

環気中粉じんの遊離けい酸の含有率の測定

ふっ素樹脂バインダグラスファイバーフィルタを用いることにより、粉じん中の遊離けい酸の分析におけるマトリックスの影響を補正することができます。

フィルタ上に捕集された大気中粉じん中の遊離けい酸のX線回折分析において、試料が有限の厚さであることの影響、およびマトリックスの吸収の影響に対する補正が必要であります。この目的に対しては、図1に示されるように、試料の背後に置いたCu板やZn板の回折X線強度の試料による吸収を利用してマトリックスの影響を補正する方法、および、Agメムブランフィルタそのものの回折X線強度の試料による吸収を利用する方法が報告されています。

ここでは、フィルタ自身の吸湿性を少なくする目的で開発されたふっ素樹脂バインダグラスファイバーフィルタを用い、これから得られるPTFEの回折X線強度の試料による吸収を利用してマトリックスの吸収の影響を補正する方法を紹介します*。

*小西淑人，岡下英男，本間克典，高田勲：日本労働衛生工学会第24学会講演抄録集，P.36(1984)

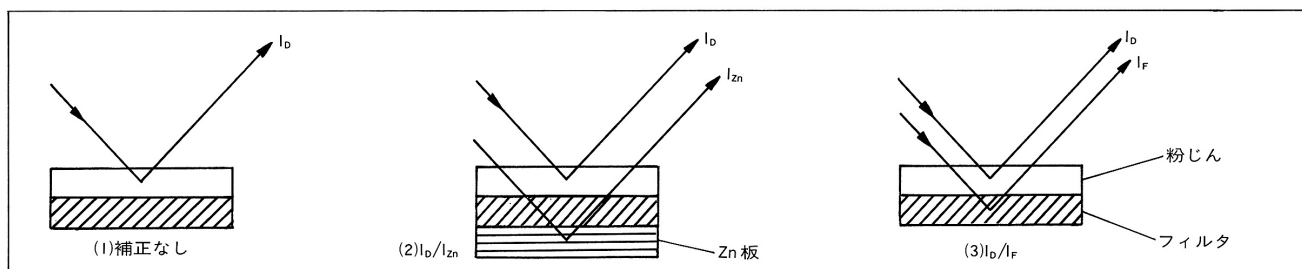


図1 粉じん測定における吸収補正の方法

測定に使用したフィルタは、米国Pallflex社製のT60A 20で、これの1枚のシートから25mmφのサイズのフィルタを打抜いて分析に用いました。このフィルタのX線回折パターンをとると、図2に示されるように、バインダとして用いられるPTFEが $2\theta=18^\circ$ 付近に強い回折線をもっています。しかも、この回折線は遊離けい酸の回折線($2\theta=26.6^\circ$)に重ならないので、マトリックスの影響の補正に用いることができます。

