

第2章 各論

第1節 試料捕集

1 概要

湿性沈着の測定結果を正しく評価するためには、試料が、調査の目的に相応した地域から、正確に捕集されたものである必要がある。

本手引き書では湿性沈着の内で降水の捕集方法について記載する。

2 試薬

(1) 水：蒸留水またはイオン交換水（0.15mS/m未満）

(2) 殺菌剤（バイオサイド）：固体で常温で不揮発性のもの。

チモール（2-イソプロピル-5-メチルフェノール）が推奨される（注1）。

（注1）冷蔵できる場合には殺菌剤を用いなくても良い。しかし、有機酸を測定対象とする場合は必ず使用する。バイオサイドを使用する場合には、前もって分析操作に対する評価を行う必要がある。また、実験排水には十分な配慮が必要である。

3 器具および装置

3.1 試料捕集装置（降水時開放型捕集装置）

試料捕集用の装置は雨量計、降水捕集装置、感雨器から成っている。捕集ロートまたはバケツを収容し、感雨器とモーターで作動する密閉式のふたのあるもので、捕集装置の容器またはロートは、降水開始から1分以内に自動的に開き、降水終了後3分程度で閉じることができるもの。

装置は周辺温度 $-20\sim 40^{\circ}\text{C}$ の範囲で安定に動作すること。ただし、試料捕集部と試料保管部を一体型とすることができない場合は、採水部を室外に、試料保管部を 0°C 以上に空調された室内に設置する分離型の仕様とする。

装置のきょう体はステンレス鋼製とする。特に離島、沿岸等の海塩の影響を強く受ける地点では、防錆に配慮したきょう体とする。降水捕集装置の容器またはロート以外の部分に雨水が入らないように、密閉性を良くする。

捕集装置は1日毎（9時から翌日9時まで）に自動交換でき、7日間分の捕集が可能であること（注2）。また、保存は 4°C 前後に制御できるもの。

降雪地域では、雨量計、降水捕集装置、感雨器の周りに風避けを設置するが、風避けによって汚染が引き起こされないよう注意する。風避けとしては、アルターシールド (Alter shield)、ニファシールド (Nipher shield)、トレチャコフシールド (Tretyakov shield)、ワイオミングシールド (Wyoming shield)、ソ連式二重柵シールドなどがある。

(1) 降水捕集装置（受水器）

受水器は口径200mm程度の一定のサイズとする。ロート部の立ち上がり部は200mm以上かつロートの開口面より上方に捕集の障害となるものがないこと。また、降雪地域では温水式（約 5°C ）のロートの使用などにより、雪についても効率よく捕集できること。試料の

捕集効率は無風状態で95%以上とする。

捕集容器は、原則として朝9時から翌朝9時までの一日毎の捕集ができ、捕集容器の自動交換が可能で、連続して7日間の捕集ができること。なお、オーバーフローした場合の対策として、オーバーフロー分を貯水できる容器を備えること(注2)。オーバーフロー分についても通常の通り分析を行い報告する。

材質はポリエチレン、テフロンまたはテフロン被膜製のものをを用いる。ただし、原則として、ロート、試料保存容器およびこれらの連結部分は同一の材料とする。

(2) 感雨器

感雨器は、無指向性で、少なくとも毎時0.05 mmの降雨強度、直径0.5mmの雨滴を検知する能力を持つものとする。霧や露による誤作動を防止し、雪を溶かして検知可能にし、また、降雨終了後に残留した雨水を蒸発させて捕集装置を閉じさせるため感雨器は加熱する。

具体的には気象庁 JMA-80型地上気象観測装置の製作および取り付け仕様書に準拠する。

感雨の有無は無電圧接点出力とし、センサー部の材質は概ね5年以上腐食に耐えられるものをを用いる(注3)。

なお検知面を鳥糞から保護するため、感雨器の周囲に数本の針を立てる。

(3) ふたの構造

ふたの役割は、降水等が無いとき受水器を密閉し、大気中のガスやエアロゾルからの汚染を防止し、試料の蒸発を最小限に留めることにある。ふたの開閉は、開くときは1分以内に、閉じるときには3分程度とし、降り終わりにおけるふたの開閉動作に2分間の待機時間を設定できるもの。ふたの密閉度は通常の使用状態で冷却ファンを動作させても捕集容器またはロートを通ずるガス量は1 L/min以下であること。

