

2004年9月9日, 10日, #6.

五+嵐佐彦



粉じん登録講習
実習レポート

実習レポート（併行測定）

実施期日：平成16年9月9日～ 月 日

1. 質量変換係数の測定

1.1 使用機器

- (1)ろ紙：製造会社 東洋濾紙 型番 T6A20 ろ紙径 47 mm 有効ろ過径 35 mm
 (2)天秤：製造会社 サリウツ 型式及びNo. P225D 読取限界 0.01 mg
 (3)分粒装置：製造会社 柴田科学 型式 D-30 規定吸引流量 15 l/min
 (4)ローリウムサンプラー：製造会社 日本メック 型式 Air Con 2
 (5)相対濃度計：製造会社 柴田科学 型式 P5H 及び LD1H
 (6)測定対象粉じん名称：シリカ+オースト

1.2 併行測定結果

(1)重量分析法

チャンバーNo.	相対濃度計 型式	ろ紙No.	捕集前ろ紙質量 (mg)	捕集後ろ紙質量 (mg)	捕集粉じん質量 (mg)
1	P5H		70.61	72.94	2.33
2	LD1		69.41	72.55	3.14

(2)質量濃度測定法

サンプリング吸引流量 15 l/min サンプリング時間 15 min

チャンバーNo.	相対濃度計 型式	ろ紙No.	捕集粉じん質量 (mg)	捕集空気量 (m ³)	質量濃度 (mg/m ³)
1	P5H		2.33	0.225	10.4
2	LD1		3.14	0.225	14.0

2792

(3) 相対濃度指示法

チャンパーNo.	相対濃度計 型式	実計測値 (count)	計測時間 (min)	ダークカウント(BG 値) (CPM)	相対濃度値 (CPM)
1	P-5H	41970	15'	6	2792
2	LD1	97270	15'	0	6485

(4) 質量濃度変換係数

チャンパーNo.	相対濃度計 型式	質量濃度値 (mg/m ³)	相対濃度値 (CPM)	質量濃度変換係数 K 値(mg/m ³ /CPM)
1	P-5H	10.4	2792	3.7×10^{-4} (3.72×10^{-3})
2	LD1	14.0	6485	2.2×10^{-4} (2.16×10^{-3})

1.3 実習結果の考察

	チャンパー #1, P-5H		チャンパー #2, LD-1	
	採り量(mg)	K ($\times 10^{-4}$)	採り量	K **
#12	3.13	140	0.30	8.4
#39	3.21	240	0.37	9.8
#56	4.60	110	3.09	20
#78	2.24	74	0.24	8.5
#90	2.33	37	3.14	22
#11,12	4.65	111	3.07	23
m	3.44	120	1.69	15
Q ₁₋₁	1.06	69	1.54	7.0
* 平均	31%	58%	91%	47%

* 1m³の狭いチャンパー内で採り、
片霧りの放射測定値である。

** K値: P-5H > LD-1 且、LD-1の方が感度が高い。

実習レポート (石綿計数)

実施期日：平成16年9月9日～ 月 日

2. 石綿計数分析法

2.1 HSE テストスライドによる計数限界径

位相差用対物レンズの開口数 (N.A) 0.65

	グループNo.	計数限界径 (μm)
1回目(太いグループからの確認)	5	0.44
2回目(細いグループからの確認)		

2.2 計数分析結果

位相差用対物レンズの開口数 (N.A) 0.65

(1) 石綿繊維数濃度の計算

$$C_F = A \cdot (N - N_0) / a \cdot n \cdot Q \cdot 10^3$$

ただし、

C_F : 繊維数濃度 (f/cm^3)

A : メンブランフィルターの有効ろ過面積 (mm^2)

有効ろ過径 $\phi 22mm$ より $380mm^2$

a : 顕微鏡で計数した1視野の面積 (mm^2)

視野 $\phi 300 \mu m (0.3mm)$ より $0.07mm^2$

N : 計数繊維の総数 (f)

N_0 : ブランクの値 (f)

Q : 採気量 (L) ; 10とする

n : 計数した視野の数

2.3 計算及び実習結果の考察

(1)

1. CTL 0本 / 50視野

2. 3本以上 205本 / 48視野

$$\therefore C_F = \frac{380 \times (205 - 0)}{0.07 \times 4.8 \times 10 \times 10^3}$$

≈ 2.32

$\therefore 2.3 \text{ 本}/cm^3$

(2) 定量下限

$$S = A(1 + 1.645N_F) / anQ \times 10^3$$

ただし、

S : 定量下限 (f/cm^3)

