

新日鐵(株) 名古屋製鐵所 鈴木章平 春名淳介

○新井勝利

## 1. 目的

ESCA(X線光電子分析)は、比較的新しい元素分析手段として、その特長とする、 $10\text{ \AA} \sim 100\text{ \AA}$ の極表面分析及びケミカルシフトを利用した状態分析に、広く応用されつつある。

本研究では、高炉スラグ中の硫黄の状態を、ESCAによるケミカルシフトから測定し、その経時的酸化挙動を追求した。

## 2. 実験方法

実験に用いた機器は、非分散型X線光電子分析装置(島津—デュポンESCA650B)で、本装置には、ESCA本体の他にミニコンピューターによるマルチチャンネルアナライザーが付属しており、含有量の少ない成分の低レベルの信号を、くり返し走査し蓄積して、S/N比の改善及びデーターの平滑化等の機能を持っている。被測定物は、通常 $6\text{ mm}$ の試料ホルダー上に固定して測定するが、ここでは試料ホルダー上に両面テープの一面を貼りつけ、他面に何れも乳鉢で微粉末状にしたサンプルを付着させて分析に供した。試料へ照射するX線は、マグネシウムのターゲットから出る $\text{Mg-K}\alpha$ 線( $1253\text{ eV}$ )測定は $\text{S}2\text{p}$ 電子( $164 \sim 165\text{ eV}$ )に依った。

## 3. 結果

(1)  $\text{CaS}$ を実験室的にエージングを行ったものと、高炉スラグ中のSのスペクトルは近似している。(図1,2 参照)

(2) 高炉スラグからの溶出分を、蒸発乾固した成分のSスペクトルは、高炉スラグのそれと類似したスペクトルとなるが、これを詳細に検討すると、Sと化合している金属元素としては、Ca以外にK, Na等もSの挙動に大きく影響を与えていることが、推定される。

(3) 高炉スラグをエージングさせると、Sは除々に酸化が進行し、 $\text{S}^{2-}$ のピークは減少し、 $\text{S}^{4+}$ ,  $\text{S}^{6+}$ のピークが増大し、最終的には $\text{S}^{6+}$ のピークのみになる。

(4) ESCAによる高炉スラグの状態分析はその明確なケミカルシフトにより、多くの情報を得ることが出来る。特に高炉スラグには多数のピークがあり、これらのピークは将来基礎データが蓄積すれば分離可能となるであろう。

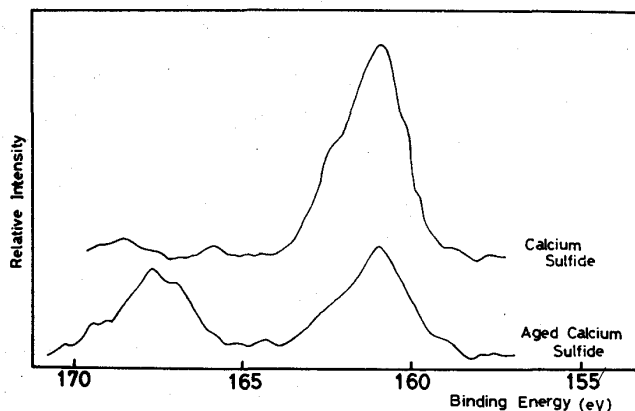


図1 Spectra of  $\text{S}_{2\text{p}}$  from calcium sulfide and aged calcium sulfide.

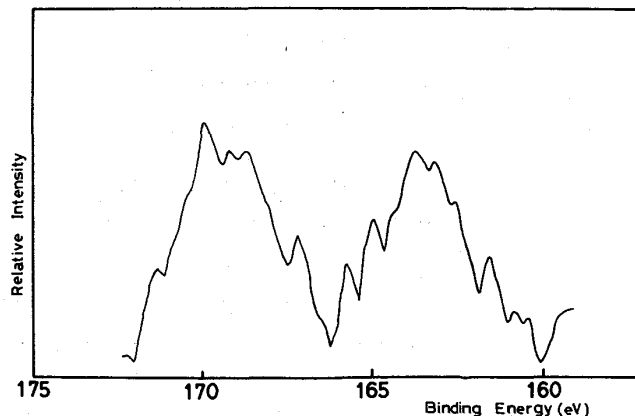


図2 Spectrum of  $\text{S}_{2\text{p}}$  from blast furnace slag.