

表4 試験に用いる等価液

等価液の種類	成分濃度	適用項目
ゼロ調整用等価液	レンジの0 %	8.4.1 (1) (a), (b) 及び (d)
スパン調整用等価液	レンジの80~100 %付近	8.4.1 (1) (a), (c), (d) 及び (e)
中間点等価液	レンジの50 %付近	8.4.1 (1) (d)

表5 試験に用いるガス

ガスの種類	成分濃度	適用項目
スパンガス	レンジの80~100 %	8.4.2 (1), (3) 及び (5)
中間点ガス	レンジの50 %付近	8.4.2 (4)
ゼロガス	レンジの0 %	8.4.2 (1), (2) 及び (5)
スパン調整用ガス	各レンジの80~95 %	8.4.2 (1), (3) 及び (5)
ゼロ調整用ガス	各レンジの0 %	8.4.2 (1), (2) 及び (5)
アンモニア	1 volppm以下	8.4.2 (7)

備考 スパン調整用ガス及びゼロ調整用ガスは標準ガスによってその濃度が確認されたガスとする。

8.3 校正

8.3.1 吸光光度方式

(1) 等価液による目盛校正

- (a) ゼロ調整 ゼロ調整用等価液を二酸化窒素吸収器及び一酸化窒素吸収器に入れ、測定回路を作動する、計器指示が安定した時点でゼロ調整を行う。
- (b) スパン調整 スパン調整用等価液を二酸化窒素吸収器及び一酸化窒素吸収器に入れ、計器指示が安定した時点で、等価液に対応する二酸化窒素濃度及び一酸化窒素濃度を示すようにスパン調整を行う。
- (c) 必要に応じて(a), (b)を繰り返した後、ゼロ及びスパンのそれぞれが6.性能の繰返し性の範囲内で合うまで行う。

- (2) 校正用ガスによる濃度目盛の点検 校正用ガスは、JIS K 0055の3:(校正用ガス)を用いる。等価液によってゼロ、スパン調整を行った後、スパンガスを試料大気導入口から導入し指示記録させ、スパンガス濃度に対する指示値を比較し、二酸化窒素応答比及び一酸化窒素応答比を求める⁽⁴⁾。二酸化窒素スパンガスについて、その濃度に対する指示値が±8 %以上異なる場合、また、一酸化窒素スパンガスについて、その濃度に対する指示値が90 %以下である場合は、計測器の試料大気流量、吸収液の採取量、二酸化窒素吸収器、一酸化窒素吸収器、酸化びんなどを点検する。

- (3) 動的校正 動的校正は、試験に用いるガスを用いて次のとおり行う。

- (a) ゼロ調整 ゼロガスを設定流量で導入し、指示の安定後、ゼロ調整を行う。
- (b) スパン調整 スパンガスを設定流量で導入し、指示の安定後、スパン調整を行う。

注⁽⁴⁾ 希釈ガスに窒素を用いた校正用ガスを使用する場合には、窒素に対する流量計の特性を調べ、必要に応じて試料大気流量の補正を行わなければならない。

8.3.2 化学発光方式 計測器が定常状態に達した後、JIS K 0055に規定する3.1 (容器詰め標準ガス) 及び3.2 (校正用ガス調製装置による標準ガス) の校正用ガスを用いて、次の方法で計測器の目盛校正を行う。

- (1) ゼロ調整 ゼロガスを設定流量で計測器に導入し、指示が安定した時点でゼロ調整を行う。
- (2) スパン調整 スパンガスを設定流量で計測器に導入し、指示が安定した時点でスパン調整を行う。
- (3) 二酸化窒素 二酸化窒素については、適当な濃度の校正用ガスを導入し、目盛の確認又は調整を行う、又はコンバータの再点検を行う。

8.4 性能試験方法 性能試験方法は、次のとおりとする。

8.4.1 吸光光度方式

(1) 等価液による性能試験方法

- (a) 繰返し性 二酸化窒素吸収器にゼロ調整用等価液を共洗いしながら注入し、最終値を記録紙上で確認した後、スパン調整用等価液を共洗いしながら注入し、最終値を確認する。この操作を交互に3回繰り返し、ゼ