A : メンブランフィルターの有効ろ過面積 (mm^2)

有効ろ過径 $\phi 22mm$ より $380mm^2$

a : 顕微鏡で計数した1視野の面積 (mm^2)

視野 $\phi 300 \mu m (0.3mm)$ より $0.07mm^2$

N_F : 計数繊維の総数 ; 1を代入する

n : 計数した視野の数

Q : 採気量 (L) ; 10とする

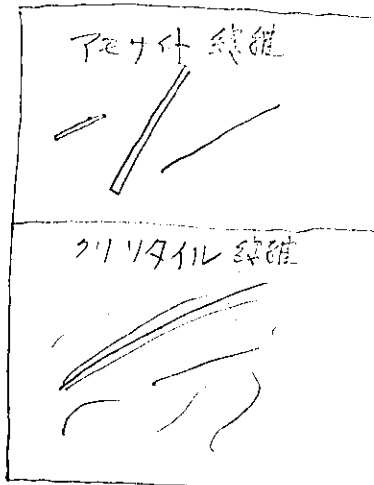
(2)

$$S = \frac{380 \times (1 + 1.645\sqrt{1})}{0.07 \times 50 \times 10 \times 10^3}$$

≈ 0.0287

$\therefore 0.029 \text{ 本}/cm^3$

アモシブは、繊維が直線棒状で確認しやすく、クリタイルは、髪の毛状で濃淡がわかりにくく計測が困難であった。



実習レポート (X線回折法)

実施期日：平成16年9月10日～ 月 日

3. X線回折法による遊離けい酸含有率の測定

3.1 使用機器

X線回折装置：製造会社 島津 型式 XRD-6000

Cu-Kα
2θ

3.2 測定条件

対陰極(フィルター)	Cu (Fe/Kα-β)
管電圧(KV)	40
管電流(mA)	30
時定数(sec)	2
走査速度(° /min)	0.5
検出器名	シンプレクソカウンタ

$2\theta_{Zn} = 43.2$

$\theta_{Zn} = 21.6$

$2\theta_{\theta} = 26.6$

$\theta_{\theta} = 13.3$

$R_{\theta} = \frac{\sin \theta_{Zn}}{\sin \theta_{\theta}}$

$= \frac{\sin 21.6}{\sin 13.3} = 1.60$

3.3 検量線

試料 No.	石英の質量 (mg/cm ²)	X線回折強度			強度比 $\Delta R_1 = I_{Zn} / I_{Si}$	補正係数 K_f	補正強度 I_c	$\ln(\Delta R_1)$
		捕集前亜鉛 I_{Zn}^0 (CPS)	捕集後亜鉛 I_{Zn} (CPS)	石英 I_{Si} (CPS)				
1	0.08	7400	7000	750	0.95	1.02	770 765	-0.051
2	0.19	7400	7000	1700	0.95	1.02	1700 1734	-0.051
3	0.54	7400	6400	4800	0.86	1.14	5500 5472	-0.15

