

シュウ酸沔紙を用いた大気中アンモニアの 測定方法の検討¹⁾

An evaluation of the absorptiometric method used an oxalic acid filter for determining the ammonia content in the atmosphere

清水伸夫²⁾ 古川 修²⁾ 重田芳廣²⁾

Nobuo Shimizu, Osamu Furukawa and Yoshihiro Shigeta

1 はじめに

現在、悪臭防止法では工場敷地境界線におけるアンモニアの測定は、硫酸沔紙を用いるピリジン-ピラゾロン法で行うことになっているが環境庁が各都道府県の公共分析機関に対して悪臭物質の測定の方法に関するアンケート調査を行った結果、この方法では分析操作中に不快な臭気が発生することや、試薬が不安定であるなどの短所やまた、硫酸沔紙に含まれるアンモニアのブランク値が高く、正確な測定ができないことが確認されている。これまで、硫酸沔紙に含まれるアンモニアのブランク値に関する研究¹⁾や、熱イオン化検出器を用いたアンモニアの分析方法²⁾など、大気中のアンモニア測定に関する改善がなされてきたが、まだ検討の必要があると思われる。したがって、ここでは、上記の問題点を改善するために、悪臭防止法のなかで、発生源の高濃度アンモニアの測定に用いられている JIS (排ガス中のアンモニア分析方法, K 0099) のインドフェノール法を敷地境界線における低濃度測定に用いられないかと、シュウ酸沔紙を用いる測定方法について検討を行った。ここにその実験結果について報告する。

2 検討項目および結果

シュウ酸沔紙を用いたインドフェノール法による大気中のアンモニアの測定方法を改善するにあたり、下記に列記した内容について検討を行った。(1) アンモニアの捕集に用いるシュウ酸沔紙の調製方法の検討、(2) 捕集後のシュウ酸沔紙からのアンモニウムイオンの抽出方法

の検討、(3) インドフェノール法に用いる発色試薬の検討、(4) 沔紙のアンモニアのブランク値、アンモニアの捕集効率、およびアンモニアの回収率の確認、これらの検討の結果、次の測定方法がきわめて有用であると考えられた。

2.1 試薬

(1) フェノール-ニトロプルシドナトリウム溶液
フェノール 8g およびニトロプルシドナトリウム 25mg を水に溶かして 500ml とする。

(2) 次亜塩素酸ナトリウム溶液

次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素: 3~10%) 60/C (ここに C: 有効塩素濃度%) ml および水酸化ナトリウム 16g を水に溶かして 1l とする。

(3) アンモニア標準液

130°C で乾燥した硫酸アンモニウム 2.9498g をとり、水に溶かして 1l とし、これを硫酸アンモニウム水溶液とする。次に 1l のフラスコにシュウ酸 3g、グリセリン 12g をとり約 3 分の 2 まで水を入れ溶かした後、硫酸アンモニウム水溶液 1ml を加え、水を標線まで入れる。このアンモニア標準液 1ml は NH_3 0.001ml (0°C, 760 mmHg) に相当する。

2.2 試料採取装置

試料採取装置は図 1 に掲げる構成のものであって、次の条件を具備しているものとする。

(1) 捕集用沔紙

100ml のメスフラスコにシュウ酸 6g、グリセリン 24g をとり、これに蒸留後、イオン交換樹脂に通した水(以下“水”とする)を標線まで加え、これを塗布液とする。直径 47mm のガラス繊維沔紙を電気炉に入れ、450°C で 2 時間加熱したのち、デシケータに入れ、ピペットを用いて塗布液 1.0ml を沔紙上に一面に塗布し、24 時間放置して乾燥させる。

1) 本研究は昭和 53 年度環境庁委託「悪臭物質の測定に関する研究」によって実施された
2) 日本環境衛生センター公害部特殊公害課
Odor Laboratory, Department of Environmental Pollution, Japan Environmental Sanitation Center

