

塵埃の同定とその化学成分の分析

Identification of Dust Particles and Analysis of Chemical Components in Dust

平 塚 豊*
Yutaka Hiratsuka

要 旨

電子機器の塵埃(じんあい)による障害の検討や機器生産職場の塵埃管理のうえで必要となる塵埃の分析について述べた。

塵埃粒子の同定は顕微鏡で観察し、標準物質から作成した標本と形態的特徴や光学的性質を比較して行なわれる。

塵埃の化学成分の分析は High Volume Air Sampler で、フィルタに捕集した塵埃を用いて次のように行なわれる。

- (1) Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-} , NH_4^+ は塵埃から水で抽出後それぞれ吸光光度法で定量する。
- (2) Na, K は水で抽出後、炎光光度法で定量する。
- (3) 一般金属成分は試料を灰化後グラファイト粉末と混合し、直流アーク法で分光分析にかけ、Spex 社 Mix Standard と比較して半定量する。
- (4) 有機物総量は試料を灰化し、重量減少量より求める。
- (5) 高沸点有機物エアゾル成分は塵埃試料からベンゼン抽出後、三種類の溶媒で脂肪族炭化水素、多核炭化水素、有極性物質に抽出分離し、それぞれをガスクロマトグラフにかけて構成成分を定量する。

1. 緒 言

電子機器に対する精密化、小形化および高信頼性の要求が高まり、これら製品の製造過程における塵埃に対する考慮の重要性が認められてきて、その構造、機能、必要とする信頼性などから相応するグレードのクリーンルームで生産するのが通念となりつつある。しかしクリーンルームといえども不断の管理を怠ると生産作業からの発塵や除塵装置の能力低下その他の理由で必要清浄度の限界を越す懸念がある。したがって定期的に塵埃量の測定を行ない、限界を越したら直ちに対策を実施する必要がある。この場合、塵埃の成分から発塵源を確かめ、それを排除することができれば最も効果的対策となる。

一般に塵埃の機械的な障害が問題となるときは塵埃の大きさや量の測定でじゅうぶんであるが、物性的機能を利用する製品や化学的な障害では塵埃の質的検討が重要である。換言すれば塵埃中の特定成分の多寡が障害の真の発生原因となっている場合が多々あるし、またそのような関係を究明するところまで進まなければ本質的に塵埃問題を解決したことにならないといえる。

いずれにしても塵埃問題を取り扱ううえで塵埃の成分を知ることには有益な資料を提供してくれるはずであり、その資料を大いに利用していく必要がある。

塵埃成分は複雑多岐にわたるし、それぞれの場合によって問題となる成分も異なるので、本論文では電子機器製造工場の塵埃成分を総括的に把握(はあく)する目的で行なう基本的な分析の概要を述べる。

2. 塵埃粒子の同定法

2.1 試料調製

調査対象となった場所から(1)シャーレ法、(2)ろ紙法、(3)インピンジャ法、(4)電気集塵計法などにより塵埃試料を採取し、これより検鏡試料を作成する。もちろんそれぞれ塵埃量を測定したのち、同定試料に流用してもよい。

* 日立製作所戸塚工場

特定の個所の塵埃たとえば接点面上に付着している粒子などを調べたいときはレプリカ法が有効である。これは(1)熱可塑性プラスチック膜を所定の場所に当て、器具で加熱加圧し、粒子を膜上に転写する方法⁽¹⁾と(2)採取場所を溶剤でしめらせ直ちに可溶性プラスチック膜を当て、溶剤が乾いたらハク離する方法がある。

塵埃粒子の検鏡試料は通常の顕微鏡標本作製と同様でスライドガラス上に適当な浸液で分散して行なう。浸液としては粒子の屈折率測定を考慮して各種のものを用意しておくのがよい。

エアサンプラーでメンブランフィルタに採取した塵埃はフィルタごと標本とする。すなわちフィルタの一部を切り取り、ひまし油(Caster Oil)を浸液としてスライドガラスに固定する。こうするとフィルタが透明となり透過光観察ができる。

なお、これら調製作業にはクリーンベンチを利用するのが好ましい。

2.2 同 定 法

塵埃粒子の同定法は、100倍前後の顕微鏡を用いて粒子の形、色、大きさ、表面構造、光学的性質を調べ、既知物質の粒子のそれらと比較して両者の相似性から未知粒子の物質を判定する方法である。したがって同定がうまく行なわれるようにするには、(1)比較用の標準標本をじゅうぶん備えること、(2)それらの標本の特長を記憶し、粒子を観察したらすぐ判定できるほどに熟練することが必要である。

標準標本の作製は、(1)物質の種類が非常に多いこと、(2)純粋な形で物質の微粉を得にくいことなどにより非常に労力のかかる仕事である。幸いに Gelman Instrument Co.(アメリカ)から有名な Microscopist W. C. McCron 氏の指導のもとに作製された Particle Reference Set が販売されている。これは大気中に見いだされる一般的な塵埃粒子 50 種を顕微鏡標本としたものである。

工場内で採取される塵埃にはこの Set にとりあげられていないものもかなり存在する。それらは工場の内装、設備、製品などの使用材料から発生する粒子であるから、それらの材料から標本を自製しなければならない。

(1) 透過光による観察

調製した検鏡試料はまず透過光で観察する。この場合の基本事

項は次のとおりである。

(a) 不透明粒子：金属粉（形状によって摩耗粉，切削粉，ショットなどの区別をする），炭素（大きさ，形状により油煙，石炭粉，有機物の炭化物を区別する），鉱物質（金属さび，塗料の顔料，その他の重金属化合物など），充てん物を多量に含むプラスチック。

これらのものは透過光のみでは同定できないから反射光観察やなんらかの成分分析を併用する必要がある。

(b) 透明粒子：ガラス，透明な鉱物（劈（へき）開や複屈折が判定に役だつ），合成繊維（最近では光沢をなくしたり，染色性を増すため複雑な断面形状をもたせたり，充てん物を入れたりするため必ずしも透明ではない），プラスチック。

(c) 透明で組織構造のみられる粒子：生物組織（植物の花粉，種子の毛，木粉，パルプ，動植物繊維，昆（こん）虫の破片など），充てん物を含むプラスチック。

(2) 反射光による観察

透過光で観察して不透明もしくは透明度の悪いものは反射光で観察するのがよい。この場合改めて 10 mm 角などのフィルタ（Gelman 社や Millipore 社の Metricel filter）の上に塵埃を分散させたものを検鏡試料としたほうが観察しやすい。

金属は色と光沢から見わけられるが，その材質は特定のものを除いてはなんらかの分析を行なわなければ判別できない。炭素は色と光沢によって見わけられることが多い。重金属化合物類は顔料のような特異な色をもっているものは比較的判定しやすいが，大部分は成分分析をしてみないとわからない。成分分析を試みる一方法として，試料の分散したフィルタを王水のヒュームにあてて粒子を溶解させ，その溶液のしみこんだフィルタを用いてスポットテストを行なうことがあげられる⁽²⁾。

(3) 偏光顕微鏡による検鏡

塵埃粒子が形態的（Morphological）に類似している場合に複屈折の有無で区別できることがある。たとえばガラスと石英とは典型的な例である。

複屈折性は直交ニコル下で観察することにより容易にわかる。しかもそのときの干渉色による粒子の色と大体の粒子厚みから複屈折の度合いが推定され，粒子同定の有力な手掛りとなる。