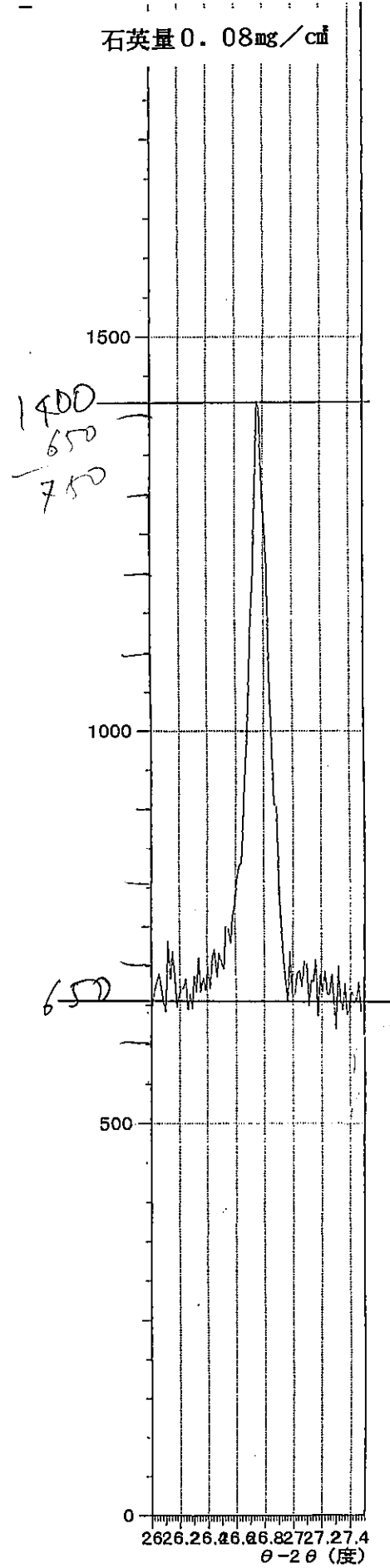
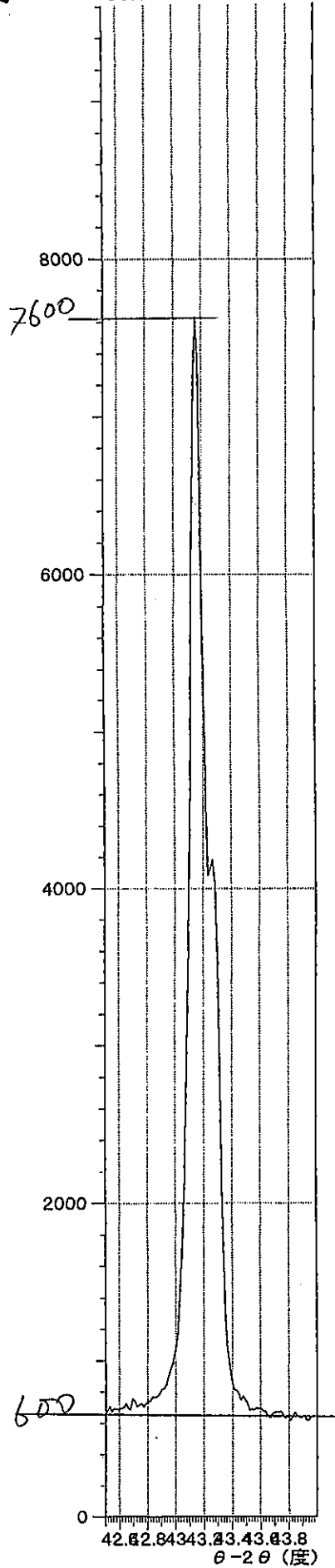
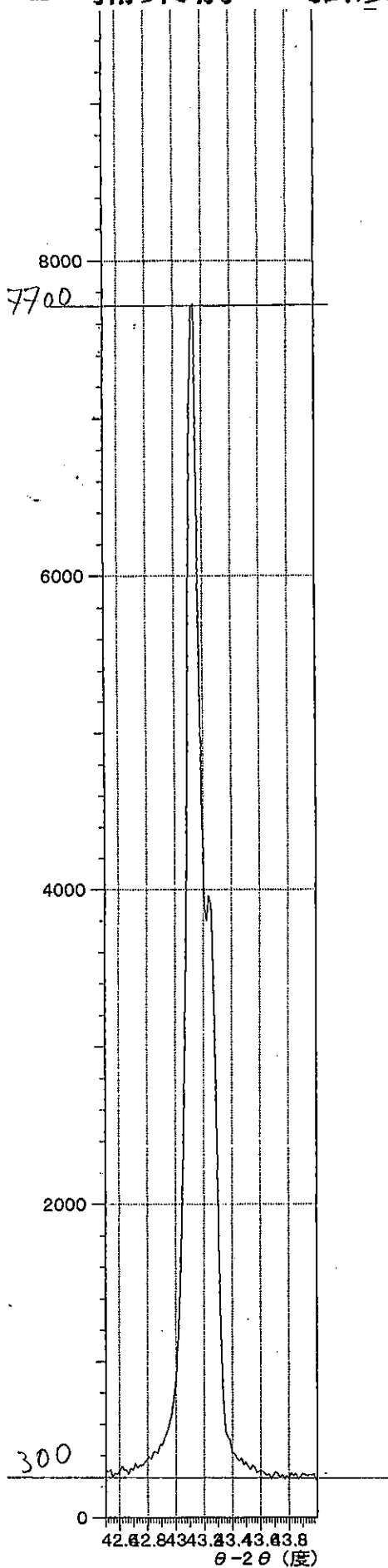
$\ln(\Delta R_1)$ 1.6
0.92
0.92
0.79