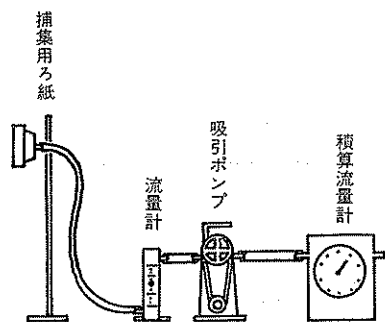


図 1 試料採取装置

(2) 流量計

毎分15~25l の範囲の流量を測定しうるもの。

(3) 吸引ポンプ

捕集用ろ紙をホルダーに装着した状態で毎分20l 以上大気を吸引できる能力を有するもの。

(4) 積算流量計

毎分15~25l の流量を積算指示できるもの。

2. 3 測定の手順

(1) 試料の採取

2. 2 の試料採取装置に毎分20l の流量で5分間通気して、ろ紙上に大気中のアンモニアを捕集する。

(2) 吸光度の測定

試料を捕集したろ紙を次に示す手順に従って抽出し、分析する。まず、試料を捕集したシウ酸ろ紙を4つに折り、比色管に入れた後20ml の水を加え、はげしく振とうする。これを約1時間静置し、大きなガラス繊維を沈殿させ、比色管を静かに傾けて液だけを別の比色管にうつし、約24時間静置する。この上澄み液6 ml をピペットで比色管に分取し、これにフェノール-ニトロプルシドナトリウム溶液3 ml を加え、静かに振り混ぜる。次に次亜塩素酸ナトリウム溶液3 ml を加え、蓋をして静かに混和したのち液温を25~30°C で1時間放置する。対照液として水を用い、640nm 付近の波長における吸光度を測定する。

(3) 検量線の作成

シウ酸3 g, グリセリン12g をとり水に溶かして1 l にする。この溶液0 ml, 2 ml, 4 ml, 6 ml をそれぞれ比色管にとり、さらにアンモニア標準液を加えて6 ml にする。これを採取試料と同様に操作して吸光度を測定し、検量線を作成する。

(4) 濃度の算出

(3) の検量線より抽出液6 ml のアンモニア量を求め、次式によりその大気中の濃度を算出する。

$$C = \frac{(A - B) \times \frac{20}{6}}{V \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{P}{760}}$$

C : 大気中のアンモニア濃度 [ppm]

A : 抽出液6 ml 中のアンモニア量 [μ l, 0°C, 1atm]

B : ブランクの値 (未使用のシウ酸ろ紙を試料と同様に吸光度を測定しアンモニア量を求める) [μ l, 0°C, 1atm]

V : 採気量 [l, t°C, Patm]

t : 採気時の気温 [°C]

P : 採気時の気圧 [mmHg]

3 検討成績

工場敷地境界線におけるアンモニアの測定に、前述したシウ酸ろ紙を用いる測定方法が有用であるとした根拠は、検討した各項目について以下の通りであった。

3. 1 シウ酸ろ紙の調製方法の検討

(1) 塗布液中のシウ酸濃度について

フェノール濃度5 g/500ml, ニトロプルシドナトリウム濃度25mg/500ml のフェノール-ニトロプルシドナトリウム溶液および有効塩素濃度0.1%, 水酸化ナトリウム濃度15g/l の次亜塩素酸ナトリウム溶液を用いて、シウ酸濃度による発色への影響について調べ、その結果を図2に示した。それによるとシウ酸濃度0.25g/100ml

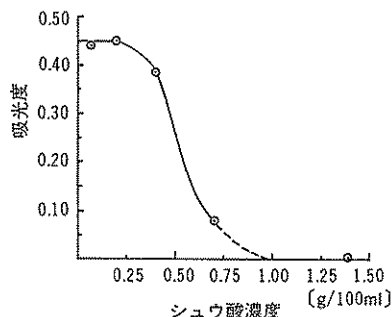


図 2 シウ酸濃度の発色への影響 (アンモニア濃度9 μ g/10ml の溶液, 10ml について)

付近から吸光度が減少しはじめるため、塗布液のシウ酸濃度はシウ酸の結晶として6 g/100ml, 塗布液量は1.0ml とした。このシウ酸量のろ紙を20ml の水に溶かした抽出液のシウ酸濃度は0.214g/100ml になる。

抽出液中のシウ酸濃度

$$6 \text{ g} \times \frac{90}{126} \times \frac{1 \text{ ml}}{20 \text{ ml}} \times 100 \text{ ml} = 0.214 \text{ g/100ml}$$