物質の屈折率も同定上貴重な性質である。偏光顕微鏡を用いればベック線法⁽³⁾か分散法⁽³⁾により粒子のおおよその屈折率が簡単に測定できる。

(4) その他の方法

以上の顕微鏡観察で同定できない場合は種々の分析手段を併用するとよい。たとえば (a) スポットテスト⁽⁴⁾ (b) 電子顕微鏡観察，(c) 電子線回折：(d) Electron Probe Microanalyzer，(e) 赤外顕微鏡分析，(f) 発光分光分析などがあげられる。このうち (a) は特別の装置がなくてもできるので大いに活用すべき方法である。

3. 塵埃中の水溶性化学成分定量法

3.1 サンプルング法

Staplex 社（アメリカ）製 High Volume Air Sampler（図 1）を用い，8×10 インチのガラス繊維フィルタに大量の空気をこして浮遊塵埃を捕集する。ガラス繊維フィルタを使用した場合の Sampler の空気通過流量は約 1 m³/min である。通過空気量は測定場所の清浄度によるが 1,000 m³ を標準とする。

3.2 試料採取用フィルタについて

フィルタとしては塵埃重量を秤（ひょう）量する関係で湿分の影響を受けないガラス繊維フィルタを使用する。アルカリ金属元素の定

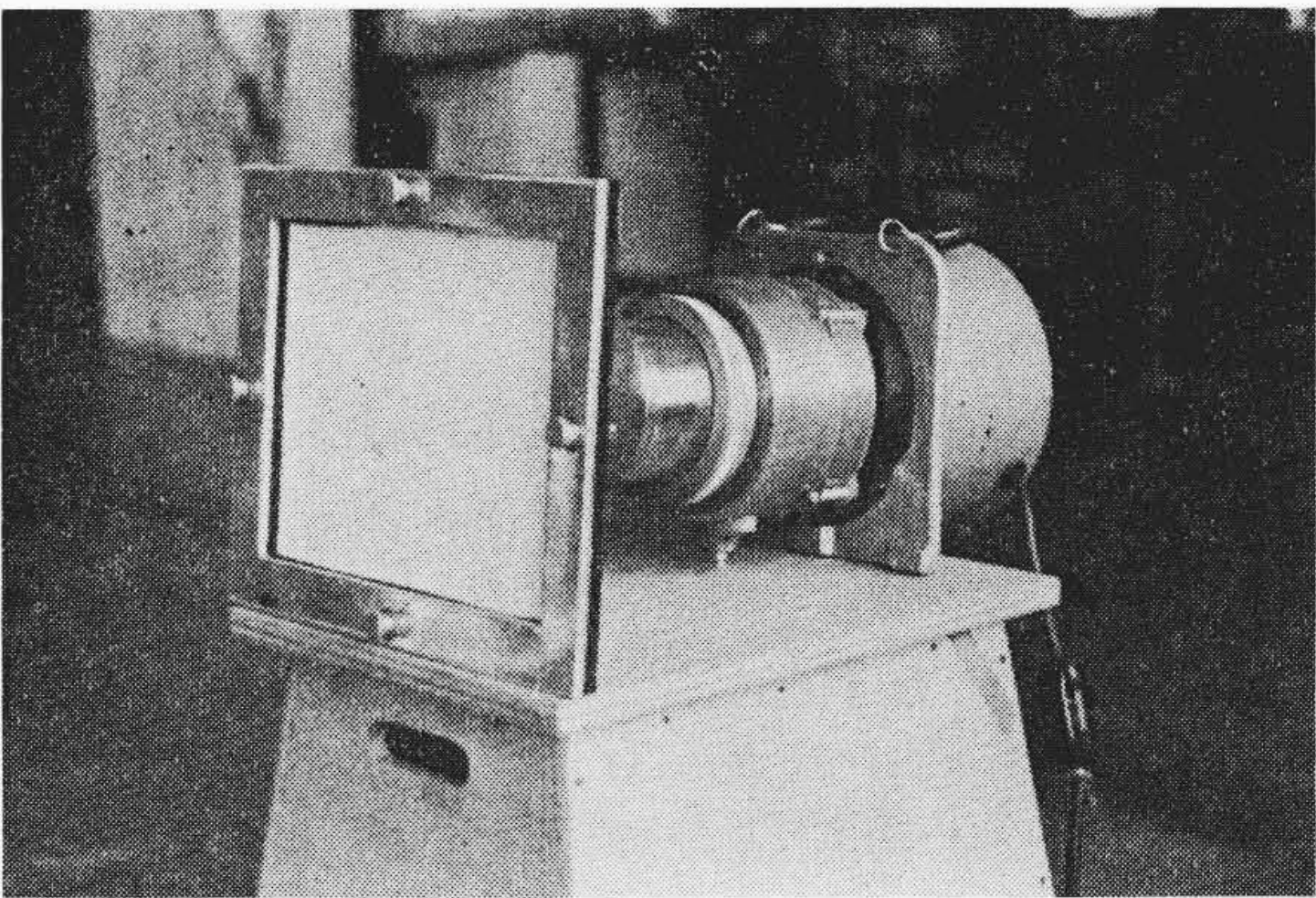


図 1 Staplex 社製 High Volume Air Sampler

表 1 Gelman 社 type A ガラス繊維フィルタの特性

項	目	特 性	値
成 大 厚 見 強 集 価	き か け 密 塵	ホ ウ ケ イ 酸 ガ ラ ス 折 る と 割 れ る	8×10 in
			0.33 mm
			0.37 g/cm ³
			99.8% (1μ)
ブ ラ ン ク 値	ベ ン ゼ ン 抽 出 物 Cl ⁻ NO ₃ ⁻ SO ₄ ⁻² NH ₄ ⁺		200 円/枚
			7.2 mg/枚
			0.12 mg/枚
			0.08 mg/枚
			1.76 mg/枚
			0.11 mg/枚

表 2 水溶性化学成分の定量法

成 分	方 法（吸 光 光 度 法）	定 量 濃 度*	精 度**
Cl ⁻	チオシアン酸水銀・硫酸第二鉄アンモニウム法	2.5 ppm 以上	5.98%
NO ₃ ⁻	キシレノール法	1 ppm 以上	3.85%
SO ₄ ⁻²	クロム酸バリウム・ジフェニルカルバジット法	1 ppm 以上	4.67%
NH ₄ ⁺	インドフェノール法	0.5 ppm 以上	2.94%

* ブランク値を考慮した場合の試料濃度
** n=5~6 の標準偏差率

量を必要とするときはガラス繊維フィルタからのブランク値が高いので別にセルローズフィルタを用いる。

ガラス繊維フィルタは種々のものが市販されているが，筆者は Gelman 社の type A を使用している。その特性値は表 1 に示すとおりである。

3.3 分析成分の抽出

塵埃を採取したフィルタの 1/4 面積を分析に使用する。これを約 1 cm 角に切断し，すり合わせ還流冷却器付き 100 ml 三角フラスコに入れ純水を用い，沸騰湯浴で加熱抽出する。2 回の抽出液および洗浄液を合わせて 100 ml の定容とし，諸成分の分析用試料とする。

