

第3章 大気汚染自動測定機

測定方法、測定機の仕様及び保守管理については、事務処理基準において、本マニュアルによることとされている。

本章では、測定方法、測定機の仕様及び構成について規定するとともに、「3.1.1 点検要領」に各測定機に共通する保守点検の内容と実施頻度を示す。この実施頻度は最低限の頻度を示したものであり、実際の保守点検に当たっては、測定機を設置する地域の特性等を勘案し、適切に実施頻度を決定する必要がある。

3.1 共通事項

3.1.1 試料大気の経路

(1) フィルター

フィルターは、測定機の分析部に及ぼす粉じんの影響を除去する目的があるので試料大気採取管と同様に測定対象物質の性質を考慮し、吸着あるいは分解のない材質を選ぶ必要がある。表 3-1-1 に汚染物質別の使用可能なフィルターの材質を示す。

吸着性の大きい汚染物質

吸着性の大きい二酸化硫黄、窒素酸化物、非メタン炭化水素には、吸着性の少ない四フッ化エチレン樹脂を用いる。特にガラス繊維フィルターはアルカリ性物質が含まれているため、二酸化硫黄測定には使用できない。

分解の大きい汚染物質

分解の大きいオキシダントには、四フッ化エチレン樹脂を用いるが、あらかじめ新フィルターをオゾンでエージングした後使用することが望ましい。

吸着、分解の少ない汚染物質

吸着、分解の小さい一酸化炭素には、ガラス繊維、セルロース繊維を用いてもよい。

表 3-1-1 汚染物質とフィルターの材質

汚染物質名	フィルター
SO ₂ 、NO _x 、OX、NMHC	四フッ化エチレン樹脂
CO	ガラス繊維、セルロース繊維

(2) 流量計

流量計とは、試料大気の採取流量を計測する機器である。測定機によっては、試料大気採取流量の誤差は、測定精度に直接影響する。したがって、流量計の目盛確認等の保守点検を定期的に行う必要がある。

流量計の保守点検については「3.1.4 流量計」に示す。

(3) 吸引ポンプ

測定機に使用されている大気吸引ポンプは、ダイヤフラムポンプがほとんどで、このほかにカーボンベンロータリポンプ、油浸形ロータリポンプ等が使用されている。

吸引ポンプの劣化は、流量や圧力変動の原因になるので定期的な保守が必要である。ダイヤフラムポンプでは、ダイヤフラムやバルブの交換を定期的に行う。

3 . 1 . 2 データ出力

測定機のデータ出力は、記録計用とテレメータ用に分けられる。以前はアナログ信号や接点信号で出力されていたが、記録計については、現在はデジタル出力のものがほとんどである。また、テレメータ用のデジタル出力端子が附属している測定機も増えている。

なお、測定値のマイナスデータも出力が可能であり、空試験や妨害物質の影響評価等において有効な情報となる。また、化学発光方式窒素酸化物測定機のように差量法にて二酸化窒素濃度を測定する場合は窒素酸化物、一酸化窒素の測定時間差により、二酸化窒素測定濃度がマイナスになる場合もあるが、この負のデータを1時間平均値の演算に使用しないと、二酸化窒素測定値に誤差を生じるため、マイナス出力を出さないような設定(ゼロとする機能)は避けることが望ましい。また、微小粒子状物質もベータ線吸収法、フィルター振動法、光散乱法において、測定法の性質上、各々マイナス値になることもある点に留意するとともに、マイナス値はマイナス値として扱うこととする。

(1) 記録計出力

1) アナログ方式

測定データの出力が主であり、測定機本体と定期的な伝送出力確認が必要である。

2) アナログ・デジタル併用方式

アナログの測定データ出力とともに、デジタル出力による印字が可能である。

3) デジタル方式

多数の状態印字記録が可能で、測定データもデジタルで出力されている。

(2) テレメータ出力

テレメータ用の出力には、アナログ方式の電圧信号、接点信号及びパルス信号の他、近年はデジタル出力できる測定機が増えつつある。デジタル信号では、測定データ以外にも校正値やコンバーター、セル等の温度や圧力など様々な情報の出力が可能であり、これをテレメータ子局で受けることにより、測定機の状況を中央監視局にてリアルタイムで監視する事も可能である。

3 . 1 . 3 記録計

(1) 記録計の種類

記録計には次のようなものがあり、近年では記憶媒体を使用したものもある。

1) アナログ記録計

アナログ記録計の記録方式にはペン記録、打点記録、ペン・打点切り換え記録がある。

2) デジタル記録計（プリンタ）

デジタル記録計の記録方式には、感熱記録、ドットインパクト記録、プロッタ記録、放電記録がある。

3) アナログ・デジタル記録計（ハイブリット記録計）

アナログ記録計の機能にデジタル記録計の機能を付加したもので、同一記録紙上にアナログ記録、測定値の1時間平均値、24時間平均値等のデジタル印字ができる。

記録方式は、アナログ記録の方が打点記録又はペン記録、デジタル記録の方がプロッタ記録になっている。

(2) 記録計の点検要領

記録計の点検要領を以下に示す。

1) 記録紙の有無及び装填

記録紙残量が1週間分より少なければ交換する。

交換時は記録紙の引っ掛かりを避けるため図 3-1-1 のようにほぐして使用する。また、記録紙の時刻表示を現在の時間に合わせる場合、記録紙の先が記録紙ホルダに1折以上たたみ込まれた状態にしてから行う。



記録紙が重なって送られることを防止するため、記録紙の一端を持って左右に振り、よくほぐす。他端も同じようにほぐす。

2) 記録状況

インクが鮮明に出ているか確認する。

インク等の補充は次のとおり行う。

ペン記録方式

インクが薄くなったり、濁ってきた場合にはインクタンク式ではインクの交換を行う。また、フェルトペン式ではフェルトペンカートリッジを交換する。

打点記録方式

インクパッドケースを取り出し、インクの色を間違えないように各色を1～2滴ずつ補充する。長期間使用して記録が不鮮明になってきたり、インクが混合した場合にはインクパッドを交換する。

感熱記録方式

印字が不鮮明な場合には、サーマルヘッドを交換する。また、感熱紙は紫外線により変色するため未使用及び記録済みとも遮光して保存する必要がある。

ドットインパクト記録方式

印字が不鮮明な場合には、インクリボンを交換する。

プロッタ記録方式

印字が不鮮明な場合には、プロッタペンを交換する。

放電記録方式

図 3-1-1 記録紙の交換

印字が不鮮明な場合には、ヘッドの研磨を行う。また、記録紙を装填しない状態での印字は、印字機構が損傷し印字が不鮮明になるので注意する。

3) 注油

注油箇所（ギヤ、軸受け等の回転部分）のごみ、油を拭き取った後注油する。

4) すべり抵抗の清掃

すべり抵抗及びブラシにごみが付着すると記録異常の原因になるのでガーゼ等で軽く磨く。

5) ゼロ点、スパンの確認

記録計は、長期間使用しているとゼロ点やスパンにズレが生じる可能性がある。定期的に次の方法で確認することが望ましい。

レコーダの入力端子に直流電圧発生器を接続し、0%相当の電圧を加え、記録紙上でゼロを示すことを確認する。ズレがある場合にはゼロ調整ネジで調整する。ゼロ調整後100%相当の電圧を加え、記録紙上の最大目盛を示すことを確認する。ズレがある場合、アナログ記録計ではスパン調整ネジで調整する。スパンを調整した場合にはゼロを再び確認する。

デジタル記録計でズレがある場合には、機械的な調整機構はなく、ソフトウェア上で処理される。

なお、調整操作法は、各記録計により異なるのでそれぞれ機種の手順に従って行う。

6) 感度（ゲイン）の確認

アナログ記録計は、長期間使用しているとレコーダ増幅器の感度（ゲイン）が変化して指針の動きがにぶくなったり、平衡時に指針が振動して安定しないことがある。定期的に感度の確認をすることが望ましい。感度の確認は、レコーダの入力端子に一定入力を与え、プリーを持って指針を平衡点から右及び左に約1%ずらして静かに手を離し、この時の指針の戻りを見ることで行う。指針がもとに戻らない場合には、感度が低下しているので、ゲイン調整ネジで調整する。また、指針が振動している場合は感度が高くなっているので同様にゲイン調整ネジで調整する。

3.1.4 流量計

(1) 流量制御部

流量制御部は、試料大気採取流量の調整と安定化を図る部分で、手動調整方式と自動調整方式がある。

1) 手動調整方式

測定機の試料大気採取流量の調整部に広く用いられている方式で、流量調整用ニードル弁、ポンプ吸引量調整空気導入口用フィルター、脈動防止用オリフィス等で構成されている。

図 3-1-2 に手動方式の試料大気採取流量調整部の構成例を示す。

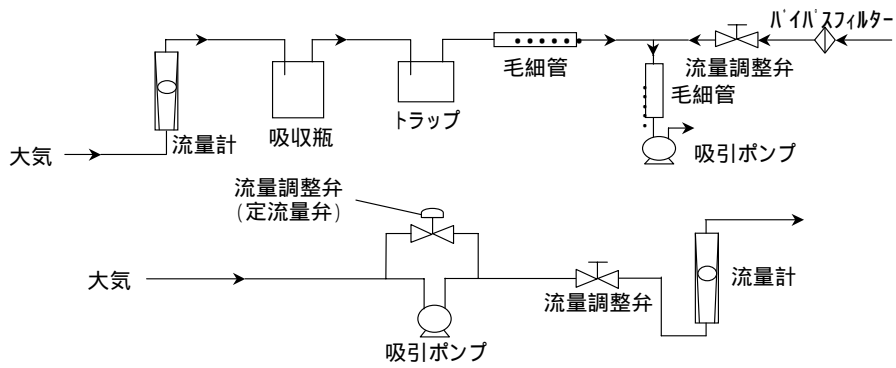


図 3-1-2 試料大気採取流量調整部の構成例（手動式）

2) 自動調整方式

測定機の試料大気採取流量の安定化を図るために装置化されている。装置には、面積流量計のフロートの位置をコントロールする方式、マスフローコントローラによる方式及び圧力調整方式等がある。図 3-1-3 に、これらの構成例を示す。

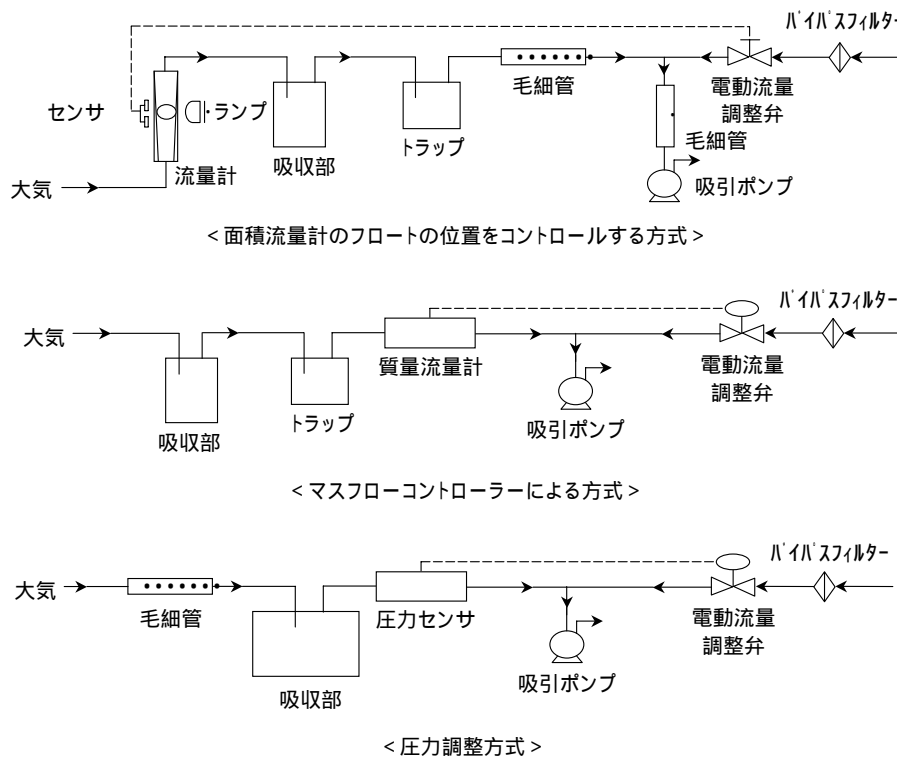


図 3-1-3 試料大気採取流量調整部の構成例（自動式）

面積流量計のフロートの位置をコントロールする方式は、試料大気採取流量の設定値からのズレを検出し、これをもとに電動流量調整ニードル弁等を駆動して流量制御する方式である。構成は、流量検知器、電動流量調整ニードル弁、ニードル弁駆動モータ等からなっている。

マスフローコントローラによる制御方式は、質量流量計からの電気信号と流量設定器からの信号を比較し、流量制御バルブを駆動して流量制御する。構成は、質量流量計、流量設定器、流量制御バルブ等からなっている。

圧力調整方式は乾式測定機の流量制御に広く用いられている方式で、圧力調整器、毛細管又はオリフィスノズル等で構成されている。

試料大気採取流量の誤差は、湿式測定機においては測定精度に直接影響する。したがって、流量制御部の中で流量計の目盛確認等の保守点検を定期的に行う実施しなければならない。

測定機に使用されている流量計は、フロート形面積流量計（フローメータ）と質量流量計（マスフローメータ）がある。これら流量計の原理及び保守点検事項を次に示す。

（２）流量計測部

流量計には、以下の１）フロート形面積流量計、２）質量流量計等があり、これらの使用に当たっては、３）の校正を定期的に行う必要がある。

１）フロート形面積流量計（フローメータ）

フローメータは上方に向かって管径を大きくした管（テーパ管）に、こま形や球形のフロートを封入したもので、小形で簡便なことから、測定機に広く用いられている。

２）質量流量計（マスフローメータ）

質量流量計は、採取流量を質量で測定することから、面積流量計など体積流量計に必要な圧力や温度変化に対する補正は不要となる。測定機では、質量流量計を試料大気採取流量の確認用として用いており、流量計からの出力信号を表示したり記録できる機種もある。

また、試料大気採取流量の制御用に質量流量計と流量制御バルブを組み合わせ、制御バルブを流量計からの出力信号で制御している。

熱式質量流量計は、細管の外側２か所に自己加熱型抵抗体を巻いた方式と、２個の発熱抵抗体をガス流路内とガス流路外に置いた方式がある。

細管に２本の自己加熱抵抗体を巻いた方式の測定原理は、細管を流れる試料大気により熱が上流側から下流側へ移動する。この熱の移動量が質量流量に比例していることによる。流量計は、この熱の移動により生ずる上流側と下流側の抵抗体間の抵抗値差を、ブリッジ回路で検出する方法である。

発熱抵抗体をガス流路内とガス流路外に置いた方式の測定原理は、試料大気により運び去られる熱量が質量流量に比例していることによる。流量計は、試料大気流路内に置かれた発熱抵抗体が試料大気により冷却され、ガス流路外に置いた発熱抵抗体間で温度差が生ずるので、この温度差を演算回路で検知する。

３）流量計の校正

流量計は、流路内壁に付着する汚れ等が流量の測定誤差を生ずる原因となるので、定期的に測定機の試料大気採取流量を確認し、実流量との誤差が $\pm 3\%$ を超える場合には流量計の洗浄及び交換を行う。

流量計の校正は、以下の方法で校正した基準流量計、湿式ガスメータ又は精密膜流量計により行う。

< 基準流量計の作製 >

基準にする流量計は、最大目盛値がチェックしようとする測定機の試料大気採取流量の1.2～2倍の流量計を選び、JIS B 7551 フロート形面積流量計の目盛校正方法に従い校正する。この校正に必要な装置がない場合には、簡便法として次に示す湿式ガスメータ又は精密膜流量計を用いる校正方法で行う。

湿式ガスメータを用いる方法

湿式ガスメータによる基準流量計の校正は次の手順で行う。

- a 図 3-1-4 の検査済み湿式ガスメータを用いた校正装置を組み、基準とする流量計を装置の入口側に垂直に接続する。
- b 校正装置のポンプを稼働させ、基準とする流量計の流量を、流量確認を行う測定機の試料大気採取流量付近に、流量調整バルブで設定する。
- c 流量計のフロートが安定した後、湿式ガスメータの2回転に要する採取時間(sec)を計測する。これを3回繰り返し実施して、平均値を求める。
- d ガスメータは2回転で30秒以上計れる容量のものが望ましい。
- e 次に基準とする流量計の流量を±10%程度変化させ、前項cを実施する。
- f 同時に流量校正時のガスメータの温度()、ガスメータのゲージ圧(kPa又はmmHg)、大気圧(kPa又はmmHg)を読み取る。
- g 前項c、dで行った湿式ガスメータの計量値は次式を用い、温度、圧力、水蒸気圧の補正を行う。

また、試料大気採取容積は20 L、101.32 kPa(760 mmHg)の容積に補正するが、補正式を次に示す。ただし、圧力(Pa、Pm、Pv)を水銀柱ミリメートル(mmHg)で計った時には、式中の101.32は760とする。

$$V_s = V \times \frac{293}{273 + t} \times \frac{P_a + P_m - P_v}{101.32} \times \frac{60}{T}$$

- V_s : 試料大気採取流量 (L / min 、 20)
 V : ガスメータで測定された試料大気量 (L)
 T : ガスメータにおける水温 ()
 P_a : 大気圧 (kPa 又は mmHg)
 P_m : ガスメータにおけるゲージ圧 (kPa 又は mmHg)
 P_v : t における飽和水蒸気圧 (kPa 又は mmHg)
 T : 採取時間 (sec)

- h 前項の結果に基づき、校正曲線を作成する。

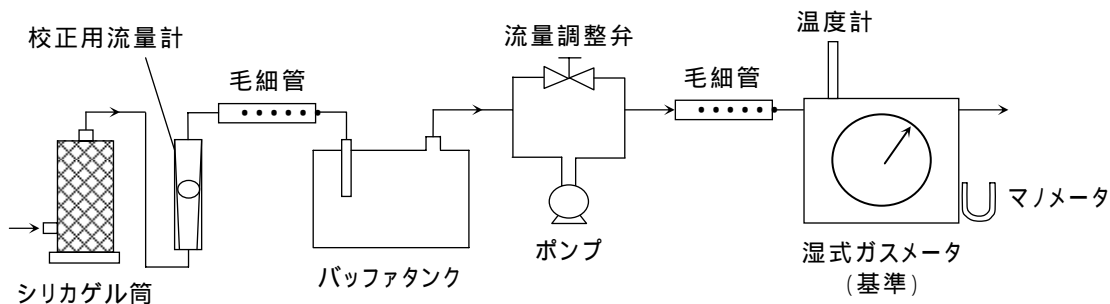


図 3-1-4 湿式ガスメータを用いた校正装置

精密膜流量計を用いる方法

精密膜流量計による基準流量計の校正は、次の手順で行う。

- a 図 3-1-5 の精密膜流量計を用いた校正装置を組み、基準とする流量計を装置の入口側に垂直に接続する。
- b 校正装置のポンプを稼働させ、基準にする流量計の流量を、流量確認を行う測定機の試料大気採取流量付近に、流量調整バルブで設定する。
- c 流量計のフロートが安定した後、精密膜流量計の標線間を通過する時間 (sec) を計測する。これを 3 回繰り返し実施して、平均値を求める。
- d 次に基準とする流量計の流量を ±10% 程度変化させ、前項 c を求める。
- e 同時に流量校正時のガスの温度 ()、大気圧 (kPa 又は mmHg) を読み取る。
- f 前項 c、d で行った精密膜流量計の計量値は次式を使用し、温度、圧力、水蒸気圧の補正を行う。

また、試料大気採取容積は 20 L、101.32 kPa (760 mmHg) の容積に補正する。補正式を次に示す。ただし、圧力 (Pa、Pv) を水銀柱ミリメートル (mmHg) で計った時には、式中の 101.32 は 760 とする。

また、最近ではデジタル方式の石鹼膜流量計も使用されている。

$$V_s = V \times \frac{293}{273 + t} \times \frac{P_a - P_v}{101.32} \times \frac{60}{T}$$

V_s : 試料大気採取流量 (L/min、20)

V : 精密膜流量計の標線間の体積 (L)

t : ガスの温度 ()

P_a : 大気圧 (kPa 又は mmHg)

P_v : t における飽和水蒸気圧 (kPa 又は mmHg)

T : 標線間を通過する時間 (sec)

- g 前項の結果に基づき、校正曲線を作成する。

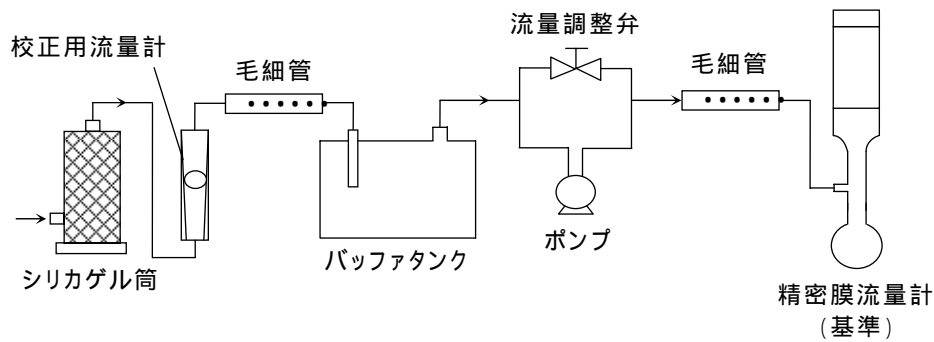


図 3-1-5 精密膜流量計を用いた校正装置

(3) 流量変動に対する措置

測定機の試料大気採取量が設定値の $\pm 7\%$ を越えて変動している場合には、その流路系統等について変動原因の調査を行い適切な措置を講ずる。

3.1.5 測定機用の水

溶液導電率法二酸化硫黄測定やオキシダント測定用の吸収液及び吸光光度法窒素酸化物測定用の酸化液を調製するための水並びに水素発生装置用に使用する水は、JIS K 0557「用水・排水の試験に用いる水」に記載されている A2、A3 及び A4（電気伝導率 0.1mS/m （25）以下）の水を使用することになっている。

表 3-1-2 に水の種別及び質を示す。

表 3-1-2 水の種別及び質（JIS K 0557）

項目 ¹⁾	種別及び質			
	A1	A2	A3	A4
電気伝導率 mS/m (25)	0.5 以下	0.1 ²⁾ 、 ³⁾ 以下	0.1 ²⁾ 以下	0.1 ²⁾ 以下
有機体炭素(TOC) mgC/L	1 以下	0.5 以下	0.2 以下	0.05 以下
亜鉛 $\mu\text{gZn/L}$	0.5 以下	0.5 以下	0.1 以下	0.1 以下
シリカ $\mu\text{gSiO}_2/\text{L}$	-	50 以下	5.0 以下	2.5 以下
塩化物イオン $\mu\text{gCl}^-/\text{L}$	10 以下	2 以下	1 以下	1 以下
硫酸イオン $\mu\text{gSO}_4^{2-}/\text{L}$	10 以下	2 以下	1 以下	1 以下

注 1) 試験方法によっては項目を選択してもよい。また、試験方法で個別に使用する水の規定がある場合はそれによる。

注 2) 水精製装置の出口水を電気伝導率計の検出部に直接導入して測定したときの値。

注 3) 最終工程のイオン交換装置の出口に精密ろ過器などのろ過器を直接接続し、出口水を電気伝導率計の検出部に直接導入した場合は 0.01mS/m （25）以下とする。

(1) イオン交換樹脂法 蒸留法 (又は蒸留法 イオン交換樹脂法)

有機炭素の多い原水の場合には、イオン交換樹脂法で十分に除去することが困難であるため、蒸留法を組み合わせた装置が望ましい。この精製法で得る脱イオン蒸留水は、吸収液の調製に適している。

(2) 逆浸透法 イオン交換樹脂法 (又は逆浸透法 蒸留法)

逆浸透法は、無機イオン及び有機物を除去することができるが、イオン交換樹脂法や蒸留法に比べ除去率が低い。このため、イオン交換樹脂法の前段に取り付け、イオン交換樹脂の劣化を防ぐ前処理法として利用される。

本マニュアルでは (1)、(2) の方法で調製した水を「純水」とする。

参考資料

測定機の構造について、JISでは以下のように規定されている。

(1) 構造一般

測定機の構造は、次の項目に適合していること。

- 1) 形状が正しく、組み立て及び各部の仕上がりが良好で、堅牢であること。
- 2) 通常の運転状態で危険の生じるおそれがなく、安全で円滑に作動すること。
- 3) 各部は容易に機械的・電気的故障を起こさず、危険を生じない構造であること。
- 4) 結露などによって、測定機の作動に支障を生じない構造であること。
- 5) 光源、ヒータなどの発熱部に接する部分は、熱による変形及び機能の変化を起こさない構造であることなど。
- 6) 保守、点検の際、作業がしやすく、危険のない構造であること。

(2) 表示

測定機には、見やすい箇所に、容易に消えない方法で、次の事項を表示すること。

- 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) 製造業社名又はその略号
- 7) 製造年月又はその略号
- 8) 製造番号

(3) 取扱説明書

取扱説明書には少なくとも次の事項を記載すること。

- 1) 設置場所
- 2) 大気の温度、流量のそれぞれの許容範囲

3) 配管及び配線

4) 暖気時間

5) 使用方法

測定の準備及び校正

測定操作

測定停止時の処置

6) 保守点検

日常点検の指針

定期点検の指針

故障時の対策

流路系の清掃

3.2 校正

環境大気常時監視用の乾式測定機を校正するためには、測定成分濃度が既知の校正用ガスが必要となる。また、等価液を用いて校正を行う湿式測定機の場合も、測定値の信頼性を確保するため校正用ガスによって指示値を確認する必要がある。

ここで述べる校正は、測定機が正しく動作し、正確な測定値が得られることを確認するため又はその性能を維持するためにゼロ、スパンの点検・調整を実施することである。すなわち、測定機の“検量線の校正”を意味し、通常、測定機は、検量線が原理的に直線とみなされるので、ゼロとスパン（最大目盛の90%付近の濃度）で校正し、できる限りその中間3点付近の濃度の標準ガス又は等価液を用いて各点毎に直線性（指示誤差）を確認する。

動的校正に用いる校正用ガス及び校正用ガス調製装置については、JIS K 0055「ガス分析装置校正方法通則」等に規定されている。

校正用ガスとは、以下のとおりゼロガス、スパンガス、中間点ガスの総称である。

ゼロガス：測定機の最小目盛値を校正するために用いるガス

スパンガス：測定機の測定レンジにおける最大目盛付近の目盛値（通常は90%程度）を校正するために用いるガス

中間点ガス：測定機の測定レンジにおける最小目盛と最大目盛の間の目盛値を確認するために用いるガス

3.2.1 静的校正

静的校正方法とは、湿式測定機においては測定対象成分濃度が理論的に反応した場合と等価な溶液等を用いて測定機の目盛を校正する方法である。操作が比較的容易で、ゼロ等価液（ゼロ調整用等価液）、スパン等価液（スパン調整用等価液）等が同時に調製できる便利さがある。

このため、試料大気が測定機内で種々前処理され最終的に検出部の吸収液に捕集されるまでの過程が省略されるため、この方法は測定機の日常の管理において、指示値の直線性（指示誤差）や再現性（繰返し性）を確認するための校正方法として用いられる。

(1) 静的校正方法の手順

静的校正方法の詳細については、各測定機の項を参照する。ここでは、一般的な手順と留意事項について示す。

1) 目盛校正用等価液の調製

等価液は目盛校正用等価液として最大目盛値の0%及び90%付近の濃度を調製するが、これ以外に指示値の直線性を確認するため、中間目盛用等価液（中間目盛確認用等価液）も同様に調製する。

ゼロ等価液

測定機の最小目盛（通常ゼロ）を校正するのに用いる等価液で、一般に対象測定機の吸収液をそのまま用いるが、別に用意することもある。その際、測定原理が吸光度法では、ゼロ等価液の発色程度により直線性の範囲が狭くなるのでその調製には十分な注意が必要である。

スパン等価液

測定機の最大目盛を校正するのに用いる等価液で、測定範囲の最大目盛付近(90%程度)の濃度に対応するよう等価液調製用原液を採取し、これをゼロ等価液(吸収液)で希釈して調製する。

中間目盛用等価液

指示値の直線性を確認するために用いる等価液で、レンジ毎の中間目盛付近に対応するよう等価液調製用原液を採取し、これをゼロ等価液で希釈して調製する。

原液を採取する量は正確さを保つため整数 mL とし、等価液濃度は計算によって求める。

直線性が確認されない場合や、各等価液による指示がばらつく場合は、再度等価液を調製して再確認することも必要である。

2) 測定感度の確認

常時連続稼動している測定機を校正する際には、校正作業を行う前までの測定感度を確認する必要がある。これは、定められた点検周期(頻度)内であっても極端な感度劣化(変化)が認められれば、得られる測定値の正確性、信頼性が失われることになり、点検周期をより短くすることが必要になる。また、等価液による指示値が欠測処理基準の下限値以内であれば、点検時までには得られた測定値の信頼性が確認されたことになる。

3) 測定機の整備

測定機の検出部の洗浄及び交換はもとより、必要に応じて試料大気流路、吸収液流路の配管を交換したり、各部の洗浄、清掃を行う。特に、比色部セル、ガス吸収部等を分解清掃したり交換した場合は、必ず吸収液量の計量確認を行う。

4) ゼロ調整

ゼロ等価液で吸収部(検出部)を数回洗浄した後、ゼロ等価液を検出部に満たし、指示値が安定した時点で 0 ppm を指示するようにゼロ値の調整を行う。

ゼロ値は、測定の基礎となるので再現性や安定性について十分確認してゼロ調整することが必要である。

5) スパン調整

スパン等価液で、ゼロ調整と同様に検出部を数回洗浄した後、スパン等価液を検出部に満たし、指示値が安定した時点で等価液に相当する濃度にスパン調整を行う。

この操作で、ゼロ、スパンが定まらない場合には繰り返し調整することが必要である。

6) 直線性の確認

ゼロ、スパン調整後、中間目盛用等価液を用いてその指示値の直線性を確認する。直線性が「各測定機の試験項目別許容範囲」(表 3-2-1 参照)に収まらない場合は、測定機の故障と決めつけず等価液を再度調製し直し確認することも必要である。

7) ゼロ値の確認

ゼロ等価液又は測定に使用する吸収液を用いて検出部を十分洗浄した後、ゼロ試験(吸収液を計量、測定、排液する操作)を数回又は数十分行い、ゼロ値の安定性を確認する。

表 3-2-1 各測定機の試験項目別許容範囲

項目	SO _x	NO _x	OX	NMHC	CO	SPM
ゼロドリフト	±2%	±2%	±2%	±1%	±2%	±2%
スパンドリフト	±2%	±2%	±4%	±2%	±2%	±3%
繰返し性	±2%	±2%	±2%	±1%	±2%	±2%
直線性	±4%	±4%	±5%	±5%	±5%	±5%
採気流量の安定性	±7%	±7%	±10%	±1%	±2%	±7%

(2) レンジの整合性

測定範囲が自動的に切り替わる、いわゆるオートレンジで測定する場合は、各レンジ間の整合性を確認しておくことも重要である。

3.2.2 動的校正

動的校正とは、測定対象成分による校正用ガスを用いて測定機の見盛を校正する方法であり、実測時と全く同じ過程でガスが流され測定されるためすべてのガス成分測定機に同じ方法で適用できるという普遍性がある。また、静的校正で示した諸因子による影響は相殺されて指示値の信頼性を高めることになる。ただし、測定機によっては、試料大気流路を通らず校正用ガス専用流路のある機種もあり注意が必要である。

動的校正に用いる校正用ガス及び校正用ガス調製装置については、JIS K 0055「ガス分析装置校正方法通則」等に規定されている。動的校正方法の詳細については各測定機の項によることとし、ここでは、一般的な手順と留意事項について示す。

(1) 校正用ガスの準備

校正用には、高圧容器入り標準ガス、希釈装置又は校正用ガス調製装置等が用いられるが、あらかじめこれらの装置について配管及び接続を行い、最大目盛値の90%付近の濃度の校正用ガスを発生させ装置系を十分通気する。

なお、校正用ガス調製装置は、乾式測定機などの瞬時値を連続して測定できる測定機を用いて事前に点検しておくことにより、校正用ガスの濃度を確認するとともに、校正用ガスが安定して発生していることを確認することが望ましい。

(2) 校正用ガス

校正用ガスはゼロガスとスパンガスからなり、中間目盛用ガスはスパンガスをゼロガスで希釈するか校正用ガス調製装置により調製する。

1) ゼロガス

測定機の最小目盛値を校正するために用いるガスで、目的成分や測定値に干渉する成分等を含まない品質のガスを選定する。一般には高圧容器入り高純度窒素や空気又はゼロガス調製装置により調製されたガスが用いられる。ゼロガスは校正用ガスの希釈用ガスとし

でも用いられる。

2) スパンガス

スパン校正用ガスを得るには、以下の方法がある。

高圧容器入り高純度の目的成分ガス（例えば、一酸化炭素やメタンのように指定機関で濃度を試験した標準ガス）をそのまま用いる方法。

「3.2.4 校正用ガス調製装置」により適切な精度が確保された校正用ガス調製装置を用いる方法。

パーメーションチューブ、ディフュージョンチューブを用いたガス調製装置を用いる方法。

オゾンは、オゾン発生器により発生させたオゾンガスをトレーサビリティが確保されたオゾン計により濃度決定し、校正用ガスとして用いる方法。（「3.7 オキシダント自動測定機」を参照。）

なお、容器詰め標準ガスを使用する際には、圧力調整機能をもつ調圧器を使用し、ダイヤフラムの材質は、ガス成分の吸着性あるいは反応性の少ない四フッ化エチレン樹脂やステンレス等の材質を使用する。

3) 配管及び接続

校正用ガスを測定機へ導入するための配管は、吸着性、反応性及び透過性が少ないか無視できるステンレス、四フッ化エチレン樹脂等の材質を用い、接続配管はできる限り短くする。配管及び接続が完了したら、各部の漏れや配管の折れがないことを確認した上で校正用ガスを導入し、十分通気する必要がある。

なお、校正用ガスの導入流量は測定機の採取流量よりも過剰量とし、オーバーフロー分は必ず処理して室外に放出する。

4) 測定感度の確認

静的校正時と同様、常時連続稼動している測定機を校正する際には、校正作業を行う前までの測定感度を確認する必要がある。

5) 測定機の整備

静的校正時の整備に加えて、各部の清掃及び交換後は、漏れ試験や試料大気流量の確認を行う。測定機の通気及び測定機の整備が終了した時点で、校正用ガスを導入して行う。

6) ゼロ調整

ゼロガスを導入して記録紙上又は表示部でゼロ値が十分安定していることを確認する。なお、吸収液の蒸発損失による影響が現れる場合にはそれを補正する必要がある。

7) スパン調整

スパンガスを導入し、記録紙上又は表示部で指示値が十分安定したことを確認した後（間欠式の測定機の場合は数時間かかる）、スパンガス濃度に指示値が一致するようにスパン調整を行う。

8) 直線性（指示誤差）の確認

ゼロ、スパン調整後、中間目盛付近の中間目盛用ガスを発生させ、その濃度における指示値を読み取り、直線性を確認する。

9) ゼロ値の確認

ゼロガスを導入し、ゼロ値の再現性、安定性を確認する。

以上の操作でゼロ、スパンが定まらない場合には、同様の操作を繰り返し行うことが必要であるが、装置を組み上げた配管の汚れ、漏れ、折れや校正用ガス濃度の確認も必要である。

なお、湿式の間欠型測定機を校正する場合は、数日を要することもあるので測定局に向き限られた時間内に校正することは困難である。そこで、可能な限り設備の整った機器調整室のような場所で時間をかけて校正することが望ましい。

3.2.3 標準ガス

測定機の校正に使用する標準ガスには、計量法トレーサビリティ制度（JCSS）に基づく1級又は2級の標準ガスを使用する。この制度は、登録事業者であるメーカー等が値付けし、供給した標準ガスが、国家計量標準とつながりがあるということを対外的に証明する体系である。

計量法トレーサビリティ制度では有効期限は定められていない。しかし、標準ガスは、種類によって濃度が経時的に変化するものがあり、登録事業者であるメーカーは独自に保証期間または貸与期間として有効期限を設定している。

使用者としては、設定された期間内の使用が望ましく、有効期限が過ぎたものは、十分な残圧があっても新しいものと交換する。表 3-2-2 に、JCSS 制度に基づく標準ガスの種類、範囲及び精度を示す。

表 3-2-2 標準ガスの種類、範囲及び精度

標準ガスの種類		濃 度 範 囲	精 度 (%)	
成 分	希 釈		(1 級)	(2 級)
メ タ ン	空 気	1 volppm ~ 50 volppm	± 1.0	± 2.0
プロパン	空 気	3.5 volppm ~ 500 volppm	± 1.0	± 2.0
プロパン	窒 素	150 volppm ~ 1.5 vol%	± 1.0	± 2.0
一酸化炭素	窒 素	3 volppm ~ 50 volppm	± 1.5	± 2.5
		50 volppm 超 ~ 15 vol%	± 1.0	± 2.0
二酸化炭素	窒 素	300 volppm ~ 16 vol%	± 1.0	± 2.0
一酸化窒素	窒 素	0.5 volppm ~ 1 volppm	/	± 5
		1 volppm 超 ~ 30 volppm	± 1.5	± 2.5
		30 volppm 超 ~ 5 vol%	± 1.0	± 2.0
二酸化窒素	空 気	5 volppm ~ 50 volppm	± 5	/
酸 素	窒 素	1 vol%	± 1.0	± 2.0
二酸化硫黄	窒 素	0.5 volppm ~ 1 volppm	/	± 5
		1 volppm 超 ~ 50 volppm	± 1.5	± 2.5
		50 volppm 超 ~ 1 vol%	± 1.0	± 2.0
発生源用零位調整 (空気又は窒素)		共存成分が CH ₄ 0.5volppm、CO 1.0volppm、CO ₂ 1.0volppm、 SO ₂ 0.1volppm 以下及び NO+NO ₂ 0.1volppm 以下のもの		
環境用零位調整 (空気)		共存成分が SO ₂ 0.005volppm 以下及び NO+NO ₂ 0.005volppm 以下のもの		

注) 1級標準ガスとは、登録事業者が値付けした標準ガスのうち全数について、経済産業大臣が指定した指定校正機関が濃度信頼性試験を実施した時、測定濃度が表の精度欄に掲げる1級標準ガスの精度以内のもの。

2級標準ガスとは、登録事業者が値付けした標準ガスのうち 1/3 を抜き取り、指定校正機関が濃度信頼性試験を実施した時、測定濃度が表の精度欄に掲げる2級標準ガスの精度以内のもの。

3.2.4 校正用ガス調製装置

校正用ガス調製装置には、測定機の校正に用いるゼロガス調製装置、スパンガス調製装置、標準ガス濃度分割装置等がある。また、自動測定機に組み込まれているものもあるが、基本的には複数の流量計を組み合わせることによって、その流量比から最終的に必要な濃度のガスを調製する装置である。

校正用ガス調製装置はその動作の正常・異常の見極めが困難であるから、年に1回はトレーサビリティが確保された基準の校正用ガス調製装置との比較点検を実施し、希釈率の精度を確認する必要がある。

また、校正用ガス調製装置は、希釈率の精度管理のみならず、ゼロガスの純度管理、ガスパーズなど使用に当たっての注意が必要である。

(1) 校正用ガス調製装置の仕様

試料大気中の各種ガス濃度を精度良く測定するためには、測定機を適切に校正する必要があり、校正用ガス調製装置の性能は重要な項目である。表 3-2-3 に基本的な項目について望ましい仕様を示す。

表 3-2-3 校正用ガス調製装置基本仕様

項目	仕様
ゼロガス純度（精製能力）	測定対象成分ガス濃度 1ppb 以下
スパンガス調製濃度	希釈率精度 $\pm 2.0\%$ 以内
繰返し性	調製濃度の $\pm 2.0\%$ 以内
総合精度	調製濃度の $\pm 4.0\%$ 以内

(2) ゼロガス調製装置

ゼロ校正及び希釈用ガスとして供給されている「環境用零位調整標準ガス」においても共存成分が 5 ppb 程度は含まれており、実用上満足出来るものではない。従って、通常は大気を精製してゼロガス又は希釈ガスを得るゼロガス調製装置が利用される。

一般に大気中の不純物を触媒を用いた加熱又はオゾンで酸化した後、モレキュラシーブ等の吸着剤を通して精製する方法である。

図 3-2-1 にゼロガス調製装置の構成例を示す。

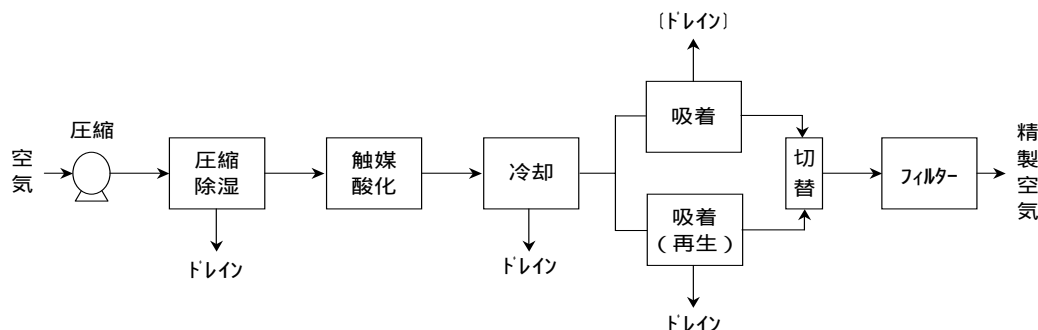


図 3-2-1 ゼロガス調製装置の構成例

(3) スパンガス調製装置

スパンガス調製装置には流量比混合法、容積比混合法、拡散管法、化学反応法及び光化学反応法があり、測定機に組み込まれているものもある。以下に、校正用ガス調製装置の構造について示す。

1) 流量比混合法

流量比混合法は、原料ガスと JIS K 0055「ガス分析装置校正方法通則」に記載されている希釈ガスの流量をそれぞれ正確に計測して調節し、流量比によって混合する方法である。

それぞれの採取流量の計測と調節には毛細管流量計、質量流量計が使用されている。

毛細管式流量計による校正用ガス調製装置

毛細管式流量計による校正用ガス調製装置を図 3-2-2 に示す。

基本的に上流側圧力調整部で希釈側と成分側の圧力をそれぞれ一定にし、成分側及び希釈側毛細管を一定流量に調整し希釈率を決定する。

市販の装置では、切換弁などによってゼロガス、スパンガス調製を切り換えたり、切り換え時の応答を速めるために複数の毛細管を組み合わせた構造をしている。さらに、希釈側と成分側の毛細管の特性をできるだけ同じにしたり、使用する毛細管の本数の組み合わせで希釈率を決定する構造とし、両毛細管の差圧が同じになるように工夫し、温度や圧力の変動による流量変動が希釈率に影響しないようにしたものもある。

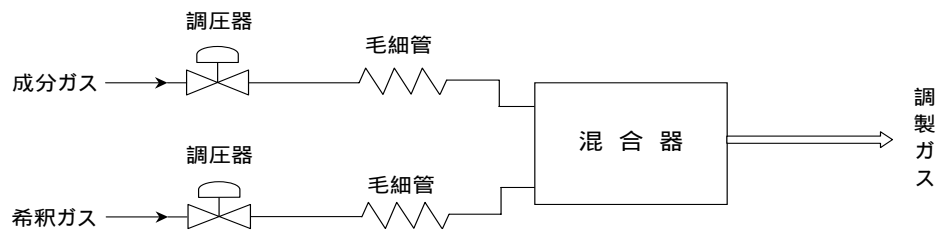


図 3-2-2 毛細管式流量計による校正用ガス調製装置

質量流量計（マスフローメータ）による校正用ガス調製装置

質量流量計による校正用ガス調製装置の基本構成を図 3-2-3 に示す。市販の質量流量計を使用した校正用ガス調製装置は、切換弁などによってゼロガス、スパンガス調製を切り換えたり、切り換え時の応答を速めるためなどに、パーズラインやバイパスラインなど複雑な構造をしている場合が多い。

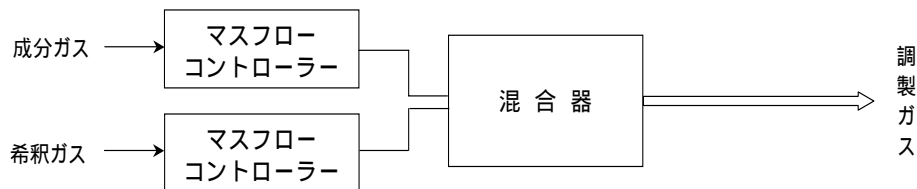


図 3-2-3 質量流量計（マスフローメータ）による校正用ガス調製装置の基本構成

イジェクタ方式による校正用ガス調製装置

イジェクタ方式による組み込み形校正用ガス調製装置の基本構成を図 3-2-4 に示す。図のイジェクタにより生じた減圧により抵抗管の流量を制御する方式である。

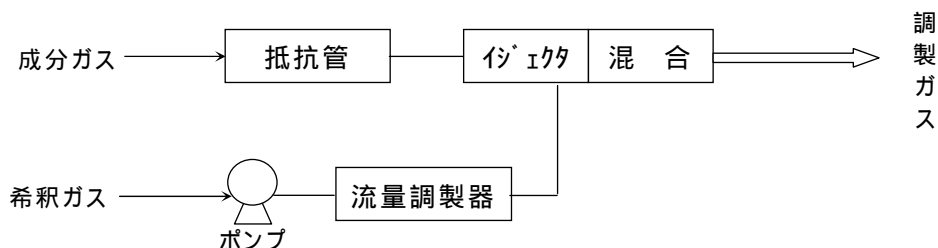


図 3-2-4 イジェクタ方式による組み込み形校正用ガス調製装置の基本構成

2) 拡散管法 (パーメーションチューブ法)

透過性膜でできた容器 (四フッ化エチレン樹脂管など) に対象となる物質を高純度の液体又は液化ガスの状態で封入し、容器から純ガスを一定速度で浸透流出させる方法であり、希釈ガスと組み合わせて低濃度の校正用ガスを連続的に得る方法である。安定した浸透速度を得るためには 0.1 以下の温度管理が必要である。この方法で調製した場合は、調製濃度をトレーサブルな標準ガスによって確認することが不可欠である。図 3-2-5 に拡散管法を用いた装置の構成例を示す。

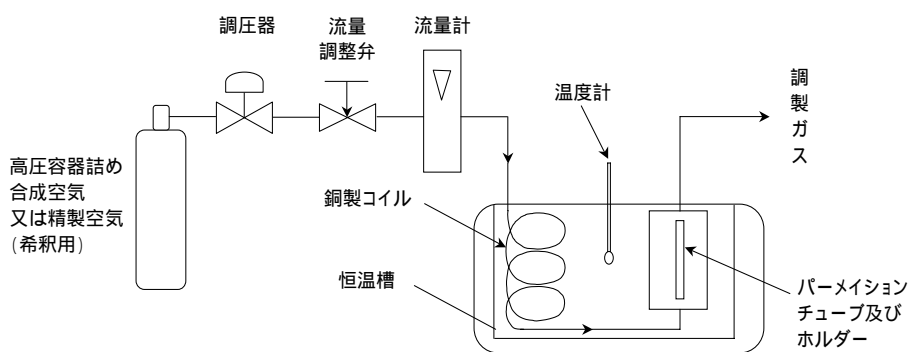


図 3-2-5 拡散管法を用いた校正用ガス調製装置の構成例

3) 化学反応法

原料ガスの全部又はその一部を、連続して化学反応させ校正用ガスを得る方法である。この方法を利用した装置としては、気相滴定 (GPT) 法による一酸化窒素、二酸化窒素、及びオゾンの発生装置がある。

図 3-2-6 に GPT 法を用いた装置の構成例を示す。

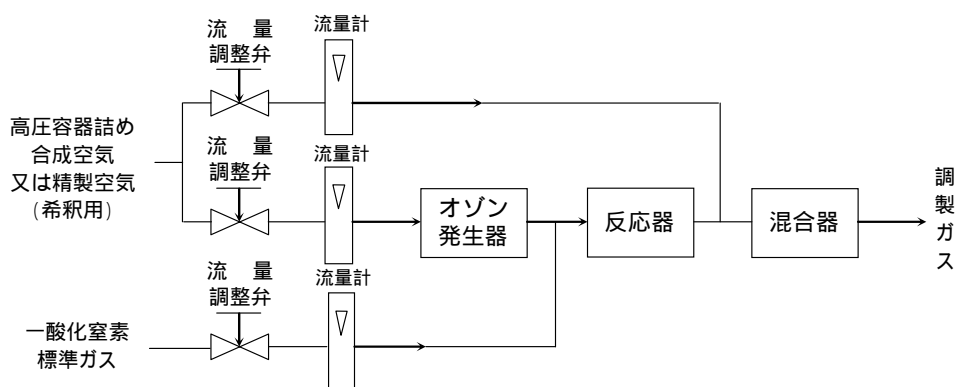


図 3-2-6 GPT 法を用いた校正用ガス調製装置の構成例

4) 光化学反応法

希釈ガスに水銀灯による紫外線を照射し、希釈ガスの一部を光化学反応させて校正用ガスを得る方法であり、通常、精製空気からオゾンを生産させて使用されている。図 3-2-7 に光化学反応を用いたオゾン発生装置の構成例を示す。

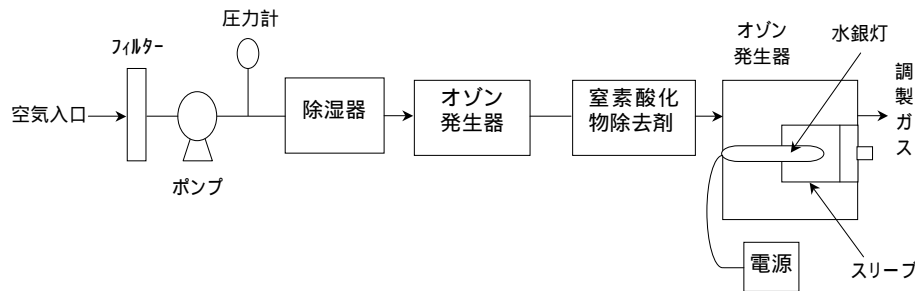


図 3-2-7 光化学反応を用いたオゾン発生装置の構成例

(4) 操作上の注意事項

1) ゼロガス調製装置

原料ガスは、できるだけ清浄な大気を使用する。

暖機を要する機種はあらかじめ電源を入れ、ポンプを動作させ、最小流量で清浄空気を流す。

連続で使用する場合、乾燥剤や吸着剤の浄化処理破過量を超えないように、早めに交換する。

ゼロガス調製装置の内部は、加圧又は減圧にされていることがあるので、始動時には空気の供給口を開け、大気圧と平衡させてから他の機器と接続する。

ゼロガス調製装置を長時間使用しないで放置すると、すぐには精製能力が得られないことがある。そのような場合には、吸着筒、乾燥筒の十分な暖機が必要である。

処理能力の確認は、測定機にゼロガス調製装置により調製したガスと、高压容器詰め環境用零位調整標準ガス（合成空気）を交互に導入してゼロ値の比較、確認を行う。

2) スパンガス調製装置

希釈ガスとして、高压容器詰め環境用零位調整標準ガス（合成空気）又はゼロガス調製装置により大気を精製したガスを用いる。

成分ガスとして、計量法のトレーサビリティ制度に基づく高压容器詰め標準ガスを用いる。

排気は圧力損失の少ない状態で、安全な場所に排出できるように配管する。機種によっては、高濃度の成分ガスの一部が排出されるので、排気管を接続し、安全な室外に排気する。

各部の配管はできるだけ短くし、漏れのないことを確かめる。

ガス漏れの確認には減圧方式と加圧方式がある。具体的な方法は、機種によって異なるのでそれぞれの指示に従う。

暖機を要する機種は、あらかじめ電源を入れ希釈ガスを流しておく。

電気系統の通電後、各表示灯の点灯状況や流量設定器の動作の点検を行う。ただし、質量流量計、デジタル表示器及び混合器の内部を不用意に触らない。

容器のガス充填圧力が十分あることを確認し、あらかじめ圧力調整器や配管内のガス置換を十分に行う。

供給圧力が規定の範囲に設定できる調圧弁を用いる。成分ガス用調圧弁は内部が腐

蝕されない材質を使用したものを使用する。

希釈ガス及び成分ガスの圧力は、それぞれの機種ごとの指定値に設定する。

流路切換部及び流量制御部を操作して設定濃度のガスを発生させる。設定濃度を発生させるには、次式(1)による計算又は流量設定用検量線、濃度設定用検量線を用いる。また、必要により温度や圧力の補正も行う。

$$C = \frac{C_1 \times Q_1}{Q_1 + Q_2} + \frac{C_2 \times Q_2}{Q_1 + Q_2} \dots\dots (1)$$

C : 設定ガス濃度 (ppm)

C₁ : 成分ガス濃度 (ppm)

C₂ : 希釈ガス中に不純物として含まれる成分ガス濃度 (ppm)

Q₁ : 成分ガス流量 (L/min)

Q₂ : 希釈ガス流量 (L/min)

オーバーフローの流量計の浮子が浮いている状態で発生量を設定する。

ガス洗浄放出機構がある機種については、確実に操作して滞留ガスを排出する。

ガス洗浄排出機構がない機種については、成分ガス流路を希釈ガスで洗浄する。

特に吸着性、腐食性の強い二酸化硫黄、一酸化窒素及び二酸化窒素を使用した時は、十分にガス洗浄排出を行う。

配管にガスが吸着するのを防ぐために、使用しない場合は配管に栓をする。

(5) 点検要領

校正用ガス調製装置を常に最良の状態に維持し、精度高い測定値を得るためには、適切な保守管理が必要である。使用する校正用ガス調製装置の調製原理、構造、特徴はもとより使用条件を十分理解した上で、保守管理を実施すれば、性能を長期にわたり最大限に維持できる。また、不具合を早期に発見し対応することにより、無用な故障や欠測を未然に防止することができる。一般的な保守点検要領例を表3-2-4に示すが、詳細は各校正用ガス調製装置の取扱説明書等を参考にして、点検項目、周期等を適切に決める。

スパンガス調製装置は、二酸化硫黄又は一酸化窒素の高濃度標準ガスを用いて、実際の測定領域よりも高濃度領域において、流量等の計測による希釈率の検査を、メーカーの協力を得るなどして実施する。また、公的機関が行う関連検査を受けた「基準調製装置」と、各測定機装着のスパンガス調製装置とを比較する方法により、更に精度確保に万全を期することが望ましい。一方、メタン又は一酸化炭素の低濃度域でも安定な標準ガスを準備し、高濃度標準ガスを用いてスパンガス調製装置により実際の測定領域と同程度の濃度のガスを調製し、メタン又は一酸化炭素の測定機で両者の濃度を比較する方法でも精度を確認することができる。

いずれの方法も、精度を維持するため定期的(1年に1回以上)に実施する必要がある。

なお、高濃度ガスによる精度検査を実施した場合には、希釈ゼロガス中の対象成分は無視

できるが、検査時の高濃度ガスが装置内に吸着され、低濃度の校正実用ガス調製時に脱着するおそれもあり、十分注意する必要がある。また、ガスは濃度、種類によって粘度や比重に違いがあり、基本的には、実流量に影響することが考えられる。

(6) ゼロガスの簡易点検法

測定機に影響するゼロガス中の不純物濃度を確認する方法としては、大気圧イオン化質量分析計（APIMS）などで測定する方法があるが、設備の制約などで実施できない場合が多い。簡易点検法として、以下の方法などがある。

上記の方法などで不純物濃度が確認された環境用零位標準ガスと、実際に使用するゼロガスとを比較（クロスチェック）する方法。

性能が確認されたゼロガス精製器（例えば、環境用零位標準ガスを導入した場合と大気を導入した場合に、自動測定機の指示値に差が生じないことなど）によるガスと、実際に使用するゼロガスとを比較（クロスチェック）する方法。

(7) 校正用ガス調製装置の簡易校正法

市販の校正用ガス調製装置は単純には流量校正が行えない構造となっているので、現実的と考えられる校正用ガス調製装置の校正方法として、次に示す2つの方法がある。

1) 高濃度と低濃度の標準ガスを用いて希釈率を校正（クロスチェック）する方法

高濃度の標準ガスを校正用ガス調製装置で希釈したガスと、低濃度の標準ガスをそのまま、それぞれ測定機に導入してその濃度を測定し、希釈率を確認する方法（クロスチェック）である。メタン又は一酸化炭素のような低濃度でも、安定な精度の保証された1級（精度：±1%）又は2級（精度：±2%）の標準ガスを使用し希釈率を求める。校正用ガス調製装置の希釈精度を超える誤差が見られた場合は希釈率の校正を行う。

図 3-2-8 に構成例を示す。

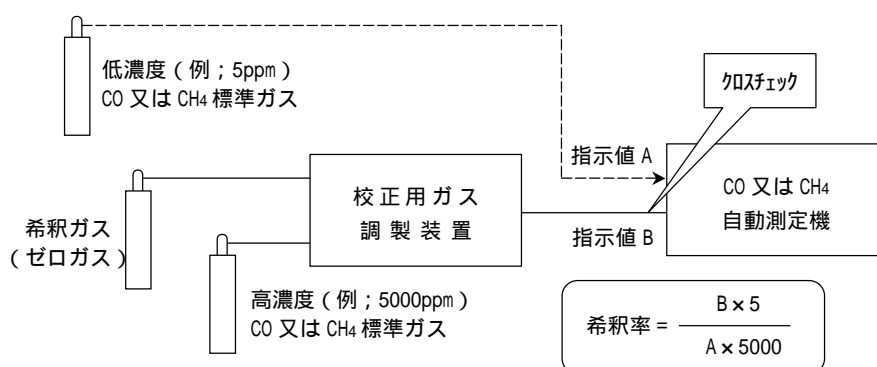


図 3-2-8 高濃度と低濃度の標準ガスを用いて
希釈率を校正（クロスチェック）する方法

2) 基準用校正用ガス調製装置と比較することにより校正する(クロスチェック)方法

測定機に組み込まれた校正用ガス調製装置を校正する場合は、現場で校正を行いたいという要求がある。このような場合は、あらかじめ前記「1) 高濃度と低濃度の標準ガスを用いて希釈率を校正(クロスチェック)する方法」などで校正された、基準となる校正用ガス調製装置を持ち込んで、発生させたガス濃度と組み込まれた校正用ガス調製装置で発生させたガス濃度を比較し希釈率を確認する方法(クロスチェック)である。校正用ガス調製装置の希釈精度を超える誤差が見られた場合は希釈率の校正を行う。

図 3-2-9 に構成例を示す。

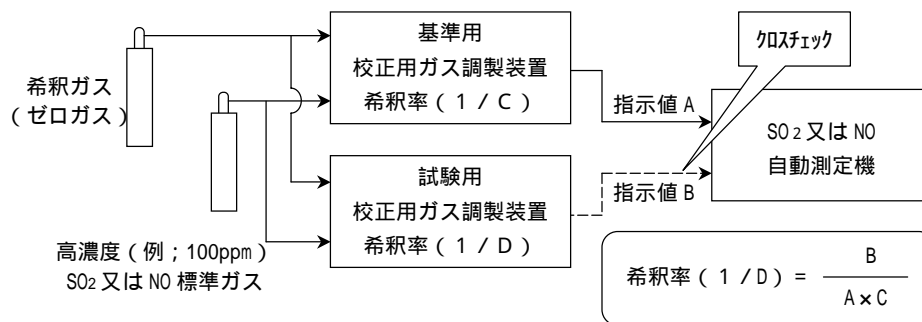


図 3-2-9 基準用校正用ガス調製装置と比較することにより
校正する(クロスチェック)方法

表 3-2-4 校正用ガス調製装置の保守点検要領例（1）
（ゼロガス調製装置）

点検項目		点検内容	始動時	点検周期					実施方法	備考
対象	項目			週	月	3月	6月	1年		
配管	入口フィルタ	目詰まり、漏れ	指定の圧力でガスが供給できること 固定されていること						指定の圧力でガスが正常に供給できることを確認 交換	
	外部配管	入口及び出口配管の状態	折れ、傷、詰まりがないこと 指定どおりであること 劣化していないこと						目視により確認	
	外部配管接続部	上記各配管の取付状態	ゆるみ、漏れがないこと						締め付けののち、石鹼水等で漏れを点検	
	内部配管、ブロック類	流路部の配管、ブロック類の状態	折れ、傷、詰まりがないこと 指定どおりであること 劣化していないこと						目視により確認 詰まり、汚れがあれば分解洗浄	
機能部品	圧力計	調圧ぐあい	指定の圧力が表示できること						圧力を確認	
	調圧器	調圧ぐあい	指定の圧力に調圧できること						発生圧力又は発生流量を確認 Oリング等の交換	
	ニードル弁	設定ぐあい	ガタ、漏れがなくスムーズに動作すること						設定操作を行い確認 分解、洗浄	
	流量計	指示ぐあい	浮子の動作がスムーズであること 漏れがないこと						発生ガスを流し、浮子の動作を確認 分解、洗浄	
	バルブ	動作	開閉動作が正常で円滑であること						開閉を繰り返して、流量計によって確認	
	電磁弁	動作	作動時、異音がなく正常な制御が行われること						ON・OFF を繰り返して、流量計によって確認	
	乾燥筒	除湿	シリカゲルの 1/2 以上がピンク						目視により確認、交換	
	オゾンランプ	安定性	点灯不良、チラツキのないこと						目視により確認	
	触媒筒	能力	触媒交換						交換	
	吸着筒	能力	活性炭、ソーダライムの交換						交換、劣化が激しいときは交換周期を短縮	
総合調整	発生流量	流量の点検	仕様どおりであること						流量計で確認	
	発生圧力	圧力の点検	仕様どおりであること						圧力計で確認	
	ゼロ空気の発生	精製能力	仕様どおりであること						容器詰めゼロガスとの比較又は他の校正用ガス調製装置から得られたガスとの比較	

点検（調製、清掃を含む）
交換又は補充

表 3-2-4 校正用ガス調製装置の保守点検要領例（２）
（スパンガス調製装置）

点検項目		点検内容	始動時	点検周期					実施方法	備考
対象	項目			週	月	3月	6月	1年		
配管	入口フィルター	目詰まり、漏れ	指定の圧力でガスが供給できること 固定されていること						指定の圧力でガスが正常に供給できることを確認 交換	
	外部配管	希釈ガス、成分ガス、発生ガス及び排気の各配管の状態	折れ、傷、詰まりがないこと 指定どおりであること 劣化していないこと						目視により確認	
	外部配管接続部	上記各配管の取付状態	ゆるみ、漏れがないこと						締め付けののち、石鹸水等で漏れを点検	
	内部配管、ブロック類	流路部の配管、ブロック類の状態	折れ、傷、詰まりがないこと 指定どおりであること 劣化していないこと						目視により確認 詰まり、汚れがあれば分解洗浄	
	気密試験	漏れ	入口、出口間に使用圧力の N ₂ 又は AIR を封入し、5 分間の減少圧力が 1%以内のこと						減少圧力を確認	
機能部品	切換コック	設定ぐあい	スムーズに切換でき、所定の位置でロックできること						設定操作を行い確認 Oリング等の交換	
	ニードル弁	設定ぐあい	ガタ、漏れがなくスムーズに動作すること						設定操作を行い確認 分解、洗浄	
	流量計	指示ぐあい	浮子の動作がスムーズであること 漏れがないこと						発生ガスを流し、浮子の動作を確認 分解、洗浄	
	調圧器	調圧ぐあい	指定の圧力に調圧できること						発生圧力又は発生流量を確認	
	バルブ	動作	開閉動作が正常で円滑であること						開閉を繰り返し、流量計によって確認	
	電磁弁	動作	作動時、異音がなく正常な制御が行われること						ON・OFF を繰り返し、流量計によって確認	
総合調整	発生流量	流量の点検	仕様どおりであること						基準流量計、石鹸膜流量計、湿式ガスメータで確認	
	発生圧力	圧力の点検	仕様どおりであること						圧力計で確認	
	正確さ	標準ガスからの偏差	仕様どおりであること						容器詰め標準ガスとの比較、又は他の校正用ガス調製装置から得られたガスとの比較	

点検（調製、清掃を含む）
交換又は補充

3.3 二酸化硫黄自動測定機

環境大気中の二酸化硫黄を自動的に連続測定する測定機としては、JIS B 7952 において、紫外線蛍光方式、溶液導電率方式に基づくものが規定されており、電量方式及び定電位電解方式については参考として示されている。環境基準及び緊急時の措置に係る測定法としては、「大気の汚染に係る環境基準について」（昭和 48 年環境庁告示第 25 号）及び大気汚染防止法施行規則第 18 条において、溶液導電率法又は紫外線蛍光法を用いることになっている。

3.3.1 紫外線蛍光法自動測定機

(1) 測定原理

試料大気に比較的波長の短い紫外線を照射すると、これを吸収して励起した二酸化硫黄分子が基底状態に戻る時に蛍光を発する。この蛍光の強度を測定することにより、試料大気中の二酸化硫黄の濃度を求めることができる。

二酸化硫黄は図 3-3-1 に示すとおり、190～230 nm、250～320 nm 及び 340～390 nm の 3 つの波長領域に吸収帯を持つが、吸収強度の最も大きい 190～230 nm の波長帯の紫外線（通常は波長 210～220 nm 付近の紫外線）が励起光として用いられている。

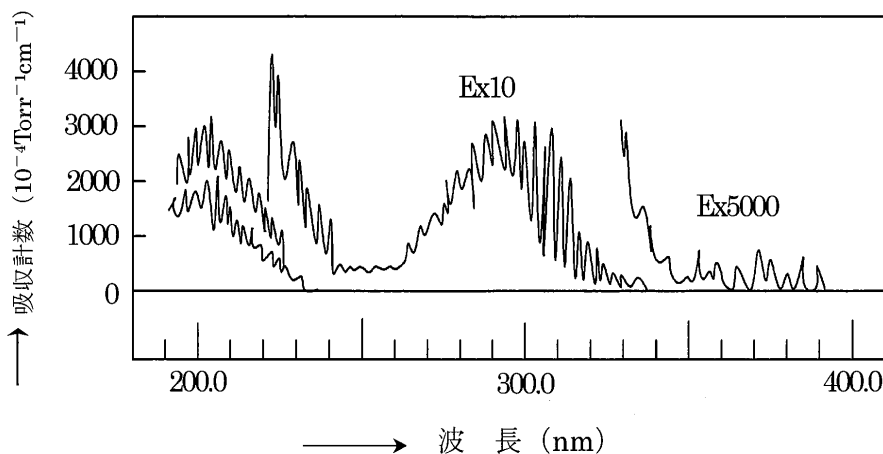
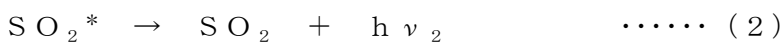
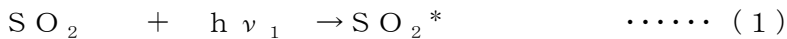


図 3-3-1 二酸化硫黄吸収スペクトル (JIS B 7952 解説)

反応機構は次のとおりである。



$h\nu_1$: 入射光

$h\nu_2$: 蛍光

SO_2^* : 励起された二酸化硫黄

M : 共存分子

式(1)は、入射光により二酸化硫黄が励起されることを、式(2)は、励起された二酸化硫黄分子が基底状態に戻る時に蛍光を発することを示している。式(3)は、励起分子が解離することを、また式(4)は、共存分子Mと励起された二酸化硫黄が衝突して光エネルギーを失う消光現象(クエンチング)を起こすことがあることを示している。

蛍光強度 I_f は次式によって表される。

$$I_f = \frac{K_f I_a}{K_f + K_d + K_q [M]} \quad \dots\dots (5)$$

I_a : 式(1)における入射光の吸収強度

K_f 、 K_d 、 K_q : 反応速度定数

[M] : 分子Mの濃度

一方、ランベルト・ベールの法則により、 I_a は次の式で表される。

$$I_a = I_0 (1 - e^{-\epsilon l c}) \quad \dots\dots (6)$$

I_0 : 入射光強度

ϵ : 二酸化硫黄の吸光係数

l : 光路の長さ

c : 二酸化硫黄の濃度

I_0 が一定であれば、二酸化硫黄が低濃度の場合には、式(6)は次の近似式で表される。

$$I_a = I_0 \cdot \epsilon \cdot l \cdot c \quad \dots\dots (7)$$

これを式(5)に代入すると、次式が得られる。

$$I_f = \frac{K_f I_0 \epsilon l c}{K_f + K_d + K_q [M]} \quad \dots\dots (8)$$

すなわち、式(7)が成立する範囲内では、蛍光強度は二酸化硫黄濃度に比例し、蛍光強度を測定することによって二酸化硫黄を定量できる。

蛍光分析計の分光特性は、図 3-3-2 のとおりである。

(2) 測定機の仕様

試料大気中の二酸化硫黄濃度を精度よく測定するためには、表 3-3-1 に示す基本仕様を満たしている測定機を選択する必要がある（平成 8 年に環境省から基本仕様が表示された）。