$I_c = I_0 \cdot K_f$

$K_f = \frac{-1.6 \cdot \ln(\Delta R_1)}{1 - (\Delta R_1)^{1.6}}$

検量線用サンプル No. 1

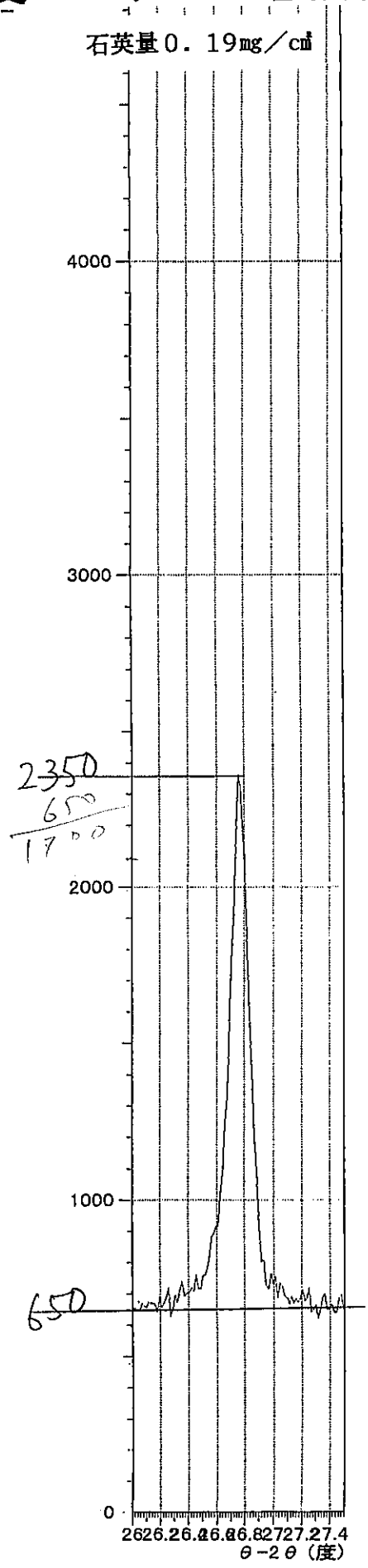
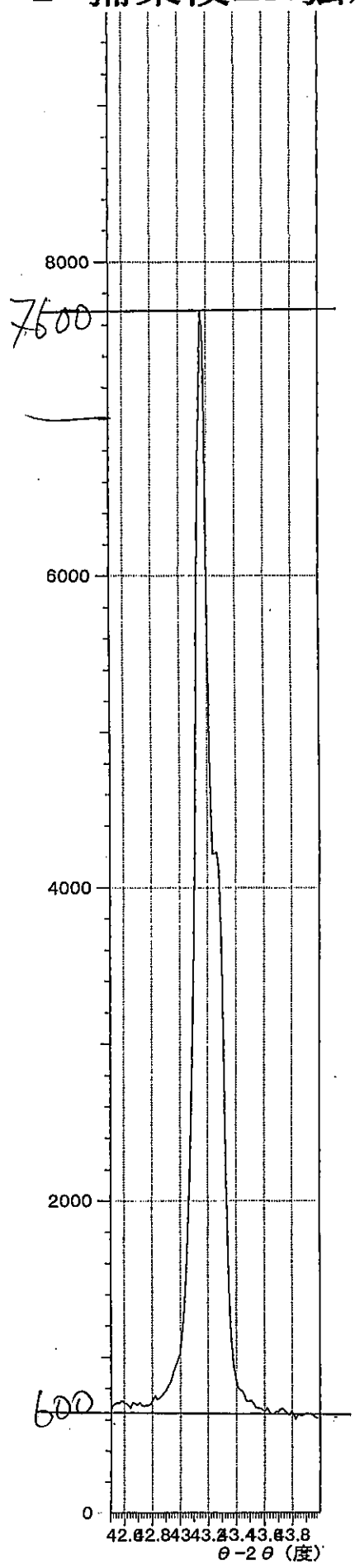
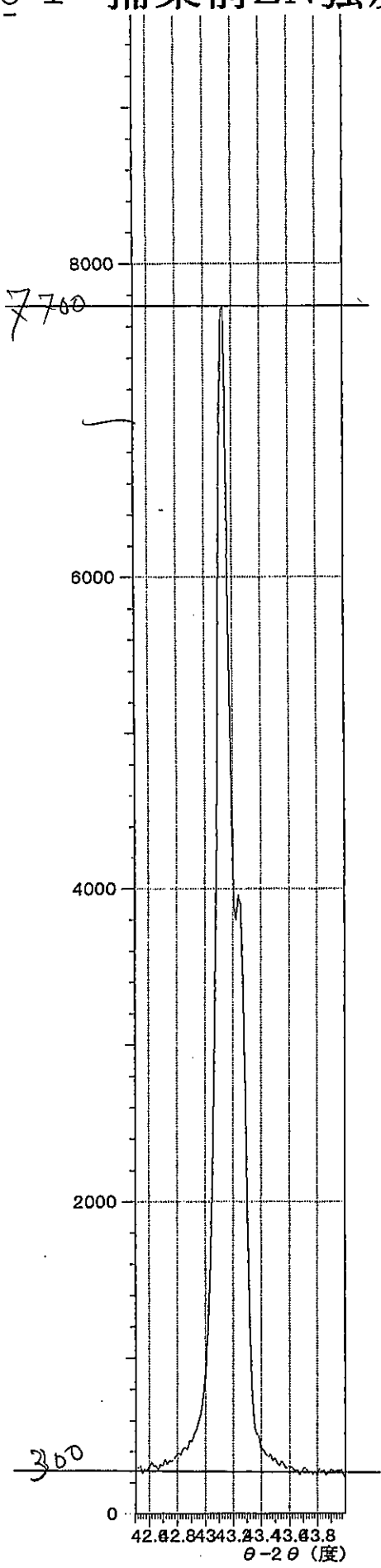
ループ: 10 度分 10000 度分 10000 度分 2000 度分
 I₀ 捕集前 ZN 強度 I 捕集後 ZN 強度 I₀ SiO₂ 強度