3.4 各成分の定量法

塵埃中の水溶性化学成分として通常分析しているものは Cl⁻，NO₃⁺，SO₄⁻²，NH₄⁺，Na⁺，K⁺ である。これら成分の分析法には各種の方法が提案されているが，検討の結果次の表 2 に示す方法が感度および精度のうえから塵埃分析に適している。

Cl⁻ の分析法は JIS K 0101「工業用水試験法」に採用されている方法に準じたもので，試料採取量や試薬添加量を塵埃分析に適するように多少変えて使用している。

SO₄⁻² は一般には塩化バリウムによる比濁法が用いられているが，

再現性に乏しかったのでやや複雑であるがクロム酸バリウム法⁽⁵⁾を使用している。

NO₃⁻の定量法は U. S. Public Health Service 標準法⁽⁶⁾に準じた方法で共存成分の影響が少ない良い方法である。ただ硫酸濃度により吸光度が大きく影響を受けるので注意を要する。

NH₄⁺の定量法は Riley 氏⁽⁷⁾が発表し、Crowther 氏ら⁽⁸⁾が改良した方法に準じている。ネスラー法やピラゾン法などと比較した結果、操作の簡便さ、精度、感度、妨害が少ないなど非常にすぐれた方法であることがわかった。

Na⁺、K⁺の定量はセルローズフィルタに採取した試料をポリエチレンビカに入れ、純水で加熱抽出したのち、炎光分析⁽⁵⁾にかけて行なう。

4. 金属成分の半定量分光分析

塵埃中の特定の金属成分を定量したいときは比色分析、ポーログラフ、原子吸光分析、発光分光分析など目的に適合した方法を選んで行なうが、ここではそれら個々の例について述べることはできないので、塵埃成分を総括的に把握するために行なう半定量分光分析の方法について述べる。

標準試料は Spex 社(アメリカ)製 Mix Standards を日立製分光分析用黒鉛粉末で希釈し、各元素含有率が1.0% から0.0001% まで7段階になるよう調製したものを使用する。

塵埃試料としては High Volume Air Sampler を用いてセルローズフィルタに採取したものを使用する。これの一定面積を細断して磁製ルツボに入れ、低温で炭化させたのち550℃で30分間灰化する。灰分は秤量後三分し、一部はそのまま、ほかの二部は9および99倍量の黒鉛粉末と混合して発光試料とする。

筆者が使用している Optica B 5 格子形分光写真器の場合の分析条件の例を示したのが表3である。

表3 分光分析条件	
項 目	設 定 値
充てん電極	日立化成製 NE-1210
試料充てん量	10 mg
対電極	6.15φ 先端角 120°
弧光電流	DC 10A
露出時間	15 s
電極間げき	2 mm
スリット幅	30 μ
波 長 域	2,680~3,500 Å
乾 板	富士プロセス

同一条件でとった標準試料と分析試料のスペクトル線強度を比較して各元素の含有率を求めるのは通常のとおりであるが、その操作を簡便化するためにスペクトル線強度基準を定めた。すなわち水銀ランプを光源とし露光時間を段階的に変化させて一連のスペクトルをとり、それらから目視でやっと思えられる弱いものを基準番号1とし、順次強いものを選んで14段階の線強度基準を作成した。この基準と乾板上のスペクトル線幅との関係は図2のような関係になっている。標準試料における各元素の濃度とスペクトル線強度の関係をこの線強度基準で表示すると表4のようになる。したがって試料のスペクトル線強度を、基準にしたスペクトル像と比較して該当番号を求めれば、表4から元素濃度を求めることができる。

黒鉛の希釈率を変えて3回分析するのは試料成分の検出濃度範囲を広くするためと緩衝剤効果をみるためである。

塵埃分析結果の一例は表5に示すとおりである。

5. 塵埃中の総有機物量

塵埃中の総有機物量はガラス繊維フィルタに採取した塵埃試料をフィルタとともに550℃で30分間加熱し、燃焼による重量減少を測定して便宜上求めている。この条件におけるフィルタの重量減少率を別に求めて測定値を補正する必要がある。