なお、基本仕様に示した項目以外に自動校正機能、校正用ガス調製装置、記録計等のデータ記録装置、テレメータとのデータ送信機能等の付加機能がある。また、自動校正の際の測定機の指示値やスパン係数等をテレメータで送信できるものもある。

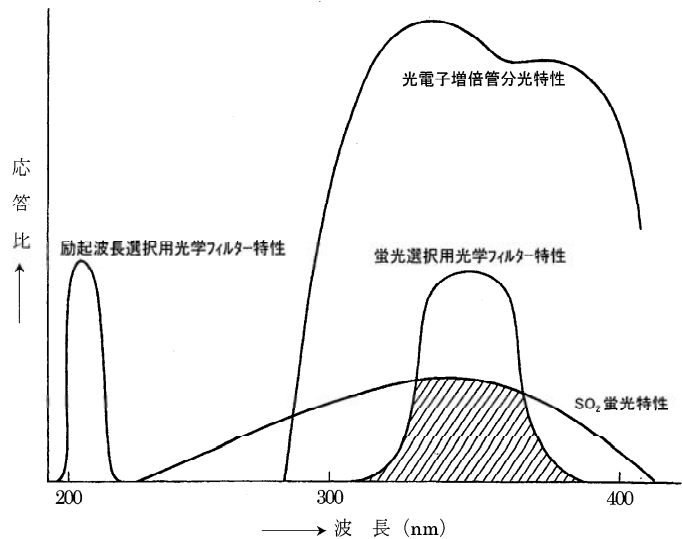


図 3-3-2 紫外線蛍光分析計の分光特性 (JIS B 7952 解説)

表 3-3-1 紫外線蛍光法自動測定機の基本仕様

項目	基本仕様
1. 測定レンジ	瞬時値：0～0.01ppm から 0～1.00ppm
	1 時間平均値：0～0.01ppm から 0～1.00ppm
上記測定範囲内で適切なレンジを選択	
2. 繰返し性（再現性）	最大目盛値の±2%
3. ゼロドリフト	±2ppb/日 かつ ±4ppb/週
4. スパンドリフト	最大目盛値の±2%/日 かつ ±4%/週
5. 直線性（指示誤差）	最大目盛値の±4%
6. 電源電圧変動に対する指示値の安定性	定格電圧±10%の変動に対して指示値の変動が最大目盛値の±1%
7. 周囲温度変化に対する安定性	14 項の温度範囲内において 5℃の変化に対して 3 及び 4 のドリフトの項を満足すること
8. 応答時間	4 分間以下（装置入り口から最終指示値の 90% 値までの時間）
9. 最小検出限界	1ppb 以下（ノイズの標準偏差の 2 倍）
10. 表示桁数	ppm で表示したときに小数点以下 3 桁以上（1ppb 以下）
11. 干渉成分（トルエン）の影響	トルエンが 0.1ppm の存在下でも指示値への影響が 4ppb 以下であること
12. 伝送出力	0～1V DC 又は 4～20mA（瞬時値及び 1 時間平均値）
13. 暖機時間	3 時間以下
14. 許容周囲温度	0～40℃
15. 所要電源	AC100V±10% 50 又は 60Hz
16. 耐電圧	定格周波数の交流 1000V を 1 分間加えて異常がないこと
17. 絶縁抵抗	5MΩ 以上

(3) 測定系統図

測定系統図例を図 3-3-3 に示す。

励起光として波長 220 nm 付近の紫外線を照射し、発生する蛍光を光電子増倍管で検出して、二酸化硫黄濃度に比例した電流値に変換する。励起光については光電素子等で検出し、励起光と蛍光の強度を比較演算する。これにより励起光の光量変化によるドリフトを補償する回路を構成して、安定化を図っている。この方法では、二酸化硫黄濃度 0 ～ 数千 ppm にわたり直線性がある。

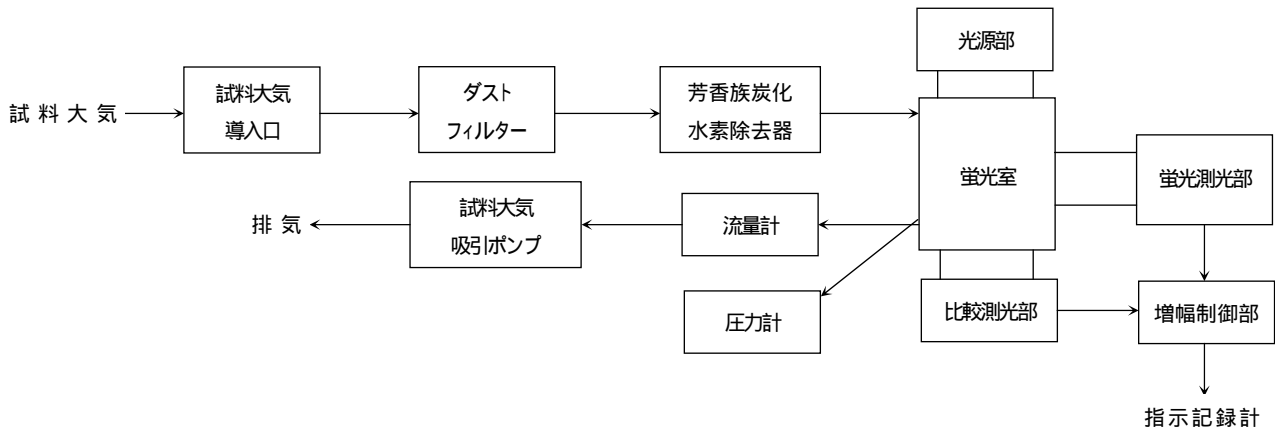


図 3-3-3 紫外線蛍光法自動測定機の測定系統図例

(4) 測定機の構成

紫外線蛍光法の基本的な構成は、次のとおりである。

1) 光源部

励起用紫外線の光源としては、キセノンランプ又は亜鉛ランプが用いられる。キセノンランプを光源とした測定機では、パルス状に点灯させてランプの寿命を長くしている装置もある。

2) 蛍光室

蛍光室には、二酸化硫黄を励起するのに有効な波長 220 nm 付近の紫外線を入射するため、バンドパスフィルターが取り付けられており、構造は迷光を極力防ぐように集光レンズ、ナイフエッジ及び内面処理等の機構が設けられている。

3) 蛍光測光部

蛍光強度の測定部は、光電子増倍管が励起光に対して垂直方向に配置されている。

励起用紫外線の光量変化を補正するための比較測光部は、励起光源に対面する位置に設置されている機種と、直角方向の位置に設置されている機種がある。

4) 測定値出力

測定値は、瞬時濃度として出力され、測定機には演算機能が備えられており、連続測定の結果から 1 時間平均濃度を計算して出力する。

5) その他

紫外線を吸収して蛍光を発生するトルエン、キシレン等の芳香族炭化水素を取り除くため、芳香族炭化水素除去器が使用される。除去器には、芳香族炭化水素を膜の外に透過させて取り除く透過膜式と芳香族炭化水素を充填剤に吸着させて取り除く充填剤式とがある。

水分の干渉については、透過膜式除湿器を装着又は蛍光室を加熱してその影響を除く工夫がなされている。

(5) 目盛校正

目盛校正は、二酸化硫黄標準ガスによる動的校正により行う。紫外線蛍光法においては、酸素によるクエンチングの影響を考慮し、空気ベースの標準ガスを用いる。

1) ゼロガス

ゼロガスは、高圧容器詰め環境用零位調整標準ガス（合成空気）又はゼロガス調製装置により調製した精製空気を用いる。環境用零位調整標準ガスの品質は二酸化硫黄については5 ppb以下と規定されているが、低濃度測定においてはその純度が測定値に影響するので確認を行うか又は精製器を付加して精製することが望ましい。

注意事項としては、室内ガスの性状（酢酸ガスや有機ガス等）によってはゼロガス精製器を劣化させることもある。

2) スパンガス

濃度試験済みの高圧容器詰め低濃度二酸化硫黄標準ガス（空気ベース）は、現状では供給されていないので、スパンガスは、計量法のトレーサビリティ制度に基づく高圧容器詰め高濃度標準ガス（窒素ベース）を校正用ガス調製装置を用いて、ゼロガスにより1/100～1/1000に希釈して調製する。測定機の日盛校正は、実際の測定濃度レンジに相当するスパンガスによる。

3) 目盛校正方法

ゼロガス、スパンガスによる目盛校正は次の手順により行う。

なお、低濃度測定においては、ゼロ校正を少なくとも1週間ごとに行う必要があるため、自動化することが望ましい。

① ゼロ校正

ゼロガスを導入し、記録計等でゼロ値が十分安定したことを確認した後、ゼロ校正を行う。

② スパン校正

最大目盛値の90%付近濃度のスパンガスを導入し、記録計等で指示値が十分安定したことを確認した後、スパン校正を行う。

③ 校正値の確認

前回校正を行った時と比較し、目安としてゼロ値で±4 ppb、スパンで±4%を超える偏差が認められるかどうかを確認する。目安を超える偏差が確認された場合には、各部の清掃、交換、又は漏れ試験及び試料大気採取流量の確認等の整備を行う。なお、前回校正を行った時以降の測定値の棄却等の必要性については第6章に基づいて検討する。

整備終了後、ゼロガス及びスパンガスを約10分間交互に3回程度導入して繰り返し性を確認し、再度目盛校正を行う。

4) 直線性の確認

測定機の日盛校正は通常ゼロ、スパンで行うが、その間の目盛について直線性の確認を行う必要がある。定期点検時等にゼロ、スパン校正後、スパンガス濃度の25%、50%、

75%付近の標準ガスを導入し、それぞれの濃度における指示値と設定濃度からの偏差を求め、最大目盛値の±4%以内であることを確認する。

(6) 測定上の注意事項

1) 試料大気採取系統

① 試料大気採取管の材質・長さ

材質としては、吸着率の小さい四フッ化エチレン樹脂製の採取管を用い、塩化ビニルやゴム製の試料大気採取管の使用は絶対に避ける。また、極端に長い試料大気採取管は、吸着のおそれがある。表 3-3-2 に示す四フッ化エチレン樹脂管では、20mまでは出入り口における濃度差は測定機の測定下限以内であるが、吸着や反応を極力小さくするため、長さは5m以内にする。

表 3-3-2 長さ及び内径試験【試料大気採取管の測定値へ与える影響】

	設定濃度	長さ 内径	2 m			5 m			10 m			20 m		
			4mm	6mm	8mm	4mm	6mm	8mm	4mm	6mm	8mm	4mm	6mm	8mm
二酸化硫黄	25ppb	A	1	1	0	1	1	0	1	0	0	2	2	0
		B	0	1	0	1	0	1	1	0	0	1	0	0
	50ppb	A	0	2	1	1	1	1	0	0	1	0	2	0
		B	1	1	0	1	0	0	0	0	1	1	1	1
	100ppb	A	0	1	1	0	1	1	1	1	0	1	1	1
		B	2	1	1	1	1	0	0	-1	0	1	1	1

出典：昭和 55 年自動測定機器等の精度に関する研究
【数字は偏差（標準ガス濃度－指示値）、単位は ppb】
【 】内は引用に当たって補足した。

② 試料大気採取管の交換頻度

管内に付着した汚れは、測定対象物質の吸着を起し測定精度低下の原因になるため定期的に清掃又は清掃済み試料大気採取管と交換する。清掃は、試料大気採取管の内壁に傷等をつけないように行い、延べ使用期間 1 年間を目安に新しい試料大気採取管に交換する。

③ ダストフィルターの材質・交換頻度

ダストフィルターとして、二酸化硫黄の吸着の少ない四フッ化エチレン樹脂製のものをを用いる。なお、圧力変動は測定値に影響するので粉じん等による目詰まりに注意する必要がある。

ダストフィルターの交換頻度は 2 週間に 1 回の交換を目安として、粉じん濃度の高い地域又は時期で、粉じん量の度合いに応じて交換回数を増やす。

④ 試料大気採取流量の制御

紫外線蛍光法自動測定機においては、一時的な試料大気採取流量の変化は測定値に直接影響することはない。このため、流量調整器が付加されていない測定機もあるが、設定流量を示しているか確認する必要がある。流量の安定化のため流路に毛細管等が

挿入されているが、大気中のタール等が毛細管内に付着することにより流量が低下することがある。このような現象がしばしば発生するようであれば、毛細管の洗浄周期の変更や、スクラバの付加等の対策を実施する必要がある。

なお、流量が著しく低下した場合には、蛍光室の圧力が校正時と著しく異なることとなり、感度や応答速度の低下が起きる。

2) 周囲温度変化の影響

紫外線蛍光法自動測定機は、一般的に0～40℃の周囲温度の使用条件であり、溶液導電率法自動測定機と比較すると周囲温度変化の影響は小さい。ただし、測定流路や蛍光室に汚れが生じた場合、高温時（35℃以上）にゼロ値が上昇することがある。したがって、周囲温度については35℃以下で使用することが望ましい。

3) 干渉成分

測定値を増加する側に干渉、すなわち、二酸化硫黄の励起のための紫外線を吸収して蛍光を発する成分として、一酸化窒素やトルエン、キシレン等の芳香族炭化水素がある。一酸化窒素の濃度とその干渉により二酸化硫黄として検出された濃度の比（影響率）は0.2～1.0%程度であり、高濃度一酸化窒素が観測される自動車排出ガス測定局等では注意が必要である。

芳香族炭化水素については、トルエンによる干渉影響試験結果によると、芳香族炭化水素除去器が装着されている機種では、約0.15ppmのトルエンが存在してもその干渉により二酸化硫黄として検出される濃度は、1ppb以下である。

しかし、測定局の近くに有機溶剤等の排出源がある場合には、装着されている除去器では処理できない量や種類の炭化水素が存在し、測定に影響するおそれがあるので、試料大気採取の位置、測定局の配置等を含め注意する必要がある。

現在の紫外線蛍光法自動測定機では、芳香族炭化水素の影響を抑えるため、透過膜式又は充填剤式除去器が装着されている。これらの処理剤は基本的に消耗品であり、使用環境によって差はあるが、定期的に交換する必要がある。交換時期は、透過膜式は内壁の汚れに、充填剤式は炭化水素濃度に依存するが、透過膜式は1年、充填剤式は6か月が目安である。

水分については、各種の除湿器を装着したり、蛍光室を加熱することによって相対湿度を下げる等の対策がとられている場合には、測定値への影響は少ないが、これらの対策が機能していることを定期的に確認する。

(7) 点検要領

測定機を常に最良の状態に維持し、精度の高い測定値を得るためには、適切な保守管理が必要である。使用する測定機の測定原理、構造、特徴はもとより、測定局の周辺環境を調査し、測定条件を十分理解した上で保守管理を実施すれば、性能を長期にわたり最大限に維持できる。

また、不具合を早期に発見し対応することにより、無用な欠測や故障を未然に防止することができる。「3.1.1 点検要領」に各測定機に共通する保守点検の内容と実施頻度を示す。この実施頻度は最低限の頻度を示したものであり、詳細は、測定局の設置条件及び測定機ごとの指示や取扱説明書等を参考にして、点検項目、周期等を適切に決める。

1) 記録状況の確認

記録計等の指示値について、前回の点検時からの経過を確認する。ゼロ及びスパンの自動校正機能が取り付けられている測定機については、その機能が安定に動作していることを記録計等から確認する。

- ① 測定地点、天候、周辺環境及び他の測定項目との相関、過去の測定値の推移等から指示値の妥当性を確認する。
- ② 異常指示（ノイズ、蛇行、乱点等）の確認を行う。
- ③ 記録計等の動作状況及び記録指示の濃淡の確認を行う。

2) 試料大気採取流量の確認

試料大気採取流量の変動は、測定機の応答性に係わり、測定機の精度を低下させる一因となるため、規定流量が保持されているかについて、流量計又は圧力計で確認する。

流量が規定流量から著しく異なっている場合は、セル内圧力の変動が考えられるので、フィルターの目詰まりや毛細管の汚れがないかを確認し、フィルター交換並びに毛細管の洗浄及び交換を行うが、毛細管の交換後は目盛校正を行う。

3) ダストフィルターの交換

測定に影響を及ぼす粉じんの影響を除去するためのダストフィルターは定期的に新しいフィルターに交換する。

- ① 各機種専用の吸着性の少ない四フッ化エチレン樹脂製のものを使用する。
- ② フィルターの装着時には、試料大気漏れが起こらないことを確認する。

4) 試料大気採取管の取り付け状態及び管内結露の確認

- ① 試料大気分配管との接続部、測定機との接続部、及び測定機内の各接続部の接続状況を確認し、適宜新しいものと交換する。
- ② 管内の結露及び汚れ等を確認する。夏期に局舎内温度を下げ過ぎると、配管内に結露し、測定誤差が大きくなるので、冷房時には、局舎内温度と外気温の差が5℃以上にならないように注意する。

5) 試料大気漏れの確認

測定機各流路について、点検、交換等を行った場合は、ガス漏れがないことの確認を行う。ガス漏れの確認には、減圧方式と加圧方式がある。具体的な確認方法は機種によって異なるのでそれぞれ指定の方法に従う。

6) 芳香族炭化水素除去器

芳香族炭化水素除去器はいずれの測定機にも取り付けられている。交換頻度は、各機種指定の期間を目安とするが、炭化水素濃度が高い自動車排出ガス測定局等では、破過容量に達する期間等が短くなるので注意が必要である。交換が必要な時期は、0.1ppm相当のトルエンガスを導入し、その影響を調べることが望ましいが、試料大気導入口に新しい除去器を取り付け、測定値を比較することにより判断できる。

7) テレメータ出力の確認

テレメータ伝送出力の確認、調整は校正用ガスによる目盛校正を実施する際に併せて行い、校正用ガス濃度に相当する伝送出力を電圧計又は電流計により確認する。

なお、伝送用出力の発生機能のある測定機の場合は、ゼロ、フルスケール90%値の電圧を発生させ、調整する。その後中間点2点以上の電圧を発生させ、直線性を確認する。

調整に当たっては、適正な感度の電圧計を使用する。

8) 故障対策

測定機が正常に作動しない場合は取扱説明書等に基づいて故障と思われる箇所を判断し、使用者が処理できる範囲内で対応する。その上で正常作動に戻らない場合は、適宜測定機メーカーに問い合わせる。

3.3.2 溶液導電率法自動測定機

(1) 測定原理

試料大気を硫酸酸性の過酸化水素水溶液の吸収液に通じると、試料大気に含まれている二酸化硫黄が吸収されて反応によって硫酸になり、次式(1)により吸収液の電気伝導率を増加させる。



したがって、この変化を測定することにより二酸化硫黄濃度が測定できる。

例えば、温度 20°C で測定対象二酸化硫黄濃度を C ppm、試料大気の 1 グラム分子の当量数を n、溶液に対する試料大気の混合比率を k、溶液とガスの反応率(吸収率)を x %、溶液の当量電導度を Λa 、反応生成物質の当量電導度を Λb とすると、試料大気と溶液を接触させた時に、次式で示される電気伝導率変化 Δk を生じる。

$$\Delta k = \frac{1 \times 10^{-6} C \cdot k \cdot n}{22.4 \times (273+20) / 273} \times 0.01 x \times \frac{(\Lambda b - \Lambda a)}{1000}$$

$$= 4.16 \times 10^{-13} C \cdot k \cdot n \cdot x (\Lambda b - \Lambda a)$$

- Δk : 電気伝導率変化
- C : 測定対象ガス濃度(ppm)
- k : 溶液に対する試料大気の混合比率
- n : 測定対象物質の 1 グラム分子の当量数
- x : 溶液とガスの反応率(%)
- Λa : 吸収液の初期当量電導度(S cm²/g·eq)
- Λb : 反応後の吸収液の当量電導度(S cm²/g·eq)

したがって、試料大気と溶液の混合比率 k、反応率 x を一定にすると、電気伝導率変化 Δk は、測定対象ガス濃度 C によって一義的に定まるので、 Δk を測定することによって C を求めることができる。

二酸化硫黄の場合には、この Δk は過酸化水素水溶液と反応して硫酸を生成することにより Λb が Λa より大きくなり、電気伝導率が増加(正)する。

また、吸収液の電気伝導率は、温度によって大きく変化するため、測定中の吸収液にサー

ミスタや金属抵抗の感温素子を浸漬させ、測定中の吸収液の温度変化を検出し、温度変化による電気伝導率の変化分を消去する温度補償回路を組み込み、温度影響を極力小さくしている。

(2) 測定機の仕様

JIS B 7952 は、溶液導電率法自動測定機についての性能を規定しており、これを満たしている測定機を選択する必要がある。

表 3-3-3 に溶液導電率法二酸化硫黄自動測定機の基本仕様を示す。

表 3-3-3 溶液導電率法自動測定機の基本仕様

項 目	基 本 仕 様
1. 測定レンジ	0~0.05ppm から 0~1.00ppm
上記測定範囲内で適切なレンジを選択	
2. 繰返し性 (再現性)	最大目盛値の±2%
3. ゼロドリフト	最大目盛値の±2%/日
4. スパンドリフト	最大目盛値の±2%/日
5. 直線性 (指示誤差)	最大目盛値の±4%
6. 電源電圧変動に対する指示値の安定性	定格電圧±10%の変動に対して指示値の変動が最大目盛値の±1%
7. 吸収液量の安定性	設定量の±2%
8. 試料大気流量の経時安定性	10 日間に 3 回以上の試験で設定流量の±7%以下
9. 耐電圧	定格周波数の交流 1000V を 1 分間加えて異常がないこと
10. 絶縁抵抗	5MΩ 以上

(3) 測定機の測定系統図

測定系統図例を図 3-3-4 に示す。

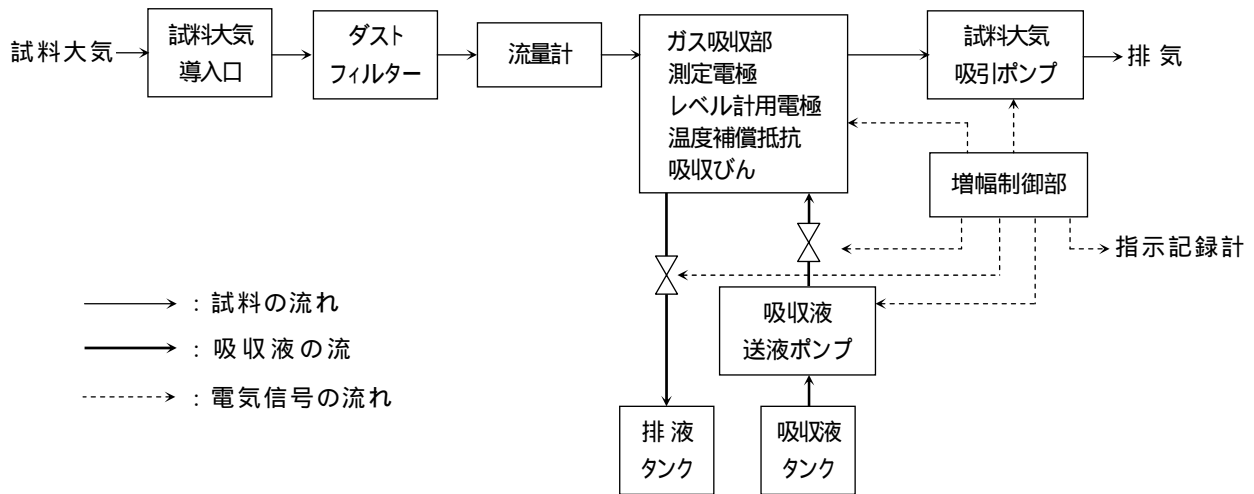


図 3-3-4 溶液導電率法自動測定機の測定系統図例

(4) 吸収液

1) 使用する水

吸収液に使用する水は、「3. 1. 5 測定機用の水」に示す測定機用の純水を用いる。その電気伝導率は 0.1mS/m 以下であることが必要である。

2) 使用する試薬

すべての試薬は、JIS 試薬又は同等品を用いる。

過酸化水素水は、安定剤として硫酸又はりん酸が加えられていることが多いので、試薬購入時に吸収液を作り、電気伝導率を測定する必要がある。また、過酸化水素水は分解しやすいため、冷暗所に保存する。

3) 調製方法

吸収液の組成は、 5×10^{-6} mol/L の硫酸を含む過酸化水素水溶液 (0.006%) である。

吸収液 20 L を調製する場合は、0.05 mol/L 硫酸 2 mL と 30% 過酸化水素水 4 mL に純水を加えて 20 L とする。この吸収液の電気伝導率は、20°C で約 0.4mS/m である。

吸収液タンクは、藻又は菌類の発生を予防するため、定期的に洗浄し、純水で十分洗浄する。

新しい吸収液タンク又は別の目的に用いたタンクを使用する場合は、吸収液を入れて使用期間内 (約 2 週間) で吸収液の電気伝導率及び過酸化水素水濃度が極端に変化しないことを確認する。

4) 調製後の確認方法

吸収液の初期電気伝導率は、電気伝導率計により 20°C で 0.4~0.5mS/m の範囲内であることを確認し、記録する。

(5) 目盛校正

1) 目盛校正用等価液の調製方法及び注意事項

① ゼロ調整用等価液

ゼロ調整用等価液は、吸収液をそのまま用いる。

② 等価液調整用原液

等価液の調製は JIS B 7952 による。

等価液調整用原液 (0.005 mol/L 硫酸) は、0.05 mol/L 硫酸を正確に純水で 10 倍に希釈する。例えば、等価液調整用原液 500mL を調製する場合は、0.05 mol/L 硫酸をホールピペットで 50mL とり、500mL メスフラスコに入れて標線まで純水を加える。

③ スパン用等価液

校正する測定レンジの最大目盛値の 90% 付近の濃度を調製する。

等価液調整用原液の採取量は、式 (1) により求めて整数 mL 採取しこれを吸収液で 1 L にする。

④ 中間点用等価液

校正する測定レンジの最大目盛値の 50% 付近の濃度を調製する。

等価液調整用原液の採取量は、次式 (1) により求めて整数 mL 採取し、これを吸収液で 1 L にする。

$$V = 8.93 \times 10^{-2} \times \frac{1}{2 \times (0.005 - M)} \times C \times \frac{V_S}{V_R} \times \frac{273}{273 + T} \quad \dots\dots (1)$$

V : 等価液調整用原液の採取量 (mL)

M : 吸収液の硫酸濃度 (mol/L)

C : 対応する二酸化硫黄濃度 (ppm)

V_S : 試料大気通気接触量
通気流量 (L/min) × 通気時間 (min)

V_R : 吸収液採取量 (mL)

T : 20 (校正の基準としている温度 20°C)

この式 (1) は次式 (2) から誘導される。次式の左辺は Cppm の二酸化硫黄が吸収瓶で吸収されることにより、吸収液中で増加した硫酸濃度 (mol/L)、右辺は 0.005 mol/L 硫酸 V mL を、吸収液 (Mmol/L 硫酸) で 1000mL に希釈することにより増加した吸収液中の硫酸濃度である。

$$\frac{C \times 10^{-6} \times V_S}{22.4 \times ((273 + T) / 273)} \times \frac{1000}{V_R} = \frac{(0.005 - M) \times V}{1000} \quad \dots\dots (2)$$

測定レンジ 0.05ppm のスパン調整用等価液を調製する場合は、等価液調整用原液の採取量が少なくなり調製時の計量誤差が大きくなるおそれがある。したがって、0.05 mol/L 硫

酸を100倍に希釈した等価液調整用原液(0.0005 mol/L)を使用する方法又は等価液の全量を2.0Lにする方法などにより、原液の採取量を多くし、調製時の誤差をできるだけ小さくする。

2) 目盛校正用等価液の調製後の確認方法

ゼロ調整用等価液、スパン調整用等価液及び中間点用等価液は、調製後、電気伝導率計により電気伝導率を測定し記録する。

各調整用等価液の電気伝導率を測定し記録しておくことにより、調製時のミス又は等価液調整用原液の入れ忘れ等の防止及び現場における校正時の感度変化が大きい場合の確認にも活用することができる。

3) 目盛校正方法

- ① 現時点における測定機の感度状況を把握するため、ゼロ調整用等価液、スパン調整用等価液及び中間点用等価液を用いて指示値を確認する。
- ② 吸収部を点検して、汚れがある場合は、洗浄あるいは洗浄済みの吸収瓶と交換する。
- ③ ゼロ調整用等価液によりゼロ値を調整後、スパン調整用等価液で目盛校正し、中間点用等価液で直線性の確認をする。
- ④ 目盛校正後、ゼロ調整用等価液及びスパン調整用等価液を用いて繰返し性の確認をする。
- ⑤ 自動レンジにより測定を行っている場合は、その測定局の濃度状況を考慮して十分カバーできる測定レンジの目盛校正を行いレンジ間の連続性を確認する。
- ⑥ 電気伝導率は、温度により変化するため、分析部内温度と吸収瓶内の等価液温度を一致させる必要があり、等価液を注入し一定時間放置した後、校正又は指示値の読み取りを行う。
- ⑦ 濃度の低いスパン調整用等価液を取り扱う場合は、特に吸収瓶の等価液注入部及び等価液用フラスコの栓等のすり合わせ部分には、直接手で触れない。

4) 校正用ガスによる目盛確認方法

- ① 測定機の分析部等の点検
 - a 吸収瓶の洗浄又は洗浄済み吸収瓶と交換する。
 - b 吸収瓶入り口までの配管の清掃又は新品の配管と交換する。
- ② 測定機の調整
 - a 吸収液量の調整又は確認をする。
 - b 流量計の目盛校正又は校正済み流量計と交換する。
 - c ゼロ調整用等価液及びスパン調整用等価液を用いて目盛校正し、中間点用等価液で指示値の確認をする。
 - d 測定状態にして試料大気の漏れを確認する。
- ③ 校正用ガスの調製
校正用ガスは、「3.2.4 校正用ガス調製装置」に示す校正用ガス調製装置を用いた方法により発生させる。
- ④ 目盛確認
 - a ゼロガス(希釈ガス)を測定機に導入し、指示値を読み取る。
 - b スパンガス調製装置により測定レンジの最大目盛値の90%付近の濃度のガスを発

生させ、測定機に導入する。1時間値の指示値が十分に安定した後指示値を読み取る。

c 次に、スパンガス調製装置により測定レンジの最大目盛値の50%付近の濃度を発生させ、測定機に導入する。1時間値の指示値が十分に安定した後指示値を読み取り、直線性を確認する。流量計の目盛校正又は校正済み流量計と交換する。

(6) 測定上の注意事項

1) 試料大気採取系統

① 試料大気採取管の材質・長さ

紫外線蛍光法自動測定機に準ずる。

② 試料大気採取管の交換頻度

紫外線蛍光法自動測定機に準ずる。

③ ダストフィルターの材質・交換頻度

紫外線蛍光法自動測定機に準ずる。

④ 内部流路配管の交換

測定機の試料大気導入口からダストフィルター間、ダストフィルター出口から吸収部入り口間及びその他排気用配管等を定期的に交換する。

⑤ 流量計の清掃及び目盛確認

流量計の目盛誤差は、測定値に及ぼす影響が大きいため、定期的に点検・確認する。流量計の目盛確認は、校正済みの流量計を測定機の入り口に垂直に接続し、規定流量及び規定流量を±10%変化させて行い、目盛値と実流量との誤差が±3%を超える場合には、清掃し取り外して校正を行うか校正済みの流量計と交換する。

なお、清掃する場合には、清掃前の流量確認も行う。また、点検時の流量が設定値の±7%以上で変動していた場合は、その原因を追求し適切な処置をする必要がある。

2) 分析部系統

① 吸収瓶の洗浄及び交換頻度

吸収瓶内壁及び測定電極に菌類が付着すると測定誤差の要因になるため定期的に洗浄するか、洗浄済みの吸収瓶と交換する。

洗浄方法としては、次の方法がある。

- ・吸収瓶のサーミスタ及びレベル電極を取り外し、6 mol/L 塩酸を吸収瓶内に満たして数時間放置後、流水で洗浄する。
- ・少量の理化学用洗浄剤と炭酸ナトリウムを溶かして加温した洗浄液で洗浄する。
- ・6 mol/L 塩酸に過酸化水素水（約3%）を加えた洗浄液で洗浄する。

それぞれの洗浄方法により洗浄した後は、温水又は流水で洗浄液を十分洗い落とし、さらに、純水で洗浄後乾燥させる。サーミスタ及びレベル電極の汚れは、ガーゼ等で取り除き水洗する。洗浄液は、酸性又は弱アルカリ性であるので吸収瓶外側のはんだ及びリード線に付着しないように注意する。

② 吸収液量の調整及び確認

吸収液量は、吸収瓶に設定されたレベル電極の位置により規定量を計量している。したがって、レベル電極の汚れ等は、計量誤差による測定精度の低下を引き起こすた

め、定期的にメスシリンダで確認・調整をする。吸収液量の確認方法は、吸収瓶の排出口の接続部を取り外し、250mL 程度のメスシリンダで受け、計量、排液の動作を5回以上繰り返し、その総量から1回分を求める。

なお、排液時には、吸収液が吸収瓶内に残らないように注意する。

③ 液流路配管の交換頻度

送液流路中の菌類の発生を極力少なくするため及び配管の硬化等による液漏れの防止のために、吸収液タンクから分析部入り口間の配管を定期的に交換又は清掃する。交換頻度又は清掃頻度は、年に1～2回が望ましい。

なお、送液流路中にある送液用のポンプ内も定期的に分解清掃する必要がある。

3) 干渉成分

液導電率法自動測定機は、測定原理的にも大気中の干渉成分の影響を受けやすい。つまり、吸収液に溶けて電気伝導率を変化させる物質は、その物質の溶解度及び当量電導度に応じて、正又は負の干渉成分として影響する。主な干渉成分は、表 3-3-4 に示すとおりである。

表 3-3-4 溶液導電率法に対する干渉成分の影響

干渉成分	影響度	影響例 (注)
Cl ₂	大	350～800 180～200
HCl	大	287～508
HF	大	364～420
NH ₃	大	330
NO ₂	小	19～21
NO	無	
H ₂ S	無	
O ₃	無	

① アンモニアの干渉とその除去方法

溶液導電率法自動測定機に対する妨害物質のうち、通常の大気中に存在し、この測定法で無視できない影響を与える可能性のある物質としてはアンモニアが挙げられる。

この干渉は、通常の大気濃度領域では負の妨害を示す。

この妨害を排除するためアンモニアスクラバを用いる。この方法は、表 3-3-5 に示すように、測定対象物質である二酸化硫黄の吸着もなく、温度による測定値への影響もほとんどない結果であり、また、図 3-3-5 に示すアンモニア保持容量試験の結果からも十分な保持容量があることから、アンモニア除去方法としては十分な効果がある。

アンモニアスクラバの性能維持期間は方式により異なり通常3か月から1年程度であるが、周辺アンモニア濃度に応じて維持管理する必要がある。

なお、イオン交換膜アンモニアスクラバを未処理で測定機に取り付けると、

(注) 干渉成分 1 ppm 当たりの影響 (SO₂換算値) [ppb/ppm] JIS B 7952 解説

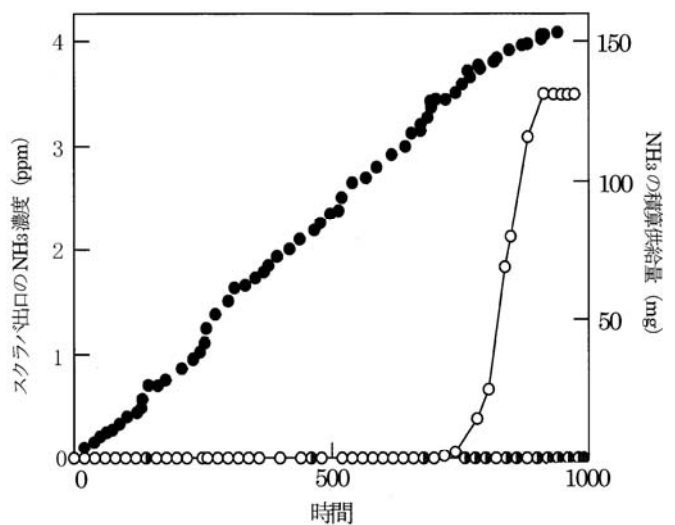


図 3-3-5 スクラバのアンモニア保持容量

取り付け後、数時間指示値が高めになることがある。

このため、取り付け前に、取扱説明書に準じた前処理等を行う必要がある。

アンモニア除去方法であるシュウ酸トラップを装着する方法は、シュウ酸トラップ付近の温度上昇及び湿度低下により、シュウ酸の一部が昇華して測定値に正の誤差を生じることが試験で認められているので、シュウ酸トラップの温度等の管理に注意が必要である。また、シュウ酸トラップ出口から吸収瓶入り口までの流路の洗浄及び交換の頻度を多くして誤差を極力小さくする必要がある。

イオン交換膜アンモニアスクラバ又はシュウ酸トラップを取り付ける場合は、スクラバ有無についての測定比較を実施し、測定値の状況を確認しておくことも必要である。

表 3-3-5 アンモニアスクラバによる標準ガス試験

湿度		10%以下		50%付近	
温度		20℃		20℃	
二酸化硫黄		25ppb	50ppb	25ppb	50ppb
アンモニア		50ppb	50ppb	50ppb	50ppb
導入ガス濃度	SO ₂	25.4±0.55	47.6±0.55	25.4±0.55	49.7±0.58
	NH ₃	52.4±3.27	52.0±2.92	50.0±2.12	50.0±1.00
自動測定機 測定値	A	7.2±0.84	31.4±0.55	8.2±0.45	32.0±0.00
	B	26.0±0.00	48.2±0.45	27.0±0.00	51.7±0.58
	C	27.2±0.45	49.2±0.84	27.6±0.55	52.3±1.15

測定機A：通常状態、測定機B：イオン交換膜スクラバ、測定機C：シュウ酸トラップ

② その他の干渉成分

塩素、塩化水素、フッ化水素等は、溶液導電率法への影響は指示値に対して正の誤差を与えるので、測定局の設置に当たっては周辺状況を十分に調査しておく必要がある。

また、二酸化炭素は、水に溶解すると電気伝導率を増加させるので、二酸化炭素の濃度が急激に変動する場合は、指示値にふらつき、乱れ等があらわれることがある。

(7) 点検要領

「3. 1 1 点検要領」に各測定機に共通する保守点検の内容と実施頻度を示す。この実施頻度は最低限の頻度を示したものであり、詳細は、測定局の設置条件及び測定機ごとの指示及び取扱説明書等を参考にして、点検項目、周期等を適切に決める。

主な点検項目について以下に示す。

1) 記録状況の確認

記録計等の指示値について、前回の点検時からの経過を確認する。

① 測定地点、天候、周辺環境及び他の測定項目との相関、過去の測定値の推移等から

指示値の妥当性を確認する。

- ② 異常指示（ノイズ、蛇行、乱点等）の確認を行う。
- ③ 記録計等の動作状況及び記録指示の濃淡の確認を行う。
- ④ 自動ゼロ調整が安定に動作していることを確認する。

2) 試料大気流量の確認及び調整

試料大気流量の変動は、測定値に及ぼす影響が大きいため規定の流量が得られていることを確認し調整する。

- ① 流量計の管壁の汚れ状況を確認する。
- ② 流量計の取り付け状態が垂直であること及びフロートがスムーズに動作していることを確認する。
- ③ 校正済み流量計又は精密膜流量計を測定機の試料大気採取口に接続して実流量を確認する。

3) ダストフィルターの交換

紫外線蛍光法自動測定機に準ずる。

4) 試料大気採取管の取り付け状態及び管内結露の確認

紫外線蛍光法自動測定機に準ずる。

5) 試料大気漏れの確認

試料大気採取口から吸収瓶入り口までの流路について、点検、交換等を行った場合は、必ず測定再開後、試料大気採取口を閉じて吸収瓶内のバブリングが停止することを確認する。

6) 流量安定化装置の動作確認

流量安定化装置が内蔵されている測定機は、規定流量に対して±10%程度強制的に変化させた時に、流量制御機能が十分に作動することを確認する。

7) 吸収瓶内の洗浄

試料大気中の粉じんは、ダストフィルターにより除去されているとはいえ、菌類の発生をはじめとする吸収瓶内の汚れは防ぎきれない。このため、測定誤差を少なくするため、測定電極、サーミスタ及び吸収瓶内上部を定期的に水洗する。

8) ゼロ・スパン等の係数の確認

マイコン制御型の測定機は、ゼロ・スパン等の係数により、測定感度を管理しているので、これらの係数の変動がないかを確認し、係数を記録しておく。

なお、係数の記録を測定局に常備しておく、何らかの原因により係数が異常な値と置き換わった場合に緊急避難的処置が容易になる。

9) テレメータ出力の確認

テレメータ伝送出力の確認・調整は、等価液による目盛校正の実施時に行い、各等価液濃度に応じた伝送出力が出力されていることを電圧計等により、確認、調整をする。

なお、伝送用出力の発生機能のある測定機の場合は、ゼロ、フルスケール 90% 値の電圧を発生させ、調整する。その後中間点 2 点以上の電圧を発生させ、直線性を確認する。

調整に当たっては、適正な感度の電圧計を使用する。

10) 故障対策

紫外線蛍光法自動測定機に準ずる。

3. 4 窒素酸化物自動測定機

環境大気中の二酸化窒素濃度を自動的に連続測定する測定機としては、JIS B 7953 において、化学発光方式及び吸光光度方式に基づくものがあり、環境基準及び緊急時の措置に係る測定法としては、「二酸化窒素に係る環境基準について」(昭和 53 年環境庁告示第 38 号)及び大気汚染防止法施行規則第 18 条において、ザルツマン試薬を用いる吸光光度法又はオゾンを用いる化学発光法を用いることになっている。

3. 4. 1 化学発光法自動測定機

(1) 測定原理

試料大気にオゾンを反応させると、一酸化窒素から励起状態の二酸化窒素が生じ、これが基底状態に戻る時に光を発する(化学発光)。

発光は、物質が励起された状態から基底状態に戻る場合に光を出すという多くの物質が持つ特性をいい、化学反応の結果として発光が起こる現象を化学発光という。この化学発光の強度を測定することにより、試料大気中の一酸化窒素濃度を測定することができる。

化学発光方式窒素酸化物測定機は、試料大気をコンバーターと呼ばれる変換器に通じて二酸化窒素を一酸化窒素に変換した上で化学発光の強度を測定すると、試料大気中の窒素酸化物(一酸化窒素及び二酸化窒素)の濃度が測定できる。またこれらの測定値の差を求めることによって試料大気中の二酸化窒素濃度を測定することができる。

化学発光は、次式のとおりである。



- NO_2^* : NO_2 励起状態の濃度
- NO : NO 濃度
- O_3 : O_3 濃度
- k_1 、 k_2 、 k_3 : 反応速度定数
- M : 共存成分濃度(含空気)

すなわち、一酸化窒素とオゾンが反応すると二酸化窒素(NO_2)が生成する(式(1))が、その一部が一定の割合で励起状態の NO_2^* となる。この NO_2^* が基底状態に戻る時、式(2)で励起エネルギーを光エネルギーとして放出するのでこの強度を測定する。

この化学発光強度が一酸化窒素濃度と比例関係にあることを利用して、試料大気に含まれる一酸化窒素を測定する。

一酸化窒素とオゾンの反応の化学発光スペクトルは図 3-4-1 に示すとおりで、600～3,000 nm の波長帯域にあり、極大波長は 1,200 nm 付近であるが、他の化学発光の影響を除くために、光電測光部に光学フィルターを使用する。

他の化学発光の干渉影響については、光学フィルター未装着の窒素酸化物測定機において硫化水素、メチルメルカプタン、硫化メチルが影響を与える可能性が確認されている（環境大気測定機の信頼性評価検討会：「環境大気測定機の信頼性の評価について」平成 18 年 3 月）。

光電測光部には、光電子増倍管（PMT）が使用されるが、光電面特性により検出に利用できる波長範囲が 600～900 nm と狭いため（図 3-4-1 の斜線部分）、長波長側に感度の高い光電素子（例えば、シリコンフォトダイオード；図 3-4-1 の点線部分）を用いている機種もある。

また、式(3)に示すとおりに他の物質の化学発光と同様に、共存成分 M と励起分子が衝突して励起エネルギーを失うクエンチング（消光）を起こすこともある。一般に、クエンチングを起こすガスとしては、二酸化炭素及び水分が知られているが、大気中の二酸化炭素濃度程度では測定への影響は無視できる。水分については、除湿器や調湿器を付加することによりその影響を除去する。窒素酸化物の中で、オゾンとの化学発光によって測定できる物質は一酸化窒素のみである。したがって、二酸化窒素は、 $\text{NO}_2 \rightarrow \text{NO}$ コンバーターによって窒素酸化物を全て一酸化窒素として測定し、別途測定した一酸化窒素の量を差し引くことにより求める。

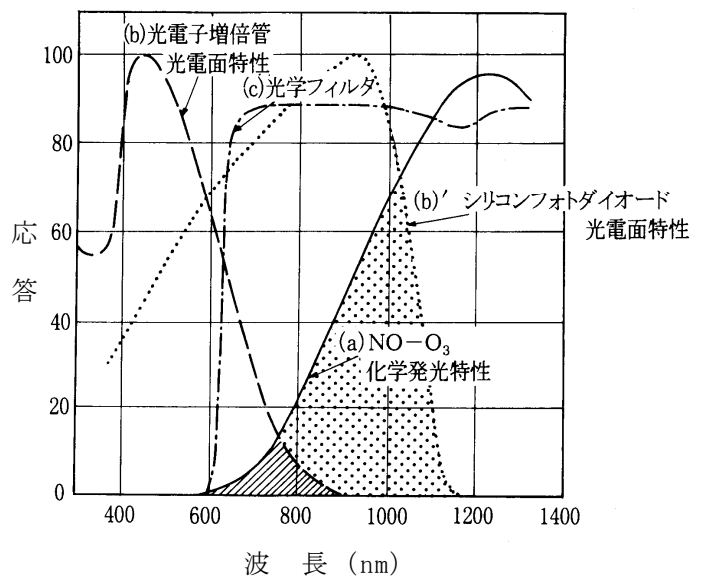


図 3-4-1 一酸化窒素－オゾン反応の化学発光スペクトル及び検出器関係の特性例

(2) 測定機の仕様

試料大気中の窒素酸化物濃度を精度よく測定するためには、表 3-4-1 に示す基本仕様を満たしている測定機を選択する必要がある（平成 8 年に環境省から基本仕様を示された）。

なお、基本仕様に示した項目以外に自動校正機能、校正用ガス調製装置、記録計等のデータ記録装置、テレメータとのデータ交信機能等の付加機能がある。また、自動校正の際の測定機の指示値やスパン係数等をテレメータで送信できるものもある。

表 3-4-1 化学発光法自動測定機の基本仕様

項 目	基 本 仕 様
1. 測定レンジ	瞬時値 0~0.01ppm から 0~10.00ppm
	1時間平均値 0~0.01ppm から 0~10.00ppm
上記測定範囲内で適切なレンジを選択	
2. 繰返し性（再現性）	最大目盛値の±2%
3. ゼロドリフト	±2ppb/日 かつ ±4ppb/週
4. スパンドリフト	最大目盛値の±2%/日 かつ ±4%/週
5. 直線性（指示誤差）	最大目盛値の±4%
6. 電源電圧変動に対する指示値の安定性	定格電圧±10%の変動に対して指示値の変動が最大目盛値の±1%
7. 周囲温度変化に対する指示値の安定性	15項の温度範囲内に於いて5℃の変化に対して3及び4のドリフトの項を満足すること
8. コンバーター効率	95%以上
9. 応答時間	3分間以下（装置入り口から最終指示値の90%値までの時間）
10. 最小検出感度	1ppb以下（ノイズの標準偏差の2倍）
11. 表示桁数	ppmで表示したときに少数点以下3桁以上（1ppb以下）
12. 干渉影響	水分（25℃、相対湿度80%）の存在下でもスパンへの影響がNO値の4%以下であること、NH ₃ 1ppmの存在下でも指示値への影響が4ppb以下であること
13. 伝送出力	0~1V DC 又は 4~20mA（瞬時値及び1時間平均値）
14. 暖機時間	3時間以下
15. 許容周囲温度	0~40℃
16. 所要電源	AC100V±10% 50又は60Hz
17. 耐電圧	定格周波数の交流1000Vを1分間加えて異常がないこと
18. 絶縁抵抗	5MΩ以上

（3）測定系統図

基本的な測定方式は、次の3種類がある。

1）流路切換方式

試料大気を一酸化窒素コンバーターを経由する流路及びコンバーターを経由しない流路に弁で切り換え、交互に1つの反応槽に導入して、発光光量を1つの検出器で測定する方式である。

2）光路切換方式

試料大気を一酸化窒素コンバーターを経由する流路及びコンバーターを経由しない流路を通じてそれぞれ独立した2つの反応槽に導入して、それぞれの発光光量をチョッパによって交互に1つの検出器で測定する方式である。

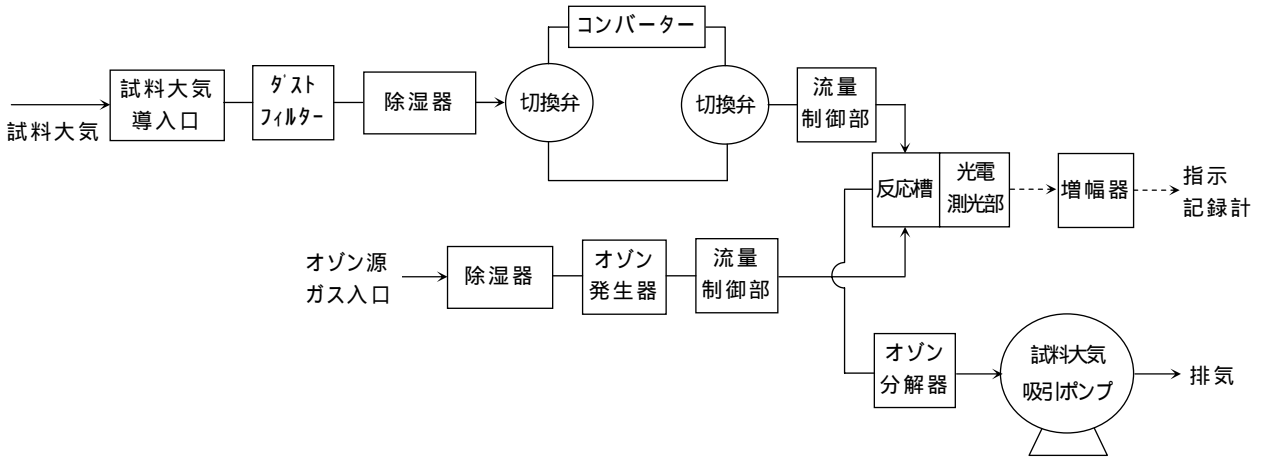
3）2流路2光路方式

試料大気を一酸化窒素コンバーターを経由する流路及びコンバーターを経由しない流路を通じてそれぞれ独立した2つの反応槽に導入して、それぞれの発光光量を独立した2つの検出器で測定する方式である。

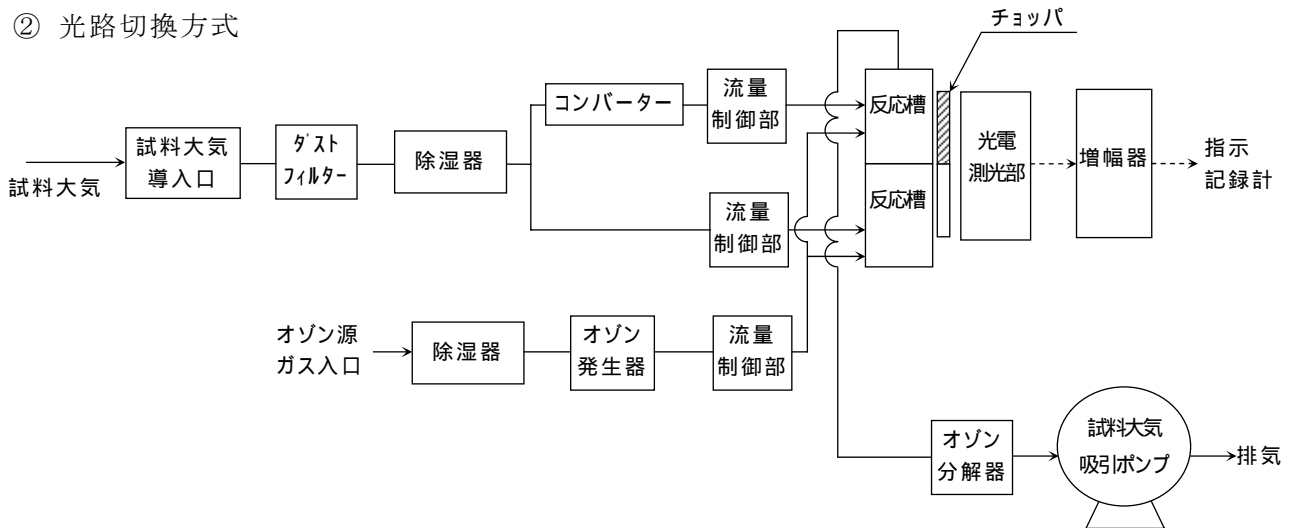
3方式ともに、一酸化窒素濃度と窒素酸化物濃度を測定し、その差を演算処理して二酸化窒素濃度を求める。

測定系統図例を図3-4-2に示す。

① 流路切換方式



② 光路切換方式



③ 二流路二光路方式

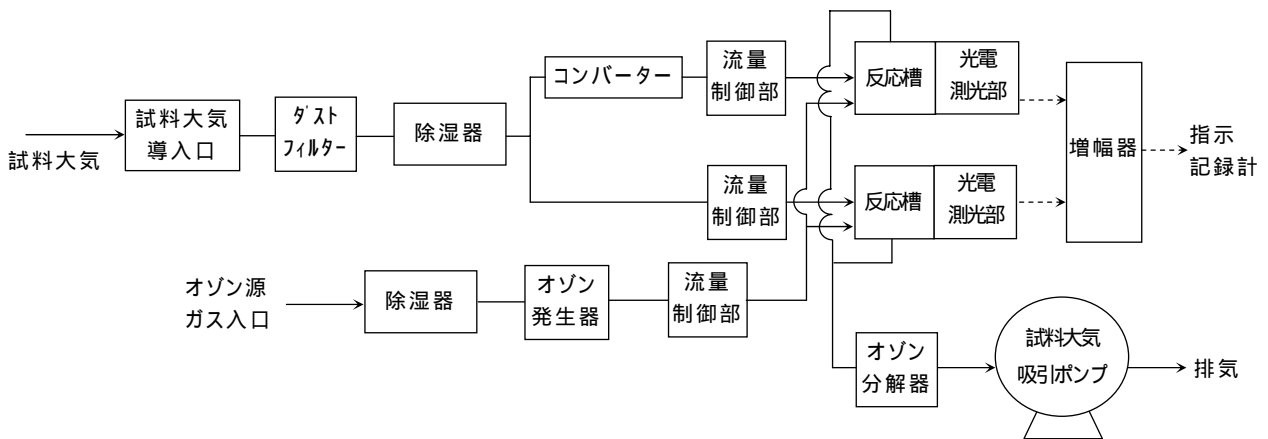


図3-4-2 化学発光法自動測定機の測定系統図例

(4) 測定機の構成

化学発光法二酸化窒素自動測定機の基本的な構成は、次のとおりである。

1) コンバーター

二酸化窒素を一酸化窒素に還元するコンバーターは、種々提案されているが、使用温度は異なっている。使用温度が 300℃付近では精製グラファイトカーボンを用いている。また、100℃程度ではタングステンカーバイドがある。更に、常温付近で還元できる硫酸第一鉄 ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) の結晶も使用されている。

なお、現在の測定機では、金属カーバイド、グラファイトカーボン等の炭素系のコンバーターがよく用いられる。これらは、試料大気中の水分影響及び測定のための反応によって、コンバーター自体が酸化されることで消耗するため、一定の寿命があり長期間使用可能なコンバーターの検討が必要である。また、高温で使用するステンレス鋼では、試料大気中のアンモニアが酸化され一酸化窒素になり測定干渉が起きることも分かっている。

コンバーターは、その還元効率の高さ、安定性及び寿命が重要である。測定機の日盛校正は一酸化窒素で行うので、コンバーターの還元効率が低いと二酸化窒素の測定精度が低下する。このため、95%以上にすることが JIS に規定されている。

2) 反応槽

従来は感度向上のために、真空ポンプを用いて反応槽を約 10kPa 以下の減圧にする測定機が多かったが、現在では、やや減圧する方法及び常圧の反応槽が主に用いられている。

このため、真空ポンプの分解清掃及びオイルの交換が不要であり、維持管理は簡素化されている。反応槽の減圧度は水分影響によるクエンチングや感度に影響を与えるので注意が必要である。

3) オゾン発生器

化学発光に用いるオゾンは、周辺大気を浄化、乾燥した空気を原料とし、無声放電又は紫外線照射方式の内蔵オゾン発生器により発生させる。反応後も過剰のオゾンが流路内に残留するため、オゾン処理器により処理した後、排気する。

4) 光電測光部

化学発光強度の測定には、光電子増倍管、光電素子等の光検出器が用いられている。光検出器は暗電流やノイズの低減のために冷却して用いる場合が多い。光電子増倍管は高圧電源を組み合わせて使用する。光学フィルターには 600 nm 以上の光を選択的に透過する色ガラスフィルター等を用いる。

5) 測定値出力

測定値は瞬時濃度として出力される。また、測定機は、演算機能を備えており、1時間の連続測定の結果から1時間平均濃度が計算されて出力されるようになっている。

6) その他

水分は、クエンチングにより測定値を減少させる側に干渉するが、その影響度は反応槽内の圧力、流量により異なる。水分の影響については、透過膜式除湿器を装着又は湿度を調節してその影響を除く工夫がなされている。

(5) 目盛校正

目盛校正は、一酸化窒素標準ガスによる動的校正により行う。化学発光法では、窒素酸化物測定系及び一酸化窒素測定系の両測定系を一酸化窒素標準ガスで同一感度に校正する。また、窒素と酸素の密度の違いによる流量変化を考慮し、空気ベースの標準ガスを用いる。

二酸化窒素標準ガスによって窒素酸化物測定系の校正はしない。これはコンバーター効率が100%より低い場合に、一酸化窒素に対する感度が一酸化窒素標準ガスにより校正する一酸化窒素測定系より高くなり、窒素酸化物測定値と一酸化窒素測定値の差として算出される二酸化窒素測定値に誤差を生じることになるためである。

1) ゼロガス

ゼロガスは、高圧容器詰め環境用零位調整標準ガス（合成空気）又はゼロガス調製装置等により調製した精製空気を用いる。環境用零位調整標準ガスの品質としては、窒素酸化物含有は5ppb以下と規定されているので、低濃度域測定においてはその純度の確認を行うか又は精製器を付加して測定値への影響を避けることが望ましい。

2) スパンガス

高圧容器詰め低濃度一酸化窒素標準ガス（空気ベース）は、一酸化窒素が高圧容器内で二酸化窒素に酸化されるおそれがあるため作成できない。このため、スパンガスは、計量法のトレーサビリティ精度に基づく高圧容器詰め高濃度標準ガス（窒素ベース）を校正用ガス調製装置を用いて、ゼロガスにて1/100～1/1000に希釈し調製する。測定機の日盛校正は、実際の測定濃度レンジに相当するスパンガスによる。

ゼロ、スパン校正を一定周期で自動的に行える機種もあり、目盛校正頻度は、周辺環境条件により任意に設定し行うことができる。

3) 目盛校正方法

ゼロガス、スパンガスによる目盛校正は、次の手順により行う。

なお、低濃度測定においては、ゼロ校正は少なくとも1週間ごとに行う必要があるのが望ましい。スパン校正は2週間～1か月に一度の頻度で行うことが望ましい。

① ゼロ校正

ゼロガスを導入して記録計等でゼロ値が十分安定したことを確認した後、ゼロ校正を行う。

② スパン校正

最大目盛値の90%付近濃度のスパンガスを導入し、記録計等で指示値が十分安定したことを確認した後、スパン校正を行う。

③ 校正値の確認

前回校正を行った時と比較し、目安としてゼロ値で±4ppb、スパンで±4%を超える偏差が認められるかどうかを確認する。目安を超える偏差が確認された場合には、各部の清掃又は交換、漏れ試験及び試料大気流量の確認等の整備を行う。また、前回校正を行った時以降の測定値の棄却等の判断は、第6章に基づいて検討する。

4) 繰返し性の確認

整備終了後、ゼロガス及びスパンガスを約10分間交互に3回程度導入して繰返し性を確認し、必要ならば再度目盛校正を行う。

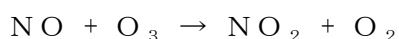
5) 直線性の確認

測定機の見盛校正は通常ゼロ、スパンで行うが、その間の目盛について直線性の確認を行う必要がある。定期点検時等にゼロ、スパン校正後、その中間の濃度の例えば最大目盛値の 25%、50%、75% 付近の標準ガスを導入し、それぞれの濃度における指示値と設定濃度からの偏差を求め、最大目盛値の±4%以内であることを確認する。

6) コンバーター効率の確認

コンバーター効率の試験は、JIS B 7953:2005 の附属書 1「コンバーター効率試験方法」の気相滴定 (GPT) 法により行い、その効率が 95%以上となっていることを確認する。この方法は、高濃度の一酸化窒素標準ガスを用い、測定濃度範囲の 80% 付近に相当する濃度の一酸化窒素及びこれをオゾンで酸化して得られた二酸化窒素を用いて、測定機の窒素酸化物測定系、一酸化窒素測定系のそれぞれで測定値を求め、コンバーター効率を算出するものである。

気相滴定法は、次の反応を用いる方法であり、前述の図 3-2-6 に示したスパンガス調製装置を用いて試験する。



効率確認の手順は、次のとおりである。

ゼロガス、一酸化窒素スパンガスを測定機に導入し、窒素酸化物、一酸化窒素各測定系のゼロ、スパン調整を行った後、GPT 法によるスパンガス調製装置を用いて以下の操作を行う。

- ① オゾン発生器の動作を止め、流量制御器を調整して試験対象測定機のレンジの 80～100% に相当する濃度の一酸化窒素ガスを導入する。このときの試験対象測定機の窒素酸化物 (NO_x) 指示値を R1、一酸化窒素 (NO) 指示値を P1 とする。
- ② オゾン発生器を動作させて生成するオゾンで一酸化窒素を酸化する。このとき、試験対象測定機の一酸化窒素 (NO) 指示値がレンジの約 10% を示すようにオゾン発生器を調整する。このときの試験対象測定機の窒素酸化物 (NO_x) 指示値を R2、一酸化窒素 (NO) 指示値を P2 とする。
- ③ 未反応のオゾンの残留及び希釈ガス中の酸素による酸化反応を防ぐため、反応器内におけるオゾン酸化反応時の窒素酸化物 (NO_x) 濃度及び反応時間が次の条件となるように、流量及び反応器内容積を設定する。

$$30 \text{ (volppm} \cdot \text{min)} \geq C_{\text{NOX}} \times T_r \geq 4 \text{ volppm} \cdot \text{min}$$

C_{NOX} : オゾン酸化反応時の窒素酸化物 (NO_x) 濃度 (volppm)

T_r : 反応時間 (min)

- ④ コンバーター効率の算出試験操作で得られた指示値 R1、P1 及び R2、P2 を用い、次式によってコンバーター効率を算出する。

$$\text{コンバーター効率 (\%)} = \frac{(R2 - P2) - (R1 - P1)}{P1 - P2} \times 100$$

(6) 測定上の注意事項

1) 試料大気採取系

- ① 試料大気採取管の材質・長さ
紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。
- ② 試料大気採取管の交換頻度
紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。
- ③ ダストフィルターの材質・交換頻度
紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。
- ④ 試料大気採取流量の制御

化学発光法自動測定機においては、反応槽内の圧力を一定に保つように流量制御が行われており、設定流量が保持される。圧力流量変動は感度に影響するが、動的校正の際と同じ条件で測定を行う限りは問題はない。流量安定化のため流路に毛細管等が挿入されているが、大気中のタール等が毛細管内に付着することにより流量が低下することがある。このような現象がしばしば発生する周辺状況であれば、毛細管の洗浄周期の変更、スクラバの付加等の対策を実施する必要がある。

なお、動的校正時の流量と著しく異なる場合は測定値へ影響するので、定期的に設定流量が保たれているかどうか確認する。

2) コンバーター効率の補正

通常の設定では補正は不要である。ただし、コンバーター効率が95%以上を維持していることを確認することが望ましい。

なお、コンバーターの交換については(7)点検要領の「6) コンバーターの交換」を参照。

3) 周囲温度変化の影響

化学発光法自動測定機は、一般的に0~40℃の周囲温度の使用条件であり、吸光光度法自動測定機と比較すると周囲温度変化の影響は小さい。ただし、急激な温度変化(1日間変動10℃以上)や高温・低温での連続使用(35℃以上、5℃以下)は避けることが望ましい。

4) 干渉成分

二酸化窒素測定上の干渉成分としては、一酸化窒素、二酸化窒素以外の窒素化合物がある。二酸化窒素を測定するために、 $\text{NO}_2 \rightarrow \text{NO}$ コンバーターを用いるので、光化学反応によってその他の窒素含有化合物が一酸化窒素に還元される。

また、コンバーターの使用温度、触媒によっては、アンモニアが酸化され窒素酸化物となる。コンバーターは種類によっては寿命があるため定期的に交換する。

化学発光法のその他の干渉成分として水分、二酸化炭素がある。

水分は、一酸化窒素とオゾンの反応による化学発光にクエンチングを起こす成分であり、測定値に負の干渉をする。クエンチングによる影響度は、反応室内の圧力、流量により変わるが、目盛校正用ガス中の水分と測定時の水分条件とに著しい差がある場合には、測定値に影響することになる。このため、測定機には試料大気中の水分を一定にするための半透膜除湿器又は調湿器等が装着され、水分の影響率として25℃、相対湿度80%の水分の存在下で生じた見かけ上の一酸化窒素濃度の低下量が、4%以下となるように定められて

いるが、こうした機能が維持されるよう調湿器等の交換又は確認をする必要がある。

なお、水分影響試験のために導入ガスを加湿する場合には、ガスの体積流量が水蒸気分圧だけ増加し、一酸化窒素の濃度が低くなるので、この分圧を補正する必要がある。

水分と同様に二酸化炭素もクエンチングを起こす。通常の大気濃度では二酸化炭素の干渉は無視できる。

(7) 点検要領

測定機を常に最良の状態に維持し、精度の高い測定値を得るためには、適切な保守管理が必要である。使用する測定機の測定原理、構造、特徴はもとより、測定局の周辺環境を調査し、測定条件を十分理解した上で保守管理を実施すれば、性能を長期にわたり最大限に維持できる。

また、不適切な状態を早期に発見し対応することにより、無用な欠測や故障を未然に防止することができる。「3. 1 1 点検要領」に各測定機に共通する保守点検の内容と実施頻度を示す。この実施頻度は最低限の頻度を示したものであり、詳細は、測定局の設置条件、測定機ごとの指示及び取扱説明書等を参考にして、点検項目、周期等を適切に決める。

1) 記録状況の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

2) 試料大気採取流量の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

3) ダストフィルターの交換

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

4) 試料大気採取管の取り付け状態及び管内結露の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

5) 試料大気漏れの確認

測定機の各流路について、点検又は交換等を行った場合は、ガス漏れがないことの確認を行う。ガス漏れの確認には減圧方式と加圧方式がある。具体的な確認方法は機種によって注意点が異なるので、それぞれの指示による。なお、測定後の排気ガス中のオゾンは触媒で分解され排出されるが、その効果が落ちるとオゾンガスが漏れ出て機器出口のポンプが痛んだり、局舎内の機器類が腐食したりする。そのため定期的な触媒の交換のほか、排気管を測定局舎外に出している例もみられる。

6) コンバーターの交換

通常測定ではコンバーター触媒の交換は1年に1回が目安になる。ただし、二酸化窒素が高濃度の地域では、交換周期が短くなるので3～6か月に1回、コンバーターの変換効率を確認することが望ましい。これにより、地域特性を把握し、交換時期の目安を付けておく。またコンバーター温度が設定どおりか変換効率と併せて確認する。

7) テレメータ出力の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

8) 故障対策

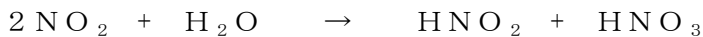
紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

3.4.2 吸光光度法自動測定機

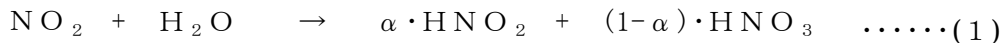
(1) 測定原理

大気中窒素酸化物自動測定機には、ザルツマン試薬を吸収液とする吸光光度法が用いられている。

このザルツマン法は、N-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩、スルファニル酸及び酢酸の水溶液を吸収液としている。二酸化窒素は、水に吸収されると次式に示すとおり原理的に亜硝酸及び硝酸を等モル生成する。