ロ値、スパン値の各々の平均値を算出し、各測定値と平均値の偏差を求める。一酸化窒素吸収器においても同様に行う。

- (b) ゼロドリフト 試料大気の吸引を停止した状態でプログラマを動作させ、ゼロ調整用等価液（吸収液）の採取及び排出、吸光度の測定の開始及び停止を伴う24時間連続測定を行う。この間におけるゼロ指示の設定値からの最大偏差を求める。必要な場合は、ゼロ値を最大目盛値の3%程度に設定してもよい。
- (c) スパンドリフト ゼロドリフト試験において、試験開始時にスパン調整を行い、試験終了時（24時間後）及び中間に2回以上、二酸化窒素吸収器及び一酸化窒素吸収器の吸収液に換えて、それぞれのスパン調整用等価液を共洗いしながら注入し、最終値を記録させる。これらのスパン値において、ゼロドリフトの影響がみられる場合は、その変動を補正する。最初のスパン値と他のスパン値を比較し、差の最も大きいものをスパンドリフトとする。

なお、各スパンの測定点は4時間以上離れていなければならない。

また、スパン測定後は、各吸収器に共洗いしながら吸収液を注入し、ゼロドリフト試験を続ける。

- (d) 指示誤差 ゼロ、スパン調整を行った後、中間点等価液を二酸化窒素吸収器及び一酸化窒素吸収器に共洗いしながら注入し、指示値と等価液の濃度との差を求め、そのレンジの最大目盛値に対する百分率とする。
- (e) 電圧変動に対する指示の安定性 スパン調整用等価液を二酸化窒素吸収器及び一酸化窒素吸収器に注入し、指示が安定していることを確認し、その値をAとする。次の電源電圧を定格電圧の+10%の電圧に徐々に変化させる。指示が安定したとき、その値をBとする。次に定格電圧の-10%の電圧に徐々に変化させ、指示が安定したとき、その値をCとする。B-A及びC-Aのレンジの最大目盛値に対する比を求める。

(2) 校正用ガスによる性能試験方法 校正用ガスは、JIS K 0055の3.（校正用ガス）を用いる。

- (a) 二酸化窒素捕集率 計測器の試料大気流路から酸化瓶を取り除き、配管を短絡しておく。二酸化窒素校正用ガス（80~95 ppb程度）を試料大気入口から導入し指示記録させる。二酸化窒素測定値をA'、一酸化窒素測定値をB'とする。

$$\text{捕集率} = \frac{A'}{A' + B' \times 0.7} \times 100 (\%)^{(5)}$$

注(5) 一酸化窒素のスパン調整は、3.2.1 (5) の酸化率を70%とした一酸化窒素目盛調整用等価液で酸化瓶で酸化された二酸化窒素に対しては、 $\frac{1}{0.7}$ 倍の測定値が得られる。ここでは酸化器を使用していないから、一酸化窒素測定値B'に0.7を乗じて、二酸化窒素測定値に対応するように補正する。

- (b) 一酸化窒素酸化率 一酸化窒素校正用ガス（80~95 ppb程度）を試料大気入口から導入し指示記録させる。この一酸化窒素測定値をA''、一酸化窒素校正用ガスの濃度をB''とする。

$$\text{酸化率} = \frac{A''}{B''} \times 70 (\%)^{(6)}$$

なお、一酸化窒素校正用ガスに二酸化窒素が含まれていると、これが還元して一酸化窒素の指示の妨害となるから、二酸化窒素を含まない一酸化窒素校正用ガスを使用しなければならない。

注(6) 一酸化窒素のスパン調整は、3.2.1 (5) の酸化率を70%とした一酸化窒素目盛調整用等価液で行う。酸化瓶で酸化された二酸化窒素に対しては、 $\frac{1}{0.7}$ 倍の測定値が得られる。したがって酸化率は一酸化窒素校正用ガス濃度に対する一酸化窒素測定値の比に0.7を乗じて修正し、100を乗じて百分率にして求められる。

(3) その他の試験方法 その他の試験方法は、次のとおりとする。

- (a) 電圧変動に対する試料大気流量の安定性 試料大気流量を設定流量に調整し、その指示流量をAとする。次に電源電圧を定格電圧の+10%の電圧に徐々に変化させ、流量が安定したときの指示流量をBとする。次に定格電圧の-10%の電圧に徐々に変化させ流量が安定したとき、その値をCとする。B-A、C-Aの設定流量に対する百分率をもって偏差として表す。
- (b) 試料大気流量の安定性 試料大気流量の経時変化は、試験開始時に設定流量に試料大気流量を調整し⁽⁷⁾、その指示流量を読み取り記録し、その後10日間連続運転を行う。この中間に3回以上及び終了時（10日間）に指示流量を読み取り記録し、それらの最大値及び最小値と設定流量との差を設定流量に対する百分率をもって偏差として表す。