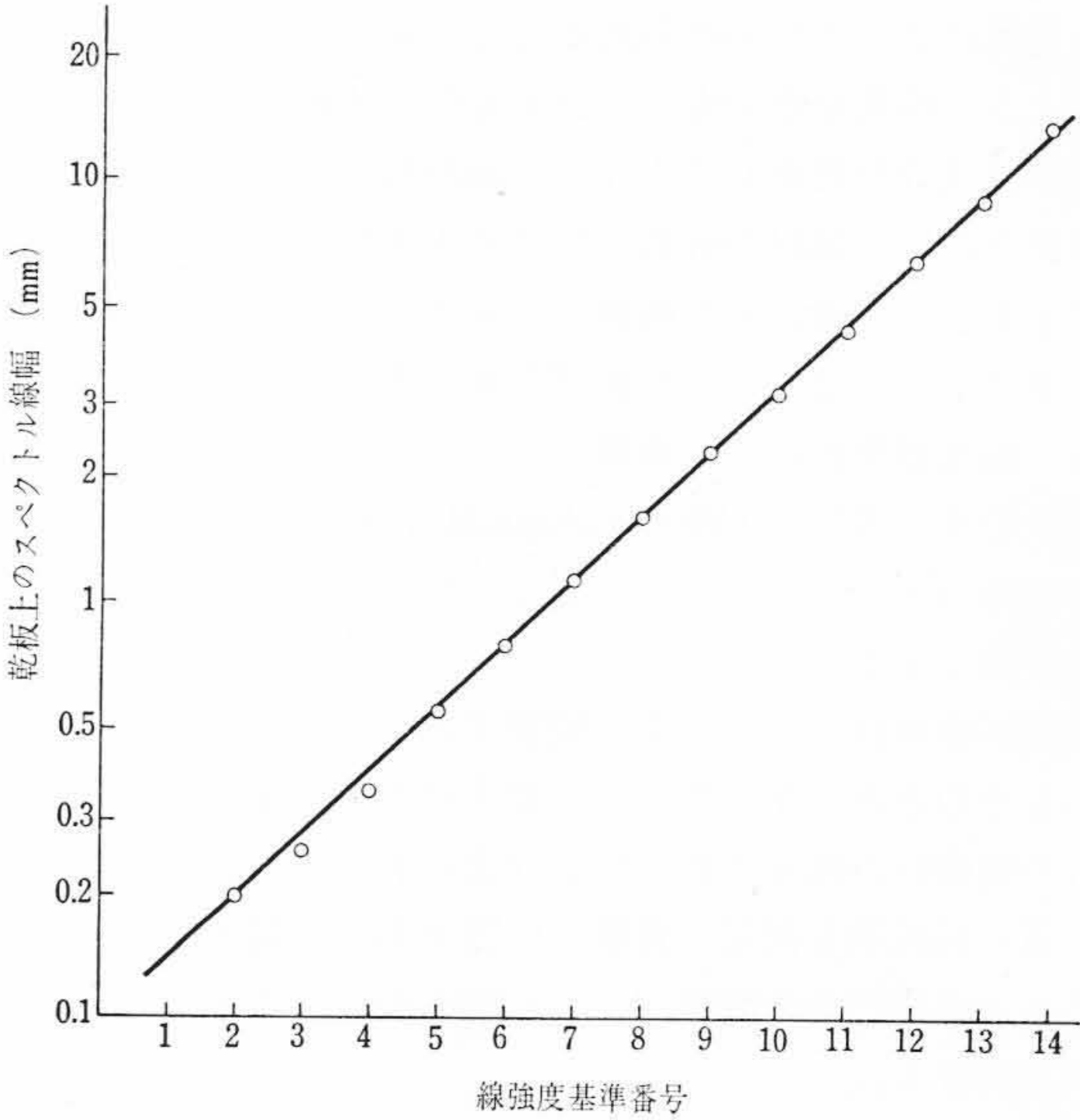


図2 線強度基準とスペクトル線幅との関係

表4 元素濃度とスペクトル線強度の関係

濃度 (%)										(Optica B 5 回折格子分光器, 表3の条件による)									
濃度 (%)										濃度 (%)									
元素・波長	1	0.5	0.1	0.05	0.01	0.005	0.001	0.0005	0.0001	元素・波長	1	0.5	0.1	0.05	0.01	0.005	0.001	0.0005	0.0001
Mn 2,794.8 Å	9.5	9.5	8	7.5	6	5	4	2.5	1	V 3,184.0 Å	8	8	6	6	4	1.5	—	—	—
Pb 2,833.1	9.5	8.5	7	6	4	3	2	1	—	Li 3,232.6	11.5	9	6	4.5	1.5	—	—	—	—
Th 2,837.3	6	5	4	3	—	—	—	—	—	Cu 3,247.5	12	11	9	8.5	6	5.5	4	3	3
Cr 2,843.2	6.5	6	5.5	5	4	2	1	—	—	In 3,256.1	14	13	10.5	9.5	5.5	5	2.5	1.5	1
Mg 2,852.1	>14	13	11.5	10	8	7	5	4.5	4	Cd 3,261.0	6	5.5	4.5	4	2.5	2	1	—	—
Sb 2,877.9	6	6	5.5	4.5	2	1	—	—	—	Ge 3,269.5	7.5	7	5	4.5	3	1.5	—	—	—
Si 2,881.6	10	9	7	6.5	5	4	2.5	2	1	Ag 3,280.6	13	12	11	10.5	7	6	4.5	4	2
W 2,896.4	2	1.5	1.5	—	—	—	—	—	—	Na 3,302.3	10.5	8	5.5	5	1.5	1	1	—	—
Fe 3,020.6	6	5.5	5	4.5	4	3	2	1	1	Be 3,321.3	8.5	8	7	6	5.5	4.5	1	1	—
Bi 3,067.7	10.5	10	8	7.5	6	4.5	1.5	1	—	Zn 3,345.1	9	7	5	4.5	3	2	—	—	—
Ba 3,071.6	6.5	5.5	4	2	—	—	—	—	—	Ti 3,349.4	7	7	6.5	5.5	4	2	—	—	—
Al 3,082.2	11.5	10.5	9	8	5.5	4.5	1.5	1	1	Zr 3,392.0	7	6	6	5.5	2	1	—	—	—
Nb 3,094.2	6	5.5	5.5	5	1	—	—	—	—	Ni 3,414.8	8	8	7	6	4.5	3	2	1	—
Mo 3,170.3	6	5.5	5	4.5	1.5	—	—	—	—	K 3,446.7	2	1.5	1	1	—	—	—	—	—
Sn 3,175.0	11	9.5	7	6.5	5	4	1.5	1	—	Co 3,453.5	10	9	8.5	6.5	5.5	4.5	1	—	—
Ca 3,179.3	8.5	8	7	6.5	4.5	2.5	1	1	—	Sr 3,464.5	8	7.5	7	6.5	4	2	1	—	—

注：9.5 は 9 と 10 の中間の強さ

表5 塵埃中の金属成分分光分析例 (単位 %)

場所 元素	L	M	N
Mn	0.05~0.005	0.01~0.001	0.5~0.05
Pb	0.05~0.01	0.05~0.01	0.05~0.005
Mg	5~0.5	5~0.5	5~0.5
Cr	0.0005 以下	0.0005 以下	0.0005 以下
Si	30~5	30~5	30~5
Bi	0.0001 以下	0.0001 以下	0.0001 以下
Al	5~0.5	5~0.5	5~0.5
Sn	0.5~0.1	0.5~0.1	0.0001 以下
Ca	5~0.5	5~0.5	5~0.5
V	0.005~0.001	0.005~0.001	0.001 以下
Cu	0.5~0.1	0.5~0.1	5~0.5
In	0.0005 以下	0.0005 以下	0.0005 以下
Na	5~0.5	1.0~0.1	5~0.5
Fe	5~0.5	1.0~0.1	5~1.0
Ti	0.5~0.1	0.5~0.1	5~0.5
Zn	0.5~0.1	0.5~0.1	5~0.5
Cd	0.0005 以下	0.01~0.005	0.0005 以下
Ni	0.01~0.001	0.01~0.005	0.0001 以下
Co	0.001~0.0001	0.005~0.0005	0.0005 以下
Ag	0.001~0.0005	0.001~0.0005	nil

表6 ガスクロマトグラフ分析条件

項 目	シクロヘキサン相	ニトロメタン相	エタノール相
カラム液相担体	シリコン SE-30 (1.5%) クロモソルブW40/60	シリコン SE-30 (1.5%) クロモソルブW40/60	シリコン SE-30 (1.5%) クロモソルブW40/60
カラム長さ	1 m	2 m	2 m
カラム内径	4.5 mm	3 mm	3 mm
カラム温度	215℃	225℃	200℃
キャリアーガス	N ₂ 60 ml/min	N ₂ 40 ml/min	N ₂ 42 ml/min
H ₂ 入口圧力	1.8 kg/cm ²	1.8 kg/cm ²	1.8 kg/cm ²
試料注入量	5 μl	5 μl	5 μl
検出器	FID	FID	FID

日立 KGR-F 形ガスクロマトグラフ

6. 高沸点有機物エアゾルの分析^{(9)~(11)}

6.1 高沸点有機物の抽出および分離

ガラス繊維フィルタで採取した塵埃試料（フィルタ面積の 1/4 を使用）からソックスレー抽出器を用いてベンゼンで抽出する。抽出液から溶媒を完全に蒸発除去後、残留物の重量を量り塵埃中のベンゼン抽出物の量を求める。このものは高沸点有機物エアゾルの総量に相当する。

この残留物をシクロヘキサン 5 ml に溶解し、エタノール・水（4：1）混合溶媒で抽出分離する。エタノール・水相は新しいシクロヘキサンで逆抽出して精製し、60℃、アスピレータ減圧下で溶媒を蒸発除去し、残留物の重量を量る。このものは有極性物質の量を示している。

抽出分離後のシクロヘキサン相はこれをいっしょにしたのち濃縮して 5 ml にする。これからニトロメタンで 6 回抽出し、それぞれのニトロメタン相を全部いっしょにして、60℃ 減圧下で溶媒を蒸発除去する。ここで得られる残留物の重量は多核炭化水素 (Polynuclear hydrocarbons) 量を示すことになる。

エタノール・水およびニトロメタンによる抽出処理後のシクロヘキサン相から 60℃ 減圧下で溶媒を蒸発除去し、その残留物の量を測定すれば脂肪族炭化水素量が求められる。