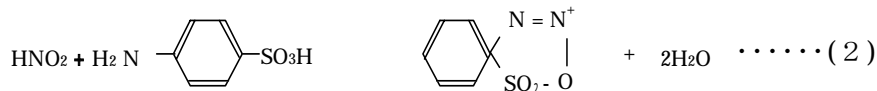
亜硝酸の生成率は吸収液の組成、二酸化窒素濃度、吸収条件等に依存し、一般的には係数を含む次式で表す。



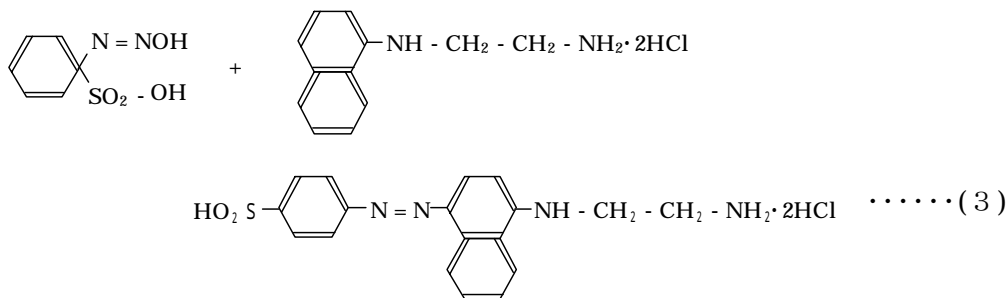
式中の α はザルツマン係数と呼ばれ、二酸化窒素が吸収液（ザルツマン試薬）に吸収され、反応して生成する亜硝酸イオン（ NO_2^- ）の量と初めの二酸化窒素（ NO_2 ）との生成比率（ $\text{NO}_2^-/\text{NO}_2$ ）である。

なお、我が国では、ザルツマン係数として0.84が使用されている。

ここで生成する亜硝酸は、スルファニル酸とジアゾ反応し、ジアゾ化スルファニル酸塩として吸収される。



このジアゾニウム塩は、発色剤であるN-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩とカップリング反応しアゾ染料を生成し、赤紫色に発色する。



そこでこの発色の545nmにおける吸光度を測定し、二酸化窒素濃度を求める方法である。一酸化窒素は、ザルツマン試薬とは反応しないので、硫酸酸性過マンガン酸カリウム液を満たした酸化器に通じて二酸化窒素に酸化した後と同様に測定する。

我が国では、一酸化窒素の二酸化窒素への酸化率として、70%が用いられている。

(2) 測定機の仕様

JIS B 7953 は、吸光光度法自動測定機についての性能を規定しており、これを満たしている測定機を選択する必要がある。

表 3-4-2 に吸光光度法自動測定機の基本仕様を示す。

表 3-4-2 吸光光度法自動測定機の基本仕様

項目	基本仕様
1. 測定レンジ	0~0.1ppm から 0~2.0ppm
上記測定範囲内で適切なレンジを選択	
2. 繰返し性（再現性）	最大目盛値の±2%
3. ゼロドリフト	最大目盛値の±2%/日
4. スパンドリフト	最大目盛値の±2%/日
5. 直線性（指示誤差）	最大目盛値の±4%
6. 電源電圧変動に対する指示値の安定性	定格電圧±10%の変動に対して指示値の変動が最大目盛値の±1%
7. 周囲温度変化に対する安定性	5℃の変化に対して3及び4のドリフトの項を満足すること
8. 二酸化窒素捕集率	97%以上
9. 一酸化窒素捕集率	(70±10) %
10. 試料大気流量の経時安定性	10日間に3回以上の試験で設定流量の±7%以下
11. 吸収液量の安定性	設定値の±4%
12. 電源電圧変動に対する試料大気流量の安定性	定格電圧±10%の変動に対して試料大気流量の変動が設定流量の±4%
13. 耐電圧	定格周波数の交流 1000V を 1 分間加えて異常がないこと
14. 絶縁抵抗	5MΩ 以上

(3) 測定系統図

測定系統図例を図 3-4-3 に示す。

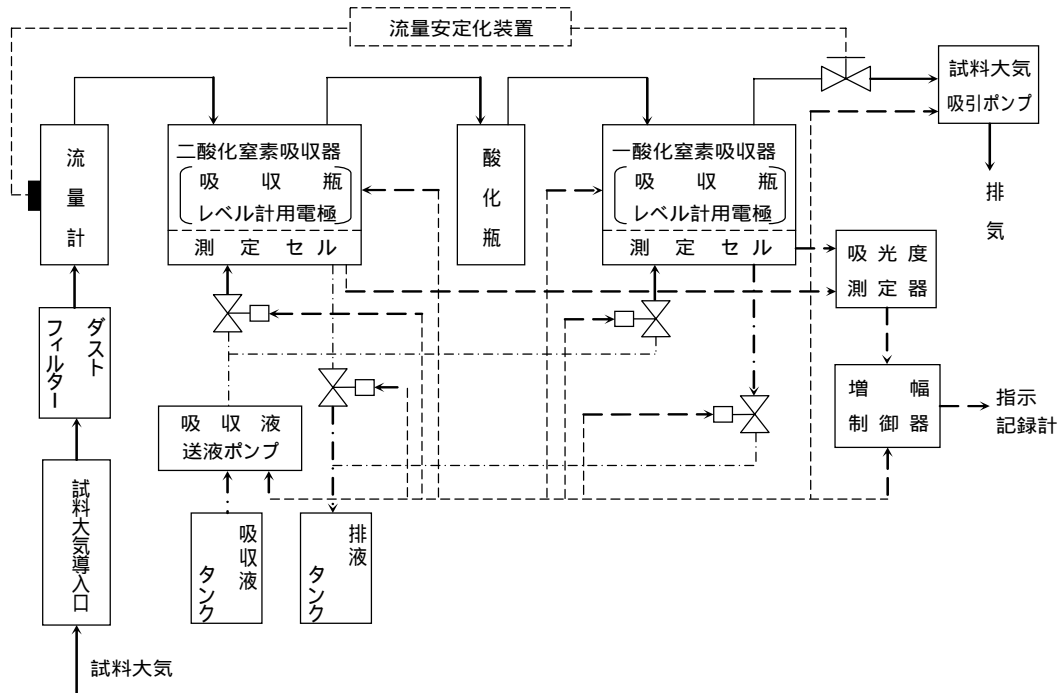


図 3-4-3 吸光度法自動測定機の測定系統図例

(4) 吸収液

1) 使用する水

溶液導電率法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

2) 使用する試薬

試薬は、すべて JIS 試薬又は同等の試薬を用いる。

3) 吸収液調製方法及び注意事項

吸収液 20L を調製する場合は、純水約 19L をとり、これにスルファニル酸 100g を加えて十分に溶かし、氷酢酸 1L を加え、よく混合した後、N-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩 1g を加えてよく混合する。

スルファニル酸は、溶けにくいので加温して攪はん器を用いてよく溶かす。

4) 吸収液調製後の確認方法

吸収液の簡易確認法は、吸収液を少量採取し、亜硝酸ナトリウム溶液を数滴加えた時、吸収液が赤紫色になることを確認する。

スルファニル酸のみの溶液は、pH 計により濃度を確認する (pH2.3~2.4)。

スルファニル酸と氷酢酸の溶液は、pH 計により濃度を確認する (pH2.1~2.2)。

5) 酸化液調製方法

酸化液は、過マンガン酸カリウム 25g を約 450mL の純水に溶かし、硫酸 (5w/v%) 500mL を加え、更に純水を加えて全量を 1L にする。

酸化液に使用する純水中に、容器から溶出したアミン等の有機物がある場合は、酸化液交換後数時間の間、指示値が高くなることがあるので、調製後簡易ゼロガスを通気 (大気→ポンプ→活性炭→フィルター→酸化液) することにより一昼夜エージングをすることが望ましい。

(5) 目盛校正

1) 目盛校正用等価液の調製方法

等価液の調製は JIS B 7953 による。等価液の調製は使用時に行い、調整時には分析部内部及び吸収びん内部の温度を一致させるため、一定時間放置する。

① 亜硝酸ナトリウム原液

105～110℃で2～3時間乾燥した亜硝酸ナトリウムW gを計りとり、純水に溶かして1 Lとして亜硝酸ナトリウム原液とする。亜硝酸ナトリウム計り取り量は、次の式のとおりとする。

$$W = 2.87 \times \alpha \times \frac{100}{m} \times \frac{f \times t}{v}$$

W: 亜硝酸ナトリウム計り取り量 (g)

m: 亜硝酸ナトリウムの含量 (%)

f: 試料大気流量 (L/min)

t: 試料大気採取時間 (min)

v: 吸収液採取量 (mL)

α : ザルツマン係数 (0.84)

上式は、T℃における大気中の二酸化窒素濃度が、C ppm の等価液と等しい亜硝酸イオン濃度である水溶液を L mL 作成する場合に必要な亜硝酸ナトリウムの必要量 (W g) は次式から誘導される。次式で、試料大気の温度を 20℃、二酸化窒素濃度を 1000ppm、亜硝酸ナトリウムの分子量を 69.0、調製する溶液の量を 1000mL としたのが前式である。

$$W = \frac{(C \times 10^{-6}) \times t \times f}{(22.4 \times (273+T))/273} \times \alpha \times \frac{100}{m} \times \frac{L}{v} \times MW$$

T : 試料大気の温度 (℃)

L : 調製する溶液の量 (mL)

MW : 亜硝酸ナトリウムの分子量

② 亜硝酸ナトリウム溶液

亜硝酸ナトリウム原液 10mL を計り取り、純水を加えて 1 L とする。この亜硝酸ナトリウム溶液の所定量を吸収液で 1 L に希釈して等価液を調製する。対象とする二酸化窒素濃度目盛について、この 1 mL は、20℃、101.3kPa における大気中の二酸化窒素濃度 0.01 ppm に相当する等価液である。

③ 目盛校正等価液

亜硝酸ナトリウム溶液 V mL を採取し、これを吸収液で 1 L に希釈し、常温で 15 分

間放置し、二酸化窒素濃度目盛校正用等価液とする。

なお、一酸化窒素濃度目盛校正用等価液は、二酸化窒素目盛校正用等価液の濃度を酸化率で補正して使用する。亜硝酸ナトリウム溶液の採取量と濃度の関係は、次の式によって表される。

$$C_{NO_2} = 0.01 \times V$$

$$C_{NO} = 0.01 \times \frac{100}{O_x} \times V$$

- C_{NO_2} : 等価液の二酸化窒素濃度 (ppm)
 C_{NO} : 等価液の一酸化窒素濃度 (ppm)
 V : 亜硝酸ナトリウム溶液の採取量 (mL)
 O_x : 酸化率 (70%)

④ ゼロ調整用等価液

ゼロ調整用等価液は、吸収液をそのまま用いる。

⑤ スパン調整用等価液

校正する測定レンジの最大目盛値の90%付近濃度を調製する。

亜硝酸ナトリウム溶液の採取量は、それぞれの式により求める。これを吸収液で全量1Lにする。

⑥ 中間点用等価液

校正する測定レンジの最大目盛値の50%付近濃度を調製する。

亜硝酸ナトリウム溶液の採取量は、それぞれの式により求める。これを吸収液で全量1Lにする。

2) 目盛校正用等価液の調製後の確認方法

ゼロ調整用等価液、スパン調整用等価液及び中間点用等価液は、調製後、吸光光度計により吸光度を測定し記録する。

吸収液の温度が常温(15~25℃付近)以下の状態で各等価液を調製した場合は、呈色するまで時間がかかるので、放置時間を十分とった後、吸光度を測定する必要がある。

3) 目盛校正方法

溶液導電率法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

4) 校正用ガスによる目盛校正方法

① 測定機の分析部等の点検

- a ガス吸収部の洗浄又は洗浄済みガス吸収部と交換する。
- b 測定セル部の洗浄又は洗浄済みのもものと交換する。
- c バブラの洗浄又は洗浄済みバブラと交換する。
- d NO₂バブラ入り口までの配管の清掃又は新品の配管と交換する。
- e NO₂ガス吸収部出口から NO バブラ入り口までの配管の清掃又は新品の配管と交換する。

② 測定機の調整

溶液導電率法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

③ 校正用ガスの調製

校正用ガスは、「3. 2. 4 (3) スパンガス調製装置」を用いた方法により調製する。

一酸化窒素標準ガスの発生方法としては、その発生方法のうち流量比混合法が有効である。

二酸化窒素標準ガスの発生方法としては、流量比混合法と化学反応法を組み合わせた方法が有効である。

a 原料ガスは、計量法のトレーサビリティ制度に基づく1級標準ガスを用いる。

b 希釈（ゼロ）ガスは、ゼロガス調製装置による精製空気又は高圧容器詰め環境用零位調整標準ガス（合成空気）を用いる。

c 圧力調整器は、原料ガスの吸着又は化学反応が発生しにくいステンレス製を用いる。

d 原料ガス・希釈ガスとスパンガス調製装置の配管及びスパンガス調製装置と測定機の配管は、できるだけ短くして、その材質は吸着・反応しにくい四フッ化エチレン樹脂製等を用いる。

e スパンガス調製装置にそれぞれのガスを導入し、装置内をパージする。

f 配管終了後、漏れのないことを確認し、最大使用濃度の2倍程度の標準ガスを発生させ、装置と配管内を十分エージングする。

g 二酸化窒素ガスは、スパンガス調製装置で得られた一酸化窒素標準ガスを化学反応法を用いて、一酸化窒素標準ガスの全部又は一部を化学反応させて得られる二酸化窒素標準ガスを用いる。二酸化窒素の低濃度ガスを発生させる方法として拡散管法（パーメイションチューブ法）もある。この方法は、長時間安定に発生させる場合に便利である。

④ 目盛確認

a ゼロガス（希釈ガス）を測定機に導入し、指示値を読み取る。

b スパンガス調製装置により測定レンジの最大目盛値の90%付近の濃度を発生させ、測定機に導入する。1時間値の指示値が十分安定した後指示値を読み取る。

c 次に、スパンガス調製装置により測定レンジの最大目盛値の50%付近の濃度を発生させ、測定機に導入する。1時間値の指示値が十分安定した後、指示値を読み取り、直線性を確認する。

d 二酸化窒素標準ガス濃度に対して±8%以内の指示値であることを確認する。

e 一酸化窒素標準ガス濃度に対して90%以上の指示値であることを確認する。

(6) 測定上の注意事項

1) 試料大気採取系統

① 試料大気採取管の材質・長さ

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

② 試料大気採取管の交換頻度

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

③ ダストフィルターの材質・交換頻度

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

④ 内部流路配管の交換頻度

管の硬化等による液漏れの防止のために、吸収液タンクから分析部入り口間の配管を定期的に交換又は清掃する。交換頻度又は清掃頻度は、年に1～2回が望ましい。なお、送液流路中にある送液用のポンプ内も定期的に分解清掃する必要がある。

⑤ 流量計の清掃及び目盛確認

吸光光度法二酸化窒素自動測定機は他の測定機に比べ採取ガス流路が長く流量が不安定になる要因が多いため注意が必要である。

流量計の目盛誤差は、測定値に及ぼす影響が大きいため、定期的に点検・確認する。流量計の目盛確認は、校正済みの流量計を測定機の入り口に垂直に接続し、規定流量及び規定流量を±10%変化させて行い、目盛値と実流量との誤差が±3%を超える場合には、清掃し取り外して校正を行うか校正済みの流量計と交換する。

なお、清掃する場合については、清掃前の流量確認も行う。また、点検時の流量が設定値の±7%以上で変動していた場合は、その原因を追求し適切な処置をする必要がある。

2) 分析部系統

① ガス吸収部、セルの洗浄及び交換頻度

洗浄方法については、少量の医療・理化学用洗剤と炭酸ナトリウムを溶かし加温した洗浄液又は、中性洗剤に浸して洗浄し、洗浄後は十分に水洗し乾燥させる。

なお、セル部（セル窓）については、使用時吸収液になじみやすくするため、乾燥後、純水に浸しておくが良い。

② バブラの洗浄及び交換頻度

バブラの洗浄には、浸漬用アルカリ洗剤を純水で約5倍程度に希釈し加温した洗浄液を用いる。

汚れがひどい場合は、6 mol/L 塩酸に少量の約3%程度の過酸化水素水を加えた洗浄液を用いる。それぞれの洗浄液に約1時間程度浸した後、バブラに注射器等を取り付け、洗浄液を出し入れし洗浄する。使用した洗剤がバブラに残らないよう、十分水洗し、使用時まで純水に浸して保存する。

バブラは、焼結部が汚れ等で目詰まりを起こし、発泡状態が不均一になると、二酸

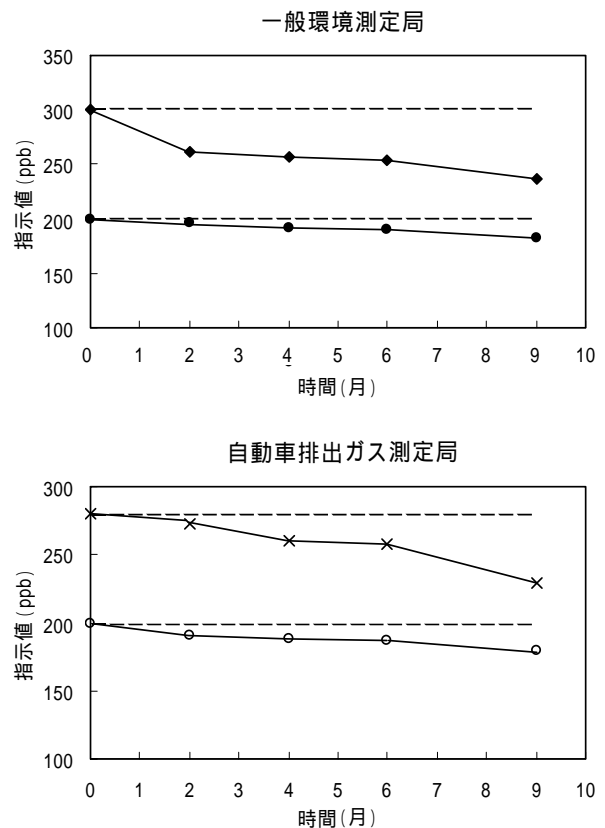


図 3-4-4 二酸化窒素捕集率の経時変化

化窒素の捕集率が低下し、測定精度に影響する。したがって、定期的に洗浄済みのバブラと交換する必要がある。この二酸化窒素の捕集率は、図 3-4-4 に示すとおり 2 か月のバブラ使用で低下が認められるので 1 ～ 2 か月ごとに洗浄済みのバブラと交換することが望ましい。

バブラを洗浄した後、バブラ焼結部の欠損状態を目視するとともに、更に最大気孔径の確認並びに二酸化窒素捕集率の確認をすることが望ましい。

なお、1 本のバブラの使用期間は、目安として延べ 1 年間とし、新しいバブラと交換する。

③ バブラの管理及び確認

バブラの最大気孔径は、吸収率(二酸化窒素捕集率)に大きく影響するので、バブラの管理及び確認は、測定精度の確保のためには大変重要である。最大気孔径が大きくなるに従い二酸化窒素捕集率は低下するため、吸収液への二酸化窒素捕集率を 97%以上確保するには、最大気孔径を計測して概ね 60 μ m 以下であることを確認する必要がある。

洗浄済みバブラ及び新しいバブラは、乾燥状態で保管するより純水に浸しておくが良い。窒素酸化物自動測定機 1 台につき、一酸化窒素側バブラ 1 本と二酸化窒素側バブラ 1 本をセットとしたものを 2 セット準備する。これを交互に使用し、機器別(測定局別)及び一酸化窒素、二酸化窒素測定別に管理する。また、バブラの使用状況を記録し、それぞれの測定機ごとのバブラの使用履歴を把握しておくことも必要である。

④ 酸化液容器の洗浄

酸化液中の過マンガン酸カリウムの分解により、容器内壁及びノズル部に二酸化マンガンの結晶が付着するので、酸化液の交換時に酸化液容器を洗浄する。

洗浄方法は、最近は主にしゅう酸溶液(約 5%)を用いて洗浄するが、しゅう酸は劇物であり、取り扱いに注意する。また、従来の塩酸や塩酸ヒドロキシルアミンを使用する場合は、塩酸や塩酸ヒドロキシルアミンが僅かでも残存すると、その影響で指示値に正の干渉を与えることがあるので不適當である。

⑤ 吸収液量の調整及び確認

溶液導電率法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

⑥ 吸収液の交換

窒素酸化物自動測定機の吸収液の使用方式は、主に循環式が多い。この場合、交換頻度に関係する条件は、大気中の窒素酸化物と反応し得る試薬量の確保と吸収液の透過率の変化である。大気中の窒素酸化物と反応し得る試薬量については、発色試薬である N-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩量は、20ppm の窒素酸化物が 2 か月続いた場合に要する発色試薬量に相当し、高濃度の地域においても必要量の 100 倍を有しているので通常は循環使用に問題がない。吸収液の透過率の変化による課題は、反応による着色で透過率が減少し、吸光度の直線性が悪くなり測定誤差が大きくなることで、吸収液の透過率の減少を確認して交換する必要がある。

なお、吸収液の透過率の減少は、窒素酸化物濃度により差はあるが 2 週間程度の使用では、吸光度の直線性には問題を起こさない程度の透過率の増加である。しかし、吸光度測定 of 精度確保をするため 2 週間に 1 回は交換することが望ましい。

⑦ 排気ガスの処理

窒素酸化物自動測定機の排気ガスには、酢酸の酸性蒸気が含まれているので、そのまま測定局舎内に放出すると測定機及びデータ伝送装置等が腐蝕し、故障の要因になる。

したがって、水などで酢酸を除いたのち測定局舎外へ放出する必要がある。

なお、測定局舎外へ放出する場合は、試料大気採取口に影響を与えないように注意する。水酸化ナトリウムのようなアルカリ物質を使用して酢酸を除去する場合は、大気中の二酸化炭素と反応し、炭酸塩の結晶ができるため、水を入れた容器にバブリングさせる方法が多く用いられる。

⑧ 液流路配管の交換頻度

溶液導電率法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

3) 酸化率

一酸化窒素の二酸化窒素への変換率（酸化率）は、測定機によって 60～76%のばらつきがあるが、この酸化率を 70%として数値換算することとしている。この酸化率のばらつきは、機器更新時に行う測定値の連続性確認において、一酸化窒素測定値の差異を生じさせる可能性があり注意が必要である。

ばらつき及び酸化率低下の原因の1つは、酸化液で酸化された二酸化窒素を含む試料大気が酸化器出口から一酸化窒素バブラまでの間で結露し、流路内で水滴となり、二酸化窒素を吸収するためであり、酸化器から一酸化窒素バブラ間の結露防止及び頻繁な清掃が必要である。

4) 吸収反応効率

吸収反応効率は二酸化窒素の濃度レベル差又は同一機種間においても、係数に若干ばらつきがあることから、測定機購入時又は更新時及びオーバーホール後には、二酸化窒素標準ガスによる指示値の確認も必要である。

(7) 点検要領

「3.11 点検要領」に各測定機に共通する保守点検の内容と実施頻度を示す。この実施頻度は最低限の頻度を示したものであり、詳細は、測定局の設置条件及び測定機ごとの指示、取扱説明書等を参考にして、点検項目、周期等を適切に決める。主な点検事項について次に示す。

1) 記録状況の確認

溶液導電率法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

2) 試料大気流量の確認及び調整

溶液導電率法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

3) ダストフィルターの交換

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

4) 試料大気採取管の取り付け状態及び管内結露の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

5) 試料大気漏れの確認

溶液導電率法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

6) 流量安定化装置の動作確認

溶液導電率法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

7) 吸収瓶内の洗浄

目視で汚れがないことを確認するとともに、純水で吸収瓶内及びセルを洗浄する。また、定期的に洗浄済み吸収瓶と交換する。

8) ゼロ・スパン等の係数の確認

溶液導電率法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

9) テレメータ出力の確認

溶液導電率法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

10) 故障対策

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

3.5 浮遊粒子状物質自動測定機

浮遊粒子状物質は、我が国では「大気中に浮遊する粒子であって、その粒径が10ミクロン以下のものをいう」と定義されている。

環境基準及び緊急時の措置に係る測定法としては、「大気の汚染に係る環境基準について（昭和48年環境庁告示第25号）及び大気汚染防止法施行規則第18条において、光散乱法、圧電天びん法、ベータ線吸収法を用いることになっている。

浮遊粒子状物質の標準測定法としては、質量濃度測定法が採用されており、通常、10 μ mを超える粒子を除去する装置として多段型分粒装置又はサイクロン式分粒装置を装着した口ウボリウムエアサンプラを用いてろ紙上に粒子状物質を捕集し、測定する方法が用いられる。

しかし、この標準測定法では、環境基準が定められている1時間値を計測することができないため、昭和48年環境庁告示第35号によって光散乱法が相対濃度測定法として認められた。

その後昭和56年6月17日付環境庁告示（昭和56年環境庁告示第47号）によってベータ線吸収法及び圧電天びん法が質量濃度測定法として追加された。現在ではベータ線吸収法による機器がほとんどとなっている。

ベータ線吸収法及び圧電天びん法については、その校正方法が「浮遊粒子状物質自動測定機の校正方法等について」（資料5）に定められ、必要に応じて野外における標準測定法との同時測定を行うこととされている。

なお、フィルター捕集-質量法について参考として3.5.5に示す。

3.5.1 ベータ線吸収法自動測定機

(1) 測定原理

ベータ線吸収法は、低いエネルギーのベータ線を物質に照射した場合、その物質の質量に比例してベータ線の吸収量が増加する原理を利用する測定方法である。

測定機では、ろ紙上に捕集した粒子状物質にベータ線を照射し、透過ベータ線強度を計測することにより、浮遊粒子状物質の質量濃度を測定する。

ベータ線源として、プロメチウム147（¹⁴⁷Pm、半減期2.623年、最大エネルギー0.224MeV）又は炭素14（¹⁴C、半減期5730年、最大エネルギー0.156MeV）の3.7MBq（100 μ Ci）以下の線源が用いられている。透過ベータ線強度と捕集された粒子状物質の質量との関係は、次式のとおりである。質量吸収係数 μ_m は粒子の組成によらずほぼ一定であるとみなせるので、 I と I_0 の比から X_m を求めることができる。

$$\ln(I_0/I) = \mu_m \cdot X_m$$

I : ろ紙と捕集粒子状物質をともに通過したベータ線強度

I_0 : ろ紙のみを通過した透過ベータ線強度

μ_m : 質量吸収係数 (cm^2/g)

X_m : 捕集された粒子状物質の単位面積当たりの質量 (g/cm^2)

ベータ線吸収法におけるベータ線の吸収による減衰の程度について、例を図 3-5-1 に示す。

線源と検出器の間におけるベータ線吸収量の約 1 % 程度の変動を測定しているにすぎない。

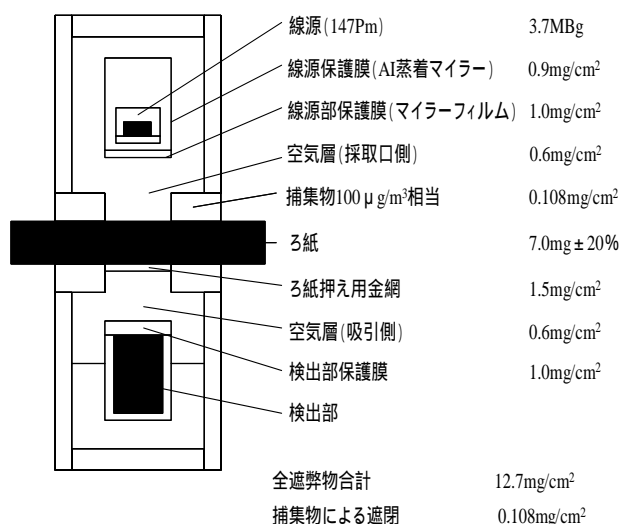


図 3-5-1 ベータ線吸収法におけるベータ線の減衰の程度の例

(2) 測定機の性能

JIS B 7954 は、大気中浮遊粒子状物質自動測定機についての性能を規定しており、これを満たしている測定機を選択する必要がある。

表 3-5-1 に大気中浮遊粒子状物質自動測定機の基本仕様を示す。

表 3-5-1 浮遊粒子状物質自動測定機の基本仕様

項目	基本仕様
1. 測定レンジ	0~1000 μg/m ³ から 0~10000 μg/m ³
上記測定範囲内で適切なレンジを選択	
2. 繰返し性 (再現性)	最大目盛値の ±2%
3. ゼロドリフト	最大目盛値の ±2%/日
4. スバンドリフト	最大目盛値の ±3%/日
5. 直線性 (指示誤差)	最大目盛値の ±5%
6. 校正用空気に対する指示値	質量濃度の ±10%
7. 粒子状物質を含まない空気に対する指示値	平均値が ±10 μg/m ³
8. 電源電圧変動に対する指示値の安定性	定格電圧 ±10% の変動に対して指示値の変動が最大目盛値の ±3%
9. 電源電圧変動に対する試料大気流量の安定性	定格電圧 ±10% の変動に対して試料大気流量の変動が最大目盛値の ±5%
10. 試料大気流量の経時安定性	10 日間に 3 回以上の試験で最大目盛値の ±7% 以下
11. 伝送出力	0~1V DC 又は 4~20mA (瞬時値及び 1 時間平均値)
12. 耐電圧	定格周波数の交流 1000V を 1 分間加えて異常がないこと
14. 絶縁抵抗	5MΩ 以上

(3) 測定系統図

測定系統図例を図 3-5-2 に示す。

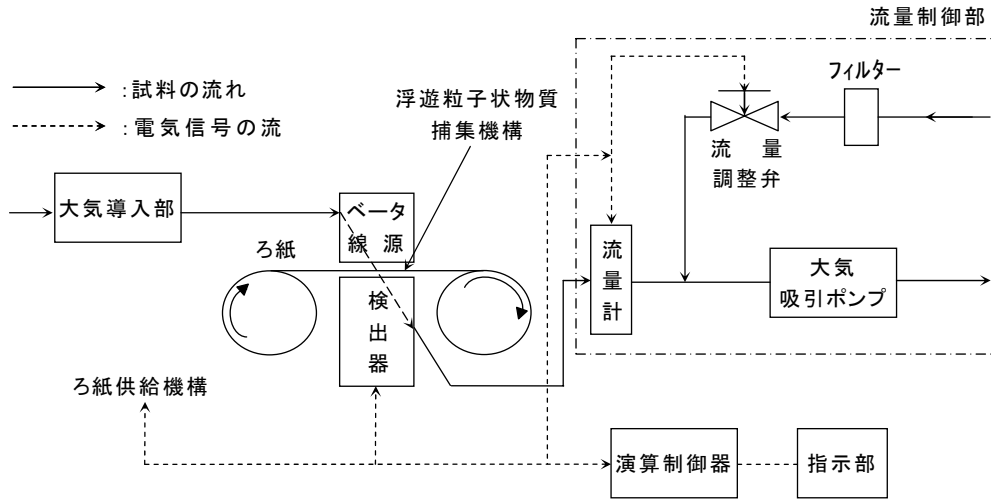
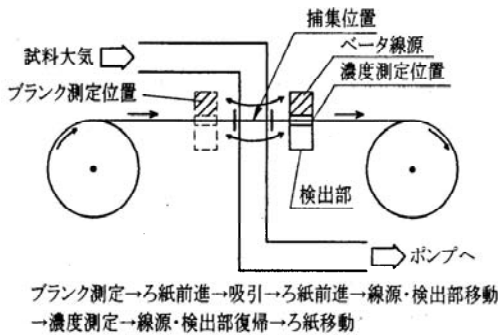


図 3-5-2 ベータ線吸収法自動測定機の測定系統図例

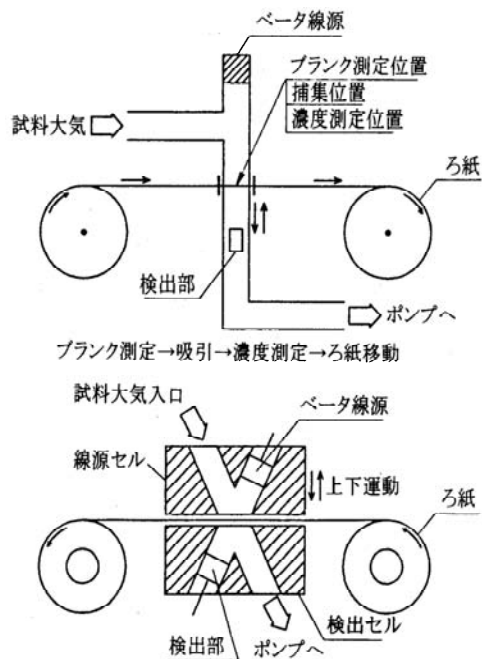
捕集・計測の方法は、その構造と計測方式によって次の3つに分類される。

- i 線源、検出器を動かして、試料捕集の前後に計測する方法
 - ii 線源、検出器を固定し、試料捕集の前後に計測する方法
 - iii 線源、検出器を固定し、捕集しながら同時に計測する方法
- それぞれについて、模式図を図 3-5-3 に示す。

①線源・検出器を動かして試料捕集の前後に計測する方法



③線源・検出器を固定し、捕集しながら計測する方法



②線源・検出器を固定し、試料捕集の前後に計測する方法

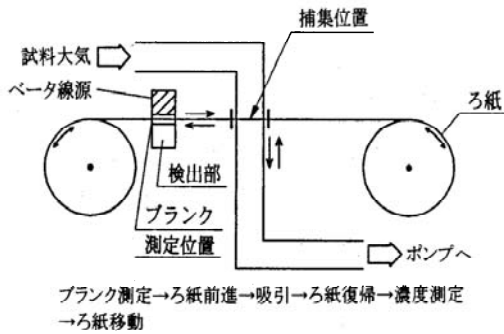


図 3-5-3 ベータ線吸収法自動測定機における捕集・計測方法の模式図

流量調整部は、質量流量センサ又は光センサ付フロート形面積流量計を利用し、設定流量にポンプバイパスの弁を開閉して調節する方式と、2次圧力を一定にする定差圧弁を使用する方式の2種類に分類される。

(4) 捕集ろ紙

捕集ろ紙は、JIS Z 8814の4.(4)に規定するろ過材で、粒径 $0.3\mu\text{m}$ の粒子に対して捕集率が95%以上のものを用いることが規定されている。また、メーカー推奨のものを用いることが望ましい。一般的には通常の使用で1～3か月間連続して使用できる長さの、テープ状ガラス繊維ろ紙が用いられている。

なお、ろ紙が水分影響を受けると測定誤差を生じるので、多湿時の結露には注意が必要である。

(5) 目盛校正

測定機の校正は、校正用粒子を使用し、原則として標準測定法との同時測定（動的校正）により行う。

しかし、設置管理者が日常的に動的校正を実施することは困難であること、測定原理上、動的校正によらなくても等価な入力を用いて校正を行うことができること等から、感度の維持のための日常の校正には、等価入力を用いた静的校正によってもよい。

ベータ線吸収法の場合は、捕集粒子量に相当する等価な入力として、マイラやポリイミドなどの薄膜をカセット状にした等価膜を用いて、静的感度確認を行う方法で代替している。

ただし、静的感度確認はあくまでも検出器の感度及び演算制御部の作動状態の確認を行う方法であることから、採取系から排気系まで含めた測定機全体の性能維持のためには、試料大気を用いて、標準測定法との同時測定による確認が必要である。このような標準測定法との同時測定による確認は、動的感度確認試験として位置づけられている。動的感度確認試験は、設置管理者が使用開始時に設置場所において行うほか、試料大気採取系の変更などの際にも行うことが望ましい。

1) 静的感度確認

静的感度確認は、等価入力として用いられる等価膜をろ紙に密着させ、ベータ線の減衰量の変化を測定し、指示値が所定の値と比べて $\pm 4\%$ を超えて変動していないかを確認する方法である。

等価膜は厚さ $10\mu\text{m}$ 以下の非常に薄い膜であるため、表面の汚れや傷を付けないよう、取り扱いには慎重でなければならない。また、挿入又は取り出し時にろ紙を傷つけると、ろ紙切れの原因となるので細心の注意が必要である。一部の機種では、静的感度確認を自動で定期的に行い記録するものもある。

通常は、等価膜の測定値が一定の範囲内にあることを確認するが、スパン係数を変更する時は、放射線計測の確率誤差を考慮して、等価膜の繰返し測定値の平均値を用いるべきである。

なお、等価膜の汚れや傷に気づかずにスパン係数の変更を行うと、系統的な大きな測定誤差を生じることになるので注意が必要であり、複数枚の等価膜で確認することも有効である。また、使用を重ねていくうちに、多少のキズや汚れが付くことが多いので定期的に

更新することが望ましい。

2) 動的感度確認試験

試料大気を用いて、標準測定法であるロウボリウムエアサンプラと同時に2～3日間の測定期間で3回以上測定し、標準測定法との測定値の差が $\pm 10 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 又は $\pm 10\%$ の範囲内にあることを確認する。

なお、この範囲内であっても、標準測定法と比較して系統的に低い値が出るのが認められる時は、試料大気採取管による損失がないかどうか検討し、必要に応じて改善を図る必要がある。

動的試験の実施に当たっては、次の点に留意する。

- ① ロウボリウムエアサンプラの設置場所を選定する際には、試料採取口の位置に注意し、両測定機の採取する試料大気の濃度に差が出ないようにする。
- ② ロウボリウムエアサンプラの捕集ろ紙としては、 $0.3\mu\text{m}$ の粒子に対し95%以上の初期捕集率を有する、初期圧力損失が低い、粉じん捕集に伴う圧力損失の増加が少ない、吸湿性が少ない、酸性ガスの吸着が少ない及び取り扱い上十分な強度を有する、などの条件を満たす四フッ化エチレン樹脂製ろ紙、石英繊維ろ紙又は表面加工処理を行ったガラス繊維ろ紙を用いる。
- ③ 分粒装置は、分粒特性が変化しないよう清浄な状態で使用する。
- ④ ロウボリウムエアサンプラは、あらかじめ「3. 1. 4 流量計」の基準流量計で校正した機器を使用する。

なお、定差圧弁を使用する機種においては、限界差圧まで実流量が $20\text{L}/\text{min}$ に維持されるよう調整、確認して使用する。差圧の増大や試料大気温度に応じて流量計指示値に補正が必要な機種については、常に実流量が $20\text{L}/\text{min}$ になるように補正しながら試料採取する。

3) 動的校正

校正用粒子を用いた粒子発生装置から発生させた校正用空気の質量濃度をロウボリウムエアサンプラであらかじめ測定しておき、校正用空気の設定と質量濃度の関係を把握しておく。

校正対象測定機に校正用空気を導入し、校正対象測定機の指示値が正しい指示値を示すように調整する。

動的校正を行う際は直線性を確認するが、この場合ゼロ点検及び測定濃度範囲内の領域において異なった点の質量濃度で測定する。

JIS B 7954 : 2001 の附属書2では、校正用空気に対する指示値は、等価入力によりゼロ点検、スパン点検を行った後、濃度 $200 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 付近の校正用空気を導入し、この指示値と校正用空気の質量濃度との最大目盛に対する百分率を求めるとされている。

(6) 測定上の注意事項

1) 試料大気採取系

① 試料大気採取口

試料大気は原則として、分配管を使用せず、個別採取管を用いて吸引する。試料大気採取口は、雨水、虫等が入らないような対策を講じる。しかし、やむを得ず分配管を

使用する場合には、配管による粒子の損失を少なくするため、分配口からの採取試料大気の流れを分配管内の大気流と並流にする。

② 試料大気採取管の材質

内面が滑らかでかつ清浄であって、測定値に影響を及ぼす物質を発生させない試料大気採取管を使用する。

軟質ポリ塩化ビニル管、又はエチレンと塩化ビニルの共重合体を素材とした試料大気採取管については、素材の温度が 40℃以上になると測定値を高める要因となる粒子状物質を排出することが認められている（京都府：昭和 60 年度環境庁委託事業結果報告書「自動測定機等の精度に関する研究」昭和 61 年 3 月）。そのため、屋外配管や高温になるおそれのある箇所の配管については、ガラス管を使用することが望ましい。

また、試料大気採取履歴不明のポリ塩化ビニル管を使用したために、常温においても異常に高い測定値が得られた事例があり、試料大気採取管の管理に注意する必要がある。

四フッ化エチレン樹脂製の試料大気採取管は、高温時での不純物の発生が少ないが、使用に際しては、接続する分配管や分粒器に無理な力がかからないようにし、接続部が外れないような対策をとることが必要である。

試料大気採取管を新規に使用する際に、試料大気採取系を含めた粒子状物質を含まない空気に対する指示値（空試験）の確認を行うことが望ましい。

③ 試料大気採取管の長さ

試料大気採取管の長さは可能な限り短くし、水平距離で 3 m 以内とする。また、配管に当たっては管の曲がりをしてできるだけ避け、やむを得ず曲げる場合は、その半径が 1 m 以上となるようにする。

④ 試料大気採取管の交換頻度

管の内壁の汚れの進行は粒子状物質の管壁への付着を高め、測定精度を低下させるので定期的に交換又は洗浄する。管の汚れ具合は、その地域の粒子状物質濃度や流速、管の内径など機器によっても異なるため、一律には決められないが、通常は年 1～2 回の交換又は洗浄が必要である。管の交換に際しては、管の曲がり部でのつぶれ、接続部の脱離等に注意する。

⑤ 分粒器

サイクロン型分粒器は内壁の汚れの進行により分粒特性が変化するので、粗大粒子受け部の清掃だけでなく、分粒器の内壁をアルコール、中性洗剤等を用いて定期的に清掃する。

また、分粒器清掃に合わせ検出器までの配管の清掃あるいは交換を行う。

2) 捕集ろ紙の交換

捕集ろ紙の交換頻度は機種によって異なるが、1～3 か月に一回、ロール状の捕集ろ紙の交換が必要である。ただし、高濃度時の繰返し測定が長く続いた場合や等価膜測定を数多く行った時などは、通常の測定よりろ紙の消耗が早くなるので、ろ紙残量に十分注意し、欠測を生じさせないようにする。

なお、捕集ろ紙を交換した時には、必ず等価膜を用いる静的感度確認を行うことが必要である。等価膜による確認の結果、測定誤差が許容範囲外であった場合は、違うロットの

ろ紙を装着し誤差の原因がろ紙であるか否かの確認が必要となる。

3) 流量計の清掃

フロート形面積流量計をポンプの排気側で用いている機種では、流量計のテーパ管内壁やフロートの汚れに特に注意をはらう必要がある。流量計内部は汚れやすいので定期的アルコール、中性洗剤等で清掃する。

質量流量計を装着した機種や定差圧弁を用いる機種では、内壁の汚れ、細管の詰まりやフロートの汚れが流量の測定誤差の原因となるため、注意が必要である。

4) 流量安定化装置・ポンプ容量

ベータ線吸収法はろ過捕集法であるので、高濃度時において、捕集粒子が付着することでろ紙の通気抵抗が増大し、流量が低下するおそれがある。そのため、流量安定化装置が備えられており、一定の範囲の差圧の増大に対応できる機構を有している。

なお、流量を制御できる限界の差圧（限界差圧）に達すると、自動的にろ紙を移動し再度測定を開始する機種と、試料大気の吸引を停止する機種又は流量低下をきたしても試料採取を継続する機種がある。ただし、繰返し測定を行うと、試料大気実採取時間が少なくなり誤差も増大する。特に自動車排出ガスの影響を受けやすい測定局においては、目詰まりを起こし易い排気粒子による通気抵抗の増大に十分対応できるようなポンプの選定が必要である。

5) 実流量の確認と流量安定化装置の調整

試料大気の実流量は、試料導入口に「3. 1. 4 流量計」の基準流量計を接続して測定し、設定流量と比較する。実流量が設定流量になるように、流量安定化装置又はフロート形面積流量計のセンサ位置を調整する。なお、実流量が設定流量の±7%を超えて変動していた場合には、流量安定化装置、吸引ポンプの能力、ろ紙押さえ部などからの空気漏れ等を調べ、調整又は部品の交換を行う必要がある。

流量安定化装置の制御機能の確認は次の方法で行う。

- ① 試料導入口に、バルブを出口側に装着した「3. 1. 4 流量計」の基準流量計を接続する。
- ② ろ紙捕集部とポンプを接続する配管に差圧計を組み込む。ただし、圧力センサの指示値が表示できる機種又は差圧計が内蔵されている機種についてはその必要はない。
- ③ 新しいろ紙面を送りだし、バルブを全開し装置を運転する。流量安定化装置の動作が終了した後、フロート形面積流量計の指示値と差圧（初期圧損）を読み取る。
- ④ バルブを段階的に閉め、流量安定化装置の動作が終了した時点で、フロート形面積流量計の指示値と差圧を読み取る。
- ⑤ 限界差圧（繰返し測定又は停止直前の差圧）の直前まで、設定流量が維持されていることを確認する。
- ⑥ 限界差圧を超えた時に、繰返し測定が開始することを確認する。

フロート形面積流量計の指示は、試料大気的气圧、温度、密度によって変動するので、目盛校正をした標準状態（通常は20℃、101.3kPa）と異なる条件で使用する場合には、JIS B 7551に従って指示値を換算する必要がある。

なお、急激な圧力変動が線源の保護膜や検出器の保護膜を破損するおそれがある機種もあるので、バルブの開閉はゆっくり行い、「全閉」には絶対しないこと。

限界差圧より低い差圧で流量の低下がみられる場合は、ポンプの能力の低下又は流量安定化装置の故障が原因と考えられるので、ポンプのダイヤフラムやシートバルブの交換又はポンプの更新、若しくは、流量安定化装置の修理又は交換を行う。

6) 粒子状物質を含まない空気に対する指示値（空試験）

試料導入口に、粒子状物質を十分に除去する通気抵抗が少ないろ紙を装着したろ紙ホルダを接続して、粒子状物質を除去した試料大気を用いて 24 時間測定する試験を粒子状物質を含まない空気に対する指示値試験（空試験）という。1 時間値の算術平均値が $\pm 10 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 又は最大目盛値の $\pm 1\%$ を超えないことを確認する。

なお、ベータ線吸収法では原理的に核種崩壊の確率誤差を伴うため、 $\pm 10 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 相当程度の計数誤差を生じることが避けられない。そのため、本試験値や計測値がマイナス値になることもある点に留意する必要がある。機種によっては、ゼロ以下の測定値を処理し、ゼロとして表示しているの、更新時には確認が必要である。

本試験値のヒストグラム例を図3-5-4に示す。

7) ポンプ関連部品

機種によって異なるが、ポンプ本体は 1～3 年程度、ダイヤフラムの交換は年に 1～2 回程度、捕集部のパッキンは年に 1～2 回程度の頻度で交換する。

8) 線源及び検出器の取り扱い

ベータ線源は密封線源で、 ^{147}Pm や ^{14}C など低いエネルギーの機種が使用されている。使用されている線源は、3.7 MBq 以下で「放射性同位元素等による放射線障害の防止に関する法律」（昭和 32 年 6 月 10 日法律第 167 号）に規定された「放射性同位元素」には該当しないが、線源の保護膜が薄く、破損しやすいので、取り扱いには十分な注意を要する。線源の清掃時には膜面を傷つけないように、エアブラシや綿棒などを用い、細心の注意をはらって行うこと。

なお、ベータ線源の空気中での最大飛程が、 ^{147}Pm で 30 cm 程度、 ^{14}C で 20 cm 程度あるので、保護眼鏡とゴム手袋を装着して操作することが望ましい。

試料大気に直接暴露されている線源の保護膜に、穴や汚れなど異常がみられた場合は、線源保護膜の交換を行う。アルミ蒸着膜を使用している機種については、特に酸性ガスや酸性粒子による腐食に注意する必要がある。

なお、線源に装着している保護膜以外に線源保護膜がない機種については、線源自体を交換する。また、 ^{147}Pm 線源が破損したりピンホールが生じた場合には、大気中の水分の吸収により計数率の急激な低下が認められるので、その場合には、直ちに放射線汚染拡大防

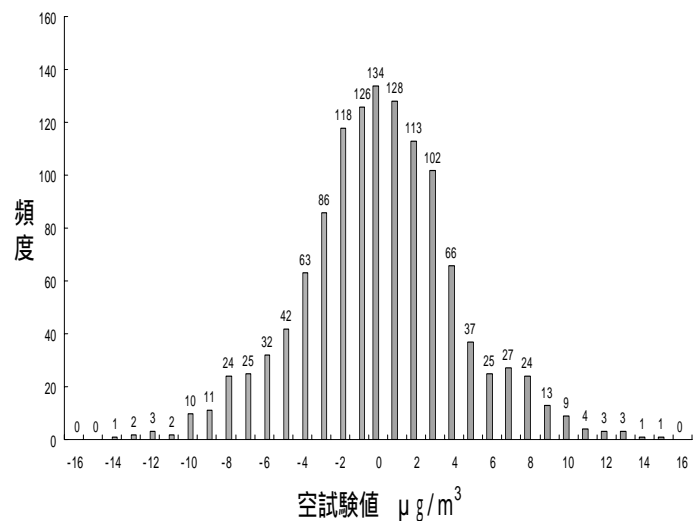


図 3-5-4 粒子状物質を含まない空気に対する指示値（空試験）のヒストグラムの例

止の措置をした上で、製造業者又は専門機関に依頼し、慎重に線源の交換を行う。

線源の交換・廃棄は必ず製造業者が行い、製造業者は回収した線源は、(社)日本アイソトープ協会へ引き渡すこと。また、取り外した線源は2つ以上になると集合状態の密封線源として放射線障害防止法の適用を受けるので、許可を受けていない設置管理者や受託業者が線源を2個以上を保管することはできない。

半導体検出器の扱いにおいては、検出器の鏡面部分に手を触れないよう注意をはらうこと。また、プラスチックシンチレーションカウンタの取り扱い、表面のアルミ蒸着膜にピンホールがないか、高湿度時に捕集部のろ紙から落下したアルカリ性の水滴によって腐食していないか注意する。

9) 磁場対策

ベータ線は、マイナスの電荷をもった電子の流れであり磁場の影響を受けやすいので、線源・検出部付近に磁場が生じるような磁石等の使用を避けること。

(7) 点検要領

測定機を常に最良の状態を使用するためには、良好な保守点検が必要である。使用する測定機の測定原理、特徴を十分に理解した上で、定期的に管理を行えば、性能が最大限に発揮される。また、日常点検によって異常を早期に発見することができる。「3. 1. 1 点検要領」に各測定機に共通する保守点検の内容と実施頻度を示す。この実施頻度は最低限の頻度を示したものであり、設置場所や機種による機構等の違いもあるので、測定機の指定の方法や取扱説明書等を参考にし、実態に即した点検周期を決定し、保守点検を実施することが望ましい。

1) 記録状況の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

2) 試料大気採取流量の確認

試料大気採取流量は、「3. 1. 4 流量計」の基準流量計を用いて毎月1回確認する。

① フロート形面積流量計においては、実流量と目盛値との誤差が±3%を超えている場合には流量計の洗浄又は交換を行う。実流量が設定流量の±7%を超えて変動していた場合には、流量安定化装置、吸引ポンプの能力、ろ紙押さえ部などからの空気漏れ等を調べ変動原因の調査を行い、調整又は部品の交換を行う必要がある。

なお、変動が±7%以内でも点検のたびに変化している場合は、その原因を追求し適切な処置をとる。

② 流量安定化装置の動作を確認し、実流量が設定流量どおりであることを確認し、必要に応じて調整する。

3) 試料大気採取管取り付け状態及び管内結露の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

4) 実流量試験

限界差圧直前で実流量が設定流量どおりに維持されているかを確認するため、年1～2回、実流量試験を行う。

5) ろ紙の確認

ろ紙が次回交換時まで十分に残っていることを確認する。

また、ろ紙のスポット形状や位置を調べ、昆虫や剥離した汚れの付着、スポット外への漏れ等が無い確認し、異常値等があった場合に備え測定終了後のろ紙もデータ確定まで保存しておくことが望ましい。

6) 静的感度確認

日常の感度確認は、等価膜を用いた静的感度確認により月1回以上行う。

7) 分粒器の清掃

粗大粒子受け部は、3か月に1回程度清掃し、分粒器の内壁についても6か月に1回程度、中性洗剤等を用いて定期的に清掃する。

8) 流量計の清掃

フロート形面積流量計は、流量計内壁等を年1～2回洗浄する。質量流量計については定期的に点検を行う。

9) 空試験

空試験を年1回以上行う。

10) テレメータ出力の確認

出力されているかどうかの確認は、テスターで十分であるが、調整を行う場合には、適正なレンジの電圧計を使用する。

11) 故障対策

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

3. 5. 2 圧電天びん法自動測定機

(1) 測定原理

圧電天びん法(ピエゾバランス)は、圧電結晶振動を利用した質量濃度測定法である。この測定法は、浮遊粒子状物質を静電的に水晶振動子上に捕集し、質量の増加に伴う水晶振動子の振動数の変化量を測定し、理論的に与えられた質量感度定数を用いて試料大気中の浮遊粒子状物質の質量濃度を求める方法である。水晶振動子は、オシレータ回路と組み合わせて水晶発振回路を構成し、約5MHzの固有振動数で発振している。

圧電天びん法は、原理的に感度が高い測定法であるが、水晶振動子上に静電捕集される粒子の量が多くなると、発振周波数の直線性が失われる傾向がみられる。そのため、水晶振動子上の捕集粒子が10 μ gを超えると、捕集面が自動的に洗浄される機構を有している。

(2) 測定機の仕様

測定機の仕様は、ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

(3) 測定系統図

測定機の測定系統図例を図 3-5-5 に示す。

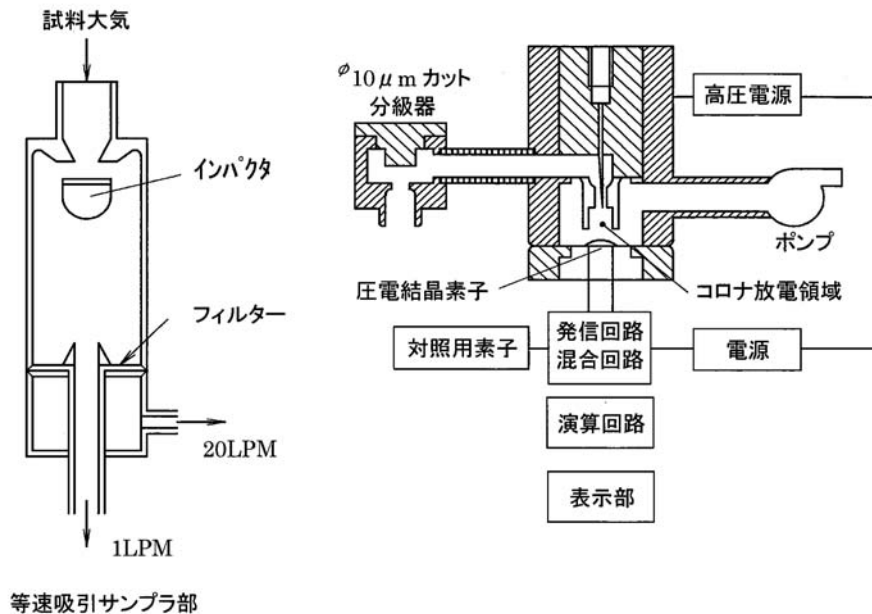


図 3-5-5 圧電天びん法自動測定機の測定系統図例

(4) 目盛校正

測定機の校正は校正用粒子を使用し、標準測定法との同時測定により動的校正を行うことを原則とする。ただし、測定機の設置管理者が日常的に動的校正を実施することは困難であること、測定原理上、動的校正によらなくても等価な入力を用いて校正を行うことができることなどの理由から、感度の恒常性の維持のための日常の校正（感度確認）には、等価入力を用いた静的校正（感度確認）が行われている。圧電天びん法の場合、等価入力には、内蔵の発振器の周波数信号が用いられている。しかし、静的感度確認はあくまでも演算制御部の作動状態の確認を行うものであることから、採取系から排気系まで含めた測定機全体の性能維持のためには、環境大気を用いて標準測定法との同時測定を行うことが望ましい。

このような標準測定法との同時測定による確認は、動的試験として位置づけられ、設置管理者が使用開始時に行うことになっているが、試料大気採取系の変更などの際にも行うことが望ましい。

1) 静的感度確認

等価入力は、参照用素子と検出用素子のビート周波数による発振周波数差の信号の代わりに類似信号として内蔵の発振器の周波数信号を用いて測定を行い、振動数検出後の演算処理の確認を行う。

2) 動的感度確認試験

動的試験は、環境大気を用いて、標準測定法であるロウポリウムエアサンプラと同時に2～3日の測定期間で3回以上測定し、標準測定法との測定値の差がいずれの期間の平均値も $\pm 10 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 又は $\pm 10\%$ の範囲内にあることを確認する方法である。

留意点については、ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

3) 動的校正

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

(5) 測定上の注意事項

1) 試料大気採取系

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

2) 流量安定化装置の管理

圧電天びん法では、粒子が試料大気採取管に沈着するのを防ぐため、21 L/min の流量で試料大気を導入し、そのうち 1 L/min の試料大気を等速吸引サンプラで分流し、検出部へ導いている。

流量の制御にはソニックノズル方式を採用しているため、臨界流量を維持するために、真空圧を 300 mmHg 以下に維持する必要がある。そのため、点検時には必ず真空圧を確認し、ポンプのダイヤフラムの交換を定期的に年 1 回行う。

流量計の清掃は、ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

3) 実流量の確認

試料大気の実流量は、排気出口に「3. 1. 4 流量計」の基準流量計を接続して測定し、1.0 L/min の設定流量に維持されていることを確認する。

なお、実流量が設定流量の±7%を超えて変動していた場合には、吸引ポンプの真空度を確認し、必要に応じてポンプ又はダイヤフラムの交換、ソニックノズル等流量制御部の点検及び清掃等を行う。

4) インパクタの点検と清掃

等速吸引サンプラ内の粗大粒子除去インパクタ部のフィルターの交換は、通常の試料大気濃度の場合には 20 日に 1 回程度行う。ただし、300 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 以上の高濃度の状態が継続して出現した場合は、20 日以内であっても交換することが望ましい。

なお、フィルターの交換時には、フィルター周辺部の汚れを十分に取り除く。

5) 放電電極の交換と保守管理

放電電極の使用日数は、浮遊粒子状物質の濃度と組成にもよるが、通常の都市の環境大気の場合は 20~30 日程度である。放電電極の交換は、自動的に毎日行っている定時の放電電流確認結果から見かけ上使用可能であっても、20~30 日ごとに行うことが望ましい。また、浮遊粒子状物質濃度が特に高い地点においては、必要に応じて交換頻度を増加する。

なお、使用済みの放電電極はメーカーにより再生が行われたものを除き、再使用してはならない。

6) 水晶振動子の保守管理

水晶振動子は、付着した汚れや破損により周波数振動数が既定値から変化するので、自動洗浄のほか定期的に目視で点検し、汚れの付着や破損の有無を調べ、必要に応じて交換する。

7) 洗浄液の調製

洗浄液は、原則として指定の洗剤を用いて調製する。指定以外の洗剤を使用する場合には、洗浄後の基本周波数の経時変化に注意する。

洗浄液の希釈倍率は、浮遊粒子状物質の濃度及び組成等によっても異なるが、通常の都

市環境大気の場合は、5～10倍程度であり、純水で薄めて使用する。

8) 洗浄液及び洗浄水の液量の確認

6か月に1回程度（移動時を含む）、洗浄動作の確認を行い、同時に前面のドレン用ホースからの液の流出量を50mLメスシリンダで計測し、洗浄液及び洗浄水がそれぞれ5～10mLずつ流出していることを確認する。

流出量が5mL以下の時は、液流出管内の目詰まりの有無を点検し、目詰まりが発見された場合はこれを取り除き、目詰まりが認められない場合は、ポンプの流量調整を行う。また、流出量が多い時はポンプの流量調整を行う。

9) 洗浄用ワイパの点検と洗浄

ワイパを本体から取り外し、ワイパブレードに亀裂、破損等のないことを確認する。ワイパブレードは、専用の洗剤を付けたスポンジで洗浄し、水道水でよく水洗した後、乾燥して再び本体に取り付ける。この操作は約5～10分を要するので、操作中に正時分又は30分に設定された洗浄時刻がこないようタイミングを合わせる。

なお、ワイパブレードは亀裂、破損を生じる前に定期的に交換することが必要である。

10) 空試験

試料導入口に粒子状物質を十分に除去し、かつ、通気抵抗が少ないろ紙を装着したろ紙ホルダを接続して、粒子状物質を除去した試料大気を用いて24時間測定する試験を空試験という。この結果で1時間値の算術平均値が、 $\pm 10 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 又は最大目盛値の $\pm 1\%$ を超えないことを確認する。

(6) 点検要領

測定機を常に最良の状態を使用するためには、良好な保守点検が必要である。使用する測定機の測定原理、特徴を十分に理解した上で、定期的に管理を行えば、性能が最大限に発揮される。また、日常点検によって異常を早期に発見することができる。「3.1.1 点検要領」に各測定機に共通する保守点検の内容と実施頻度を示す。この実施頻度は最低限の頻度を示したものである。

なお、測定機の指定の方法についてもこれを参考にするとともに、各々の取扱説明書に従い実態に即した点検周期を決定し、保守点検を実施することが望ましい。

1) 記録状況の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

2) 試料大気採取流量及び圧力の確認

① フロート形面積流量計においては、実流量と目盛値との誤差が $\pm 3\%$ を超えている場合には流量計の洗浄又は交換を行う。実流量が設定流量の $\pm 7\%$ を超えて変動していた場合には、流量安定化装置、吸引ポンプの能力、ろ紙押さえ部などからの空気漏れ等を調べ変動原因の調査を行い、調整又は部品の交換を行う必要がある。

なお、変動が $\pm 7\%$ 以内でも点検のたびに変化している場合は、その原因を追求し適切な処置をとる。

② 試料大気採取ユニット内の瞬時流量計及び圧力計の指示が定められた範囲内で動作していることを確認する。

③ 真空圧力計の指示が定められた範囲内で動作していることを確認する。

3) 試料大気採取管取り付け状態及び管内結露の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

4) 洗浄液及び洗浄水等の確認

① 洗浄液及び洗浄水を十分に補給する。

② ドレンタンクは、洗浄後、洗浄水の補給時に合わせ、必ず空にしておく。

③ 洗浄水用のコネクタ部、液送ポンプ周辺、洗浄室周辺及びドレンタンクに液漏れが生じていないことを確認する。

5) 静的感度確認

等価入力（内蔵の発振器の周波数信号）を用いて測定し、振動数検出後の演算処理の確認を行う。

6) インパクタ部のフィルター交換と清掃

等速吸引サンプラ内の粗大粒子除去インパクタ部のフィルターは、20日に1回程度の頻度で交換する。フィルターの交換時には、フィルター周辺部の汚れを十分に取り除く。

7) 放電電極の交換

放電電極を20～30日程度の頻度で新品と交換する。

8) 流量計の清掃

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

9) 空試験

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

10) テレメータ出力の確認

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

11) 故障対策

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

3. 5. 3 光散乱法自動測定機

(1) 測定原理

光散乱法は、試料大気に光を照射し、その散乱光の強度を計測することにより、浮遊粒子状物質の相対濃度を測定する方法である。散乱光の強度は、粉じんの形状、大きさ、色、相対屈折率等によって変化するが、これらの条件が同一であれば、粉じんの質量濃度との間に比例関係が成り立つことを利用した方法である。したがって、同一場所であってもこれらの条件に変化が生じた場合は誤差になる。光源にタングステンランプを用い、光軸に対して135°の位置に設けた光電子増倍管によって、散乱光の強度を検出する方法がある。

また、光源に近赤外線半導体レーザを用い、光軸に対して、160°の位置に設けた半導体センサ、PNフォトダイオードによって散乱光を検出する方法もある。

(2) 測定機の仕様

測定機の仕様は、ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

(3) 測定系統図

測定機の測定系統図例を図 3-5-6 に示す。

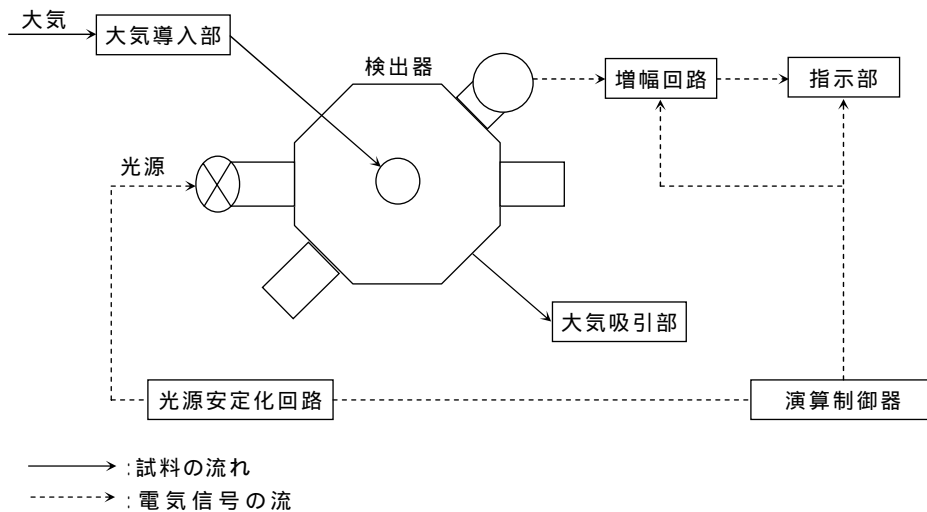


図 3-5-6 光散乱法自動測定機の測定系統図例

(4) 目盛校正

1) 静的校正

測定機の校正（感度確認・調整）は、「浮遊粒子状物質に係る測定方法について」（昭和 47 年 6 月 1 日環境庁大気保全局長通知）に従って行う。

等価入力として標準散乱板を用い、その散乱光を利用して感度の確認と調整を行う。6 分間の計測数から 1 時間の計測数を求め、標準散乱板固有の計測数（cph）との差が±2% 以内であることを確認する。

標準散乱板は、入射光面と散乱板面に汚れが付着しないように管理し、汚れが付着している場合は、ガーゼやブロワ等で清掃する。

なお、手動測定時には 1 分間平均値を連続記録し、自動運転時には 1 時間に 1 回、標準散乱板値を 1 分間測定し、変動値を自動補正する機構を有している機種もある。

2) 動的校正

光散乱法測定機の動的校正は、平均粒径 $0.3\mu\text{m}$ 、幾何標準偏差 $\sigma_g=1.5\%$ 以下の単分散ステアリン酸粒子を用いて行い、 $1.5\mu\text{g}/\text{m}^3$ に対し、1 cph の感度をもつように調整する。

なお、半導体レーザを用いる機種では、粒径 $0.6\mu\text{m}$ のポリスチレンラテックス粒子を用いて、 $0.3\mu\text{g}/\text{m}^3$ に対し、 $1\mu\text{g}/\text{m}^3$ の感度をもつように調整する。

3) F 値

光散乱法による浮遊粉じん測定値は相対濃度であるため、環境基準の適合性評価を行うためには、「浮遊粒子状物質に係る測定方法について」（昭和 47 年 6 月 1 日環境庁大気保全局長通知）に基づき、質量濃度への換算係数（F 値）を求める必要がある。F 値は湿度、粒径、組成の影響により、地域的、時間変動があることが知られている。

F 値を求める手順は次のとおりである。

① 汚染の態様に応じ都市又は地域単位測定網ごとに、光散乱法測定機による連続測定が

行われている測定点のうち1か所以上で、標準測定法との同時測定を行う。質量濃度の測定に要した試料大気採取時間がn時間（nは整数、通常24又はその整数倍）の場合、光散乱法測定機では、1時間ごとに相対濃度が得られるので、n時間の平均値Rを算出し、同一時間における質量濃度と相対濃度との比 $C/R=Ft$ を計算する。

- ② 当初の換算係数Fは、20回以上の同時測定から得られた各Ft値からの幾何平均値をF値とする。
- ③ その後、少なくとも1か月に1回以上継続して同時測定から得られた各Ft値を追加して、移動平均を求め、順次F値を補正していく。

（5）測定上の注意事項

1）試料大気採取系の管理

① 分配口

光散乱測定機では他の測定機と異なり、試料大気の吸引にシロッコファンを用いているので、分配管内での流量バランスに注意する必要がある。

半導体レーザを用いる機種では、設置配管後、流量を15L/minに調整する。

② 試料大気採取管の材質

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

③ 試料大気採取管の長さ

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

④ 試料大気採取管の交換頻度

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

⑤ 分粒装置の管理

半導体レーザを用いる機種では、分粒装置を定期的に分解清掃する。

2）検出系の管理

光源にタングステンランプを用いる機種では次の点に注意する。

光源ランプの汚れや光軸のずれは測定誤差を生じるので、定期的に点検を行う必要がある。光源ランプの清掃は月1回、光軸のずれの点検は6か月に1回程度行い、クリーンエア用フィルターは定期的に交換する。

