. Ikesaki, Tran., ISIJ (1984) 275.

- [ 2 ] B.L. Lim, T. Maeda and Y. Ono, J. of the Korean Inst. of Met. & Mater. 29 (1991) 986.
- [ 3 ] T. Usui, CAMP-ISIJ 1 (1988) 27.
- [ 4 ] T. Usui, CAMP-ISIJ 1 (1988) 28.
- [ 5 ] S. Hineo, S. Ichro and Y. Yasuhro, Proceeding of Japanese Metal Society S869 (1998) 89.
- [ 6 ] D.E. Lee, H.K. Shin, S.M. Moon, W.B. Chung and W.S. Chung, J. of the Korean Inst. of Met. & Mater. 34 (1996) 387.
- [ 7 ] K. Inoue and T. Ikeda, Iron and Steel 68 (1982) 2190.
- [ 8 ] H.P. Klug and L.E. Alexander, X-ray Diffraction Procedures, 2nd ed. (John Wiley & Sons, Inc., New York, 1973) p. 531.
- [ 9 ] F. Matsuno and T. Harada, Tran., ISIJ 21 (1981) 318.
- [10] Z. Wang, K. Ishii, Y. Sasaki, T. Tsutsumi, K. Higuchi and Y. Hosotani, Iron and Steel 84 (1998) 689.
- [11] J. Hancart and V. Leroy and A. Bragard, CNRM. 11 (1967).
- [12] M. Sasaki and T. Nakazawa, Iron and Steel 54 (1968) 1217.
- [13] S.J. Yoon, Y.H. Cho and C.K. Yang, J. of the Korean Inst. of Metals 26 (1988) 552.
- [14] R. Jenkins and R.L. Snyder, Introduction to X-ray Powder Diffractometry (John wiley & Sons, Inc., New York 1996) p. 234.
- [15] 김분집, 서일환, X-선회절분석 (반도출판사 1993) p. 166.