(注: シウ酸の結晶は $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

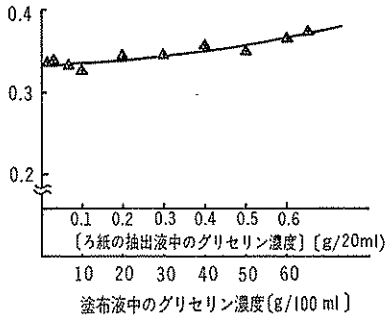


図3 グリセリン濃度の発色への影響

(2) 塗布液中のグリセリン濃度について

グリセリン濃度による発色の影響をシュウ酸濃度 0.214g/100ml, アンモニア濃度 7.67 μ g/10ml の溶液 10ml について調べ、その結果を図3に示した。この図から、グリセリンの発色への影響はほとんどなかった。また、ろ紙のグリセリン量によってアンモニアの捕集効率は影響されないが、湿り気のある方が捕集効率が良いと思われるので、湿り気を保つために塗布液中のグリセリン濃度を 24g/100ml にした。

(3) 塗布液の溶媒について

塗布したろ紙を乾燥器内で乾燥させた場合、ろ紙のアンモニアのブランク値がばらつき、測定に支障をきたすと思われる、実験室内の雰囲気中のアンモニアによる汚染を防ぐため、デシケータ中での乾燥を考えた。短時間に乾燥できる溶媒としてエチルアルコールを用いてアンモニアの回収率を調べたが、アンモニアの回収率が 50% 程度になり、エチルアルコールは不適であった。水を溶媒とした場合でもデシケータ中に 24 時間放置することにより、十分に乾燥したシュウ酸ろ紙が得られたので塗布液の溶媒に水を用いることにした。

(4) ろ紙の前処理について

前処理の方法によるろ紙のアンモニアのブランク値への影響はなかったが、次の 3.2 で述べるように抽出操作上の理由から、ろ紙の前処理は 450°C, 2 時間加熱とした。

3.2 シュウ酸ろ紙からのアンモニウムイオンの抽出方法の検討

アンモニアを捕集したシュウ酸ろ紙からのアンモニウムイオンの抽出方法を 2.3 の (2) に示したが、その操作手順に決めた根拠を以下に述べる。

(1) 比色管中での抽出について

実験室内の雰囲気によってろ紙のアンモニアのブランク値が高くなるのが予想されるので、密閉でき上澄み液を容易に分取できる容器として比色管を用いた。

(2) 抽出液とろ紙繊維の分離について

操作で大きな繊維と抽出液を分離させないと繊維が抽出液の半分程度を含んでしまい、上澄みの液の液量が不足した。また、操作において 450°C, 2 時間、加熱したろ紙は大きな繊維の沈殿性が良く、次の操作が行い易かった。

(3) 上澄み液の分取について

大きな繊維と分離させた抽出液を約 24 時間静置させることにより、蒸留水と同じような上澄み液が約 10~14ml 得られる。10ml 分取することはわずかしいので、沈殿物を吸い込まないで上澄み液を 6ml 分取することにした。

3.3 ろ紙のアンモニアのブランク値、回収率、捕集効率の実験結果

2. の測定方法に従ってろ紙のアンモニアのブランク値、抽出操作におけるアンモニア回収率および、アンモニアの捕集効率について実験を行った。

(1) ろ紙のアンモニアのブランク値

表1にろ紙のアンモニアのブランクの値を示した。乾燥器の中で乾燥させたシュウ酸ろ紙に比べ、デシケータ中で乾燥したシュウ酸ろ紙のアンモニアのブランク値は 2 μ g 程度低減し、ばらつき幅も約 0.5 μ g と小さくなった。シュウ酸ろ紙のアンモニアのブランク値のばらつき幅を 0.5 μ g とし、20l/min の流速で 5 分間吸引した場合の定量限界は、0.06ppm になる。

表1 シュウ酸ろ紙のアンモニア量のブランク値

	乾燥器で乾燥したろ紙	デシケータ中で乾燥したろ紙
No. 1	3.73 μ g	1.92 μ g
2	4.08	1.69
3	3.38	1.77
4	3.14	2.07
5		1.84
平均	3.58	1.86

(2) 抽出操作における回収率

2.3 の測定手順よりシュウ酸ろ紙に捕集されたアンモニアが、正確に抽出されるかを回収率から調べてみた。その方法は約 0.32 μ g/ μ l のアンモニア濃度に相当する硫酸アンモニウム水溶液をシュウ酸ろ紙に 0~60 μ l 滴下し、その抽出液 6ml の吸光度を検量線と比較するもので、その結果を図4に示した。これによると、抽出液 6ml のアンモニア量と吸光度との関係は十分な直線性を示し、その傾きも検量線と同じであることから、回収率