ふたの密閉を良くするため、通常、ふたの下面に柔軟なガスケットを取り付け、また、ロートの保守と清掃を行うため、ふたは手動で開閉できるようにする。

降雪地域で用いる捕集装置は、ふたの上にステンレス鋼製またはテフロン被膜の尖った屋根を設ける(注4)。

(4) 雨量計

標準雨量計またはその同等品を使用する(注5)。

雨量計の捕集率に対する風の影響を減らすため、雨量計の周りに風避けを設ける。

試料捕集装置と雨量計は2 m以上離し、降水時の主風向に対して垂直になるよう設置する。

(5) 洗浄装置

洗浄装置は、受水ロートおよび試料配管などに対する化学的な汚染を最小限に留めるために洗浄するものである。

洗浄方法は、純水を用いる自動洗浄とし、特に受水器の洗浄は死角が生じない様な構造のノズルを用いる。洗浄は24時間に1回とし、毎時午前9時とする。

なお設定した洗浄時間帯に降水があった場合は、洗浄を行わない。また、自動洗浄以外に各部が手動で容易に洗浄できる機能を持ち、各部の汚染状態が目視で確認できる構造であること。

3.2 装置の日常的な保守点検

各地で実施する標準的な保守点検作業は、装置、標準雨量計等の日常的な点検と保守が含まれる。典型的な保守点検作業として以下のものが含まれる。

- ・センサーの正しい応答と加熱の点検
- ・ふたの開閉作動の点検
- ・装置と標準雨量計の両者のロートの点検
- ・試料捕集部に入った落葉等異物の除去

(注2) 測定地点によっては、7日毎の試料回収が困難な場合もある。この場合は、2週間を限度とした自動交換機能を持つ捕集装置を使用してもよい。

(注3) 降雪地域で使用する感雨器は、風避け器具を取り付けるかまたは赤外線式降雪感知器を用いる。

(注4) 雪がふたの上に積もることや、開いたときに受水器に吹き込むことを防止する。

(注5) わが国では気象測器の精度を保持するために特定の気象測器について検定制度が設けられている。雨量計もその対象となっており、使用する雨量計は、以下に定められた測器もしくはこれと同等以上の性能を有する必要がある。雨量計についての検定対象となる測器の種類とそれぞれの検定公差は以下のように定められている。

1)雨量計の検定公差(器差)

a) 貯水型指示雨量計(セルシン式雨量計を除く)

表わす雨量	10mmまで	0.2mm
	10mmを超えるとき表わす雨量の2%	

b) 転倒ます型雨量計

表わす雨量	20mmまで	0.5mm
	20mmを超えるとき表わす雨量の3%	

2)雨量ます

1目盛りの誤差	0.02mm
---------	--------

4 試料捕集

4.1 捕集準備

(1) 捕集容器の洗浄

捕集容器(バケツ、ロート、瓶)は、実験室においてあらかじめ研究室用洗剤と水に48時間浸してから洗浄し、蒸留水または純水で2回ゆすいだ後、洗浄水の電気伝導率が $<0.2\text{mS/m}$ ($<2\mu\text{S/cm}$)であることを確認しておく。更に毎回捕集の前に個々の現場で純水で洗浄する。捕集装置に用いるロートは、定期的に純水で良く洗浄しキムワイブなどの清浄な紙で拭う。

(2) 容器の捕集装置への運搬と装置からの取り出し交換および試料操作場所への運搬

捕集容器はキャップをするか樹脂製の袋に密閉して捕集装置まで運搬したり、捕集装置から取り出す。

(3) 試料の試料操作場所への運搬

捕集試料を運搬中は、捕集容器はキャップをするか樹脂製の袋に密閉し、試料のこぼれや汚染を防止する。試料の汚染やこぼれが生ずる恐れがあるので現地での試料の移し替えは行わない。

4.2 試料の捕集(捕集期間、頻度)

リモートサイト、ルーラルサイト、アーバンサイトにおいては、試料は原則として24時間毎に回収する。したがって、捕集バケツを用いる場合、降水の有無に拘わらずバケツを毎日交換する。原則として、午前9時00分から1日が始まるものとする。