なお、光源ランプは定期的に交換することが望ましい。光電子増倍管の光電面の汚れについてもガーゼやブロワ等で定期的に清掃する。

光源に半導体レーザを用いる機種では、光学系がクリーンエアによってパージされているため、年1回、光源である近赤外線半導体レーザ及び半導体センサであるPNフォトダイオードなどの点検を行う。光源及び半導体センサは、3～5年で交換する。

3）空試験

空試験の方法は機種によって異なり、外部ポンプによりクリーンエアを作り、約10L/minを流しバックグラウンド値を測定する機種と、検出器入り口のバルブを閉めることにより検出器内をパージエアで満たし、バックグラウンド値を測定する機種がある。

（6）点検要領

測定機を常に最良の状態を使用するためには、良好な保守点検が必要である。使用する測

定機の測定原理、特徴を十分に理解した上で、定期的に管理を行えば、性能が最大限に発揮される。また、日常点検によって異常を早期に発見することができる。「3.1.1 点検要領」に各測定機に共通する保守点検の内容と実施頻度を示す。この実施頻度は最低限の頻度を示したものである。

なお、測定機の指定の方法についてもこれを参考にするとともに各々の取扱説明書に従い、実態に即した点検周期を決定し、保守点検を実施することが望ましい。

1) 記録状況の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

2) 試料大気採取流量の確認

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

3) 試料大気採取管取り付け状態及び管内結露の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

4) 静的感度確認

等価入力（標準散乱板）を用いて月1回感度の確認を行い、光源ランプ等清掃後に感度調整を行う。静的校正を自動化している機種では、年1回マニュアル操作で感度調整を行う。

5) テレメータ出力の確認

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

6) 故障対策

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

3.5.4 フィルター振動法自動測定機

(1) 測定原理

フィルター振動法（TEOM: Tapered Element Oscillating Microbalance）は、固有の周波数で振動しているフィルター又はフィルターを先端に取り付けた素子の振動周波数が、フィルター上に捕集された粒子状物質の質量の増加に伴い、減少することを利用した測定方法である。

周波数と、捕集された浮遊粒子状物質質量との関係は（1）式のとおりである。

$$m = K_0 (1/f_1^2 - 1/f_0^2) \quad \dots\dots (1)$$

m : フィルター上の捕集された浮遊粒子状物質により増加した質量 (g)

K_0 : 振動係数 (g/sec²)

f_0 : 質量増加前の周波数 (Hz)

f_1 : 質量増加後の周波数 (Hz)

フィルター振動法においては、浮遊粒子状物質の質量を直接検出するため、粒子径、形状、比重など粒子の物性による影響を受けずに連続的に計測できることが特徴である。ただし、フィルターを先端に取り付けた素子の振動周波数を計測する方式においては、素子の応力が

わずかな温度変化により変化するため、素子の温度を常に一定にする必要があり、素子チャンバの内部温度及び試料大気温度を外気温度より通常高めに設定している。そのため、蒸発損失しやすい成分を多く含む粒子を計測する場合にはこの点を考慮する必要がある。

(2) 捕集ろ紙

捕集フィルターは、表面処理したガラス繊維ろ紙などを専用カートリッジに加工したものが用いられている。

(3) 目盛校正

1) 動的感度試験

フィルター振動法は原理的に質量を直接検出しているため、動的感度試験として(2)式に示す方法でフィルター又は素子の振動係数を求め、その変動が±5%を超えていないかを調べる。

$$K_0 = \frac{\Delta m}{(1/f_1^2 - 1/f_0^2)} \quad \dots\dots (2)$$

K_0 : 振動係数 (g/sec²)

Δm : 電子天びんで秤量したフィルター上の浮遊粒子状物質の質量 (g)

f_0 : 質量増加前の周波数 (Hz)

f_1 : 質量増加後の周波数 (Hz)

2) 動的試験

環境大気を用いた動的試験は、等速吸引分配器で分取した残りの試料大気をフィルター上に捕集し、標準測定法に準じて温度 20℃、相対湿度 50%で恒量後、精密天びんで秤量して求めた測定値との差が±10 µg/m³又は±10%の範囲内にあることを確認する。

3) 動的校正

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

(4) 測定上の注意事項

1) 試料大気採取系の管理

① 試料大気採取口

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

② 試料大気採取管の材質

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

③ 試料大気採取管の長さ

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

④ 試料大気採取管の交換頻度

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

2) フィルターの交換

フィルター振動法では、質量流量が常に表示されているが、設定流量が維持できなくなる前にフィルターを交換する。自動車排気粒子の影響を受けやすい地点では、総捕集量が少なくても設定流量が維持できなくなる場合があるので、交換頻度を増やすようにする。フィルター交換時は、周波数値の表示に注意し、10分以上経過しても変動が激しい場合には、フィルターの取り付け具合を確認する。

3) 流量安定化装置

フィルター振動法では、粒子が試料大気採取管に沈着するのを防ぐため、16.7 L/minの流量で試料大気を導入し、そのうち3 L/minの試料大気を等速吸引分配管で分流し、検出部へ導いている。

流量の制御にはマスフローコントローラが用いられている。

4) 実流量の確認

試料大気の実流量は、試料大気導入口に「3.1.4 流量計」の基準流量計を接続して測定し、設定流量(3.0 L/min)に維持されていることを確認する。

なお、実流量が設定流量の±7%を超えて変動していた場合には、流量安定化装置、吸引ポンプの能力、空気漏れ等を調べ、調整又は部品の交換を行う必要がある。

試料大気の漏れについては、試料大気導入口を密閉した際、流量表示が0.15 L/min以下であることを確認する。

等速吸引用のポンプについても設定流量が維持されているか実流量を確認する。

5) 空試験

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

6) その他

フィルター振動法は振動素子による測定であるため、測定機の設置に当たって、平坦で床面のしっかりした環境振動の少ない場所を選定すること。

(5) 点検要領

測定機を常に最良の状態を使用するためには、良好な保守点検が必要である。利用する測定機の測定原理、特徴を十分に理解した上で定期的に管理を行えば、性能が最大限に発揮される。また、日常点検によって異常を早期に発見することができる。

なお、測定機の取扱説明書等を参考にし、実態に即した点検周期を決定し、保守点検を実施することが望ましい。

1) 記録状況の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

2) 試料大気採取流量の確認

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

3) フィルターの交換

差圧を確認し、限界差圧に近ければフィルターを交換する。

4) 試料大気採取管の取り付け状態及び管内結露の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

5) 実流量試験

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

6) 分粒器の清掃

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

7) 空試験

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

3.5.5 フィルター捕集-質量法 (参考)

(1) 測定原理

環境大気中に浮遊する粒子状物質をろ紙上に捕集し、捕集粒子の質量を精密天びんで計測することにより、その質量濃度を測定する方法である。試料大気のうち粒径 10 μ m 以上の粒子を 100%除去できる分粒器を用いて、10 μ m 以下の粒子を所定の流量で採取する方法である。

浮遊粒子状物質濃度は、ろ紙の秤量操作及び吸引空気量から (1) 式により算出する。

$$C = \frac{W_e - W_s}{V} \times 10^3 \quad \dots\dots (1)$$

W_e : 捕集後のろ紙の秤量値 (mg)

W_s : 捕集前のろ紙の秤量値 (mg)

V : 吸引空気量 (m³)

C : 浮遊粒子状物質濃度 (μ g/m³)

(2) 測定機の仕様

標準測定方法の基本構成は、分粒装置、フィルターホルダ、ポンプ部及び流量測定部の4部からなる。

1) 分粒装置

分粒装置は、粒径 10 μ m を超える粒子を除去する装置で、図 3-5-7 に示すサイクロン方式、インパクト方式、バーチャルインパクト方式、多段型方式等があり、捕集特性曲線の例を図 3-5-8 に示す。捕集限界粒子径は、10 μ m で我が国では 10 μ m 以上の粒子を 100%除去することが条件になっている。

なお、米国環境保護庁の P M₁₀ 方式は、50%カットオフ径が 10 μ m であるため、

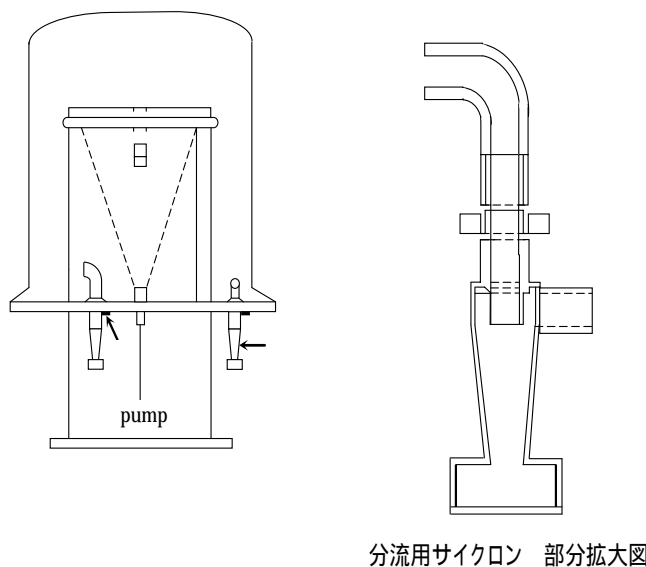


図 3-5-7 サイクロン方式分粒装置

分粒特性が異なる。

2) フィルターホルダ

通常、直径47 mm又は110 mmの大きさのろ紙を破損することなく、空気漏れのないように密着できるホルダで、ろ紙の捕集有効径をそれぞれ直径42 mm又は100 mmとする。

3) 捕集用ろ紙

粒子状物質の捕集に用いられる捕集用ろ紙は、 $0.3\mu\text{m}$ の粒子に対し、99%以上の初期捕集率を有し圧力損失が低く、吸湿性、帯電性及び硫酸化物、窒素酸化物等のガス状物質の吸着の少ない材質で、取り扱い上十分な強度を有する等の条件を備えていなければならない。これには、通常、石英繊維ろ紙、テフロンコーティングガラス繊維ろ紙が使用されている。捕集試料を成分分析に用いる際には、ニトロセルロース製、ポリカーボネート製、4ふっ化エチレン樹脂製などのメンブランフィルターやふっ素樹脂繊維ろ紙が使用されることもある。

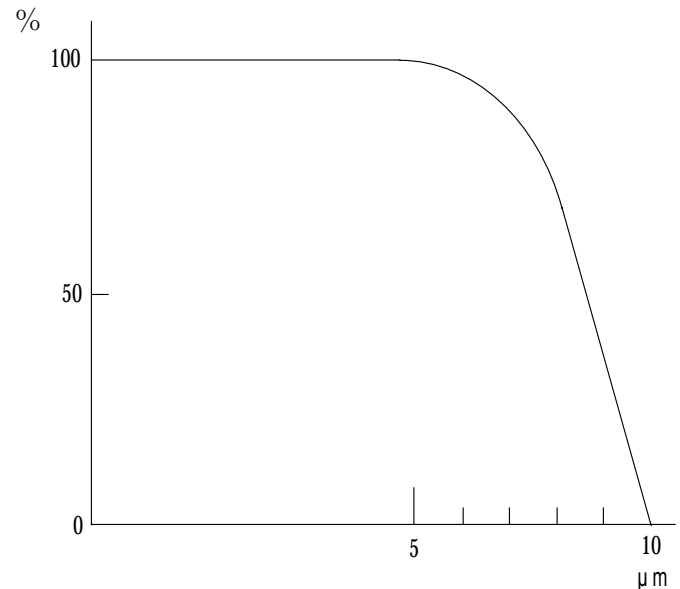


図 3-5-8 捕集特性曲線例

4) 流量測定部

流量は、フロート形面積流量計又は質量流量計により測定する。フロート形面積流量計をろ紙とポンプ部の間に設置する場合には、流量計の指示値を差圧で補正する必要がある。ダイヤフラムポンプ等を使用する場合は、ポンプ出口側で排気を用いて流量を計測することができる。質量流量計の場合にはろ紙とポンプの間に設置しても、流量を補正する必要がない。

5) ポンプ部

試料大気を吸引するポンプとしては、ダイヤフラムポンプ、偏心ロータ式ポンプなどがある。

具備すべき条件としては、a 真空度が高く、流量が大きく、ろ紙の通気抵抗が増大しても設定流量が維持できること、b 脈動が少ない、c 連続運転しても発熱が小さい等があげられる。

6) 流量安定化装置

ろ過捕集法であるので、高濃度時や高湿度時に、捕集粒子によって通気抵抗が増大し流量が低下するおそれがある。そのため、多くの機種には、定差圧弁などの流量安定化装置が備わっており、一定の範囲の差圧の増大に対応できる機構を有している。

定差圧弁は、ろ紙側に圧力変動があっても、自動的に内部のダイヤフラム連動弁が作動し、定流量を維持するものである。ただし、自動車排気ガスの影響を受けやすい測定局などにおいては、目詰まりをおこしやすい排気粒子によって、通気抵抗が増大し、流量が低下することがあるので、注意する必要がある。

(3) 測定系統図

標準測定方法の測定系統図例を図 3-5-9 に示す。

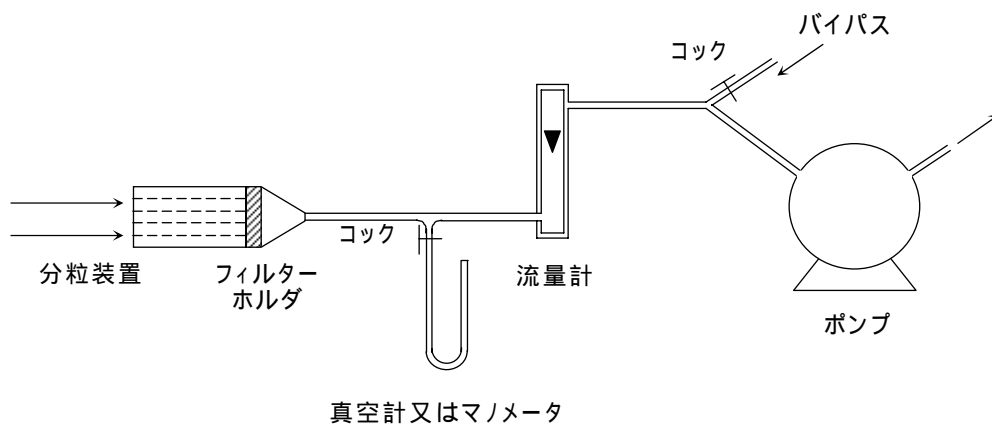


図 3-5-9 標準測定法の測定系統図例 (多段形式の例)

3.6 微小粒子状物質測定機

微小粒子状物質は、我が国では「大気中に浮遊する粒子状物質であって、粒径が $2.5\mu\text{m}$ の粒子を50%の割合で分離できる分粒装置を用いて、より粒径の大きい粒子を除去した後に採取される粒子をいう」と定義されている。

環境基準に係る測定法としては、「微小粒子状物質による大気汚染に係る環境基準について」(平成21年環境省告示第33号)において、「濾過捕集による質量濃度測定方法又はこの方法によって測定された質量濃度と等価な値が得られると認められる自動測定機による方法」によることになっている。

従来、諸外国や我が国で環境基準が設定されてきた粒子状物質の環境大気中質量濃度の測定法としては、ろ過捕集による質量濃度測定法(以下「フィルター捕集-質量法」という。)が基本的な測定法であり、欧州を含む諸外国においては、 $\text{PM}_{2.5}$ (粒径 $2.5\mu\text{m}$ 、50%カット)を測定する標準測定法として、米国EPAの連邦標準測定法(Federal Reference Method、FRM)に準じたフィルター捕集-質量法が用いられている。また、微小粒子は粗大粒子に比べ湿度や気温等の影響を大きく受けるが、FRMは、水分や半揮発性物質の影響による測定値の差異を極力取り除けるよう細部まで規格化されている測定法である。

以上のことから、我が国の微小粒子状物質の標準測定法として、FRMに準じたフィルター捕集-質量法が採用されている。一方、フィルター捕集-質量法は労力がかかることに加え、得られる測定値が1日平均値のみであり、かつ、秤量のため測定結果を得るまでに最短でも数日を要する。したがって、日常的な監視や効果的な対策の検討のために必要となる濃度の時間変動等を迅速に把握するためには、自動測定機による測定が有用である。

フィルター捕集-質量法及び自動測定法において測定可能とすべき1日平均値の範囲については、測定機の精度や、曝露の状況を踏まえ、 $2\sim 200\mu\text{g}/\text{m}^3$ が妥当とされている。フィルター捕集-質量法及び自動測定法はそれぞれ一定の誤差が許容されるが、環境基準値付近の濃度範囲を高い精度で測定できることが要求される。

常時監視において自動測定機を用いて測定する場合には、上述の平成21年環境省告示第33号のとおり、標準測定法であるフィルター捕集-質量法によって測定された質量濃度と等価な値が得られると認められる自動測定機を用いる。等価性評価は中立性を確保する必要があることから、当分の間、環境省が中心となって実施する。

また、自動測定機によって得られる1時間値については、現段階ではフィルター捕集-質量法との等価性の確認が困難であるため、参考値として取り扱うこととするが、発生源や長距離輸送による移流の影響を検討するためには、1時間値に対して達成すべき精度を別途定める必要がある。

なお、微小粒子状物質の健康影響調査に資する知見の充実に図るとともに、その原因物質の排出状況の把握及び排出インベントリの作成、大気中の挙動や二次生成機構の解明等、科学的知見の集積を踏まえた、より効果的な対策の検討を行うためには、質量濃度の測定に加え、成分分析が不可欠となる。成分分析については、全国で体系的に進める必要があることから、国が定める国と都道府県等との役割分担、分析地点(数)の選定方法、調査時期及び調査方法等を明確化するためのガイドラインに基づき、順次、実施していくものとする。

3.6.1 フィルター捕集-質量法（標準測定法）

（1）測定原理

環境大気中に浮遊する粒子状物質を、導入口から一定の実流量で吸引し、分粒装置を用いて微小粒子状物質（以下「PM_{2.5}」という。）の粒子を分粒してフィルター上に捕集し、その質量濃度を測定する方法である。捕集装置にはPM_{2.5}ロウポリウムエアサンプラを用い、分粒装置の設計流量にて捕集を行う。常時監視を行うにあたっては、捕集時刻を0時～24時（24時間）とする。捕集したPM_{2.5}の質量濃度は恒温、恒湿の下でフィルターを恒量化（以下「コンディショニング」という。）し、捕集前後の質量差を求め、その値を試料大気吸引量で除することにより求める。

（2）捕集装置（PM_{2.5}ロウポリウムエアサンプラ）の構成

捕集装置の基本構成は、図3-6-1に示すように試料大気導入口、導入管、分粒装置、フィルター保持具、流量制御器、吸引ポンプ、表示部、記録部等からなる。その他機械的、電気的な制御系を含んでいる。また捕集に当たっては大気温度、大気圧の測定が必要である。捕集装置がこれら大気温度、大気圧の計測器を装備していない場合は、捕集場所における大気温度、大気圧等の気象観測データを利用する（連続記録されていることが望ましい）。

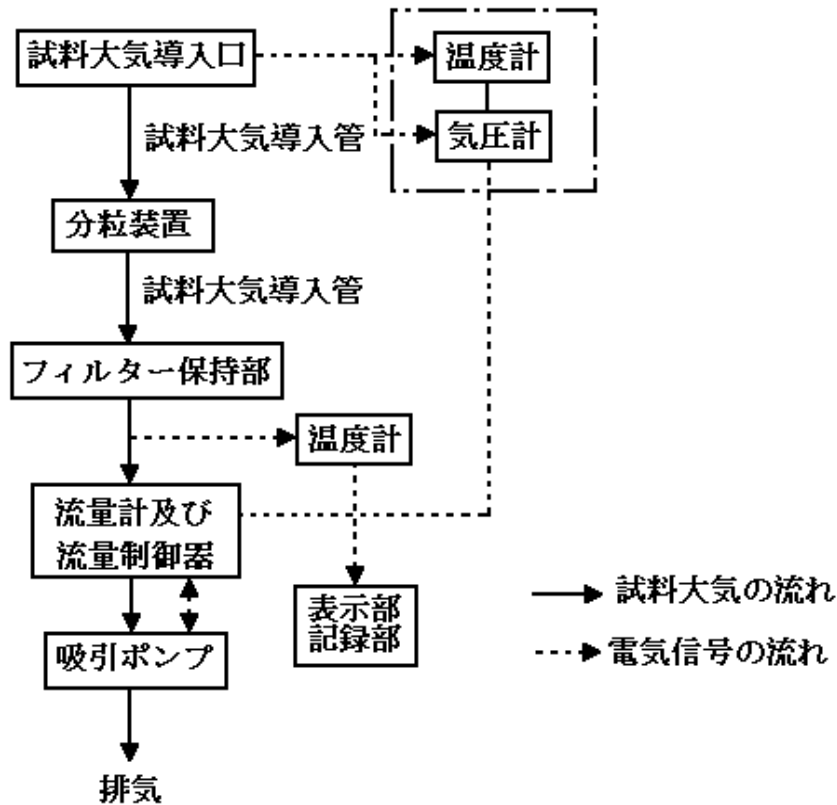
また、捕集装置は通常、装置全体を屋外で使用することから、外気環境からの影響を取り除くための装置保護用筐体が必要となる。なお、微小粒子状物質中には揮散しやすい成分も含まれていることから、保護用筐体は、フィルター部の温度が外気温度に比べて±5以内に収まる構造（ファンなどにより外気を筐体内部に導入～循環～排気する構造など）とする。

試料大気導入口より粒子捕集部までは鉛直線状に構成されるものとし、試料大気導入管に屈曲部があってはならない。また各部の材質は測定値に影響を及ぼす物質を発生させない材質が望ましい。捕集装置の性能規格として下記に示す機能と同等の性能が必要である。

吸引量及びその他必要な運転パラメータ（捕集開始及び終了時刻、大気温度、大気圧など）を表示できること。

捕集中の瞬時大気流量及び積算大気流量値（実流量表示）、気温等の測定値を表示できること及び保護用筐体内の温度を制御できること。

なお、PM_{2.5}ロウポリウムエアサンプラは、手動で1日毎にフィルターを交換するタイプと自動でフィルター交換するタイプがある。

図 3-6-1 捕集装置 (PM_{2.5} ロウポリウムエアサンプラ) の基本構成

(3) 各部の構造

1) 試料大気導入口

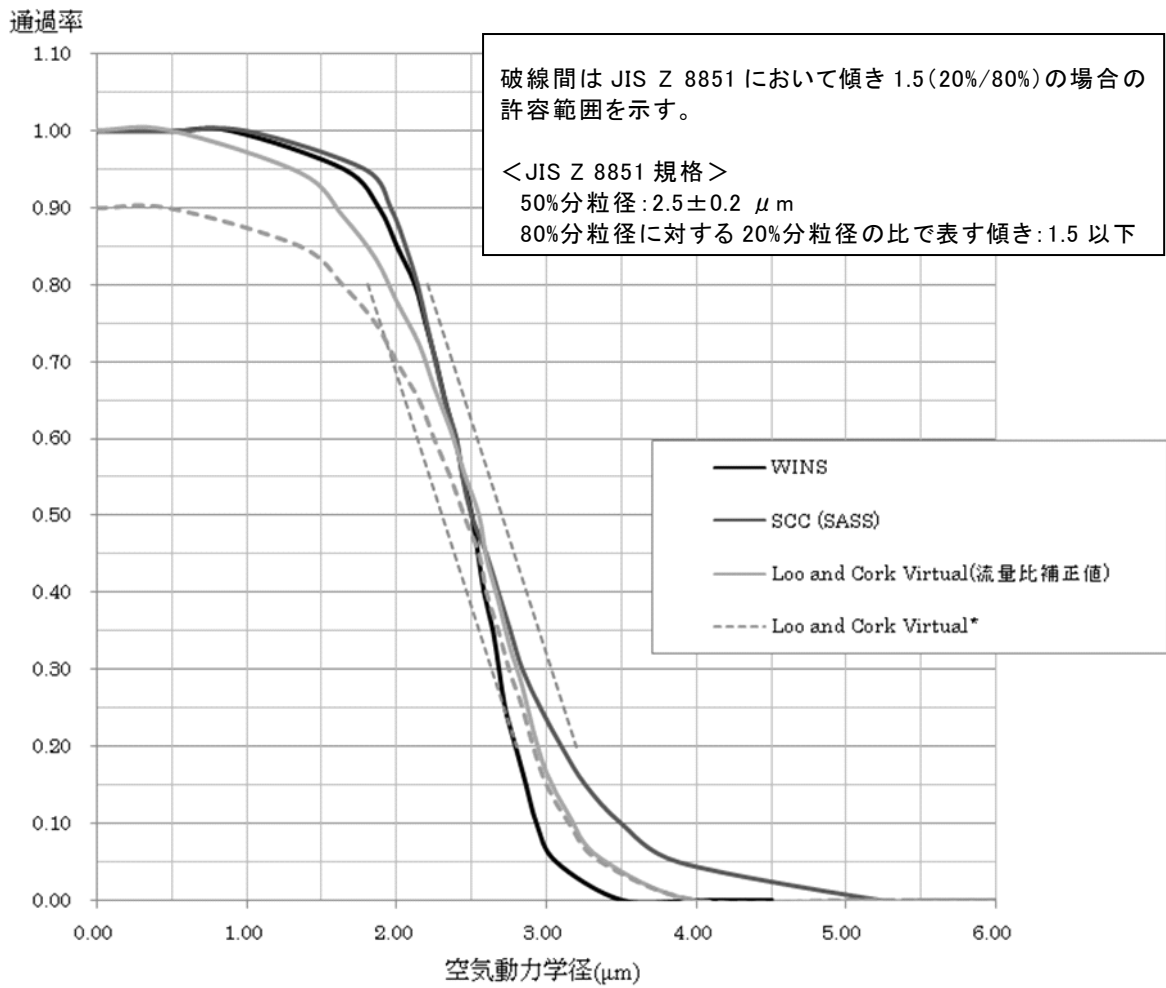
大気中に浮遊する粒子状物質を分粒装置へ導く際の粒子損失が少ない構造とする。風雨等の環境条件の影響を受けず、かつ虫等の異物が入らない構造とし、ステンレス鋼、アルミニウム合金、または陽極酸化処理アルミニウム等の耐候性の材質とする。侵入した雨滴などが分粒装置に到達しないように雨滴捕集器を付けることが望ましい。

2) 分粒装置

分粒特性及び分粒方式

分粒装置の特性は 50%分粒径が 2.5 μm であることとする。分粒装置の性能としては JIS Z 8851 の規定に従い、図 3-6-2 に示すように、50 %分粒径が 2.5 ± 0.2 μm、80 %分粒径に対する 20 %分粒径の比が 1.5 以下を満たすこととする。

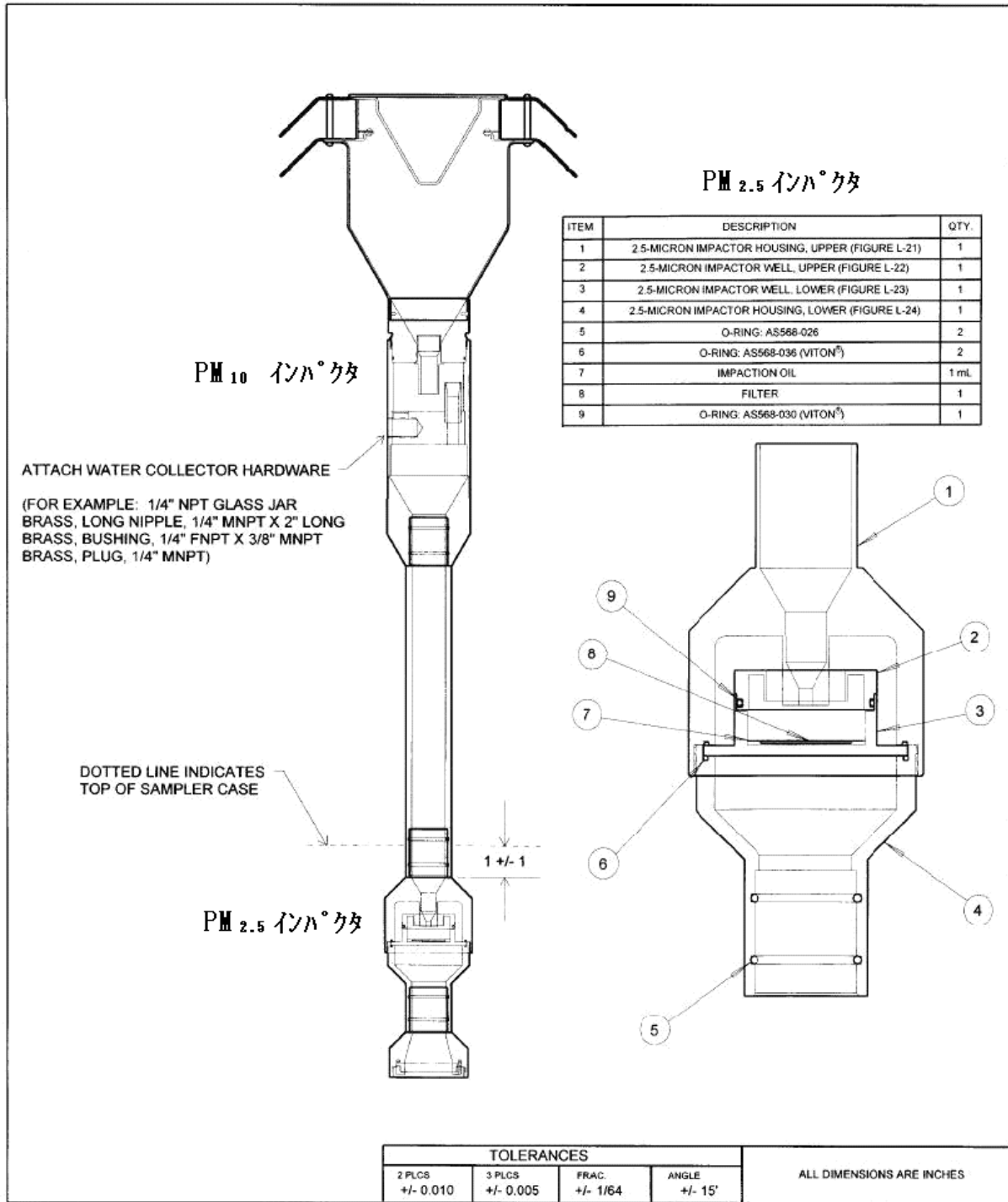
分粒装置には現在、インパクタ方式、サイクロン方式及びバーチャルインパクタ方式がある。PM_{2.5} 分粒装置については図 3-6-2 に示す空気動力学径における分粒特性と同等の性能を持つものとする。例として、米国 EPA で連邦標準法 (Federal Reference Method ; FRM) に指定されているインパクタ方式分粒装置を図 3-6-3 に、連邦等価法 (Federal Equivalent Method ; FEM) に認定されているサイクロン方式分粒装置を図 3-6-4 に、またこれらとともに代表的な分粒装置であるバーチャルインパクタ方式の例を図 3-6-5 に示す。なお、PM_{2.5} の分粒性能を確保するため、PM_{2.5} 分粒装置の前段に PM₁₀ の分粒装置が設置されるのが一般的である。



*バーチャルインパクタの分粒特性を示すため、流量比による補正を行わない状態の測定値も示した。

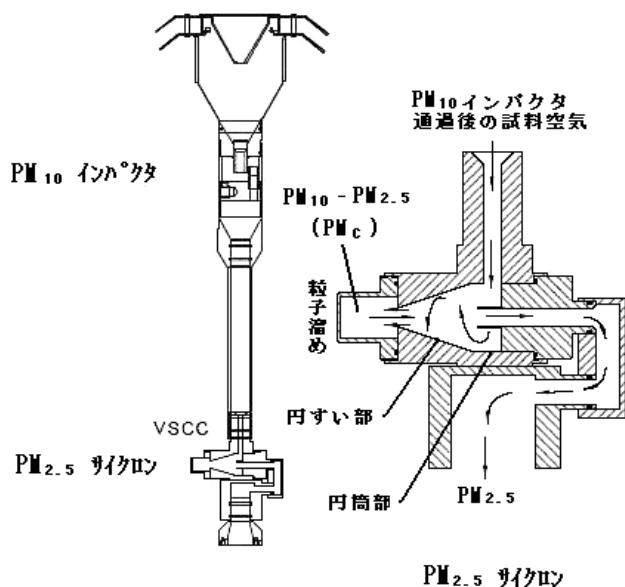
大気中の微小粒子状物質 (PM_{2.5}) の測定方法について 平成 20 年 12 月
 微小粒子状物質 (PM_{2.5}) 測定法評価検討会より転載

図 3-6-2 PM_{2.5} 分粒装置の分粒特性



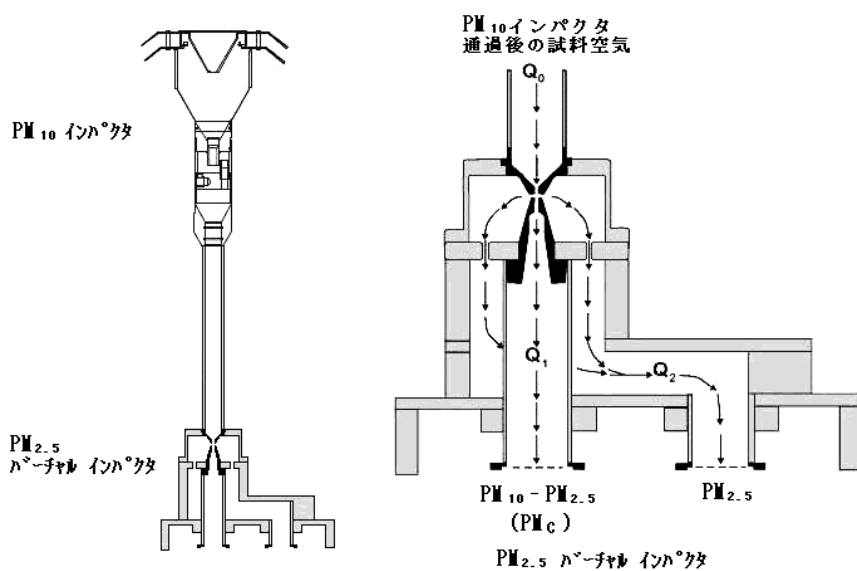
CFR (Code of Federal Regulations) Title 40,
Part 50, Appendix L より転載 (一部加工)

図 3-6-3 米国 EPA 連邦標準法 (FRM) に指定されている PM_{2.5} 分粒装置
(WINS インパクト 設定流量: 16.7L/min)



VERY SHARP CUT CYCLONE™ VSCC™
 INSTRUCTIONS FOR USE AND MAINTENANCE
 BGI, INC. © April 2002 Version 1.3 より転載 (一部加工)

図 3-6-4 米国 EPA 連邦等価法 (FEM) に認定されている $PM_{2.5}$ 分粒装置
 (VSCC: Very Sharp Cut Cyclone、設定流量: 16.7L/min)



Air Quality Criteria for Particulate Matter Volume I of II,
 October 2004 EPA/600/P-99/002Af より転載 (一部加工)

図 3-6-5 バーチャルインパクトの概要図
 (設定流量例 Q_0 : 16.7 L/min, Q_1 : 1.7 L/min, Q_2 : 15.0 L/min)

材質

分粒装置は内面が滑らかなものであって、測定値に影響を及ぼす物質を発生させない材質が望ましく、ステンレス鋼、アルミニウム合金、または陽極酸化処理アルミニウム製などとする。

インパクト方式を用いる場合の消耗品

インパクト方式分粒装置を使用する際には、粗大粒子の再飛散防止のためにインパクト部にオイルを含浸させたフィルターを装着する。このインパクト用フィルター及びオイルは、以下に示す規格のものを用いる。なお、成分分析を行う場合は、インパクトオイルが汚染の原因になることがあるため、オイルを含浸させたフィルターを使用せずに試料捕集を行う。

< インパクト用フィルターの規格 >

サイズ	: 直径 35 ~ 37mm の円形 (WINS インパクトを用いる場合)
材質	: ホウケイ酸ガラス繊維製で他の成分を含まないこと
ポアサイズ	: 1 ~ 1.5 μ m
厚さ	: 300 ~ 500 μ m

< インパクト用オイルの規格 >

成分	テトラメチルテトラフェニル トリシロキサン*	セバシン酸ジオクチル (DOS)
蒸気圧 (25)	2 × 10 ⁻⁸ mmHg 以下	1 × 10 ⁻⁷ mmHg 以下
粘度 (40)	24 cSt	27 cSt
密度	1.1 g/cm ³	0.92 g/cm ³
添加量	1 ± 0.1 ml (WINSインパクトを用いる場合)	

* 測定環境が低温高湿度であると、テトラメチルテトラフェニルトリシロキサンを用いた場合、凝結もしくは結晶化がみられる場合がある。測定に際しては使用したオイルを記録する。

分粒装置の清掃

分粒装置は、1 ~ 2 週間に 1 回程度、内部の清掃を行う。インパクト方式の場合は、オイル含浸フィルターも交換する。

清掃は、柔らかい布、紙、またこれらに純水を染み込ませたもの等で内面を傷付けないうような内面の汚れを落とす。インパクトのオイルや純水では取り除けない汚れにはエタノール、アセトン等を用いる。これら溶剤はパッキン等と接触しないように注意する。清掃後は十分な乾燥の後、組み立てる。インパクト方式では、インパクト用フィルターをセットしてからスポイト等でインパクト用オイルを規定量滴下する。

3) 試料大気導入管

試料大気導入管は鉛直の直管を用いる。PM_{2.5}の物理的、化学的性状を変化させることなく粒子捕集部まで導入できることが必要である。

材質

試料大気導入管は内面が滑らかなものであって測定値に影響を及ぼす物質を発生させない材質が望ましく、ステンレス鋼、アルミニウム合金、または陽極酸化処理アルミニウム製などとする。

試料大気導入管の清掃

管の汚れ具合はその地域の粒子状物質の濃度によっても異なるが、清掃頻度は各機器の取扱マニュアルによることとし、通常は年に1~2回行う。清掃の方法は、分粒装置の清掃と同様とする。

4) フィルター保持部

フィルターホルダ

フィルターホルダは、フィルターを容易に交換でき、かつフィルターの破損及び空気漏れを生じさせない構造とする。

a フレーム：材質は、耐蝕性のものとし、フィルターの捕集有効面積がフィルター面積の7割以上確保されるものとする。

b フィルターホルダ：フィルターに通気した際、気流によってフィルターが破損しないように保持できる強度を有し、かつフィルターに不純物を付与しないよう耐食性の素材で作られている必要がある。

c Oリング：空気漏れを生じさせないため必要に応じて用いる。フィルターに直接接触することから、フィルターに不純物を付与しない素材で作られている必要がある。通常、ポリテトラフルオロエチレン（以下「PTFE」という。）製のものをを用いる。

締め付け具

フィルターホルダを装着した際、破損及び空気漏れを生じない構造で、耐食性の素材で作られている必要がある。フィルター保持部の例を図3-6-6に示す。

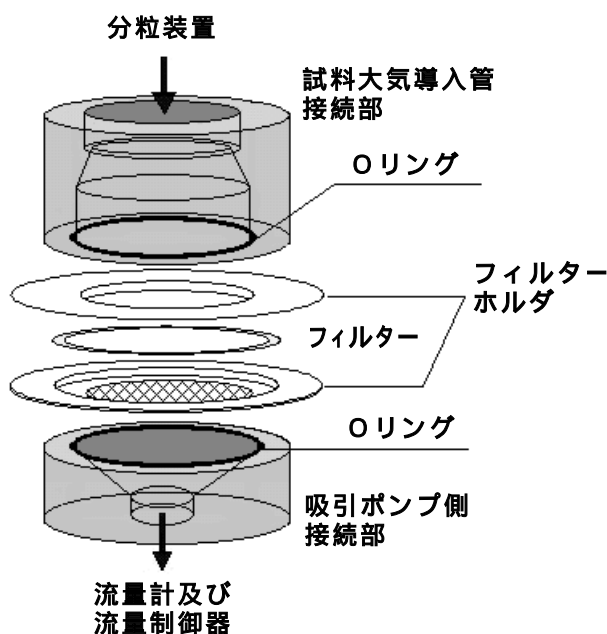


図 3-6-6 フィルター保持部の構成

5) 流量制御器

吸引流量は原則として、分粒装置の設定流量とし、実流量制御及び実流量表示を行なう。PM_{2.5}の測定にあたっては、試料大気中の粒子状物質に対する分粒特性が常に一定に保たれている必要があり、フィルターの圧力損失の変化に関わらず、常に分粒装置に導入される大気流量は、分粒装置の設計流量に対して24時間の流量変動で±4%以内に保つよう制御できなければならない。流量の制御には一般に熱式質量流量計(マスフローメータ)を用いた質量流量制御器(マスフローコントローラ)が使用されているが、流量制御は実流量を一定に保つ必要があるため、捕集時の大気温度、大気圧により換算した実流量制御機能が必要である。

6) 吸引ポンプ

吸引ポンプは偏心ロータリーポンプ、ダイヤフラムポンプなど測定条件に対して十分に流量及び真空度が大きく(分粒装置の設計流量の1.5倍以上、-30kPa以上の吸引圧力をもつもの)、脈動が少ないものである必要がある。また、長期間の測定に十分な耐久性を持ち、測定周辺の環境を考慮し、騒音レベルの低いものを装備する。

7) 表示部・記録部

表示部は、採気取開始日時、採気取終了日時、瞬時吸引実流量、大気温度、ろ過後の空気温度、大気圧及び積算実流量を表示できるものとする。記録部は、表示部に表示されるデータを採気取後1日以上記録できることとする。また、サンプリングの中断などの異常が生じた場合の表示、記録ができるものとする。

8) 温度計

大気吸引時の温度()を測定できかつ捕集中に測定値を表示、記録できるものを使用する。実環境において分解能が0.1を確保すること。

9) 大気圧計

実環境において分解能が0.1kPaを確保すること。

10) その他

捕集開始及び終了の自動ON/OFF機能を備えていると便利である。常時監視の場合、捕集時刻が0時~24時であるため、手動で実施する場合は、フィルターの交換時間を考慮し2台の捕集装置を交互に使用する、もしくは自動でフィルター交換するタイプの捕集装置を使用する。なお、待機状態あるいは捕集終了後であっても、フィルター部の温度が外気温度に対して±5以内に維持できる機能を有する必要がある。

(4) フィルター

1) 質量濃度測定に用いるフィルターに要求される性能

粒径(空気動力学径)0.3 μ mに対して99.7%以上の捕集効率を有すること。

圧力損失ができるだけ少ないこと。吸引流量16.7L/minにて清浄空気を流したときの圧力損失は30cmAq以下が望ましい。

捕集有効面積がフィルター全面積の7割以上であること。

吸湿性が低いこと。具体的には、相対湿度35%の空気に24時間放置したときと相対湿度40%の空気に24時間放置したときの質量の差が、10 μ g以内であること。

帯電性が低く、試料捕集時や秤量に対する静電気の影響が少ないこと。

化学的な反応性が少ないこと。

取扱上十分な強度を持つこと。

質量安定性が良いこと。

これらの性能を満たすフィルターの仕様の例として、材質は PTFE または同等の材質、サポートリング付きで径は 46.2 ± 0.25 mm、厚さは 30 ~ 50 μm 、ポアサイズは 2 μm のものが挙げられる。またサポートリングの仕様の例として、材質はポリメチルペンテン (PMP) またはこれと同程度に化学的に安定な材質、外径は 46.2 ± 0.25 mm、厚さは 0.38 ± 0.04 mm、幅は 3.68 mm (+0.00 mm, -0.51 mm) のものが挙げられる。

PTFE 製フィルターは帯電性が高いため静電気の除去が必要であり、また酸性ガスの吸着も無視できないが、石英繊維製フィルター等と比較してフィルター質量は少なく吸湿性が低いなどの点から質量濃度測定に用いられている。

なお、成分分析を行う場合は石英繊維フィルター等、目的に応じたフィルターを選択する必要がある。

(5) フィルターの秤量及び $\text{PM}_{2.5}$ の捕集

フィルターの秤量及び $\text{PM}_{2.5}$ の捕集の作業フローを図 3-6-7 に示す。

1) フィルターの秤量条件

温度 21.5 ± 1.5 、相対湿度 $35 \pm 5\%$ に保たれた恒温、恒湿の部屋 (以下「コンディショニングルーム」という。) であること。コンディショニング時間は 24 時間以上とする。また、秤量に用いる天秤の感度は、1 μg 以下の感量のものを用いる。測定用天秤及びフィルターは同一の環境条件下にあることとする。フィルターの材質として規定されている PTFE は帯電性が高いため、秤量に当たっては有効な静電気除去を行なう。

2) 捕集前のフィルターの準備

フィルターの識別

フィルターはナンバリング等により確実に識別すること。番号等はフィルター用収納容器に記入するかメーカーによっては製造時に刻字されている固有番号等を活用し、フィルターには直接記入しないこと。ブランク用のフィルターにも同様とする。なお、複数の収納容器を同時に開けて作業することなどによるフィルターの取り違いにも、十分に注意する。

ブランク用フィルターの準備

a ラボブランク

実験室内には必ず同一ロットの参照用フィルターとしてラボブランク用フィルターを 3 枚以上保管する。サンプルフィルターと同時にラボブランク用フィルターの秤量を行い、秤量値の補正を行う。

b トラベルブランク

トラベルブランクはサンプルフィルターと同様に運搬する。トラベルブランク用フィルターは捕集に用いるフィルターの装着作業の間、すべて開封する。フィルターの装着作業が終了したら、トラベルブランクフィルターは再び密封する。フィルターの回収作業においても同様の操作を行う。フィルターが静電気を帯びていると開封時に汚染されやすいため、フィルターの取り扱いにはできるだけ清浄雰囲気で行

3.6.1
(5)

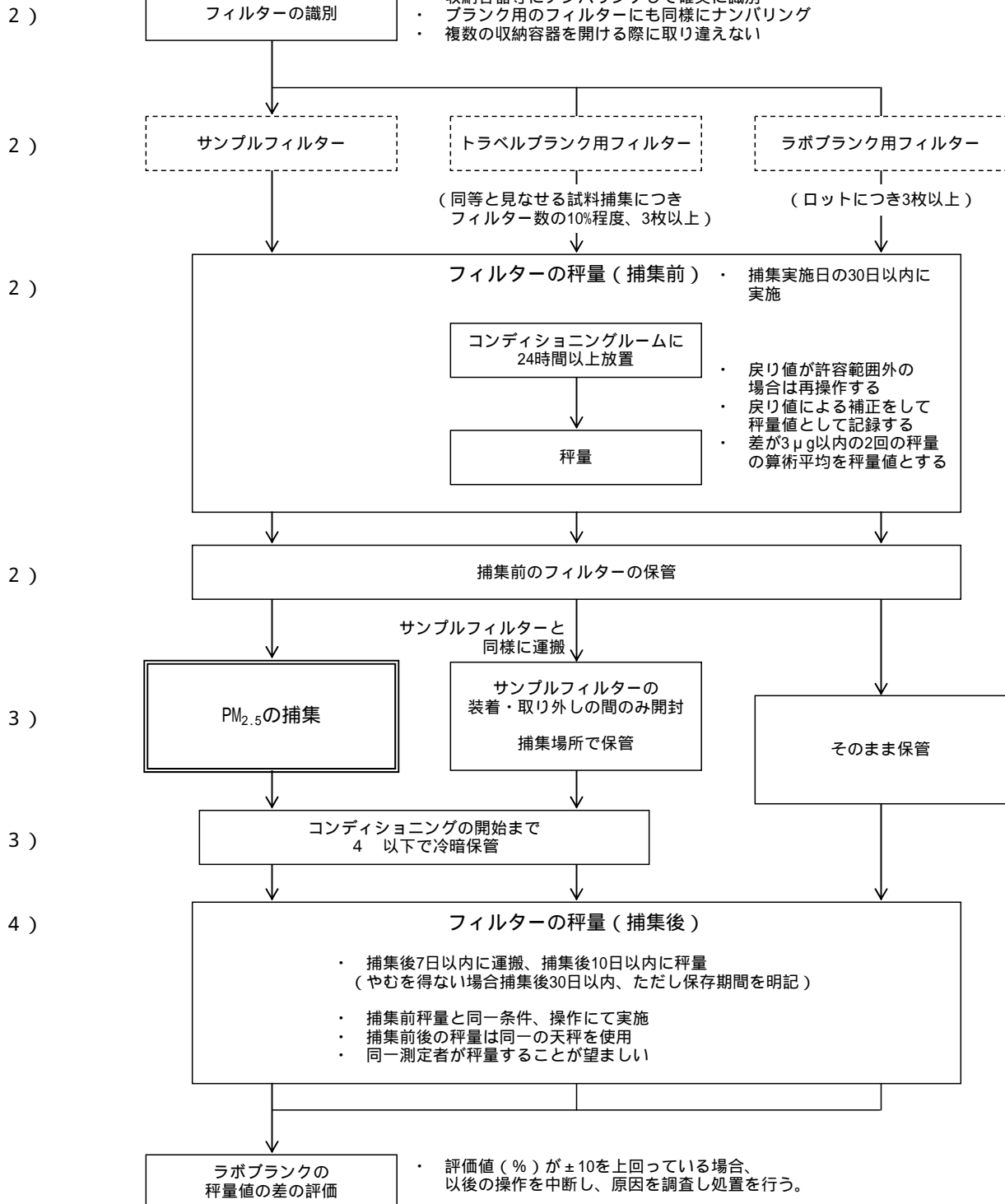


図 3-6-7 フィルターの秤量及び PM_{2.5} の捕集の作業フロー図

うこと。近年は携帯型の除電器も市販されているので適宜活用する。

トラベルブランク用フィルターは、調査地域、時期、輸送方法などを考慮し、同等と見なせる一連の試料捕集において、準備するフィルターの10%程度の頻度で、少なくとも3枚以上を確保する。トラベルブランク用フィルターは捕集用と同一ロットとする。

フィルターの秤量（捕集前秤量）

フィルターは温度 21.5 ± 1.5 、相対湿度 $35 \pm 5\%$ に保たれたコンディショニングルームに24時間以上放置した後、トレーサビリティの確保された標準分銅によって校正されている感度 $1\mu\text{g}$ を有する精密天秤を用いて秤量する。なお、毎日の感度確認は天秤の内部分銅により実施する。

天秤の窓を閉めた状態で天秤が安定していることを確認後（フィルターを置かない状態で、指示値がゼロで安定していること）、フィルターを置いて窓を閉め、指示値が安定するまで待って $1\mu\text{g}$ の単位まで秤量し、その秤量値を記録する。

秤量値を記録後、フィルターを取り除いて窓を閉めたときの天秤の戻り値を確認する。戻り値が $\pm 3\mu\text{g}$ 以内（試料捕集量が $300\mu\text{g}$ 以上である場合には $\pm 1\%$ 以内）にない場合はその秤量値は破棄し、再度同じ操作をくり返す。戻り値が範囲内に収まった場合は戻り値の2分の1の値を秤量値から差し引いて補正し（試料捕集量が $300\mu\text{g}$ 以上である場合には補正不要）、1回目の秤量値として記録する。上記操作を再度行い、2回の秤量値の差が $3\mu\text{g}$ 以内になるまで秤量を繰り返す。秤量値は2回の秤量の算術平均値とする。

なお、天秤に付随するオートゼロ機能の中には $\pm 3\mu\text{g}$ を超えていてもゼロとするものがあるため注意する必要がある。

秤量に影響を及ぼす要素としては温度、湿度、気圧によるものが最も大きく、それ以外に振動、静電気等があげられる。これらの要素の影響が小さければ天秤は安定するはずであり、頻繁にゼロ点が一定の範囲から外れる場合は、秤量操作を中止し原因の排除に努めなければならない。

秤量の順番は、ラボブランク用フィルター、サンプルフィルター、トラベルブランク用フィルター（確保している場合）の順番で秤量する。この際、秤量開始時刻、終了時刻、室温、湿度を記録する。

捕集前のフィルターの保管

秤量の終了したフィルターはフィルター収納用容器に入れ、さらにチャック付きのポリ袋等に入れた状態にて使用（運搬開始）までコンディショニングルームにて保管する。ラボブランク用フィルター、トラベルブランク用フィルターも、同様に取り扱う。ラボブランク用フィルターは、捕集後のフィルターのコンディショニングの開始まで、そのままコンディショニングルームに保管する。

なお、フィルターは捕集前秤量から30日以内のものを用いる。

フィルターホルダへのフィルターの装着

フィルターの装着の前に、フィルターホルダのフィルターと接触する部分や、大気が通過する部分の周辺を、エタノールを湿らせたガーゼ等で洗浄し、汚れがないことを確認する。次に洗浄に用いたエタノールを完全に除去した後、フィルターを装着しフィルター番号を記録する。

3) PM_{2.5}の捕集

捕集装置の設置条件

試料大気導入口は水平な状態とし、高さは、地上 3m 以上 10m 以下とする。ただし、地上より 10m 以下では地域代表性が得られないと判断される場合は、30m を超えない範囲で実態に応じた適切な高さを設定する。

また、捕集装置の設置場所は、上空や周囲が十分に開けている必要があり、周辺に他の試料空気導入口や捕集装置その他設置物等がある場合は、それら設置物より 1m 以上離して設置することが望ましい。さらに、捕集中および捕集後のフィルター部の温度が外気温度に比べて 5℃ を超えて上回らないよう、日射、照返し、通風の妨げ等の影響に注意する。30 分以上連続して 5℃ を超えて上回る場合には、その状況を記録するとともに、原因の排除に努める。

試料大気導入管の取付条件

試料大気導入口より粒子捕集部までの最大長さは 5m 以下とし、PM_{2.5} 分粒装置出口より粒子捕集部までの最大長さは 1.5m 未満とする。

測定局舎屋内に捕集装置を設置する場合には、試料大気導入管は局舎の天井を貫通させて取り付けることが通常必要となる。

漏れ試験の実施

試料大気導入口(又は分粒装置)から吸引ポンプまでの流量制御回路(バイパス回路)を含む試料捕集系について漏れ試験を実施する。漏れ試験の実施方法については使用する捕集装置により異なることから、使用する装置のマニュアルに従って実施する。一連の試料捕集の初めには必ず実施すること。1 か月毎に確認することが望ましい。

フィルターの設置

前秤量済みのフィルターを装着したフィルターホルダを、空気漏れが生じないように固定し、装着したフィルターの番号を記録する。前秤量から 30 日以内のフィルターを用いること。

サンプリング条件設定

大気吸引流量を分粒装置の設計流量に設定し、その他必要な測定条件パラメータの設定、確認及び記録を行う。また、試料捕集地点の気象要素(気温、湿度、大気圧、天候等。なお、周辺にて風向風速の観測が行われている場合は参考として記録を入手するとよい)、周辺の状況等の必要事項を記録する。

サンプリング開始と終了

試料大気の導入を開始し、捕集開始時刻を記録する。捕集時間は 24 時間を原則とする。稼働が安定した段階で捕集装置の作動状況を確認し、各種パラメータ(吸引実流量、フィルター部温度など)について記録を行う。捕集終了後、終了時刻を記録し、積算実流量及び各種パラメータについて記録する。

サンプルの回収と運搬

フィルターホルダから捕集済みのフィルターを取り外し、フィルター用収納容器に入れる。この時フィルターの表と裏を観察し、試料空気の漏れがないことを確認する。フィルター用収納容器を遮光し、さらにチャック付きのポリ袋等に入れ、冷暗状態が維持できる方法で、できるだけ速やかに運搬する。運搬後は、捕集後のフィルターのコンデ

イシヨニングの開始まで、4 以下で冷暗保管する。試料捕集後のフィルターの秤量は、可能な限り速やかに行う。具体的には、捕集後、7日以内に運搬を行った上で、運搬までの期間を含め、10日以内に秤量を行う。何らかの理由により10日以内に秤量ができない場合は、捕集後30日以内には秤量を行い、測定結果及び保存期間を明記する。

フィルター用収納容器は、フィルターを汚染させることがなく、また、ふた等がフィルターの捕集面に接触しない構造とする。

なお、フィルターホルダはフィルターの装着時と同様にエタノールを湿らせたガーゼ等で洗浄しておく。

4) 試料捕集後のフィルターの秤量

捕集後のフィルターは、捕集前秤量と同一条件、操作にて実施する。コンディショニングルームにて保管していたラボブランク用フィルター、トラベルブランク用フィルターも、同時に秤量操作を開始する。捕集前後の秤量は同一の天秤を用いる。また同一測定者が秤量することが望ましい。

ラボブランク用フィルター(3枚以上)は、捕集前後の質量差の算術平均値を求める。次に、個々の試料について捕集後秤量値と捕集前秤量値の差を求め、先に求めたラボブランク用フィルターの算術平均値の割合(%)を算出する。

$$\frac{\Delta WL}{(W_e - W_b)} \times 100$$

W_e : 捕集後のフィルターの秤量値 (μg)

W_b : 捕集前のフィルターの秤量値 (μg)

WL : ラボブランク用フィルター(3枚以上)の質量変化(捕集後秤量値 - 捕集前秤量値)の算術平均値。

この割合が±10%を上回っている場合、以後の操作を中断し原因を調査し処置を行う。

(注) フィルターの取り扱いは、手袋やピンセットなどを使用して直接手で触れない。

(注) PTFE製フィルターは、秤量に際してフィルターの静電気を放電させる。例えば、フィルター秤量用天秤に10MBq以下の密封線源(²¹⁰Poあるいは²⁴¹Am等)を置く、またはイオナイザ搭載型の精密天秤を用いる。

(6) 質量濃度の算出

1) 質量濃度算出方法

試料捕集前後のフィルターの質量及び吸引大気量から、次式によりPM_{2.5}の質量濃度C(μg/m³)を算出する。

ただし、試料捕集中に分粒装置の設計流量より±10%以上超過した場合には欠測扱いとする。また、規定流量より±5%以上超過が5分以上続いた場合には、測定結果は参考値として扱い、その理由を明示する。

$$C = \frac{W_e - W_b - \Delta WL}{V}$$

C : PM_{2.5}の質量濃度 (μg/m³)

W_e : 捕集後のフィルターの秤量値 (μg)

W_b : 捕集前のフィルターの秤量値 (μg)

WL : ラボブランク用フィルター(3枚以上)の捕集前後の質量変化(捕集後秤量値 - 捕集前秤量値)の算術平均値。

V : 吸引大気量 (m³)

* 濃度の算出に用いる吸引大気量 V (m³)は個々の試料の実流量に基づくものとする。

2) トラベルブランクの扱い

トラベルブランク用フィルターの各々について(W_e - W_b - WL)を算出し、それらの算術平均値を求める。個々の試料濃度 C に対してトラベルブランク濃度 C (算出に用いる吸引大気量 V は個々の試料の実流量に基づく)を求めたとき、トラベルブランク濃度 C が正の値であり、試料濃度の値の 10%を上回っている場合、その試料については、捕集操作、運搬等において汚染されたものとして原則として欠測扱いとし、原因の調査、改善を行う。必要に応じてこれらの測定値を用いる場合は参考値扱いとし、備考等に理由を記載する。

$$\frac{\overline{LB_c}}{S_c} \times 100$$

$\overline{LB_c}$: トラベルブランクフィルター(3枚以上)の平均濃度 (μg/m³)

S_c : 個々の試料濃度 (μg/m³)

* 濃度の算出に用いる吸引大気量 V (m³)は個々の試料の実流量に基づくものとする。

(7) 校正及び確認等について

1) 流量

捕集装置の流量計及び流量制御器には様々なタイプがあり、確認や校正の具体的な手順は各々の操作マニュアルに従うが、基本的に以下の内容を実施する。

実流量の確認と流量制御器の調整

試料大気導入口に校正済み流量計を接続し、実流量を測定する。実流量の表示機能を持つ流量計を用いる場合は、その表示値に対して測定機の表示流量値が±5%以内であることを確認する。実流量の表示機能を持たない流量計を用いる場合は、確認時の気温と気圧を用いて実流量に換算し、その値と測定機の表示流量値を比較して±5%以内であることを確認する。

この範囲を超えている場合には、流量制御器の調整、修理を行う。また、それ以前に点検を実施した時点からの測定値について検証を行い、個々の測定値の採用の可否を判断する。補正式による補正值や参考値として測定値を用いる場合は、必ず注釈を付け測定値の信頼性に関して明示すること。

実流量の確認は1か月ごとの頻度で行うことが望ましい。

流量計の清掃と校正

流量計は定期的に指示値の点検、調整を行う。流量指示値は基準流量計に対して2%以内とする。これを超えた場合は、校正済み流量計と交換、もしくは清掃、調整(校正)、修理等を実施する。また、それ以前に点検を実施した時点からの測定値について検証を行い、個々の測定値の採用の可否を判断する。補正式による補正值や参考値として測定値を用いる場合は、必ず注釈を付け測定値の信頼性に関して明示すること。なお、点検及び調整はフィルターを装着した状態で行う。

流量計の清掃、修理の他、機器の移動を実施した時も、流量校正を実施する。

2) 漏れ試験

捕集前に漏れ試験を実施する。実施手順は、基本的に各々の操作マニュアルに従うものとし、決められた基準に基づき漏れの有無を判断する。漏れが確認された場合は、配管のつなぎ部分等をチェックし再度、同様の手順で確認する。

なお、通常のサンプリング状態で試料大気導入口を塞ぎ流量が0に近づくかを見るような方法は、その後、流量が不安定になることがあるため、避けることとする。

3) 温度計の点検

温度計は、外気温の測定用とフィルター周辺温度の測定用に、2か所に装備されている。点検の具体的手順は、各々の操作マニュアルに従うものとするが、基本的に以下の内容を実施する。

日常的な点検は、外気温測定用の温度計については、本体の表示値と設置場所と同じ測定局等で測定されている温度との比較を行う。フィルター周辺は、外気温に対して ± 5 以内であることを本体の表示により確認する。

なお、これらの温度計は一定の頻度(6か月~1年)で、検定あるいは校正済みの温度計を用いて指示値の確認を行う。外気温測定用温度計は、通常は保護用筐体内に取り付けられている。従って、比較に用いる温度計に直射日光が当たらないなど、作業時には対象温度計と同じ条件下となるように配慮する。また、フィルター周辺温度の確認の際は、フィルターホルダを取り外すなどして、元々取り付けられているセンサーの近傍に比較用温度計のセンサーが入るよう工夫する。

確認の結果、調整や交換を行った場合には、それ以前に点検を実施した時点からの測定値について検証を行い、個々の測定値の採用の可否を判断する。補正式による補正值や参考値として測定値を用いる場合は、必ず注釈を付け測定値の信頼性に関して明示すること。

4) 天秤の点検・校正

日常的な点検

天秤には自己校正機能があり、具体的手順は各々の操作マニュアルに従うものとするが、自動校正モードがある場合は常に一定頻度で校正動作が行われるように設定しておく。秤量を実施する直前には自動校正が正常に実施されていることを確認し、実施されていない場合には手動で実施する。

定期点検・校正

とは別に、メーカーによる点検サービス及び校正を定期的実施し、トレーサビリティを確保する。必要に応じて再校正を受ける。

3.6.2 自動測定機が満たすべき基本的条件

常時監視において用いる自動測定機は、以下に示す条件を満たした上で、標準測定法であるフィルター捕集-質量法によって測定された質量濃度と等価な値が得られ、かつ、必要とされる測定精度が確保されなければならない。フィルター捕集-質量法と自動測定機の等価性は、当分の間、環境省が中心となって実施する並行試験によって評価される。(試験方法及び評価方法については、3.6項末尾の「参考資料」を参照。)

(1) 物理量と質量の関係

測定される物理量が質量と一定の関係にあること、または測定される物理量と質量との補正関係が明確であること。

なお、現在用いられているPM_{2.5}の自動測定機を3.6.3～3.6.5に記載するが、これら以外の測定原理を妨げるものではない。

(2) 分粒装置の特性

分粒装置を有する機種は、フィルター捕集-質量法と同様に、分粒装置の特性として50%分粒径が2.5 μmであること。また、分粒装置の性能としては、JIS Z 8851で規定されているように、50%分粒径が 2.5 ± 0.2 μm、80%分粒径に対する20%分粒径の比で規定する傾きが1.5以下を満たすこと。

また、分粒装置を有しないものについては、上述の分粒装置の性能と同等の性能を有すること。

(3) 平均化時間(時間分解能)

自動測定機の平均化時間は24時間とする。なお、1時間値の出力(記録)が可能であることが望ましい。ただし、現段階では1時間値は参考値として取り扱うこととする。

(4) 測定濃度範囲

測定濃度範囲は1日平均値として2～200 μg/m³が測定可能であること。また、1時間値としては1000 μg/m³まで測定可能であること。

なお、自動測定機の測定原理における誤差要因等により、PM_{2.5}濃度が非常に低い場合に1時間値がマイナスの値になることがあるが、1日平均値を算出する際を含め、マイナスの値をそのままの値として扱うこと。

(5) 点検及び校正方法

各測定原理に基づく点検及び校正に係る技術的方法が確立されており、定期的な点検により測定値の恒常性が維持されること。

(6) 機差

同機種の自動測定機を複数台同時に測定(並行測定)したときの1日平均値の差が一定の範囲にあること。

(7) 吸引流量

フィルター捕集-質量法と同様に、吸引流量は原則として分粒装置の設定流量とし、実流量制御及び実流量表示を行うこと。

(8) 相対湿度の変化への対応

相対湿度が測定値に与える変化を抑制するための機能(以下「除湿装置」という。)を有すること。

3.6.3 ベータ線吸収法自動測定機

(1) 測定原理

ベータ線吸収法は、低いエネルギーのベータ線を物質に照射した場合、その物質の単位面積当たりの質量に比例してベータ線の吸収量が増加することを利用した測定方法である。

ろ紙上に捕集した $PM_{2.5}$ にベータ線を照射し、透過ベータ線強度を計測することにより、 $PM_{2.5}$ の質量濃度を測定する。透過ベータ線強度と捕集された $PM_{2.5}$ の質量との関係は次式の通りである。

$$I = I_0 e^{-\mu_m \cdot X_m}$$

I : フィルターと捕集 $PM_{2.5}$ をとも通過したベータ線強度

I_0 : フィルターのみを通過した透過ベータ線強度

μ_m : 質量吸収係数 (cm^2/g)

X_m : 捕集された $PM_{2.5}$ の単位面積あたりの質量 (g/cm^2)

(2) 測定機の構成

ベータ線吸収法自動測定機の基本構成は、図 3-6-8 に示すように試料大気導入口、分粒装置、 $PM_{2.5}$ 検出機構(フィルター供給機構、ベータ線源、検出器等から成る)、流量計及び流量制御器、吸引ポンプ、演算制御器、表示部及び記録部等からなる。また大気温度計、大気圧計、その他機械的、電気的な制御系を含む。

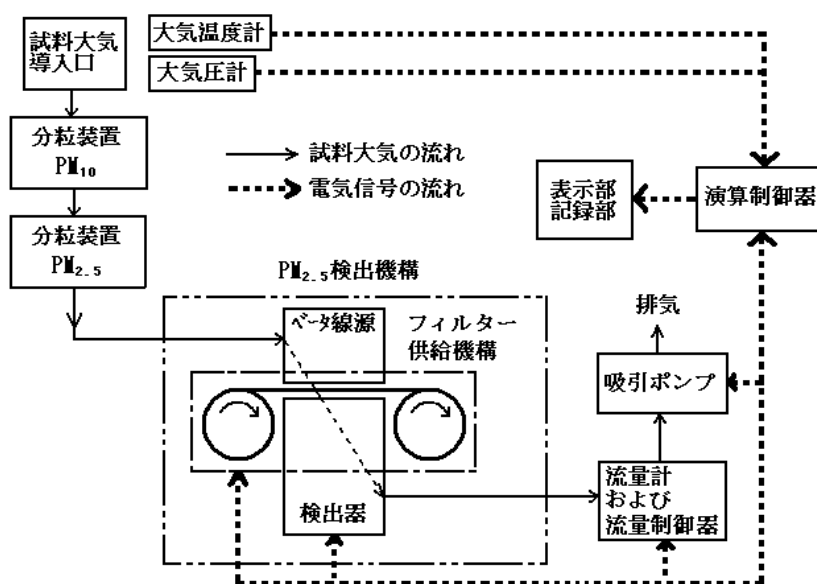


図 3-6-8 ベータ線吸収法自動測定機における捕集・計測方法の模式図

(3) 各部の構造

1) 試料大気導入口

フィルター捕集-質量法に準ずる。

2) 分粒装置

フィルター捕集-質量法に準ずる。

3) 試料大気導入管

フィルター捕集-質量法に準ずる。

4) PM_{2.5} 検出機構

フィルター供給機構、ベータ線源、検出器等から成り、着脱できるテープ状フィルター上に PM_{2.5} を一定時間毎にスポット状に捕集し、捕集前後の透過ベータ線強度を計測する機構。

フィルター供給機構

PM_{2.5} 捕集用フィルターを供給し、測定後に巻き取るもので、リールに巻かれたテープ状のフィルターを一定時間毎に左右または一定方向に一定の長さだけ移動させ、測定が終了すると巻き取りリールにフィルターを巻き取る機構。