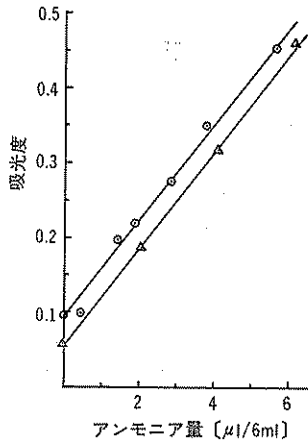


図 4 抽出操作によるアンモニア回収
 ◎ シュウ酸汚紙に滴下したアンモニア量と吸光度
 ▲ 2.3の(3)による検量線

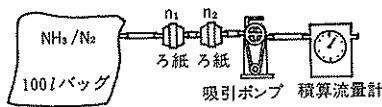


図 5 捕集効率の実験装置

は100%程度になると判断できた。なお、抽出液 6 ml 中のアンモニア量は次式より求まる。

抽出液 6 ml 中のアンモニア量

$$= \frac{6}{20} \times \left[\text{シュウ酸汚紙に滴下したアンモニア量} \right]$$

(3) 捕集効率

図 5 の装置を用いて捕集効率を調べた。試料ガスは 100% のアンモニアをガスボンベよりフッ素樹脂製のバッグに取り、窒素ガスで希釈して 0.1ppm, 5 ppm の濃度にした。汚紙の調製および分析は 2. の「測定方法」に従い、20l/min の流速における捕集効率を調べ、その結果を表 2 に示した。なお、捕集は 5 分間で行った。捕集効率は低濃度、高濃度ともに 95% 以上であり、20l/min の流速で十分に捕集できることがわかった。なお、高濃度の n1 は、アンモニア量が多いため、シュウ酸 0.214 g/100ml, グリセリン 1.2g/100ml の水溶液で $\frac{100}{3}$ 倍に希釈して測定した。

3. 4 試薬検討

従来のインドフェノール法 (JIS K 0099) の試薬を用いてシュウ酸汚紙の抽出液中のアンモニアを分析した場合、シュウ酸濃度による発色感度の低下および不安定さが、問題となった。そこでインドフェノール法に用いる試薬中の 4 成分の濃度を変えることによって発色性がど

表 2 シュウ酸汚紙のアンモニア捕集効率

	吸光度	NH ₃ (μg)	E (%)	
低濃度	n1 0.223	7.51	94.6	
	n2 0.053	1.37		
	n1 0.253	8.58	96.7	
	n2 0.050	1.27		
0.1 (ppm)	n1 0.199	6.66	97.9	
	n2 0.046	1.14		
	高濃度 (5 ppm)	n1 0.373	431	99.9
		n2 0.057	1.52	
n1 0.374		432	99.9	
n2 0.064		1.77		
n1 0.369		426	99.8	
n2 0.054		1.87		
ブランク値	B1 0.054	1.09	平均 1.02	
	B2 0.042	0.99		
	B3 0.042	0.99		

流量: 20l/分×5分

n1: 第 1 連目の汚紙

$$E: \text{捕集効率 } E = \frac{n_1 - n_2}{n_1 - B_{1,2,3}} \times 100 [\%]$$

のように影響をうけるかを調べた。その結果からシュウ酸汚紙の抽出液の分析に適すると思われる 4 成分濃度を求め、その濃度における発色試薬を用いた場合の発色感度について検討した。

(1) 有効塩素濃度の発色への影響

発色に最も影響する物質として、次に示した呈色反応より次亜塩素酸ナトリウムが考えられ、次亜塩素酸ナトリウム溶液中の有効塩素濃度について検討した。なお、フェノール—ニトロプルシドナトリウム溶液のフェノール濃度を 5 g/500ml, ニトロプルシドナトリウム濃度を 25mg/500ml および次亜塩素酸ナトリウム溶液の水酸化ナトリウム濃度を 15g/l とした。

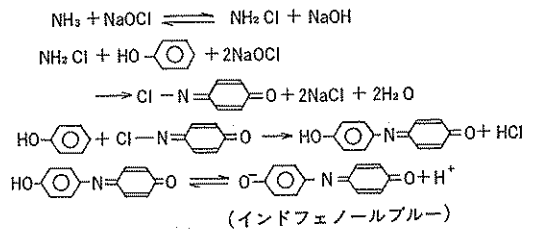


図 6 は 0.214g/100ml シュウ酸, 1.2g/100ml グリセリンの水溶液および 0.428g/100ml シュウ酸, 1.2g/100ml グリセリンの水溶液について有効塩素濃度による発色へ

