

Ⅲ 報 文

1. 降下ばいじん分析(ダストジャー法)における定量限界に関する検討

鈴木英世・沼川美登利・佐藤静雄・市橋正之

The Quantitative Limit of Dust Fall Survey (Dust jar method)

Hideyo SUZUKI, Midori NUMAKAWA, Shizuo SATOH, and Masayuki
ICHIHASHI

1. はじめに

現在降下ばいじん量の測定はダストジャー法によって行なわれているが、年々その量は減少している。

最近では降下ばいじん総量として、 $2\text{ t/km}^2/\text{月}$ の地域もあらわれた。

この程度の降下ばいじん量となると常法による分析ではその精度が問題とされる。

そこで分析法上での誤差要因等の検討を行ない、測定値の表示及び分析法についても検討を行った。

2. 検討方法

降下ばいじんの分析は重量法であるから、分析操作上秤量に関する項目を中心に検討した。

2.1 「沓紙+秤量ビン」の乾燥時間

沓紙の恒量の場合沓紙を秤量ビンに入れ、 105°C で乾燥しデシケーター内に放置し秤量するので乾燥時間と重量の関係を調べた。この実験における秤量は乾燥器から取出し直後に行なった。なお、これに用いた沓紙はワットマン41(18.5 cm)で秤量ビンは柴田 $30 \times 60\text{ mm}$ を用いた。

2.2 「沓紙+秤量ビン」蒸発皿、るつぼのデシケーター内放置時間

「沓紙+秤量ビン」は乾燥後デシケーター内に放置する。蒸発皿($D=10.5\text{ mm}$ 丸底)及びるつぼ($D=5.2\text{ mm}$ 丸型)は電気炉内で 800°C で1時間加熱後、デシケーター内に放置し、その経時変化をみた。

2.3 「沓紙+秤量ビン」、蒸発皿、るつぼの秤量値のバラツキ

「沓紙+秤量ビン」は6~8時間 105°C で乾燥しデシケーター内に2時間放置後15個1組として、のべ3回、45回秤量した。

蒸発皿及びるつぼは電気炉で800℃で1時間加熱後、デシケーター内に2時間放置後5～7個を一組として3回くり返し秤量した。

2.4 同一人による秤量値のバラツキ及び秤量における個人差

蒸発皿，中型るつぼ，小型るつぼの三種を用い，同一試料について同一人が5回秤量を行ない，また5人の分析者が同様に秤量を行なった。

3. 結果

3.1 「浜紙+秤量ビン」の乾燥時間

「浜紙+秤量ビン」の乾燥経時変化を図1に示した。

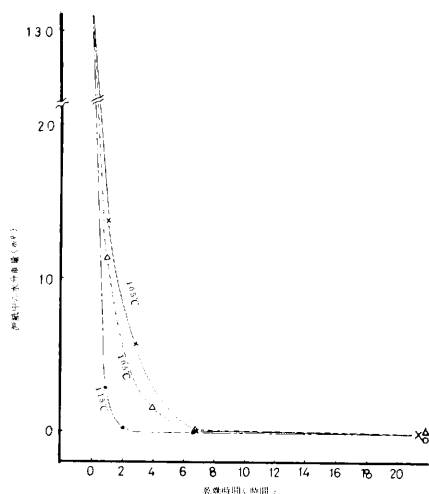


図1 浜紙の乾燥時間と水分の減少

これによると105℃で浜紙を乾燥する場合，恒量になるまで7～8時間以上が必要であることが判明した。その後21時間乾燥中に放置しておいたが重量変化が認められなかった。