注(7) この試験中は、設定流量を調整してはならない。もし、調整した場合には、その後10日間の試験を行わなければならない。

また、流量安定化装置をもつ計測器は、この装置についての10日間の安定性の試験結果をもって、試料大気流量の安定性の試験に代えることができる。

- (c) 吸収液量の安定性 プログラマを手動とし、あらかじめ乾燥したメスシリンダ（100~300 ml）を吸収液の排出口にあてがう。手動で吸収液の計量と排液をそれぞれ5回行い、排出された吸収液の合計を読み取り、設定採取量の5倍量から偏差を求める。これを二酸化窒素吸収器、一酸化窒素吸収器についてそれぞれ行う

(6)。

注(6) 二酸化窒素吸収器及び一酸化窒素吸収器から排出される吸収液をそれぞれ個別に採取できるように、吸収液の出口又は電磁弁の動作を選択する。

- (d) 耐電圧 計測器の電気回路を閉の状態、電源端子一括と外箱との間に定格周波数の交流電圧1000 Vを1分間加えて異常の有無を調べる。
- (e) 絶縁抵抗 計測器の電気回路を閉の状態、電源端子一括と外箱との絶縁抵抗を、JIS C 1302に規定する500 V絶縁抵抗計で測定する。

備考 (d)及び(e)の試験は、計測器の電源停止状態で行う。

8.4.2 化学発光方式

- (1) 繰返し性 計測器にゼロ調整用ガスを設定流量で導入し、最終値を記録紙上で確認した後、スパン調整用ガスを同様に導入し、最終値を確認する。この操作を3回繰り返し、ゼロ値、スパン値の各々の平均値を算出し、各測定値と平均値の偏差を求める。
- (2) ゼロドリフト ゼロ調整用ガスを設定流量で導入し、24時間連続測定を行う。この間におけるゼロ指示の設定値からの最大偏差を求める。必要な場合は、ゼロ値を最大目盛値の5%程度に設定してもよい。
- (3) スバンドリフト ゼロドリフト試験において、試験開始時にスパン調整を行い、試験終了時(24時間後)及び中間に2回以上ゼロ調整用ガスをスパン調整用ガスに換えて導入し、最終値を記録させる。これらのスパン値において、ゼロドリフトの影響がみられるときはその変動を補正する。最初のスパン調整時のスパン値と他のスパン値を比較し、差の最も大きいものをスバンドリフトとする。
なお、各スパン測定点は4時間以上離れていなければならない。
- (4) 指示誤差 ゼロ、スパン調整を行った後、中間目盛の濃度の中間点ガスを導入し、指示記録させる。この指示値と中間点ガス濃度表示値との差を調べる。
- (5) 応答時間 試料大気導入口直後からゼロ調整用ガスを導入し、指示が安定後、流路をスパン調整用ガスに切り替える。このときの指示記録において、スパン調整用ガス導入の時点から最終指示値の90%値に達するまでの時間を測定し、応答時間とする。
- (6) コンバータの効率 コンバータ効率の試験方法は、附属書による。
- (7) コンバータのアンモニアの変換限度 ゼロ調整後、1 ppm以下のアンモニアを含む空気をコンバータ流路を経て導入し、その指示値(窒素酸化物濃度値)からアンモニア濃度に対する割合を求める。
- (8) 干渉成分の影響 水分の影響の試験方法については附属書による。
- (9) 周囲温度変化に対する安定性 ゼロドリフト及びスバンドリフト試験中に周囲温度を記録し、8.1(a)の試験温度範囲内の任意の温度5℃の温度変化に対するゼロドリフト及びスバンドリフトを調べる。
- (10) 電圧変動に対する安定性 試料大気入口からスパン調整用ガスを導入し、指示が安定していることを確認し、その値をAとする。
次に電源電圧を定格電圧の+10%の電圧に徐々に変化させる。指示が安定したときの値をBとする。次に定格電圧の-10%の電圧に徐々に変化させ、指示が安定したときの値をCとする。
 $B-A$ 、 $C-A$ のレンジの最大目盛値に対して比を求める。