検量線用サンプル No. 2

ループ: 10 度 10000 I₀ 捕集前 ZN 強度 I 捕集後 ZN 強度 I₀ SiO₂ 強度 5000

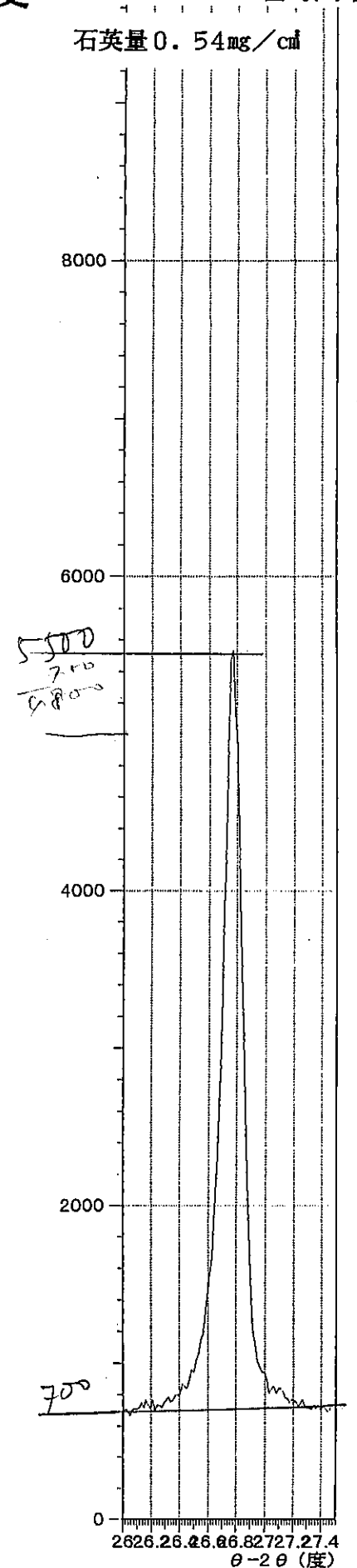
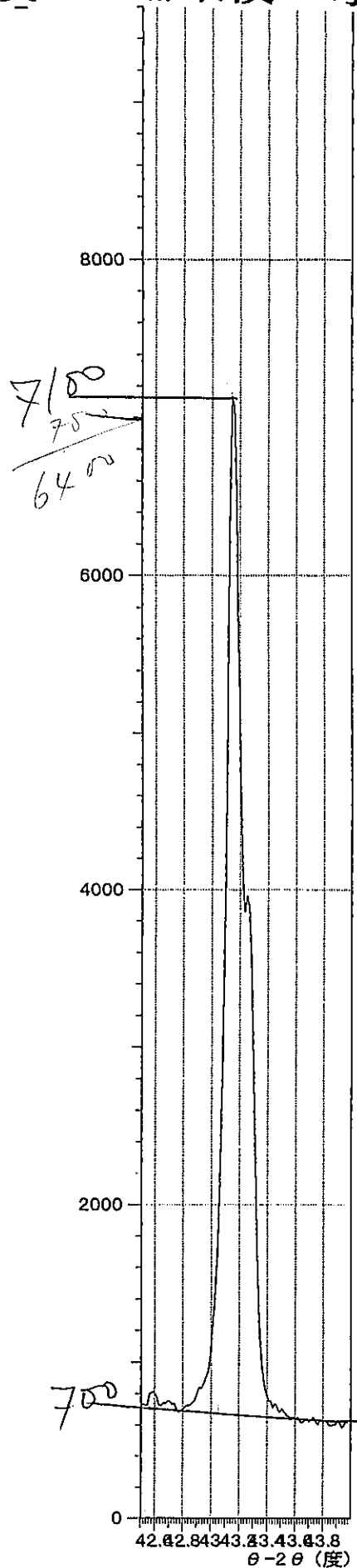
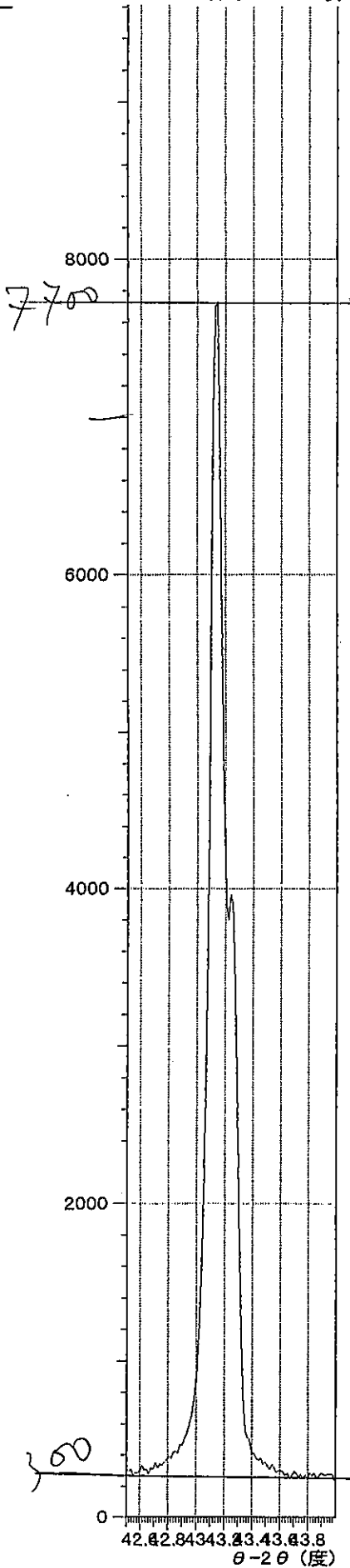
石英量 0.19 mg/cm²