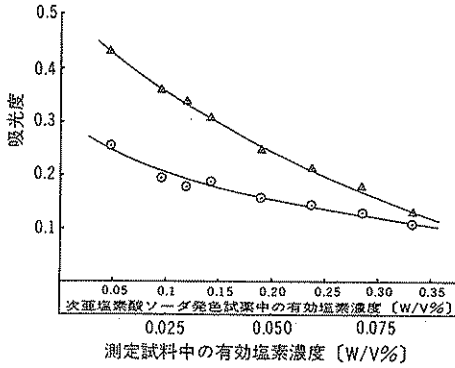


図6 有効塩素濃度の発色への影響 (1)

- ▲ アンモニア濃度 $5.79\mu\text{g}/10\text{ml}$, < シュウ酸アンモニウム $>0.214\text{g}/100\text{ml}$ シュウ酸, $1.2\text{g}/100\text{ml}$ グリセリン水溶液
- アンモニア濃度, シュウ酸倍量の場合

の影響を調べた結果である。次亜塩素酸ナトリウム溶液中の有効塩素濃度 $0.05\text{w/v}\%$ 以上では、有効塩素濃度が高くなるにしたがって吸光度が減少した。そこで次亜塩素酸ナトリウム溶液中の有効塩素濃度を $0.01\sim 0.143\text{w/v}\%$ にとり、 0.5% ホウ酸水溶液および $0.214\text{g}/100\text{ml}$ シュウ酸, $1.2\text{g}/100\text{ml}$ グリセリンの水溶液について影響を調べ、結果を図7に示した。両方の水溶液とも次亜塩素酸ナトリウム溶液中の有効塩素濃度が、約 $0.035\text{w/v}\%$ で吸光度が最大となり、濃度が高くなるにつれ吸光度が減少している。その減少の割合は $0.214\text{g}/100\text{ml}$ シュウ酸, $1.2\text{g}/100\text{ml}$ グリセリンの水溶液の方が大きい。以上の結果と、次亜塩素酸ナトリウム試薬中の有効塩素濃度が時間の経過とともに減少することを考慮して、次亜塩素酸ナトリウム溶液中の有効塩素濃度を $0.06\text{w/v}\%$ とし、次にフェノール濃度による発色影響の検討を行っ

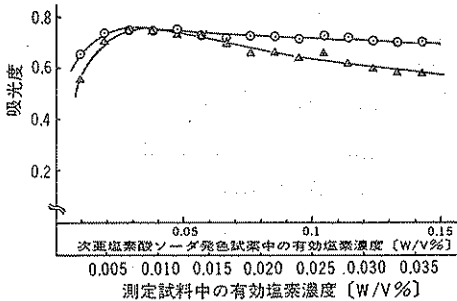


図7 有効塩素濃度の発色への影響 (2)

- アンモニア濃度 $15.4\mu\text{g}/10\text{ml}$ < 硫酸アンモニウム $>0.5\%$ ホウ酸水溶液
- ▲ アンモニア濃度 $15.3\mu\text{g}/10\text{ml}$ < シュウ酸アンモニウム $>0.214\text{g}/100\text{ml}$ シュウ酸, $1.2\text{g}/100\text{ml}$ グリセリン水溶液

た。

(2) フェノール濃度の発色への影響

次亜塩素酸ナトリウム溶液中の有効塩素濃度を $0.06\text{w/v}\%$ 、水酸化ナトリウム濃度を $15\text{g}/\text{l}$ とし、フェノール—ニトロプルシドナトリウム溶液中のフェノール濃度による発色への影響を調べた。

図8に 0.5% ホウ酸水溶液および $0.214\text{g}/100\text{ml}$ シュウ酸, $1.2\text{g}/100\text{ml}$ グリセリンの水溶液についてのフェノール濃度による発色への影響を示した。これによると、両方の水溶液ともフェノール濃度が高くなるにしたがって吸光度が大きくなり、 $5\text{g}/500\text{ml}$ 以上でその吸光度の増加がゆるやかになった。