(11) 耐電圧 8.4.1(3)(d)に同じ。

(12) 絶縁抵抗 8.4.1(3)(e)と同じ。

備考 (11)、(12)の試験は、計測器の作動停止状態で行う。

9. 表示 計測器には、見やすい箇所に容易に消えない方法で、次の事項を表示しなければならない。

- (1) 名称及び製造業者が指定する形名
- (2) 測定対象成分
- (3) 測定濃度範囲
- (4) 使用温度範囲
- (5) 電源種別及び容量
- (6) 製造業者名又はその略号
- (7) 製造年月
- (8) 製造番号

備考 これらの表示は、1か所にまとめて表示しなくてもよい。

10. 取扱説明書 取扱説明書には、少なくとも次の事項を記載しなければならない。

- (1) 設置場所
- (2) 試料大気の種類、流量、ダスト濃度及び干渉成分のそれぞれの許容範囲
- (3) 試料大気の前処理方法

- (4) 配管及び配線
- (5) 暖機時間
- (6) 使用方法
 - (a) 測定の準備及び校正
 - (b) 測定操作
 - (c) 測定停止時の処置
- (7) 保守点検
 - (a) 日常点検の指針
 - (b) 定期点検の指針
 - (c) 流路系の清掃
 - (d) 故障時の対策

付表1 引用規格

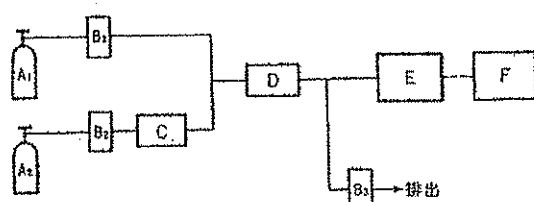
JIS C 1302	絶縁抵抗計
JIS K 0055	ガス分析装置校正方法通則
JIS K 0095	排ガス試料採取方法
JIS K 0211	分析化学用語 (基礎部門)
JIS K 0212	分析化学用語 (光学部門)
JIS K 0557	化学分析用の水
JIS K 8019	亜硝酸ナトリウム (試薬)
JIS K 8197	N-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩 (試薬)
JIS K 8247	過マンガン酸カリウム (試薬)
JIS K 8355	酢酸 (試薬)
JIS K 8586	スルファニル酸 (試薬)
JIS K 8951	硫酸 (試薬)
JIS Z 8103	計測用語
JIS Z 8761	フロート形面積流量計による流量測定方法

附属書 コンバータ効率試験方法

1. 適用範囲 この附属書は、化学発光法に基づく大気中窒素酸化物自動計測器に用いるコンバータの二酸化窒素を一酸化窒素へ変換する効率及び試料大気中の水分が同計測器の応答に与える影響をそれぞれ試験する方法について規定する。
2. コンバータ効率試験
 - 2.1 概要 この試験は、計測器の測定段階に相当する濃度の一酸化窒素及び、これをオゾン又は酸素で酸化して得られた二酸化窒素を用いて計測器の窒素酸化物測定流路と一酸化窒素測定流路のそれぞれで測定を行い、コンバータ効率を算出するもので、酸化の方法によって気相滴定法と酸素酸化法に分けられる。
 - 2.2 試験装置 この試験に用いる装置の構成を附属書図1に示す。

附属書図1 コンバータ効率試験濃度装置の構成 (一例)

- (1) 気相滴定法 (低濃度一酸化窒素標準ガスを用いて試験濃度ガスを一段で発生させる方法)



- A₁: 一酸化窒素標準ガス
- A₂: 精製空気
- B₁~B₃: 流量計
- C: オゾン発生器
- D: ガス混合器
- E: 計測器
- F: 指示記録計

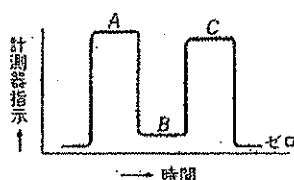
- (a) オゾン発生器の動作を止め、計測器を一酸化窒素測定側に設定する。
- (b) 一酸化窒素標準ガス A_1 及び精製空気 A_2 を流し、計測器の指示が測定段階の約80%を示すように流量を調整する。このときの指示記録計の指示値を A とする。
- (c) オゾン発生器を動作させ、生成するオゾンで一酸化窒素を酸化する。このとき、指示記録計の指示が測定段階の約10%を示すようにオゾン発生器を調整する。このときの指示記録計の指示値を B とする。
- (d) 計測器の流路切替を行い、窒素酸化物測定路（コンバート経由）とし、このときの指示記録計の指示値を C とする。