検量線用サンプル No.3

ループ: 10 分度 10000 I⁰ 捕集前 ZN 強度 I 捕集後 ZN 強度 I_Q SiO₂ 強度

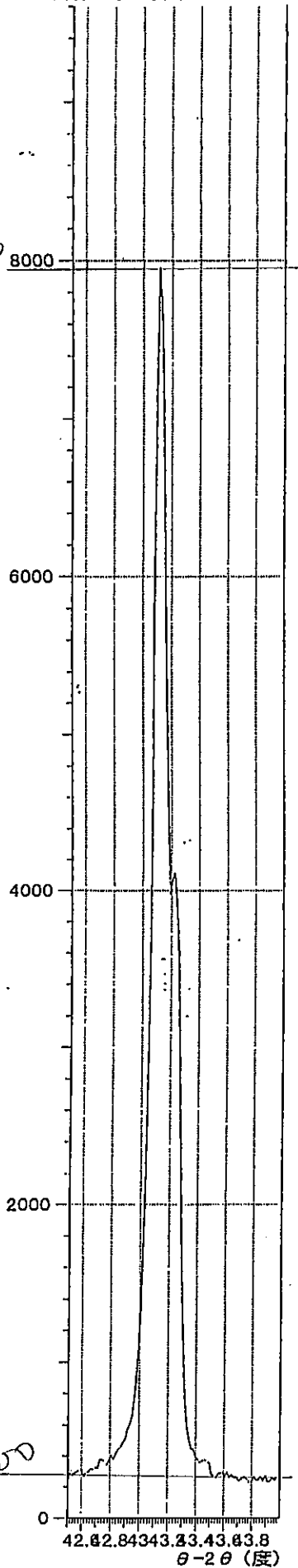
石英量 0.54 mg/cm²



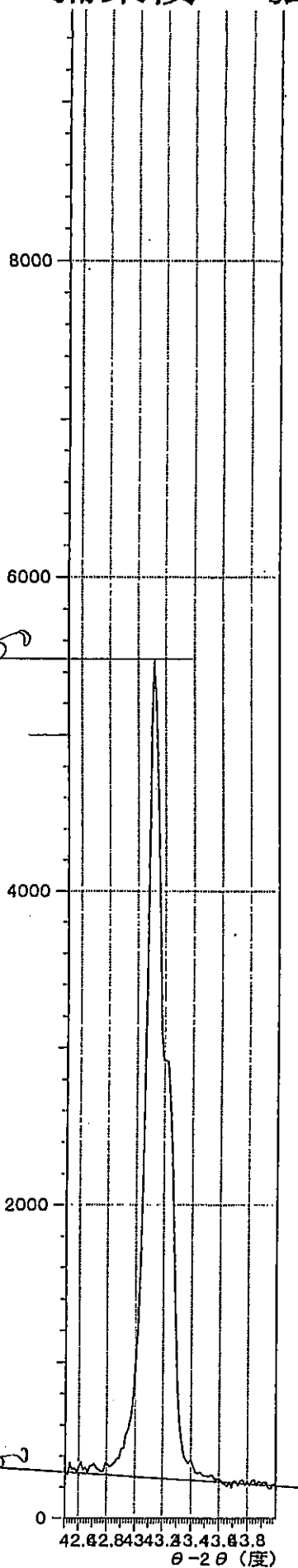
ループ:10 ① 10000 ② 10000 ③ 2500
I⁰ 捕集前ZN強度 I 捕集後ZN強度 ± Q SIO₂強度