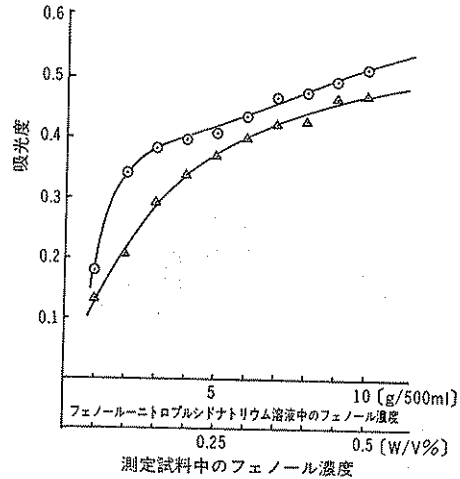


図8 フェノール濃度の発色への影響

- アンモニア濃度 $7.72\mu\text{g}/10\text{ml}$ < 硫酸アンモニウム $>0.5\%$ ホウ酸水溶液
- ▲ アンモニア濃度 $7.67\mu\text{g}/10\text{ml}$ < シュウ酸アンモニウム $>0.214\text{g}/100\text{ml}$ シュウ酸, $1.2\text{g}/100\text{ml}$ グリセリン水溶液

図8の結果をもとにフェノール—ニトロプルシドナトリウム溶液中のフェノール濃度を $6\sim 11\text{g}/500\text{ml}$ にとり、 $0.214\text{g}/100\text{ml}$ シュウ酸, $1.2\text{g}/100\text{ml}$ グリセリンの水溶液についてフェノール濃度による発色への影響を調べた。その結果を図9に示した。この結果を見ると、フェノール濃度 $6\sim 11\text{g}/500\text{ml}$ においてフェノール濃度の増加にともなって吸光度が徐々に高くなっており、そのフェノール濃度範囲において上限と下限の吸光度の差がアンモニア濃度 $10\mu\text{g}/10\text{ml}$ 当り、 0.111 であった。このことからこの範囲はフェノール濃度では発色への影響は少ないと考えられた。そこで、この範囲のフェノール濃度の中央値付近の値を取り、フェノール—ニトロプルシドナトリウム溶液中のフェノール濃度を $8\text{g}/500\text{ml}$ とした。

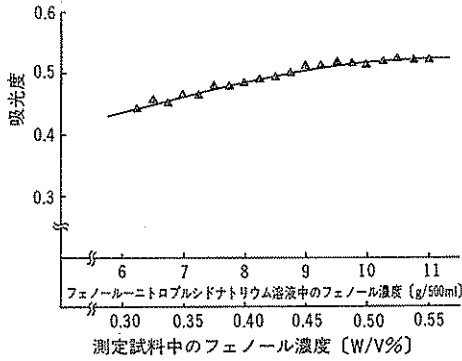


図 9 フェノール濃度の発色への影響
(アンモニア濃度7.67 μ g/10ml < シュウ酸アンモニウム>0.214g/100ml シュウ酸, 1.2g/100ml グリセリン水溶液について)

(3) 水酸化ナトリウム濃度の発色への影響

0.214g/100ml シュウ酸, 1.2g/100ml グリセリン水溶液について水酸化ナトリウム濃度の発色への影響について調べた。なお、フェノール-ニトロプルシドナトリウム溶液中のフェノール濃度を 8 g/500ml, 次亜塩素酸ナトリウム溶液中の有効塩素濃度を0.06w/v %として実験を行った。その結果を図10に示した。図11は横軸に pHをとったものである。

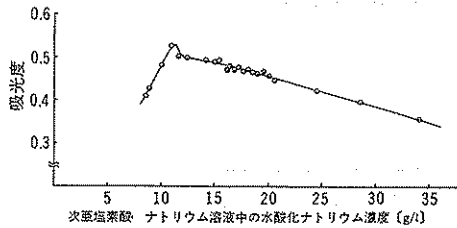


図 10 水酸化ナトリウム濃度の発色への影響
(アンモニア濃度7.67 μ g/10ml < シュウ酸アンモニウム>0.214g/100ml シュウ酸, 1.2g/100ml グリセリン水溶液について)

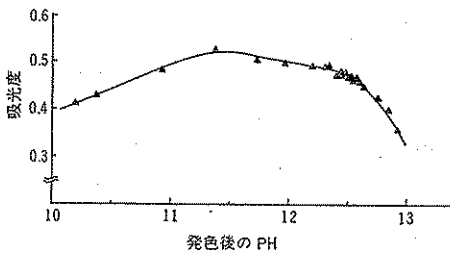


図 11 pH の発色への影響
(アンモニア濃度7.67 μ g/10ml < シュウ酸アンモニウム>0.214g/100ml シュウ酸, 1.2g/100ml グリセリン水溶液について)