4.3 試料体積と降水量の測定

降水量は、気象庁検定済標準雨量計またはその同等品を用いて、現地で測定・記録する。標準雨量計と降水捕集装置とは並行して運転する。

現地では、試料体積と標準雨量計の深さ(降水量)または記録計を用いる。

- (1) 試料体積は重量測定によって測定する。重量測定の方が容易であり、汚染やこぼれを生じにくい。重量測定は、試料を秤量する前に既知の重量(基準重量)を測定して校正しておくか、または自動調節精密天秤を使用する。現場での秤量ができない場合には、実験室に持ち帰って測定しても良い。
- (2) 標準記録式雨量計を使用する場合は、通常、試料捕集から数分以内に指示値を読み取る。降水試料が捕集されたかどうかを問わず、全ての捕集期間について降水量を測定する。

4.4 フィールドブランク試験用試料

フィールドブランク試験は、試料捕集装置の汚染の程度を評価し、試料の分析に支障のない測定環境を設定するために行うために、月に1回以上実施する。フィールドブランク試験は、試料を捕集した後、まず、ロート部と導管部を洗浄する。その後、捕集装置に純水100mLを加え、通常の試料保存瓶にそれを採取したものについて、通常の降水試料と同様に全測定項目を分析し、測定値を報告する。このとき使用した残りの純水も同様に全項目を分析しフィールドブランク値と比較する。フィールドブランク値は極力低減を図り、測定値の信頼性を図る。通常のフィールドブランク値に比べ高い値が出た場合にはロート部及び導管部を洗浄する。それでもフィールドブランクが高い値である場合にはロート部をさらに洗浄するとともに導管部を交換する。少なくとも、次回のフィールドブランク試験のときにフィールドブランク値が低くなっていることを確認する。

4.5 並行測定用試料の捕集

既設の測定地点に設置した降水捕集装置の他に同一型式の装置をもう1台用いて同様に捕集したものを並行測定用試料とする。しかし、一般の測定局での並行測定用の試料捕集は困難であるので、本試験は酸性雨モニタリングネットワークセンター等で系統的に実施することが望まれる。

4.6 試料の保存および輸送

(1) 現地での保存

電源が安定して供給される場合には、冷蔵庫を用いた冷蔵保存が推奨される。試料の入っている保存容器を装置から取り出し、速やかに密栓する。サンプリング担当者は、保存容器を取り扱う際、常に使い捨ての樹脂性の手袋を着用する。

試料の汚染やこぼれを生ずる恐れがあるため現地での試料の移し替えは行わない。

試料体積を測定した試料は、微生物による変質を防止するため、空気の入りを少なくし、光を遮断するとともに5℃以下でかつ凍結しない温度に保つため冷蔵庫内に保存する。

(2) 試料の輸送

試料の貯蔵と輸送に用いる瓶は、破損や漏れが生じない丈夫なもので、試料を化学的に安定な状態に保たなくてはならない。化学的安定性を達成する最も一般的な方法は、a) 輸送時間を最小限にとどめること（例えば夜間輸送サービスの利用）、b) 輸送中に試料を冷却する（例えば冷凍パックを入れた断熱輸送容器を用いる）である。分析機関から清浄な輸送容器を供給する。

試料体積を測定した試料は、微生物による変質・吸収等を防止するため冷蔵する。

5 試料に関する文書記録

1つの地点で捕集された全ての降水試料は、試料のラベルとデータ書式に以下の情報を記入することによって識別する。この情報は、「試料記録書式」あるいは「現場観測報告書式」などと呼ばれる印刷された書式に、以下の定量的および定性的情報を記録する。

- ・測定地点名
- ・試料の識別番号
- ・試料捕集開始年月日、開始時刻、終了年月日、終了時刻
(降水開始時刻と終了時刻)
- ・試料体積または重量（捕集容器重量を含む）
- ・標準雨量計による測定値
- ・試料の種別（雪、雨、氷雨、それらの混合、雹）
- ・試料の汚染（顕著な懸濁粒子状物質、鳥糞、昆虫）
- ・装置の状態（作動が正しい/正しくない）
- ・測定地点の状況（農業、工業、車両の活動）
- ・担当者による特記事項（通常と異なる状況、問題、観察事項）
- ・補充の必要性（輸送容器、純水、冷凍パック等）
- ・担当者の氏名

試料記録は分析機関へ送られる試料に添付する。