マトリックスの吸収を補正するための計算式は下記の通りです。

$$I_c = I_s \cdot F$$

$$F = -R \cdot \ln T / (1 - T^R)$$

$$R = \frac{\sin \theta_t}{\sin \theta_s}$$

$$T = \frac{I_t}{I_t^0}$$

ここで、 I_s 、 I_c ：補正の前後における遊離けい酸の回折X線強度

F ：補正係数

θ_t 、 θ_s ：PTFEおよび遊離けい酸の回折角度

I_t^0 、 I_t ：粉じんの捕集前後におけるPTFEの回折X線強度

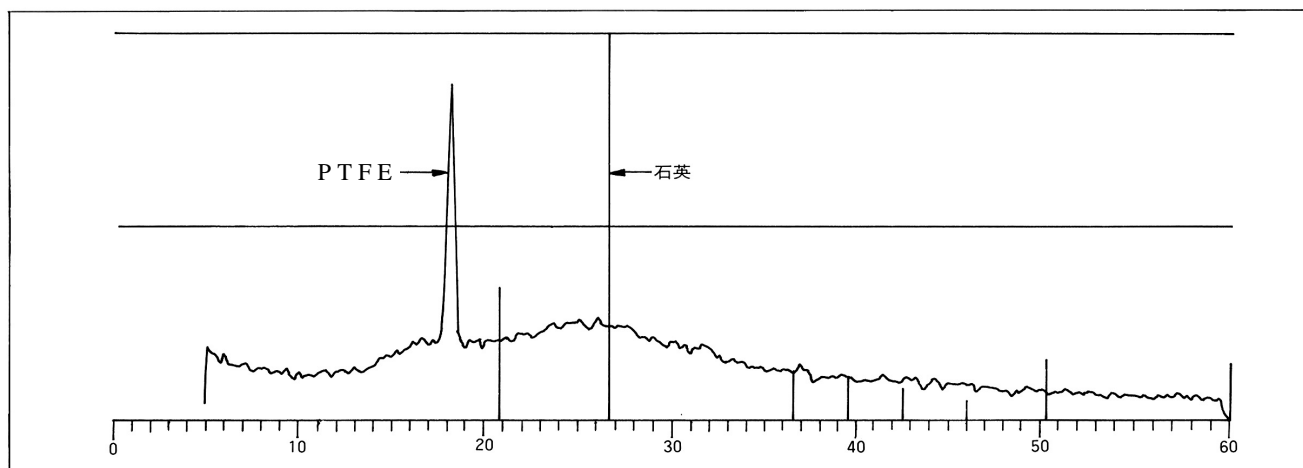


図2 ふっ素樹脂バインダグラスファイバーフィルタのX線回折パターン

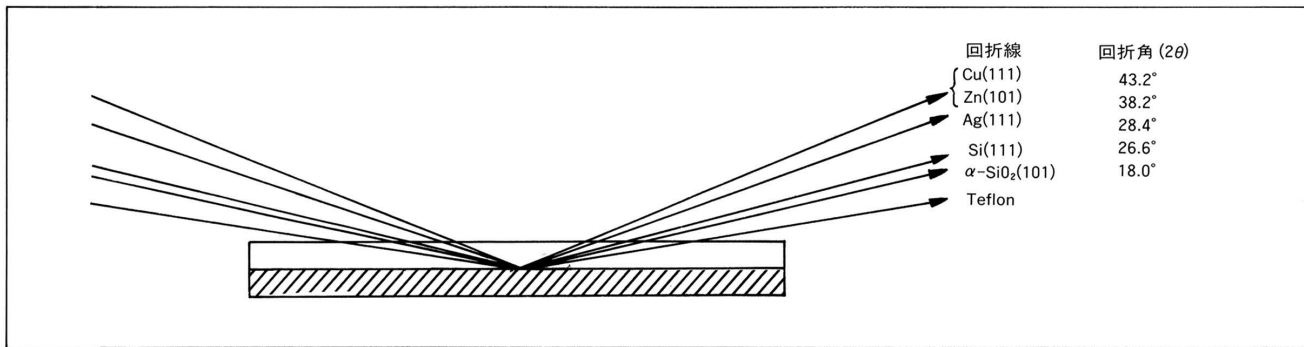


図3 測定および吸収補正に使用される回折線

ふっ素樹脂バインダグラスファイバー フィルタT60A20の特長は、何んと言ってもその吸湿量の少なさにありますが、マトリックスの影響の補正においても下記のようなメリットがあります。すなわち、測定成分である遊離けい酸の回折線に対して、PTFEの回折線は、図3に示されるように、従来報告されているZn, Cu, Agなどの回折線とは対称的に低角度側にあります。このことからつぎのような効果が生じます。

- (1) 試料内におけるX線光路が長くなり、マトリックスの影響に敏感になります。
- (2) 逆に、試料補集の前後におけるPTFE回折X線強度の測定誤差に対して鈍感になります。

このことは実用面において大きなメリットであります。PTFEの回折線によるマトリックス補正の効果を調べるためにα-SiO₂とα-Fe₂O₃の2成分系試料を、α-SiO₂ 100%, 50%, 10%の3系列作成し、これらについておのおの発じん捕集法によって捕集量の異なる試料を作成しました。図4に、PTFEの回折線による補正の前後における検量線を示します。PTFEの回折線を用いて吸収補正を行うことにより、3種類の試料系列の測定点は1本の検量線で表わされ、補正の効果が確認されます。この方法を用いれば、出所の異なる試料も同一の検量線を用いて分析することが可能となります。

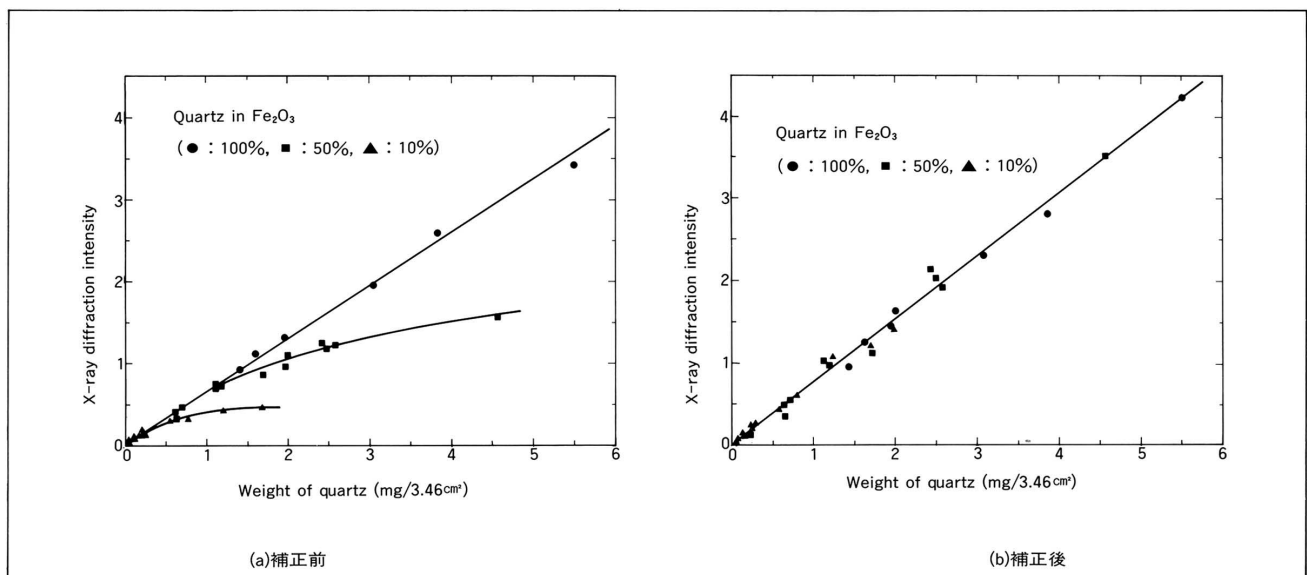


図4 ふっ素樹脂バインダグラスファイバー フィルタ上に捕集した石英の、PTFE 回折線による補正前後の検量線

X線分析アプリケーションニュース No.40~194 は、発行時の情報に基づいて作成された印刷物を電子化したものです。現在では販売終了した装置・オプションによるデータも含まれている場合がありますのでご了承ください。