

## (289) 真空型高周波誘導結合プラズマ発光分析における雰囲気ガスの影響 (鋼中微量りん及びほう素定量への応用)

新日本製鐵(株)基礎研究所 佐伯正夫 大槻 孝  
 ○横大路照男  
 (株)第二精工舎 高田紳一 松原道夫  
 大橋和夫

### 1. 緒言

鉄鋼分析でのICP分析において、従来、常圧型では困難であったPやSも最近では真空型ICP分析装置で定量が行われている。一方、鋼中微量域(P: 50 ppm以下, B: 20 ppm以下)の定量においては、まだその分析精度が十分でない。したがって、これらの定量における精度向上を目的とし、真空型ICPを用い、光路の雰囲気ガスの影響について検討を試みた。

### 2. 実験装置

第二精工舎製JY48PV(真空型ポリクロメーター, 吹付型不活性ガスパーシ光路チューブ付)を用いた。吹付型不活性ガスパーシ光路チューブ及び分光器への不活性ガス流路を図1, 2に示す。

### 3. 実験結果

3.1 分析条件の検討 多元素同時定量を前提としてArガス流量, 測光高さ, 高周波出力は鋼中Al定量の最適条件に合わせた。本報ではPI 178.29 nmを用い分光器内の雰囲気, 光路チューブ内をパーシする不活性ガス量及び種類について検討し, その結果を図3, 4に示す。真空度は $10^{-1}$  Torr程度で受光強度はほぼ一定となり, 特に少量の $N_2$ を分光器内にリークさせることにより一層安定する。

光路チューブ内の不活性ガスパーシ量は6 l/min以上が必要であり, 12 l/min以上になると発光強度がばらつく。また,  $N_2$ パーシに比べArパーシではプラズマがゆがみ, 発光強度がばらつく傾向が認められた。表1に鋼中P分析におけるD.L.とB.E.C.を示すがArパーシの方がblank強度の変動が大きい。この理由は, プラズマに同一ガスであるArを吹付けることによって, プラズマの形や放電状態が変化するためと考えられる。

3.2 鋼中P及びBの分析精度 JSS, BCS, 及び社内標準試料(炭素鋼, 低合金鋼, 高合金鋼を含む)を用い, 王水で溶液化(最終溶液試料濃度0.5 g/100ml)し, 微量域P, Bの分析精度を求めた。分析条件は真空度:  $10^{-1}$  Torr ( $N_2$ リーク), 光路パーシ量:  $N_2$  8 l/minとした。その結果, 表2に示すように, 精度よく定量できた。繰返し精度は鋼中P 20 ppmでRSD 4% B 15 ppmでRSD 2%であった。

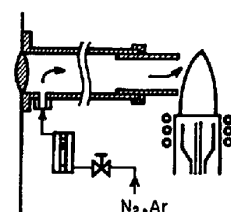


Fig. 1 Schematic diagram of purging gas flow in the optical tube.

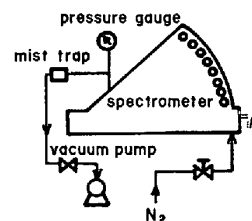


Fig. 2  $N_2$ -leak flow in the vacuum spectrometer.

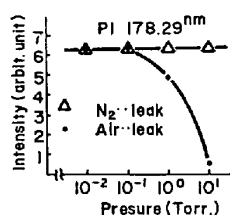


Fig. 3 Effect of degree of vacuum on spectrum intensity in  $N_2$  or air-leak atmosphere.

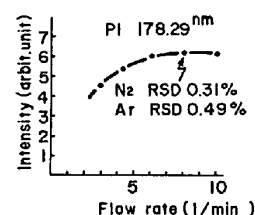


Fig. 4 Effect of purging gas flow rate on spectrum intensity.

Table 1 Detection limit and background equivalent concentration (PI 178.29 nm)

Purging gas	$N_2$	Ar
D.L. (%) *	0.0002	0.0004
B.E.C. (%)	0.028	0.028

\*  $2X \sigma$  blank

Table 2 Analytical accuracy of P and B in steels.

Analytical line (nm)	PI 178.29	BI 182.64
Concentration range (%)	0.002~0.07	0.0015~0.012
Number of standard samples	12	7
Average concentration (%)	0.026	0.006
$\sigma_d$ (%)	0.00075	0.00088