捕集フィルターとしては通常の使用で1か月から3か月間連続して使用できる長さのテープ状のフィルターが用いられる。使用するフィルターの粒子状物質捕集効率は、0.3μm の粒子状物質の捕集効率が 99.7% 以上とする。

フィルターの選択にあたっては、撥水性が高くガス吸着や吸湿が少なく、十分な強度を有する材質を選ぶ必要がある。現在、低濃度測定用として PTFE 製のものが市販されている。ただし、PTFE 製フィルターの機械強度はガラス繊維製フィルターと比較して低く、多量の粉じんが捕集されると「たわみ」を生じ、測定値に誤差を生じる可能性がある。道路沿道など高濃度の出現が予想される場所での測定では注意が必要である。

ベータ線源

ベータ線源は密封線源で ¹⁴C または ¹⁴⁷Pm の 10MBq 以下の線源を用いる。

検出器

試料捕集前後のフィルターによって吸収されるベータ線の強さを測定するもので、シンチレーション検出器、電離箱または半導体検出器などを使用する。

5) 流量計及び流量制御器

フィルター捕集-質量法に準ずる。

6) 吸引ポンプ

吸引ポンプは規定の流量が維持できるよう吸引能力に余裕のあるものを用いること。

7) 演算制御器

演算制御器は、各構成要素に対し信号を発生し、次の操作を所定のプログラムに従って自動的に繰り返す機能を持つもので、測定周期は1時間ないしは24時間を基本とする。また実流量の計算も行う。仕様どおりに動作させたとき、以下の動作(演算)が正常に制御される必要がある。

フィルターの移動

ブランク及び PM_{2.5} を捕集したフィルターに対するベータ線量の測定及び積算実流量による PM_{2.5} 質量濃度の演算

吸引の開始及び停止

流量制御への制御信号の発信、実流量値の計算

フィルターの背圧の測定及び設定値を超えた場合の再測定動作

表示部、記録信号の演算結果の発信

8) 表示部・記録部

表示部は、測定日時、積算実流量による PM_{2.5} 質量濃度測定値(1 時間値・1 日平均値・その他)、積算流量(積算実流量)、瞬時流量(瞬時実流量)、各部の温度計・湿度計の値、その他運転パラメータ等について、デジタル値または等分目盛りでの表示ができること。記録部は、これらのデータを内部メモリー等に記録するとともに、回収して測定状況の確認や解析等に利用できること。

9) 温度計

フィルター捕集-質量法に準ずる。

10) 大気圧計

フィルター捕集-質量法に準ずる。

(4) 校正方法等

先に、並行試験の実施によりフィルター捕集-質量法(標準測定法)と自動測定機の等価性が必要なことを記載したが、この等価性の確認と併せ、自動測定機の設置現場において適切な維持管理を行うことにより、トレーサビリティの確保及び精度を保証する仕組みが必要となる。

感度の維持のための日常の校正時は等価入力を用いた静的校正によってもよい。

しかし、等価性が確認された機種についても、その確認プロセス、維持管理だけではチェックしきれないデータ測定値の信頼性・精度の要因がありうるため、測定現場でも、捕集系まで含めた測定機全体の性能を確認するために、フィルター捕集-質量法との同時測定による確認(以下「一致性の確認」という。)を行う必要がある。

1) 静的校正

静的校正は等価入力として用いられる等価膜をフィルターに密着させベータ線の吸収量の変化を計測する。指示値が所定の値に対して機器付属の取扱説明書に記載されている指示誤差の範囲内であることを確認する。これを超えて変動している場合には、機器の調整または修理を行う。

2) 空試験

試料導入口より清浄空気を導入し、濃度測定データを 15 個以上測定する。測定値の算術平均値が、機器付属の取扱説明書に記載されている空試験における誤差の範囲を超えないこと。これを超えて変動している場合には、捕集系を含めた測定機全体の点検、修理を行う。また、それ以前に空試験を実施した時点からの測定値は、検証を行い採用の可否を判断する。参考値として測定値を用いる場合は、必ず注釈を付け測定値の信頼性に関して明示すること。

空試験は機器の定期検査(1年に1回以上)、修理時、その他必要に応じて行う。

3) 一致性の確認

新たな機器の設置時、更新時や定期的な校正として、一致性の確認を行う必要がある。

一致性の確認方法としては、標準測定法(フィルター捕集-質量法)又は標準測定法との等価性が確認できた自動測定機との並行試験を行うことが考えられるが、等価性の評価方法と矛盾しない方法によるものとする。

(5) 測定上の注意事項

1) マイナス値

ベータ線吸収法では原理的に核種崩壊の確率誤差を伴うため、1時間値がマイナスになることもある点に留意し、マイナス値として取り扱うこととする。1日平均値を求める際もマイナス値として取り扱わなければならない。

2) 捕集フィルターの交換

ロールフィルターの交換頻度は機種によっても異なるが、1か月～3か月に1回の交換が必要である。捕集フィルターを交換したときは、必ず等価膜を用いて静的校正を行う必要がある。

3) 流量計の清掃と校正

流量計は定期的(半年毎)に指示値の点検、調整を行う。流量指示値は基準流量計に対して $\pm 2\%$ 以内でなければならない。基準流量計との差がこれを超えている場合には、校正済み流量計との交換、もしくは清掃、調整(校正)、修理等を実施する。清掃、修理等を実施したときは、必ず流量校正を実施する。

4) 流量制御器・ポンプ容量

ベータ線吸収法は過捕集方式であるので、高濃度時に捕集粒子状物質によって圧力損失が増大し流量が低下する恐れがある。流量の低下は分粒装置の分粒特性を変え、測定精度を低下させるため、分粒装置への流量が常に設計流量となるよう、流量制御器を備える必要がある。流量制御器は分粒装置の設計流量に対して24時間の流量変動で $\pm 4\%$ 以内に保つよう制御できなければならない。また、使用するポンプは粒子状物質の捕集による圧力損失の増大に十分対応できるもの(分粒装置の設計流量の1.5倍を目安とする)を装備する必要がある。

5) 実流量の確認と流量制御器の調整

フィルター捕集-質量法に準ずる。

6) ポンプ関連部品

機種によって異なるが、ポンプ本体は1～3年程度、ダイヤフラム及び捕集部のパッキンは年に1～2回程度の頻度で交換する。

7) 線源の取扱い

ベータ線源は ^{14}C や ^{147}Pm 等の低いエネルギーのものが使用されている。使用されている線源は10MBq以下で、放射線障害防止法に規定された放射性同位元素には該当しないが、線源の保護膜が薄く破損しやすいので取扱いには十分注意を要する。線源の交換、廃棄は必ず製造業者に依頼する。

8) 日常点検項目と頻度の設定

機器付属の取扱説明書を参考に維持管理上の必要事項とその頻度を設定する。

(6) 点検要領

測定機を常に最良の状態を使用するためには、良好な保守点検が必要である。使用する測定機の測定原理、特徴を十分に理解した上で、定期的に管理を行えば、性能が最大限に発揮される。また、日常点検によって異常を早期に発見することができる。「3.1.1 点検要領」に各測定機に共通する保守点検の内容と実施頻度を示す。この実施頻度は最低限の頻度を示したものであり、設置場所や機種による機構等の違いもあるので、測定機の指定の方法や取扱説明書等を参考にし、実態に即した点検周期を決定し、保守点検を実施すること。

1) 実流量の確認

フィルター捕集-質量法に準ずる。実流量が設定流量どおりに維持されているかを確認するため、年1~2回、実流量の確認を行う。

2) フィルターの確認

フィルターが次回交換時まで十分に残っていることを確認する。また、フィルターのスポット形状や位置を調べ、昆虫や剥離した汚れの付着、スポット外への漏れ等が無いか確認し、異常値等があった場合に備え測定終了後のろ紙も測定値の確定まで保存しておくこと。

3) 静的感度確認

日常の感度確認は、等価膜を用いた静的感度確認により月1回以上行う。

4) 試料大気導入口、分粒器の清掃

試料大気導入口、粗大粒子受け部は、1か月に1回程度清掃し、分粒器の内壁についても6か月に1回程度、中性洗剤等を用いて定期的に清掃する。

5) 温度計の確認

フィルター捕集-質量法に準ずる。

6) 空試験

空試験を年1回以上行う。

7) テレメータ出力の確認

出力されているかどうかの確認は、テスターで十分であるが、調整を行う場合には、適正なレンジの電圧計を使用する。

(7) ベータ線吸収法と光散乱法のハイブリッド法

ハイブリッド法は、ベータ線吸収法と後述の光散乱法を用いて大気中の微小粒子状物質を測定する手法である。光散乱法による $PM_{2.5}$ の測定値は、直接質量濃度を測定するものではないため、質量濃度とするためには換算係数(F値)を求める必要がある。ハイブリッド法ではこのF値をベータ線吸収法にて測定した値に基づき算出する。ハイブリッド法は、従来の光散乱法のようにロウポリウムエアサンプラを用いてF値を求めることなく、F値算出に数時間程度の直近のベータ線吸収法のデータを利用するため、粉じんの質が変化する場合においても追従性が良い。また、光散乱法が主であるため時間分解能が高いという特徴がある。

ハイブリッド法の試料大気導入口、分粒装置、試料大気導入管は、フィルター捕集-質量法と同様である。分粒装置で分粒された気流は除湿部を通過し検出部に入る。まず、光散乱測定部において、微小粒子状物質の通過により発生する散乱光の強度から濃度を測定する。光散乱測定部を通過した後、微小粒子状物質はフィルター上に捕集される。そこでは、捕集前

後のベータ線強度を検出し、その減衰量から質量を計測する。

なお、ハイブリッド法においても1時間値がマイナスになることがある。

3.6.4 フィルター振動法自動測定機

(1) 測定原理

フィルター振動法 (TEOM: Tapered Element Oscillating Microbalance) は、円錐状の秤量素子を持ち、下部は固定され、先端にはフィルターカートリッジがセットされている。この秤量素子には外部から振動が与えられており、フィルターカートリッジと共に固有の振動数で振動している。試料大気はこの秤量素子部に導入され、試料大気中の PM_{2.5} はフィルターカートリッジに捕集される。これら粒子による質量増加により、振動素子の振動数が減少する。この振動数の変化量と捕集粒子の質量には以下の関係があることから、振動数の変化を計測することで捕集質量を算出し、吸引した試料大気量から PM_{2.5} の質量濃度を算出する。

$$\Delta m = K_0 \left(\frac{1}{f_1^2} - \frac{1}{f_0^2} \right)$$

$$m = \frac{\Delta m}{V}$$

- Δm : PM_{2.5} 質量増加分 (μg)
 K_0 : 振動係数 (Hz)
 f_0 : 質量増加前の振動数 (Hz)
 f_1 : 質量増加後の振動数 (Hz)
 m : PM_{2.5} 質量濃度 (μg/m³)
 V : 捕集大気量 (m³)

本計測法による質量測定の分解能は 0.01μg 程度と非常に高感度であると共に測定原理上フィルター部にろ過捕集された粒子状物質の粒径、形、比重などに影響されない測定が連続的に行えるという特徴を持つ。

(2) 測定機の構成

フィルター振動法は、図 3-6-9 に示すように試料大気吸引部、PM_{2.5} 捕集・検出機構(センサー部)、コントロールユニット等から構成されており、それぞれ次の構成要素及び機能を有している。

- 1) 試料大気吸引部： 試料大気導入口、導入管、分粒装置 (PM₁₀, PM_{2.5})、分流器。
- 2) PM_{2.5} 捕集・検出機構 (センサー部)： PM_{2.5} 捕集機構、フィルター及びエアラインの温度コントロール機能、検出器 (フィルター振動法自動連続秤量機能)。
- 3) 演算・制御部： データ表示器、流量コントロール、大気温度計、大気圧計、表示及び記録。

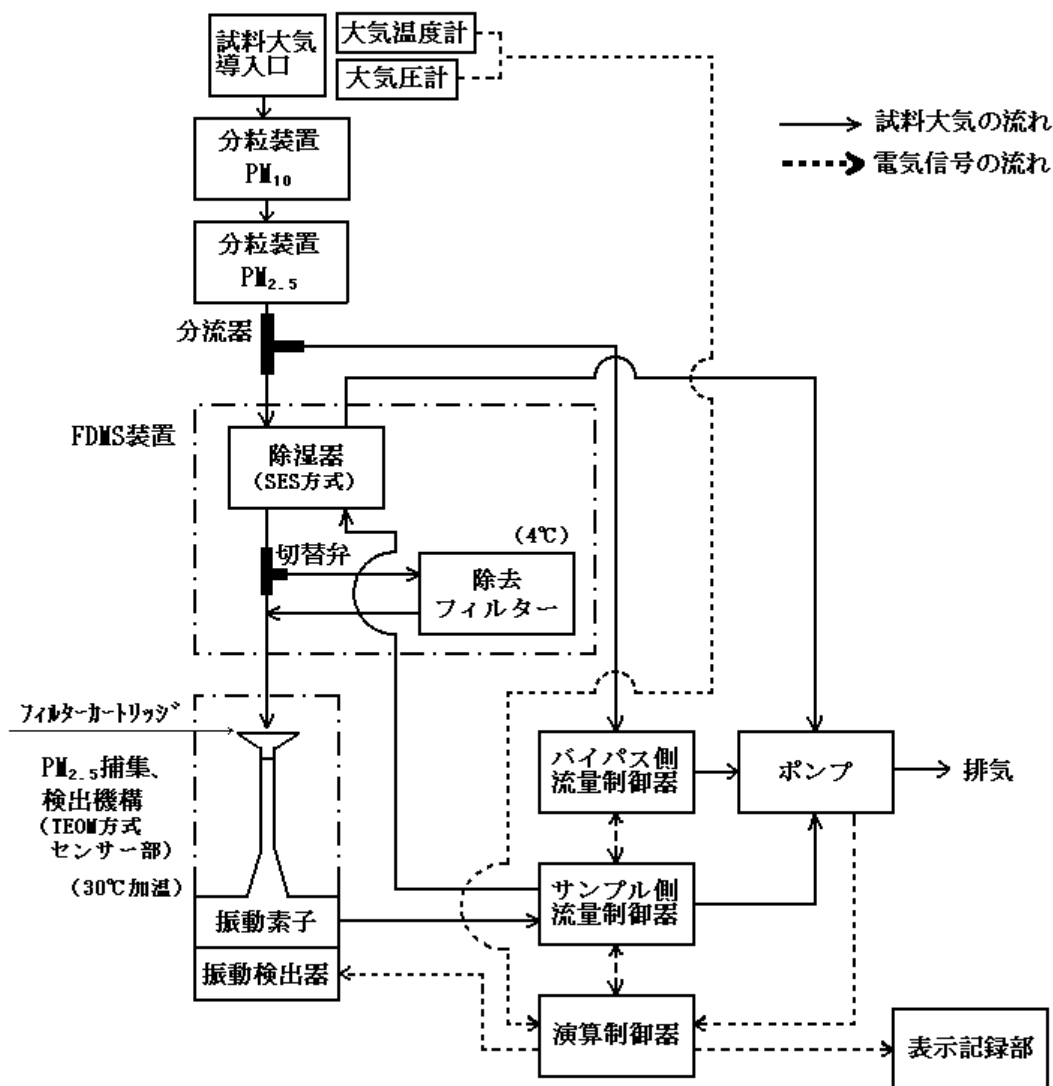


図 3-6-9 フィルター振動法自動測定機の構成例 (TEOM 方式・FDMS 装置付き)

(3) 各部の構造

1) 試料大気導入口

フィルター捕集-質量法に準ずる。

2) 分粒装置

フィルター捕集-質量法に準ずる。

3) 分流器

試料大気の一部を PM_{2.5} 捕集・検出機構部に導入し、残りをバイパス側に排気するための機構で、分粒装置と試料大気導入管との間に挿入されており、等速分流できる構造である。試料大気の吸引流量は分粒装置の設計流量 (16.7 L / min) となるようコントロールされているが、センサー部へ導入する吸引流量は 1.5 ~ 3.0 L / min のいずれかの選択が可能である。

4) 試料大気導入管

分粒装置より試料捕集フィルターまでの間をつなぐ管。微小粒子 (PM_{2.5} 等) の物理的、化学的性状を変化させることなくフィルターまで導入できる必要がある。フィルター振動

法は試料大気導入管の一部がセンサー部と一体で、センサー部と同一温度となるように加温されている。

5) PM_{2.5} 捕集・検出機構 (センサー部)

PM_{2.5} 捕集機構

振動素子の先端に取り付けたフィルターカートリッジ上に分粒装置により粗大粒子を除いた PM_{2.5} をろ過捕集する機構。フィルターカートリッジに装着するフィルターは吸湿性の少ない材質 (Pall Flex Model TX40HI20-WW) が用いられ、大気中の水分の影響の削減を図っている。

フィルター及び試料大気導入管の温度コントロール機構

フィルター部及び試料大気導入管の一部を一定温度に加熱する機能。フィルター振動法は振動素子の温度変化に影響を受けることから、四季を通して一定の温度条件に設定することにより試料大気温度変化による影響を削減する。また粒子状物質中に含まれている水分やフィルターカートリッジに付着した水分を蒸発させることにより、水分による質量の増加も抑制するため、設定温度は通常気温より高めに設定される。

検出器 (フィルター振動法自動連続秤量機能)

フィルター振動法は、円錐状の秤量素子を持ち、下部は固定され、先端にはフィルターカートリッジがセットされている。この円錐状の秤量素子は肉薄の石英ガラス管であるため、フィルターカートリッジの交換作業中の破損には注意が必要である。

6) 流量制御器、吸引ポンプ

検出部への試料大気流量を一定に保つために質量流量計及び流量制御器による制御を行う。検出部への吸引流量は 1.5~3.0 L/min のいずれかの選択が可能である。また、分粒装置での吸引流量が設計流量となるようバイパス側の吸引流量 (分粒装置の設計流量と検出部への試料流量との差) を質量流量計及び流量制御器により制御する。吸引ポンプは規定の流量が維持できるよう吸引能力に余裕のあるものを用いる (分粒装置の設計流量の 1.5 倍を目安とする。)。

7) 表示部・記録部

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

8) 温度計

フィルター捕集-質量法に準ずる。

9) 大気圧計

フィルター捕集-質量法に準ずる。

(4) 校正方法等

ベータ線吸収法自動測定機と同様に、日常の静的校正のみでなく、一致性の確認を行う必要がある。一致性の確認は、新たな機器の設置時、設置後も定期的 (3年ごと等) に行う必要がある。

1) 静的校正

未使用のフィルターカートリッジ (秤量済み) を用い、あらかじめ機体が持っている固有の係数との比較とおこなう。

$$K_0 = \frac{M(\text{Filter})}{\frac{1}{f_1^2} - \frac{1}{f_0^2}}$$

M(Filter) : 新品のフィルターカートリッジの質量 (μg)

f₀ : 上記フィルターカートリッジ無しの周波数 (Hz)

f₁ : 上記フィルターカートリッジ装着時の周波数 (Hz)

まず、十分な暖気をおこない温度、流量が安定していることを確認する。この段階では使用途中のフィルターカートリッジを装着したままとする。次に、プログラムの指示に従って操作を行う。あらかじめ準備した新品（秤量済み）のフィルターカートリッジの秤量値を入力した後、フィルターカートリッジ無し、フィルターカートリッジ装着時の周波数値を順次測定し、その時の係数を算出し、機体固有の係数と比較する。固有の係数との差が2.5%以内であることを確認し、この範囲を超えた場合はメーカー等で対応する。

2) 空試験

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

3) 一致性の確認

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

(5) 測定上の注意事項

1) マイナス値

フィルター振動法はその測定原理から、半揮発性物質の損失等により1時間値がマイナスになることもある点に留意し、マイナス値として取り扱うこととする。1日平均値を求める際もマイナス値として取り扱わなければならない。

2) フィルターカートリッジの交換

フィルターカートリッジの最大負荷容量は約5mgである。負荷量はコントロールユニットのデータ表示器に%で表示されるので、この値が80%以上となったときにはフィルターカートリッジを交換する(80%を超えると表示部に警告が示される)。フィルターカートリッジの交換頻度は測定環境によって異なるが、一般的な大気環境では半月~1か月程度が目安となる。

3) 流量計の清掃と校正

流量計の点検とその頻度はベータ線吸収法と同様。点検の結果、機器付属の取扱説明書に記載されている許容範囲を超えた場合は、校正済み流量計との交換、もしくは清掃、調整(校正)、修理等を実施する。管内壁の汚れ、詰まりが流量の測定誤差の主原因となるため清掃は必ず実施し、清掃、修理等を実施したときは必ず流量校正を行う。

4) 流量制御器・ポンプ容量

流量制御器の点検とその頻度についてはベータ線吸収法自動測定機に準ずる。また使用する吸引ポンプは粒子捕集による通気抵抗の増大に十分対応できるもの(分粒装置の設計流量の1.5倍以上とする)を装備する。

5) 実流量の確認と流量制御器の調整

フィルター捕集-質量法と同様。

6) ポンプ関連部品

部品の交換頻度は機種によって異なるが、ポンプ本体は1~3年程度、ダイヤフラム及び捕集部のパッキンは年1~2回程度の頻度で交換する。

7) 日常点検項目と頻度の設定

機器付属の取扱説明書を参考に維持管理上の必要事項とその頻度を設定する。

(6) 点検要領

測定機を常に最良の状態を使用するためには、良好な保守点検が必要である。使用する測定機の測定原理、特徴を十分に理解した上で、定期的に管理を行えば、性能が最大限に発揮される。また、日常点検によって異常を早期に発見することができる。「3.1.1 点検要領」に各測定機に共通する保守点検の内容と実施頻度を示す。この実施頻度は最低限の頻度を示したものであり、設置場所や機種による機構等の違いもあるので、測定機の指定の方法や取扱説明書等を参考にし、実態に即した点検周期を決定し、保守点検を実施すること。

1) 実流量の確認

ベータ線吸光法自動測定機に準ずる。

2) フィルター交換

フィルター振動法フィルターの交換はマストランデューサを開けて実施する。頻度は1か月に1回程度である。

3) 静的感度確認

日常の感度確認は、秤量値確認済みフィルターカートリッジを用いた静的感度確認により、月1回以上行う。

4) 試料大気導入口、分粒器の清掃

試料大気導入口、粗大粒子受け部は、1か月に1回程度清掃し、分粒器の内壁についても6か月に1回程度、中性洗剤等を用いて定期的に清掃する。

5) 温度計の確認

フィルター捕集-質量法に準ずる。

6) 空試験

空試験を年1回以上行う。

7) テレメータ出力の確認

出力されているかどうかの確認は、テスターで十分であるが、調整を行う場合には、適正なレンジの電圧計を使用する。

3.6.5 光散乱法自動測定機

(1) 測定原理

光散乱法は、試料大気に光を照射し、その散乱光の強度を測定することにより、PM_{2.5}の質量濃度を算出する方式である。散乱光の強度は、PM_{2.5}の形状、粒径分布、屈折率等によって変化するが、これらの条件が同一であれば、PM_{2.5}の質量濃度との間に比例関係が成り立つこ

とを利用した方法である。

光散乱法は質量濃度を直接測定する方法ではないため、別途測定したフィルター捕集-質量法による質量濃度測定値と光散乱法による相対濃度から換算係数(F 値)を求めて、換算補正する必要がある。得られる質量濃度は、試料大気の組成がF 値を算出した期間のものとして換算される。このため、試料大気の組成が著しく変化する春季の黄砂、煙霧といった気象の変化等の影響が大きい地域での測定においては、算出される質量濃度が不正確となる可能性があることに留意する必要がある。

(2) 測定機の構成

光散乱法の基本構成は、図 3-6-10 に示すように試料大気導入口、分粒装置、検出部、演算制御部、試料大気吸引部、表示部、記録部等からなる。また実流量(瞬時値、積算値)に換算するための大気温度計、大気圧計、その他機械的、電気的な制御系を含む。

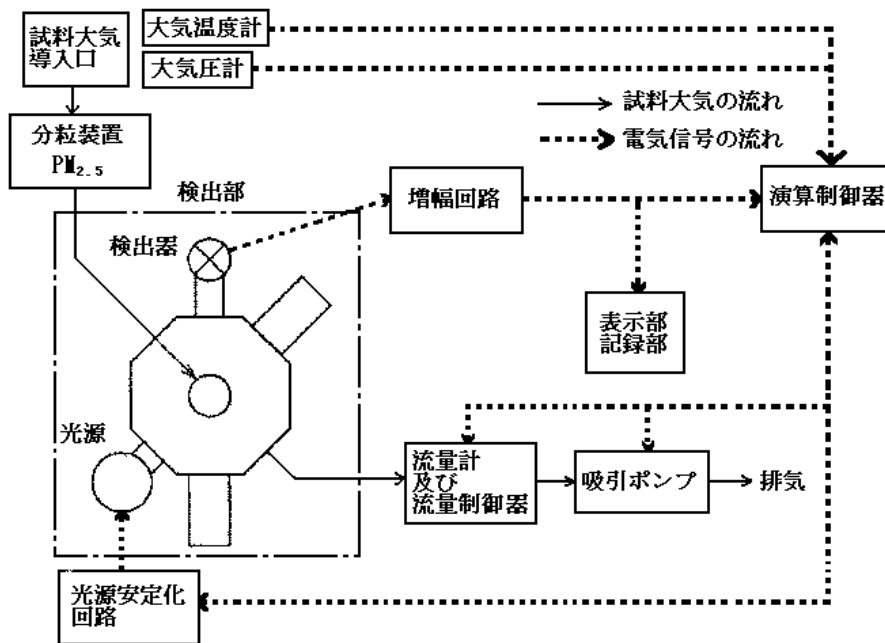


図 3-6-10 光散乱方式自動測定機の構成例

(3) 各部の構造

1) 試料大気導入口

フィルター捕集-質量法に準ずる。

2) 分粒装置

光散乱法による機器は、一般的に試料大気吸引量が少ないことから、図 3-6-3 及び図 3-6-4 に示した分粒装置の使用が困難とされる。分粒装置を使用しない、もしくはメーカー独自の分粒装置を用いている場合が多いが、その場合は、図 3-6-2 に示した空気動力学径における分粒特性と同等の性能を持つことが確認されている必要がある。

3) 試料大気導入管

フィルター捕集-質量法に準ずる。

4) 検出部

PM_{2.5}に対する光の散乱光量を測定するもので、吸引ポンプによって試料大気を検出部に導き、光源及び検出器によって散乱光を検出し、電気信号に変換する機構である。

光源：光源にはタンゲステンランプまたは近赤外線半導体レーザを使用する。

検出器：散乱光の検出には、光電子増倍管または半導体センサ（PN フォトダイオード）などを用いる。

増幅回路：検出器によって検出した光電流を増幅、積分しパルスとして出力する電子回路である。

5) 流量計及び流量制御器

フィルター捕集-質量法に準ずる。

6) 吸引ポンプ

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

7) 演算制御器

演算制御器は、各構成要素に対する制御信号の発信、散乱光量の測定及び質量濃度演算等の機能を併せもつもので、測定周期は1時間とする。

8) 表示部・記録部

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

9) 温度計

フィルター捕集-質量法に準ずる。

10) 大気圧計

フィルター捕集-質量法に準ずる。

(4) 校正方法等

ベータ線吸収法自動測定機と同様に、日常の静的校正、F値の算出のみでなく、一致性の確認を行う必要がある。一致性の確認は、新たな機器の設置時、設置後も定期的（3年ごと等）に行う必要がある。

1) 静的校正

測定機の日常の校正は静的校正とする。等価入力として標準散乱板を用いて感度の確認と調整を行う。標準散乱板は入射光面と散乱板面にほこりが付着しないよう管理し、汚れが付着している場合にはガーゼやブロー等で清掃してから用いる。静的校正の方法は測定器機の取扱説明書に従って行う。感度が機器付属の取扱説明書に記載されている許容誤差を超えて変動している場合には、機器の調整または修理を行う。静的校正は原則として1か月に1回は必ず実施する。

2) F値の算出

光散乱法によるPM_{2.5}の測定値は、直接質量濃度を測定しないため、質量濃度とするためには換算係数(F値)を求める必要がある。F値は以下の操作により求める。

光散乱法測定機による連続測定が行われている測定点においてフィルター捕集-質量法との同時測定を行う。フィルター捕集-質量法による質量濃度の測定に要した時間がn(通常24)時間の場合、光散乱法測定機では1時間毎に相対濃度が得られるので、n時間の平均値Rを算出し、同一時間におけるフィルター捕集-質量法による質量濃度C

と相対濃度との比 $[C/R=Ft]$ を計算する。

当初の換算係数 F は、20 回以上の同時測定から得られた Ft の値からの幾何平均値とする。

その後、少なくとも 1 か月に 1 回以上 で示した同時測定を行い、得られた Ft 値を追加しながら順次最新の 20 データの幾何平均を求め、 F 値を補正していく。新たな Ft 値が、以前の値に対して 30%以上異なる場合は、測定機全体の点検を実施する。異常が発見された場合は、機器の調整、修理を行う。なお、 F 値は湿度、粒径、粒子の組成等の影響により地域的あるいは測定時期により変動があることが知られている。

3) 空試験

校正の方法は測定機取扱説明書に従って行う。清浄空気を導入しバックグラウンド値を測定する機種と、検出器入り口のバルブを閉めることにより検出器内をパーリエアで満たし、バックグラウンド値を測定する機種がある。機器付属の取扱説明書に記載されている空試験における許容誤差を超えて変動している場合には、捕集系を含めた測定機全体の点検、修理を行う。

空試験は機器の定期検査(1年に1回以上)、修理時、その他必要に応じて行う。

4) 一致性の確認

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

(5) 測定上の注意事項

1) マイナス値

光散乱法では、電気信号の乱れ等により1時間値がマイナスになることもある点に留意し、マイナス値として取り扱うこととする。1日平均値を求める際もマイナス値として取り扱わなければならない。

2) 流量計の清掃と校正

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

3) 実流量の確認と流量制御器の調整

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

4) 光源

光源にタングステンランプを用いる機種では、光源ランプの汚れや光軸のずれは測定誤差を生じるので定期的に点検する必要がある。これらの異常は静的校正実施時に確認でき、光学系の清掃、修理(交換)、調整等を行う。また、これ以前に静的校正を実施した時点からのデータ測定値はベータ線吸収法に示した取り扱い方に従う。光源ランプの清掃は月1回、光軸のずれの点検は3か月に1回程度行う。なお、光源ランプは定期的(半年~1年)に交換する。また光電子倍增管の光電面の汚れについてもガーゼやプロア等で定期的に清掃する。

光源に半導体レーザを用いる機種では、光学系がクリーンエアによってパーリエアされているが、光源及び半導体センサーなどの点検は3か月に1回程度の頻度で実施することが望ましい。半導体レーザを用いる機種での光源及び半導体センサーは3~5年を目安として交換する。

5) 日常点検項目と頻度の設定

機器付属の取扱説明書を参考に維持管理上の必要事項とその頻度を設定する。

(6) 点検要領

測定機を常に最良の状態を使用するためには、良好な保守点検が必要である。使用する測定機の測定原理、特徴を十分に理解した上で、定期的に管理を行えば、性能が最大限に発揮される。また、日常点検によって異常を早期に発見することができる。「3.1.1 点検要領」に各測定機に共通する保守点検の内容と実施頻度を示す。この実施頻度は最低限の頻度を示したものである。

なお、測定機の指定の方法についてもこれを参考にするとともに各々の取扱説明書に従い、実態に即した点検周期を決定し、保守点検を実施すること。

1) 実流量の確認

ベータ線吸収法自動測定機に準ずる。

2) 静的感度確認

等価入力(標準散乱板)を用いて月1回感度の確認を行い、光源ランプ等清掃後に感度調整を行う。静的校正を自動化している機種では、年1回マニュアル操作で感度調整を行う。

3) 大気捕集口、大気導入管の清掃

大気捕集口、大気導入管は、1か月に1回程度清掃する。

4) 温度計の確認

フィルター捕集-質量法に準ずる。

5) 空試験

空試験を年1回以上行う。

6) テレメータ出力の確認

出力されているかどうかの確認は、テスターで十分であるが、調整を行う場合には、適正なレンジの電圧計を使用する。

3.6.6 除湿装置

PM_{2.5}自動測定機においてフィルター捕集-質量法と等価な測定値を得るために、相対湿度による測定値の変化を抑制する機能を備えることが必要である。PM_{2.5}の測定においては、粒子中の成分の吸湿による質量濃度測定値の増加が指摘されている。例えば硫酸アンモニウムのように潮解性を有する物質が水分を取り込むことにより、PM_{2.5}の質量が過大評価されやすい。同様のことは無機の塩類だけではなく、二次有機エアロゾルでも生じることがある。

湿度の影響の低減を目的として、試料大気導入管に除湿装置を取り付けることが多い。現在、PM_{2.5}自動測定機に用いられている除湿装置には加熱法、拡散管法、希釈法の3つの方式がある。

除湿装置を作動させる条件はPM_{2.5}自動測定機の機種によって異なるが、多くの除湿装置において、温度や湿度は装置を制御する上で重要なパラメータであり、日常的な保守点検や、定期的な確認点検が重要である。

PM_{2.5}自動測定機に装備されている温度計、湿度計は、出荷時にあらかじめ校正され現地で調

整できないタイプ（一定の範囲を超えた場合にはセンサーを新しく交換する）と、現地にて校正されたものとの比較から補正係数を求め、ソフトウェア上で合わせるタイプなどがある。

日常の点検では、PM_{2.5}自動測定機本体の表示値、加熱の確認、設置場所と同じ測定局等で測定されている温度や相対湿度との比較などを行う。

また、一定の頻度（6か月～1年）で検定や校正済みの温度計、湿度計を用いて指示値の確認を行う。

温度計、湿度計のデータは、PM_{2.5}自動測定機の内部メモリー等に記録されることが多い。記録されたデータは、除湿装置が通常の範囲を超えて稼働したか否かを確認し、測定値の信頼性を判断するのに利用できる。

（１）加熱法

検出部までの試料大気導入管をヒーターにより加熱して相対湿度を下げる方法である。機種によって、

試料大気導入管内またはフィルター付近の相対湿度をセンサーにより測定し、あらかじめ定めた相対湿度（35%、40%、50%など）以下となるように加熱制御するもの

常時一定の温度（35℃あるいは45℃）で加熱するもの

一定の湿度を超えると一定の加温を行なうもの

の3つの方法が採用されている。加熱温度によっては水分だけではなく、半揮発性物質の揮散による質量損失を招くおそれがあるため、温度制御には十分な注意が必要である。加熱法による除湿装置の概略図を図3-6-11に示す。

上記のタイプではフィルター付近、のタイプではPM_{2.5}検出部付近、のタイプでは試料大気導入管、にそれぞれ取り付けられている温度計について、その稼働状態を確認する必要がある。各部のセンサーの記録がメモリーに残るタイプの測定機の場合は、その記録を気象観測用機器の温度、湿度の記録を照合してチェックすることができる。

日常点検の内容はタイプごとに異なる。

のタイプでは、加温開始のための湿度設定値と、測定機上に表示される該当箇所の湿度値が同程度であることを確認する。

のタイプでは、加温部の温度設定値と測定機上に表示される該当箇所の温度値が同程度であることを確認する。

のタイプでは、設定した湿度を超えたときに、設定した加温分の温度上昇になっていることを、測定機上に表示される湿度値、外気温値および該当箇所の温度値で確認する。また、加温していないときの試料大気導入管付近の温度は外気温と概ね同程度になることも、点検時の目安となる。

定期的な点検は、除湿装置の温度計、湿度計について、検定または校正済みの温度計、湿度計との比較による表示値の確認を行う。のタイプでは、検出部付近における温度、または湿度が設定値と同程度になっていることを、比較用に準備した温度計または湿度計のセンサーを検出部付近に置き、並行稼働させて確認するとよい。のタイプでは、外気用の温度計、湿度計を検定または校正済みの温度計、湿度計と比較し、指示値が同程度であることを確認する。

確認の結果、調整を行った場合には、それ以前に点検を実施した時点からの測定値につい

て検証を行い、個々の測定値の採用の可否を判断する。補正式による補正值や参考値として測定値を用いる場合は、必ず注釈を付け測定値の信頼性に関して明示すること。

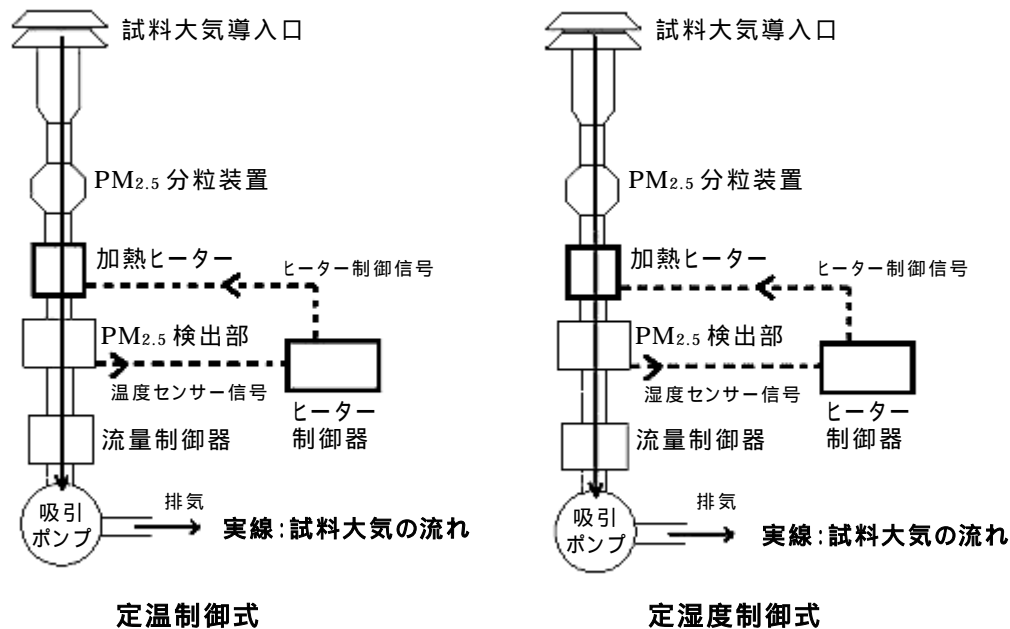


図 3-6-11 加熱法による除湿装置の概略図

(2) 拡散管法

吸湿性の高分子膜（フッ素化ポリオレフィンのスルホン化合物）で製作したチューブを利用した除湿装置で、チューブの内側に試料大気、外側に乾燥空気をそれぞれ流通させ、試料ガス中の水分を選択的に吸収して排出する。原理上拡散管の通過時間を長くとる必要があるため、低流量（3.0 L/minあるいは1.2 L/min）で、高感度な検出原理を採用している機器に用いられている。拡散除湿管を常時作動させている機種と、一定の相対湿度を超えた場合に乾燥空気を流通させるように制御している機種とがある。電源の必要がなく、半揮発性物質の損失が少なく除湿能力も高いが、相対湿度が高い状態が長く続くと、除湿能力が低下する可能性があることに留意する。また、一定期間で部品を交換する必要もある。拡散管法による除湿装置の概略図を図 3-6-12 に示す。

拡散管法による保守管理では、一般的に1年～3年程度を目途にチューブを交換する。しかし、使用途中で除湿効果が低下した場合は1年未満でも交換する。例として、リークがない状態でパージフィルター部分に水滴が多く付着していた場合は、除湿効果が低下し水分が入り込んでいると判断される。また、酸性雰囲気下では劣化が早くなる傾向がある。

交換を行った場合には、それ以前に点検を実施した時点からの測定値について検証を行い、個々の測定値の採用の可否を判断する。補正式による補正值や参考値として測定値を用いる場合は、必ず注釈を付け測定値の信頼性に関して明示すること。

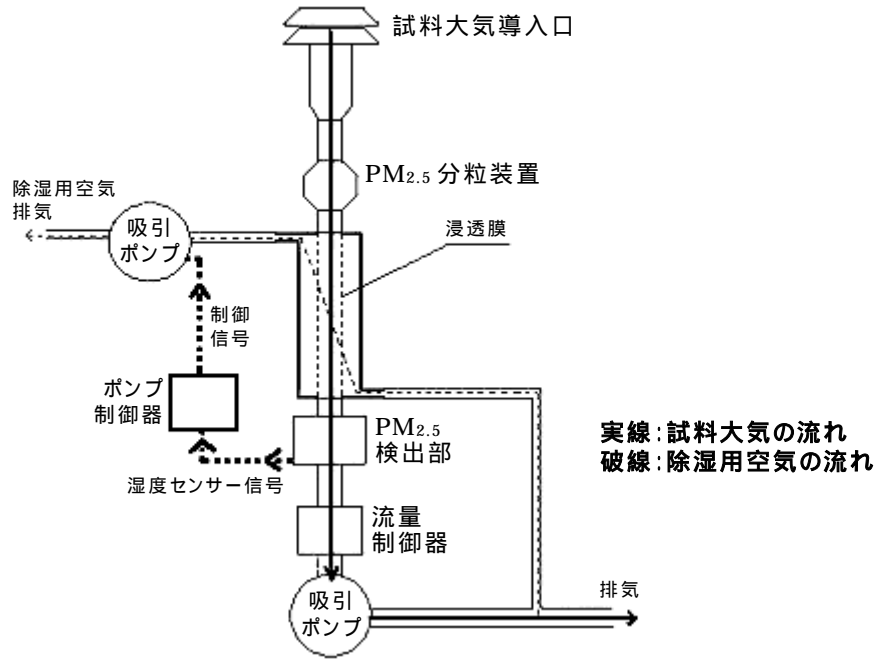


図 3-6-12 拡散管法による除湿装置の概略図

(3) 希釈法

試料大気導入口に粒子を含まない清浄乾燥空気を混入させることにより、相対湿度を下げる方法で、現行でこの方式を採用している機種は希釈倍率を2倍にしている。構造的には、PM_{2.5}捕集フィルター通過後の試料大気の一部を除湿して清浄乾燥空気とし、試料大気に混合させて検出部へ導入するものであり、清浄乾燥空気の混合分だけフィルターを通過する空気の体積が増大する。結果として試料大気中のPM_{2.5}粒子及び捕集した試料に含まれる半揮発性物質が揮散するおそれがあることに留意する必要がある。希釈法による除湿装置の概略図を図3-6-13に示す。

希釈法は除湿して清浄乾燥空気を作る際に、吸湿性の高分子膜（フッ素化ポリオレフィンのスルホン化合物）で製作したチューブを利用した除湿装置を使用する場合があります。拡散管法と同様に、一定の期間が経過した後には交換する必要がある。また、清浄乾燥空気による希釈倍率の変化が濃度に影響を及ぼす可能性が考えられ、設定どおりの希釈倍率が得られていることを定期的に確認する必要がある。

確認の結果、調整を行った場合には、それ以前に点検を実施した時点からの測定値について検証を行い、個々の測定値の採用の可否を判断する。補正式による補正值や参考値として測定値を用いる場合は、必ず注釈を付け測定値の信頼性に関して明示すること。

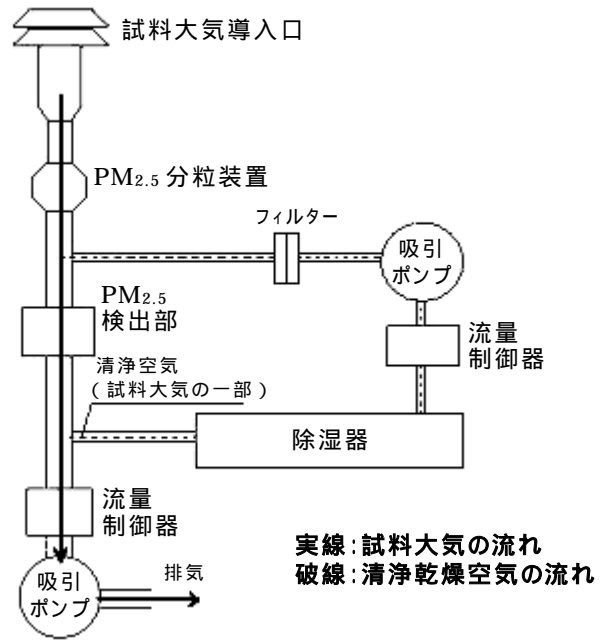


図 3-6-13 希釈法による除湿装置の概略図

参考資料

微小粒子状物質に係るフィルター捕集-質量法と自動測定機の等価性評価の試験方法及び評価方法は、以下に示すように定められている。

1. 試験方法

(1) 機器の設置条件等

(a) 試験に用いる機器の台数

試験データの精度を確保する観点から、フィルター捕集-質量法で用いるサンプラ及び評価対象の自動測定機ともに2台とする。

(b) 機器の設置方法

サンプラ及び自動測定機の試料大気導入口は同一の高さとし、相互に影響が生じないように各々1~2 m離して設置することとする。

また、試料大気導入口より捕集部（又は検出部）までの長さは5 m以下とする。

(c) 試料捕集（測定）時間

サンプラ：24±1 時間とする。

自動測定機：サンプラと同時並行運転された結果の平均値とする。

(2) 評価に用いるデータの精査と必要データ数

評価に用いる測定結果は、試験に用いる機器の機差が一定の範囲内にあるものを有効とし、有効データの割合が、フィルター捕集-質量法及び評価対象の自動測定機による測定結果とともに測定期間中に80%以上を確保するものとする。

評価に用いる有効データの判定方法及び必要な有効データ数については、以下のとおりとする。

(a) 評価に用いるデータ（有効データ）

評価に用いる測定結果は、以下に示す及びの操作を順に実施した際に有効と判定された測定日*i*の2台のサンプラによるフィルター捕集-質量法に基づく測定結果の平均値(R_i)と2台の自動測定機による測定結果の平均値(C_i)の組をもって1測定結果とする。

フィルター捕集-質量法

2台のサンプラをそれぞれ R_1 、 R_2 とする。測定日*i*の R_1 による測定値(R_{1i})を2倍した($2R_{1i}$)と、測定日*i*の2つの測定値の和($R_{1i}+R_{2i}$)との比が0.95~1.05の範囲にあり、かつ測定日*i*の R_2 による測定値(R_{2i})を2倍した値($2R_{2i}$)と、測定日*i*の2つの測定値の和($R_{1i}+R_{2i}$)との比が0.95~1.05の範囲にある日を有効とし、この範囲を外れている場合は測定日*i*を無効日とする。測定日*i*が有効と判定され、かつその日の測定値が2~200 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ の範囲内にある場合、2台のサンプラによる測定値(R_{1i} 、 R_{2i})の算術平均値を測定日*i*のフィルター捕集-質量法による値(R_i)とする。

自動測定機

2台の自動測定機をそれぞれ C_1 、 C_2 とする。において有効と判断された測定日*i*の C_1 による測定値(C_{1i})を2倍した値($2C_{1i}$)と、測定日*i*の2つの測定値の和($C_{1i}+C_{2i}$)との比が0.92~1.08の範囲にあり、かつ測定日*i*の C_2 による測定値(C_{2i})を2倍した値($2C_{2i}$)と、測定日*i*の2つの測定値の和($C_{1i}+C_{2i}$)との比が0.92~1.08の範囲にある日を有効とし、この範囲を外れている場合は測定日*i*を無効日とする。測定日*i*が有効と判定された場合、2台の自動測定機による測定値(C_{1i} 、 C_{2i})

の算術平均値を、測定日 i の自動測定機による値 (C_i) とする。

(b) 評価に必要なデータ数

上記(a)に示した有効データを、それぞれの試験の実施時期及び場所において 20 組以上ずつ確保する。

2. 評価方法

(1) 管理限界線の設定と評価方法

評価対象の自動測定機が持っている誤差を C_Y 、合格とすべき水準を C_A としたとき、合格となる機種は $C_Y \leq C_A$ であり、この機種を合格させる確率を P_A とする。

一方、不合格となる機種は $C_Y \geq C_R$ であり、この機種を不合格とさせる確率を P_R とする。

フィルター捕集-質量法の測定結果を横軸 (x 軸) に、新たな測定方式の測定結果を縦軸 (y 軸) として同一試料に対する測定結果を打点し、直線 $Y = X$ と点の距離 D について判定限界 D_u (下式) を作り、許容される管理限界線の外にはずれたデータの個数を r とする。 n 回の測定結果中 r 個以下が管理限界線外 ($D > D_u$) のとき、測定方式を合格と判断するものとする。

なお、比較に用いる測定結果は試料を m 回並行測定して得られた値を平均したものとする。

$$D_u = K_{1-\alpha/2} \sqrt{\frac{C_A^2 X^2 + (1 - \frac{C_A^2}{m}) \sigma_X^2}{m}}$$

C_A : 合格とすべき水準
 σ_X^2 : フィルター捕集-質量法の誤差分散の推定値
 $K_{1-\alpha/2}$: フィルター捕集-質量法の累積分布関数の $1-\alpha/2$ 倍

(2) フィルター捕集-質量法及び自動測定機の誤差に関する考慮

① フィルター捕集-質量法の誤差分散の推定値 σ_X^2 に相対誤差 (変動係数 10%) も加味する。

$$\sigma_X^2 \Rightarrow \max(\sigma_X^2, 0.1X)$$

② 合格とすべき水準 C_A は概ね以下を満たすように濃度に応じて連続的に変化させる。

2 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 未満……30%

35 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 以上……10%

(15 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 付近では 15~20%程度となる。)

(3) 適合機種の判定方法

2季 (夏季及び冬季)、2地域 (都市部、非都市部) の4フィールドについて評価を行い、下記の条件の両方を満たした機種を適合とする。

① 4フィールドすべてのデータによる回帰分析を行い、傾きが 1 ± 0.1 以内であること。

② 4フィールドについて個別に評価を行い、すべて合格となること。

ただし、当面の間、②については、2地域それぞれにおける2季のデータを合わせて評価を行うこともありうる。

※ 並行試験結果の検証及び評価については、専門家で構成される検討会にて行うが、出現する濃度レベルの状況や、フィルター捕集-質量法における有効データの数等により条件及びパラメーターを変更する場合があります。

3. 7 オキシダント自動測定機

オキシダントとは、中性ヨウ化カリウム溶液からヨウ素を遊離するオゾンやパーオキシアセチルナイトレート、二酸化窒素等の酸化性物質の総称であり、オキシダントの中から二酸化窒素を除いた物質が光化学オキシダントである。

環境大気中の光化学オキシダントを自動的に連続測定する測定機としては、紫外線吸収法、化学発光法及び吸光光度法等に基づく方式があり、環境基準及び緊急時の措置に係る測定法としては、「大気汚染に係る環境基準について」（昭和 48 年環境庁告示第 25 号）及び大気汚染防止法施行規則第 18 条において、JIS B 7957 に定める濃度の中性ヨウ化カリウムを用いる吸光光度法若しくは電量法によるオキシダント測定機であって JIS B 7957 に定める方法により校正を行ったもの又は紫外線吸収法若しくはエチレンを用いた化学発光法を用いるとされている。

3. 7. 1 オゾンガスによる校正方法

大気中のオゾン自動測定機、オキシダント自動測定機の校正または試験に用いるオゾンの濃度を値付けする方法は、JIS B 7957「大気中のオゾン及びオキシダントの自動計測器」附属書 2（規定）「紫外線吸光光度法によるオゾン濃度の値付け方法」による方法で校正された一次標準器にトレーサブルな校正がされた基準器によることとする。

また、国際的なデータ比較を可能とする必要があることから、諸外国との国際比較が定期的に行われる基準器の設置と維持管理及びこれを校正の基準としたトレーサビリティが確保された校正体制の下で校正することが重要である（図 3-7-1 参照）。

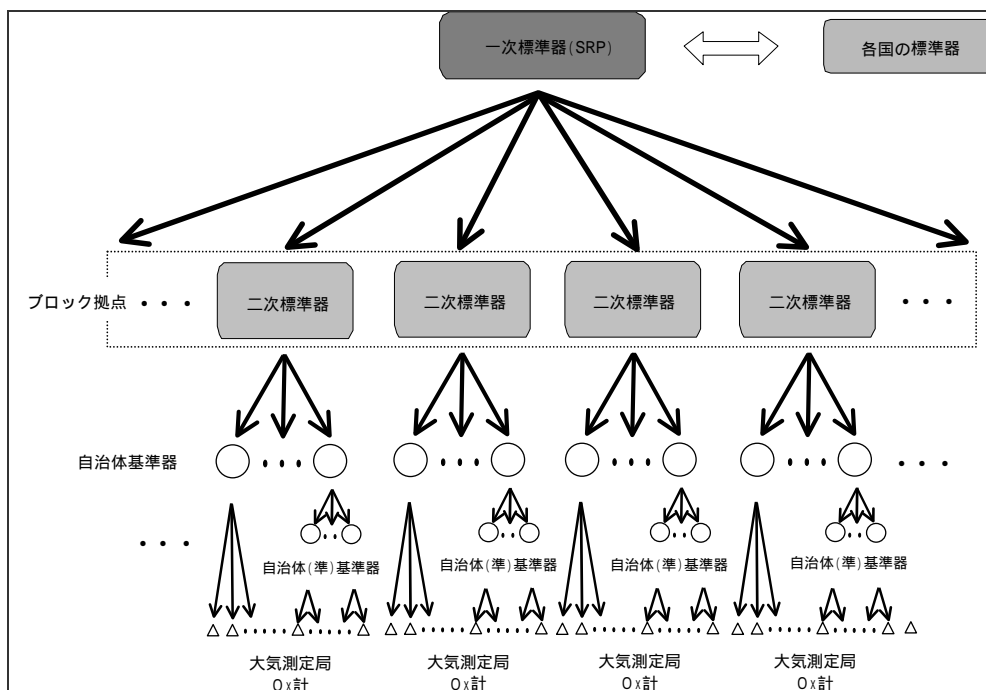


図 3-7-1 オゾンのトレーサビリティ体制

(1) トレーサビリティ体制について

諸外国との国際比較が定期的に行われ、国際的に標準とされている米国標準技術研究所（National Institute of Standards and Technology、NIST）製の標準参照吸光光度計（Standard Reference Photometer、SRP）を一次標準としたトレーサビリティ体制に基づき、オゾン濃度の決定を行うこととする。しかし、すべての自治体の基準器を直接一次標準器により校正することは物理的に困難なことから、一次標準器により校正された二次標準器を地域ブロック毎に配備し、当該二次標準器との校正により値付けをした自治体基準器を用いて各測定局に設置されたオゾン自動測定機、オキシダント自動測定機の校正を行うものとする。

1) 一次標準器

一次標準器は、国際的に標準とされている米国標準技術研究所（NIST）製の標準参照吸光光度計（SRP）とする。

一次標準器は、定期的に米国標準技術研究所標準器と比較検証され、間接的に、アジア各国をはじめ世界の多くの国々の一次標準と比較検証することができることから、国際的なデータ比較に対応することが可能である。

2) 二次標準器

二次標準器は、一次標準器との校正により、濃度基準を与えるものであるが、他の測定器を校正するためには供給するゼロガスの質等も重要であることから、オゾン発生器、ゼロガス精製器のセットとする。

また、広域的な精度管理や技術交流等の観点から、地域ブロック拠点を数カ所作り、二次標準器を設置する。

3) 自治体^(注)基準器

自治体基準器は各都道府県内における代表の基準器であって、地域ブロック内の自治体基準器を地域ブロック拠点に持ち込み、二次標準器により校正を行う。校正方法は、「3.7.1(2)4) 自治体基準器の目盛校正（二次標準器との校正）」に示す。

なお、自治体基準器は表3-7-1に示す性能要件を満たすものを用意する。

(注) 自治体とは、都道府県、政令指定都市、中核市、並びに大気汚染防止法による政令市を指す。

4) 自治体（準）基準器

二次標準器により校正された自治体基準器を基にして、自治体基準器と同等以上の性能を有する機器の校正を行い、値付けしたものを自治体（準）基準器とする。この校正方法は、「3.7.1(2)5) 測定局設置のオゾン、オキシダント自動測定機の目盛校正（自治体基準器との校正）」と同様とする。ただし、値付けの不確かさが自治体基準器に対して200ppbのレベルで±2ppb以内で一致するよう、再現性・安定性・直線性などの実測評価を行い、確認するものとする。

5) 精度管理

一次標準器から測定局設置のオゾン、オキシダント自動測定機までのトレーサビリティ体制においては、200ppb付近の不確かさを±5%以内とする設計がされたものである。

表3-7-1 自治体基準器の性能要件

項目	性能要件		
	JIS B 7957 (自動計測器)	本マニュアル (自動測定機)	自治体基準器
1 測定レンジ	—	0~0.1ppm、0~5ppm の範囲で適切に分割したレンジを持つ	同左
2 繰り返し性	最大目盛の±2%	最大目盛の±2%	最大目盛の±1%程度
3 ゼロドリフト	最大目盛の±2%/24時間	±2ppb/日かつ±4ppb/週	同左
4 スパンドリフト	最大目盛の±2%	最大目盛の±2%/日かつ±4%/週	最大目盛の±1%程度
5 指示誤差	最大目盛の±2%	最大目盛の±4%	最大目盛の±1%程度
6 最小検出限界	最大目盛の1%以下	1ppb以下 (ノイズの標準偏差の2倍)	0.5ppb以下
7 応答時間	2分 (90%応答) 以下	2分 (90%応答) 以下	同左
8 オゾン分解機の効率	99.5%以上	99.5%以上	同左
9 試料ガス流量の経時安定性	±5%	10日間に3回以上の試験で±5%以下	同左
10 表示桁数	—	ppmで表示したときに小数点以下3桁以上 (1ppb以下)	0.1ppb以下、マイナス表示ができること
11 干渉成分の影響 (水分)	0.004ppm以下	水分 (25℃相対湿度80%) の存在下でも指示値への影響が4ppb以下	同左
12 干渉成分の影響 (トルエン)	0.004ppm以下	トルエン1ppm存在下でも指示値への影響が4ppb以下	同左
13 伝送出力	—	0-1V DCまたは4-20mA	同左
14 暖気時間	—	3時間以下	同左
15 許容周囲温度	—	0~40℃	同左
16 周囲温度変化に対する安定性	5℃変化に対してゼロ、スパンドリフトの性能範囲内	—	JIS
17 電源電圧変動に対する安定性	最大目盛の±1%	—	JIS
18 所要電源	—	AC100V±10% 50又は60Hz	—
19 耐電圧	異常を生じてはならない	定格周波数の交流1000Vを1分間加えて異常がないこと	同左
20 絶縁抵抗	5MΩ以上	5MΩ以上	同左
21 温度補正機能	—	—	有り
22 圧力補正機能	—	—	有り

(出典：平成20年度オキシダント自動計測器の精度管理検討会報告書より)

(2) オゾンガスによる校正方法 (動的校正)

大気中のオゾン自動測定機、オキシダント自動測定機の校正及び試験に用いるオゾンの濃度を値付けする方法については、以下に示す方法により行う必要がある。

1) 校正に用いるガス

① ゼロガス

ゼロガスは高压容器詰め環境用零位調整標準ガス (合成空気または精製空気)、またはゼロガス調製装置により調製した精製空気を用いる。

② スパングス

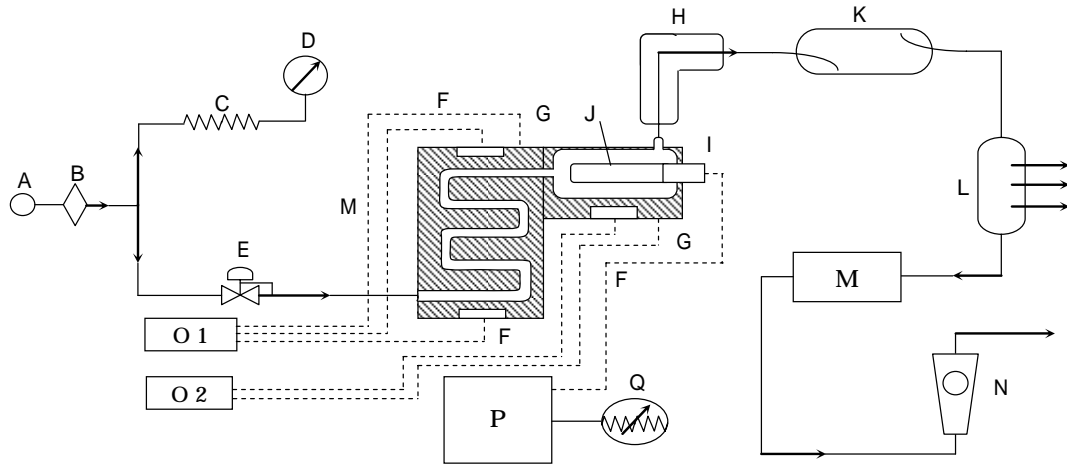
校正に使用するオゾンガスは高压容器等に保存できないことから、オゾン発生器を用いて必要な濃度のガスを発生させる。

オゾン発生器には、a) 無声放電による方法、b) 水銀ランプの照射による方法、c) 紫外線ペンレイランプ (小形低圧水銀灯) の照射による方法の3方式がある。オゾンを安定に発生させるには電圧、電流、ランプ温度及び大気流量の安定化が必要であり、特に、b、cの方式では、ランプ周囲の温度を安定にしなければならない。

発生濃度を制御する場合、a、bの方式は電流を調整して行き、段階的に安定した

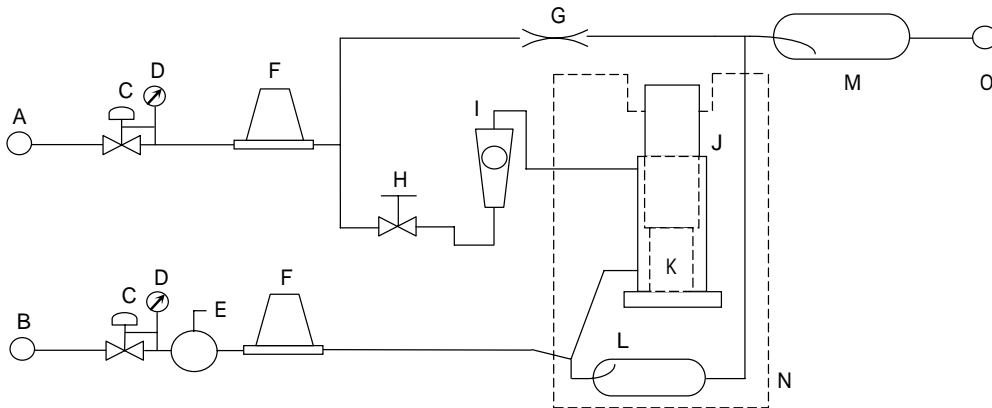
濃度を発生させるには、それぞれ十分暖機の時間をとる必要がある。また、cの方式はa、bの方式と同様に電流を変化させる方法とスリーブを可動させる方法の2つがあり、スリーブ可動法はランプ電源を始めに入れ、ゼロガス供給状態で十分時間をかけてから段階的に濃度発生させる。

オゾン発生器の系統図例を図3-7-2に示す。



- | | | |
|--------------|------------|------------|
| A 空気入口 | H プレヒーター | O 温調ユニット |
| B フィルター | I ランプハウジング | P ランプ電源 |
| C キャピラリ | J ランプ | Q 電流設定ダイヤル |
| D 圧力計 | K ミキサー | |
| E フローコントローラー | L マニホールド | |
| F ヒーター | M 活性炭 | |
| G センサー | N 流量計 | |

a 発生濃度の調整方式：電流可変



- | | | |
|----------------|--------------|----------|
| A 空気入口 | G キャピラリ | M ミキサー |
| B NOガス | H フローコントローラー | N オープン |
| C 圧力調整器 | I 流量計 | O 調製ガス出口 |
| D 圧力計 | J 調整用スリーブ | |
| E パージバルブ | K ペンレイランプ | |
| F マスフローコントローラー | L リアクター | |

b 発生濃度の調整方式：スリーブ可動

図3-7-2 オゾン発生器の測定系統図例

2) 一次標準オゾン濃度の値付け方法

「JIS B 7957 大気中のオゾン及びオキシダントの自動計測器 付属書2 (規定) 紫外線吸光度法によるオゾン濃度の値付け方法」を基本にしてオゾン濃度の値付けを行う。ただし、本マニュアルにおける一次標準オゾン濃度とは、米国のNISTの開発したSRPを持って測定されたオゾン濃度を指す。これは、広域監視の測定精度を保持するために、濃度の正確度の高い測定器を基準にスケールを統一することを目的としているためである。

SRPは低圧水銀ランプ、光学フィルター、2本の吸収セル、検出器などから構成される。装置の構成例を図3-7-3に示す。

2本の吸収セルには、ゼロガス並びに試料ガスが流される。ゼロガスと試料ガスは定期的に変換され2本でのオゾンによる紫外線253.7nmの吸収量を測定すると同時に、セル温度と圧力が正確に測定される。オゾンの値の絶対精度を高めるために、SRPではセルの温度の測定を0.087Kの精度で行っていることと、圧力の測定精度を0.034kPa、セル長の誤差は0.01cmとされている。これにより、200ppbでの全体の物理的な誤差が0.15% (0.3ppb) となっている。SRP装置は定期的に米国NISTの基準器に対して感度変化がないかチェックする必要がある。SRPによるオゾン濃度測定方法はNISTのSRPマニュアルによる。

オゾン濃度の計算は、以下の式に従う。

$$\text{濃度 (ppb)} = - \frac{10^9}{2 \alpha L} \frac{R}{N_A} \frac{T_{(\text{measure})}}{P_{(\text{measure})}} \ln \left[\left(\frac{I_{s-1}}{I_{z-1}} \right) \left(\frac{I_{s-2}}{I_{z-2}} \right) \right]$$

- α : 253.7nmのオゾンの吸収断面積
($1.1476 \times 10^{-21} \text{ m}^2 \text{ molecule}^{-1}$ 、273.15K、101325Paの条件下)^(注)
- L : セル長さ (m)
- R : ガス定数 ($8.314472 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$)
- N_A : アボガドロ数 ($6.022142 \times 10^{23} \text{ molecule mol}^{-1}$)
- I_{s-1} : セル1でのサンプル時のUV光透過強度
- I_{z-1} : セル1でのゼロガス時のUV光透過強度
- I_{s-2} : セル2でのサンプル時のUV光透過強度
- I_{z-2} : セル2でのゼロガス時のUV光透過強度
- $P_{(\text{measure})}$: 測定セル内圧力 (Pa)
- $T_{(\text{measure})}$: 測定セル内温度 (K)

(注) この式中のオゾンの吸収断面積の正確性については1%程度であると考えられているが、今後国際的な取り決めによる変化がある場合はそれに従うこととする。また、係数 α は「JIS B 7957 大気中のオゾン及びオキシダントの自動測定機」「付属書2」に示された、 $1.44 \times 10^{-5} \text{ (m}^2/\mu\text{g)}$ と等価である。

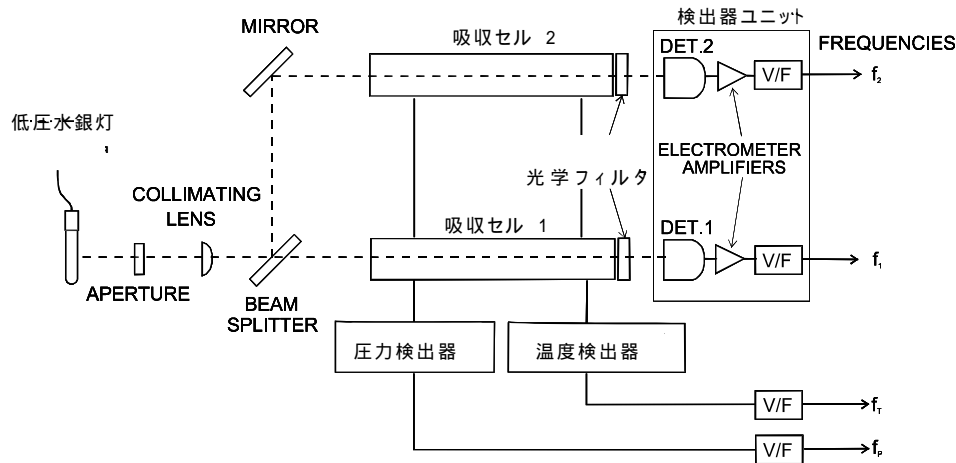


図 3-7-3 標準参照吸光光度計 (SRP) の構成例

3) 二次標準器の目盛校正

二次標準器は、JIS B 7957 大気中のオゾン及びオキシダントの自動計測器の紫外線吸収方式を基本とした原理を持つものであり、一次標準器によって濃度校正を行う。

校正作業前に、一次、二次標準器を十分に暖機しておき、次に500ppb以上の高濃度オゾンガスを流し、流路のコンデショニングを行っておく。0ppbから500ppbまでを10段階程度に区切り、濃度の異なるオゾンガスをそれぞれに供給し、安定したところの濃度を読み取る。このサイクルを数回以上繰り返し、その結果から二次標準器のゼロとスパン値を校正する。校正した後さらに数回の校正サイクルを回して、一次標準器と二次標準器の指示値が、200ppbのレベルで±2ppb以内で一致することを確認する。ゼロ点は、±0.5ppb以内になることを確認する。

この校正を年1回行う。また、年内の感度の変化を測定するために、基準器等との比較を行い、スケールの安定性をチェックする。感度が1%以上変化した場合は、一次標準器による再校正を行う。