図10を見ると次亜塩素酸ナトリウム溶液中の水酸化ナトリウム濃度が11g/l 以上で水酸化ナトリウム濃度が高くなるにしたがって、吸光度は徐々に減少している。試薬調製における誤差およびその他の影響を見こんで、次亜塩素酸ナトリウム溶液中の水酸化ナトリウム濃度を16 g/l とした。

(4) ニトロプルシドナトリウム濃度の発色への影響

0.214g/100ml シュウ酸, 1.2g/100ml グリセリンの水溶液についてニトロプルシドナトリウム濃度の影響について調べた。フェノール-ニトロプルシドナトリウム溶液中のフェノール濃度を 8 g/500ml とし、次亜塩素酸ナトリウム溶液中の有効塩素濃度を0.06w/v %, 水酸化ナトリウム濃度を16g/l とした。その結果を図12に示した。

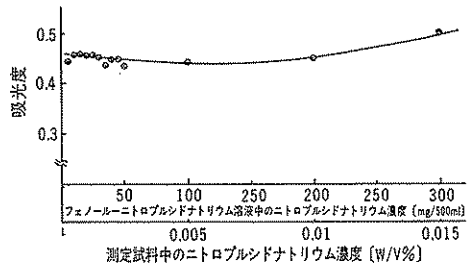


図 12 ニトロプルシドナトリウム濃度の発色への影響

(アンモニア濃度7.67 μ g/10ml < シュウ酸アンモニウム>0.214g/100ml シュウ酸, 1.2g/100ml グリセリン水溶液について)

これによると、フェノール-ニトロプルシドナトリウム溶液中のニトロプルシドナトリウム濃度が200mg/500ml までは吸光度は安定している。また、ニトロプルシドナトリウム濃度が 0 mg/500ml では発色しなかった。以上のことからフェノール-ニトロプルシドナトリウム溶液中のニトロプルシドナトリウム濃度は、JIS と同じ濃度の25mg/500ml とした。

(5) シュウ酸濃度に対する発色の安定性

(1)~(4)の検討の結果、2.1の発色試薬の成分濃度が最適と考えられた。この発色試薬を用いてシュウ酸濃度に対する発色の安定性を調べ、その結果を図13に示した。

これを見ると検体中のシュウ酸濃度0.0~0.4g/100ml の範囲で安定であり、シュウ酸汚紙の抽出操作で得られる抽出液中のシュウ酸濃度は0.214g/100ml であるから、汚紙の調製および抽出操作から生じるとと思われるシュウ酸濃度の変化に対応できるものと考えられる。

(6) 標準に用いるアンモニウム塩の検討

標準用のアンモニウム塩として硫酸アンモニウムを用

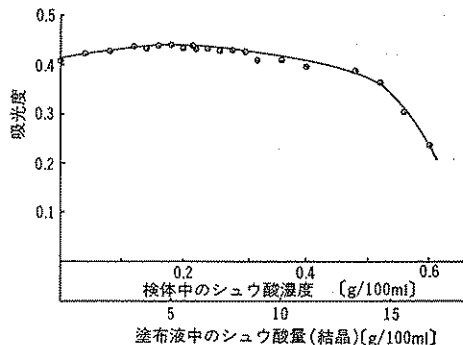


図 13 シュウ酸濃度の発色への影響
(アンモニア濃度7.67 μ g/10ml <シュウ酸アンモニウム>1.2g/100ml グリセリン水溶液について)

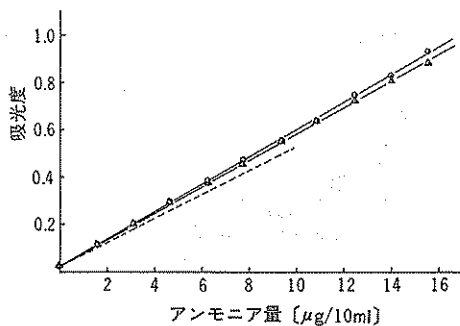


図 14 検量線の比較

- 0.5% 酢酸水溶液
- △ 0.214g/100ml シュウ酸, 1.2g/100ml グリセリン水溶液
- JIS の発色試薬による検量線 (0.5% 酢酸水溶液)
- * 標準のアンモニウム塩として硫酸アンモニウムを使用