1枚の浜紙重量は約2.3g(10枚の平均値)であり乾燥減量は約0.14gであった。

3.2 「浜紙+秤量ビン」，蒸発皿，るつぼのデシケーター内放置時間。

「浜紙+秤量ビン」を乾燥器から取り出し，デシケーター内に放置すると約30分で一定となった。その後24時間放置しても重量変化は認められなかった。

蒸発皿及びるつぼについては800℃で1時間加熱後デシケーター内に放置したが，浜紙同様約30分で一定となり，24時間後も重量変化は認められなかった。

図2に湿度30%以下及び68%における磁製皿の加熱後の重量変化を示した。これによると磁製皿の場合約30分で湿度にあまり関係なく一定重量になることが判る。

3.3 「 汚紙+秤量ビン 」，蒸発皿，るつぼの秤量値のバラツキ

汚紙恒量時におけるくり返し秤量結果を図3に，磁製皿恒量時におけるくり返し秤量結果を図4に示した。

汚紙の秤量におけるバラツキの幅は3 mg 程度であり，蒸発皿やるつぼの場合は2 mg 程度であった。

3.4 同一人による秤量値のバラツキ及び個人差

蒸発皿，中型るつぼ，小型るつぼを用いてくり返し秤量を行なった結果を図5に示した。

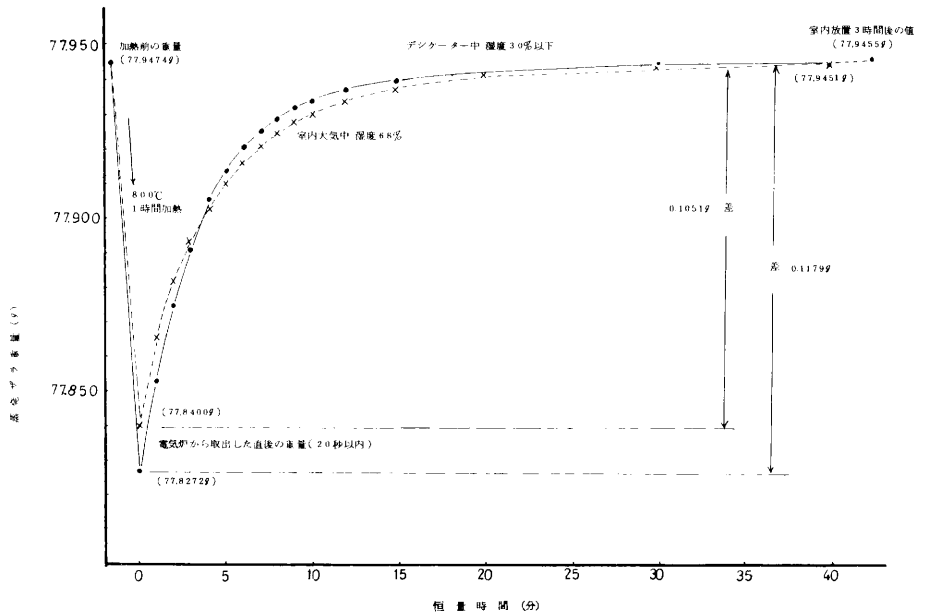


図2. 磁製セラ強熱体の恒量時間及び湿度との関係

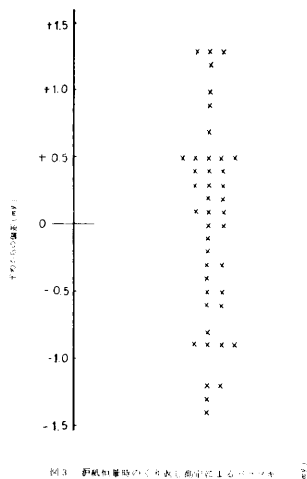


図3 試料量増減時のくり返し測定によるバラツキ

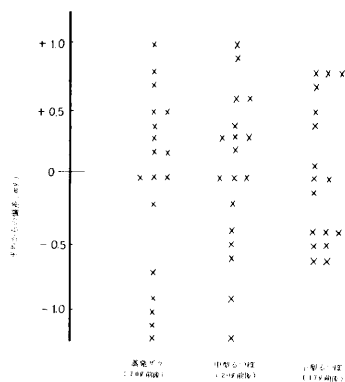


図4 高尾ゼツ製量時のくり返し測定によるバラツキ

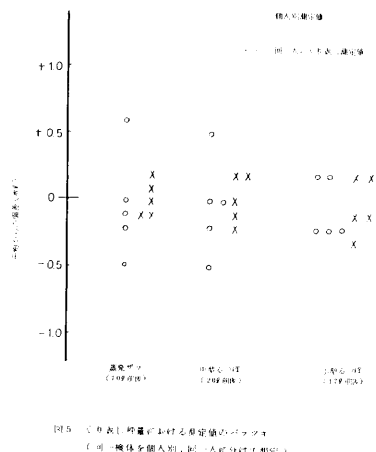


図5 くり返し検量における測定値のバラツキ (同一検体を個人別、同一人別に分けて測定)

同一人の場合のくり返しによるバラツキは試料総重量に関係なく $0.3 \sim 0.4 \text{ mg}$ であり、分析者が変わるとその幅はやや大きくなり、試料の総重量が大きくなるとその幅もやや大きくなる傾向がみられ、 $0.4 \sim 1.2 \text{ mg}$ であった。

4. 考 察

以上の基礎実験の結果、分析上で最も誤差を生ずる条件は沓紙の恒量にあると思われる。2時間程度の沓紙の乾燥では大きな分析誤差を生ずる恐れがある。

乾燥による沓紙の減量は約 0.14 g であるがこれを降下ばいじん量に換算すると約 $17 \text{ t/km}^2/\text{月}$ となり、川崎市内の最も降下ばいじん量の多い地点の量に相当する。

蒸発皿やるつぼの恒量にはさほど時間を要せず大きな誤差要因も見当たらない。

沓紙の乾燥に7～8時間以上必要なことは分析上でも問題があり、この操作を除くことが分析結果の精度を高める上からも必要となる。

そこで当研究所では、昭和53年1月から蒸発皿を用いて全量を蒸発乾固し、降下ばいじん総量を求める分析法に変更した(図6に分析フローシートを示す。)

蒸発皿（直径10 cm 重量約80 g）



電気炉で800℃1時間加熱，放冷後デシケータ中で2時間放置後，秤量



水浴上に移す



1ヶ月間放置採取したダストジャー中の降下ばいじん+雨水を順次注ぎ水分を蒸発させる



105℃2時間乾燥器で乾燥



デシケーター中で2時間放置恒量とする



秤量 降下ばいじん総量



電気炉で800℃1時間加熱，放冷後デシケーター中で2時間放置恒量後



秤量 灰分 強熱減

図 6. 降下ばいじん分析法のフローシート

次に分析結果の表示についてであるが，3.3で示したように蒸発皿の秤量におけるバラツキの幅が約2 mg あることから，これを降下ばいじん量に換算すると約0.2 t/km²/月となる。一般的にはこの数値の3倍即ち0.6 t/km²/月以下の数値には分析誤差を含んでいるものと見なければならぬが便宜上降下ばいじん分析結果の表示は0.5 t/km²/月未満をTr（痕跡）とし，0.5 t/km²/月以上は切り上げ1 t/km²/月として（小数点以下四捨五入）表示することにした。