(2) 酸素酸化法及び空気酸化法

- (a) 計測器を一酸化窒素測定側に設定する。
- (b) F_2 から窒素を供給した状態で各流量を調整設定して、測定段階相当濃度の一酸化窒素を発生させる。このときの指示記録計の指示値を A とする。
- (c) 次の F_2 から酸素又は精製空気を供給して二酸化窒素を発生させる。このときの指示記録計の指示値を B とする。
- (d) 計測器の流路切替を行い、窒素酸化物測定流路（コンバート経由）とし、このときの指示記録計の指示値を C とする。

(3) コンバート効率の算出 (1)又は(2)における指示値 A 、 B 及び C の記録例を附属書図2に示す。

附属書図2 コンバート効率
試験記録（一例）
（流路切替方法の場合）



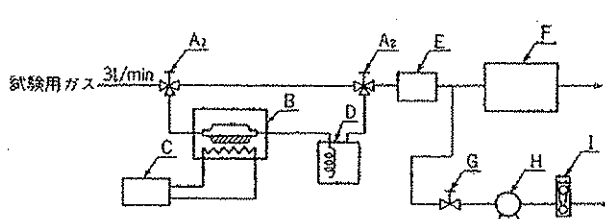
これらの指示値 A 、 B 及び C を用い、次によってコンバート効率を算出する。

$$\text{コンバート効率 (\%)} = \frac{C-B}{A-B} \times 100$$

3. 水分影響試験

3.1 試験装置 この試験に用いる装置の構成例を附属書図3に示す。

附属書図3 水分影響試験装置の構成（一例）



- A_1, A_2 : 三方コック（ふっ素樹脂製）
- B: 加湿器
- C: 温度調節装置
- D: 気液分離器（ほうけい酸ガラス製）
- E: 湿度計
- F: 計測器
- G: しばり弁
- H: 吸引ポンプ
- I: 流量計

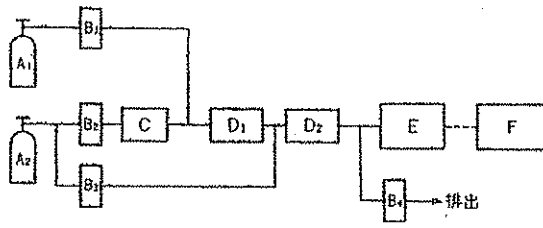
- (a) 加湿器 ほうけい酸ガラス製管に水を入れ、試験ガスが液面に接して流れるようにし、これを恒温槽に入れたもので、加湿温度は温度調節器で調節可能としたもの。試験用ガスの加湿に用いる。
- (b) 配管 装置の配管は三方コックも含め、四ふっ化エチレン樹脂製とする。
- (c) 湿度計 計測器に導入される試験用ガスの湿度を測定するもので毛髪湿度計などを用いる。
- (d) ポンプ 吸引流量が3 l/min以上のものを用いる。
- (e) 試験用ガス 計測器の最小レンジの最大目盛の80%以上の濃度の一酸化窒素を含む窒素及び計測器に応答を与える成分が検出されない空気。

3.2 操作 操作は、次の手順で行う。

- (a) 加湿器に水を入れ、25℃以上の温度で安定させる。
- (b) 試験用ガスを流し、流速3 l/minに設定する。ポンプは計測器の必要ガス流量が3 l/min以下のときに用い

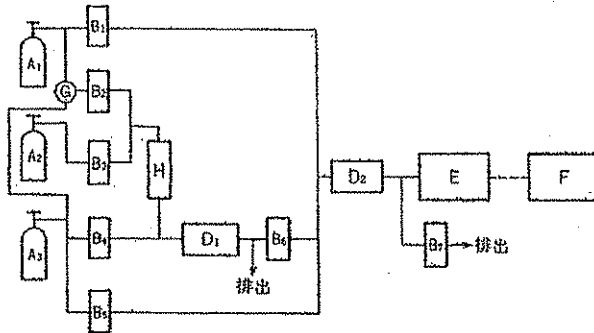
附属書図1 コンバータ効率試験濃度装置の構成(一例)(続き)