6.2 ガスクロマトグラフ用試料の調製

重量測定後のシクロヘキサンおよびニトロメタン抽出物はそれぞれの抽出に使った同一溶媒 50 μl を正確に加えて溶解する。

エタノール・水抽出物はエタノール 50 μl を加えて溶解する。もし不溶物が残る場合はエーテル 2 ml を加えてよくかきまぜ、沈殿物をじゅうぶん析出させ、これを遠心分離する。液相を別容器に移し、溶媒を蒸発させたのち、あらためて 50 μl のエタノールに溶

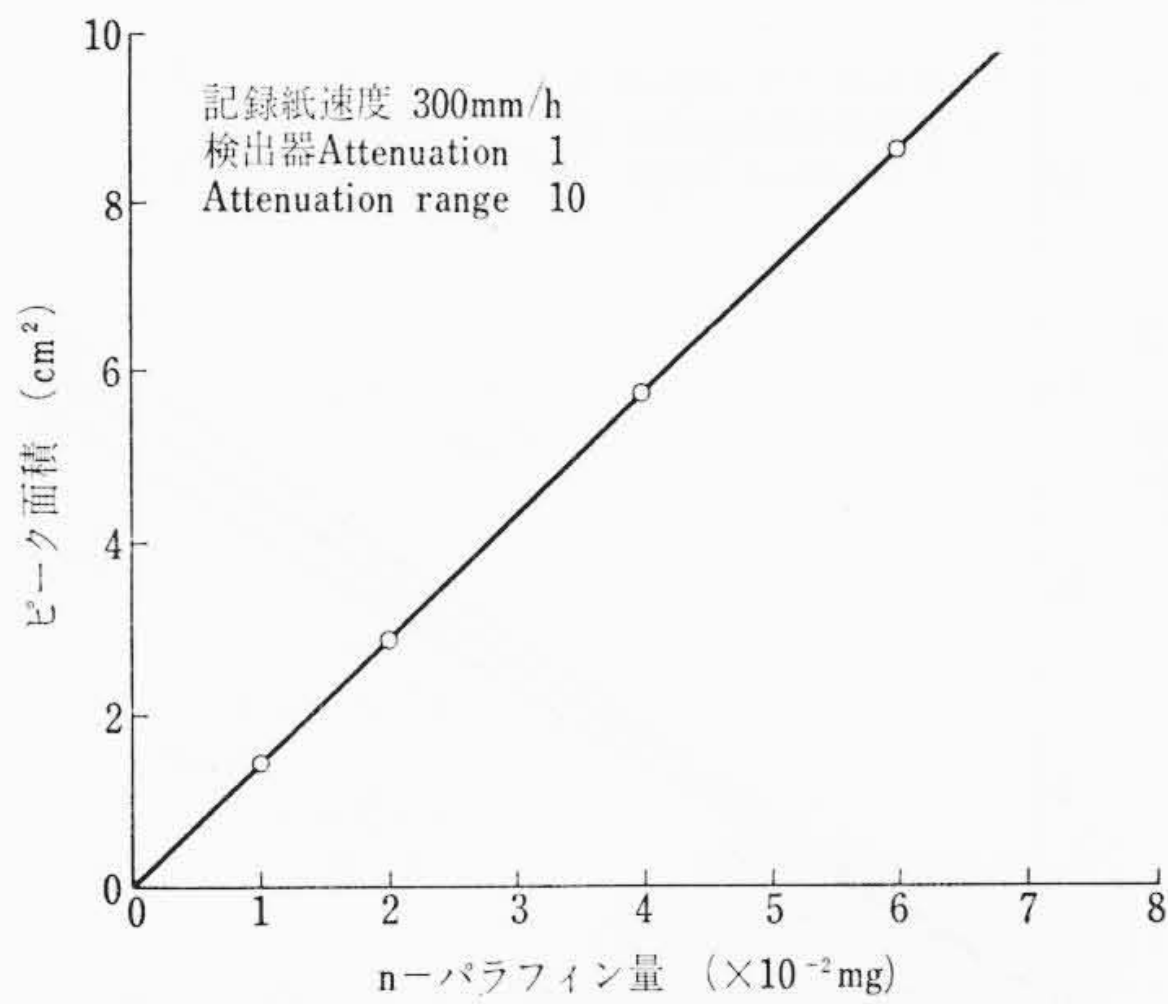


図3 n-パラフィン (C₁₆~C₂₆) の検量線

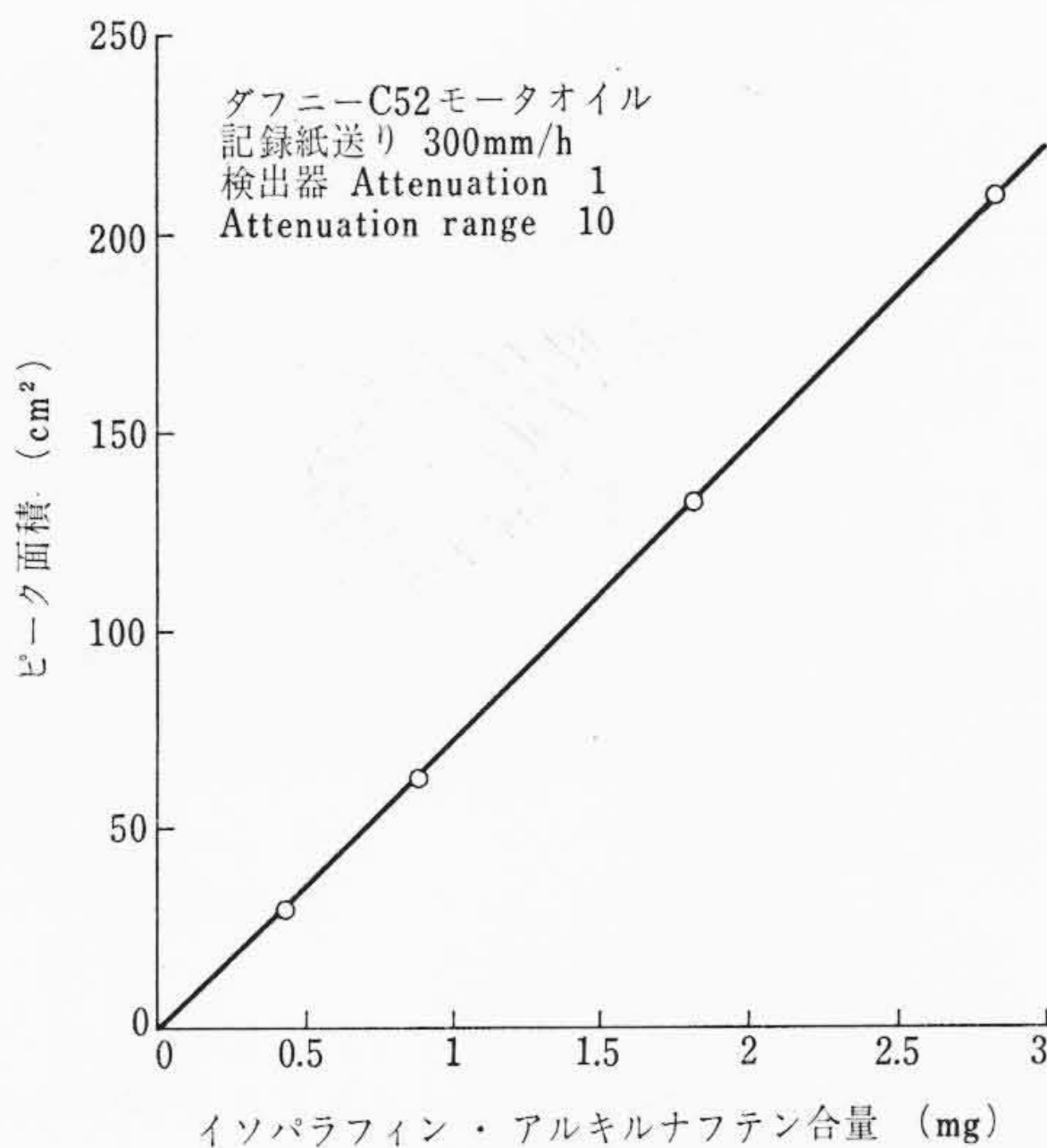


図4 イソパラフィン・アルキルナフテン混合物の検量線

かす。
以上のように調製したそれぞれの溶液をガスクロマトグラフ用注入試料とする。

6.3 ガスクロマトグラフ分析条件

ガスクロマトグラフとしては日立 KGR-F 形を使用しているので、これによる各相試料の分析条件を表 6 に示してある。

6.4 各相試料のガスクロマトグラフ分析法

(1) シクロヘキサン相

筆者の分析例によれば C₁₆~C₂₆ 程度の脂肪族炭化水素類が主成分である。

表 6 の条件では n-パラフィンのみがピークとして得られ、異性体やアルキルナフテン類は分離されず山形のバックグラウンドを形成する。

n-パラフィン成分は C₁₆~C₂₆ の範囲で炭素数にかかわらず注入重量とピーク面積との間に図 3 のような直線関係が得られるので、これを利用して定量する。

イソパラフィンやアルキルナフテンについてはやむをえずその総量の概略値を次のようにして求める。すなわち、n-パラフィン含有量の比較的少ない潤滑油のシクロヘキサン溶液を用いて注入重量（ただし n-パラフィン量を前述の方法で求めて補正しておく）とベースラインから上のバックグラウンド面積との関係をプロットして得られる図 4 のような直線を検量線とし、未知試料の