4) 自治体基準器の目盛校正 (二次標準器との校正)

自治体は基準となる紫外線吸収方式のオゾン自動測定器を二次標準器によって目盛校正する。二次標準器はゼロガス精製器ならびにオゾン発生器からなる校正システムを付随している。このシステムから、二次標準器の値を基準に一定のオゾン濃度のガスを発生し、マニホールドを介して自治体基準器にオゾンガスを供給する。

校正に先立ち、二次標準器、自治体基準器を十分暖機する。校正前に、500ppb以上の濃度のオゾンガスを流路に流しコンデショニングを行う。校正のためのオゾンガス濃度は、0から250ppb程度の範囲で濃度を50ppb程度毎に変化させて、安定性を見ながら測定を数回行い、自治体基準器のゼロ点、スパン値を校正する。その後、確認のために、濃度変化サイクルを数回行い、自治体基準器が二次標準器に対して、200ppbのレベルで±2ppb以内で一致することを確認する。ゼロ点は、±1ppb以内で一致することを確認する。

この校正は測定局のオキシダント自動測定機の校正に合わせて原則年に2回行うことと

する。比較できる参照オゾン計 を自治体内で設け、それとの比較により、200ppb レベルで ± 2 ppb 以内で一致することが 2 回目の校正時に確認できた場合は、自治体基準器の二次標準器による校正を年 1 回にすることを可能とする。

自治体基準器においては、マイナスの表示を可能とする他、0.1ppb の桁で濃度表示ができること。また、温度、圧力補正機構が付いていること。また、内蔵するオゾン分解器によるゼロ点測定機構ではなく、外からのゼロガスの供給によるゼロ点測定ができることが望ましい。

参照オゾン計とは、自治体基準器と同等以上の性能要件を有するオゾン計で、自治体基準器と同様に二次標準器と比較校正を行い、適切に保管したものとす。また、自治体基準器を二次標準器と比較校正した際、自治体基準器とこの参照オゾン計の比較試験を行い、200ppb レベルで ± 2 ppb 以内で一致することを確認することとする。

5) 測定局設置のオゾン、オキシダント自動測定機の目盛校正(自治体基準器との校正)

自治体基準器によるオゾン、オキシダント自動測定機の目盛校正方法の装置構成例を図 3-7-4 に示す。

測定局設置のオゾン、オキシダント自動測定機は、自治体基準器により校正を行う。自治体基準器で直接校正できない場合は、自治体基準器と 200ppb のレベルで ± 2 ppb 以内で一致することを確認した自治体(準)基準器で自動測定機を校正してもよい。自治体(準)基準器の校正方法も以下の方法に従うこととする。

ゼロガス、スパンガスによる目盛校正は次の手順により行う。

校正前の測定局自動測定機の点検整備

校正を行う前に、以下の点検整備を行うこと。また、自治体基準器、測定局自動測定機のダストフィルターは外しておく。また、湿式オキシダント自動測定機の酸化剤も外して直結しておく。ダストフィルターや酸化剤を付けた状態で行う場合は、十分に(3時間程度)通気を行い、ダストフィルターや酸化剤による、分解・吸着などの誤差が生じないことを確認しておく。また、以下の点検整備を行っておく。

- ・ 機器内配管の清掃または交換
- ・ オゾン分解器(スクラバー)の交換または、除去効率確認
- ・ 検出セルの清掃
- ・ 水銀ランプの交換または、機能確認
- ・ 送液量、流量の確認・校正
- ・ 向流吸尿管の洗浄
- ・ 吸収液の交換
- ・ 等価液及び簡易スパン板による感度確認
- ・ 点検終了後の通気(通気期間は、測定機の説明書などを参照して適宜決定する。)

暖機

図 3-7-4 の構成例に従い、各機器を配置・配管接続し、流路系に漏れのないことを確かめる。配管は、四フッ化エチレン樹脂製の管などを用いる。なお、配管は、自治体基準器までとオゾン、オキシダント自動測定機までの長さを同一にし、かつできるだけ短くする。

また、新しい配管を用いる場合、オゾン濃度 300ppb 程度以上のガスを 30～60 分程度通気してから測定をする。

校正を行うときの温度、圧力条件は校正結果に影響を及ぼすので、20℃または 25℃、1 気圧を目安にできるだけ一定な状態で行うこと。また、校正対象測定機に温度及び圧力補正機能がない場合は、それぞれの温度、圧力も測定記録し、温度、圧力補正ができるようにしておくこと。

③ ゼロ校正

ゼロガスを両測定機に導入し、指示値が安定した後、指示値を確認する。両測定機の指示値が±2ppb の範囲を超過しているときは、ゼロガス精製器及び測定機のオゾン分解器等の点検を行うこと。

また、一方の測定機のみが超過しているときは、その測定機のオゾン分解器等の点検を行うこと。

ゼロガス精製器及び両測定機に異常のないことを確認後、ゼロ調整機構により指示をゼロ値に調整する。

④ スパン校正

校正用オゾンガスを両測定機に導入し指示値が安定した後、自治体基準器のオゾン濃度を示すように、オゾン、オキシダント自動測定機のスパン調整機構により指示を調整する。スパン調整する時のオゾン濃度は 180～250ppb 付近とする。

⑤ 校正値の確認

前回校正を行ったときと比較し、目安としてゼロ値で±2ppb、スパンは 200ppb レベルで 8ppb を超える偏差が認められるかどうかを確認する。目安を超える偏差が確認された場合には、各部の清掃・交換、漏れ試験及び試料大気流量の確認等の整備を行う。また、前回校正を行ったとき以降の測定値について棄却等の必要性を検討する。整備終了後、ゼロガス及びスパンガスを約 10 分間（機器の応答時間、安定時間により設定する）交互に 3 回程度導入し、繰返し性を確認し、再度目盛校正を行う。

⑥ 直線性の確認

測定機の日盛校正は、通常ゼロ、スパンで行われているが、その間の目盛について直線性の確認を行う必要がある。スパン調整時は、180～250ppb 付近のオゾン濃度でスパン校正を行う。直線性は 60、120 ppb 付近を含む 4 点のオゾンガスを発生させて確認する。

⑦ 目盛校正の周期

測定機の日盛校正は、少なくとも年 2 回の頻度で実施する。実施時期は、春・秋とすることが望ましい。ただし、校正地点と高度差のある所の測定や多湿地域では、適宜校正を実施する。

⑧ 校正作業時の温度・圧力（気圧）の確認

自動測定機によっては温度・圧力補正機能のないものがあるので、校正時のセル温度・セル圧力を測定しておき、校正時と大幅に違う温度・圧力における測定結果の補正に利用できるようにしておくこと。

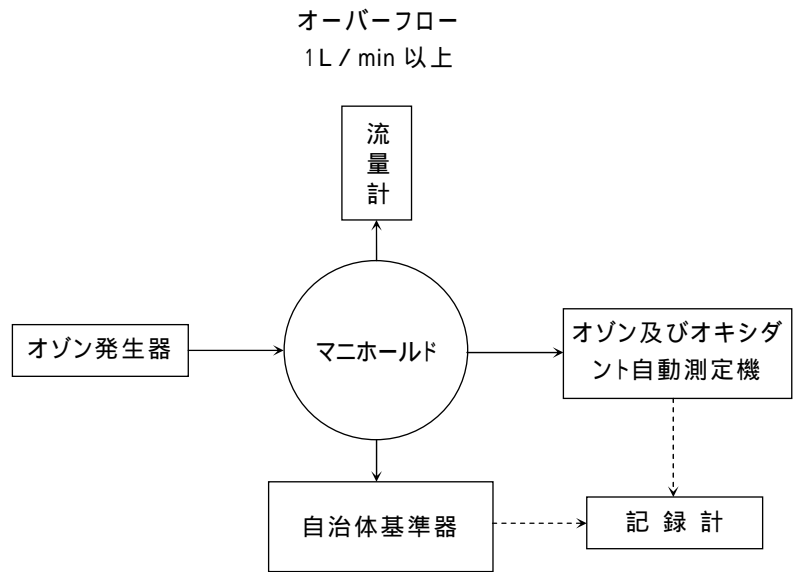


図 3-7-4 自治体基準器による測定局のオゾン、オキシダント自動測定機の目盛校正の装置構成例

(3) その他

JIS B 7957 附属書 3 に気相滴定法 (Gas phase titration、GPT) が規定されているが、オゾン濃度のトレーサビリティ体制では基準器の測定感度の値付けには用いない。ただし、自治体基準器などの感度確認法として利用できる。オゾンに既知濃度の一酸化窒素標準ガスを添加し、二酸化窒素に変換した時の一酸化窒素標準ガス濃度の減少分からオゾン濃度を求める方法である。一酸化窒素とオゾンの反応は以下に示すように $O_3 : NO = 1 : 1$ の反応であるため、 $NO > O_3$ の条件下で 100% の反応をさせれば、二酸化窒素濃度よりオゾン濃度を求めることができる。



気相滴定法による方法はオゾン発生器、一酸化窒素標準ガス、反応器、化学発光方式窒素酸化物自動計測器などで構成される。

3. 7. 2 紫外線吸収法オゾン自動測定機

(1) 測定原理

オゾンは、図 3-7-5 に示すとおり、波長 254 nm 付近の紫外線領域に極大吸収帯を持っている。この領域には、試料大気中に共存する一酸化炭素、二酸化炭素、一酸化窒素及び二酸化窒素による吸収がなく、測定機の構成面からも共存成分による測定への影響は比較的受けにくい。この方法は、光源から光学フィルターを通して得られる短波長紫外線を測定光として、オゾンによる吸光度を測定する方法である。一般に、環境大気の測定では、この方法で得られたオゾン濃度をもって光化学オキシダント濃度としてよい。

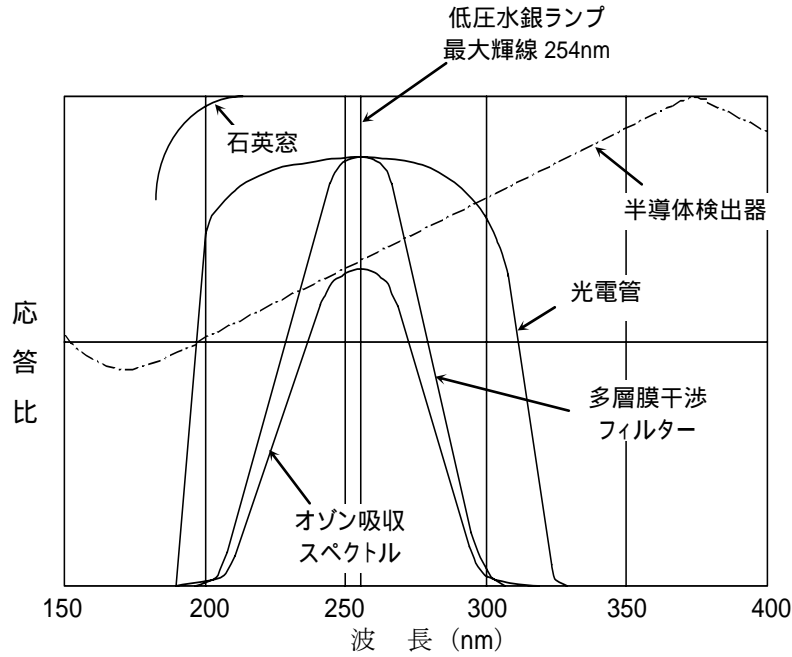


図 3-7-5 オゾンの紫外線吸収スペクトル及び検出器関係の特性例

オゾン濃度は、ランベルトーベールの法則に基づき、気体の状態方程式を適用することにより、次の式で決定することができる。ただし、測定機では、ゼロ補正と光量補正を目的として、オゾン分解器でオゾン除去した比較ガスを試料セルに導入したときの試料セル透過光の強度を I_0 とし、オゾンを含む試料大気を試料セルに導入したときの試料セル透過光の強度を I としている。それぞれの測定機における固有の機器定数を A として、オゾン濃度は下記のように表わされる。

$$\text{濃度 (ppb)} = A \times \frac{T}{P} \times \frac{R}{N_A} \times \frac{10^9}{\alpha L} \times \left(-\ln \frac{I}{I_0} \right)$$

濃度： オゾン濃度 (ppb)

L ： 吸収セル長 (m)

R ： ガス定数 ($8.314472 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$)

N_A ： アボガドロ数 ($6.022142 \times 10^{23} \text{ molecule mol}^{-1}$)

I / I_0 ： 透過率

P ： 吸収セル内の圧力 (Pa)

T ： 吸収セル内の温度 (K)

α ： オゾン吸収断面積 ($1.1476 \times 10^{-21} \text{ m}^2 \text{ molecular}^{-1}$, 273.15K, 101325Pa)

個々の測定機の校正は、一次標準もしくはそれにトレーサブルな標準器によって校正され、機器固有の定数 A が決定されなければならない。わかりやすいように、この校正時のセル圧

(P_s) とセル温度 (T_s) としておく。一般的に測定機から計算されるオゾン濃度値は、機械固有の定数 A ならびにセル内の温度 T_s 、圧力 P_s 、その他の定数はまとめてその機械の固有のスパン値 (SPAN) として下記の式のもとで、測定機から濃度が計算される。

$$\text{濃度 (ppb)} = \text{SPAN} \times \left(-\ln \frac{I}{I_0} \right)$$

$$\text{ここで } \text{SPAN} = A \times \frac{T_s}{P_s} \times \frac{R}{N_A} \times \frac{10^9}{\alpha L}$$

このように SPAN 値が定数のように固定されてオゾン濃度が計算されるため、実際の測定局 (i) で測定を行う場合は、その時のセル圧 P_i 、温度 T_i として濃度出力値を原理的には下記のように補正する必要がある。

$$\text{補正濃度 (ppb)} = \left[\text{SPAN} \times \left(-\ln \frac{I}{I_0} \right) \right] \times \frac{T_i}{T_s} \times \frac{P_s}{P_i}$$

測定機が、セル圧、セル温度補正機能を持つ場合は、測定している場所の温度、圧力に対応して補正項 ($T_i/T_s \times P_s/P_i$) が計算され濃度が正しく計算されることになるが、セル圧、セル温度の測定補正機能のない測定機の場合は、式のように個別に出力濃度値を補正する必要がある。例えば、セル圧、セル温度補正のない測定機で 1 気圧 (101.3 kPa) の場所で校正をしたものを、高度 1000m (約 0.9 気圧 : 90 kPa) の場所の測定局に置いた場合は、温度環境が同じでも 13% 程度の見かけ出力の低下が起こることになるので、セル内圧が気圧とほぼ等しいと仮定できるとする場合は $101.3/90=1.126$ のファクターを乗ずるなどの補正が必要である。そのため、校正を行った場所や測定局でのセル圧やセル温度をあらかじめ記録しておく必要がある。

(2) 測定機の仕様

試料大気中のオゾン精度よく測定するためには、表 3-7-2 に示す基本仕様を満たしている測定機を選択する必要がある (平成 8 年に環境省から基本仕様が示された)。なお、基本仕様に示した項目以外に自動ゼロ校正機能、記録計等のデータ記録装置、テレメータとのデータ交信機能等の付加機能がある。また、自動ゼロ校正時に自動測定機の指示値やスパン係数等をテレメータで送信できるものもある。

表 3-7-2 紫外線吸収法オゾン自動測定機の基本仕様

項目	基本仕様
1. 測定レンジ	瞬時値：0～0.1ppm から 0～5.00ppm
	1時間平均値：0～0.1ppm から 0～5.00ppm
上記測定範囲内で適切に分割したレンジをもつ	
2. 繰返し性（再現性）	最大目盛値の±2%
3. ゼロドリフト	±2ppb/日 かつ ±4ppb/週
4. スパンドリフト	最大目盛値の±2%/日 かつ ±4%/週
5. 直線性（指示誤差）	最大目盛値の±4%
6. 電源電圧変動に対する指示値の安定性	最大目盛値の±1%/定格電圧±10%
7. 周囲温度変化に対する指示値の安定性	17項の温度範囲内において5℃の変化に対して3及び4のドリフトの項を満足すること
8. オゾン分解器の効率	99.5%以上
9. 応答時間	2分間以下（装置入り口から最終指示値の90%値までの時間）
10. 最小検出限界	1ppb以下（ノイズの標準偏差の2倍）
11. 試料大気流量の経時安定性	10日間に3回以上の試験で±5%以下
12. 表示桁数	ppmで表示したときに小数点以下3桁以上（1ppb以下）
13. 干渉影響（水）	水分（25℃、相対湿度80%）の存在下でも指示値への影響が4ppb以下であること
14. 干渉影響（トルエン）	トルエン 1ppmの存在下でも指示値への影響が4ppb以下であること
15. 伝送出力	0～1V DC 又は 4～20mA（瞬時値及び1時間平均値）
16. 暖機時間	3時間以下
17. 許容周囲温度	0～40℃
18. 所要電源	AC100V±10% 50又は60Hz
19. 耐電圧	定格周波数の交流1000Vを1分間加えて異常がないこと
20. 絶縁抵抗	5MΩ以上

(3) 測定系統図

測定系統図例を図 3-7-6 に示す。

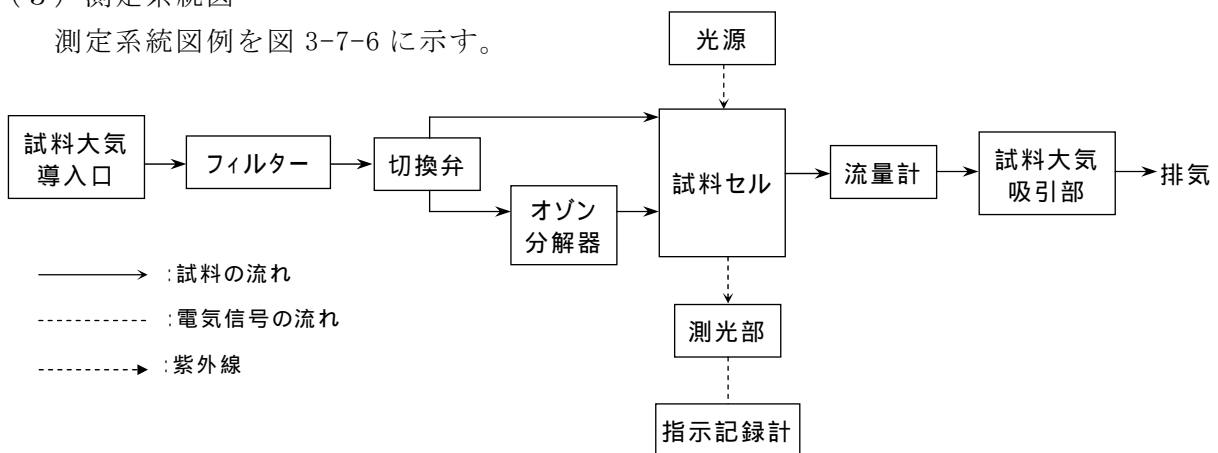


図 3-7-6 紫外線吸収法自動測定機の測定系統図例

測定機は、単一光源を使用し、ゼロ値の安定性の向上と干渉ガスの影響を低減させるために、試料大気流路と比較ガス流路により構成されている。比較ガス流路は、試料大気流路と同じ試料大気をオゾン分解器によってオゾンを選択的に吸着、分解する流路である。

構成は次のとおりである。

- 1) 光源光量の変動による測定値への影響を除くため、試料セル前方でハーフミラー又はビームスプリッタ等により反射させた反射光を測光する比較側検出器と、試料セル通過後の光量を測定する試料側検出器が取り付けられている。図 3-7-6 のとおり流路は、一定周期で電磁弁（切替弁）により切り換えて、試料大気と比較ガスを交互に試料セルに導入し、その吸光光度の差を演算回路で処理してオゾン濃度を求める。
- 2) 2つの試料セルから構成され、それぞれのセルにロータリバルブや2つの電磁弁により一定周期で試料大気と比較ガスを交互に切り換えて導入し、光源光量の変化による影響を除くとともに、交互に切り換えた際の吸光光度の変化を演算処理してオゾン濃度を求める。

(4) 測定機の構成

紫外線吸収法オゾン自動測定機の基本的な構成は次のとおりである。

1) 光源

紫外線光源としては、主に低圧水銀ランプが用いられている。

低圧水銀ランプの温度特性例を図 3-7-7 に示す。出力強度に温度依存性があるので、ランプを金属ブロックに収納し、40～55℃の範囲内の一定温度（±0.1℃以内）に設定されている。光源電源は通常リーケッジトランスで点灯されるが、測定機では光量変化のドリフトを低減する工夫として、直流電源を5～20 kHzに高周波発振させる安定化電源回路が使用されている。

2) 試料セル

試料セルには、紫外線と試料大気中のオゾンが通過するため、光散乱やオゾンの吸着、分解が生じにくい金属管、パイレックスガラス管又は内面に四フッ化エチレン樹脂を塗布した金属管が用いられる。

3) 検出器

検出器には、石英窓と光電管検出器で構成する検出器又は光学多層膜の干渉フィルターと半導体検出器で構成する検出器が用いられる。

4) オゾン分解器

オゾン分解器は、試料大気中のオゾンを選択的に分解し、比較測定用空気を精製するためのものである。分解方式は、鉄や銅等の金属触媒を用い加熱下で反応させる方法と、二

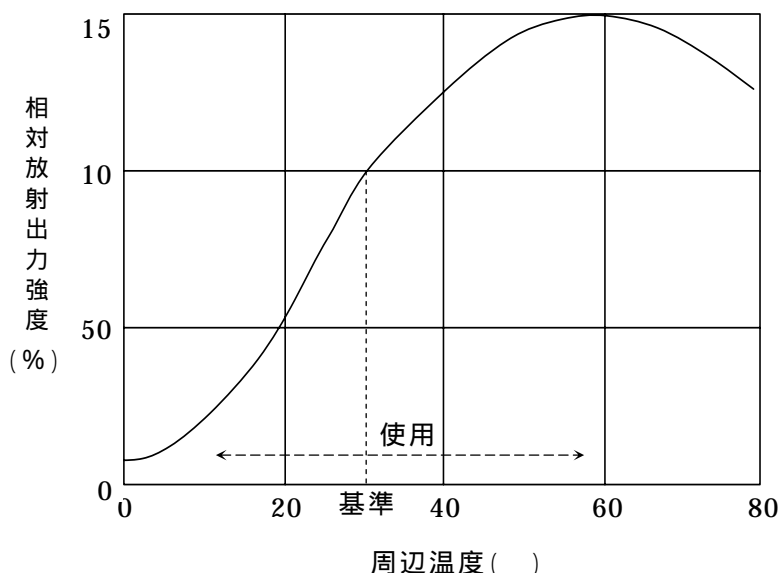


図 3-7-7 低圧水銀ランプの温度特性例

酸化マンガン等を銅網やアルミ板に塗布して常温で使用する方法とがある。干渉ガス及び水分の滞留を低減する工夫として分解器の温度調節を行っている機種もある。

5) 切換弁

試料ガスと比較ガスの流路切り換えのための切換弁には、3方電磁弁やロータリバルブが用いられる。ガス接触部の材質は、オゾンの吸着及び分解が生じにくい四フッ化エチレン樹脂又は四フッ化エチレン樹脂を塗布したゴム系樹脂を使用する。

6) 測定値出力

測定値は瞬間濃度として出力される。また、測定機は演算機能を備えており、1時間の連続測定の結果から1時間平均濃度を計算して出力する。

(5) 目盛校正

紫外線吸収法自動測定機は、一般にスパン係数と呼ばれる定数が機器ごとに設定されている。スパン係数は通常変化しないが、試料大気流路及び試料セルの汚れの蓄積により、オゾンガスが分解、吸着されることから感度が低下する場合があるので、定期的に校正用オゾンガスによる目盛校正が必要である。

測定機の日盛校正は、校正用オゾンガスによって行う動的校正でなければならない。しかし、校正用オゾンガスは高压容器を用いて保存することができないため、測定機の日盛校正時に発生器を用いてオゾンを発生させ、その濃度を確認した上、校正に用いなければならない。

測定局における校正には、前もって一次標準器にトレーサブルな校正により値付けされた自治体基準器を2次的な標準として用いる。

この自治体基準器を用いて、校正用オゾンガスの濃度を決定し、これによって測定機の日盛校正をする。具体的な目盛校正方法は「3.7.1 オゾンガスによる校正方法」に示す。

(6) 測定上の注意事項

1) 試料大気採取系統

① 試料大気採取管の材質、長さ

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

② 試料大気採取管の交換頻度

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

③ ダストフィルターの材質、交換頻度

試料大気採取部には、ダストフィルターとして、オゾンの吸着（分解）の少ない四フッ化エチレン樹脂製を用いる。

なお、圧力変動は測定値に影響するので、粉じん等による目詰まりに注意する必要がある。また、新しいフィルターではオゾンが吸着（分解）するため、あらかじめ1～2時間、500ppb程度のオゾンを含むガスで通気したろ紙を使用することが望ましい。目盛校正の際も、フィルター交換後指示が安定化した後に行う。

2週間に1回の交換を目安として、粉じん濃度の高い地域又は時期においては、その度合いに応じて交換回数を増やす。

④ 試料大気採取流量の制御

試料大気採取流量は、各測定セル内のガス置換が十分に行われる流量条件が機種ご

とに定められているので、流路切り換え後一定時間内に著しい流量低下がないように調整する。

2) 周囲温度と大気圧の変化の影響

乾式測定機は一般に0～40℃の周囲温度で使用可能であり、湿式測定機と比較すると周囲温度変化の影響は小さい。ただし、1日の間において10℃以上の急激な温度変化や35℃以上の高温、5℃以下の低温での連続使用を避けることが望ましい。

長期間スパン校正ができない場合、スパン校正周期の間で大きな気圧変化があった場合、又は高度差がある所に移動して測定を行う場合には、測定値に気圧変化の影響が認められるため、自動大気圧補正機能を付加した測定機を使用することが望ましい。

3) 干渉成分

干渉成分として、オゾンの紫外線吸収波長領域に吸収のある芳香族炭化水素等が考えられるが、トルエンによる干渉影響試験結果によれば、約1 ppmのトルエンが存在しても、測定値への影響は無視できる。ただし、校正に使用するオゾン発生器のガスポンプにゴム製のダイヤフラムが使用されていると、高濃度の芳香族炭化水素が発生する場合がありますので、そのようなガスポンプは使用しないものとする。

水分含有条件が急変した場合、試料ガス測定系と比較ガス測定系で水分条件が変わるために一時的に測定値に影響を生じることがある。このため、ゼロガスの湿度には注意が必要で、校正及び測定は十分指示値が安定してから行うことが必要である。

(7) 点検要領

測定機を常に最良の状態に維持し、精度が高い測定値を得るためには、適切な保守管理が必要である。使用する測定機の測定原理、構造、特徴はもとより、測定局の周辺環境を調査し測定条件を十分理解した上で保守管理を実施すれば、性能を長期にわたり最大限に維持できる。

また、不具合を早期に発見し対応することにより、無用な欠測や故障を未然に防止することができる。「3. 1.1 点検要領」に各測定機に共通する保守点検の内容と実施頻度を示す。この実施頻度は最低限の頻度を示したものであり、詳細は、測定局の設置条件及び各測定機の指定の方法、取扱説明書等を参考にして、点検項目、周期等を適切に決める。

1) 記録状況の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

2) 試料大気採取流量の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

3) ダストフィルターの交換

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

4) 試料大気採取管の取り付け状態及び管内結露の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

5) 試料大気漏れの確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

6) 光源光量

機種ごとに定められている光源光量はその範囲にあるか確認する。

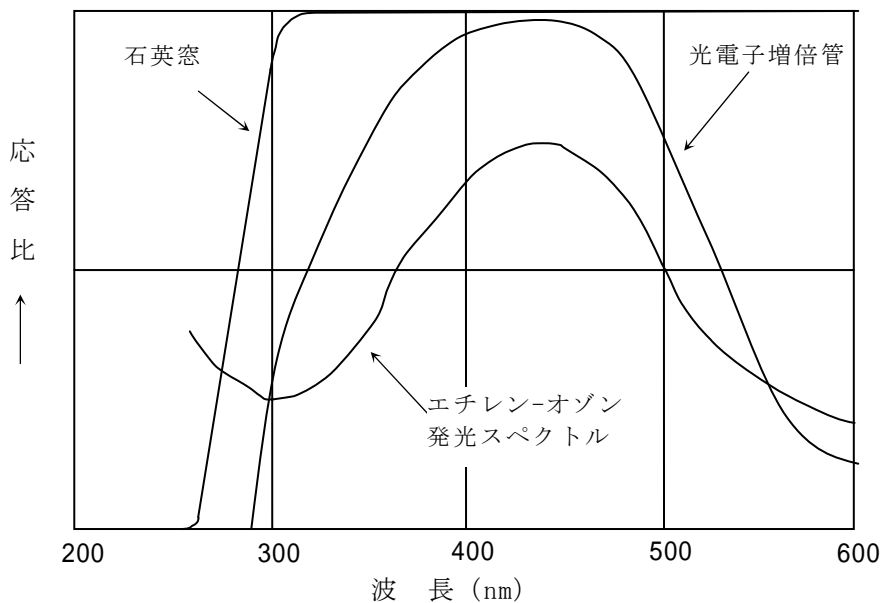


図 3-7-8 エチレン-オゾン反応の化学発光スペクトル
及び検出器関係の特性例

(2) 測定機の仕様

試料大気中のオゾンを精度よく測定するためには、表 3-7-3 に示す基本仕様を満たしている測定機を選択する必要がある（平成 8 年に環境省から基本仕様が示された）。なお、基本仕様に示した項目以外に自動ゼロ校正機能、記録計等のデータ記録装置、テレメータとのデータ交信機能等の付加機能がある。また、自動ゼロ校正時に測定機の指示値やスパン係数等をテレメータで送信できるものもある。

表 3-7-3 化学発光法オゾン自動測定機の基本仕様

項目	基本仕様
1. 測定レンジ	瞬時値：0～0.1ppm から 0～5.00ppm
	1時間平均値：0～0.1ppm から 0～5.00ppm
上記測定範囲内で適切に分割したレンジをもつ	
2. 繰返し性（再現性）	最大目盛値の±2%
3. ゼロドリフト	±2ppb/日 かつ ±4ppb/週
4. スパンドリフト	最大目盛値の±2%/日 かつ ±4%/週
5. 直線性（指示誤差）	最大目盛値の±4%
6. 電源電圧変動に対する指示値の安定性	定格電圧±10%の変動に対して指示値の変動が最大目盛値の±1%
7. 周囲温度変化に対する指示値の安定性	15項の温度範囲内において5℃の変化に対して3及び4のドリフトの項を満足すること
8. 応答時間	2分間以下（装置入り口から最終指示値の90%値までの時間）
9. 最小検出限界	1ppb以下（ノイズの標準偏差の2倍）
10. 試料大気流量の経時安定性	10日間に3回以上の試験で±5%以下
11. 表示桁数	ppmで表示したときに小数点以下3桁以上（1ppb以下）
12. 干渉影響	水分（25℃、相対湿度80%）の存在下でも指示値への影響が4ppb以下であること
13. 伝送出力	0～1V DC 又は 4～20mA（瞬時値及び1時間平均値）
14. 暖機時間	3時間以下
15. 許容周囲温度	0～40℃
16. 所要電源	AC100V±10% 50又は60Hz
17. 耐電圧	定格周波数の交流1000Vを1分間加えて異常がないこと
18. 絶縁抵抗	5MΩ以上

(3) 測定系統図

測定系統図例を図3-7-9に示す。

反応槽で発光した光は、光電子増倍管で検出してオゾン濃度に比例した電流値に変換される。測定可能な範囲は、0～5ppm程度である。

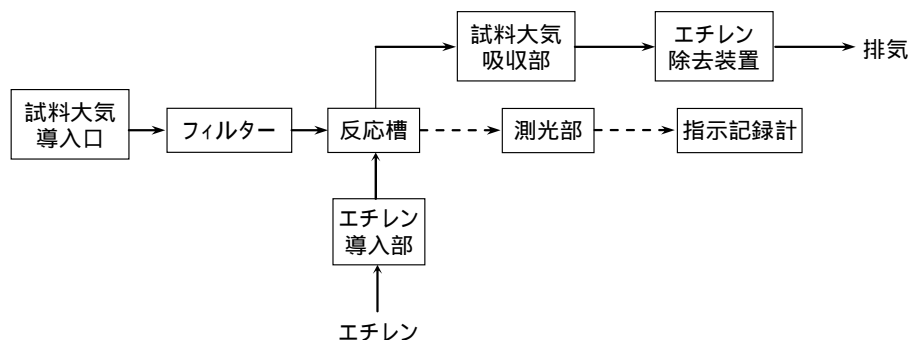


図 3-7-9 化学発光法自動測定機の測定系統図例

(4) 測定機の構成

化学発光法オゾン自動測定機の基本的な構成は次のとおりである。

1) 反応槽

反応槽は試料大気中のオゾンとエチレンガスを反応させて化学発光させる部分（セル）である。反応槽の気体混合部の構造は同心円2重管ノズルで、中心から試料大気、外側からエチレンガスを噴射して混合する方式と、別々に1点に噴射して混合する方式とがある。

2) エチレンガスの供給

エチレンガスは純度 99.5%以上のエチレンを安全のため窒素で薄めた（例えば7%以下）混合ガスを使用することが望ましい。圧力制御により流量調整弁又は毛細管で一定流量になるように調整する。エチレンガスは可燃性ガスであるため高圧ガス保安法に従い十分注意して取り扱う。

3) 光電測光部

光電測光部においては、波長 400 nm付近の可視領域が透過できる石英窓を介して、反応槽からの化学発光を光電子増倍管で検出し電流値に変換する。光電子増倍管には、高圧安定化電源と暗電流を安定化させる機構があり、電子冷却素子により5～10℃の範囲内の一定温度に調節して暗電流を安定化する方式と、光チョップにより光学的に暗電流変動を補正する方式とがある。

4) 測定値出力

測定値は瞬間濃度として出力される。また、測定機は演算機能を備えており、1時間の連続測定の結果から1時間平均濃度を計算して出力する。

(5) 目盛校正

目盛校正は、校正用オゾンガスによる動的校正により行う。具体的な目盛校正方法は「3.7. 1 オゾンガスによる校正方法」に示す。

(6) 測定上の注意事項

1) 試料大気採取系

① 試料大気採取管の材質、長さ

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

② 試料大気採取管の交換頻度

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

③ ダストフィルターの材質、交換頻度

紫外線吸収法オゾン自動測定機に準ずる。

④ 試料大気採取流量の制御

流量は試料大気とエチレンを最適発光条件で混合できるように機種ごとに定められている。

試料大気採取流量とエチレン流量の感度特性例を図 3-7-10 に示す。図に示すとおり試料大気採取流量変動に対して感度は安定しているが、エチレン流量変動に対しては感度の変化が大きいため定期的に確認する。エチレン流量は、圧力調整器と毛細管により制御されており通常問題はないが、前回のスパン校正と次のスパン校正をす

る間の点検時に流量及び圧力に変化がないよう注意する。

2) 周囲温度と大気圧の変化の影響

紫外線吸収法オゾン自動測定機に準ずる。

3) 干渉成分

化学発光法オゾン自動測定機は、試料大気中に共存する成分でエチレンとの反応によって化学発光を起こして干渉する成分はほとんどない。水、芳香族炭化水素による干渉試験結果によると、水はゼロガスに加湿した条件では干渉が認められなかったがスパンガスに加湿した条件では約1.5%測定値を増加させている。また、芳香族炭化水素は約1 ppmのトルエンが存在しても、測定干渉は認められなかった。

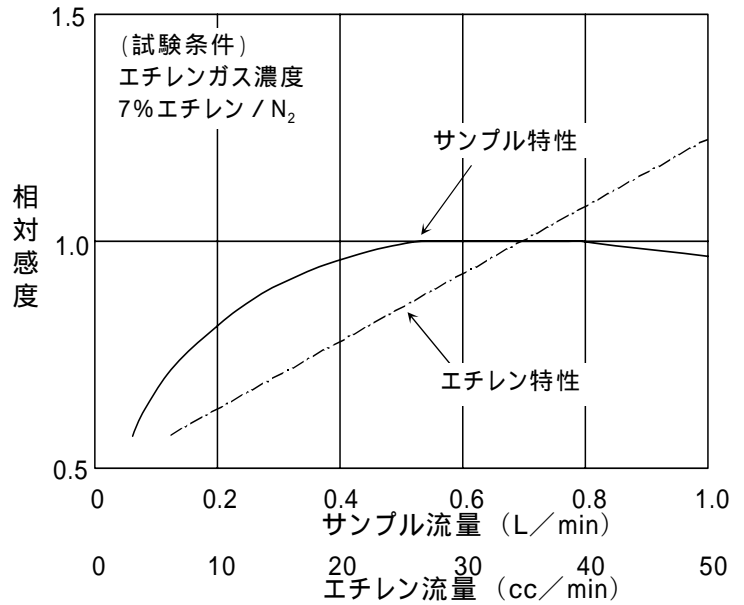


図 3-7-10 試料大気採取流量とエチレン流量の感度特性例

(7) 点検要領

測定機を常に最良の状態に維持し、精度が高い測定値を得るためには、適切な保守管理が必要である。使用する測定機の測定原理、構造、特徴はもとより、測定局の周辺環境を調査し、測定条件を十分理解した上で保守管理を実施すれば、性能を長期にわたり最大限に維持できる。また、不具合を早期に発見し対応することにより、無用な欠測や故障を未然に防止することができる。「3. 1.1 点検要領」に各測定機に共通する保守点検の内容と実施頻度を示す。この実施頻度は最低限の頻度を示したものであり、詳細は、測定局の設置条件、各測定機の指定の方法及び取扱説明書等を参考にして、点検項目、周期等を適切に決める。

1) 記録状況の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

2) 試料大気採取流量の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

3) ダストフィルターの交換

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

4) 試料大気採取管の取り付け状態及び管内結露の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

5) 試料大気漏れの確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

6) エチレンガス

エチレンガスは可燃性ガスであり、測定局の高圧ガス容器の配置管理は「2. 2. 4 設備」に従って十分管理する。特に漏れの確認は重要保守項目であり、点検ごとに残圧を調査し規定流量に合った減少量であることを確認する。

反応残留分はエチレン処理器の触媒により酸化処理されているが、この触媒式処理器の設定温度を定期的に確認するとともに、処理器の触媒は劣化するので1年を目安に交換する。また、処理の際、水が発生するため、室外への排気管内凝縮水の滞留についても注意する必要がある。

7) テレメータ出力の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

8) 故障対策

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

3. 7. 4 吸光光度法オキシダント自動測定機

(1) 測定原理

オキシダントを含む試料大気は、中性ヨウ化カリウム溶液中に通じると、ヨウ化カリウムが酸化されて(1)式の反応でヨウ素を遊離し、ヨウ化カリウム溶液中では黄褐色に発色する。



この発色液の波長 365 nm 付近における吸光度を測定することにより、大気中のオキシダント濃度を測定する方法である。

なお、ヨウ化カリウム溶液中に遊離したヨウ素は、ヨウ化カリウムと反応して三ヨウ化カリウムとなり、(2)式に示す平衡関係にある。また、遊離したヨウ素は液相、気相の間に平衡関係があり、温度、圧力が一定で密閉系ならば、液相中のヨウ素濃度は一定になる。しかし、オキシダント計のように開放系である場合は、採取流量によって液相と気相の間の平衡状態は常に変化する。更に、温度、圧力が変化すれば、液相と気相の間の平衡状態や(2)式に示す反応の平衡状態が同時に変化する。このように、発色度に関係する三ヨウ化カリウム濃度は、温度、圧力及び採取流量の影響を受け易いので、動的校正時と測定時のこれらの条件の差を小さく保つように注意する必要がある。

(2) 測定機の仕様

オキシダント自動測定機は「大気汚染に係る環境基準について」(昭和48年環境庁告示第25号)及び大気汚染防止法施行規則第18条において、JIS B 7957によるとされるため、JISに示されている性能を満たす測定機を選択する必要がある。

吸光光度法オキシダント自動測定機の基本仕様を表3-7-4に示す。

表 3-7-4 吸光光度法オキシダント自動測定機の基本仕様

項 目	基 本 仕 様
1. 測定レンジ	0~0.2ppm から 0~0.5ppm
上記測定範囲内で適切に分割したレンジをもつ	
2. 繰返し性 (再現性)	最大目盛値の±2%
3. ゼロドリフト	最大目盛値の±2%/日
4. スパンドリフト	最大目盛値の±4%/日
5. 直線性 (指示誤差)	最大目盛値の±4%
6. 電源電圧変動に対する指示値の安定性	定格電圧±10%の変動に対して指示値の変動が最大目盛値の±1%
7. 応答時間	10 分間以下 (装置入り口から最終指示値の 90% 値までの時間)
8. 干渉成分の影響 (一酸化窒素、二酸化窒素)	6%以下
9. 干渉成分の影響 (二酸化硫黄)	6%以下
10. 試料大気流量の経時安定性	10 日間に 3 回以上の試験で設定流量の±7%以下
11. 吸収液流量の安定性	10 日間に 3 回以上の試験で設定流量の±5%以下
12. 耐電圧	定格周波数の交流 1000V を 1 分間加えて異常がないこと
13. 絶縁抵抗	5MΩ 以上

(3) 測定系統図

測定系統図例を図 3-7-11 に示す。

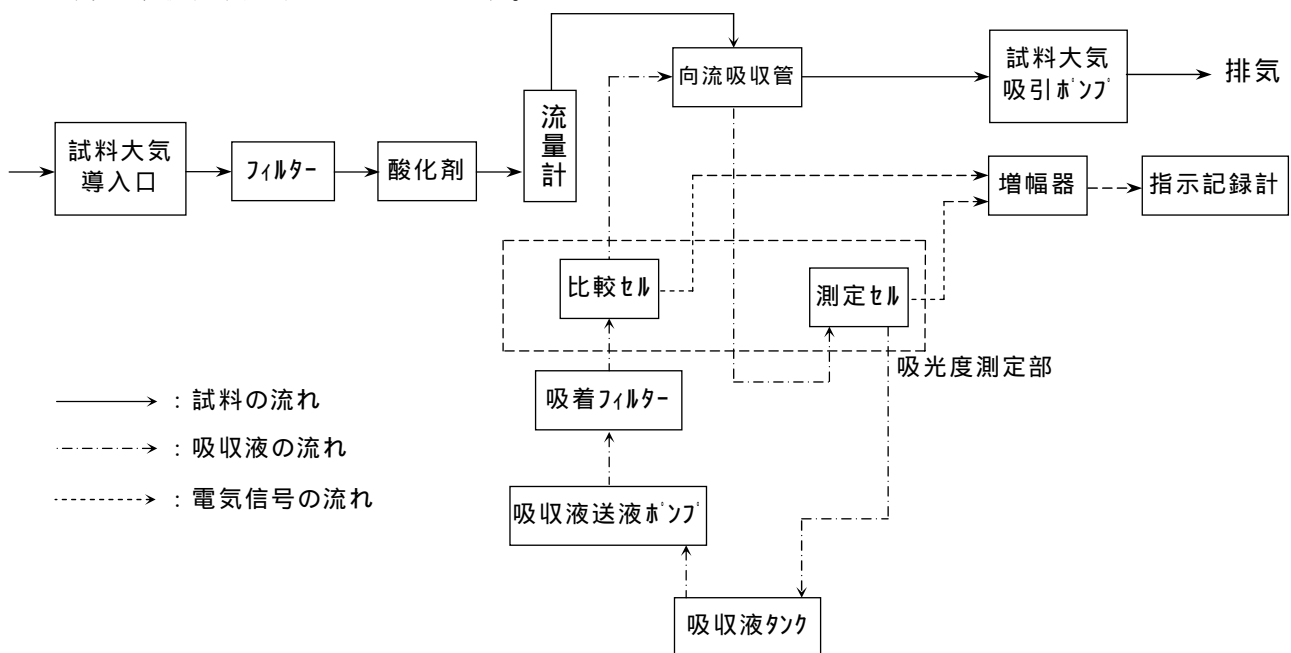


図 3-7-11 吸光光度法自動測定機の測定系統図例

(4) 吸収液

1) 吸収液に用いる試薬

- ・ヨウ化カリウム (KI) オキシダント用試薬
- ・リン酸二水素カリウム (KH₂PO₄) オキシダント用試薬
- ・リン酸水素二ナトリウム・12水 (Na₂HPO₄・12H₂O) オキシダント用試薬
- ・水酸化ナトリウム (NaOH) JIS 試薬

2) 吸収液の調製

吸収液 10 L を調製する場合には、ヨウ化カリウム 200g、リン酸二水素カリウム 140g、リン酸水素二ナトリウム・12水 360g を純水 8 L に溶かすと pH が約 6.5 であるので、1%水酸化ナトリウム溶液を用いて pH を 6.8~7.2 に調整し、更に純水を加えて 10 L とする。

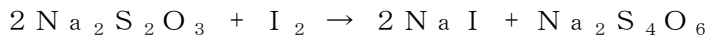
調製 24 時間後に pH 計で pH を測定し 6.8~7.2 に入ることを確認し、次いで過酸化水素水を 1、2 滴加えて、液が黄色に変化することでヨウ素の遊離を確認する。

3) 吸収液に用いる水

吸収液の調製に使用する水は、純水を用いる。夏期に溶液中に糸状菌等が繁殖し易い場合は、更に水質のよい純水を用いることが必要である。

4) ヨウ化カリウム試薬に含まれるチオ硫酸塩

吸収液を調製するのに使用するヨウ化カリウム試薬は、不純物としてチオ硫酸塩を含んでいることがある。チオ硫酸塩は、



で示すとおり、ヨウ素を消費するので、チオ硫酸塩を含むヨウ化カリウム試薬で調製した吸収液を使用すると、測定機の指示値が真の値よりも低くなるので注意が必要である。また、等価液も表示された値より低くなるので、オキシダント用の試薬を使用しなければならない。

5) 吸収液の保存

調製した吸収液はヨウ素の遊離を防ぐため、遮光した着色容器に入れ、冷暗所に置くことが望ましい。ただし、長期間保存することは避け交換ごとに調製する。

6) 吸収液のヨウ化カリウム濃度

ヨウ化カリウムの規定量を溶解した場合、吸収液のヨウ化カリウム濃度は 2% であるが、吸収液は循環使用しているため、長期間使用すると水分の蒸発によって吸収液の濃度が高くなる。また、ヨウ化カリウム試薬のロットが変わった場合、吸収液の調製時にヨウ化カリウム濃度を確認することが望ましい。

(5) 目盛校正

試料大気流路及び向流吸尿管等の汚れの蓄積により、オゾンガスが分解、吸着されることから感度が低下する場合がありますので、定期的に校正用オゾンガスによる目盛校正が必要である。

測定機の日盛校正は、校正用オゾンガスによって行う動的校正でなければならない。具体

的な目盛校正方法は「3.7.1 オゾンガスによる校正方法」に示す。

<校正上の留意点>

- ① 校正する際、その前後でオゾン濃度の測定を必ず行い、指示値を記録する。
- ② 向流吸尿管を交換する場合は、その前後でオゾン濃度の測定を必ず行い、指示値を記録する。
- ③ 校正前に、オキシダント自動測定機のガス漏れ点検及び校正済み流量計による流量計の点検を行っておく。
- ④ ゼロ調整は、ゼロガス調製装置を通過した空気を用いる。通常約30分で安定するが、ゼロ値は測定の基本になるので、安定するまで十分時間をかける。通気状態の場合と通気停止の場合のゼロ値は、通常ほぼ一致するが、差がある場合は吸収液のヨウ化カリウム濃度や活性炭の確認を行う。
- ⑤ スパン調整は、180～250ppb付近のオゾン濃度で行う。直線性は60、120ppb付近を含む4点のオゾンガスを発生させて確認する。スパンの校正後は等価液(2/5相当)及びスパン用フィルターで感度を確認して目盛点検のために記録しておく。
- ⑥ 配管は四フッ化エチレン樹脂製を用いて行う。なお、配管は自治体基準器までとオキシダント自動測定機までの長さを同一にし、かつ、できるだけ短くする。
- ⑦ 校正に当たっては、ダストフィルター、酸化剤は外しておく。取り付けておく場合は、少なくとも3時間前に交換しておく。

(6) 等価液による目盛の確認

測定機の見盛校正は校正用ガスを用いる動的校正によって行い、等価液を用いた目盛の確認は、感度や直線性に対する光学系検出器部の点検として行う。

1) 等価液の調製

等価液の調製に際しては、あらかじめチオ硫酸ナトリウム規定溶液によりヨウ素標準液を滴定し、ファクターを求めておく。等価液の調製は、測定機の点検の度ごとに行う。

2) 簡易的スパン確認

動的校正後、日常の指示感度の確認を行う場合は、等価液によってもよいが、この場合には校正用ガスの代わりに校正用ガスでオゾン濃度相当値を決めた1)の等価液を点検毎に調製して用いる。

<目盛確認の手順>

校正用ガスで見盛校正した測定機の測定セル内を等価液で置き換え、この時の測定機の指示値を読み取り、この等価液のオゾン濃度相当値を求めておく。以後の簡易的な感度確認では、点検毎に調製した等価液を測定セルに入れ、測定機の指示が等価液のオゾン濃度相当値を示すことを確認する。

<目盛確認上の留意点>

等価液での感度確認が±10%以上ずれていたら、オキシダント自動測定機の動的校正をやり直す。

(7) 測定上の注意事項

1) 試料大気採取系

- ① 試料大気採取管の材質、長さ
紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。
- ② 試料大気採取管の交換頻度
紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。
- ③ ダストフィルターの材質・交換頻度
紫外線吸収法オゾン自動測定機に準ずる。

2) 分析部系統

① 吸収液量の確認

吸収液量の変動は、定量ポンプの不良、送液系統の抵抗の増減（主として活性炭フィルターの状況変化）等に起因する。したがって、送液ポンプの状態が変わらなければ活性炭交換時に吸収液量を確認する。もちろん、ポンプ状態の変化、送液系統の抵抗の変化があれば、その変化ごとに液量確認が必要である。

② 吸収液の確認

吸収液は、向流吸収管部において試料大気との気液接触の際、通常、試料大気は湿度 100%ではないために、吸収液の水分は常に蒸発状態にある。したがって、測定機の吸収液は長期間循環使用されることから、そのヨウ化カリウム濃度が大きく変化することがあるので、吸収液の調製時と同様の方法で使用中の濃度確認を行うことが必要である。

なお、蒸発損失が大きく、ヨウ化カリウム濃度が大きく変化する場合は、吸収液の中に純水を加えて、ヨウ化カリウム濃度を規定値に保つようにするとよい。

③ 吸収液等の交換頻度

著しく高濃度のオキシダントにも十分反応し得るだけの試薬量が確保されているので、吸収液交換頻度は溶液の透過率の変化と蒸発損失とに依存する。ただし、オキシダント自動測定機と同様に吸収液を循環使用している窒素酸化物測定の吸収液と異なるのは、活性炭によって遊離ヨウ素を吸着していることで、活性炭の吸着能力の低下がそのまま吸収液の劣化につながる。

表 3-7-5 は、60 日間連続的に測定機にオゾンガスを導入し、その指示値と手分析値を比較することにより、吸収液（2%ヨウ化カリウム溶液）の有効性を調べた結果である。表 3-7-5 から分かるように、手分析値に対する測定機の指示値は、日数の経過にかかわらずほぼ一定している。このことは、吸収液が 60 日程度の使用に十分耐えることを示している。したがって、オキシダント吸収液の交換頻度は、測定場所、季節等による変動を考慮しても、1 か月に 1 回で十分精度が維持できる。

表 3-7-5 吸収液（中性リン酸塩緩衝2%ヨウ化カリウム溶液）の有効性
（ JIS B 7957 解説）

オゾンガスを連続導入した日数	オゾン濃度の測定日	オゾン濃度		
		自動測定機 (A)	手分析 (B)	(A) / (B)
60 日	1	0.301	0.295	1.006
	12	0.276	0.271	1.019
	26	0.266	0.253	1.051
	44	0.253	0.247	1.024
	60	0.241	0.237	1.017

④ 向流吸収管の洗浄頻度

向流吸収管の汚れは、測定感度を低下させる最大の原因となるので、自動水洗装置を装着し、純水によって洗浄する必要があり、オキシダント濃度が低い深夜に1日1回洗浄する方法が望ましい。

図 3-7-12 は、自動水洗装置を使用した場合と、しない場合及び紫外線吸収法オゾン自動測定機を並行運転した結果である。

自動水洗と無水洗の測定機について、測定感度の経時変化を比較することによって向流吸収管の自動水洗の必要性和感度低下の抑制効果を調べた結果である。

向流吸収管を水洗しないまま4週間測定を続けた場合は、測定機の測定感度は約50%低下し、水洗すると測定開始時の感度に復帰することが認められる。

一方、向流吸収管に自動水洗装置を装着した場合は、4週間の測定期間中、オゾン自動測定機と比較して、測定感度が3~29%高く、 $[OX] / [O_3]$ の比が常に1より大きく、感度低下はほとんど認められていない。したがって、測定機の測定精度を維持するためには、定期的な向流吸収管の洗浄が必要であり、向流吸収管の洗浄作業を進める上で労力軽減からも自動水洗装置を用いることが必要である。

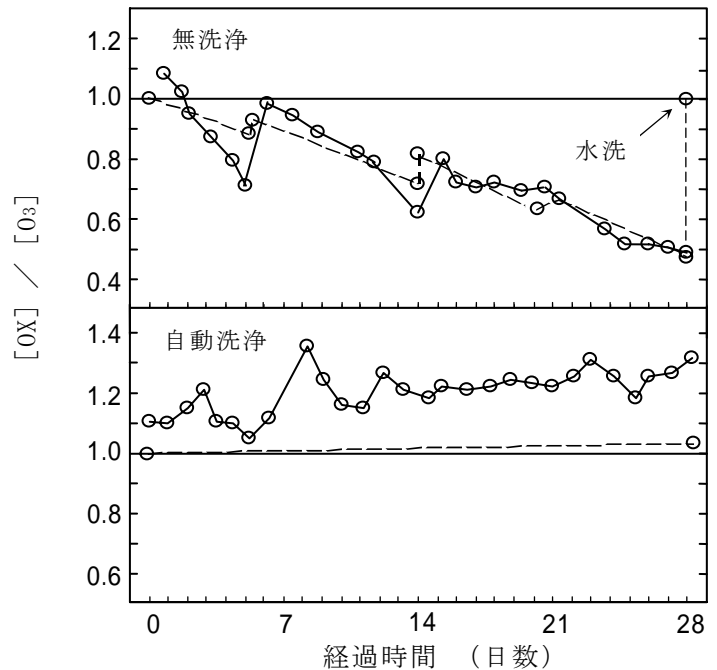


図 3-7-12 [OX] / [O₃] の経時変化

なお、都市部や周辺状況によっては、汚れの度合いが著しい場合や水溶性でない汚れが付着する場合もあるため、そのような場合には定期的に（例えば2週間に1回）洗浄剤による手動洗浄を加えなければならない。

3) 目盛校正

① ゼロ調整操作とその頻度

測定機のゼロ調整は、活性炭を充填したゼロガスフィルターを用いて大気を流すことから始めるが、このフィルターでは、大気中の一酸化窒素が除去できず真のゼロ値は設定できない。この操作を省略して試料大気採取ポンプを止めて反応液を流すことによってゼロ値を調整する場合もある（反応液を多量に流すことによってゼロ値に達する時間を短くすることができる）。いずれにしても、指示値は徐々にゼロ又はゼロ値付近に達する。指示値が不安定な場合もあるので、安定した指示値が20分以上継続してからゼロ調整するのが望ましい。頻度としては、1週間に1回以上とする。

なお、現在の測定機は自動ゼロ調整機能を有している。

② 目盛校正の時期と頻度

オゾンガスによる校正の実施時期は、オキシダント濃度が高くなる光化学スモッグシーズンの前後の春、秋の時期に少なくとも年2回必要である。

オキシダント測定機は、校正時の温度が測定時の温度より低いと測定値は低くなり、逆に校正時の温度が測定時の温度より高いと測定値は高くなる。例えば、校正時の温度が20℃、夏期の測定局の温度が28℃の場合には、約8%低めに測定することになる。また、夏期の高温時には校正時の温度を保つために室温を下げすぎると、試料大気採取管内で結露を生じることがある。これらのことから、夏前の自治体基準器との比較校正は夏期の測定温度を考慮して、例えば25℃というような温度で実施することになる。

また、向流吸収管等の測定感度に影響を与える部品を交換した場合は、必ず自治体基準器による校正が必要である。前回の校正時からの変動が±10%を超える場合には、測定機の再確認を行う。

なお、変動が±10%以内でも目盛校正のたびに変動している場合にはその原因を追究する。

4) 干渉成分

測定機は、中性ヨウ化カリウム吸光光度法を測定原理としているため、酸化性及び還元性物質の影響を受ける。

還元性物質（主として二酸化硫黄）は、試料大気の流路に設けられたスクラバによってその干渉を防いでいる。しかし、大気中の一酸化窒素が二酸化窒素に酸化されるため、二酸化窒素とともに一酸化窒素もオキシダント測定に影響を与えるが、一般環境大気の測定の実態を考慮した場合、補正を要しない濃度範囲である。ただし、全オキシダント濃度から二酸化窒素の影響を除いた濃度が、光化学オキシダント濃度と定義されているので、道路近傍での測定の場合、窒素酸化物濃度が高いことからオキシダント測定値の補正をする必要がある。一酸化窒素、二酸化窒素による影響率の例を表3-7-6に示す。

表 3-7-6 オキシダント自動測定機の二酸化窒素及び一酸化窒素の影響率の測定結果の例

測定原理	測定機種	NO ₂ の影響率 (RNO ₂) %	NOの影響率 (RNO) %
吸光光度法	A	3.3	3.6
吸光光度法	B	3.5	5.0

吸収液：中性リン酸塩緩衝 2% ヨウ化カリウム溶液
 NO₂、NO 濃度：0.5ppm 付近の一定濃度
 温度及び湿度：20℃、60～70%
 (JIS B 7957 解説)

(8) 点検要領

測定機を常に最良の状態に維持し、精度が高い測定値を得るためには、適切な保守管理が必要である。使用する測定機の測定原理、構造、特徴はもとより、測定局の周辺環境を調査し、測定条件を十分理解した上で保守管理を実施すれば、性能を長期にわたり最大限に維持できる。

また、不具合を早期に発見し対応することにより、無用な欠測や故障を未然に防止することができる。「3.1.1 点検要領」に各測定機に共通する保守点検の内容と実施頻度を示す。この実施頻度は最低限の頻度を示したものであり、詳細は測定局の設置条件及び各測定機の取扱説明書等を参考にして、点検項目、周期等を適切に決める。

1) 記録状況の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

2) 試料大気採取流量の確認及び調整

溶液導電率法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

3) ダストフィルターの交換

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

4) 試料大気採取管の取り付け状態及び管内結露の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

5) 試料大気漏れの確認

検査方法は次の要領で実施する。

① 試料大気流量を半分 (約 1.5L/min) 程度に絞る (大気流量をあまり多くすると吸収液の逆流が起こるので注意する)。

② 大気導入口を閉じ流量計のこま型が下端に降りるのを確認。

③ ガス漏れのある場合は、排出口を閉じて配管にガス圧をかけ、接続部に石けん水を塗布し、発泡から漏れ箇所を検査する。

6) 流量安定化装置の動作確認

溶液導電率法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

7) ゼロ調整

通常、ゼロ値は約 30 分で安定するが、測定の基本となるので安定するまで十分な時間をとる。校正時にはゼロガスを吸引して行うが、通常点検時には、試料大気採取ポンプを

停止し、吸収液のみを循環させ指示安定後に行っても差し支えない。

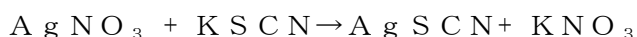
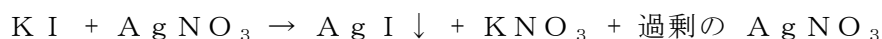
8) 吸収液量の確認

活性炭フィルターは負荷抵抗が大きく、ポンプの流量変動の原因になるので、活性炭交換時には必ず流量の確認を行う。また、送液ポンプの隔膜又はチューブを交換した直後は流量が不安定となるので、自動流量調整機構付きの測定機は数時間後、安定を確認し設定流量に調節する。

なお、自動流量調整機構の付いていない測定機は、交換後1日おいてから調節する。確認方法はメスシリンダを用いて10分間の排出液量を計量し、1分間当りの液量を求める。

9) 吸収液中のヨウ化カリウムの定量

- ① 2%ヨウ化カリウムオキシダント吸収液10mL（1%ヨウ化カリウムの場合は20mL）に0.1 mol/L硝酸銀標準溶液を一度に1～2滴ずつ滴下しながら攪拌する。ヨウ化銀が完全に沈殿した後（ヨウ化銀の沈殿が凝縮する）、過剰に3～5 mLを加える。
- ② 2 mol硝酸 5 mL と指示薬として硫酸鉄（Ⅲ）アンモニウム12水塩（鉄ミョウバン）溶液3 mLを加え、残存する硝酸銀を0.1 mol チオシアン酸カリウム（KSCN）標準溶液で滴定する。上澄み液が赤みを帯びる点を終点とする。チオシアン酸鉄は、硝酸0.3 mol/L以上で赤色を示す。2%ヨウ化カリウム吸収液には、リン酸塩の緩衝作用があるので硝酸を加える必要がある。



（計算例）

加えた0.1 mol/L硝酸銀標準溶液（ $f=1.002$ ）の量：15.56 mL 過剰の硝酸銀溶液を滴定するのに要した0.1 mol/Lチオシアン酸カリウム標準溶液（ $f=1.053$ ）の量：3.16 mL とすると、反応式より明らかなように、1分子のヨウ化カリウムと1分子の硝酸銀と1分子のチオシアン酸カリウムは当量であるから

$$1 \text{ mol/L A g N O}_3 \ 1000\text{mL} = \text{K I } 166 \text{ g} = 1 \text{ mol/L K S C N } 1000\text{mL}$$

したがって、

$$0.1 \text{ mol/L A g N O}_3 \ 1 \text{ mL} = 166 / (10 \times 1000) = 0.0166 \text{ g K I} = 0.1 \text{ mol/L K S C N } 1 \text{ mL}$$

反応液 10 mL 中に含まれるヨウ化カリウムは

$$(15.56 \times 1.002 - 3.16 \times 1.053) \times 0.0166 \text{ g K I} = 0.2036 \text{ g K I}$$

$$0.2036 \text{ g} / 10\text{mL} \times 100 \rightleftharpoons 2.04\text{W/V}\%$$

10) 活性炭の交換

活性炭の交換時には、活性炭の吸着能が安定するのに時間を要するので、活性炭を吸収液に一昼夜浸し、吸着しているガスを放出させた後、吸収液で数回洗浄し、黒い粒が浮上しなくなるまで続ける。この処理を行った後活性炭フィルターに充填する。

活性炭の洗浄に純水を用いた場合は、活性炭中の純水を吸収液で十分に置換してから活性炭フィルターに充填する。

なお、吸収液が汚れている場合、活性炭のみの交換は活性炭が早く劣化するので、吸収液交換時に合わせて行うことが望ましい。また、活性炭はその劣化状況がオキシダント濃

度に依存するのでオキシダントの汚染状況によって交換頻度が変わってくるが、安全率を見込んで1か月に1回オキシダント吸収液と同時に交換することが望ましい。

11) 酸化剤の交換

酸化剤は空気、水との接触により劣化するので、酸化器の栓のスリ合わせ部分にグリースを塗り密閉する。なお、オキシダント用酸化剤は最低限3か月に1回の頻度で交換する。3か月以内でも、酸化剤が半分以上緑褐色になった場合は直ちに交換が必要である。

12) 向流吸収管等の洗浄

向流吸収管の内壁に結晶が析出するまでに洗浄する必要がある。洗浄方法は、試料大気及び送液ポンプを停止させ、向流吸収管の上部から100～200mLの純水のみを流すことにより行う。汚れの著しい向流吸収管は、測定機から取り外した後アルカリ性洗剤を用いて洗浄するのが効果的であるが、向流吸収管内に薬品が残ると測定に支障を来すので十分水洗する。セルの洗浄は水、又は中性洗剤で行う。

なお、向流吸収管を取り付けた後は自治体基準器による校正が必要である。また、長期間使用していると向流吸収管の内壁が劣化して汚れが落ちにくく感度に影響するため、向流吸収管を更新することが望ましい。

13) テレメータ出力の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

14) 故障対策

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

3.8 一酸化炭素自動測定機

環境大気中の一酸化炭素を自動的に連続測定する測定機としては、JIS B 7951 において、赤外線吸収方式に基づくものが規定されているが、環境基準及び緊急時の措置に係る測定法としては、「大気の汚染に係る環境基準について」(昭和 48 年環境庁告示第 25 号)及び大気汚染防止法施行規則第 18 条において、非分散型赤外分析計を用いることになっている。また、本測定機は計量法の特定計量器にあたり、大気の常時監視は計量法上の「証明」行為に該当するため、検定を受けた機種を使用する必要がある。

(1) 測定原理

物質を構成している分子は、それぞれ特有の原子間振動を持っており、この振動モードの振動数に応じた波長の光を吸収し、圧力が一定のガス体では濃度に対応した吸収を示す。非分散型赤外線分析法は、この原理に基づいて一酸化炭素の 4.7 μm 付近における赤外線吸収を計測することにより、その成分濃度を測定する方法である。

近年では、一酸化炭素濃度 10ppm 以下の低濃度域における選択性、安定性の向上やノイズレベルの低減のために、様々な工夫をした機器が普及している。

選択性の向上のためには、一酸化炭素と吸収スペクトルが一部重なる二酸化炭素や水等の干渉成分の影響を除く目的で、差量法、ガスフィルター相関法、帯域フィルター法などが採用されている。

吸収スペクトルを比較する方法としては、

交互に異なるセルへ流れを切り換える複光源方式

一定周期で流れを切り換える単光源単一セル方式

回転セクタを用いた単光源方式

等がある。

これらの方式の採用により、光源光量や検出器のバランスが変化しても原理的にゼロドリフトが起きず、低濃度における安定性が従来に比べ向上した。

一方、ノイズレベルの低減方法としては、短時間に比較ガスと試料ガスを切り換える方式、光源や回転セクタの構造を振動などによる光量の変化が 2 つのセルに均等に影響するよう工夫した方式等が採用されている。

(2) 測定機の仕様

JIS B 7951 は、大気中の一酸化炭素自動測定機についての性能を規定しており、これを満たす測定機を選択する必要がある。

表 3-8-1 に一酸化炭素自動測定機の基本仕様を示す。

表 3-8-1 一酸化炭素自動測定機の基本仕様

項 目	基 本 仕 様
1. 測定レンジ	0～5ppm から 0～100ppm
上記測定範囲内で適切に分割したレンジをもつ	
2. 繰返し性（再現性）	最大目盛値の±2%
3. ゼロドリフト	最大目盛値の±2%/日
4. スパンドリフト	最大目盛値の±2%/日
5. 直線性（指示誤差）	最大目盛値の±4%
6. 電源電圧変動に対する指示値の安定性	定格電圧±10%の変動に対して指示値の変動が最大目盛値の±1%
7. 応答時間	2分30秒以下（装置入り口から最終指示値の90%値までの時間）
8. 最小検出限界	最大目盛値の±1%以下
9. 干渉影響	最大目盛値の±5%、ただし0～5ppmレンジの場合は0.3ppm以下
10. 試料大気流量の変化に対する指示値の安定性	最大目盛値の±2%
11. 耐電圧	定格周波数の交流1000Vを1分間加えて異常がないこと
12. 絶縁抵抗	5M 以上

(3) 測定機の構成

1) 差量法

差量法は、一酸化炭素以外の成分が試料ガスとほぼ同じ濃度としたガス（比較ガス）を導入し、吸収スペクトルのエリアを比較する方法であり、以下の方法がある。

サンプル切換式

試料ガス中の一酸化炭素を触媒を用いて二酸化炭素に変換し、一酸化炭素以外の成分が試料ガスとほぼ同じ濃度としたガスを比較ガスとする。分析計は図 3-8-1 に例を示すように、回転セクタにより光学的に断続した信号を用い、試料ガスと比較ガス（ゼロガス）を一定周期で交互に試料セルに導入・測定し、その差量値を測定値とする方式である。