(2) 気相滴定法(高濃度一酸化窒素標準ガスを用いて酸化後希釈する方法)



- A₁: 一酸化窒素標準ガス
- A₂: 精製空気
- B₁~B₄: 流量計
- C: オゾン発生器
- D₁, D₂: ガス混合器
- E: 計測器
- F: 指示記録計

(3) 酸素酸化法



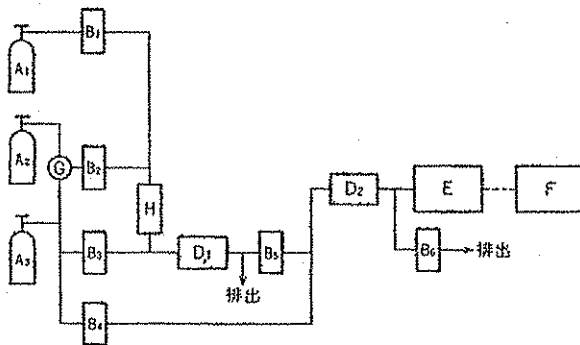
- A₁: 酸素
- A₂: 一酸化窒素
- A₃: 窒素
- B₁~B₇: 流量計
- D₁, D₂: ガス混合器
- E: 計測器
- F: 指示記録計
- G: 流路切替器
- H: 反応管

備考 空気組成に調製する場合は、流量比 B₁: B₃ = 21: 79 とする。

また、窒素希釈で調製する場合は、B₁からのガスの供給は不要である。このほか B₂ > B₅ 及び

$$10^{-5} > \frac{B_2}{B_2 + B_5 + B_4} \cdot \frac{B_5}{B_6 + B_8} > 10^{-7} \text{ の条件が満足されなければならない。}$$

(4) 空気酸化法



- A₁: 一酸化窒素
- A₂: 窒素
- A₃: 精製空気
- B₁~B₆: 流量計
- D₁, D₂: ガス混合器
- E: 計測器
- F: 指示記録計
- G: 流路切替器
- H: 反応管

(a) オゾン発生器 オゾン発生器は、励起エネルギー源として紫外線照射を行い、オゾン発生量が調整できるものとする。

(b) 一酸化窒素 気相滴定法では、使用測定段階に相当する濃度又は5~10 ppmの一酸化窒素を窒素中に含む標準ガスを用いる。

また、酸素酸化法及び空気酸化法では5%程度の一酸化窒素を空気中に含む標準ガス又は純度99.5%以上の高純度一酸化窒素を用いる。

(c) 精製空気 窒素酸化物及び水分を除去したもの。

(d) 酸素 酸素酸化法に使用するもので、純度99.5%以上のものを用いる。ただし、空気組成原料として使用する場合には、窒素酸化物が除去されていること。

(e) 窒素 窒素酸化法及び空気酸化法に使用するもので、窒素酸化物が除去されていること。

2.3 流路切替方法の操作 操作は、次による。なお、他の方法は、これに準じて行う。

(1) 気相滴定法

る。

- (c) 加湿器を通した試験用ガスの相対湿度が80 %以上であることを確認する。80 %以下のときは加湿器温度を調節してこの条件に適合させる。
- (d) 流路をA₁—A₂直結とし、加湿しない試験用ガスを流して計測器のゼロ、スパン調整を行う。
- (e) 流路をA₁—B—D—A₂に切り替え、加湿した試験用ガスを流して指示値を読む。
- (f) 流路A₁—A₂に切り替え、指示値を読む。
- (g) (e) 及び (f) を3回繰り返す。

なお、いずれの場合も指示が十分に安定するまで待つて読み、測定値とする。

3.3 水分の影響の算出 水分の影響は、次の式によって求める。

$$\text{水分の影響 (\%)} = \frac{A-B}{A} \times 100$$

ここに、A：加湿しないガスの一酸化窒素指示値

B：加湿したガスの一酸化窒素指示値⁽¹⁾

注⁽¹⁾ 加湿した水蒸気圧による濃度低下を補正した値で、次の式によって求める。

$$\text{補正值} = \frac{C \times P}{P - p}$$

ここに、C：加湿したガスの一酸化窒素指示値

P：大気圧 (kPa)

p：試験用ガス温度から求めた水蒸気分圧 (kPa)