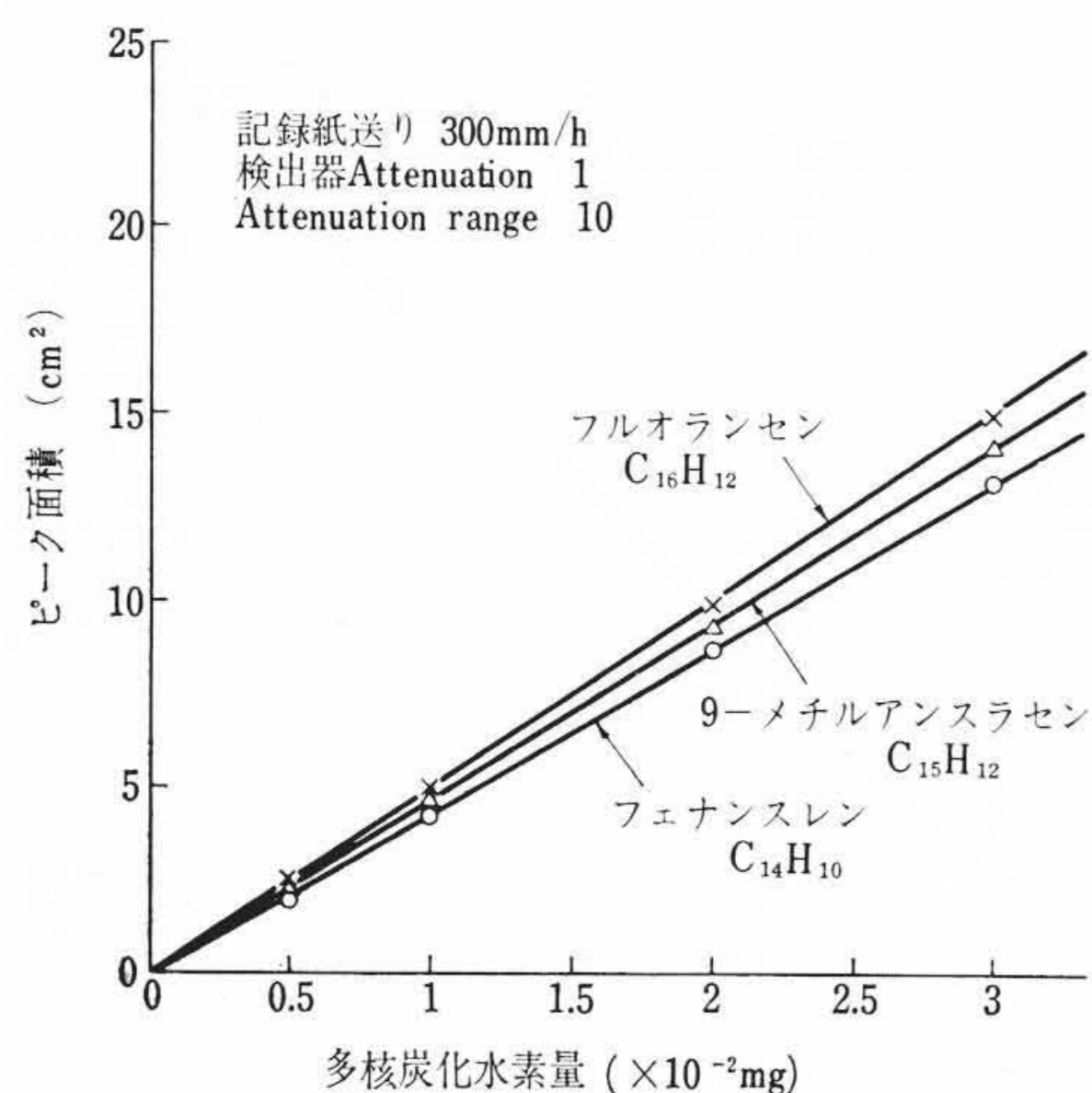


図5 多核炭化水素類の検量線の一例

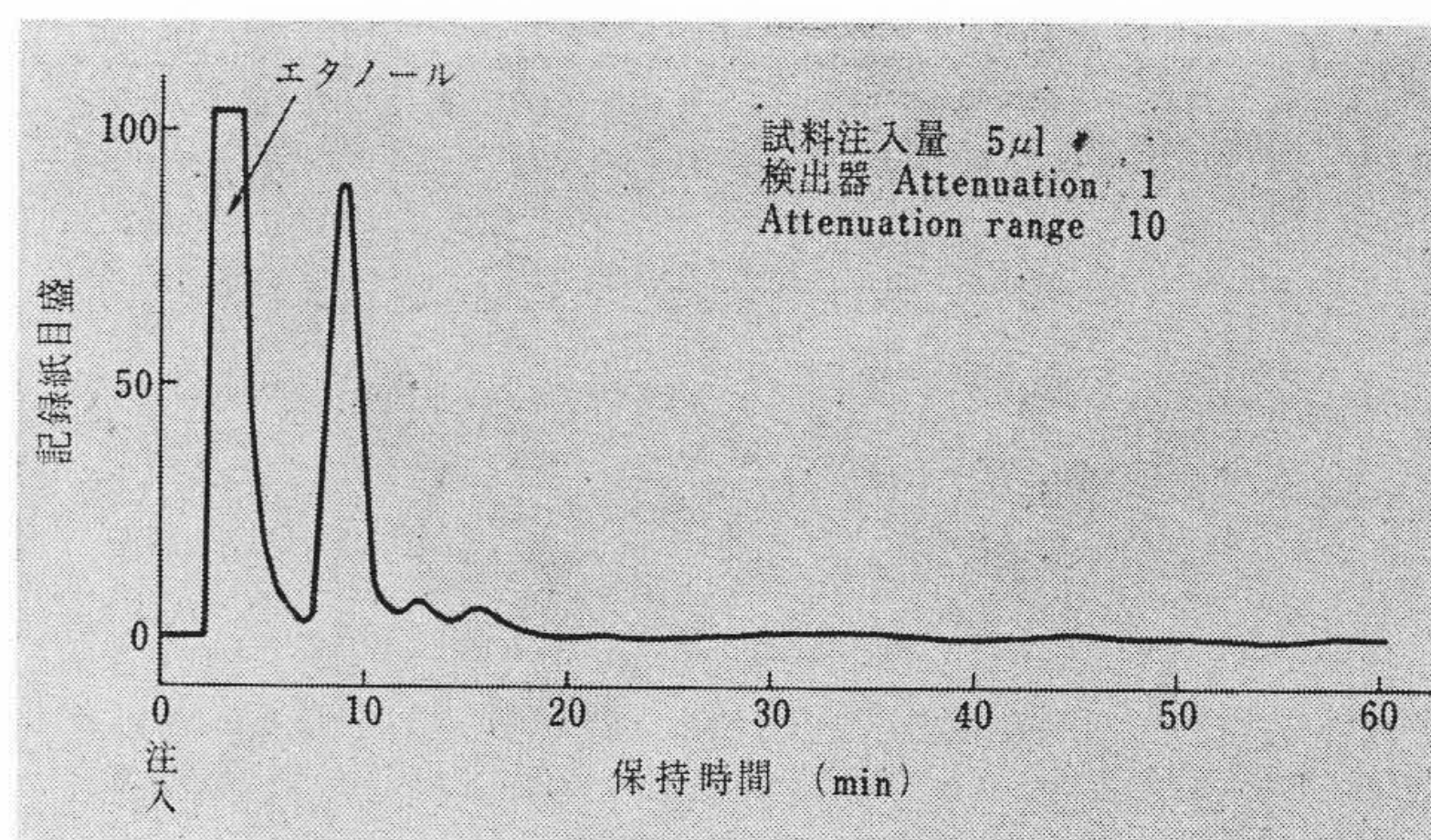


図6 エタノール相のガスクロマトグラム

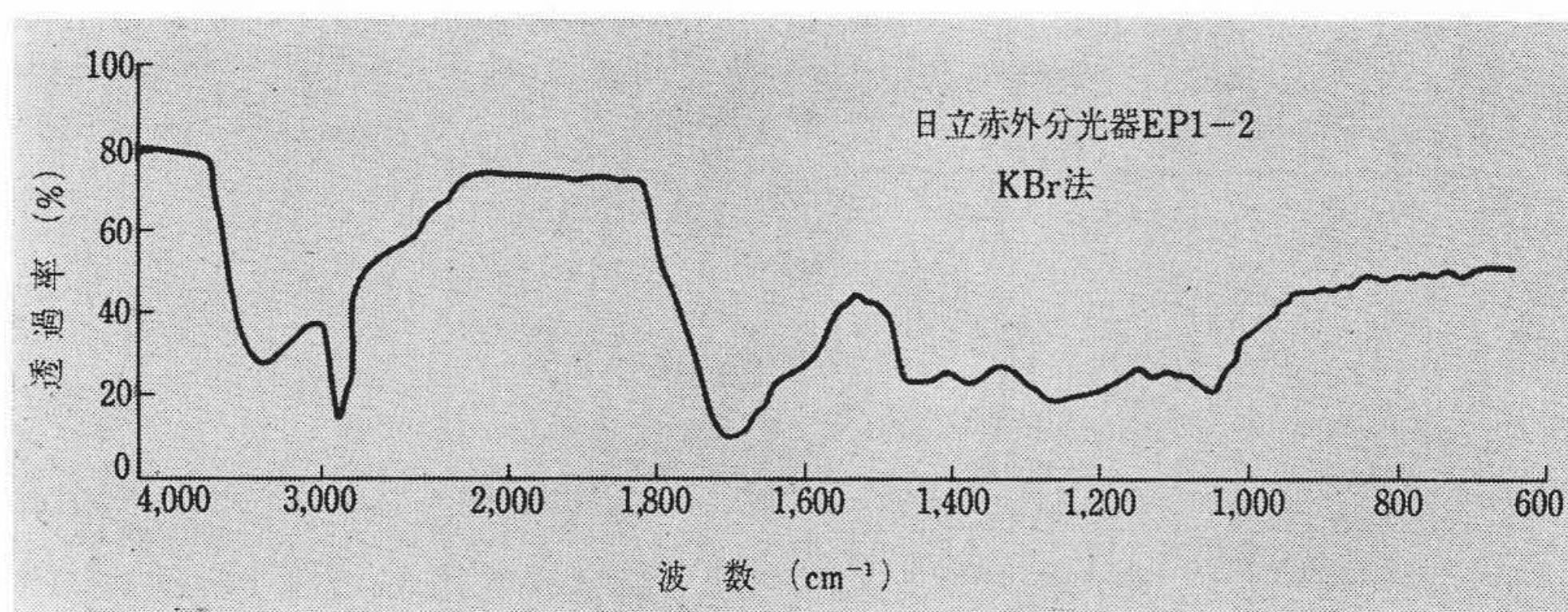


図7 エタノール抽出物からエーテルで沈殿した成分の赤外吸収スペクトル

クロマトグラムからピークを除いたバックグラウンドの山形部分の面積を測定し、イソパラフィンおよびアルキルナフテンの総量を算出する。

(2) ニトロメタン相

この相のクロマトグラムで得られる多数のピークについて同定した結果、ナフタリン、アゾベンゼン、アセチルナフタリン、フェナンスレン、アンスラセン、フルオランセン、ピレン、ベンゾピレンなどの各成分の存在が認められる。

これら各成分の定量はそれぞれの標準物質のニトロメタン溶液を用いて作成した検量線を用いて行なわれる。検量線の一例は図5に示すとおりである。

(3) エタノール相

エタノール相に抽出される有極性物質にはカルボン酸、アルデヒド、アルコールなど広範囲の物質群が含まれることが考えられる。しかし、実際の試料から筆者が得たクロマトグラムの例では図6のように一つのピークしか認められていない。この成分は水酸ナトリウム充てんプレカラムによる検討からカルボン酸と判定され、それを基に同定した結果カプリル酸と一致した。このように成分が同定されれば、その純物質を用いて検量線を作成し容易に定量される。