採じん量 0.57 mg/cm²

2000

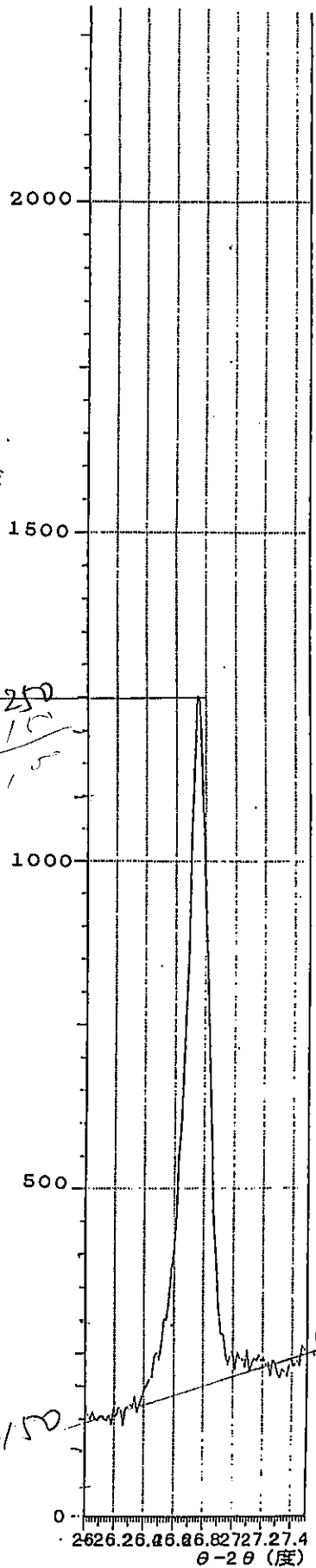


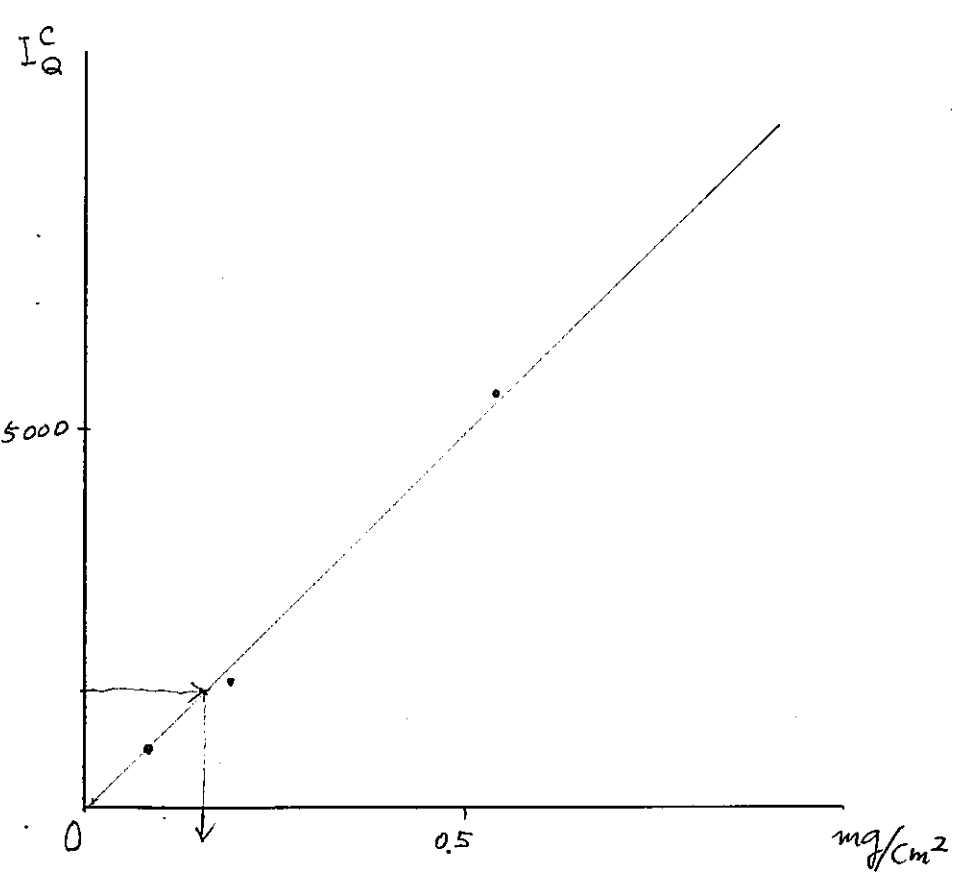
550



1250
150
115

150





ただし

補正係数 $K_f = -R_\theta \ln(\Delta R_1) / 1 - (\Delta R_1)^{R_\theta}$ より求める。

$R_\theta = \sin \theta_{zn} / \sin \theta_m$; 亜鉛回折角 $\theta_{zn} = 21.6^\circ$ (Alの場合 22.2°)、石英回折角 $\theta_m = 13.3^\circ$

回折線強度比 $\Delta R_1 = I_{zn} / I_{zn}^0$

$\ln(\Delta R_1) = -0.39$
 $(\Delta R_1)^{1.6} = 0.54$
 $K_f = \frac{-1.6 \times (-0.39)}{1 - 0.54}$

3.4 被検試料

試料 No.	試料の質量 (mg/cm ²)	X線回折強度			強度比 $\Delta R_1 = I_{zn} / I_{zn}^0$	補正係数 K_f	補正強度 I_c
		捕集前亜鉛 I_{zn}^0 (CPS)	捕集後亜鉛 I_{zn} (CPS)	石英 I_q (CPS)			
	0.57	7700	5200	1100	0.68	1.4	1540

76
= I₀ · K_f

3.5 被検試料中の遊離けい酸の含有率

検量線あり

試料No.	試料の質量 (mg/cm ²)	被検試料中の石英の質量 (mg/cm ²)	被検試料中の石英の含有率 (%)