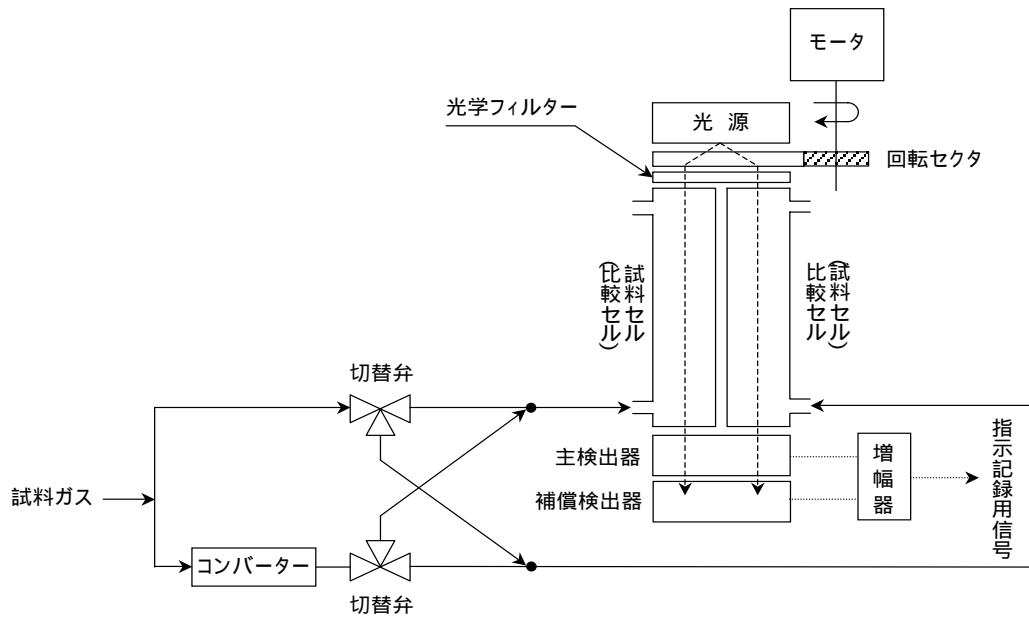


図 3-8-1 差量法（サンプル切り換え式）の構成例

流体変調式

試料ガス中の一酸化炭素を触媒を用いて二酸化炭素に変換し、一酸化炭素以外の成分が試料ガスとほぼ同じ濃度としたガスを比較ガスとする。分析計は図 3-8-2 に例を示すように、回転セクタを用いず、一定周期で動作する切替弁により流路を切り換えて試料ガスと比較ガス（ゼロガス）とで得られる変調信号を用い、測定値とする方式である。

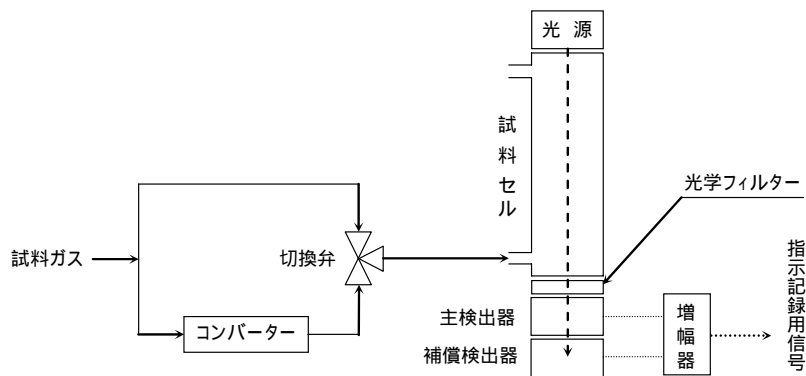


図 3-8-2 差量法（流体変調式）の構成例

2) ガスフィルター相関法

ガスフィルター相関法は図 3-8-3 に例を示すように、試料ガスを試料セルに導入し、測定ガス（一酸化炭素を含むガス）と比較ガスを封入したフィルターからなるガス相関フィルターと回転セクタを一定周期で回転させ、測定ガスフィルターと比較ガスフィルターとで得られる差信号を用い、測定値とする方式である。

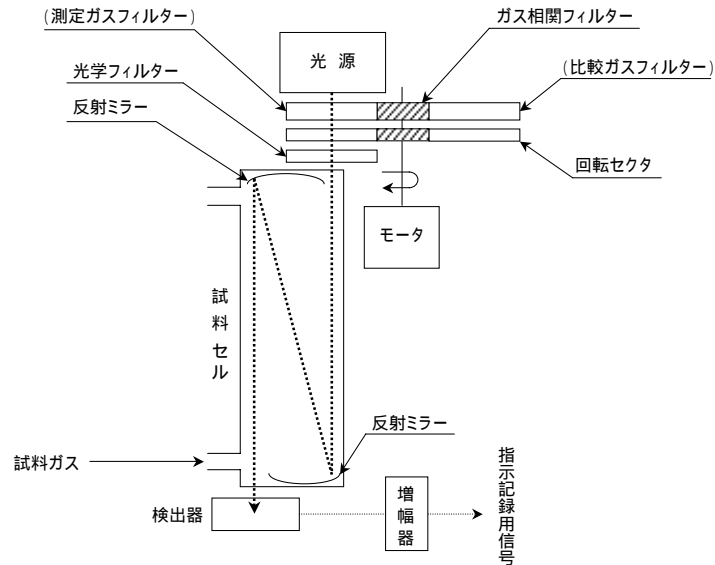


図 3-8-3 ガスフィルター相関法の構成例

(4) 目盛校正

1) ゼロ・スパンガス

校正に使用するスパンガスは、計量法のトレーサビリティ制度に基づく標準ガス（計量法第 144 条の証明書が交付された実用標準ガス）を用いる必要がある。

なお、差量法では測定機に酸化触媒を使用したゼロガス精製器を用いて比較ガスとしているが、あくまで測定時の比較ガスであり、計量法上のゼロガスとしては認められていない。

2) 直線性の確認

測定機は、いずれもゼロ、スパン自動校正機構を搭載しているが、測定精度を保つために、直線性の確認を実施する必要がある。

直線性の確認は、上記スパンガスの中間濃度ガスを測定局に持ち込み、測定機に導入して指示値との差をみることにより行うことができる。また、ガス分割器などの校正用ガス調製装置を使用すれば、スパンガスの分割及び高濃度ガスの希釈が可能となり、比較的容易に直線性の確認を行うことができる。

なお、直線性の誤差がフルスケールの $\pm 4\%$ を超える場合には、測定機あるいはゼロ、スパンガス濃度について再検査が必要である。

(5) 測定上の注意事項

1) 試料大気採取系

試料大気採取管の材質・長さ

一酸化炭素は比較的安定な物質であるので、特に材質の指定はない。ただし、管が長くなる場合や直射日光にさらされるような場合は、四フッ化エチレン樹脂製等安定性の高い材質の管を使用することが望ましい。

試料大気採取管の交換頻度

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

ダストフィルターの交換頻度

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

試料大気採取流量の制御

機構上、差量法を用いているものは、試料大気採取流量の変動により測定値に影響を及ぼすことがある。試料大気採取流量の変動に対する感度特性は機種によって異なるので点検時に流量が設定値どおりであることを確認する。

ポンプ関連部品

ポンプのダイヤフラムは、6か月～1年に1回を目安とし交換する。

流路切換バルブ関連部品

差量方式の測定機では、流路切換バルブの性能を維持する上で、バルブのパッキンや電磁弁を定期的に交換する。ロータリーバルブのパッキンは6か月～1年に1回を目安とし交換する。

2) 振動対策

振動は、ノイズの増大、動作の不安定につながるため、可能な限り振動源を取り除く必要がある。

(6) 点検要領

測定機を常に最良の状態を使用するためには、良好な保守点検が必要である。使用する測定機の測定原理、特徴を十分に理解した上で定期的に保守点検を行えば、性能が最大限発揮される。また、日常の点検によって異常を早期に発見することができる。「3.11 点検要領」に各測定機に共通する保守点検の内容と実施頻度を示す。この実施頻度は最低限の頻度を示したものであり、詳細は、測定局の設置条件及び各測定機の指定の方法並びに取扱説明書等を参考にして、点検項目、周期等を適切に決める。

1) 記録状況の確認

記録計等の指示値について、前回の点検時からの経過を確認する。ゼロ及びスパンの自動校正機能が取り付けられている測定機については、その機能が安定に動作していることを記録計等から確認する。

測定地点、天候、周辺環境及び他の測定項目との相関、過去の測定値の推移等から指示値の妥当性を確認する。

異常指示（マイナス落ち、ノイズ、蛇行、乱点等）の確認を行う。

記録計等の動作状況及び記録指示の濃淡の確認を行う。

2) 試料大気採取流量の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

3) ダストフィルターの交換

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

4) 試料大気採取管の取り付け状態及び管内結露の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

5) ガス流路の確認

標準ガス流路のガス漏れについては、先ずポンベのバルブを開き、調圧器指示値が上昇するのを確認したのち、流路に 0.5 L/min 程度のガスを流す。次いで、ガス流路を閉じ、

流量計の指示がゼロになるのを確認したのち、ポンペのバルブを閉じ、圧力計の読みを記録する。

この状態で20～30分間放置し、圧力計の指示値が下がっている場合には、ガス漏れがあるので、接続部のガス漏れ箇所の点検を行い処置する。

測定機の各流路について、点検、交換等を行った場合は、ガス漏れがないことの確認を行う。ガス漏れの確認には、減圧方式と加圧方式がある。具体的な確認方法は機種によって異なるので、それぞれ指定の方法に従う。

6) ゼロガス精製器

ゼロガス精製器については、一酸化炭素の除去効率が十分であること、設定温度どおりであること、目詰まりがないことなどを確認する。除去効率は、例えば超高純度の窒素ガスを測定しゼロ値が誤差範囲内であることを確認する方法などがある。

触媒管の交換は6か月から1年ごととする。触媒管を交換した時は、十分暖機してから測定を始めること。

7) 自動校正機構の確認

自動校正機構付きの測定機では、通常1日1回の頻度で自動校正が行われているが、安定であることが確認できれば週に1回程度の頻度にしてもよい。自動校正の場合には、校正記録を見て変動しているようであれば、各部の清掃又は交換、漏れ試験、校正用ガス流量及び試料大気流量の確認等整備を行う。

校正用ガスのオーバーフロー流量については毎月確認し、6か月に1回程度手動で校正を行う。

8) 流量計の点検

規定の試料大気流量が得られていることを確認し調整する。

流量計の管壁の汚れ状況を確認する。

流量計の取り付け状態が垂直であること及びフロートがスムーズに動作していることを確認する。

校正済み流量計又は精密膜流量計を測定機の試料大気採取口に接続して実流量を確認する。

9) テレメータの出力の確認

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

10) 故障対策

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

3.8.1 検定対象機器の維持管理

非分散型赤外線式一酸化炭素濃度計（「最小の目量が100ppm未満のもの及び最小の目量が100ppm以上200ppm未満のものであって計ることができる最高の濃度が5%未満のもの」に限る）は、計量法施行令第2条において検定の対象とされ、検定有効期間は施行令第18条で8年と定められている。また、検定を受けた濃度計は修理することにより、検定の効力を失う。

ただし、表3-8-2に示す「軽微な修理」又は「簡易修理」については、再検定を必要としない。「軽微な修理」は、誰でも行うことができる修理である。「簡易修理」は届出製造事業者、

届出修理事業時者、又は適正計量使用事業所の指定を受けた者がその指定に係る事業所において使用する濃度計についてのみと定められており、修理後は性能が経済産業省令で定める技術上の基準に適合し、かつ、その器差が経済産業省令で定める公差を超えてはならない。

表 3-8-2 軽微な修理と簡易修理の範囲

修理の種類	範囲
軽微な修理 計量法施行規則第 10 条	(1) 配管又は流量制御関連部品の補修又は取替え (2) 光源用ランプ、フィルターエレメント、ポンプのダイヤフラム又は自動校正用の標準物質若しくは反応液の取替え (3) プリント回線の取替え（型式承認の時の承認範囲に限る） (4) 電池、ヒューズ、電源コードその他の電源部の補修又は取替え (5) 外箱を開けないで行うねじ、ゴム足、外箱その他の部品の補修又は取替え
簡易修理 計量法施行規則第 11 条	(1) 光束断続器、光学フィルター、干渉セル、試料セル、分析部の電極、コンバーター又はオゾン発生器の取替え (2) 温度調節器又は湿度調節器の補修又は取替え (3) 電気回路部品（当該濃度計の性能及び器差に著しく影響を与えることのないものに限る）の取替え (4) デジタル表示機構に係るプリント回路であって、論理回路のみで構成されているものの取替え

3.9 炭化水素自動測定機

大気中の非メタン炭化水素は、光化学オキシダント生成の原因物質の1つとして対策が推進されており、その一環として環境濃度の測定網の整備が進められている。

「大気中鉛の健康影響について及び光化学オキシダントの生成防止のための大気中炭化水素濃度の指針について」(昭和51年8月17日中央公害対策審議会答申)に係る測定法として、非メタン炭化水素測定方式に基づく測定機を用いることになっている。また、「環境大気中の鉛・炭化水素の測定法について」(昭和52年3月29日環大企第61号)では、全炭化水素測定方式(差量法)について等価の測定方式と認めているが、標準測定法としては非メタン炭化水素測定方式(直接法)となっている。

JIS B 7956 においては、環境大気中の炭化水素を自動的に連続測定する測定機として、非メタン炭化水素測定方式で差量法及び直接法又は全炭化水素測定方式に基づくものが規定されている。

現在国内で使用されている炭化水素自動測定機は、非メタン炭化水素測定方式(直接法)であり、全炭化水素測定方式、非メタン炭化水素測定方式(差量法)はほとんど使われていないのが実状である。

3.9.1 非メタン炭化水素測定法(直接法)

(1) 測定原理

炭化水素自動測定機は、水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ法によっている。水素炎イオン化検出器は、炭化水素を水素炎中で燃焼する時に生じるイオンによる微小電流を測定する方法である。この電流の強さは炭化水素中の炭素数に比例するので、電流の強さを測定することにより炭化水素濃度を炭素数換算濃度として知ることができる。

測定機は、試料大気を計量管で一定量に計量し、分離用カラムに導入する。カラムでは、試料大気中の酸素、メタン及び非メタン炭化水素成分がそれぞれ分離されて、カラムから最初に酸素とメタンが流出する。流出するメタンを水素炎イオン化検出器で測定し、メタン濃度を求める。カラムから酸素とメタンが流出した後、直ちにカラムのキャリヤガス流路をバックフラッシュ(逆洗)流路に切り換え、カラムに残存する非メタン炭化水素を流出させる。流出する非メタン炭化水素を水素炎イオン化検出器で測定し、非メタン炭化水素濃度を求める。

(2) 測定機の仕様

JIS B 7956 は、非メタン炭化水素測定方式炭化水素自動測定機についての性能を規定しており、これを満たしている測定機を選択する必要がある。

表 3-9-1 に非メタン炭化水素自動測定機の基本仕様を示す。

表 3-9-1 非メタン炭化水素測定方式炭化水素自動測定機の基本仕様

項 目	基 本 仕 様	
	非メタン炭化水素測定レンジ	メタン測定レンジ
1.測定レンジ	0～5volppmC から 0～50volppmC	
上記測定範囲内で適切に分割したレンジをもつ		
2.繰返し性（再現性）	最大目盛値の±2%	最大目盛値の±1%
3.ゼロドリフト	最大目盛値の±2%	最大目盛値の±1%
4.スバンドリフト	最大目盛値の±3%	最大目盛値の±2%
5.測定周期	1時間に4回以上	
6.指示誤差	最大目盛値の±4%	
7.干渉成分（水分）の影響	最大目盛値の±3%	
8.試料採取部試験	最大目盛値の±3%	最大目盛値の±2%
9.試料大気の流れ変化に対する安定性	最大目盛値の±3%	最大目盛値の±2%
10.電源電圧変動に対する安定性	最大目盛値の±2%	最大目盛値の±1%
11.耐電圧	定格周波数の交流 1000V を 1 分間加えて異常がないこと	
12.絶縁抵抗	2M 以上	

（3）測定機の測定系統図

測定系統図例は図 3-9-1 に示す。

カラムによるメタン、非メタン炭化水素の分離は図 3-9-2 に示したメインカラム 1 本で行う方式（メインカラム方式）とプレカラム、メインカラムの 2 本で行う方式（プレカラム・メインカラム方式）とがある。これらのカラム構成は水素炎イオン化検出器が酸素の影響を受けるため、メタンと非メタン炭化水素を分離すると同時に酸素の分離をも考慮した方法になっている。

測定機では、こうした分析を 15 分×4 回～6 分×10 回行って平均して 1 時間値にしている。

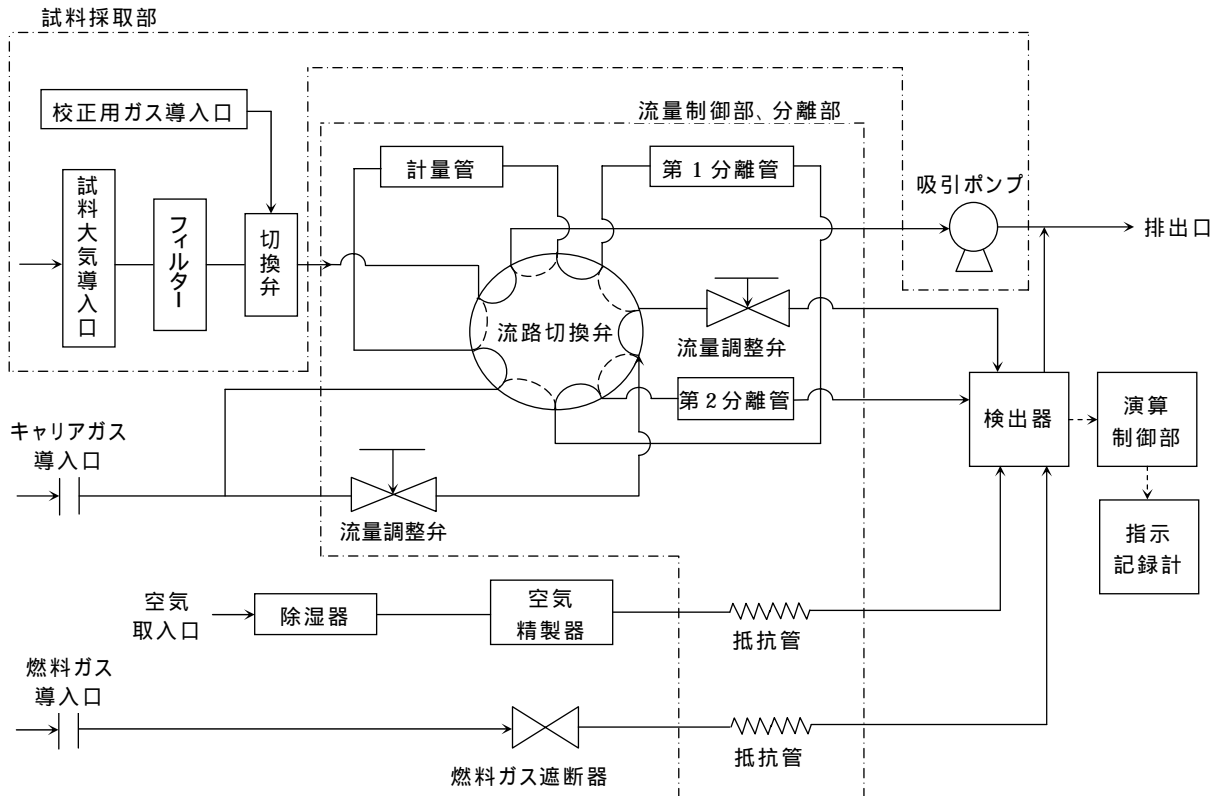


図 3-9-1 炭化水素自動測定機の測定系統図例（プレカラム・メインカラム方式の例）

メインカラム方式

メインカラム方式のキャリアガス流路は、シングル流路が取られている。メインカラムの充填剤は、酸素、メタンをそれぞれ非メタン炭化水素から分離し、速やかにメインカラムから流出させ、かつ、酸素とメタンを十分に分離できるものを選択する必要がある。

メタンと非メタン炭化水素の分離測定は、次の順に行われる。

a 試料導入

流路が試料導入状態の時に、メインカラムで酸素とメタンが分離され先に流出し、水素炎イオン化検出器で測定する。

b バックフラッシュ

メタン測定後に、メインカラムをバックフラッシュ流路に切り換え、メインカラムに残留する非メタン炭化水素を流出させ、水素炎イオン化検出器で測定する。

プレカラム・メインカラム方式（図 3-9-2）

プレカラム・メインカラム方式のキャリアガス流路はダブル流路かシングル流路が取られている。

メタンと非メタン炭化水素の分離測定は、次の順に行われる。

a 試料導入

流路が試料導入状態の時、プレカラムで酸素とメタンが先に通過し、メインカラムに到達する。

b バックフラッシュ

酸素とメタンがメインカラムに到達した直後に、プレカラムとメインカラムを切り離し、プレカラムをバックフラッシュ流路に切り換え、プレカラムに残留する非メタン炭化水素を流出させ、水素炎イオン化検出器で測定する。酸素とメタンは、メインカラムで分離された後流出され、水素炎イオン化検出器で測定する。

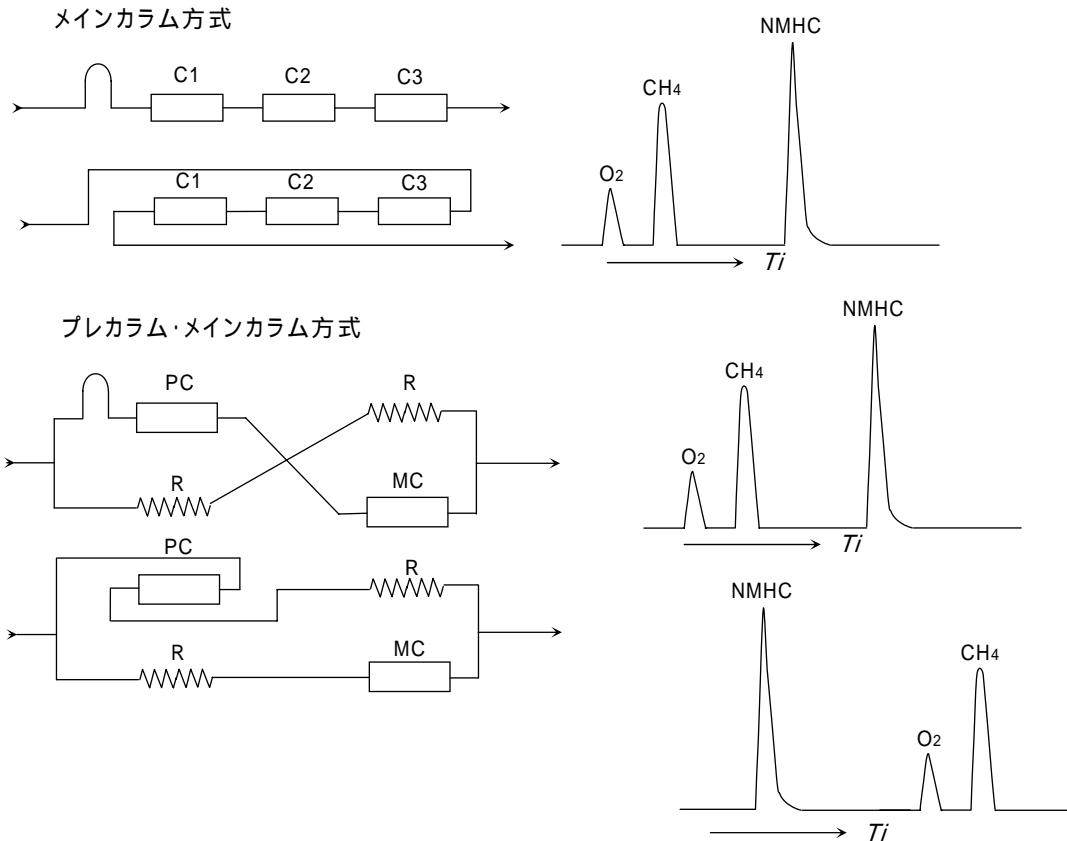


図 3-9-2 炭化水素自動測定機のメタン・非メタン炭化水素の分離方式

2) 水素発生装置の構成

現在使用されている水素発生装置は、水の電気分解部と発生した水素の精製部からなり、図 3-9-3 に示した 2 方式に分けられる。

固体高分子電解質膜法

水の電気分解時の電解質と水素の精製に固体高分子電解質膜を使用している。

パラジウム合金膜透過法

水の電気分解時の電解質に水酸化ナトリウムを使用し、水素の精製にパラジウム合金膜を使用している。

なお、電気分解時の温度や圧力により、装置内の部品や水の汚れから炭化水素類が発生する場合がある。このため、測定データに影響が少ないとされる 0.05volppmC 以下とする必要がある。

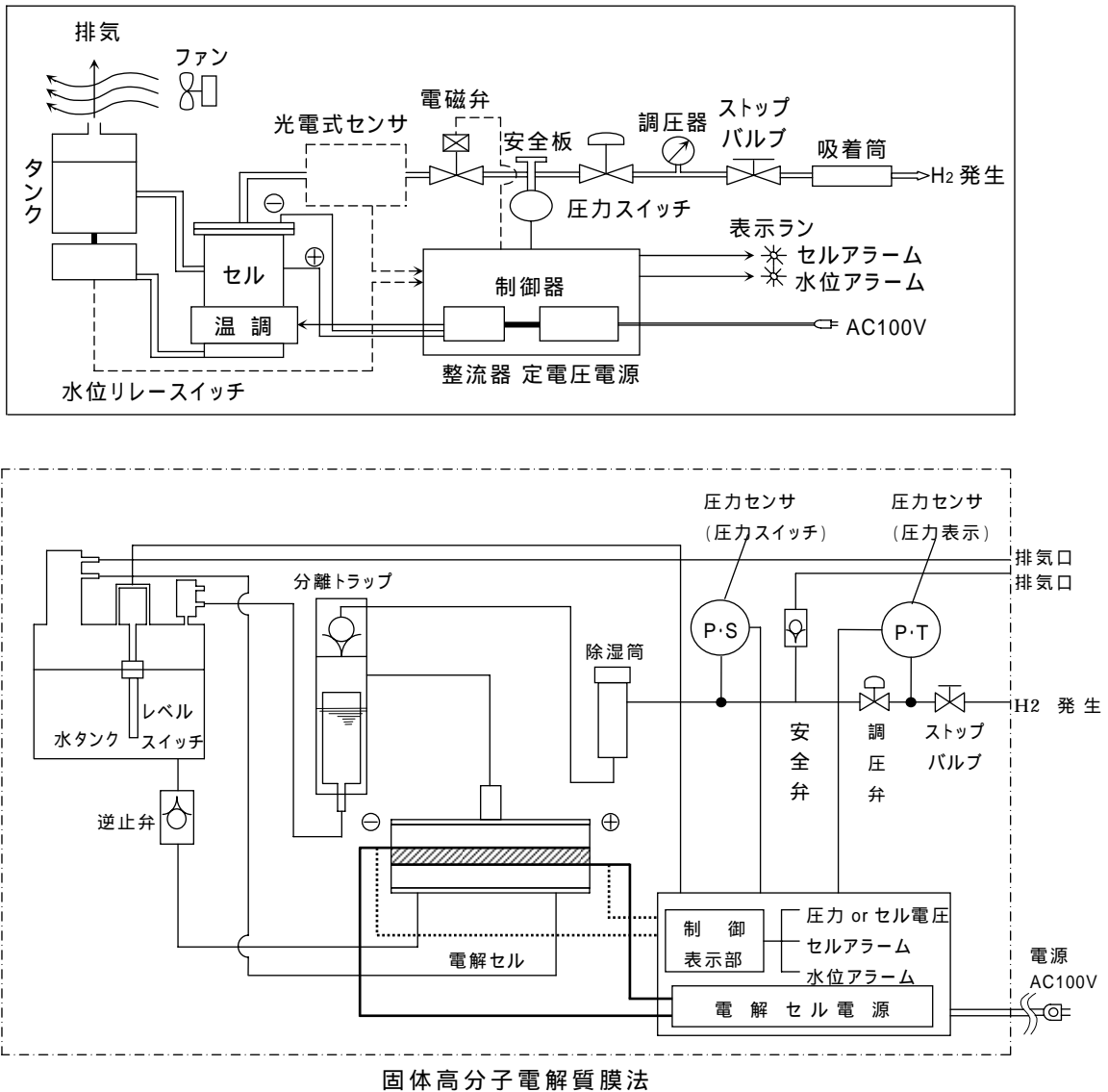


図 3-9-3 水素発生装置の構成例

(4) ガス

1) キャリヤガス

キャリヤガスは、JIS K 1107 (窒素) に規定する 2 級 (99.995%) 以上の純度で、炭化水素含有量が 0.1volppmC 以下の窒素を用いる。

2) 燃料ガス

燃料ガスは、水素発生装置で得た水素で、水素炎イオン化検出器に供給される前に炭化水素スクラバ等によって、測定周期内における炭化水素含有量の変動が 0.05volppmC 以下に抑えられたものを用いる。また、高压容器詰め高純度水素を用いる場合は炭化水素含有量が 1volppmC 以下の空気を用いる。

3) 助燃ガス

助燃ガスは、測定機付属の除湿器や空気精製器で精製した空気又は容器詰め高純度空気、どちらも炭化水素含有量が 0.1volppmC 以下の空気を用いる。

4) ゼロガス

ゼロガスは、ゼロガス調製装置で得た空気又は高圧容器入り高純度空気、どちらも炭化水素含有量が 0.1volppmC 以下の空気を用いる。

5) スパンガス

スパンガスは、メタン標準ガス (JIS K 0006)、プロパン標準ガス (JIS K 0007) 又はメタン及びプロパン 2 成分混合ガス(いずれも空気バランス)で、測定最大目盛幅の 90% 付近の濃度のものを用いる。メタン及びプロパン 2 成分混合ガスは、上記の各単成分標準ガスをを用いて濃度確認を行うこと。

(5) 目盛校正

測定機のスパン校正は、メタン及びプロパン 2 成分混合ガス (空気バランス) で行うことが望ましい。

メタン及び非メタン炭化水素の測定値はメタン換算濃度で表示するようになっているため、一般に測定機のスパン調整にメタン標準ガスを使用し、メタンの校正はメタンで行い、非メタン炭化水素の校正は電氣的にメタンの校正値に合わせる間接的な方法を採用している。

この方法では、非メタン炭化水素の測定系に流路の汚れやガスクロマトグラフのベースラインの乱れなど、非メタン炭化水素の測定精度に影響するようなトラブルがあった場合の発見が遅れる可能性がある。このことから、スパン校正はメタン及びプロパン 2 成分混合ガスをを用いてメタン校正のみを行い、同時に導入されたプロパンの応答比を確認することで、非メタン炭化水素の測定系の動作確認も行うことができる。この動作確認はスパン校正でのメタンとプロパンの応答比を経日的に記録し比較することにより行うことができる。

メタン及びプロパン 2 成分混合ガスの使用は、バックフラッシュのタイミングの設定や積分器の非メタン炭化水素ピークの積分ゲートの設定操作にも便利である。

1) スパン校正

手動によるスパン校正は次の要領で行う。

スパンガスは、標準ガス導入口から設定流量又は圧力で導入する。

測定は 3 回以上繰り返して行う。

3 回目の測定値がスパンガス表示濃度と一致するようにスパン調整する。

校正は午前 6 ~ 9 時までの非メタン炭化水素濃度評価時間を避け、スパンガスの導入及びスパン校正が自動の測定機については 1 日 1 回、手動校正の測定機については巡回点検時ごとで 1 週間に 1 回程度の頻度で行う。

2) ゼロベースの確認

定期的にゼロガス (高純度空気) を用いてゼロ値を確認する。

一般に測定機は、ガスクロマトグラフのベースラインをゼロとし、電氣的にゼロ校正を行う方式になっており、ゼロガスによるゼロ校正を不要としている。しかし、この方式ではベースラインの乱れやガス流路の汚れ等がある場合にはゼロ値が変動し測定誤差となるので、これら異常の発見が遅れて長期間の欠測になる可能性がある。したがって、ゼロガス (高純度空気) を導入してゼロ値を目盛校正と同時に実施する。

3) 非メタン炭化水素の応答確認

非メタン炭化水素の測定値はメタン換算濃度で表示するようになっているため、一般に

非メタン炭化水素の校正は電氣的にメタンの校正値に合わせる方法がとられている。このため非メタン炭化水素の応答確認を実施する。

確認は、プロパン標準ガス又はメタン及びプロパン2成分混合ガスを導入し、非メタン炭化水素の指示値がプロパン濃度値と対応していることを確認することによって行う。

(6) 測定上の注意事項

1) ガス流路系

測定機に使用するキャリヤガス、燃料ガス及び助燃空気が油脂などの炭化水素で汚染された場合には、ガスクロマトグラフのベースラインのドリフトが起こり、測定値の再現性の低下又はゼロドリフト及びスパンドリフトの原因になる。

減圧弁

キャリヤガス用の減圧弁は、ダイヤフラム部が炭化水素の発生のないメタル製ダイヤフラムを十分エージングして使用する。また、減圧弁のパッキンは4ふっ化エチレン製樹脂を使用する。

ポンベの交換

キャリヤガスや燃料ガス用のポンベの交換時に減圧弁の汚染及び配管内への室内空気の流入などがあつた場合には、カラムなどを汚染する可能性がある。ポンベの交換後に減圧弁や配管内のガス置換を行う必要がある。ガス置換は、ポンベと測定機との間の配管を測定機側で外して行う。

スクラバの交換

キャリヤガス、燃料ガス及び助燃空気の供給流路中の炭化水素などの不純物を除去するため、例えば、モレキュラシーブ等の合成ゼオライトを充填したスクラバが挿入されている。このスクラバは不純物を徐々に吸着し、飽和状態となり効力を失う。したがって、効力を失ったスクラバからは吸着した不純物が逆に徐々に流出する可能性があり、ガスクロマトグラフのベースラインのドリフトの原因となるので、定期的にスクラバの交換や焼成による再生を行う。スクラバの焼成は、スクラバを取り外しガスクロマトグラフの恒温槽か電気炉に入れ、250～300 で3時間以上窒素ガスを流しながら行う。

2) 試料大気採取系

紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機に準ずる。

3) 測定機の試料大気採取系の汚れ確認

測定機の試料流路は、吸着、汚染等による影響を受けやすいため、フィルター等のガス接触部の取り扱いには直接手で触れないようにするなどの注意が必要である。試料大気採取系の汚れについては、スパンガスを標準ガス導入口及び試料大気導入口から導入し、両者の指示値に差がないことにより確認する。試料大気導入口からの値が高い場合には試料大気採取系の汚れが考えられ、洗浄又は交換が必要である。

4) 各種炭化水素に対する応答性の確認

水素炎イオン化検出器を用いたガスクロマトグラフの応答性は、炭化水素の炭素数と単位モル濃度当たりの応答であるが、測定機の場合はこの他に炭化水素がカラムから測定周期内に流出する割合も含まれる。図3-9-4には、炭化水素測定時に得られるクロマトグラフ例を模式図で示した。A点で試料大気が導入され、カラムで酸素及びメタンが分離され

流出する。メタン流出部の B ~ C 点間で積分機構が作動し、メタンが測定される。

次に、酸素及びメタンがカラムから流出後、バックフラッシュ流路に切り換えられカラムに残留している非メタン炭化水素が流出する。非メタン炭化水素流出部の C ~ D 点間で積分機構が作動し、非メタン炭化水素が測定される。ここで、カラムの特性、測定条件によって非メタン炭化水素の流出が点線で示したクロマトグラフになる場合がある。

このような場合には、D 点以降に流出する非メタン炭化水素の積分が行われなため応答率が低くなる。また、このクロマトグラフの場合には非メタン炭化水素が測定周期である A ~ E 点内で流出していないためメインカラムに残留することになりカラムの劣化の原因にもなる。この炭化水素等に対する応答は、測定機のカラムの特性などで異なることから、測定機の購入時などに種々の炭化水素に対する応答特性を確認しておくことが望ましい。

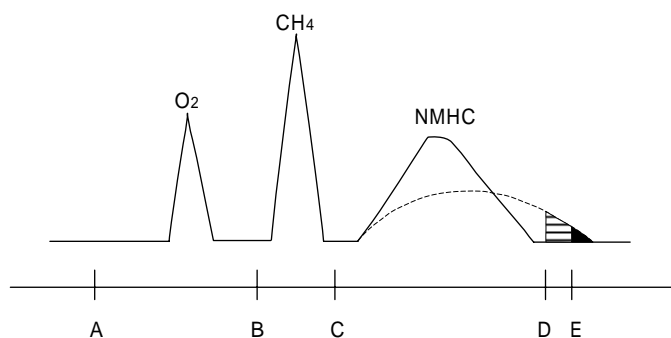


図 3-9-4 炭化水素自動測定機により
得られるクロマトグラフ例

5) クロマトグラフの確認

測定機の動作状態の確認やカラムの交換時期の把握などのため、試料大気やスパンガスの測定時のクロマトグラフを 1 か月に 1 回程度記録し、次の事項を確認する。

- 酸素とメタンのピーク間は、ピークのベースラインへの戻りが 1 秒間以上あること
- 酸素、メタン、非メタン炭化水素ピークの保持時間の移動の有無
- 非メタン炭化水素のバックフラッシュ時のベースラインへの戻り
- メタン、非メタン炭化水素ピークの積分のタイミング
- オートゼロの作動位置

クロマトグラフを確認し、メタン及び非メタン炭化水素ピークの積分タイミング、又はオートゼロの作動位置にずれがある場合には、タイミングを設定し直す。また、前回のクロマトグラフと比較し、酸素とメタンの分離が悪くなっていた場合や酸素、メタン及び非メタン炭化水素の各ピーク間の保持時間の間隔が著しく短縮している場合には、カラムの劣化が考えられるので交換の目安となる。

メタン及びプロパン混合ガスを使用している場合は、プロパンの濃度値に 3 を掛け、メタン応答比が前回から変化していないことを確認する。

得られたクロマトグラフは、保存しておき経時変化を比較する。

6) ガス流路の確認

キャリヤガス流路のガス漏れ確認

配管接続部にリークチェック液を塗りガス漏れの確認を行う。

燃料ガス、スパンガス流路のガス漏れ確認

スパンガス流路のガス漏れは、まず、ポンベの元栓を開き、調圧器が上昇するのを確認した後、スパンガス流路に 0.5 L/min 程度のガスを流す。ついで、流路を閉じ、流量計がゼロになるのを確認した後、ポンベの元栓を閉じ、圧力計の読みを記録する。

この状態で20～30分放置し、圧力計の指示値が下がっている場合には、ガス漏れがあるので、接続部にリークチェック液を塗りガス漏れの箇所の点検を行う。

燃料ガス流路の場合には、水素炎を消し、水素遮断弁が閉じた後、スパンガス流路の場合と同様に確認する。

水素は爆発性のガスであるので、ガス漏れのないことを頻繁に確認する。また、換気扇、ガス検知器等安全装置が正常に作動していることを確認する。

7) カラムのエージング

カラムは長期間の使用や道路工事、塗装等、測定局舎周辺作業からの高濃度試料大気等によりキャリアガス又は試料大気中の高沸点成分や水分が吸着し、クロマトグラフのベースラインの乱れ又はメタンと酸素の分離が悪くなることなどの原因となることがある。このような場合にはカラムのエージング又は交換を行う必要がある。カラムのエージングは、キャリアガスを流しながらカラム恒温槽の温度を測定時の温度より高く設定して行う。機種により使用している充填剤の種類が異なるため、恒温槽の設定温度が異なることや別の恒温槽を使用することがある。エージングはそれぞれ指定の方法による保守点検に従い行うようにする。

塗装等の高濃度ガス発生が事前に判明している場合には、測定中止を含めて検討する必要がある。

8) カラムの交換

測定機の取扱説明書に記載されている保守点検基準に従い定期的に交換することが望ましい。しかし、交換前であっても「5) クロマトグラフの確認」を定期的実施し、酸素とメタンの分離不良や非メタン炭化水素ピークのテーリングが大きい場合には、エージング又は交換を行う。

9) 水素発生装置の供給水

水素発生装置は測定機本体以外では故障の多い部分で、特に、発生器の電解セル部の故障が多く見られる。供給水の純度が発生器の寿命に関係するので、供給水には「3.1.5 測定機用の水」に示す測定機用の水で製造時の電気伝導率が0.02mS/m以下のものを使用する。

また、水を補給するのみで長期間使用していると微量の不純物がタンク内に濃縮されるため、定期的にタンク及びセル等を洗浄する。

交換水は作り置きしたものでなく、その日のうちに作成した交換水を使う。

(7) 点検要領

測定機を常に最良の状態を使用するためには、良好な保守点検管理が必要である。「3.1.1 点検要領」に各測定機に共通する保守点検の内容と実施頻度を示す。この実施頻度は最低限の頻度を示したものである。なお、測定機が正常に作動しない時に、故障と思われる部分についての判定基準及び使用者が処理することができる範囲等については測定機の取扱説明書等を参考にすること。その上で正常作動に戻らない場合は、適宜測定機メーカーに問い合わせ対応する。

3. 1 0 気象観測用測器

3. 1 0. 1 気象観測業務と気象測器の検定制度

(1) 気象観測の目的

気象観測は、自然現象を把握するために重要な項目であり、大気の状態の長期的変化を知るために日々の観測が重要である。こうした観測には、比較的広域な自然現象の変化を把握するための観測と、大気汚染現象解明の資料を得るための観測とがある。大気汚染常時監視においては、大気中に排出された有害物質が気象条件により種々の形態で拡散することから、狭域的で地上付近の気象変化を捉えることが必要である。また、緊急時の大気汚染対策のためには、局地的な風向風速や気温の変動観測も重要であり、この目的のための気象観測が行われている。

(2) 気象観測と関係法令

気象の観測については、研究のために行うもの、教育のために行うもの、国土交通省令で定める気象の観測を除き、気象庁以外の公的機関が実施する場合は「気象業務法」の適用を受ける。この法令によると気象観測施設を設置した場合、その旨を気象庁長官に届け出なければならず、これを廃止した時も同様である。さらに、観測に使用する気象測器は気象業務法に基づく検定に合格したものを扱い、国土交通省令で定める技術上の基準に従って観測を行うこととされている。したがって、大気汚染常時監視測定における気象観測は、上記の法令の定めるところにより実施する必要があるが、大気汚染に関する研究等の「研究のために行う気象の観測」についてはこの限りでないとしている。

(3) 気象観測用測器の検定制度

大気汚染常時監視測定局で使用されている気象観測用測器は、通常風向風速計、温度計、湿度計、日射計、雨量計等を組み合わせた気象観測装置のほか、放射収支計や紫外線計を組み込んだ装置もある。

このうち、風速計、温度計、湿度計、日射計及び雨量計は検定を要する気象測器であり、風向計は平成14年4月1日に検定制度が改正され委託検定の対象外となった。

また、検定の有効期限は風速計、日射計、雨量計が検定証の発行日より5年間と定められており、検定切れになった気象測器は、更新又は再検定を行う必要がある。なお、温度計、湿度計については検定の有効期限は定められていない。ただし、金属製温度計を用いるときはガラス製温度計と、毛髪製湿度計、露点式湿度計又は電気式湿度計を用いるときは乾湿式湿度計と随時比較点検しなければならない。

検定制度改定及び検定の概要については「3. 1 0. 8 気象観測用測器の検定制度の改定及び検定概要」に示す。

(4) 気象観測時の一般的な注意事項

気象を観測する場合、観測機器が大気汚染常時監視測定局から離れている場合があるので、樹木の生長、建物の新築等、周辺環境に変化がないか定期的な確認が必要である。

なお、気象庁では、より良い気象観測のために観測機器の解説、点検方法、設置環境を解説した気象観測ガイドブックを配布し、気象庁ホームページに掲載している。

3.10.2 風向、風速計

風は風向と風速のベクトル量で表される。環境中の風向、風速は、絶えず変動しているため、通常は毎正時観測の前10分間の平均値をその時刻の観測値とする。風向は風の吹いてくる方向で、16方位又は北を零度とする時計回り角度で示される。風速は単位時間に大気が移動した距離で、単位はm/sを用い、その1/10まで示す。

風向、風速の気象測器には多くの種類があるが、大気汚染常時監視測定に用いられているのは風車型風向風速計及び超音波式風向風速計である。

(1) 測定原理

1) 風車型風向風速計

① 風向

風向に追従して回転する尾翼とその軸に直結されたシンクロ、ポテンショメータ又はロータリー光エンコーダ式等の発信器からの信号を演算処理し出力する。風向範囲は、全方向NE SW NE Sの0～540°で表される。

② 風速

風速に比例し回転するプロペラの軸に交流発電機を取り付け電圧を誘起させ、これを出力とする発電式と、風によるプロペラの回転を風速に比例したパルス量とし、これを演算処理して出力とするパルス式がある。

最近では、デジタル処理が容易なため、風向にロータリー光エンコーダ式、風速にパルス式を用いたものが増えている。

2) 超音波式風向風速計

大気中を伝播する音の速さが、風速と気温によって変化することを利用する観測機器であり、人間の耳に感じない高い周波数の超音波が大気中を伝播する速度を利用し、X軸（水平方向）とY軸（鉛直方向）のそれぞれの伝播時間をベクトル合成し、風向と風速の出力とする。

一般に、大気中の水平面状の2点間を互いに逆方向に伝わる音波信号の速度は、2点を結ぶ方向の風速成分と静止大気中の音速によって決定される。また、静止大気中の音速は大気温度の関数である。これらの関数は次式で示される。

$$t_1 = \frac{L}{C + V_x} \quad t_2 = \frac{L}{C - V_x} \quad C = 20.067\sqrt{T}$$

t_1, t_2 : 送受波間の伝搬時間 (sec)

L : 2点間の距離 (m)

C : 静止大気中の音速

T : 絶対温度 (K°)

V_x : 風速成分 (m/sec)

超音波式風向風速計では、一例として、20cmの距離をおいて固定された送受波器の間を、100kHzの超音波が互いに逆向きに伝わる時間の和と差を測定する。その測定値を基に前式を用いて風速のX成分（V_X）が求められる。したがって、2組の送受波器を互いに直交させ、東西及び南北方向に設置することにより、風の東西成分（X成分）、南北成分（Y成分）が同時に求められ、それらのベクトル合成から風向と風速が得られる。また、送受波器を鉛直方向にも設けて、3次元の風の観測ができる装置もある。

(2) 風向風速計の仕様

風向風速計の仕様は、表 3-10-1 に示す。

表 3-10-1 風向風速計の仕様

型 式		風 車 型	超 音 波 式
項 目			
1	測定範囲	風向：全方向 0～360° 風速：0.4～10m/s 又は 0.4～20m/s 以内	風向：全方向 0～360° 風速：0～10m/s 又は 0～20m/s 以内
2	測定精度	風向：±3° 以内 風速：10m/s 以下は±0.3m/s 以内 10m/s 以上はその値の±3%以内	風向：±5° 以内 風速：±4%以内 (風速 5m/s 以下は±0.2m/s 以内)
3	電源変動	100V±10%以内	100V±10%以内
4	起動風速	0.4m/s 以下	
5	耐風速	60m/s 以上	60m/s 以上
6	許容周囲温度	屋外：-20～40℃以上 屋内：0～40℃	屋外：-20～40℃以上 屋内：0～40℃
7	外部出力	風向：0～540° に対して 伝 送：0～1V DC 又は 4～20mA 記録計：0～10mV 風速：0～10m/s 又は 0～20m/s に対して 伝 送：0～1V DC 又は 4～20mA 記録計：0～10mV ※ 風向、風速ともに 10 分間平均値	風向：0～540° に対して 伝 送：0～1V DC 又は 4～20mA 記録計：0～10mV 風速：0～10m/s 又は 0～20m/s に対して 伝 送：0～1V DC 又は 4～20mA 記録計：0～10mV ※ 風向、風速ともに 10 分間平均値
8	所要電源	AC100V±10% 50 又は 60Hz	AC100V±10% 50 又は 60Hz

(3) 測定系統図

1) 風車型風向風速計

流線形胴体と鉛直尾翼による風向感部、4枚のプロペラによる風速感部からなる発信部と、発信部から出る電気信号を風向と風速に換えるための変換部及び記録部で構成されている。

発信器には多くの種類があるが、発信器内部にモデム機能を内蔵したものなど変換部と2線で接続できるものが増えている。

2) 超音波式風向風速計

2組の超音波の送受波器を持つ発信部と、発信部から出る電気信号を増幅し風向と風速に演算する変換部及び記録部で構成されている。

(4) 設置基準

1) 設置場所

風向風速計は、周囲に障害物のない平坦で開けた場所を選定し、パンザマスト又は支柱を鉛直に立て、地上高10mに設置することを世界気象機構(WMO)では標準としている。実際には障害物があることが多いため、10mの高さが確保できない場合は、設置場所を次のとおりに選定することが望ましいが、いずれの場合も保守作業も考慮して設置位置を選定する。

- ① 屋上の最も高い場所が理想的であり、屋上の工作物からの影響を配慮する。
- ② 屋上の外壁及びその周辺は、吹上風の影響があるので避ける。
- ③ 発信器を取り付ける支柱の高さは、その建物の高さの0.35倍以上を目安とする。

2) 方位の設定

風向風速計を設置の際には、正確な南北方位を決める必要があるが、その決め方として次の方法等がある。

① コンパス（磁石）による方法

近くに金属や鉄筋コンクリートなどがなく、地磁気の乱れがない所にコンパスを置き“N”の指示方向を仮に北と定める。地域により異なるが、真北と磁北のずれ角度分を修正して設定する。

偏角（西偏）分は観測地点の緯度、経度から次の実験式により求めることができる。

$$D = 7^{\circ} 5' 45 + 21' 03 \Delta \phi - 5' 84 \Delta \lambda - 0' 360 \Delta \phi^2 + 0' 274 \Delta \phi \cdot \Delta \lambda - 0' 470 \Delta \lambda^2$$

D : 西偏角度

$\Delta \phi$: $\phi - 37^{\circ} \text{N}$ (ϕ は緯度)

$\Delta \lambda$: $\lambda - 138^{\circ} \text{E}$ (λ は経度)

(緯度・経度を度単位にする)

② 地図による方法

その土地の5万分の1の地図を用意し、地図上の現在点から、地図に示されている方位線上になるべく遠い地点の目標物を定め、その目標物に合わせて方位を設定する。

③ 太陽の位置による方法

あらかじめ設置場所の日南中時刻を理科年表により求めておき、その時刻に太陽に向かって立ち、重錘を吊してできる影に南北を正しく合わせる方法（日南中時法）と、午前8時から午後4時までの太陽の影による測定で、水平な平板上に計測器を置き、投影と緯度、経度、時刻の設定により真方位を求める方法（矢橋式日照真南北計法）とがある。

(5) 点検要領

風向風速計の感部は屋外に設置され、常時連続運転されるので、観測精度の維持には観測施設の保守点検とともに気象測器の保守点検も重要である。保守点検には、気象測器の正常稼働を確認するための「日常点検」と観測精度を維持するための「定期点検」とがある。

1) 日常点検

- ① 目視により発信器（部）の形状等について異常の有無を確認する。
- ② 指示、記録状態に異常がないことを確認する。
- ③ 磁石により風向の指示値にずれがないことを確認する。
- ④ 入力信号ケーブルを取り外し、風速のゼロ点を確認する。

2) 定期点検

風向方位盤、風速回転試験器等各種試験機器の取り扱い及び高所作業を伴うことからメーカーに依頼して実施することが多い。点検項目については十分打合わせを行い、発信部（変換出力）の標準器との比較試験のみならず指示値、記録値、テレメータ出力等外部出力の性能試験も実施する必要がある。

風速の目測による観測の目安として気象庁風力階級表（ビューフォート風力階級表）が有効であるので参考のため、表 3-10-2 に示す。

表 3-10-2 気象庁風力階級表 (ビューフォート風力階級表)

風力階級	開けた平らな地面から10mの高さにおける相当風速				説 明	
	Kt	m/s	km/h	mile/h	陸 上	海 上
0	1 未満	0.0から0.3 未満	1 未満	1 未満	静穏、煙はまっすぐに昇る。	鏡のような海面
1	1 以上 4 未満	0.3 以上 1.6 未満	1 以上 6 未満	1 以上 4 未満	風向は、煙がなびくのでわかるが風見には感じない。	うろこのようなさざなみができるが、波がしらにあわはない。
2	4 以上 7 未満	1.6 以上 3.4 未満	6 以上 12 未満	4 以上 8 未満	顔に風を感じる。木の葉が動く。風見も動き出す。	小波の小さいもので、まだ短い波ははっきりしてくる。波がしらはなめらかに見え砕けない。
3	7 以上 11 未満	3.4 以上 5.5 未満	12 以上 20 未満	8 以上 13 未満	木の葉や細い小枝がたえず動く。軽い旗が開く。	小波の大きいもの、波がしらが砕けはじめる。あわはガラスのように見える。ところどころ白波が現れることがある。
4	11 以上 17 未満	5.5 以上 8.0 未満	20 以上 29 未満	13 以上 19 未満	砂ほこりが立ち、紙片が舞い上がる。小枝が動く。	波の小さいもので、長くなる。白波がかなり多くなる。
5	17 以上 22 未満	8.0 以上 10.8 未満	29 以上 39 未満	19 以上 25 未満	葉のあるかん木がゆれはじめる。池や沼の水面に波がしらが立つ。	波の中ぐらいのもので、いっそうはっきりして長くなる。白波がたくさん現れる。(しぶきを生ずることもある。)
6	22 以上 28 未満	10.8 以上 13.9 未満	39 以上 50 未満	25 以上 32 未満	大枝が動く。電線がなる。かさは、さしにくい。	波の大きいものができはじめる。いたるところで白くあわだった波がしらの範囲がいっそう広がる。(しぶきを生ずることが多い。)
7	28 以上 34 未満	13.9 以上 17.2 未満	50 以上 62 未満	32 以上 39 未満	樹木全体が揺れる。風に向かっては歩きにくい。	波はますます大きくなり、波がしらが砕けてできた白いあわは、すじをひいて風下に吹き流されはじめる。
8	34 以上 41 未満	17.2 以上 20.8 未満	62 以上 75 未満	39 以上 47 未満	小枝が折れる。風に向かっては歩けない。	大波のやや小さいもので長さが長くなる。波がしらの端は砕けて水けむりとなりはじめる。あわは明りょうなすじをひいて風下に吹き流される。
9	41 以上 48 未満	20.8 以上 24.5 未満	75 以上 89 未満	47 以上 55 未満	人家にわずかの損害がおこる。(煙突が倒れ、屋根材がはがれる)	大波。あわは濃いすじをひいて風下に吹き流される。波がしらはのめり、くずれ落ち、逆巻きはじめる。しぶきのため視程がそこなわれることもある。
10	48 以上 56 未満	24.5 以上 28.5 未満	89 以上 103 未満	55 以上 64 未満	陸地の内部ではめずらしい。樹木がねこそぎになる。人家に大損害がおこる。	波がしらが長くのしかかるような非常に高い大波。大きなかたまりとなったあわは濃い白色のすじをひいて風下に吹き流される。海面は全体として白く見える。波のくずれかたは、はげしく衝撃的になる。視程はそこなわれる。
11	56 以上 64 未満	28.5 以上 32.7 未満	103 以上 118 未満	64 以上 73 未満	めったにおこらない。広い範囲の破壊を伴う。	山のように高い大波。(中小船舶は、一時波の陰にみえなくなることもある)海面は、風下に吹き流された長い白いあわのかたまりで完全ににおおわれる。いたるところで波がしらの端が吹き飛ばされて水けむりとなる。視程はそこなわれる。
12	64 以上	32.7 以上	118 以上	73 以上	—	大気は、あわとしぶきが充満する。海面は、吹き飛ばしぶきのために完全に白くなる。視程は、著しくそこなわれる。

3. 10. 3 温度計

大気の温度を気温といい、気温は時間による変動、場所による違い及び高さによる違いも大きい。特に、コンクリート、裸地、草地等、地表面の状態による違い及び地面付近の高さによる温度勾配が大きいことが観測結果に大きな影響を及ぼす。したがって、気温の観測の観測値は同一条件下で測定された結果でなければ相互の比較が困難であり、大気汚染常時監視測定局は種々の制約のためこの条件を充たしている例が少ないので、その観測結果を利用するに当たっては注意が必要である。気温は℃単位で表し、その1/10まで記録する。

温度計は感温素子の種類や観測機構の違いにより多くの種類があるが、常時監視測定に用いられているのは感温素子に白金を用いた電気抵抗型温度計である。

(1) 測定原理

白金抵抗温度計には、白金抵抗温度センサが使用されている。これは金属などの導体が温度によって抵抗値が変わることを利用した方法で、電気抵抗を測定することによって温度を知ることができる。

白金抵抗温度センサは雲母や磁器などの薄板に直径0.1mmの白金線を巻いた白金測温抵抗体をステンレス製の保護管に納め、完全防水型としている。なお、白金抵抗温度計には3線式と4線式があり、いずれもセンサから変換器間の導線抵抗の影響を除くように工夫されたものである。3線式はブリッジ回路を用いて白金測温抵抗体の変化を変換器で温度に変換するが、この場合3本の導線を同材質・状態で測る形式、4線式は4線の内2線を用いて白金測温抵抗体の変化で温度を測り、他の2線で導線抵抗を補正する形式である。

(2) 温度計の仕様

温度計の仕様は、表3-10-3に示す。

表 3-10-3 温度計の仕様

項 目		測定原理	
		白金測温抵抗体	
性能関係	1	測定範囲	-20~40℃ (-50~50℃の範囲内で設定)
	2	測定精度	±0.5℃以内
	3	電源変動	100V±10%以内
	4	外部出力	温度：-50~50℃ (設定範囲内) に対して 伝 送：DC 0~1V 記録計：0~10mV
その他	1	所要電源	AC100V±10% 50又は60Hz
	2	許容範囲温度	屋外機器：-20~40℃以上 屋内機器：0~40℃
	3	校正方法	擬似抵抗とアスマン通風乾湿計により行う

(3) 系統図

温度計は、湿度計も組込める一体型通風筒を使用し、その構造は、上部にはファンを耐蝕金属製の通風筒内には感部を取り付け、温度付近の通風速度を4～7 m/secにしてある。

通風筒は日射の影響を防ぐため表面に光沢を付け、内外二重円筒とし、その間にはポリスチロール等の断熱材を入れる。また、地表面で反射した日射が直接感部に当たるのを防ぐため、下部には遮蔽板を付けてある。

(4) 設置基準

設置場所は建物や樹木などの陰にならないよう、周囲の開けた場所に盛り土等をし、水はけを良くした後、芝生を植えて露場とすることが望ましい。

露場に木製の百葉箱又は通風筒を設け、その内部に温度計を収納する。

1) 通風筒を使用する場合

温度計は、通風装置の付いた強制通風筒の中に感部を入れる。通風筒の通風口の高さは、地上気象観測指針の地上 1.5mを基準としている。建物等に設置する場合は、反射や放射の影響を受けない高さにする。

2) 百葉箱を使用する場合

百葉箱は木製で、気温や湿度の気象測器を風雨などから保護し、日射や放射から遮蔽することができる構造である。脚部は地上に1 m出るように地中に埋め固定する。ただし、多雪地では積雪に応じて脚部を高くする。また、扉を開いた時日射が感部に直接当たらないよう正面は北向きにする。

温度計は、地表面上より 1.5m前後の高さになるよう取り付ける。

(5) 点検要領

1) 日常点検

- ① 通風筒の吸い込み口に紙片等を持ってゆき動作確認を行う。また、ファンに付くゴミや凍結にも注意する。
- ② 百葉箱内の雨や砂塵による汚れ、蜘蛛の巣等を清掃する。
- ③ 指示、記録状態に異常がないか確認する。
- ④ アスマン通風乾湿度計等の通風乾湿度計により比較観測を行い両者の差が $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 以内であることを確認する。アスマン通風乾湿度計は太陽放射の影響を受けるので比較は曇天時に行う。
- ⑤ 強い雨風が発生した場合、通風筒に水が入り測定に障害が出ることがあるので、データに注意する。

2) 定期点検

- ① 変換器の入力端子に結ばれている信号ケーブルを外して、その抵抗値を測定して、規定された値（センサ、ケーブルによって異なるため温度計毎に規定されている）であることを確認する。
- ② 温度計試験器等による疑似抵抗値を与え、指示値、記録値、テレメータ出力等外部出力の性能試験も実施する必要がある。定期点検はメーカーに依頼して実施することが多いので、点検項目については、十分打ち合わせを行うことが必要である。

3. 10. 4 湿度計

湿度は大気中の水蒸気量を表す指標であり、相対湿度、絶対湿度、蒸気圧、露点温度等様々な指標で表されるが、このうち相対湿度が最も広く利用されている。

1) 相対湿度

相対湿度は蒸気圧 (e) とその時の気温における飽和蒸気圧 (E) との比を百分率 $e / E \times 100$ で表す。単位は%とし、整数で示す。

2) 蒸気圧

大気中の水蒸気分圧を水蒸気圧といい、気象観測では単に蒸気圧という。ある温度で水又は氷と熱力学的平衡状態にある蒸気圧をその温度の飽和蒸気圧という。蒸気圧の単位は hPa で表し、その 1/10 まで記録する。

3) 露点温度

圧力一定のもとで空気を冷却してゆくと、空気中の水蒸気はある温度で飽和に達し凝結をはじめ露を結ぶ。その温度を露点温度といい、単位は℃で表し 1/10 まで記録する。

大気汚染の常時監視測定に用いられている湿度計は、かつては毛髪式湿度計及び露点式湿度計であったが、温度計とともに同じ通風筒に組込める静電容量式湿度計が多くなっている。

(1) 原理

1) 静電容量式湿度計

高分子薄膜の吸湿による誘電率の変化を、発振回路で周波数の変化として捉え、相対湿度として出力する。

2) 露点式湿度計

塩化リチウム (LiCl) の吸湿性から、その水溶液と溶液に接する空気の蒸気圧との間には自己平衡性がある。この平衡状態では、溶液の濃度によってその水溶液と溶液に接する空気の蒸気圧との間に一定の関係がある。これを応用し、空気中の蒸気圧が溶液の飽和蒸気圧に達した時の温度 (溶液露点温度) を測定することにより、その時の露点温度を求める。

しかし、溶液露点温度は露点温度よりも高温なため、この方式では気温より低い溶液露点温度は測定できない。したがって、それに対応する露点温度も求めることができない。

3) 毛髪式湿度計

毛髪には吸湿性があり、大気中の湿度が変化するとそれに従って毛髪が伸縮する。相対湿度が 20~100% では、湿度に対して毛髪の伸長率がほぼ対数的に変化することから、この性質を利用して相対湿度が測定できる。

(2) 湿度計の仕様

1) 静電容量式湿度計

静電容量式湿度計の仕様を表 3-10-4 に示す。

表 3-10-4 静電容量式湿度計の仕様

項目		測定原理	高分子薄膜電極の静電容量変化
性能関係	1	測定範囲	0~100%
	2	測定精度	±5%以内
	3	電源変動	100V±10%以内
	4	外部出力	湿度 0~100%において 伝送：DC 0~1V 記録計：0~10mV
その他	1	所要電源	AC100V±10% 50 又は 60Hz
	2	許容範囲温度	屋外機器：-20~40℃以上 屋内機器：0~40℃
	3	校正方法	アスマン通風乾湿計及び湿度校正器により行う

(3) 測定系統図

1) 静電容量式湿度計

センサはガラス基板上に作製された上部電極と下部電極との間に、高分子薄膜を挟んでコンデンサを形成した構造になっている。センサに水蒸気が吸着すると高分子薄膜の誘電率が変化し、静電容量が変化する。センサは、発信器の駆動回路であるマルチバイブレータの発振周波数を決定する部分に挿入されており、湿度の変化によって発振周波数が変化するのを、これを湿度に変換して出力する。

2) 露点式湿度計

露点検出部は、感湿部と感温部からなり、感湿部は表面に絶縁塗装を施した長さ 120 mm 程度の薄肉金属パイプを芯としてこの金属パイプをガラス繊維性テープで覆い、その上に 2 本の導線（金線）を互いに等間隔を保つように螺旋状に巻いて、両端をフェノール樹脂製モールド品で端末処理した構造である。

感温部は、感湿部金属パイプの内部に納められているニッケル測温抵抗体が、端子部に取り付けられており、この測温抵抗体に対して回路的に直列及び並列に入れられた巻線抵抗器とで構成されている。

3) 毛髪式湿度計

毛髪が湿度に応じて伸縮すると、これに接続された槓桿を介してカムが回転し、ここでセンサの倍率調整と直線補正が行われる。カムの回転は、湿度表示目盛板の指針を動かすとともに差動トランスのコアの変化に伝えられる。差動トランスでは、コアの変位に対応した電圧信号を出力する。この電圧信号は変換部において整流され、増幅及び補正を加え、記録部やテレメータへ出力される。

(4) 設置基準

基本的には、気温の観測と同様、地上高 1.5m を基準にする。一般的には測定場所に自然

通風式の百葉箱を設け、その内部に湿度計発信器を収納する。設置スペースが限定されている場合は、湿度計発信器を強制通風式の金属百葉箱又は小型百葉箱に収納する。また、静電容量式湿度計では温度計と一体型の通風筒に収納することも多い。

(5) 点検要領

1) 日常点検

指示、記録状態に異常がないかを確認するばかりでなく、それぞれの観測方法に応じた点検が必要である。

① 静電容量式湿度計

センサを保護しているメンブレンフィルターの汚れを点検し、海塩粒子、塵芥又は煤煙等が付着し汚れている場合は、フィルターをセンサから取り外し、蒸留水で洗浄してから自然乾燥する。

② 露点式湿度計

大気汚染の著しい地点、海塩粒子の影響を受ける海岸地方では、塩化リチウムの塗替え頻度を多くする必要があるので、標準測器として用いられるアスマン乾湿計と比較測定し確認することが重要である。

③ 毛髪式湿度計

毛髪の汚れを点検し、砂塵、煤煙等の汚れは羽毛等でていねいに掃除する。汚れが著しい場合又は数か月使用した場合には、蒸留水を筆に含ませ軽く触れるようにして洗浄し、自然乾燥する。

2) 定期点検

熟練した技術と専門的な知識が必要であることから、メーカーに依頼して実施することが多いので、点検項目については十分打合わせを行う必要がある。発信部（感湿部）、変換部の比較試験だけでなく、露点温度計については、試験器等による疑似抵抗値を変換器に与えて、また、静電容量式湿度計については、試薬を用いた湿度校正器によりセンサに湿度変化を与えて、指示値、記録値、テレメータ出力等外部出力の比較試験を実施する必要がある。

3. 10. 5 日射計

日射量は、地面付近の水平な平面に入射する太陽エネルギーの単位面積当たりの量である。日射量は、大気中の水蒸気、ちり及び雲などの影響を受け刻々の変動が激しいので、ある時刻の瞬間値ではなく、一定時間における積算量を用いることが多い。

日本では長い間瞬間値の単位に $\text{cal}/\text{cm}^2/\text{min}$ を、積算値の単位に cal/cm^2 が使用されてきたが、WMOの勧告があり、1981年1月から瞬間値についてはキロワット毎平方メートル (kW/m^2)、積算量についてはメガジュール毎平方メートル (MJ/m^2) を使用することになった。

1) 直達日射量

単位面積の水平面に入射する太陽放射のうち散乱光及び反射光を除き、太陽から直接到達する直達日射量が観測できるのは、日の出から日の入りまでである。

地球に大気が存在しないとすると、地球が太陽から受ける放射量は太陽の活動と距離に

よってのみ決まるのでほぼ一定である。これを太陽定数といい、瞬間値の場合平均して $1.38\text{kW}/\text{m}^2$ 、積算値の場合約 $5.0\text{MJ}/\text{m}^2$ である。

2) 全天日射量

単位面積の水平面に入射する太陽放射の総量で、直達日射、天空の全方向から入射する散乱日射及び雲からの反射日射を合わせて全天日射といい、日の出前及び日の入り後にもわずかながら観測される。

3) 散乱日射量

単位面積の水平面に入射する太陽放射のうち、直達日射を除き大気中で空気分子、水蒸気、エアロゾル等で散乱された光のエネルギー量として観測される。

(1) 測定原理

日射を受けた物体が、そのエネルギーを吸収して温度上昇する性質を利用している。黒色塗装した受光面（温接点）とボディ等に配置した熱的基準点（冷接点）の間に熱電堆（多数の熱電堆を直列又は並列に接続したもの）を配置し温接点と冷接点の温度差を熱起電力として出力し、入射した日射量に換算する。

(2) 日射量の仕様

日射量計の仕様を表 3-10-5 に示す。

(3) 測定系統図

全天日射計は、感部、変換部及び記録部で構成される。感部は日射エネルギーを熱エネルギーに変換し、日射の強さに比例した温度差を熱電堆によって熱起電力として出力する。熱電堆の起電力による信号は、変換部において増幅、補正を加え、日射量に換算、変換される。

その変換定数は、標準測器との比較検定によって「器械定数」として定められ、日射計毎に異なった定数を持ち、互換性がない。

(4) 設置基準

四季を通じて日の出から日の入りまで直達日射を遮ったり、強い反射光の影響を受けたり、また、広く天空を覆ったりする建物、立ち木、アンテナ、煙の発生源などのない露場や屋上とする。理想的な条件が得られない場合には、可能な限りこれらの影響の少ない場所を選定する。また、日常の保守の便も考慮する必要がある。

(5) 点検要領

1) 日常点検

- ① 感部のガラスドームに汚れがないか確認し、必要に応じて掃除する。
- ② 乾燥剤の吸湿状態を確認し、必要に応じて乾燥剤を交換する。
- ③ 指示記録が日の出から高くなり、日の入り後はゼロになっているか確認する。
- ④ 瞬間値で $1.4\text{kW}/\text{m}^2$ 、積算値で約 $5.0\text{MJ}/\text{m}^2$ を超えるなどの異常値が出現していないか確認する。