エタノール抽出物からエーテルで沈殿分離される成分は採用のガスクロマトグラフ分析条件では分析できない。このものの赤外線吸収スペクトルの一例を示すと図7のとおりで、その同定が困難であるため組成を明らかにすることができない。

6.5 高沸点有機物エアゾル成分の定量例

実際試料の分析例を以下に示す。

表7は試料から溶媒抽出法により脂肪族炭化水素類、多核炭化水

表7 塵埃中高沸点有機物の溶媒抽出分離分析結果の一例

測定場所	塵埃中のベンゼン抽出物の含有率 (%)	溶媒抽出相	ベンゼン抽出物中の含有率 (%)	(注) ガスクロ定量率 (%)
A	25.5	シクロヘキサン相	20.9	81
		ニトロメタン相	26.8	82.4
		エタノール相	49.5	21.4
B	28.7	シクロヘキサン相	18	80.9
		ニトロメタン相	20.8	78.8
		エタノール相	59.2	29.5
C	51.8	シクロヘキサン相	22.5	81.6
		ニトロメタン相	20.8	80.5
		エタノール相	54.9	19.1

注：ガスクロ定量率 = $\frac{\text{ガスクロで定量された各成分の総量 (mg)}}{\text{抽出物の重量 (mg)}} \times 100$

素類、有極性物質の3相に分離した場合の重量組成の測定結果である。また、A、Bの各相をガスクロマトグラフ分析にかけ、その組成を求めた結果が表8であり、そのとき得られたガスクロマトグラムの一例を示したのが図8である。

脂肪族炭化水素類および多核炭化水素類は抽出物の重量の約80%が定量できた。

高沸点有機物の約半分は有極性物質であり、その重量の50~70%がエーテル沈殿物として分離された。エーテル可溶のガスクロマトグラフに注入可能な試料部分はその40~70%がカプリル酸として定量されたが、残りのかなりの部分はピークが得られないため分析できなかった。

7. 結 言

塵埃粒子の同定は100倍程度の顕微鏡で morphological な特長や

光学的性質を調べて標準標本と比較して行なわれる。判別上成分的知見を必要とする場合にはスポットテストなどを試みた。

塵埃の化学成分は High Volume Air Sampler によりフィルタに捕集した塵埃を用いて次のように分析される。

(1) Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-} , NH_4^+ はガラス繊維フィルタにとった塵埃から水に抽出し、それぞれチオシアン水銀法、キシレノール法、クロム酸バリウム法、インドフェノール法の吸光光度法で定量される。

Na^+ , K^+ はセルローズフィルタで採取した塵埃から水に抽出し、炎光法で定量される。

(2) 一般金属成分はセルローズフィルタごとルツボで灰化してからグラファイト粉末と混合して直流アーク法による発光分光分析にかけ、Spex 社製 Mix Standard と比較して半定量される。

(3) 有機物総量は試料をガラス繊維フィルタとともに 550°C で 30 分間灰化し、重量減少量から求められる。

(4) 塵埃からベンゼン抽出した高沸点有機物エアゾル成分に対してはシクロヘキサン、ニトロメタンおよびエタノール・水の三種の溶媒により抽出分離して脂肪族炭化水素類、多核炭化水素類、有極性物質に分け、それぞれの相をシリコン SE-30 を固定相カラムとしたガスクロマトグラフにかけて定性定量が行なわれる。

参 考 文 献

- (1) H. W. Hermance, T. F. Egan: AIEE Commun & Electronics, 1958 (34), 756 (1958)
- (2) Millipore ADM 70
- (3) 坪井: 偏光顕微鏡 170, 224 (1961 岩波書店)
- (4) F. Feigl: Spot test in inorganic analysis (1958 Elsevier)
- (5) JIS K 0101-1966: 工業用水試験方法
- (6) 寺部: 分化 12, 1098 (1963)
- (7) J. P. Riley: Anal. Chim Acta 9, 575 (1953)
- (8) A. B. Crowther, R. S. Large: Analyst 81, 64 (1956)
- (9) W. Lijinski, et al: Anal. Chem 35 (8), 952 (1963)
- (10) A. Liberti, G. P. Cartoni, V. Cantuti: J. of Chromatog 15, 141 (1964)
- (11) 松下: 大気汚染測定講習会資料

日立 KGR-F ガスクロマトグラフ, シリコン SE-30, 注入量 $5\mu\text{l}$ (ピーク番号は表 8 と対応する)

図 8 シクロヘキサン相およびニトロメタン相のガスクロマトグラム

表 8 塵埃中高沸点有機物のガスクロマトグラフ分析結果の一例

相	ビ 番 号	成 分	測定場所		A		B	
			ベンゼン抽出物 中の濃度 (%)	空気中の濃度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	ベンゼン抽出物 中の濃度 (%)	空気中の濃度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	ベンゼン抽出物 中の濃度 (%)	空気中の濃度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
シ ク ロ ヘ キ サ ン 相	1	シ ク ロ ヘ キ サ ン						
	2	n-ヘ キ サ デ カ ン	0.25	0.09	0.62	0.11		
	3	Unknown						
	4	n-ヘ プ タ デ カ ン	0.41	0.15	0.62	0.11		
	5	n-オ ク タ デ カ ン	0.50	0.19	0.11	0.02		
	6	n-ノ ナ デ カ ン	0.16	0.06	0.07	0.01		
	7	n-エ イ コ サ ン	0.75	0.28	1.01	0.17		
	8	n-ヘ ン エ イ コ サ ン	0.22	0.08	0.11	0.02		
	9	n-ド コ サ ン	0.25	0.09	0.09	0.02		
	10	n-ト リ コ サ ン	1.15	0.43	0.25	0.04		
	11	n-テ ト ラ コ サ ン	0.31	0.11	0.41	0.07		
	12	n-ペ ン タ コ サ ン	0.25	0.09	0.17	0.03		
	13	n-ヘ キ サ コ サ ン	2.31	0.86	1.17	0.2		
ニ ト ロ メ タ ン 相		イソパラフィンアルキル ナフテン	10.4	3.84	9.90	1.7		
	1	ニ ト ロ メ タ ン						
	2	ナ フ タ リ ン	0.66	0.25	0.17	0.03		
	3	ア ゾ ベ ン ゼ ン	1.44	0.53	1.42	0.24		
	4	アセチルナフタリン	1.22	0.45	0.58	0.1		
	5	フ ェ ナ ン ス レ ン	2.03	0.75	1.26	0.22		
	6	カ ル バ ザ ー ル	0.96	0.35	0.69	0.12		
	7	Unknown						
	8	Unknown						
	9	ア ン ス ラ セ ン	0.94	0.35	0.72	0.12		
	10	9-メチルアンスラセン	6.45	2.39	5.76	0.99		
	11	フ ル オ ラ ン セ ン	1.35	0.50	1.21	0.21		
	12	ビ レ ン	1.27	0.47	—	—		
	13	1, 2-ベンゾビレン	—	—	1.36	0.23		
	14	Unknown						
	15	3, 4-ベンゾビレン	—	—	1.04	0.18		
エ タ ノ ー ル 相	1	エ タ ノ ー ル						
	2	カ プ リ ル 酸	10.6	3.92	17.5	3.01		
		エ ー テ ル 沈 殿 物	24.0	8.88	36.1	6.20		