	0.57	0.16	28

3.6 実習結果の考察

グラフの実測値の測定値の各自の読み取り
値の差の心、有効数字のとり方により、

Q (%) が違ってきた。

CTL 217

放射能 P ≤ 1%
石英 P ≥ 95%

実習レポート (りん酸法)

実施期日：平成16年9月10日～ 月 日

4. りん酸法

4. 1 使用器具

(1) 天秤：製造会社 サカタ 型式及びNo. P225 D 読取限界 0.01 mg

(2) 電熱器：300 W

4. 2 加熱条件等

(1) 印加電圧 93 V 印加電流 2.7 A

(2) 加熱時間 11 分 30 秒

$$F = \frac{1}{194.4} \times 100 = 0.514$$

4. 3 りん酸法による被検試料中の遊離けい酸の含有率

試料名	試料の質量 W(mg)	ルツボの質量 W ₁ (g)	灰化後のルツボの質量 W ₂ (g)	りん酸残さ量 A(mg)	りん酸残さ率 P(%)	被検試料中の遊離けい酸含有率 Q(%)
シリカ オートク ラスタ	194.40	10.6012	10.6464	45.32	23.33	23.4

被検試料中のりん酸残さ率Pは $A=W_2-W_1$ より、

被検試料中のフッ化水素酸残さ量 B は1(mg)とする。

Q: 遊離けい酸含有率 F: フッ化水素酸残さ率(%)

P_s: 標準石英のりん酸残さ率 (97.6%)

$$P(\%) = \frac{A}{W} \times 100$$

$$F(\%) = \frac{B}{W} \times 100$$

$$Q(\%) = \frac{P - F}{P_s} \times 100$$

4.4 実習結果の考察