2) 定期点検

- ① ガラスドームに異常がないか確認する。
- ② 受光面塗料が著しく変色したり剥離したりしていないか確認する。
- ③ 感部出力コネクタに断線、接触不良がないか確認する。
- ④ 疑似電圧 ($5.0\text{MJ}/\text{m}^2$) を与えて指示、記録、テレメータの出力を確認する。

表 3-10-5 日射計の仕様

項目		測定原理	受光部の昇温を熱電堆の起電力によって測定する
性能 関係	1	測定範囲	$0\sim 5\text{MJ}/\text{m}^2$ (感度: $7\text{mV}/\text{kW}\cdot\text{m}^{-2}$)
	2	測定精度	$\pm 3\%$ 以内
	3	直線性 (指示誤差)	$\pm 1\%$
	4	測定波長域	$300\sim 2800\text{nm}$
	5	電源変動	$100\text{V}\pm 10\%$ 以内
	6	外部出力	$0\sim 5\text{MJ}/\text{m}^2$ にて 伝送: DC $0\sim 1\text{V}$ 記録計: $0\sim 10\text{mV}$
	7	所要電源	AC $100\text{V}\pm 10\%$ 50 又は 60Hz

3. 10. 6 放射収支計

地球の大気及び地表面は、太陽からの放射、すなわち日射を吸収して温まると同時に、地球の大気、地表面からもその温度に比例した熱放射を行っている。放射収支量とは、太陽から受ける放射量と地球から放出する放射量の差で示す。

単位は、瞬間値についてはキロワット毎平方メートル (kW/m^2)、積算量についてはメガジュール毎平方メートル (MJ/m^2) である。

(1) 測定原理

全天からの日射量と地表面からの放射量を、上下に位置するように組まれた銅/コンスタンタンの熱電堆により観測し、その温度差を放射収支量として出力する。

(2) 放射収支計の仕様

放射収支計の仕様を表 3-10-6 に示す。

表 3-10-6 放射収支計の仕様

項目		測定原理	受感部の上下の温度差を 熱電堆の起電力によって測定する
性能 関係	1	測定範囲	-1~4MJ/m ² (感度：約 35mV/kW・m ²)
	2	測定波長域	0.3~30μm 以上
	3	電源変動	100V±10%以内
	4	外部出力	-1~4MJ/m ² にて 伝送：DC 0~1V 記録計：0~10mV
	5	所要電源	AC100V±10% 50 又は 60Hz

(3) 測定系統図

放射収支計は、感部、出力調整部、記録部で構成される。感部は、上面受熱板、下面受熱板と熱電堆、ポリエチレンドーム、送風装置からなり、上下受熱板は黒色塗装が施されている。この上下受熱板の間に銅-コンスタantan熱電堆が配置され、上下受熱板の温度差に比例した熱起電力を出力電圧として得る。この出力電圧をシャント抵抗により調整し、積算記録する。

(4) 設置基準

四季を通じて日の出から日の入りまで日陰ができない平坦で開けた場所を選定し、地表面が草地に覆われていることが望ましい。地中に水路や下水管等がある場所は避け、放射収支計は水平に、地上高 1.5mになるよう取り付け。また、取り付ける柱は北側に設置し、柱による影で日射が遮られないようにする。

(5) 点検要領

1) 日常点検

- ① ポリエチレンドームは通常約 1 か月使用できるが、汚れ又は破損があれば交換する。
鳥によりポリエチレンドームが破損することがあるので、長さ 24 cm、太さ 2 mm 程度の針金を立てることによる鳥避けが効果的であり、錆びを防ぐためにステンレス製が望ましい。
- ② ポリエチレンドームが正常にふくらんでいるか、同時にリークノズル（空気逃がし口）の詰まりがないか確認。
- ③ 指示記録の状態を確認するが、夜間の天気計として利用できることから点検前数日の夜間の天気を把握しておく。

2) 定期点検

- ① 外観、形状の点検を行い、ポリエチレンドームを交換する。
- ② ブロアのエアフィルターを掃除する。
- ③ 除湿された水はドレインの中にたまるので 1 か月に一度は排水する。
- ④ 疑似電圧を与えて指示記録、テレメータの出力を確認する。

3. 10. 7 雨量計

降水は、水蒸気が大気中で凝結したり昇華してできた水滴や氷片、あるいはそれらが凍結・融解してできた水滴、氷片などが落下する現象である。降水量とは、ある時間内に地表の水平面又は地表の水平投影面に達した降水の量をいい、水の深さで表す。降水量はmm単位で表し、1/10の位まで記録する。ただし、観測値の1/10の位については、0.5mm未満は0.0mm、0.5mm以上1.0mm未満は0.5mmと示す。

(1) 測定原理

受水器に入った降水は、漏斗からろ水器を通して転倒ますの片側に注がれる。転倒ますは溜まった降水によって重心が支点の反対方向に移動し、降水量が0.5mmに達すると転倒して排水する。転倒時ごとにリードスイッチが働き、接続した電気回路に1個のパルスが発生する。

(2) 測定系統図

転倒ます型雨量計は、内径200mmの受水器を持つ受水器の中に、ろ水器・転倒ます・パルス発生のためのリードスイッチなどが入った雨量計で、受水器にはごみよけの二重の金網が付いている。

また、寒冷地における降水、降雪を観測するためにヒータ、サーモスタット・不凍液等による保温装置を設けた装置もある。

雨量計の系統図及び転倒ます型雨量計の例を図3-10-1に示す。

(3) 設置基準

できるだけ気流が水平になる場所を選び、くぼ地や高くなった所、傾斜地、風の吹き上げがある屋上の外壁や山の稜線からは、可能な限り離す。また、周囲に樹木や建造物がある場所からも、その高さの4倍以上離すことが理想的であるが、不可能な場合には最低でも仰角が30°以下になるよう選定する。

受水器は水平に、しかも地面からの跳ね返りを考慮して設置する。

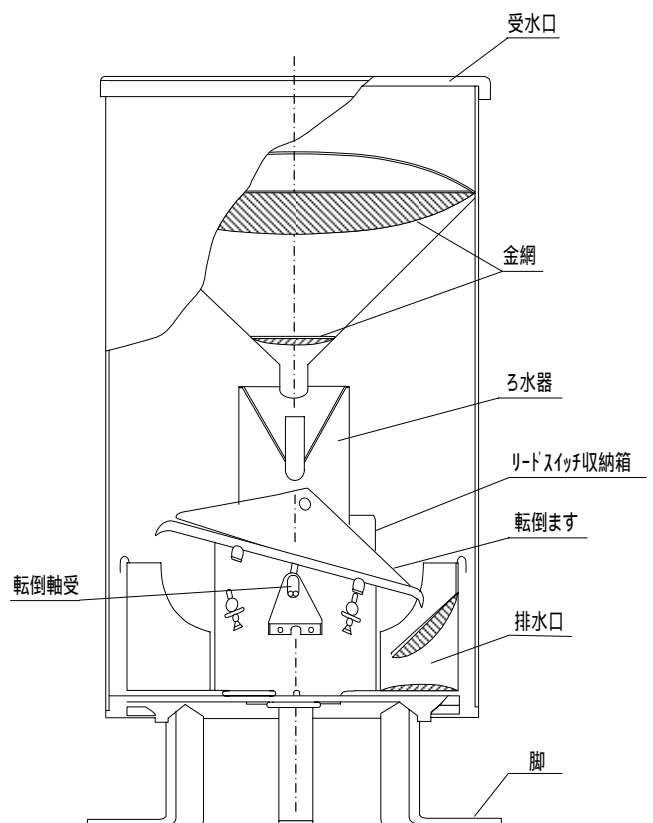


図 3-10-1 転倒ます型雨量計の例

(4) 点検要領

1) 日常点検

受水器やろ水器、又は可動部分や排水口などのごみの除去及び転倒ます内面の汚れの除去等を行う。

2) 定期点検

リードスイッチ及びコネクタの掃除をするばかりでなく、疑似パルスを与えて、指示記録、テレメータの出力を確認する。

3.10.8 気象観測用測器の検定制度の改定及び検定概要

(1) 検定制度改定

気象観測用測器の検定制度は、平成14年4月1日に新制度に改正され、さらに、平成16年3月にその一部が改正された。改正された主な内容は、

- i 気象観測用測器検定に関する業務は、気象庁長官の登録を受けた公正中立な第三者機関である登録検定機関が実施する。
- ii 気象庁長官の認定を受けた認定測定者が、型式証明を受けた型式の気象観測用測器について器差の検査を行ったときは、その測定結果を記載した書類によって検査を受けることができる。
- iii 気象観測用測器の検定の有効期間を定めることが適当であると認められる気象観測用測器のみ有効期間を定める。

などとなっており、同時に検定対象気象観測用測器の種類の見直しや整理、検定証書等の様式の変更等が行われた。

(2) 検定概要

気象業務法により、気象庁以外の政府機関又は地方公共団体が観測結果の公表や災害防止などを目的として観測を行う場合、観測データの精度を確保するため共通した一定の技術基準に従うこととされている。さらにこのような観測で使用する気象観測用測器のうち、温度計、気圧計、湿度計、風速計、日射計、雨量計、及び雪量計の7種類については、観測の正確さを維持するため検定が義務づけられている。

1) 検定と型式証明

気象観測用測器には、個々の測定を対象とした「検定」及び気象観測用測器の型式を証明する「型式証明」の2種類がある。検定は気象観測用測器の構造や材質が適切であるか（構造検査）、一定の測定精度を有しているか（器差試験）の検査を行うものである。型式証明は、ある型式の気象観測用測器の構造や材質について、あらかじめ適切であるかの検査を行い、かつ、当該型式の気象観測用測器を製造者がいつも同じ基準で製造しうるものであるかを確認するものである。

この型式証明を取得した型式の気象観測用測器は、以後に製造される同型式の気象観測用測器の検定を受ける際に、構造検査を省略することができる。なお、認定測定者は、型式証明を取得した型式の気象観測用測器について器差の測定を行うことができ、測定データを測定結果報告書として発行することができる。

型式証明を受けた気象測器については、測定結果報告書を提出することで検定における実器での器差検査に代えることができる。

2) 検定及び型式証明の実施者

「検定」及び「型式証明」により検定実施者及び実施場所が異なる。検定の実施者について表 3-10-7 に示す。

表 3-10-7 検定の実施者

検定の種類	検定実施者
型式証明に係らない型式の気象観測用測器の検定	登録検定機関
型式証明に係る型式の気象観測用測器の検定	登録検定機関
測定結果報告書による検定	登録検定機関
型式証明	気象庁長官

3) 登録検定機関

気象観測用測器の検定業務は、気象庁長官の登録を受けた公正中立な第三機関である「登録検定機関」が実施する。

平成 14 年 10 月 1 日より財団法人 気象業務支援センターが指定検定機関として指定を受け、検定業務を開始していたが、平成 16 年 3 月の気象業務法の一部改正により同センターが登録検定機関として登録され平成 16 年 3 月 1 日から検定業務を開始している。

4) 検定対象の気象測器の種類

検定対象の気象測器の種類は次の 21 種類である。

- | | | |
|---------------|----------------|------------|
| 1. ガラス製温度計 | 11. 露点式湿度計 | 21. 複合気象測器 |
| 2. 金属製温度計 | 12. 電気式湿度計 | |
| 3. 電気式温度計 | 13. ラジオゾンデ用湿度計 | |
| 4. ラジオゾンデ用温度計 | 14. 風杯型風速計 | |
| 5. 液柱型水銀気圧計 | 15. 風車型風速計 | |
| 6. アネロイド型気圧計 | 16. 超音波式風速計 | |
| 7. 電気式気圧計 | 17. 電気式日射計 | |
| 8. ラジオゾンデ用気圧計 | 18. 貯水型雨量計 | |
| 9. 乾湿式湿度計 | 19. 転倒ます型雨量計 | |
| 10. 毛髪製湿度計 | 20. 積雪計 | |

5) 検定の有効期間

検定の有効期間は、表 3-10-8 に示す有効期間を定める気象観測用測器以外は、定められていない。

複合気象測器の検定の有効期間は、これを構成する各気象観測用測器の検定の有効期間のうち最も短いものと同じである。

表 3-10-8 検定の有効期間

気象観測用測器	検定の有効期間
電気式気圧計	10年
液柱型水銀気圧計 アネロイド型気圧計 風杯型風速計 風車型風速計 超音波式風速計 電気式日射計 貯水型雨量計（自記式のものに限る） 転倒ます型雨量計	5年
ラジオゾンデ用温度計 ラジオゾンデ用気圧計 ラジオゾンデ用湿度計	1年

3.1.1 点検要領

各測定機に共通する保守点検の内容と実施頻度を「保守点検事項」として示す。この実施頻度は最低限の頻度を示したものであり、実際の保守点検に当たっては、測定機を設置する地域の特性等を勘案し、適切に実施頻度を決定する必要がある。

保守点検事項（1）

点検区分項目	日常点検			定期点検			緊急点検
目的	<ul style="list-style-type: none"> 自動測定機を正常に連続運転をさせること 必要に応じて部品の交換と補充を行うこと 			<ul style="list-style-type: none"> 測定機の測定精度を維持すること 故障による欠測を未然に防止すること 劣化した部品の交換を行うこと 			測定機に異常又は故障に対して迅速かつ応急的に対応すること
実施頻度	1回/週	1回/2週	1回/1月	1回/3月	1回/6月	1回/1年	異常発生時
実施内容	1 前回の点検時からの記録結果の確認 2 流量の確認 3 サンプル系の確認 4 配管の確認 5 液漏れ確認 6 トラップ確認 7 タイマ確認	1 フィル交換 2 恒温槽温度確認 3 シリカゲル確認	1 チェック値、簡易スパルセルの確認 2 注油 3 毛細管清掃 4 サンプル回路リーク 5 スパルセル確認 6 光路清掃	下記について点検、調整、清掃、注油等を行う。 1 吸収部 ア 吸収びん イ バブラー ウ 液量 エ 等価液（校正ガス）による目盛校正 オ セルの洗浄 2 試料流路部 ア 流量計 イ 流路調整弁 ウ キャピラリー エ バルブ オ ガスボンベ内弁、ダイヤフラム カ ガス配管 キ ミストトラップ、オリフ ク 配管ジョイント ケ 試料大気漏れ 3 液流路部 ア 配管 イ 配管ジョイント ウ 送液ポンプ隔膜、ダイヤフラム エ ビンパル オ ビンパル チュウ カ 逆止弁 4 プログラム部 ア 各入力電圧 イ プログラム動作 ウ バックアップ電池 エ サージアブソーバ 5 総合動作試験 ア 伝送出力 イ 外部入出力信号 ウ 自動レンジ切り換え動作 6 周辺部 ア 集合分配管 イ 試料導入管	下記について点検、調整、清掃、注油等を行う。 1 記録部 ア チャート送り機構 イ 打点又はペン書き機構 ウ サホ機構 エ 機械点検 オ 打点タイミング及びゲイン カ ゼロ、スパルセル直線性 2 試料流路部 ア 流量計 イ 流路調整弁 ウ キャピラリー エ バルブ オ ガスボンベ内弁、ダイヤフラム カ ガス配管 キ ミストトラップ、オリフ ク 配管ジョイント ケ 試料大気漏れ 3 液流路部 ア 配管 イ 送液ポンプ隔膜、ダイヤフラム ウ ビンパル チュウ 4 プログラム部 ア バックアップ電池 イ サージアブソーバ 5 周辺部 ア 試料導入管	1 故障の発見とその処置 2 停電解除後の始動	

保守点検事項(2)

項目	点検区分			定期点検			備考
	実施頻度	1回/週	1回/2週	1回/1月	1回/3月	1回/6月	
二氧化硫黄自動測定機 (紫外線蛍光法)				1.ガス切替弁の動作確認 2.光電測光部の温度管理		1.芳香族炭化水素除去器の交換 2.光源ランプ交換	
二氧化硫黄自動測定機 (溶液導電率法)			吸収びんの純水洗浄			アンモニアスクラバの交換	
窒素酸化物自動測定機 (化学発光法)	1.圧力、流量が設定値内であること 2.コンバータ温度が設定温度範囲内であること		1.オゾン発生器用除湿器の乾燥剤の交換 2.切替弁の動作確認		1.オゾン処理器の交換 2.光電測光部の温度の確認 3.コンバータ効率(95%以上)の確認	コンバータ還元剤の交換	
窒素酸化物自動測定機 (吸光光度法)	ガラスフィルタの発泡状態の確認	1.吸収びん、ガラスフィルタの純水洗浄 2.吸収液の交換 3.酸化液の交換					
浮遊粒子状物質自動測定機(ベータ線吸収法)	1.ろ紙リールの確認 2.ろ紙捕集部のスポットの輪郭の確認		1.等価膜試験 2.ろ紙の交換(機種によっては1回/3月)	1.分粒装置の清掃 2.試料大気導入管の清掃	試料大気導入管の交換	空試験の実施	
浮遊粒子状物質自動測定機(圧電天びん法)	周波数の確認	インパクト部のフィルタ交換	1.放電電極交換 2.洗浄液交換 3.プレフィルタ交換	試料大気導入管の清掃	1.試料大気導入管の交換 2.ワイパーの交換	空試験の実施	
浮遊粒子状物質自動測定機(光散乱法)			感度校正	1.検出部の清掃 2.フィルタ交換 3.試料大気導入管の清掃	1.試料大気導入管の交換 2.光源ランプの交換		
微小粒子状物質自動測定機(ベータ線吸収法)	1.ろ紙リールの確認 2.ろ紙捕集部のスポットの輪郭の確認		1.等価膜試験 2.分粒装置の清掃			空試験の実施	
微小粒子状物質自動測定機(フィルター振動法)			1.分粒装置の清掃 2.フィルタの交換			空試験の実施	
微小粒子状物質自動測定機(光散乱法)						1.空試験の実施 2.感度校正	
光化学オキシダント自動測定機(紫外線吸収法)					1.ロータリバルパッキンの交換 2.オゾンガスによる校正 3.光源ランプ交換	1.三方弁の交換 2.オゾン分解器の交換 3.光源ランプ交換	
光化学オキシダント自動測定機(化学発光法)				エチレンガスの交換	オゾンガスによる校正		
光化学オキシダント自動測定機(吸光光度法及び電量法)	向流吸収管の水洗浄		1.吸収液の交換 2.活性炭の交換 3.光路清掃	酸化剤の交換	1.オゾンガスによる校正 2.光源ランプの交換		
一酸化炭素自動測定機						ゼロガス発生器エレメントの交換	1回/8年:検定を受ける

保守点検事項(3)

項目	点検区分			定期点検			備考
	実施頻度	1回/週	1回/2週	1回/1月	1回/3月	1回/6月	
非メタン炭化水素自動測定機	測定機全般の稼働状況の確認 1.流路切換弁作動時に異常音がないこと 2.ガス流路制御部の圧力、流量が規定値であること 3.助燃ガス精製装置の温度調節ランプが点灯していること 4.カラム恒温槽の温度調節ランプが点灯していること 5.助燃ガス用空気ポンプのドレイン抜き 6.キャリアガス、スパンガスの残圧の確認	水素発生装置への純水補給	1.ゼロ点の確認 2.クロマトグラムの確認 3.非メタン炭化水素の応答の確認 4.サンプリング系の汚れの確認	消炎探知器の動作の確認			
気象観測用機器	1.湿度センサ(毛髪)洗浄 2.日射量計のセンサ(ガラスフィルタ)の清掃 3.雨量計のロート、金網洗浄			1.外部取り付けセンサの外観、形状確認 2.風向、風速の目視観測 3.湿度計用の通風用プロアモータの動作確認 4.温度計、湿度計の指示確認(アスマン乾湿計)		1.支柱、ボールの取り付け金具の確認 2.風向指示試験 3.風速回転試験 4.温度、湿度計のゼロ・スパン確認 5.アスマン乾湿計との比較試験	気象観測については、事務処理基準において「測定を実施するよう努めるもの」とされている

3.12 各測定機の保守点検要領例

各測定機の保守点検要領の例を示す。

(1) 記録計の保守点検要領例

管理項目		基準	始動時	管理周期						実施方法	備考	
対象	項目			1週	2週	1月	3月	6月	1年			
記録計	記録部	1. 指示記録状態 2. チャート送り機構 3. 打点又はペン書き機構 4. サホ機構 5. ゼロ・スパン 6. くり糸	ゼロの変動、指示値の異常がないこと								過去1週間分の記録状態確認	
	インク	1. インク切れ 2. 乾燥 3. インカ・ット 4. インクチューブ	インク切れ、乾燥がないこと								目視、インクを補充、交換	
	ペン先	1. 汚れ 2. 詰まり	汚れ、詰まりなどがないこと								目視、清掃	
	記録紙	記録紙切れ	残量確認								点検、交換	
	注油	機構部分の摩擦	異常音、異常振動等がないこと								目視、清掃、注油	
	スベリ抵抗器	接触状態	接触不良、摩耗がないこと								目視、清掃	
	測定点切換スイッチ	接触状態	接触不良、摩耗がないこと								目視、清掃	
	記録計用アンプ	入出力	正常であること								電圧発生器により、ゼロ・スパン校正を行い、直線性を確認	
	印字	インク切れ又はインカ・ット	インク切れがないこと 印字が薄くないこと								専用掃除器具で洗う	

点検（調整、清掃を含む）

交換又は補充

(2) 紫外線蛍光法二酸化硫黄自動測定機の保守点検例

管理項目		基準	始 動 時	管理周期						実施方法	備考
				1 週	2 週	1 月	3 月	6 月	1 年		
対象	項目										
本 体	試料大気 採取管	1.内面汚れ 2.折れ 3.気密性 4.結露	汚れが顕著でないこと 折れないこと 漏れないこと 水滴がないこと							目視、空気の 逆吹き等で内 部清掃 目視 目視 目視	
	ダスト フィルター	1.汚れ 2.目詰まり 3.ホダの汚 れ	汚れが顕著でないこと 目詰まりがないこと 汚れが顕著でないこと							目視、交換	試料大気導 入口
	ダスト フィルター	1.汚れ 目詰まり 2.清掃	目詰まりがないこと ホダ内部					—		目視、交換	ガス流路
	流量計	1.動作 2.流量表示	内面の汚れがないこと ポートの引っかかり、ふら つきがないこと 設定流量範囲内である こと							目視、洗浄 目視、流量調整 アラームの確認	
	ポンプ	1.動作 2.流量	異常音、異常振動がな いこと 設定流量が吸引できる こと							試聴、目視 ダイヤフラム、バル ブ等の交換	
	ガス 切換弁	動作	試料大気と校正用ガス の切換えができること							目視	目視
	芳香族炭 化水素除 去器	除去能力	能力確認 定期交換					—	—	定期的に交換	
	光源 ランプ	光量	規定光量 定期交換							表示を確認	
	吸着剤 触媒	能力	定期交換						—	定期的に交換	
	毛細管	汚れ、目詰 まり	目詰まりがないこと				—			内部洗浄又は 交換	
	蛍光室	清掃	ゼロ、スパン校正できること							セル窓、セル壁面 清掃	
	光電測光 部	温度	規定温度であること							目視	
	総 合 調 整	ゼロ校正	機能	ゼロ調整が可能なこと 前回校正時より±4ppb以下		—					ゼロガスを導入し指 示が安定した後校正
スパン 校正		機能	スパン調整が可能なこと 前回校正時より±4%以下			—				スパンガスを導入し 指示が安定した後校 正	
再現性の 確認		機能	最大目盛値の±2%				—				
直線性の 確認		機能	最大目盛値の±4%					—		50%付近のガ ス導入	

点検（調整、清掃を含む）
交換又は補充

(3) 溶液導電率法二酸化硫黄自動測定機の保守点検例 - 1

管理項目		基準	始動時	管理周期						実施方法	備考
				1週	2週	1月	3月	6月	1年		
対象	項目										
試料導入部	試料大気採取管	1.内面汚れ 2.折れ 3.気密性 4.結露	汚れが顕著でないこと 折れないこと 漏れないこと 水滴がないこと							目視、空気の逆吹き等で内部清掃 目視 目視 目視	
	ガス流路配管	1.管内の汚れ 2.折れ、外れ 3.各ジョイント 4.フィルター・ホダの汚れ	汚れが顕著でないこと 折れ、外れがないこと 硬化、劣化による漏れがないこと 汚れが顕著でないこと							目視 目視 漏れ試験 目視、交換	
本体	液流路配管	1.管内の汚れ 2.折れ、外れ 3.各ジョイント	汚れが顕著でないこと 折れ、外れがないこと 硬化、劣化による漏れがないこと							目視 目視 目視	
	ダストフィルター	1.汚れ 2.目詰まり 3.ホダの汚れ	汚れが顕著でないこと 目詰まりがないこと 汚れが顕著でないこと							目視 目視 目視	
	流量計	1.動作 2.流量表示	内面の汚れがないこと ポートのひっかかり、ふらつきがないこと 設定流量範囲内であること							目視、洗浄 目視、流量調整 アラームの確認	
	吸収びん	1.汚れ 2.温度補償電極汚れ	藻・かび等による汚れがないこと 藻・かび等による汚れがないこと							目視、純水洗浄、交換 洗浄	交換する場合は、交換前後で等価液による目盛確認、液量確認、液量調整要 取り外し前後の液量確認・調整が必要
	ミストトラップ		液が多量にならないこと							目視	
試料大気吸引ポンプ	1.流量 2.動作	規定流量が出ていること 異常音、異常振動がないこと								流量計で確認 必要に応じ分解清掃又は部品交換	ダイヤラム、弁の交換は6ヵ月～1年

点検（調整、清掃を含む）
交換又は補充

(3) 溶液導電率法二酸化硫黄自動測定機の保守点検例 - 2

管理項目		基準	始動時	管理周期						実施方法	備考
				1週	2週	1月	3月	6月	1年		
対象	項目										
本体	吸収液送液ポンプ	1.動作 2.送液量 3.ポンプ送液部	異常音、異常振動がないこと 規定液量が得られること 藻・かび類の汚れがないこと							目視 送液時間内に規定の送液が行えることを確認 分解清掃及び洗浄	
	吸収びん	吸収液量	規定量が計量されていること			—				排吸収液を双シリンダ-に受けて確認・調整	
	電磁弁又はピンチバルブ	1.動作 2.ピンチバルブチューブ	スムーズに開閉すること 劣化、硬化がないこと							手動にてシークス動作確認 目視、交換	開閉動作の確認
	プログラム	1.動作 2.各係数	正常であること 係数の変化が規定内であること	—						手動にてシークス動作確認 表示又は記録させて変化状況を確認	
	アンモニアスクラバ	能力	定期交換					—		定期的に交換	周辺のアンモニア濃度に応じた管理
	増幅器	各部電圧	正常なこと							電圧確認	
総合調整	ゼロ調整		ゼロ調整が可能なこと							ゼロ等価液によるゼロ調整	
	スパン校正		スパン調整が可能なこと							スパン等価液によるスパン調整	
	試料流量調整		流量調整又は設定ができること							測定状態で大気を導入し流量調整機能を調べ、設定流量に調整	

点検（調整、清掃を含む）
交換又は補充

(4) 化学発光法窒素酸化物自動測定機の保守点検要領例 - 1

管理項目		基準	始動時	管理周期						実施方法	備考
				1週	2週	1月	3月	6月	1年		
対象	項目										
試料導入部	試料大気採取管	1. 内面汚れ	汚れが顕著でないこと							目視、空気の逆吹き等で内部清掃	
		2. 折れ 3. 気密性 4. 結露	折れないこと 漏れないこと 水滴がないこと							目視 目視 目視	
本体	ダストフィルター	1. 汚れ 2. 目詰まり 3. ホダの汚れ	汚れが顕著でないこと 目詰まりがないこと 汚れが顕著でないこと							目視 目視 目視	
	流量計	1. 動作	内面の汚れがないこと ホダのひっかかりがないこと					—		目視、洗浄	
		2. 流量表示	設定流量範囲内であること	—						目視、流量調整アラームの確認	
	圧力計	圧力表示	設定圧力範囲内であること	—						目視、圧力調整アラームの確認	
	ガス流量制御部	1. 動作 2. 圧力、流量	流量調整が可能なこと 設定範囲内であること						—	調整確認 流量計、圧力計で確認する	
	フィルター(その他のライン)	1. 汚れ 目詰まり 2. 清掃	目詰まりがないこと ホダ内部						—	目視、交換	
	吸引ポンプ	1. 流量 2. 動作	規定流量が出ること 異常音、異常振動がないこと							流量計で確認 必要に応じ分解清掃又は部品交換	ホダやアラーム、弁は6ヵ月～1年
切替弁	動作	NO _x 測定ライン、NO測定ラインの切替導入が可能なこと							切替操作等により確認		
オゾン発生用除湿器	交換	乾燥剤の交換							定期的な交換	自動再生方式の機種はその動作の点検を行う	

点検（調整、清掃を含む）
交換又は補充

(4) 化学発光法窒素酸化物自動測定機の保守点検要領例 - 2

管理項目		基準	始動時	管理周期						実施方法	備考
				1週	2週	1月	3月	6月	1年		
対象	項目										
本体	オゾン処理器	交換	吸着剤、触媒の交換							定期的に交換	
	NO ₂ NOコンバーター	1. 温度 2. コンバーター効率 3. 交換	設定温度範囲内であること 95%以上であること 還元剤の交換						—	目視 NO、NO ₂ ガスで点検 定期的に交換	必要と思われる時に実施
	反応槽	清掃	汚れのないこと							他の原因を点検後反応槽(セル窓、セル壁面等)を清掃	
	光電測光部	温度	温度制御(検出器部、流量調整部、PMTクーラー等)が正常動作していること							目視	
総合調整	ゼロ校正	機能	ゼロ調整が可能なこと 前回校正時より±4ppb		—					ゼロガスを導入し指示が安定した後、ゼロ校正	
	スパン校正	機能	スパン調整が可能なこと 前回校正時より±4%			—				スパンガスを導入し指示が安定した後、スパン校正	
	繰返し性の確認	機能	最大目盛値の±2%					—		各々3回導入	偏差確認
	直線性の確認	機能	最大目盛値の±4%						—	50%付近のガス導入	偏差確認

点検(調整、清掃を含む)
交換又は補充

(5) 吸光光度法窒素酸化物自動測定機の保守点検要領例 - 1

管 理 項 目		基 準	始 動 時	管 理 周 期						実 施 方 法	備 考
				1 週	2 週	1 月	3 月	6 月	1 年		
対 象	項 目										
試料導入部	試料大気採取管	1.内面汚れ 2.折れ 3.気密性 4.管内の結露	汚れが顕著でないこと 折れがないこと 漏れがないこと 水滴がないこと							目視、空気の逆吹き等で内部清掃 目視 目視 目視	
	ガス流路配管	1.管内の汚れ 2.折れ、外れ 3.各ジョイント	汚れが顕著でないこと 折れ、はずれがないこと 硬化、劣化等による漏れがないこと							漏れ試験	
本	液流路配管	1.管内の汚れ 2.折れ、外れ 3.各ジョイント	汚れが顕著でないこと 折れ、外れがないこと 硬化、劣化等による漏れがないこと							目視 目視、交換	
	フィルター	1.汚れ 2.目詰まり 3.ホコリの汚れ	汚れが顕著でないこと 目詰まりがないこと 汚れが顕著でないこと							目視 目視 目視	
	流量計	1.動作 2.流量表示	内面の汚れがないこと 加圧のひっかかりがなく、瞬時変動が小さいこと 設定流量が規定流量になっていること					—	—	目視 校正済み流量計又は精密膜流量計による点検、校正済み流量計に交換	流量計を洗浄する場合は、洗浄前後で目盛り点検を行う
体	吸収びん	1.汚れ 2.ガラスフィルター	汚れがないこと 発泡状態の確認 汚れがないこと					—		目視 吸収びん内及びセル内の純水洗浄又はガス吸収びんの交換 洗浄済みガラスフィルターと交換	交換する場合は、交換前後で等価液による目盛確認、目盛校正要 取外し前後の液量確認、調整
	酸化びん	1.汚れ 2.酸化能力 3.パブリック	容器の汚れがないこと 過マンガン酸カリウムの紫色が消失していないこと パブリックしていること							5%シュウ酸洗浄 目視、酸化液交換 目視	バルブを接続している場合は、接続パイプを交換

点検（調整、清掃を含む）
交換又は補充

(5) 吸光光度法窒素酸化物自動測定機の保守点検要領例 - 2

管理項目		基準	始動時	管理周期						実施方法	備考
				1週	2週	1月	3月	6月	1年		
対象	項目										
本 体	排ガス処理液	水量があること								水道水を交換又は補充	
	ミストトラップ	液が多量にないこと					—			目視	
	試料大気吸引ポンプ	1.動作 2.流量 3.ポンプのダイヤフラム・弁等	異常音、異常振動がないこと 規定量が流れていること 劣化がないこと							目視 流量計で確認 交換	流量低下又は規定流量流れていない場合は、ガス流路を点検し、必要に応じてポンプの分解清掃及び部品交換
	流量調整機構	1.動作 2.流量安定化装置	流量調整がスムーズなこと 正常であること							流量調整弁を操作して確認 流量を規定量より変化させて動作を確認	流量計を交換した場合は取扱説明書に準じて調整する
	吸収液	1.循環式の場合 2.使い捨ての場合	発色度合いを確認 液量確認							発色が大きくなる前に交換 液がなくなる前に交換	吸収液タンクは定期的に洗浄する
	吸収液送液ポンプ	1.動作 2.送液量 3.ポンプ送液部	異常音、異常振動がないこと 規定液量が得られること 藻・加類の汚れがないこと							目視 送液時間内に規定の送液が行えることを確認 分解清掃及び洗浄	
	ガス吸収部液量	吸収液量	規定量が計量されていること							吸収液排出口にメスシリンダを受け確認・調整	
	電磁弁又はピンチバルブ弁	1.動作 2.ピンチバルブ	スムーズに開閉すること パイプ劣化、硬化がないこと							手動にて確認 目視、交換	
	光源ランプ		ランプが点灯していること					—		目視、定期的 に交換	発光ダイオードの場合は交換不要
	プログラム	1.動作 2.各係数	正常であること 係数の変化が規定内であること							手動にてシークス動作確認 係数の表示又は記録にて変化状況を確認	
増幅器	各部電圧	正常なこと							各部電圧確認		

点検（調整、清掃を含む）
交換又は補充

(5) 吸光光度法窒素酸化物自動測定機の保守点検要領例 - 3

管 理 項 目		基 準	始 動 時	管 理 周 期						実 施 方 法	備 考
対 象	項 目			1 週	2 週	1 月	3 月	6 月	1 年		
総 合 調 整	ゼロ調整	ゼロ調整が可能なこと								ゼロ等価液によるゼロ調整	
	スパン調整	スパン調整が可能なこと								スパン等価液によるスパン調整	
	試料流量調整	流量調整又は設定ができること								測定状態で大気導入し、流量調整機能を調べ、設定流量に調整	

点検（調整、清掃を含む）
交換又は補充

(6) ベータ線吸収法浮遊粒子状物質自動測定機の保守点検要領例 - 1

管理項目		基準	始動時	管理周期						実施方法	備考
				1週	2週	1月	3月	6月	1年		
対象	項目										
試料導入部	試料大気採取管	1. 内面汚れ 2. 折れ 3. 異物の吸い込み 4. 管内の結露	汚れが顕著でないこと 折れないこと 虫等の混入がないこと 水滴がないこと						—	目視、交換 目視 目視	防虫網の取り付け
	分粒装置	1. 粗粒集じん室の清掃 2. 装置内壁の洗浄	粗粒の溜りが顕著でないこと サイクロンの内壁を洗浄する							目視、室の清掃	
本	流量計	1. 動作 2. 洗浄	内面の汚れがないこと フローのひっかかりがないこと フロー形：内壁とフロー洗浄 スロー：点検						— —	目視 点検、洗浄 点検	
	流量安定化装置	1. 流量確認 2. 動作確認	実流量が設定流量どおりであるかどうか確認、調整 流量調整がスムーズなこと							校正済みフロー形面積流量計を用いて実流量を確認、調整する	
体	試料大気吸引ポンプ	1. 動作 2. 分解点検	異常音、異常振動がないこと 排気温度が高くないこと ダイヤフラムが摩耗していないこと						—	必要に応じてホップの分解清掃及び部品交換並びにホップ交換	
	試料大気導入管	1. 汚れ 2. 目詰まり 3. 気密性 4. ゆるみ、抜け	汚れがないこと 折れ、目詰まりがないこと 漏れがないこと ゆるみ、抜けがないこと							目視 目視 目視 リク確認	汚れによって交換
	ろ紙捕集部	密着度	スポットの輪郭がはっきりしていること								
	ろ紙	1. ろ紙残量 2. 巻取具合 3. スポット	残量が十分あること 巻取りがスムーズなこと スポット間隔が一定であること					—		目視、交換 目視 目視	
	線源部	汚れ	線源部の保護膜表面が汚れていないこと							目視、清掃	
	検出部	汚れ	検出部の保護膜表面が汚れていないこと							目視、清掃	
	制御部	動作	正常であること							動作確認	

点検（調整、清掃を含む）

交換又は補充

(6) ベータ線吸収法浮遊状粒子状物質自動測定機の保守点検要領例 - 2

管 理 項 目		基 準	始 動 時	管 理 周 期						実 施 方 法	備 考
				1 週	2 週	1 月	3 月	6 月	1 年		
対 象	項 目										
総 合 調 整	ゼロ確認	1. ゼロ 2. 空試験	試料大気吸引停止状態 試料大気吸引状態							サンプリング管を含めた空試験	
	スパン調整	等価膜試験	スパン調整が可能なこと							等価膜を用いて静的試験	
	流量制御	1. 実流量確認 2. 実流量試験	実流量が設定流量どおりであるか確認、調整 限界差圧直前で実流量が設定値に維持されていることを確認する						—		

点検（調整、清掃を含む）
交換又は補充

(7) 圧電天びん法浮遊粒子状物質自動測定機の保守点検要領例 - 1

管 理 項 目		基 準	始 動 時	管 理 周 期							実 施 方 法	備 考
				1 週	2 週	1 月	3 月	6 月	1 年			
対 象	項 目											
試料導入部	試料大気採取管	1. 内面汚れ 2. 折れ 3. 異物の吸い込み	汚れが顕著でないこと 折れないこと 虫等の混入がないこと					—			目視、交換 目視 目視	
	インパクト部	フィルタ-汚れ	汚れが顕著でないこと								目視、交換	
等速吸引部	プレフィルター部	フィルタ-の汚れ	真空計の指示値が1000mmAqを超えないこと								交換	
	流量計	1. 動作 2. 目盛点検	内面の汚れがないこと 加-トのひっかかりがないこと						—		目視 湿式又は乾式がスム-タで点検又は校正済み浮子式流量計を用いて点検	流量計洗浄後は目盛り点検が必要
本 体	試料大気吸引ポンプ	1. 動作 2. 流量	異常音、異常振動がないこと 設定流量がとれること								目視 流量計で確認	流量低下の場合は導入管等の点検を行い、必要に応じてポンプの分解清掃及び部品の交換を行う
	放電電極	放電電極 汚れ	放電電極に高電圧がかかること								前面パ-ルにより確認	濃度によって寿命が変わるため、現場にて確認
本 体	検出部	ガス外汚れ	周波数が300~4000Hzであること								周波数確認	
	定流量吸引装置	1. フィルタ-目詰まり 2. 流量 3. ポンプ動作	真空計の読みが所定の範囲にあること 所定の吸引が正常に行われていること 異常音、異常振動等がないこと						—		目視、交換 湿式又は乾式がスム-タで点検 目視	流量が異なっている場合は必要に応じてポンプの交換、分解清掃及び部品交換を行う

点検（調整、清掃を含む）
交換又は補充

(7) 圧電天びん法浮遊状粒子状物質自動測定機の保守点検要領例 - 2

管 理 項 目		基 準	始 動 時	管 理 周 期						実 施 方 法	備 考
				1 週	2 週	1 月	3 月	6 月	1 年		
対 象	項 目										
本 体	ワイパ	1. 汚れ 2. 洗浄効果	ワイパプレートに汚れ・破損がないこと 洗浄後基本周波数が規定どおりであること							ワイパプレートを取外し目視 自動チェック時の周波数確認	
	洗浄液水 ドレイン	タンク内液量	液切れしないように補充する。オーバーフローに注意		—					目視、補充	
	制御部	動作	正常動作をすること							動作の確認	
総 合 調 整	ゼロ確認		ゼロ調整が可能なこと							試料大気の吸引を停止した状態でゼロ調整を行う	
	スパン調整		スパン調整が可能なこと							等価入力による調整	
	試料流量調整		流量調整又は設定ができること							測定状態にして大気を導入し流量調整機能を調べ、設定流量に調整	
性能検		繰返し性	最大目盛値の±2%以内							同一条件でゼロ及びスパン等価入力を行う	内蔵発振器による周波数を用いる

点検（調整、清掃を含む）
交換又は補充

(8) 光散乱法浮遊粒子状物質自動測定機の保守点検要領例

管 理 項 目		基 準	始 動 時	管 理 周 期						実 施 方 法	備 考
				1 週	2 週	1 月	3 月	6 月	1 年		
対 象	項 目										
試料導入部	試料大気採取管	1. 異物の混入 2. 接続部 3. 破損変形 4. 内面汚れ	粗大粒子、虫、水等がないこと 完全であること 破損、変形のないこと 汚れが顕著でないこと							目視 目視 目視 目視、交換	
	導気管	1. 異物の混入 2. 内面汚れ	粗大粒子、虫、水等がないこと 汚れが顕著でないこと							目視 目視	
本 体	検出器内部	1. 内面汚れ 2. レンズの汚れ 3. 試料大気吸引ファンの汚れ	汚れが顕著でないこと 汚れが顕著でないこと 汚れが顕著でないこと							清掃 清掃 清掃	
	クリーンエアフィルタ	目詰まり	目詰まりのないこと							目視、定期交換	
	冷却ダクト	内面汚れ	汚れが顕著でないこと							目視	
	光源ランプ	1. 光軸 2. 劣化 3. 交換	光軸がずれていないこと 劣化していないこと 定期交換							目視 目視 交換	
	光電子増倍管	汚れ	光電面が汚れていないこと							清掃	
	光電子増倍管用恒温槽	動作確認	温度計指示が 40 を示していること							目視	
	標準散乱板	1. フィルター 2. 散乱板	汚れのないこと 入射光面と散乱板面に埃りの付着がないこと							目視、交換 清掃	
総 合 調 整	ゼロ確認		ゼロ調整が可能なこと							試料大気の吸引を停止した状態でゼロ調整を行う	
	スパン調整	等価入力試験	スパン調整が可能なこと							標準散乱版を用いて静的試験	

点検（調整、清掃を含む）
交換又は補充

(9) ベータ線吸収法微小粒子状物質自動測定機の保守点検要領例

管理項目		基準等	始動時	管理周期					実施方法	備考
				1週	1月	3月	6月	1年		
対象	項目									
大気導入口及び分粒装置	PM ₁₀ 及びPM _{2.5} インレット	1. 内面汚れ 2. 管内の結露 3. 装置内壁の洗浄	汚れが顕著でないこと 水滴がないこと 内壁を洗浄する						目視、清掃 目視 すべて分解洗浄	
	試料大気導入管	1. 汚れ 2. 目詰まり	汚れが顕著でないこと 折れ、目詰まりがないこと						目視 目視	
粒子捕集部	フィルター捕集部	1. 密着度 2. 分解点検	スポットの輪郭がはっきりしていること フィルター捕集部の分解点検						目視 すべて分解洗浄	
	フィルター	1. 残量 2. 交換	フィルターの残量が十分あること フィルター交換						目視 交換	
検出部	線源部	1. 汚れ 2. 線源強度確認 3. 交換、廃棄 4. 静的感度確認	線源部の保護膜表面が汚れていないこと ベータ線源強度が規定内にあること ベータ線源の交換・廃棄及び収納部交換 等価膜を使用し感度確認をおこない基準の値になっていること						目視、清掃 目視 線源及び格納部を予防保全交換 線源校正用等価膜を使用し、校正値と実測値を確認、調整する	
	検出部	汚れ	検出部の保護膜表面が汚れていないこと						目視、清掃	
流量計及び流量制御部	流量計	1. 動作確認 2. 流量確認	モニター表示を確認 校正済み流量計で流量を確認し、表示値とあっていること						目視 流量確認、調整	
	制御部	1. 動作確認 2. 本体交換	正常であること センサー・制御弁類の交換						動作確認 センサー・制御弁類の予防保全交換	
吸引ポンプ	試料大気吸引ポンプ	1. 動作確認 2. 分解点検消耗品交換 3. 本体交換	異常音、異常振動がないこと ダイヤフラム・弁類の交換 ポンプ本体の交換						必要に応じてポンプの分解清掃及び部品並びにポンプ交換 目視・交換 ポンプ本体を予防保全交換	
除湿装置	除湿能力	除湿能力	モニター表示を確認						目視	
	温度、湿度計	消耗品交換	センサー類交換						センサー類を予防保全交換	
温度・湿度・気圧計	温度・湿度・気圧計	1. 表示値確認 2. 消耗品交換	検定あるいは校正済み器と表示値を確認し、表示値とあっていること センサー類交換						検定あるいは校正済みの温度計等を使い表示値を確認する センサー類を予防保全交換	
表示部	表示部	時刻合わせ	実用上、現在時刻とあっていること						NTT時報等で、時刻校正を行う	
出力部	アナログ出力	校正	電圧値を確認し、表示値とあっていること						電圧値を確認、調整する	
総合調整	ゼロ確認	1. ゼロ 2. 空試験	試料大気吸引停止状態 試料大気吸引状態						試料大気導入管を含めた空試験	
	スパン調整	等価膜試験	静的スパン調整が可能なこと						等価膜を用いて静的試験	
	流量制御	実流量確認・調整	実流量が設定流量どおりであるか確認、調整						確認、調整	

点検（調整、清掃を含む）

交換又は補充

(10) フィルター振動法微小粒子状物質自動測定機の保守点検要領例

管 理 項 目		基 準 等	始 動 時	管 理 周 期					実 施 方 法	備 考
				1 週	1 月	3 月	6 月	1 年		
対 象	項 目									
大気導入口及び分粒装置	PM ₁₀ インレット	1. 内面汚れ 2. 装置内壁の洗浄 3. 交換	汚れが顕著でないこと インパクトの内壁を洗浄する Oリング類の交換						目視、清掃 すべて分解洗浄 Oリング類の交換	
	バーチャルインパクト	1. 装置内壁の洗浄 2. 交換	内壁を洗浄する Oリング類の交換						すべて分解洗浄 Oリング類の交換	
	試料大気導入管	1. 汚れ 2. 目詰まり	汚れが顕著でないこと 目詰まりがないこと						目視 目視	
粒子捕集部	TEOMフィルター	1. 確認 2. 交換	圧損率の確認 TEOMフィルターの交換						目視 TEOMフィルターの交換	
	パーズラインフィルター	交換	47mmフィルターの交換						TEOMフィルターの交換時に同時に交換	
	各種フィルター	交換	汚れが顕著でないこと						ウォータートラップ、各ラインのフィルター交換	
検出部	振動素子	確認	校正フィルターを使用して基準の値になっていること						振動素子校正係数の確認	
流量計及び流量制御部	流量計	1. 動作確認 2. 流量確認	流量が正確に表示されていること 校正済み流量計を使い流量を確認し、表示値とあっていること						目視 校正済み流量計を用いて確認、調整	
	制御部	動作確認	正常であること						動作確認	
吸引ポンプ	試料大気吸引ポンプ	1. 動作確認 2. 調整	異常音、異常振動がないこと、又規定の圧力値になっていること ポンプ能力の回復						必要に応じてポンプの分解清掃及び部品並びにポンプ交換 ポンプ調整	
除湿装置	除湿能力	交換	除湿効率の回復						除湿ドライヤーの交換	
温度・湿度・気圧計	温度・気圧計	校正	検定あるいは校正済み器で温度、湿度、気圧を確認し、表示値とあっていること						検定あるいは校正済み器を使い温度、湿度、気圧を確認、調整する	
表示部	表示部	時刻合わせ	実用上、現在時刻とあっていること						NTT時報等で、時刻校正を行う。	
出力部	アナログ出力	校正	電圧値を確認し、表示値とあっていること						電圧値を確認、調整する	
総合調整	ゼロ確認	空試験	試料大気吸引状態						試料大気導入管を含めた空試験	
	流量制御	実流量確認・調整	実流量が設定流量どおりであるか確認、調整						基準の校正用流量計を用いて確認、調整	

点検（調整、清掃を含む）

交換又は補充

(11) 光散乱法微小粒子状物質自動測定機の保守点検要領例

管 理 項 目		基 準 等	始 動 時	管 理 周 期					実 施 方 法	備 考
				1 週	1 月	3 月	6 月	1 年		
対 象	項 目									
大気導入口及び分粒装置	サンプルヘッド	1. 異物の混入 2. 破損変形 3. 内面汚れ	粗大粒子、虫、水等がないこと 破損、変形のないこと 汚れが顕著でないこと						目視 目視 ドライ、圧縮エアでサンプルパイプ内を清掃	
	試料大気導入管	1. 異物の混入 2. 内面汚れ	粗大粒子、虫、水等がないこと 汚れが顕著でないこと						目視 ドライ、圧縮エアでサンプルパイプ内を清掃	
水トラップ	水トラップ	点検	水が入っていないか確認						水が入っている場合、装置を止めて瓶の中の水を取りだす	
検出部	検出部	1. 内面汚れ 2. 装置内壁の洗浄	汚れが顕著でないこと レンズの汚れ						目視 目視	
光散乱部	検出部	1. 内面汚れ 2. 目詰まり	汚れがないこと レーザーの異変						目視 レーザーの示す数値により確認	
流量計及び流量制御部	試料大気吸引ポンプ	動作確認	異常音、異常振動がないこと						必要に応じてポンプの分解清掃及び部品並びにポンプ交換	
	流量安定化装置	流量確認	実流量が設定流量どおりであるかどうか確認、調整						校正済み流量計を用いて実流量を確認する	
	制御部	動作確認	正常であること						動作確認	
除湿装置	除湿能力	交換	除湿効率の回復						除湿ドライヤーの交換	
吸引ポンプ	試料大気吸引ポンプ	1. 動作確認 2. 能力回復	異常音、異常振動がないこと、又規定の圧力値になっていること ポンプ能力の回復						必要に応じてポンプの分解清掃及び部品並びにポンプ交換 ポンプ調整	
温度・湿度・気圧計	温度・気圧計	校正	検定あるいは校正済み器で温度、湿度、気圧を確認し、表示値とあっていること						検定あるいは校正済み器を使い温度、湿度、気圧を確認、調整する	
表示部	表示部	点検	実用上、現在時刻とあっていること						NTT時報等で、時刻校正を行う。	
出力部	アナログ出力	校正	電圧値を確認し、表示値とあっていること						電圧値を確認、調整する	
総合調整	ゼロ確認	空試験	試料大気吸引状態						サンプリング管を含めた空試験	
	スパン調整	スパン校正	スパン調整が可能なこと						レーザーの初期値と比較・確認	
	流量制御	実流量確認・調整	実流量が設定流量どおりであるか確認、調整						確認、調整	

点検（調整、清掃を含む）

交換又は補充

(12) 紫外線吸収法オゾン自動測定機の保守点検要領例

管 理 項 目		基 準	始 動 時	管 理 周 期						実 施 方 法	備 考
				1 週	2 週	1 月	3 月	6 月	1 年		
対 象	項 目										
本 体	試料大気導入管	1.内面汚れ 2.折れ 3.気密性 4.結露	汚れが顕著でないこと 折れがないこと 漏れがないこと 水滴がないこと							目視、空気の逆吹き等で内部清掃 目視 目視 目視	
	フィルター	1.汚れ 2.目詰まり 3.ホコリの汚れ	汚れが顕著でないこと 目詰まりがないこと 汚れが顕著でないこと							目視 目視 目視	
	流量計	1.動作 2.流量表示	内面の汚れがないこと ノットのひっかかり、ふらつきがないこと 設定流量範囲内であること							目視、洗浄 目視、流量調整アラームの確認	
	ニードル弁	汚れ 目詰まり	流量調整がスムーズなこと 又は設定					—		ニードル弁を操作して確認、清掃	
	吸引ポンプ	1.流量 2.動作	規定流量が可能なこと 異常音、異常振動がないこと							流量計で確認 必要に応じ分解清掃又は部品交換	ダイヤフラム、弁の交換は6月～1年
	切替弁	動作	漏れのないこと 試料大気とゼロガスの切替え等が可能なこと							流量計により点検 電磁弁交換 パッキン交換	
	オゾン分解器	動作	オゾンが分解されかつ水分等の影響のないこと					—		オゾンガス等により確認 交換	
	光源ランプ	1.電圧 2.光量	設定電圧で点灯しかつ変動がないこと 規定光量があること							電圧測定(電圧表示の点検) ランプ交換	
	試料セル	汚れ	汚れのないこと							定期的に分解 清掃	
	配管全体	1.漏れ 2.目詰まり 3.気密性 4.ゆるみ、抜け	汚れのないこと 折れ、目詰まりのないこと 漏れがないこと ゆるみ、抜けがないこと							目視 目視 目視 リーク確認	汚れによって交換
総 合 調 整	ゼロ校正	機能	前回校正時より±4ppb以下					—		精製空気導入	
	スパン校正	機能	前回校正時より±4%以下					—		ガス発生器使用	
	再現性の確認	機能	最大目盛値の±2%					—		各々3回導入	偏差確認
	直線性の確認	機能	最大目盛値の±4%					—		20、40、80%のガス導入	偏差確認

点検（調整、清掃を含む）
交換又は補充

(13) 化学発光法オゾン自動測定機の保守点検要領例

管 理 項 目		基 準	始 動 時	管 理 周 期						実 施 方 法	備 考
				1 週	2 週	1 月	3 月	6 月	1 年		
対 象	項 目										
試料導入部	試料大気導入管	1.内面汚れ 2.折れ 3.気密性 4.結露	汚れが顕著でないこと 折れないこと 漏れないこと 水滴がないこと							目視、空気の逆吹き等で内部清掃 目視 目視 目視	
	フィルター	1.汚れ 2.目詰まり 3.ホコリの汚れ	汚れが顕著でないこと 目詰まりがないこと 汚れが顕著でないこと							目視 目視 目視	所定のフィルターを用いる
本 体	流量計	動作	汚れのないこと ゼロの静止がないこと					—		目視、洗浄	
	ニードル弁 (毛細管)	汚れ、目詰まり	流量調整がスムーズなこと又は設定					—		ニードル弁を操作して確認、清掃 設定流量になっていること	
	圧力調整弁	動作	圧力調整がスムーズなこと					—		ニードル弁を操作して確認、清掃	
	吸引ポンプ	1.動作 2.設定流量	異常音、異常振動がないこと 設定流量範囲内であること							目視、流量調整 分解清掃、ダイヤフラム定期交換	
本 体	エチレンガス	1.残圧 2.交換	残圧があること							目視 定期交換	
	エチレン処理器	動作	エチレンガスが分解処理されること					—		処理温度確認 HC計による動作確認 交換	
	反応槽	汚れ	汚れのないこと							定期的に分解 清掃	
総 合 調 整	配管全体	1.漏れ 2.目詰まり 3.気密性 4.ゆるみ、抜け	汚れのないこと 折れ、目詰まりのないこと 漏れないこと ゆるみ、抜けがないこと							目視 目視 目視 リーク確認	汚れによって交換
	ゼロ校正	機能	前回校正時より±4ppb以下					—		精製空気導入	
	スパン校正	機能	前回校正時より±4%以下					—		ガス発生器使用	
	再現性の確認	機能	最大目盛値の±2%					—		各々3回導入	偏差確認
	直線性の確認	機能	最大目盛値の±4%					—		20、40、80%のガス導入	偏差確認

点検（調整、清掃を含む）
交換又は補充

(14) 吸光光度法オキシダント自動測定機の保守点検要領例 - 1

管 理 項 目		基 準	始 動 時	管 理 周 期						実 施 方 法	備 考
				1 週	2 週	1 月	3 月	6 月	1 年		
対 象	項 目										
試料導入部	試料大気導入管	1.内面汚れ 2.折れ 3.気密性 4.結露	汚れが顕著でないこと 折れないこと 漏れないこと 水滴がないこと							目視、空気の逆吹き等で内部清掃 目視 目視 目視	
	フィルター	1.汚れ 2.目詰まり 3.ホダの汚れ	汚れが顕著でないこと 目詰まりがないこと 汚れが顕著でないこと							目視 目視 目視	所定のフィルターを用いる
本 体	酸化剤	動作	SO ₂ の影響を受けないこと							定期交換	褐色部分が多くなったら交換
	流量計	1.動作 2.目盛点検	内面の汚れがないこと フローの引っかかりがなく、瞬時変動が小さいこと 設定流量が規定流量になっていること						—	目視、洗浄 湿式がメータ又は校正済みフロー面積流量計を用いて目盛点検	洗浄後は目盛り点検が必要
	向流吸収管	1.汚れ 2.流れ	汚れ、結晶、藻・かび等の付着がないこと 吸収液がスムーズに流れ落ちること							目視、洗浄、目視	汚れの程度に応じて洗剤、薬剤を使用する
	ミストトラップ	水量	液が多量にならないこと							目視	
	試料大気吸引ポンプ	1.動作 2.流量	異常音、異常振動がないこと 規定量になっていること		—					目視 流量計で確認	流量低下の場合は、ガス流路を点検し、必要に応じてホダの分解清掃及び部品交換
	ニードル弁	汚れ、目詰まり	流量調整がスムーズなこと							ニードル弁を操作して確認	
	吸収液	交換	発色がないこと							目視、発色が顕著な時は期間内でも交換	吸収液交換時は活性炭も交換のこと
吸収液送液ポンプ	1.動作 2.送液量	異常音、異常振動がないこと 規定液量が得られること							目視 計量器で確認	必要に応じ部品交換	
活性炭	交換	吸収液が着色していないこと							目視、交換	活性炭交換後数時間後にゼロ調整を実施のこと	

点検（調整、清掃を含む）

交換又は補充

(14) 吸光光度法オキシダント自動測定機の保守点検要領 - 2

管理項目		基準	始 動 時	管理周期						実施方法	備考
				1 週	2 週	1 月	3 月	6 月	1 年		
対象	項目										
本 体	比較セル 測定セル	1. 汚れ 2. 漏れ	汚れ、くもりのないこと 液漏れのないこと							目視、洗浄 目視	
	光源 ランプ	1. 電圧 2. 光量	設定電圧で点灯し、かつ 変動がないこと 断線、ランプの黒ずみ、汚 れがないこと							電圧測定 目視	交換時に手 の油や指紋 をつけない こと
	光電素子	交換	正常な指示調整ができる こと							ゼロ・ランプ調整が できない場合は 交換	
	光学系全 体	汚れ	汚れていないこと							目視、清掃	
	配管全体	漏れ								各配管の接続 部を調査	
	制御部	動作	正常動作すること							動作の確認	
	総 合 調 整	ゼロ調整		ゼロ調整が可能なこと					—		精製空気導入
スパン 校正			スパン調整が可能なこと					—		ランプ発生器使 用	
試料流量 調整			流量調整又は設定ができ ること							測定状態で大気 を導入し流量調 整機能を調べ、 設定流量に調整	
吸収液流 量調整			流量調整又は設定ができ ること							設定流量に調 整	

点検（調整、清掃を含む）

交換又は補充

(15) 一酸化炭素自動測定機の保守点検要領例 - 1

管理項目		基準	始動時	管理周期						実施方法	備考
				1週	2週	1月	3月	6月	1年		
対象	項目										
試料導入部	試料大気採取管	1. 内面汚れ 2. 折れ 3. 気密性 4. 結露	汚れが顕著でないこと 折れないこと 漏れないこと 水滴がないこと							目視、空気の逆吹き等で内部清掃 目視 目視 目視	
	フィルター	1. 汚れ 2. 目詰まり 3. ホルダの汚れ	汚れが顕著でないこと 目詰まりがないこと 汚れが顕著でないこと							目視 目視 目視	
	ポンプ	1. 流量 2. 動作	規定流量が出ること 異常音、異常振動のないこと							流量計で確認 必要に応じ分解清掃又は部品交換	ダイヤラム、弁の交換は6ヵ月～1年
	流量調整機構	1. 動作 2. 圧力、流量	流量調整が可能なこと 設定範囲内であること						—	調整確認 流量計、圧力計で確認する	
	切換弁	動作	切換動作が可能なこと 試料大気、ゼロスパンガスの導入が可能なこと							切換操作で確認	
	ゼロガス精製器	1. 精製能力 2. 設定温度 3. 目詰まり	CO 除去の効率が十分あること 規定温度であること 目詰まりのないこと							取扱説明書による温度の確認 試料流量で確認	エレメントの交換は6ヵ月～1年
	除湿器	設定温度	規定温度であること							冷却温度確認 調整	
	流量計	1. 動作 2. 流量表示	内面の汚れないこと ポートのひっかかり、ふらつきがないこと 設定流量範囲内であること							目視 目視、流量調整 アラームの確認	
	配管全体	1. 汚れ 2. 目詰まり 3. 気密性 4. ゆるみ、抜け	汚れないこと 折れ、目詰まりのないこと 漏れないこと ゆるみ、抜けがないこと							目視 目視 目視、リーク確認	汚れによって交換
	本体	光源	1. 汚れ 2. 電圧	窓反射面に破損、くもりがないこと 規定電圧であること						目視 電圧又は抵抗値の測定	
	試料セル	汚れ	汚れ、くもり、窓の破損がないこと						目視、セル管内面を洗剤で洗浄、パッキンの交換		

点検（調整、清掃を含む）
交換又は補充

(15) 一酸化炭素自動測定機の保守点検要領例 - 2

管理項目		基準	始動時	管理周期						実施方法	備考
				1週	2週	1月	3月	6月	1年		
対象	項目										
本体	指示計	動作	正常な動作であること							ゼロ調整器を調整し動作確認	
	温度調整器	動作	正常な動作であること							温調動作の確認	
その他付属装置	自動校正装置	動作	正常な動作であること							動作の確認	
	平均値演算器	動作	正常な動作であること							一定の入力信号を与え、指定時間単位に正しい出力が選られることを確認	
	多点切換器	動作	正常な動作であること							動作の確認	
	スパンガス	1. 圧力 2. 気密性	十分な残圧があること 漏れがないこと						—	目視高圧ガス交換時に石鹼水等でリーク確認	有効期限に注意すること
総合調整	光学系調整		光学系の調整状態が正常であること							取扱説明書による	
	ゼロ調整		調整が可能なこと							ゼロガスを流し、ゼロ調整	
	スパン調整		調整が可能なこと							スパンガスを流し、スパン調整	
	試料流量調整		調整又は設定が可能なこと							測定状態での流量設定	

点検（調整、清掃を含む）
 交換又は補充
 8年毎検定を受ける

(16) 非メタン炭化水素自動測定機の保守点検要領例 - 1

管理項目		基準	始動時	管理周期						実施方法	備考
				1週	2週	1月	3月	6月	1年		
対象	項目										
試料導入部	試料大気採取管	1. 内面汚れ 2. 折れ 3. 気密性 4. 結露	汚れが顕著でないこと 折れないこと 漏れないこと 水滴がないこと							目視、空気の逆吹き等で内部清掃 目視 目視 目視	
各種ガス導入部	校正用ガス、キャリアガス、燃料ガス導入管	1. 圧力 2. 接続部の漏れ	既定値であること 漏れないこと			—				容器詰め高圧ガスの残圧と供給圧の確認 HCフリーのリークチェック液で確認	残圧を記録しておく 石鹸水は不可
本体	フィルター	1. 汚れ 2. 目詰まり 3. ホルダーの汚れ	汚れが顕著でないこと 目詰まりがないこと 汚れが顕著でないこと							目視 目視 目視	
	切換弁	動作	試料大気とサンプルガスの切換導入が可能なこと							切換操作により確認	
	流量計	動作	内面の汚れがないこと ゼロのひっかかりがないこと							目視、洗浄	
	試料大気吸引ポンプ	1. 流量 2. 動作	規定流量が出ること 異常音、異常振動がないこと							流量計で確認 必要に応じ分解清掃又は部品交換	ダイヤフラム、弁の交換は6ヵ月から1年
	ガス流量制御部	1. 動作 2. 圧力、流量	流量調整が可能なこと 設定範囲内であること						—	調整確認 流量計、圧力計で確認する	
	助燃ガス精製部	温度	加熱温度で温度調節されていること							温度調節器のランプ点滅で確認	
	助燃ガス用コンプレッサー	1. 動作 2. 流量、圧力 3. ポンプのダイヤフラム・弁等 4. ドレイン抜き	異常音、異常振動がないこと 設定流量、圧力になっていること						—	目視 目視 交換 空気タンクのドレインを抜く	流量低下又は規定量流れていない場合は、ガス流路を点検し、必要に応じポンプの分解清掃及び部品交換
分離部	1. 流路切換弁 2. カラムの汚れ、劣化	動作が正常なこと、漏れがないこと 異音がないこと 所定のケマトグラムがとれること						—	ケマトグラムの確認、HCフリーのリークチェック液で確認 酸素とメタンの分離、リテンションタイム、NMHCバックワッシュ時のペーシングの戻りなど応答性の確認	異常があれば、自動ゼロ調整のタイミング設定変更、カラムの再エージング、交換などを行う	

点検（調整、清掃を含む）
交換又は補充

(16) 非メタン炭化水素自動測定機の保守点検要領例 - 2

管理項目		基準	始動時	管理周期						実施方法	備考
				1週	2週	1月	3月	6月	1年		
対象	項目										
本体	分離部	3. 恒温槽	所定の温度で温度調節されていること							温度調節器のツブ点滅で確認	
	検出器 (FID)	1. 点火	所定操作で点火すること							確認、点火装置の交換	
		2. 指示	ノイズ、ドリフトのないこと							ケムシの除去の確認	
	消炎検知器、燃料ガス遮断器	動作	正常に動作すること							燃料ガスの供給を停止し確認	
	配管全体	漏れ	各配管接続部からの漏れがないこと							取扱説明書に従う	
	演算増幅部	動作	正常に動作すること							取扱説明書に従う	
制御部	動作	正常に動作すること							取扱説明書に従う		
付属装置	平均値演算器	動作	正常に動作すること							取扱説明書に従う	
	伝送出力	電圧、接点	出力がレギュラ受信値と一致すること							取扱説明書に従う	
	水素発生装置	1. 動作 2. 水位レベル 3. 乾燥剤 4. 水タンク 5. 電解液 6. ガス漏れ、液漏れ 7. 発生量	圧力スイッチにより適当周期で動作すること 所定量以上であること 所定の性能を有すること 汚れのないこと 所定の性能を有すること 漏れがないこと 所定の発生量が得られること							バルブ通電ランプにより確認 目視、純水補給 目視、交換 洗浄 交換 チェック液で確認 目視	
総合調整	ゼロ調整		ゼロ調整が可能なこと							ゼロガスによるゼロ調整	
	スパン校正		スパン調整が可能なこと							スパンガスによる調整	

点検 (調整、清掃を含む)
交換又は補充

(17) 気象測器の保守点検要領例

点検項目		基準	点検周期			実施方法	備考
			始動	3月	1年		
対象測器	項目内容						
風向風速	取り付けボルト	形状に異常がないこと				目視 目視 プロペラを止める、ケーブルを外す 風向方位盤を用いる 風速回転試験器を用いる	ゼロ点 45°毎 5 m/s 毎 風速は5年で検定
	発信器 記録状態 風向性能試験 風速性能試験	形状に異常がないこと 棒書き等異常がないこと ±3°以内 10m/s未満は±0.3m/s以内 10m/s以上は±0.3%以内					
温度・湿度	発信器	1.形状に異常がないこと				目視 蒸留水で洗浄し自然乾燥する 目視 目視 目視 アズ乾湿計を用いる(曇天日) 発信器の指針を動かして行う	汚れの多い場合 回数 20%毎
	記録状態 格納容器 プロペラ アズ乾湿計比較試験 性能試験 湿度校正試験	2.フィルタに汚れないこと なめらかに記録していること ほこり、蜘蛛の巣等がないこと 回転し、通風していること 温度：±0.5 以内であること 湿度：±5%以内であること 温度：±0.5 以内であること ±3%以内であること					
日射	発信器	ガラスフィルタに異常がないこと				目視、清掃 目視 疑似電圧を入力し、経過を観察する	10、20、30、60分後
	記録状態 性能試験	昼時にビークのある記録を確認 ±3%以内であること					
放射収支	発信器	ボリフレクトールに異常がないこと				目視、交換 目視 目視	
	記録状態 性能試験 校正	日射との相関性を確認 昼夜切換記録していること エアフィルタの清掃 精度以内であること					
雨量	発信器	形状に異常、汚れがないこと				目視、0-1、金網清掃 目視 疑似ハイルを与える	5年で検定 10mm 毎
	記録状態 性能試験	階段状に変化する記録を確認 ±3%以内であること					