い、0.214g/100ml シュウ酸, 1.2g/100ml グリセリンの水溶液および0.5% 酢酸水溶液について検量線を作成し、それを図14に示した。また、上記のそれぞれの水溶液10mlに0.2 μ g/ μ lのアンモニア水を10~50 μ l滴下し、吸光度を測定することによって、図14の検量線からアンモニア量を求めた。その結果を図15に示したが、測定したアンモニア量が両方の水溶液とも一致した結果が得られたので、標準のアンモニウム塩として JIS (K 0099) と同じく、硫酸アンモニウムを採用した。なお、シュウ酸アンモニウムの結晶は1分子の結晶水を含み、65°Cで無水になり、さらに加熱すると分解するため加熱乾燥ができないので、標準用のアンモニウム塩として使用したい。

図14に JIS の試薬を用いて作成した0.5% 酢酸水溶液

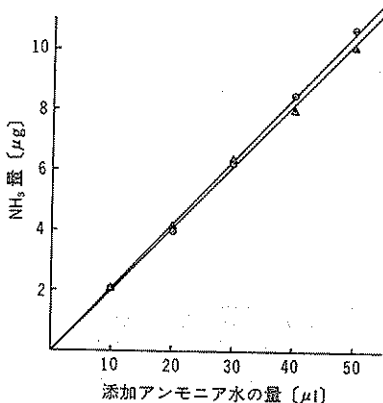


図 15 検量線の検討

記号	水溶液の種類	使用検量線
○	0.5% 酢酸	硫酸アンモニウム 0.5% 酢酸希釈
△	0.214% シュウ酸 1.2% グリセリン	硫酸アンモニウム 左記の水溶液希釈

液の検量線を示した。この検量線と2.1の試薬を用いて作成した検量線を比較すると、0.214g/100ml シュウ酸, 1.2g/100ml グリセリンの水溶液のみならず、0.5% 酢酸水溶液の発色感度も JIS 法よりも高くすることができる。

4 ま と め

悪臭防止法では工場敷地境界線におけるアンモニアの測定方法として、硫酸汚紙を用いるピリジン-ピラゾロン法が定められているが、硫酸汚紙に含まれるアンモニアのブランク値がばらつき、正確な測定がむずかしいことや、試薬が不安定であるなどの短所がある。これらの点を改善するために大気中のアンモニアをシュウ酸汚紙を用いて捕集し、インドフェノール法で分析する測定方法について検討を行った。その結果、シュウ酸汚紙のアンモニアのブランク値は、硫酸汚紙よりも低くかつ安定していて、インドフェノールブルーの発色感度も従来の JIS (K-0099) のインドフェノール法に比べ高くなった。この測定方法を用いて、大気試料100lの採取量で0.06 ppm のアンモニアの測定が可能になった。

本研究は環境庁委託の「悪臭物質の測定等に関する研究」の一部であり、研究の便宜を与えられたことを付記すると共に、御指導御助言をいただいた横浜国立大学環境科学研究センター加藤龍夫教授ならびに新潟県公害研究所貴船育英氏に深く感謝したい。

引用文献

- 1) 角脇脩, 小島一郎, 小池一美: 悪臭防止法におけるアンモニア測定法の検討とその改良, 大気汚染研究, 10(4): 142, 1975.
- 2) 安居茂夫: ガスクロマトグラフによる微量アンモニア, トリメチルアミンの同時分析法, 分析化学, 第28年会講演要旨集, 716, 1978.

Summary

Ammonia content in the atmosphere has been determined thus far by the absorptiometric method which used a pyridine-pyrazolone reagent for an offensive odor investigation. But, it has

been pointed out that the reagent is rather inadequate due to the unstable property and malodor which will diffuse through the use of this agent. Thus, an alternative method which utilized the formation of indophenol blue, was examined. The sampling method which used an oxalic acid filter, was also examined. The result of the experiment was as follows. A little amount of ammonia was detected from a blank oxalic acid filter and this ammonia was found to be rather stable. Coloring by formation of indophenol blue was sensitive and stable. From the results obtained, 0.05 ppm of ammonia at least in the atmosphere seemed to be capable of being determined by this method, when 100 l of air was sampled.